

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. M. OULHADJ - Bouira
Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées
Département de Génie des Procédés



Mémoire

Présenté par :

BOUTEMEUR MERIEM

MOULLA DYHIA

Pour l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : GENIE DES PROCEDES

Spécialité : Génie Chimique

Valorisation et recyclage chimique des déchets textiles : Innovations, défis et applications en Génie Chimique

A exposer le : 27/06/2026

Devant le jury composé de :

Mme. ZAABAR Aida	Pr	UAMO, Bouira	Présidente
Mme. AITALI Salima	MCA	UAMO, Bouira	Examinatrice
Mme. ZIANI Salima	Pr	UAMO, Bouira	Encadrante
Mme. EL HANAFI Nawel	MCA	UAMO, Bouira	Co-Encadrante

2025/2026

Remerciements

Avant tout, nous remercions Allah le tout-puissant de nous avoir accordé la santé, la patience, la volonté, le courage et la persévérance nécessaires pour mener à bien ce travail de fin d'études, réalisé au sein du laboratoire de Génie des Procédés de l'Université Akli Mohand Oulhadj- Bouira.

Nous adressons nos plus sincères remerciements à nos promotrices, Mme S. ZIANI et Mme N. EL HANAFLI, pour leur encadrement scientifique, leur disponibilité constante, leurs précieux conseils, leurs encouragements, ainsi que pour la documentation pertinente qu'elles ont mise à notre disposition. Leur soutien, leur confiance et leurs orientations judicieuses ont largement contribué à la réalisation de ce mémoire dans les meilleures conditions.

Nous tenons également à exprimer notre profonde gratitude aux membres du jury qui ont accepté d'examiner et d'évaluer ce travail. Nous les remercions vivement pour le temps qu'ils ont consacré à la lecture de ce mémoire ainsi que pour leurs remarques et suggestions qui contribueront à son amélioration.

Nos remerciements s'adressent également à l'ensemble du personnel du laboratoire de Génie des Procédés pour leur accueil chaleureux, leur disponibilité, leur aide précieuse et les conditions de travail favorables qu'ils nous ont offertes tout au long de cette étude.

Nous souhaitons aussi remercier tous les enseignants qui ont assuré notre formation depuis nos premières années d'études jusqu'à l'achèvement de notre cursus universitaire. Grâce à leur dévouement, leurs compétences et leur transmission du savoir, nous avons pu acquérir les connaissances nécessaires à la réalisation de ce travail.

Nous n'oublions pas d'exprimer notre reconnaissance à nos familles, particulièrement à nos parents, pour leur amour, leur soutien moral et matériel, leurs sacrifices ainsi que leurs encouragements permanents tout au long de notre parcours universitaire.

Enfin, nous adressons nos sincères remerciements à toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire et à la réussite de notre parcours académique.

A tous, nous exprimons notre profonde gratitude et notre respect.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

Ma très chère mère **Djedjiga** ;

celle qui m'a toujours entourée d'amour, de tendresse et de bienveillance, et qui a cru en moi à chaque étape de mon parcours. Merci pour ton soutien inconditionnel, tes conseils précieux et tous les sacrifices que tu as faits pour mon bonheur et ma réussite. Aucune parole ne pourra exprimer toute ma reconnaissance et tout l'amour que je te porte. Je te dédie ce travail avec toute mon affection, en te souhaitant santé, bonheur et une longue vie.

Mon cher père **Rachid** ;

celui qui a toujours été mon soutien, mon exemple et ma source de force. Merci pour tous les sacrifices que tu as consentis afin de m'offrir les meilleures conditions pour réussir. Merci pour ton travail, ta patience et tes encouragements qui m'ont permis d'avancer avec confiance et détermination. Je te dédie ce mémoire avec tout mon respect et ma gratitude. Dieu te protège et te garde toujours auprès de nous.

Mon cher frère **Amine** ;

mon soutien et mon compagnon de route. Merci pour ton aide et tes encouragements qui m'ont donné la force d'avancer. Je te souhaite beaucoup de réussite et de bonheur.

Mes chères sœurs **Kahina, Amina, Khadidja et Aya** ;

Merci pour votre amour, votre soutien et votre présence tout au long de mon parcours. Je vous souhaite une vie pleine de réussite, de joie et de bonheur.

La famille **Boutemeur** ;

Je remercie toute ma famille qui m'a entourée d'affection, de conseils et d'encouragements tout au long de mon parcours.

Mon amie **Dyhia** ;

avec qui nous avons partagé efforts, les défis et les moments importants de ce travail. Merci pour ta collaboration, ton sérieux et ton esprit d'équipe.

Mes encadrantes **Mme S. ZIANI** et **Mme EL HANAFI** ;

je vous remercie sincèrement pour votre encadrement, votre disponibilité, vos conseils avisés
et votre soutien tout au long de ce mémoire.

Je dédie également ce travail à toutes les personnes qui m'ont soutenue et ont contribué de
près ou de loin à sa réalisation. Merci pour votre confiance et votre soutien.

Meriem

Dédicaces

Je dédie ce mémoire, fruit de plusieurs années d'efforts, de patience et de persévérance, à ceux qui occupent une place irremplaçable dans mon cœur.

A la mémoire de ma très chère mère, **Naima**, qu'Allah lui fasse miséricorde et lui accorde le plus haut degré du paradis. Ton amour, ta douceur et tes sacrifices continuent d'éclairer mon chemin. Bien que tu ne sois plus parmi nous, ta présence demeure vivante dans chacune de mes réussites. Ce travail est avant tout le tien.

A mon cher père, **L'arabe**, symbole de courage, de sagesse et dévouement. Merci pour tous les sacrifices consentis, pour ton soutien infaillible et pour les valeurs que tu m'as transmises. Que ce mémoire soit une modeste récompense de tous tes efforts.

A mes chères sœurs, **Sonia, Ahlam, Samira, Yasmine et Lahna**, dont l'amour les encouragements et la confiance m'ont toujours donné la force d'avancer.

A mon cher frère, **Moussa**, pour sa présence, son soutien et sa fraternité sincère.

A tout la **famille Moulla** qui m'a entouré d'affection, de conseils et d'encouragements tout au long de mon parcours.

A mon amie, **Meriem**, avec qui j'ai partagé les efforts, les défis et les moments marquants de ce travail. Merci pour ta collaboration, ton sérieux et ton esprit d'équipe.

A mes encadrantes **Mme S. ZIANI** et **Mme EL HANAFI**, pour leur accompagnement précieux, leur disponibilité, leurs conseils avisés, leur patience et leur soutien tout au long la réalisation de ce mémoire. Leur encadrement, leurs orientations et leurs encouragements ont grandement contribué à l'aboutissement de ce travail. Qu'elles trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude, de mon respect et de ma sincère reconnaissance.

Je dédie également ce travail à toutes les personnes qui ont cru en moi, qui m'ont soutenue de près ou de loin, et qui ont contribué à faire de ce rêve une réalité.

Avec tout mon amour, mon respect et mon éternelle reconnaissance. Que cette réussite soit un hommage à votre soutien, à votre confiance et à votre affection. Merci du fond du cœur.

Dyhia

Sommaire

Introduction	1
Références bibliographiques	3

Chapitre I : Analyse Bibliographique

I.1. Introduction.....	4
I.2. Industrie textile : Entre habiller le monde et épuiser l'environnement.....	4
I.3. Déchets textiles : Un fléau environnemental croissant.....	5
I.3.1. Déchets textiles	5
I.3.2. Classification des déchets textiles	5
I.3.2.1. Selon leur origine.....	6
I.3.2.2. Selon la composition des fibres.....	6
I.3.2.3. Selon le potentiel de valorisation	8
I.3.3. Impacts environnementaux des déchets textiles	9
I.4. Recyclage et valorisation des déchets textiles dans une approche d'économie circulaire	9
I.4.1. Recyclage mécanique.....	10
I.4.2. Recyclage chimique	10
I.4.3. Recyclage biotechnologique.....	11
I.5..... Matériaux adsorbants issus du recyclage chimique des déchets textiles pour le traitement des eaux.....	11
Références bibliographiques	16

Chapitre II : Matériel & Méthodes

II.1. Introduction.....	20
II.2. Choix du déchet textile à valoriser.....	20
II.3. Étapes technique et logistiques de la valorisation des déchets de coton	20
II.3.1. Collecte et tri.....	21
II.3.2. Traitement préliminaire.....	24
II.3.3. Blanchiment	24
II.3.4. Hydrolyse acide du coton blanchi	25
II.3.5. Acétylation de la cellulose hydrolysée	26
II.4. Techniques de caractérisation des matériaux valorisés	27
II.4.1. Test de combustion	27

II.4.2. Analyse morphologique par microscope binoculaire	27
II.4.3. Analyse thermogravimétrique ATG/DTG.....	28
II.4.4. Analyse par spectrophotométrie Infrarouge à Transformée de Fourier.....	29
II.4.5. Détermination du pH au point de charge nulle.....	29
II.5. Application des matériaux recyclés dans le procédé d'adsorption	30
II.5.1. Polluant ciblé : Bleu de Méthylène	30
II.5.2. Adsorption du bleu de méthylène par les déchets de coton recyclés	31
II.6. Analyse de la DCO des solutions traitées par adsorption.....	33
Références bibliographiques.....	35

Chapitre III : Résultats & discussions

III.1. Introduction.....	38
III.2. Identification des articles en coton utilisés comme matière première	38
III.2.1. Test de combustion	38
III.2.2. Analyse morphologique par microscope binoculaire	41
III.3. Identification des articles en coton après recyclage chimique.....	42
III. 3.1. Analyse morphologique par microscope binoculaire	42
III.3.2. pH au point de charge nulle.....	43
III.4. Evaluation des performances adsorbantes des articles valorisés	45
III.4.1. Effet du traitement chimique.....	46
III.4.1.1. Effet de l'hydrolyse par l'acide sulfurique.....	46
III.4.1.2. Effet de l'acétylation par l'acide acétique	48
III.4.2. Effet de pH.....	50
III.4.3. Effet de la nature de l'article en coton utilisé.....	51
III.5. Etude de l'adsorption de bleu de méthylène sur l'adsorbant H-A18140%.....	53
III.5.1. Effet de la masse de l'adsorbant.....	53
III.5.1. Effet de temps de contact	54
III.6. Évaluation comparative de l'abattement de la DCO par le coton hydrolysé et acétylé	56
Références bibliographique.....	58
Conclusion générale.....	61

INTRODUCTION GÉNÉRALE



L'industrie textile représente aujourd'hui l'un des secteurs les plus importants de l'économie mondiale. Elle englobe plusieurs activités allant de la production des fibres naturelles et synthétiques jusqu'à la fabrication des vêtements, textiles domestiques et produits industriels. Cependant, le développement rapide du phénomène de la fast fashion a profondément transformé ce secteur en encourageant une production massive de vêtements à bas prix et à courte durée d'utilisation. Fondé sur le renouvellement fréquent des collections pour suivre les tendances, ce modèle économique contribue à l'augmentation importante de la production textile monde [1].

À cet égard, la production mondiale de fibres textiles a connu une progression marquée au cours des dernières décennies, passant d'environ 58 millions de tonnes en 2000 à plus de 116 millions de tonnes en 2022, avec des projections pouvant atteindre près de 149 millions de tonnes d'ici 2030. Cette dynamique s'accompagne d'une production importante de déchets textiles, estimée à environ 92 millions de tonnes par an à l'échelle mondiale. Or, la majorité de ces déchets est encore dirigée vers les décharges ou l'incinération, tandis que le recyclage demeure limité. En effet, près de 75 % des fibres textiles utilisées dans l'habillement sont éliminées après usage, contre seulement environ 12 % qui font l'objet d'un recyclage [2].

Au-delà de la quantité croissante de déchets générés, l'industrie textile exerce une pression environnementale considérable. Elle contribue de manière significative aux émissions mondiales de dioxyde de carbone (CO₂) et compte parmi les secteurs les plus consommateurs d'eau. De plus, une gestion insuffisante des déchets textiles favorise la contamination de l'air, de l'eau et des sols par des substances chimiques issues des procédés de fabrication, de teinture et de finition, ces étapes étant notamment associées à une part importante de la pollution hydrique mondiale [3-5].

Face à l'augmentation des déchets textiles et à leurs impacts environnementaux, le recyclage constitue une voie essentielle dans une approche d'économie circulaire. Il permet de limiter l'exploitation des ressources naturelles, de réduire les volumes de déchets et de diminuer la dépendance aux fibres vierges. Les déchets textiles peuvent être recyclés et valorisés selon

plusieurs voies, notamment, le recyclage mécanique, le recyclage chimique, le recyclage thermique et le recyclage biotechnologique [6,7].

La nature des fibres textiles influence fortement le choix du procédé de recyclage. Les textiles peuvent être constitués de fibres naturelles (coton, laine, lin), de fibres artificielles (viscose), ou de fibres synthétiques (polyester, polyamide, l'acrylique). Les mélanges de fibres, en particulier les textiles coton/polyester, sont largement utilisés dans l'habillement en raison de leurs propriétés mécaniques, de leur confort et de leur durabilité. Toutefois, leur recyclage reste complexe, car la séparation des différentes fractions nécessite des procédés spécifiques et peut altérer la qualité des matériaux récupérés [7-9].

Dans ce contexte de valorisation, nous nous sommes intéressées dans ce présent travail à recycler un déchet textile cellulosique (coton 100%) par voie chimique. Le coton est d'abord modifié par hydrolyse acide à différents pourcentages de H_2SO_4 , puis par acétylation afin d'améliorer ses propriétés de surface et son affinité envers les polluants organiques. Le matériau obtenu est ensuite appliqué comme adsorbant pour l'élimination du bleu de méthylène. Cette approche associe la valorisation des déchets textiles à la dépollution des eaux, dans une perspective d'économie circulaire et de réduction des impacts environnementaux.

En se basant sur ces objectifs, nous avons, en effet, subdivisé l'ensemble de notre travail en trois chapitres principaux :

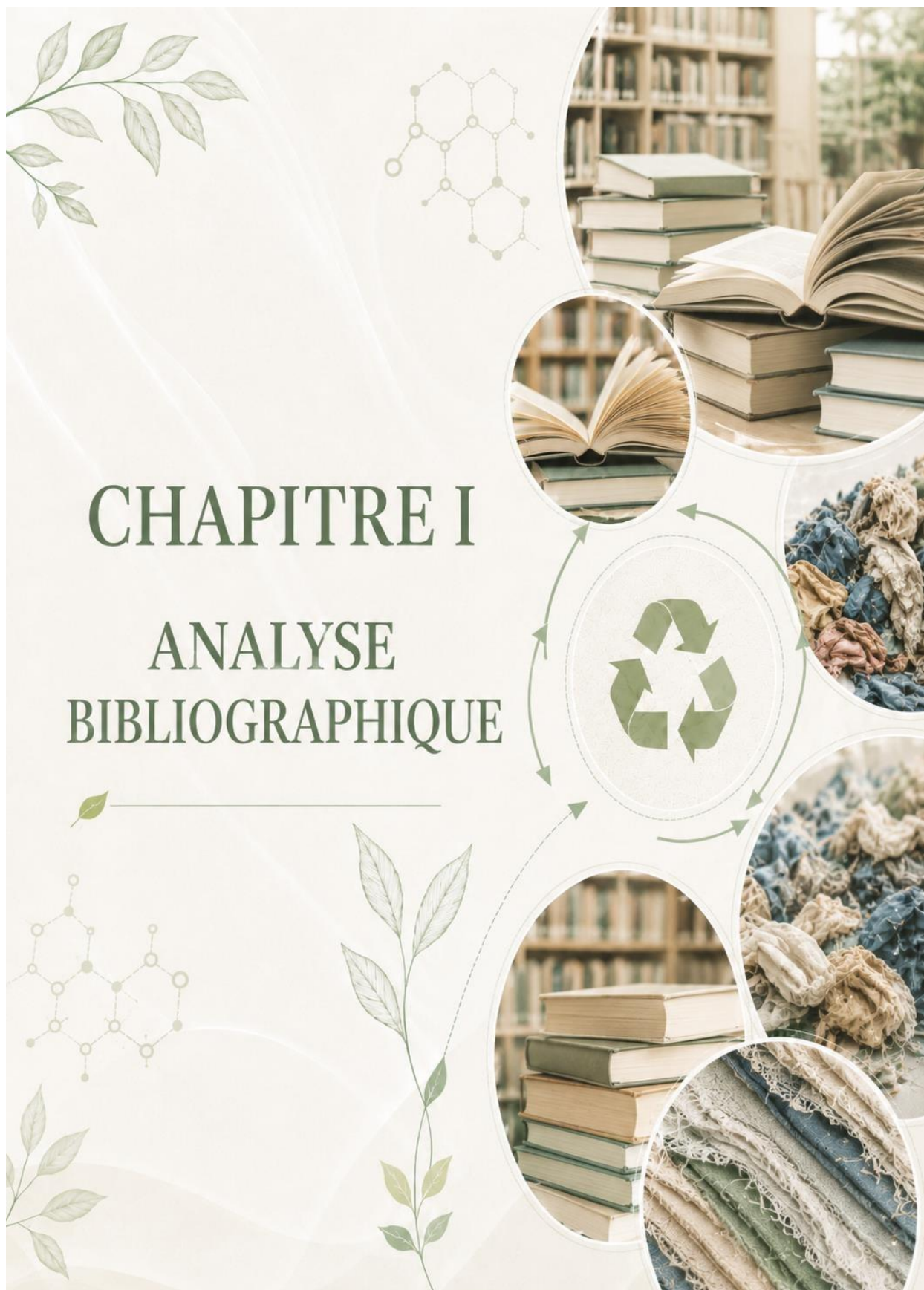
- Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique des déchets textiles, de leurs impacts environnementaux, ainsi qu'aux notions fondamentales relatives à l'adsorption et à son application dans le traitement des eaux contaminées par des polluants organiques ;
- Le deuxième chapitre présente les matériels, les méthodes expérimentales adoptées au cours de ce travail, ainsi que les principales techniques analytiques utilisées pour la caractérisation des matériaux élaborés ;
- Le troisième chapitre expose les résultats expérimentaux obtenus, leur analyse et leur interprétation. Il est suivi d'une conclusion générale résumant les principaux apports de cette étude et proposant des perspectives pour de futurs travaux.

Références bibliographiques

- [1] Caro, F., & Martínez-de-Albéniz, V. (2015). Fast Fashion : Business Model Overview and Research Opportunities. In Agrawal, N., & Smith, S. A. (Eds.), *Retail Supply Chain Management : Quantitative Models and Empirical Studies* (2nd ed., Vol. 223, pp. 237–264). Springer, Boston, MA. https://doi.org/10.1007/978-1-4899-7562-1_9.
- [2] Tang, K. H. D. (2023). State of the Art in Textile Waste Management: A Review. *Textiles*, 3(4), 454–46. <https://doi.org/10.3390/textiles3040027>.
- [3] Kant, R. (2012). Textile dyeing industry: An environmental hazard. *Natural Science*, 4(1), 22–26. <https://doi.org/10.4236/ns.2012.41004>
- [4] Chen, X., Memon, H. A., Wang, Y., Marriam, I., & Tebyetekerwa, M. (2021). Circular Economy and Sustainability of the Clothing and Textile Industry. *Materials Circular Economy*, 3, 12. <https://doi.org/10.1007/s42824-021-00026-2>.
- [5] Kant, R. (2012). Textile dyeing industry: An environmental hazard. *Natural Science*, 4(1), 22–26. <https://doi.org/10.4236/ns.2012.41004>.
- [6] Ndagano, U. N., Cahill, L., Smullen, C., Gaughran, J., & Kelleher, S. M. (2025). The Current State-of-the-Art of the Processes Involved in the Chemical Recycling of Textile Waste. *Molecules*, 30(2), 299. <https://doi.org/10.3390/molecules30020299>.
- [7] Damayanti, D., Wulandari, L. A., Bagaskoro, A., Rianjanu, A., & Wu, H. S. (2021). Possibility Routes for Textile Recycling Technology. *Polymers*, 13(21), 3834. <https://doi.org/10.3390/polym13213834>.
- [8] El Darai, T., Ter-Halle, A., Blanzat, M., Despras, G., Sartor, V., Bordeau, G., Lattes, A., Franceschi, S., Cassel, S., Chouini-Lalanne, N., Perez, E., Déjugnat, C., & Garrigues, J.-C. (2024). Chemical recycling of polyester textile wastes: shifting towards sustainability. *Green Chemistry*, 26(12), 6857–6885. <https://doi.org/10.1039/D4GC00911H>
- [9] Yang, K., Wang, M., Wang, X., Shan, J., Zhang, J., Tian, G., Yang, D., & Ma, J. (2024). Polyester/Cotton-Blended Textile Waste Fiber Separation and Regeneration via a Green Chemistry Approach. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 12(11), 4530–4538. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.3c07707>.

CHAPITRE I

ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE



I.1. Introduction

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique consacrée aux déchets textiles solides, à leur recyclage et à leur valorisation dans le domaine du traitement des eaux par adsorption. Il aborde d'abord l'origine, la composition et les impacts environnementaux des déchets textiles, en mettant l'accent sur les déchets cellulosiques issus du coton. Il présente ensuite les principales voies de recyclage et de transformation de ces déchets en matériaux à valeur ajoutée. Enfin, il traite les principes fondamentaux de l'adsorption, les mécanismes impliqués dans l'élimination des polluants organiques et l'intérêt des adsorbants issus de déchets dans une approche d'économie circulaire.

I.2. Industrie textile : Entre habiller le monde et épuiser l'environnement

D'après l'Initiative Découverte des Fibres Naturelles (DNFI), l'année 2018 a vu la production de vêtements et de fibres textiles atteindre 110 millions de tonnes à l'échelle mondiale. Ceci correspond à une hausse de 4 millions de tonnes comparé à l'année passée et à une augmentation de 35 millions de tonnes par rapport à il y a dix ans. Néanmoins, on a souvent tendance à sous-évaluer l'impact environnemental de la fabrication de vêtements. Au fait, la production de textiles utilise d'immenses volumes de produits chimiques, d'eau et d'énergie, ce qui pèse considérablement sur les ressources naturelles. Selon le World Resources Institute, il faut environ 2700 litres d'eau pour fabriquer une seule chemise en coton [1,2].

Lorsqu'ils sont jetés, les matériaux vestimentaires représentent une perte à la fois de valeur économique et de ressources et peuvent mettre plus de 200 ans à se décomposer dans une décharge, période durant laquelle le méthane et les lixiviats toxiques peuvent contaminer le sol et les eaux souterraines [2]. Cela soulève une question cruciale : comment allons-nous gérer les déchets générés par les produits que nous créons ?

Les scientifiques, les gouvernements et les autorités locales travaillent à trouver des réponses à ce problème. En général, pour une élimination rapide, la plupart des déchets textiles, y compris de grandes quantités de coton tissé, sont éliminés par mise en décharge, compostage, traitement mécanique ou incinération à l'air libre, ce qui contribue tous à une grave pollution de l'atmosphère [3, 4]. Certainement, il y aura de sérieux problèmes s'il n'y a pas de traitement approprié pour une telle quantité. Il est donc urgent d'explorer des méthodes alternatives et respectueuses de l'environnement pour traiter ces déchets.

I.3. Déchets textiles : Un fléau environnemental croissant

Selon l'article 3 de la loi n° 01-19 du 12 décembre 2001, un déchet est défini comme tout résidu issu des activités de production, de transformation ou d'utilisation. Il désigne également toute substance, objet ou bien meuble dont le détenteur se débarrasse, envisage de se débarrasser ou est tenu de le faire conformément à la réglementation [5].

I.3.1. Déchets textiles

Les déchets textiles regroupent l'ensemble des matériaux textiles rejetés par les ménages, les industries et les activités commerciales au cours du cycle de vie des produits textiles. Ils proviennent principalement des vêtements usagés, des textiles domestiques ainsi que des résidus issus des procédés de fabrication textile. La majorité de ces déchets est générée par des consommateurs, notamment lorsque les vêtements deviennent usés, endommagés ou démodés après plusieurs années d'utilisation [6].

I.3.2. Classification des déchets textiles

Les déchets textiles peuvent être classés selon plusieurs critères, en fonction de leur origine, de leur composition, de leur état physique, de leur niveau de contamination et de leur potentiel de valorisation [7,8-11]. La **Figure I.1** illustre les différents critères adoptés pour la classification des déchets textiles solides.



Figure I.1 : Principales voies de classification des déchets textiles [11].

La classification des déchets textiles permet de mieux comprendre la nature des déchets générés par la filière textile et de choisir les voies de traitement les plus appropriées, telles que la réutilisation, le recyclage mécanique, le recyclage chimique ou la valorisation énergétique [7,8-14]. Les paragraphes suivants présentent brièvement les différentes catégories illustrées dans la **Figure I.1**, afin d'expliquer les principaux critères de classification des déchets textiles sans entrer dans des détails approfondis.

I.3.2.1. Selon leur origine

- **Déchets pré-consommation** : ils correspondent aux résidus produits lors des étapes de fabrication et de transformation des fibres, des fils et des tissus, tels que les chutes de tissus, les lisières et les matériaux défectueux (**Figure I.2.a**). Ces résidus sont couramment propres, uniformes et plus simples à recycler.
- **Déchets post-consommation** : ils résultent des textiles qui ont atteint la fin de leur cycle de vie après avoir été utilisés par les consommateurs, tels que les vêtements d'occasion, articles de maison, tapisseries, textiles pour le mobilier (**Figure I.2.b**). Ces déchets textiles constituent la majeure partie des résidus textiles et requièrent fréquemment des opérations de sélection et de nettoyage avant leur valorisation.

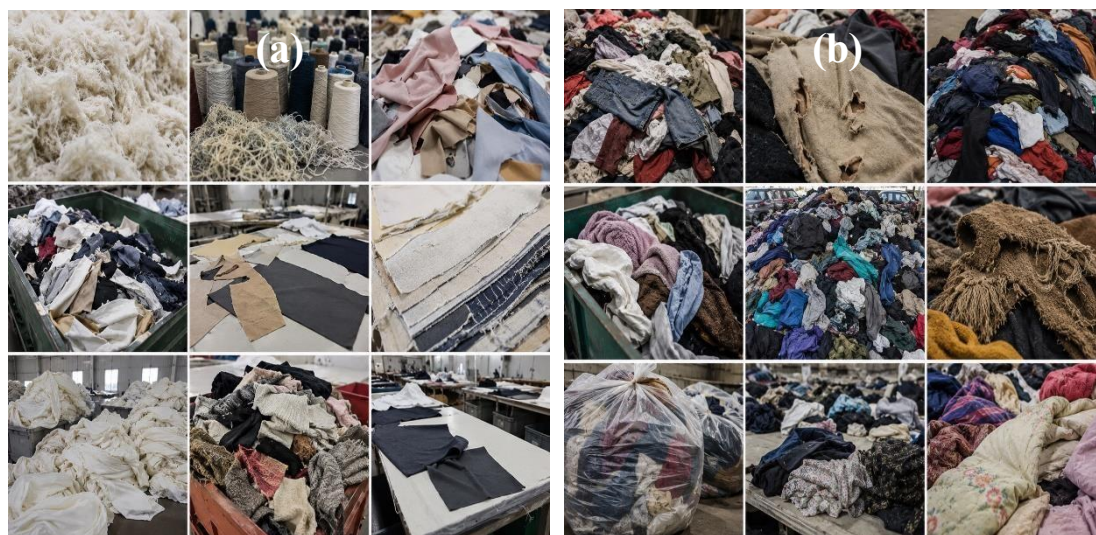


Figure I.2 : Déchets textiles (a) : pré-consommation et (b) : post consommation.

I.3.2.2. Selon la composition des fibres

Différentes catégories de fibres sont utilisées dans la fabrication des textiles (vêtements et le linge de maison). Leur nature influence directement le choix des procédés de recyclage et de

valorisation adapté. La **Figure I.3** représente la classification générale des fibres et textiles selon leur composition et le marché de production.



Figure I.3 : Classification générale des fibres et textiles selon leur composition [11,15].

- **Fibres naturelles :** ce sont des fibres d'origine végétale ou animale. Les fibres végétales tels que le coton, le lin, le chanvre et le jute, sont principalement constituées de cellulose. Les fibres animales, telles que la laine et la soie, sont composées essentiellement de protéines. Ces fibres sont généralement biodégradables, mais leur dégradation peut être influencée par les traitements chimiques, les colorants et les conditions environnementales.
- **Fibres synthétiques :** ce sont des fibres fabriquées à partir de polymères d'origine pétrochimique, tels que le polyester, le polyamide, l'acrylique, le polypropylène et l'élasthane. Elles sont largement utilisées dans l'industrie textile en raison de leur résistance mécanique, leur légèreté, leur élasticité et leur faible coût. Cependant, elles présentent souvent une forte résistance à la dégradation naturelle.
- **Fibres artificielles :** elles sont produites à partir de matières naturelles transformées chimiquement, comme la viscose, le lyocell ou l'acétate de cellulose. Ces fibres présentent des propriétés proches des fibres naturelles. Cependant, leur impact environnemental dépend fortement du procédé de fabrication, des solvants utilisés et de leur gestion en fin de vie.

- **Textiles mélangés** : ils contiennent plusieurs types de fibres, par exemple coton/polyester ou laine/acrylique. Cette catégorie pose un problème majeur pour le recyclage, car la séparation des fibres est souvent complexe.

I.3.2.3. Selon le potentiel de valorisation

En fonction de leur potentiel de valorisation, les déchets textiles peuvent être orientés vers différentes filières de traitement selon la hiérarchie des 3R : Réutiliser, Recycler, Réduire (**Figure I.4**). Les textiles encore fonctionnels sont d'abord destinés au réemploi, et les déchets composés de fibres homogènes peuvent être recyclés mécaniquement ou chimiquement pour la fabrication de nouvelles matières textiles ou de matériaux industriels. Les textiles naturels biodégradables présentent également un intérêt pour la valorisation biotechnologique. Si les possibilités de recyclage sont limitées, les déchets textiles sont alors réduits. Ils peuvent être valorisés énergétiquement sous la forme de combustibles solides de récupération (CSR), ou incorporés dans le secteur du bâtiment comme matériaux d'isolation thermique, acoustique ou comme renforts dans des matériaux composites. En revanche, les déchets contaminés ou à composition complexe sont en général orientés vers des filières d'élimination contrôlée. Cette hiérarchie s'inscrit dans les principes de l'économie circulaire qui vise à maximiser la récupération de valeur et à réduire les mises en décharge.



Figure I.4 : Approche des 3R pour la valorisation textile [11].

Il est à noter que la classification des déchets textiles repose actuellement sur deux principales technologies : la spectroscopie proche infrarouge (NIRS) et les systèmes de vision par ordinateur. La CNIRS permet d'identifier la nature des fibres textiles grâce à leurs signatures spectrales, tandis que les systèmes de vision par ordinateur se basent principalement sur l'analyse d'images numériques des déchets textiles. Ils exploitent des caractéristiques visuelles telles que la couleur, la texture, la forme, la taille, l'état de surface et la présence éventuelle d'éléments particuliers comme les boutons, fermetures ou motifs. À l'aide d'algorithmes d'intelligence artificielle, ces systèmes permettent de détecter, segmenter et classer automatiquement les objets textiles selon des catégories prédéfinies [16,17].

I.3.3. Impacts environnementaux des déchets textiles

Les déchets textiles solides constituent l'un des principaux impacts environnementaux de l'industrie textile, en raison de l'augmentation rapide de la production et de la consommation de vêtements et d'articles textiles. Leur accumulation en décharge représente un problème majeur, car une grande partie des textiles modernes contient des fibres synthétiques qui se dégradent très lentement dans l'environnement et libèrent des gaz nocifs comme le méthane lors de leur décomposition. Cette persistance favorise l'occupation durable des sites d'enfouissement et peut entraîner la libération progressive de microfibres plastiques (contribue à 9 % de la pollution micro plastique des océans). Par ailleurs, les textiles contaminés par des colorants, des apprêts chimiques ou d'autres additifs peuvent contribuer à la pollution des sols et des eaux par lixiviation. L'incinération des déchets textiles non recyclables peut également générer des émissions atmosphériques, notamment du CO_2 et d'autres composés polluants. Ainsi, la gestion des déchets textiles solides représente un enjeu environnemental important, nécessitant le développement de stratégies de recyclage et de valorisation afin de limiter leur accumulation et leur impact sur les milieux naturels [8,9,18,19].

I.4. Recyclage et valorisation des déchets textiles dans une approche d'économie circulaire

Le recyclage des déchets textiles constitue aujourd'hui un enjeu majeur pour diminuer l'empreinte carbone de l'industrie textile à l'échelle mondiale. Il repose sur la réutilisation et le retraitement des vêtements usagés, des tissus et des résidus issus des procédés des matériaux concernés. Cette approche s'inscrit dans le cadre d'une économie circulaire visant réduire la production de déchets ainsi que l'impact environnemental de l'industrie textile. Le recyclage des déchets textiles s'articule autour de trois approches principales : mécanique, chimique et

biologique [9,20-22]. La **Figure I.5** répertorie l'ensemble des techniques de recyclage adaptées pour la valorisation des déchets textiles.



Figure I.5 : Cartographie des différents procédés de revalorisation des textiles en fin de vie [11,15].

I.4.1. Recyclage mécanique

Ce type de recyclage repose sur des procédés physiques tels que le tri, le déliassage, le broyage, l'effilochage, le défibrage et parfois le cardage. Cette méthode permet de fragmenter les déchets textiles sans altérer leur structure chimique initiale, facilitant ainsi leur réutilisation sous forme de fibres recyclées, de fils, de tissus ou encore de rembourrages, d'isolants thermiques et acoustiques ou de matériaux composites. Cependant, ce procédé peut entraîner une diminution de la longueur et de la qualité des fibres, ce qui limite parfois leur réutilisation dans des textiles de haute performance. Malgré ces limites, le recyclage mécanique reste une voie simple, économique et largement utilisée pour la valorisation des déchets textiles, notamment lorsque les fibres sont bien triées et peu contaminées.

I.4.2. Recyclage chimique

Le recyclage chimique consiste à utiliser des réactifs afin de dégrader les polymères des fibres textiles en molécules plus simples ou en monomères réactifs, qui peuvent ensuite être polymérisés pour produire de nouveaux matériaux. Il se repose sur des réactions chimiques telles que :

- l'hydrolyse acide, basique ou neutre, qui permet de dépolymériser partiellement ou totalement les fibres ;
- la glycolyse, la méthanolyse et l'alcoolyse, principalement appliquées au polyester pour récupérer des composés réutilisables ;
- la dissolution sélective, utilisée pour séparer les fibres dans les textiles complexes.

D'autres traitements, comme le blanchiment, la décoloration et l'oxydation, servent à éliminer les impuretés, les colorants et à améliorer la réactivité des fibres. Enfin, des modifications chimiques telles que l'acétylation, l'estérification et l'éthérification permettent d'obtenir des matériaux fonctionnels à valeur ajoutée, notamment des adsorbants, membranes, films ou biocomposites. Ainsi, le traitement chimique constitue une voie importante pour convertir les déchets textiles en matières premières secondaires dans une approche de valorisation et d'économie circulaire.

I.4.3. Recyclage biotechnologique

Le recyclage biotechnologique repose sur l'utilisation d'enzymes ou de microorganismes capables de dégrader sélectivement certaines fibres et les convertir en biocarburants (bioéthanol, biogaz, etc.) ou bioproduits (biopolymères, hydrogels, etc.). Bien qu'elle soit plus sélective et moins agressive que certains procédés chimiques, son application reste limitée par le coût des enzymes, la nécessité de prétraitements et la complexité des textiles contenant des colorants, apprêts ou mélanges de fibres.

Il est à noter que le recyclage des déchets textiles peut s'effectuer selon deux approches principales :

- le recyclage en boucle ouverte, qui transforme les déchets en produits de moindre valeur tels que des matériaux isolants, adsorbants ou des chiffons ;
- le recyclage en boucle fermée, qui vise à de nouvelles fibres textiles à partir des déchets existants.

I.5. Matériaux adsorbants issus du recyclage chimique des déchets textiles pour le traitement des eaux

La valorisation des déchets textiles par recyclage chimique représente une approche prometteuse pour produire des matériaux adsorbants destinés au traitement des eaux contaminées. Contrairement aux procédés thermiques, cette voie exploite la composition

chimique des fibres textiles, en particulier les fibres cellulosiques comme le coton, le lyocell et la viscose, afin de les transformer en adsorbants fonctionnels. Les travaux publiés dans ce domaine proposent principalement des traitements de carboxyméthylation, d'oxydation, de dissolution-régénération, de greffage polymérique, de réticulation sous forme d'hydrogels ou de fonctionnalisation par des groupements actifs. Ces modifications permettent d'introduire ou d'augmenter la densité de fonctions carboxyles, hydroxyles, amines, amides ou aldéhydes, capables d'interagir avec les polluants par complexation, échanges ioniques, interactions électrostatiques ou liaisons hydrogène [23-31].

Parmi les travaux fondateurs, Bediako et al. [23]. ont proposé la conversion de fibres textiles cellulosiques usagées en adsorbants de métaux lourds par carboxyméthylation. Les auteurs ont préparé des matériaux de type cellulose carboxyméthylée à partir de déchets de lyocell, désignés CMC-LS et CMC-LF, puis les ont appliqués à l'élimination du Cd(II). Les résultats ont montré que le matériau CMC-LS présentait la cinétique d'adsorption la plus rapide, une forte affinité pour le cadmium et un bon potentiel d'application en colonne. En fonctionnement en colonne, CMC-LS a atteint environ 70 % de sa capacité, contre environ 57 % pour une résine commerciale Dowex Mac-3. La désorption complète du Cd(II) a été obtenue avec une solution d'EDTA ou d'HCl 0,1 M, ce qui met en évidence la régénérabilité du matériau. Ce travail propose donc une voie claire de transformation de fibres textiles cellulosiques en adsorbants régénérables pour les eaux contaminées par les métaux lourds.

Dans une autre approche, Ma et al. [24]. ont développé un hydrogel à double réseau à partir de déchets de tissus de coton. Leur stratégie repose sur la transformation chimique du coton en un réseau hydrogel cellulose/polyacrylamide capable de retenir rapidement plusieurs ions métalliques. Le matériau a été testé pour l'adsorption de Cd(II), Pb(II), Cu(II), Zn(II) et Fe, en solutions synthétiques et dans des effluents industriels. Les auteurs ont montré que l'équilibre d'adsorption pouvait être atteint en environ cinq minutes, ce qui représente un avantage important par rapport aux adsorbants classiques nécessitant des temps de contact plus longs. Cette rapidité est attribuée à la structure tridimensionnelle gonflée de l'hydrogel, qui facilite la diffusion des ions métalliques vers les sites actifs. L'étude propose donc la conversion des déchets de coton en hydrogels manipulables, rapides et applicables au traitement d'eaux chargées en métaux lourds.

Yue et al. [25]. ont, quant à eux, proposé une fonctionnalisation plus élaborée des fibres de coton afin de cibler à la fois des colorants anioniques et cationiques. Les fibres cellulosiques

ont été activées, oxydées, puis modifiées par β -cyclodextrine et polymère hyperbranché terminé par des fonctions amines. Le matériau obtenu a été appliqué à l'élimination du Congo red, colorant anionique, et du bleu de méthylène, colorant cationique. Cette stratégie est intéressante parce qu'elle combine plusieurs mécanismes d'adsorption : la β -cyclodextrine peut piéger certaines molécules organiques par inclusion, tandis que les fonctions amines favorisent les interactions électrostatiques avec les colorants anioniques. L'article propose donc un adsorbant cellulosique multifonctionnel, capable de traiter des effluents contenant différents types de colorants.

La dissolution-régénération de la cellulose textile constitue également une voie importante du recyclage chimique. Wang et *al.* [26] ont recyclé des draps de coton usagés en hydrogels tridimensionnels biodégradables. Ces hydrogels de cellulose régénérée ont été utilisés comme supports pour immobiliser une phase adsorbante destinée à l'élimination du bleu de méthylène. Le matériau composite obtenu a montré une capacité maximale d'adsorption de 174,71 mg/g pour le bleu de méthylène. L'intérêt principal de cette étude réside dans l'utilisation du déchet textile comme matrice tridimensionnelle biodégradable, facilement récupérable après traitement. Les auteurs proposent ainsi une solution pour éviter les difficultés de séparation des adsorbants en poudre, tout en valorisant des déchets de coton sous forme de supports structurés pour le traitement des eaux colorées.

Djordjevic et *al.* [27] ont étudié la préparation d'un adsorbant à partir de déchets cellulosiques de coton issus de l'industrie textile. Leur travail porte sur l'adsorption de colorants textiles en solution aqueuse et met en évidence l'intérêt des fibres de coton modifiées comme adsorbants bas coût. Les auteurs rapportent un rendement de transformation du déchet en adsorbant compris entre 40 et 45 %. Les résultats cinétiques indiquent que l'adsorption est mieux décrite par le modèle du pseudo-second ordre, ce qui suggère une contribution importante des interactions entre les sites actifs du matériau cellulosique et les molécules de colorant. Cette étude propose donc une valorisation directe des déchets industriels de coton en adsorbants pour l'élimination de colorants, sans recours à un traitement thermique sévère.

Racho et Waiwong [28] ont travaillé sur des déchets textiles chimiquement modifiés pour l'élimination des métaux lourds. Leur approche repose sur une modification de surface destinée à augmenter l'affinité des fibres envers les ions métalliques, notamment Pb(II) et Cr(VI). Ce type de modification vise à enrichir la surface textile en sites capables de complexer les métaux ou de favoriser les interactions électrostatiques. L'intérêt de cette étude est de montrer que des

déchets textiles simples peuvent être transformés par des traitements chimiques relativement accessibles en matériaux adsorbants pour les eaux contaminées par des métaux lourds.

Plus récemment, Melese [29]. a proposé la préparation d'un adsorbant cellulosique fonctionnalisé par oxydation au periodate de sodium pour l'élimination du bleu de méthylène dans un effluent textile réel. Le matériau, obtenu à partir de fibres de coton séchées, a été caractérisé par FTIR, DRX, MEB, MET et BET. L'étude montre une capacité maximale d'adsorption de 62,91 mg/g pour le bleu de méthylène et un rendement d'élimination d'environ 85,5 % à pH 8,5. Les résultats indiquent également que la cinétique suit le modèle du pseudo-second ordre et que l'isotherme de Freundlich décrit mieux l'adsorption. L'intérêt majeur de ce travail est l'application du matériau à un effluent réel de l'industrie textile, ce qui rapproche l'étude des conditions pratiques de traitement des eaux.

Trivunac et al. [30]. ont publié une étude récente sur les déchets cellulosiques modifiés pour améliorer l'adsorption des métaux lourds dans les eaux usées. Les auteurs soulignent que les matériaux cellulosiques bruts présentent souvent une adsorption limitée, une cinétique lente et une faible sélectivité. Ils montrent donc l'importance de la modification chimique pour augmenter le nombre de sites actifs et améliorer l'affinité envers les métaux. Leur travail discute notamment l'intérêt de la carboxyméthylation, du greffage de polymères et de l'introduction de fonctions complexantes pour l'adsorption de Pb(II), Cd(II), Cu(II) et Cr(VI). Cette étude propose une lecture plus générale des stratégies de conception d'adsorbants cellulosiques à partir de déchets, en insistant sur la nécessité de contrôler à la fois la performance, la régénération et l'impact environnemental des réactifs utilisés.

D'autres études récentes sur les déchets cellulosiques en boucle fermée confirment l'intérêt de réutiliser les fibres textiles comme supports adsorbants pour le traitement des eaux colorées. Vukcevic et al. [31]. ont étudié des déchets cellulosiques pour l'élimination des colorants issus des eaux textiles, dans une logique de réintégration du déchet dans la chaîne de traitement. Même si certaines approches de ce domaine peuvent inclure des étapes thermiques selon le matériau préparé, l'idée centrale reste la valorisation de déchets riches en cellulose pour retenir des colorants présents dans les effluents textiles. Leur travail souligne l'intérêt d'une approche circulaire, où les déchets générés par le secteur textile peuvent être transformés en matériaux utiles pour traiter les eaux contaminées par ce même secteur.

L'ensemble de ces recherches [23-31]. montre que les matériaux adsorbants issus du recyclage chimique des déchets textiles peuvent être classés en plusieurs familles. La première regroupe

les fibres carboxyméthylées, particulièrement adaptées à l'adsorption des métaux lourds grâce aux fonctions carboxyles. La deuxième concerne les hydrogels cellulotiques, qui offrent une cinétique rapide, une bonne capacité de gonflement et une récupération facile après traitement. La troisième famille correspond aux celluloses régénérées, utilisées comme matrices tridimensionnelles ou supports composites pour l'élimination des colorants. La quatrième regroupe les fibres oxydées ou greffées par des polymères fonctionnels, capables d'adsorber des colorants anioniques, cationiques ou des ions métalliques selon la nature des fonctions introduites.

Sur le plan mécanistique, les articles [23-31] montrent que l'adsorption dépend fortement de la nature chimique du matériau. Pour les métaux lourds, la fixation se fait principalement par complexation, échange ionique et interactions avec les fonctions carboxyles, hydroxyles, amines ou amides. Pour les colorants cationiques comme le bleu de méthylène, l'adsorption est favorisée par les surfaces chargées négativement et les fonctions oxygénées. Pour les colorants anioniques comme le Congo red, les fonctions amines protonées peuvent améliorer l'attraction électrostatique. Dans les matériaux contenant de la β -cyclodextrine, des interactions d'inclusion peuvent également contribuer à la rétention des molécules organiques.

Ces travaux proposent donc une alternative intéressante aux adsorbants carbonés obtenus par calcination ou pyrolyse. Les performances ne reposent pas uniquement sur la surface spécifique, mais surtout sur la fonctionnalisation chimique des fibres et sur la densité des sites actifs. Cette approche est particulièrement pertinente pour les déchets textiles cellulotiques, car la cellulose possède de nombreux groupements hydroxyles facilement modifiables. Elle permet aussi de produire des adsorbants sous forme de fibres, tissus, hydrogels ou supports tridimensionnels, ce qui facilite leur séparation après traitement.

Cependant, plusieurs limites ressortent de la littérature. La composition réelle des déchets textiles est souvent hétérogène, avec la présence de colorants, de fibres synthétiques, d'élasthanne ou d'additifs qui peuvent influencer la reproductibilité des matériaux obtenus. Certains procédés de modification utilisent aussi des réactifs chimiques, solvants ou agents oxydants qui doivent être récupérés ou neutralisés afin d'éviter une pollution secondaire. Les études soulignent également la nécessité de tester ces adsorbants sur des effluents réels, de vérifier leur stabilité après plusieurs cycles d'adsorption-désorption et de comparer leur efficacité avec des adsorbants commerciaux [23-31].

Références bibliographiques

- [1] Townsend, T., & Discover Natural Fibres Initiative. (2019). Natural Fibres and the World Economy. Disponible sur : <https://dnfi.org/natural-fibres-and-the-world-economy-july-2019>
- [2] Reichart, E., Drew, D., & World Resources Institute. (2019). By the Numbers: The Economic, Social and Environmental Impacts of Fast Fashion. <https://www.wri.org/insights/numbers-economic-social-and-environmental-impacts-fast-fashion>
- [3] Wang, Y. (2010). Fiber and textile waste utilization. Waste and Biomass Valorization, 1(1), 135–143. <https://doi.org/10.1007/s12649-009-9005-y>
- [4] Xu, Z., Yuan, Z., Zhang, D., Chen, W., Huang, Y., Zhang, T., Tian, D., Deng, H., & Sun, Z. (2018). Highly mesoporous activated carbon synthesized by pyrolysis of waste polyester textiles and MgCl₂: Physiochemical characteristics and pore-forming mechanism. Journal of Cleaner Production, 192, 453–461. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.04.182>
- [5] JORADP. (2001). Loi n° 01-19 du 12 décembre 2001 relative à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets. Journal Officiel de la République Algérienne Démocratique et Populaire (JORADP), n°77, 15 décembre 2001, p.7, Alger, Algérie.
- [6] Lu, L., Fan, W., Meng, X., Xue, L., Ge, S., Wang, C., Foong, S. Y., Tan, C. S. Y., Sonne, C., Aghbashlo, M., et al. (2023). Current recycling strategies and high-value utilization of waste cotton. Science of The Total Environment, 856, 158798. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.158798>
- [7] Khan, S., et al. (2025). From Waste to Value: Advances in Recycling Textile-Based PET Fabrics. Textiles, 5(3), Article 24. <https://doi.org/10.3390/textiles5030024>
- [8] Niinimäki, K., Peters, G., Dahlbo, H., Perry, P., Rissanen, T., & Gwilt, A. (2020). The environmental price of fast fashion. Nature Reviews Earth & Environment, 1(4), 189–200. <https://doi.org/10.1038/s43017-020-0039-9>

- [9] Sandin, G., & Peters, G. M. (2018). Environmental impact of textile reuse and recycling: A Review. *Journal of Cleaner Production*, 184, 353–365. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.02.266>
- [10] Islam, M. M., Yin, R., & West, A. (2025). A Brief Review of Mechanical Recycling of Textile Waste. *Textiles*, 5(4), Article 41. <https://doi.org/10.3390/textiles5040041>
- [11] United Nations Environment Programme (UNEP). (2023). Sustainability and Circularity in the Textile Value Chain: A Global Roadmap. Nairobi, Kenya: United Nations Environment Programme. <https://wedocs.unep.org/20.500.11822/42580>
- [12] Eleutério, T., Trota, M. J., Meirelles, M. G., & Vasconcelos, H. C. (2025). A Review of Natural Fibers: Classification, Composition, Extraction, Treatments, and Applications. *Fibers*, 13(9), 119. <https://doi.org/10.3390/fib13090119>
- [13] Cesa, F. S., Turra, A., & Baruque-Ramos, J. (2017). Synthetic fibers as microplastics in the marine environment: A review from textile perspective with a focus on domestic washings. *Science of the Total Environment*, 598, 1116–1129. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.04.172>
- [14] Shen, L., Worrell, E., & Patel, M. K. (2010). Environmental impact assessment of man-made cellulose fibres. *Resources, Conservation and Recycling*, 55(2), 260–274. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2010.10.001>
- [15] Anonymous. (2015). Textile recycling. Wikipédia. Consulté le 02 juillet 2015. Disponible sur : https://en.wikipedia.org/wiki/Textile_recycling
- [16] Tripathi, M., Sharma, M., Bala, S., Thakur, V. K., Singh, A., Dashora, K., Hart, P., & Gupta, V. K. (2024). Recent technologies for transforming textile waste into value-added products: A review. *Current Research in Biotechnology*, 7, 100225. <https://doi.org/10.1016/j.crbiot.2024.100225>
- [17] Toğaçar, M., Ergen, B., & Cömert, Z. (2020). Classification of waste materials using deep learning methods and autoencoders. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 23(6), 1152–1160. <https://doi.org/10.1016/j.jestech.2020.02.009>

- [18] Sanjrani, M. A., Gang, X., & Mirza, S. N. A. (2025). A review on textile solid waste management: Disposal and recycling. *Waste Management & Research*, 43(4), 522–539. <https://doi.org/10.1177/0734242X241257093>
- [19] Wagaw, T., & Babu, K. M. (2023). Textile waste recycling: A need for a stringent paradigm shift. *Recycling and Sustainable Development*. <https://doi.org/10.1177/24723444231188342>
- [20] Haslinger, S., Hummel, M., Anghelescu-Hakala, A., Määttänen, M., & Sixta, H. (2019). Upcycling of cotton polyester blended textile waste to new man-made cellulose fibers. *Waste Management*, 97, 88–96. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.07.040>
- [21] Boondaeng, A., et al. (2023). Optimization of textile waste blends of cotton and PET by enzymatic hydrolysis with reusable chemical pretreatment. *Polymers*, 15(8), 1964. <https://doi.org/10.3390/polym15081964>
- [22] Quartinello, F., et al. (2018). Highly selective enzymatic recovery of building blocks from wool-cotton-polyester textile waste blends. *Polymers*, 10(10), 1107. <https://doi.org/10.3390/polym10101107>
- [23] Bediako, J. K., Wei, W., & Yun, Y. S. (2016). Conversion of waste textile cellulose fibers into heavy metal adsorbents. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 43, 61–68. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2016.07.048>
- [24] Ma, J., et al. (2018). Fast adsorption of heavy metal ions by waste cotton fabrics based double network hydrogel and influencing factors insight. *Journal of Hazardous Materials*, 344, 1034–1042. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2017.11.041>
- [25] Yue, X., et al. (2019). Synthesis and characterization of cellulose-based adsorbent for removal of anionic and cationic dyes. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*. <https://doi.org/10.1177/1558925019828194>
- [26] Racho, P., & Waiwong, W. (2020). Modified textile waste for heavy metals removal. *Energy Reports*, 6, 927–932. <https://doi.org/10.1016/j.egy.2019.12.017>

- [27] Wang, F., Zhang, Y., & Wang, Y. (2021). Recycling of Waste Cotton Sheets into Three-Dimensional Biodegradable Carriers for Removal of Methylene Blue. *ACS Omega*, 6(50), 34314–34326. <https://doi.org/10.1021/acsomega.1c04019>
- [28] Djordjevic, D., Kodric, M., Krstic, R., & Djordjevic, S. (2022). Kinetic considerations of textile dyes adsorption from water on a sorbent from cellulosic waste. *Studia UBB Chemia*, 67(1), 89–106. <https://doi.org/10.24193/subbchem.2022.1.06>
- [29] Melese, H. (2024). Cellulose based adsorbent for cationic methylene blue dye removal. *Discover Applied Sciences*. <https://doi.org/10.1007/s42452-024-05653-3>
- [30] Trivunac, K., et al. (2024). Modified Cellulose-Based Waste for Enhanced Adsorption of Selected Heavy Metals from Wastewater. *Polymers*, 16(18), 2610. <https://doi.org/10.3390/polym16182610>
- [31] Vukčević, M., Maletić, M. M., Randelović, M. S., Janković-Častvan, I., Jovanović, U. D., & Petrović, M. M. (2024). Cellulose-Based Waste in a Close Loop as an Adsorbent for Removing Dyes from Textile Industry Wastewater. *Sustainability*, 16(9), 3660. <https://doi.org/10.3390/su16093660>

CHAPITRE II MATÉRIEL & MÉTHODES



Déchets textiles
(pré-consommation)



Fibres textiles
préparées



Préparation
(lavage & séchage)



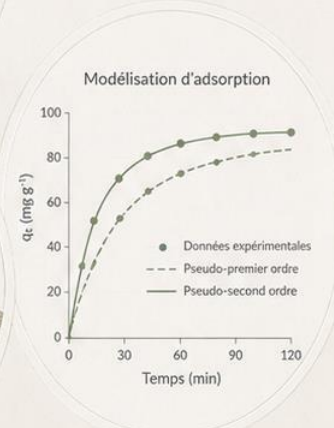
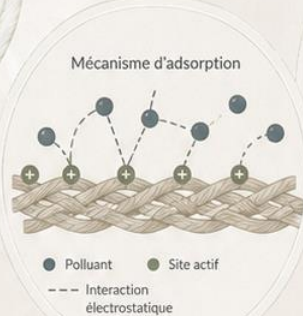
Expériences d'adsorption
(agitation contrôlée)



Analyses
(UV-Vis, COT, pH)



Échantillons prélevés
à différents temps



II.1. Introduction

Ce chapitre présente de manière détaillée la méthodologie expérimentale mise en œuvre dans le cadre de cette étude. Il décrit les protocoles adoptés, les dispositifs techniques employés ainsi que les conditions opératoires retenues pour la préparation, la caractérisation et l'évaluation des matériaux étudiés. Dans un premier temps, il présente le choix des déchets textiles retenus pour la valorisation, en mettant en évidence leur intérêt en tant que matière première recyclable. Les différentes étapes du recyclage chimique appliquées à ces déchets sont ensuite décrites, depuis leur préparation jusqu'à l'obtention des matériaux valorisés. Dans un second temps, l'application des matériaux recyclés est abordée dans le cadre du traitement des eaux polluées. Le déroulement des essais d'adsorption du bleu du méthylène sur les différents déchets valorisés est détaillé en précisant les conditions expérimentales adoptées.

II.2. Choix du déchet textile à valoriser

Le coton a été retenu comme matière première pour cette étude en raison de sa nature cellulosique, de sa disponibilité importante dans les déchets textiles et de son potentiel de transformation par voie chimique. Il s'agit d'une fibre naturelle constituée majoritairement de cellulose, un biopolymère renouvelable dont la structure est riche en groupements hydroxyles. Ces fonctions confèrent au coton une réactivité chimique élevée, permettant sa modification par différentes voies, notamment l'hydrolyse acide, l'oxydation, l'estérification, l'acétylation ou encore sa transformation en nanocellulose et en matériaux biosourcés fonctionnels [1–4].

Sur le plan environnemental, les déchets de coton issus des industries textiles, des ateliers de confection et des textiles pré et post-consommation représentent une source abondante de matière valorisable. Leur recyclage permet de réduire les volumes de déchets destinés à l'enfouissement ou à l'incinération, tout en limitant la consommation de ressources nécessaires à la production de fibres vierges [1,5].

II.3. Étapes technique et logistiques de la valorisation des déchets de coton

La valorisation des déchets de coton repose sur une succession d'étapes techniques et logistiques permettant de transformer une matière textile résiduelle en ressource exploitable. Ces étapes commencent par la collecte et le tri des déchets, suivis de leur préparation, de leur traitement chimique et de leur transformation en matériaux à valeur ajoutée. La maîtrise de cette chaîne de valorisation est essentielle afin d'assurer l'homogénéité du déchet, d'améliorer l'efficacité du procédé et de garantir la qualité du produit final destiné à des applications

environnementales, notamment le traitement des eaux polluées. La **Figure II.1** illustre l'ensemble de étapes suivies pour valoriser et recycler les déchets de coton.

II.3.1. Collecte et tri

Le déchet de coton valorisé dans cette étude a été collecté au niveau de l'usine TEXALG SPA, unité ALVOVEL située à Akbou, dans la wilaya de Béjaïa, en Algérie (**Figure II.2**). Cette unité est spécialisée dans la fabrication de textiles à base de coton, de laine, de polyester et de mélanges de fibres. Les échantillons récupérés correspondent à des déchets pré-consommation, générés avant l'utilisation finale du produit textile. Ils proviennent principalement des opérations de découpe, de confection ou de finition réalisées au niveau de l'industrie. Ce type de déchet présente l'avantage d'être relativement propre, homogène et moins contaminé que les déchets post-consommation, car il n'a pas été porté, lavés ou exposés à des conditions d'usage prolongé.



Figure II.2 : Situation géographique de l'usine TEXALG SPA, unité ALVOVEL, Bejaia-Algérie.

À l'issue de cette étape, trois types de déchets de coton ont été retenus pour la valorisation. Leurs principales caractéristiques, notamment leur nature et leur aspect, sont présentées dans le **Tableau II.1** et la **Figure II.3**.

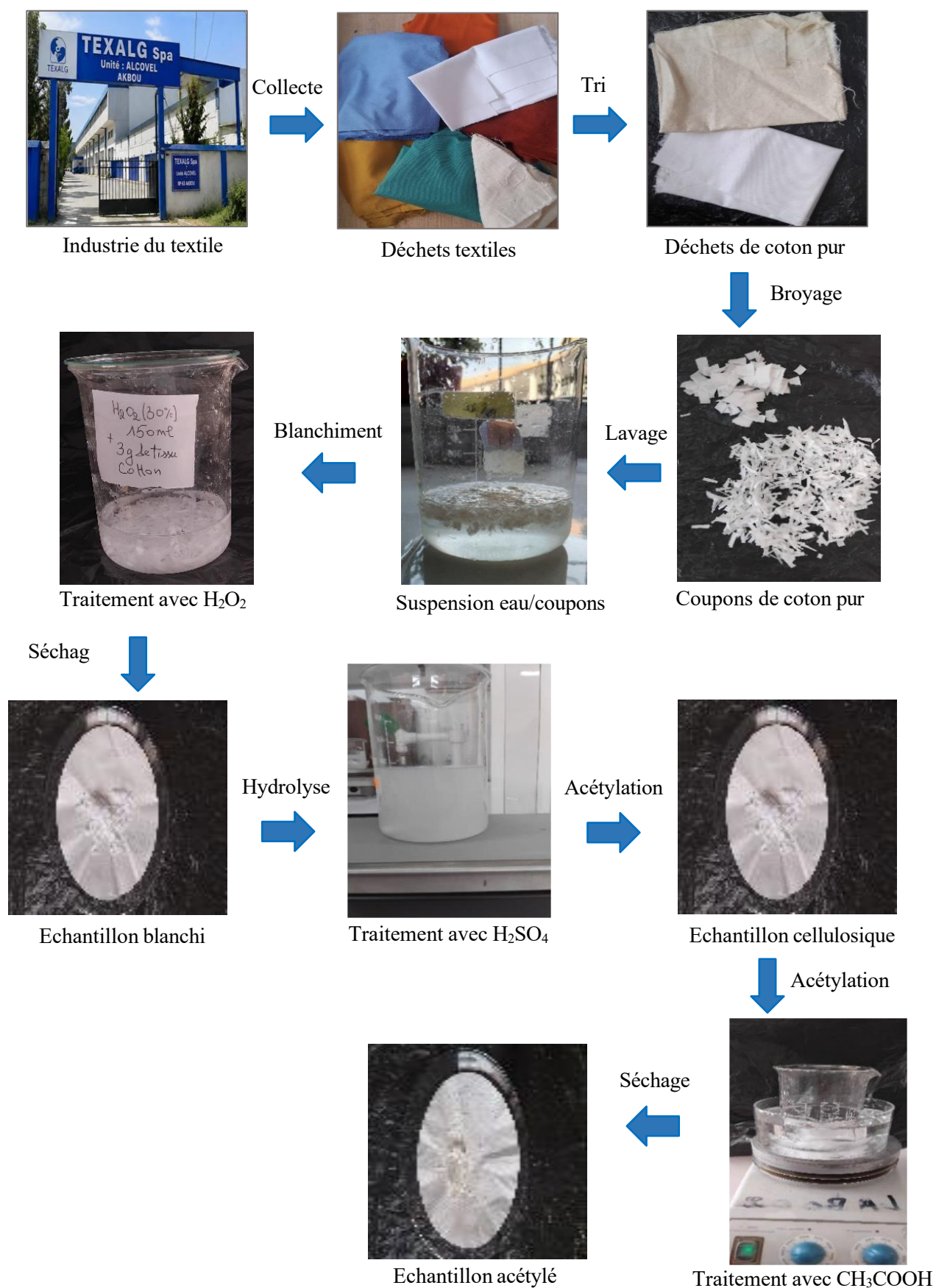


Figure .1 : Schéma récapitulatif des étapes devalorisation et recyclage des déchets de coton.

Tableau II.1 : Caractéristiques des trois articles en coton sélectionnés pour la valorisation.

Caractéristique	Référence de l'article de Coton					
	Art 108		Art 181		Art 202	
Traitement ignifuge*	Non		Non		Oui	
Poids (g/m ²)	2,513		2,532		1,737	
Densités de la structure tissée (fils/cm)	Chaîne**	Trame***	Chaîne	Trame	Chaîne	Trame
	24	29	21	30	22	22
Résistance /Allongement (Kg /%)	76,4/24,6	117,0/21,6	72,5/15,3	108,3/21,6	62,5/27,3	54,9/13,9
Rétrécissement (%)	-2,5	-7,3	-4	-9	-8,8	-9,2
Embuage (%)	6,8	2,8	3,9	5,76	7,8	3,8

(*) : le traitement ignifuge ou traitement d'ignifugation est une finition textile appliquée au coton afin de réduire son inflammabilité, de retarder l'allumage et de limiter la propagation de la flamme. Dans le cas du coton, fibre essentiellement cellulosique, ce traitement repose souvent sur l'application de composés à base de phosphore, azote, silicium, soufre ou de systèmes hybrides, qui peuvent être déposés à la surface du tissu ou liés chimiquement à la cellulose [21,22]. De manière générale, les agents ignifuges agissent principalement en favorisant la formation d'une couche carbonisée protectrice appelée char. Cette couche limite le transfert de chaleur et d'oxygène vers la fibre, tout en réduisant la libération de gaz combustibles. Certains systèmes libèrent aussi des gaz non inflammables, comme H_2O ou CO_2 , qui diluent les produits volatils combustibles [21,22].

Dans un tissu tissé, la chaîne et la trame sont les deux systèmes de fils qui s'entrecroisent pour assurer la formation et la cohésion du tissu [6].

(**) : la chaîne correspond aux fils disposés dans le sens de la longueur du tissu (longitudinal). Ce sont généralement les fils les plus tendus, car ils sont placés sur le métier à tisser avant le tissage. La chaîne représente le support du tissage.

(***) : la trame correspond aux fils disposés dans le sens de la largeur du tissu (transversal). Ils passent alternativement au-dessus et au-dessous des fils de chaîne pendant le tissage.



Figure II.3 : Photographies illustrant l’aspect visuel des trois articles en coton sélectionnés pour la valorisation.

II.3.2. Traitement préliminaire

Après le tri, les déchets de coton sélectionnés sont soumis à une étape de nettoyage afin d’éliminer les salissures, les poussières, les huiles éventuelles, les impuretés organiques ainsi que les résidus chimiques pouvant provenir des opérations de fabrication ou de finition textile. Cette opération permet d’obtenir une matière première plus propre et plus homogène, favorable aux traitements chimiques ultérieurs.

Le lavage a été réalisé à l’eau, éventuellement en présence d’un détergent approprié, suivi d’un rinçage soigneux afin d’éliminer les résidus de nettoyage. Les échantillons ont été ensuite séchés dans une étuve Mammert à 60 °C jusqu’à masse constante, afin d’éliminer l’humidité résiduelle sans altérer la structure cellulosique.

Une fois séchés, chaque article de coton a été découpé en fragments d’environ 1 cm. Cette réduction de taille permet d’augmenter la surface de contact entre la matière textile et les réactifs chimiques, d’améliorer l’homogénéité du traitement et de faciliter les étapes ultérieures, notamment l’hydrolyse acide et l’acétylation.

II.3.3. Blanchiment

Les articles de coton préalablement découpés ont été soumis à une étape de blanchiment afin d'éliminer les impuretés résiduelles et d'améliorer l'accessibilité des groupements fonctionnels de la cellulose. Cette opération a été réalisée selon le protocole expérimental décrit par Fauzi et *al.* [7], Qiu et *al.* [8] et Rashid et *al.* [9].

Pour cela, 3 g de chaque article en coton ont été introduits dans 150 mL de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) à 30% en masse et maintenus sous agitation pendant 1 heure. A l'issue du traitement, les mélanges ont été filtrés, puis les résidus solides obtenus ont été lavés à l'eau distillée sous agitation jusqu'à obtention d'un pH neutre. Le lavage a ensuite été arrêté, puis les échantillons ont été pesés avant séchage.

Enfin, les articles de coton blanchis ont été séchés dans une étuve à 50 °C pendant 24 heures, afin d'éliminer l'humidité résiduelle et de préparer les matériaux aux étapes ultérieures de modification chimique.

II.3.4. Hydrolyse acide du coton blanchi

L'hydrolyse acide de la cellulose a été effectuée dans le but de dépolymériser les chaînes cellulosiques et de produire des matières valorisables. Pour chaque essai, le protocole expérimental décrit par Fauzi et *al.* [7] et Rashid et *al.* [9] a été suivi. Au fait, 1 g de chaque article de coton préalablement blanchi a été introduit dans 120 mL d'eau distillée, puis le mélange a été maintenu sous agitation à 250 rpm pendant 20 minutes afin d'obtenir une dispersion homogène de la cellulose.

Les différentes dispersions cellulosiques obtenues ont été, par la suite, soumises à une hydrolyse acide par ajout d'acide sulfurique (H_2SO_4). Les concentrations globales en acide dans les béchers contenant les mélanges réactionnels ont été ajustées respectivement aux pourcentages massiques de 10, 20, 30 et 40 %, tout en maintenant les volumes totaux des milieux réactionnels à 300 mL. L'ensemble des expériences réalisées a été maintenu sous agitation à 250 rpm pendant 1 h 30 min. A la fin du temps de réaction, l'agitation a été arrêtée et 300 mL d'eau distillée froide ont été ajoutés afin de stopper l'hydrolyse dans chaque bécher.

Les mélanges ont été laissés au repos pendant 30 minutes, puis filtrés afin de récupérer les résidus solides. Ceux-ci ont ensuite été lavés à l'eau distillée sous agitation jusqu'à obtention d'un pH neutre. Enfin, les échantillons hydrolysés ont été pesés avant séchage, puis séchés dans une étuve à 50 °C pendant 24 heures.

II.3.5. Acétylation de la cellulose hydrolysée

Après l'étape d'hydrolyse, les différentes celluloses obtenues ont été soumises à une réaction d'acétylation selon le protocole expérimental décrit par Fauzi et *al.* [7]. Cette modification chimique vise à introduire des groupements acétyles dans la structure cellulosique, permettant ainsi l'obtention d'un matériau dérivé de type acétate de cellulose, présentant un potentiel de valorisation élevé.

Pour cela, 2 g de chaque cellulose hydrolysée ont été dispersés dans 70 mL d'eau distillée. Les différents mélanges ont été maintenus sous agitation mécanique à 250 rpm pendant 20 minutes afin d'assurer une dispersion homogène. Le pH des milieux a été contrôlé toutes les 5 minutes et ajusté à 8 par addition progressive de quelques gouttes de solution de NaOH (1M), lorsque cela était nécessaire.

Par la suite, 4,8 mL d'acide acétique ont été ajoutés progressivement sous agitation aux mélanges afin de favoriser une distribution uniforme du réactif dans les milieux. L'ensemble des systèmes réactionnels a ensuite été placé dans un bain-marie à 60 °C et maintenu sous agitation continue pendant 1 heure afin de favoriser la réaction d'acétylation. A la fin du traitement, quelques gouttes d'acide chlorhydrique (HCl) ont été ajoutées afin d'arrêter la réaction. Les mélanges ont été laissés au repos pendant 30 minutes, puis filtrés pour récupérer les solides formés. Ces derniers ont été lavés à l'eau distillée jusqu'à obtention d'un pH neutre.

Les échantillons obtenus ont été pesés avant séchage, puis placés dans une étuve à 50 °C pendant 24 heures. Après séchage, une nouvelle pesée a été effectuée afin de déterminer la masse finale de chaque matériau. Les produits obtenus ont été conservés dans des boîtes hermétiques en vue des analyses de caractérisation et des essais d'adsorption.

Afin de faciliter l'identification des matériaux préparés, une notation spécifique a été attribuée à chaque échantillon. L'ensemble de ces désignations est regroupé dans le **Tableau II.2**.

Tableau II.2 : Notation attribuées aux échantillons obtenus après hydrolyse et après acétylation des trois articles de déchet de coton.

Article de coton	Notation	
	Après hydrolyse	Après acétylation
Art 108	H-C108	A-C108
Art 181	H-C181	A-C181
Art 202	H-C202	A-C202

Il est à noter que le pourcentage du traitement appliqué est indiqué directement à côté de la notation correspondante. Ainsi, pour chaque article de coton, les échantillons hydrolysés sont notés H-C108, H-C181 ou H-C202, suivis du pourcentage d'hydrolyse appliqué, soit 10 %, 20 %, 30 % ou 40 %. De la même manière, les échantillons acétylés sont notés A-C108, A-C181 ou A-C202, en précisant le pourcentage du traitement préalable.

II.4. Techniques de caractérisation des matériaux valorisés

La caractérisation des matériaux valorisés constitue une étape essentielle pour comprendre les modifications induites par les différents traitements appliqués aux articles en coton. Elle permet d'évaluer l'évolution de leur structure, de leur morphologie, de leur composition chimique et de leurs propriétés de surface après hydrolyse et acétylation. Ces analyses sont indispensables pour établir une relation entre les caractéristiques physico-chimiques des matériaux obtenus et leur performance en tant qu'adsorbants pour l'élimination des colorants en milieu aqueux.

II.4.1. Test de combustion

Le test de combustion a été réalisé afin d'évaluer qualitativement le comportement au feu des articles textiles Art 108, Art 181 et Art 202. Cet essai permet d'observer plusieurs paramètres, notamment la rapidité d'inflammation, la propagation de la flamme, la persistance de la combustion après retrait de la source d'allumage, la formation de fumée, l'odeur dégagée ainsi que la nature du résidu obtenu après combustion. Il constitue une méthode simple et préliminaire pour comparer le comportement des tissus en coton non traités et traités ignifuges [23,24].

Dans un premier temps, de petits fragments de chaque article ont été découpés et préparés pour l'essai de combustion. Chaque échantillon a été maintenu à l'aide d'une pince afin d'éviter tout contact direct avec la main, puis exposé progressivement pendant quelques secondes à une flamme produite par un briquet. Après extinction ou combustion de l'échantillon, l'aspect du résidu obtenu a été examiné. La couleur, la quantité et la structure des cendres ou des résidus formés ont ensuite été comparées entre les différents échantillons, afin d'évaluer leur comportement au feu et de mettre en évidence l'effet éventuel d'un traitement ignifuge sur l'inflammabilité des textiles.

II.4.2. Analyse morphologique par microscope binoculaire

La microscopie optique est une technique d'observation fondée sur l'utilisation de la lumière visible et d'un système de lentilles permettant d'agrandir l'image d'un échantillon afin d'en examiner les caractéristiques morphologiques et structurales [25,26]. Dans ce travail, cette technique a été utilisée pour étudier la morphologie des fibres de coton avant et après traitement pour les trois articles étudiés. L'observation microscopique permet ainsi de mettre en évidence les modifications structurales induites par l'hydrolyse, notamment l'évolution de l'organisation fibreuse, de l'intégrité des fibres et de leur état de surface.

Pour réaliser cette observation, de petits fragments des articles Art 108, Art 181 et Art 202 ont été placés sur des lames de microscope. Les échantillons ont ensuite été observés à l'aide d'un microscope optique équipé d'une caméra. Après réglage de l'éclairage et de la mise au point, les images ont été acquises à un grossissement adapté afin de visualiser la structure des tissus. Les micrographies obtenues ont permis d'observer la disposition des fibres, leur répartition et la texture de chaque échantillon. Enfin, les images ont été comparées afin de mettre en évidence les différences morphologiques entre les articles étudiés avant et après traitement.

II.4.3. Analyse thermogravimétrique ATG/DTG

L'analyse thermogravimétrique ATG est une technique d'analyse thermique permettant de suivre, en continu, la variation de masse d'un échantillon en fonction de la température ou du temps, sous atmosphère contrôlée. Elle est généralement réalisée selon un programme de chauffage défini et permet d'évaluer la stabilité thermique du matériau, sa teneur en humidité, sa dégradation thermique ainsi que la quantité de résidu solide formé après chauffage [10,11].

Par ailleurs, la dérivée thermogravimétrique (DTG) correspond à la dérivée de la courbe ATG. Elle exprime la vitesse de perte de masse en fonction de la température. Cette représentation permet de mieux distinguer les différentes étapes de dégradation thermique et de déterminer les températures auxquelles les pertes de masse sont maximales. Ainsi, l'association ATG/DTG est particulièrement utile pour étudier la stabilité thermique des matériaux cellulosiques, tels que le coton, et pour suivre les modifications induites par les traitements chimiques [10,11].

Les échantillons des articles de coton recyclé (Art 108, Art 181 et Art 202) ont été caractérisés par analyse thermogravimétrique à l'aide d'un appareil de type LINSEIS STA PT 1600. L'échantillon analysé a été placé dans une nacelle en alumine, au niveau de la balance en quartz de l'enceinte thermogravimétrique, puis chauffé jusqu'à 800 °C sous un flux d'azote de 150 mL/min, avec une vitesse de chauffe de 5 °C/min.

II.4.4. Analyse par spectrophotométrie Infrarouge à Transformée de Fourier

La spectrophotométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), est une technique d'analyse spectroscopique qui permet d'obtenir le spectre d'absorption ou d'émission infrarouge d'un échantillon solide, liquide ou gazeux. Elle repose sur l'interaction du rayonnement infrarouge avec les liaisons chimiques du matériau qui provoque des vibrations moléculaires caractéristiques, notamment des vibrations d'élongation et de déformation. Les bandes obtenues permettent ainsi d'identifier les groupements fonctionnels et de suivre les modifications chimiques ou structurales d'un matériau [12,13].

Les pastilles des échantillons de coton recyclé ont été préparées par mélange de 2 % en masse d'échantillon avec 98 % en masse de KBr. Le mélange obtenu a ensuite été comprimé dans une matrice en acier afin d'obtenir des pastilles homogènes. Les spectres infrarouges des différents échantillons ont été enregistrés à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier IRAffinity-1, Shimadzu 8300 FTIR, piloté par ordinateur. Les analyses ont été réalisées dans le domaine spectral compris entre 4000 et 400 cm^{-1} , avec une résolution de 4 cm^{-1} .

II.4.5. Détermination du pH au point de charge nulle

Le pH au point de charge nulle (pH_{pzc}) correspond au pH pour lequel la charge nette de la surface d'un matériau est nulle. Lorsque le pH du milieu est inférieur pH_{pzc} , la surface est majoritairement chargée positivement, tandis qu'elle devient négative lorsque le pH est supérieur à cette valeur. Ce paramètre est essentiel pour interpréter les interactions électrostatiques entre un adsorbant et un polluant en solution, notamment dans le cas de l'adsorption des colorants ioniques [14].

La méthode décrite par [15], a été adoptée pour déterminer le pH_{pzc} des matériaux valorisés. Pour cela, 50 mL d'une solution de NaCl 0,01 M ont été introduits dans une série de béchers. Le pH initial de chaque solution a été ajusté dans une gamme comprise entre 4 et 10 par addition de solutions de NaOH 0,1 M ou de HCl 0,1 M.

Après stabilisation du pH, une masse de 0,5 g du matériau recyclé a été ajoutée dans chaque bécher. Les suspensions obtenues ont ensuite été maintenues sous agitation à température ambiante pendant 24 heures. À l'issue de ce temps de contact, le pH final de chaque solution a été mesuré. Le pH_{pzc} correspond au point d'intersection de la courbe représentant le pH final

en fonction du pH initial, ou au point pour lequel la variation de pH ($\Delta pH = pH_f - pH_i$) est égale à zéro.

II.5. Application des matériaux recyclés dans le procédé d'adsorption

Cette partie de travail vise à déterminer la capacité des matériaux recyclés à retenir les molécules polluantes à leur surface, après les différentes modifications chimiques appliquées aux déchets de coton. Les essais d'adsorption permettent ainsi d'apprécier l'influence des traitements, notamment l'hydrolyse acide et l'acétylation, sur les propriétés fonctionnelles du matériau, telles que la disponibilité des sites actifs, la charge de surface et l'affinité vis-à-vis du polluant.

II.5.1. Polluant ciblé : Bleu de Méthylène

Afin d'évaluer les performances et le potentiel des déchets de coton recyclé comme adsorbants biosourcés, ces derniers ont été appliqués à l'adsorption du bleu de méthylène (BM) en solution aqueuse. Ce colorant synthétique cationique, de la famille des thiazines, a été choisi comme polluant modèle en raison de sa forte coloration, de sa stabilité en solution aqueuse, de sa structure moléculaire relativement simple comparée à celle d'autres colorants, ainsi que de sa détection facile par spectrophotométrie UV-Visible [16,17]. La structure chimique développée et les caractéristiques physico-chimiques du BM sont illustrées et regroupées dans la **Figure II.4** et le **Tableau II.3**.

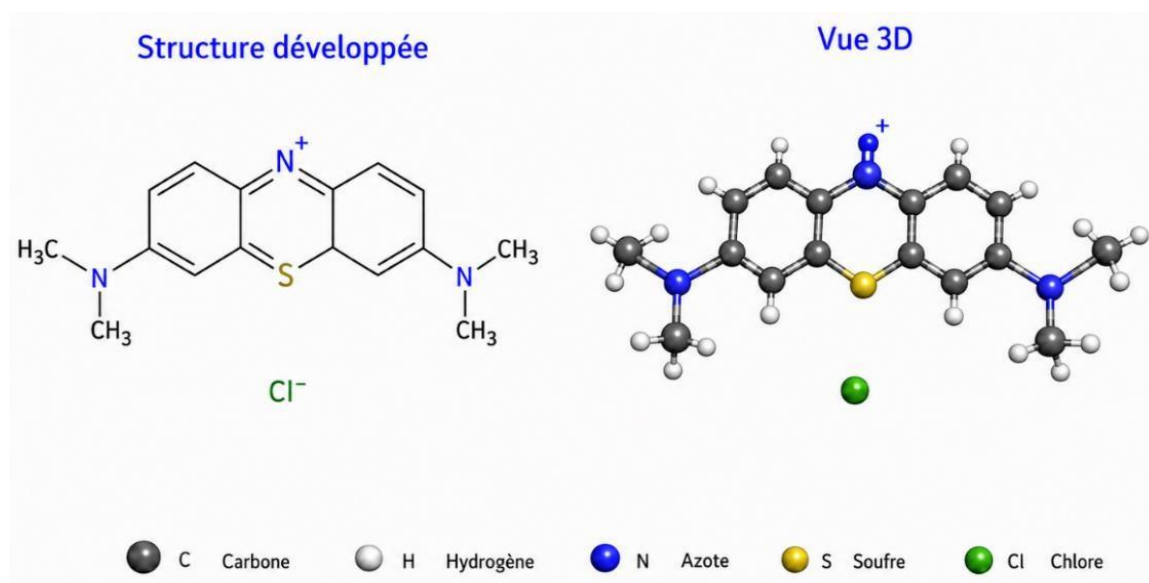


Figure II.4 : Structure chimique développée en 2D et 3D du BM.

Tableau II.3 : Caractéristiques physico-chimiques du BM [16,17].

Propriété	Donnée
Nom usuel	Bleu de méthylène, chlorure de méthylthioninium
Famille chimique	Colorant thiazinique
Nature ionique	Colorant cationique
Formule chimique	$C_{16}H_{18}ClN_3S$
Masse molaire (g/mol)	319,85
Couleur en solution aqueuse	Bleu intense
$\lambda_{\max}$ (nm)	Entre 663–665 nm
Solubilité dans l'eau	Très soluble

II.5.2. Adsorption du bleu de méthylène par les déchets de coton recyclés

L'efficacité d'adsorption des matériaux obtenus à partir des déchets de coton recyclés a été évaluée à travers le rendement d'élimination (taux d'adsorption) du bleu de méthylène et la capacité d'adsorption à l'équilibre. Ces grandeurs, déterminées à partir des équations II.1 et II.2, permettent d'apprécier les performances des adsorbants élaborés et de mieux comprendre les interactions impliquées entre la matrice cellulosique modifiée et les molécules du colorant, notamment les interactions électrostatiques, les liaisons hydrogène ainsi que les interactions entre les structures organiques du bleu de méthylène et la surface du matériau recyclé [18-20].

$$q_{t(e)} = (C_0 - C_{t(e)}) \times \frac{V}{m} \quad (\text{II.1})$$

Où :

C_0, C_t : concentrations initiale et résiduelle de la solution du cristal violet (mg/L) ;

$q_{t(e)}$: capacités d'adsorption à l'instant t et à l'équilibre (mg/g) ;

V : volume de la solution à traiter (L) ;

m : masse de cristal violet (mg).

Les essais d'adsorption ont été conduits en mode batch, dans des béchers contenant un volume déterminé de solution de BM et une masse connue de déchets de coton recyclés (**Figure II.4**). Les mélanges ont été soumis à une agitation continue à l'aide d'un agitateur magnétique, afin d'assurer un contact homogène entre l'adsorbant et la solution colorée, pendant une durée maximale de 24 heures.



Figure II.4 : Dispositif expérimental utilisé pour l'étude de l'adsorption de BM sur les déchets de coton recyclés.

A des intervalles de temps définis, des prélèvements ont été effectués afin de suivre l'évolution de la concentration résiduelle de BM en solution. Les échantillons prélevés ont été analysés par spectrophotométrie UV-visible à l'aide d'un appareil Shimadzu UV-1280, à la longueur d'onde maximale de BM $\lambda_{max} = 664$ nm. Les concentrations résiduelles en bleu de méthylène ont été déterminées à partir des absorbances mesurées par spectrophotométrie UV-Visible, en se référant à l'équation de la courbe d'étalonnage établie au préalable (**Figure II.5**). Cette courbe permet de relier l'absorbance à la concentration du colorant en solution, conformément à la loi de Beer-Lambert (équation II.3), dans le domaine de linéarité retenu.

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot C \quad (\text{II.2})$$

Où :

A : absorbance de la solution ;

ε : absorptivité molaire (L/mol.cm) ;

l : longueur du trajet optique de la cuve, généralement 1 cm ;

C : concentration de la solution (mol/L).

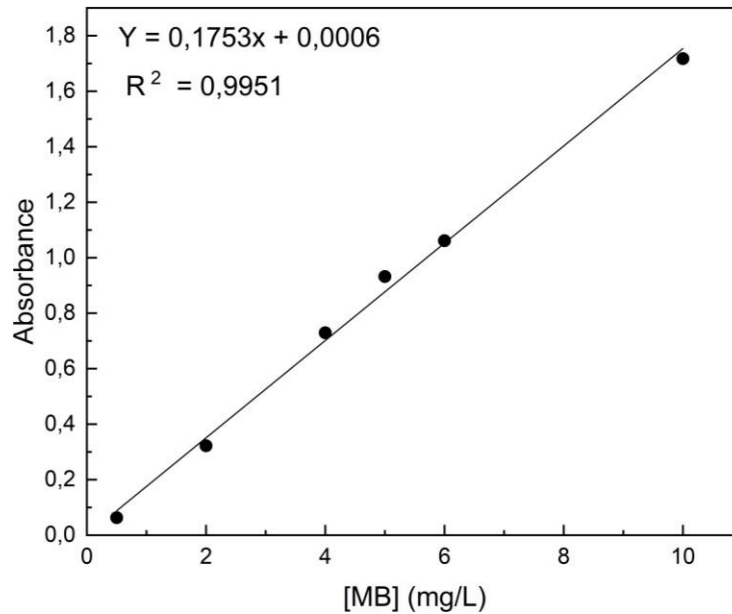


Figure II.5 : Courbe d'étalonnage illustrant l'absorbance en fonction des différentes concentrations de BM à $\lambda = 664$ nm.

II.6. Analyse de la DCO des solutions traitées par adsorption

La demande chimique en oxygène (DCO) est un paramètre global de pollution qui exprime la quantité d'oxygène nécessaire pour oxyder chimiquement les matières oxydables présentes dans un échantillon aqueux. Elle est généralement exprimée en $\text{mg } O_2/\text{L}$ et permet d'évaluer la charge organique résiduelle d'une solution. Cette analyse permet ainsi de compléter le suivi UV-visible du colorant, en donnant une indication globale sur la réduction de la charge organique de la solution traitée [27,28].

Cette analyse permet ainsi de compléter le suivi UV-visible du colorant, en donnant une indication globale sur la réduction de la charge organique de la solution traitée [3,4].

Dans ce travail, l'analyse de la DCO a été réalisée après adsorption afin d'apprécier l'efficacité des matériaux valorisés dans la réduction de la charge polluante. Une diminution de la DCO après traitement traduit une élimination partielle des composés organiques oxydables, notamment les molécules de colorant présentes en solution. Le rendement d'abattement de la DCO peut être calculé à partir des valeurs initiale et finale selon l'équation suivante :

$$\text{Rendement d'abattement de la DCO (\%)} = \left(\frac{DCO_0 - DCO_f}{DCO_0} \right) \times 100 \quad (\text{II.3})$$

Où :

DCO_0, DCO_f : demandes chimiques en oxygène initiale et finale de la solution avant adsorption et après traitement.

Références bibliographiques

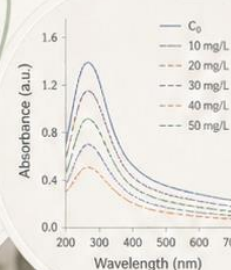
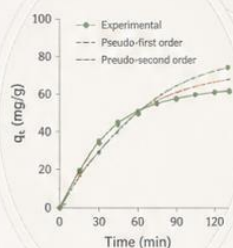
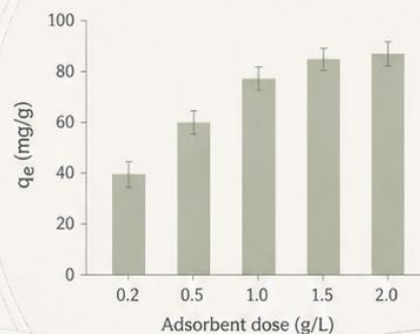
- [1] Haslinger, S., Hummel, M., Anghelescu-Hakala, A., Määttänen, M., & Sixta, H. (2019). Upcycling of cotton polyester blended textile waste to new man-made cellulose fibers. *Waste Management*, 97, 88–96. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.07.040>.
- [2] Huang, S., Zhou, L., Li, M. C., Wu, Q., Kojima, Y., & Zhou, D. (2020). Cellulose nanocrystals derived from textile waste through acid hydrolysis and oxidation. *Polymers*, 12(4), 958. <https://doi.org/10.3390/polym12040958>.
- [3] Srichola, P., Chavalparit, O., Kongkachuichay, P., et al. (2023). Recycling of nanocellulose from polyester–cotton textile waste. *Polymers*, 15, 3163. <https://doi.org/10.3390/polym15143163>.
- [4] Haslinger, S., Hietala, S., Hummel, M., Maunu, S. L., & Sixta, H. (2019). Solid-state NMR method for the quantification of cellulose and polyester in textile blends. *Carbohydrate Polymers*, 207, 11–16. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.11.052>
- [5] Damayanti, D., Wulandari, L. A., Bagaskoro, A., Rianjanu, A., & Wu, H. S. (2021). Possibility routes for textile recycling technology. *Polymers*, 13(21), 3834. <https://doi.org/10.3390/polym13213834>.
- [6] Patti, A., & Acierno, D. (2023). Materials, weaving parameters, and tensile responses of woven textiles. *Macromol*, 3(3), 665–680. <https://doi.org/10.3390/macromol3030037>
- [7] Fauzi, F. A., & Mohamad, F. (2024). Utilising cellulose acetate derived from cotton waste for efficient oil removal in water. *Future Energy and Environment Letters*, 1(1), 1–8. <https://doi.org/10.37934/feel.1.1.18>.
- [8] Qiu, T., Halpern, B., Maslennikov, A., Rawat, M., Halanur, M., & Mamane, H. (2026). Valorization of post-consumer cotton-rich textile waste into cellulose nanocrystals via sulfuric acid hydrolysis and ozone-assisted bleaching. *Chemical Engineering Journal*, 528, 172340. Disponible sur : <https://doi.org/10.1016/j.cej.2025.172340> .
- [9] Rashid, M., Gafur, M. A., Sharafat, M. K., Minami, H., Miah, M. A. J., & Ahmad, H. (2017). Biocompatible microcrystalline cellulose particles from cotton wool and magnetization via a simple in situ co-precipitation method. *Carbohydrate Polymers*, 170, 72–79. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.04.059>.

- [10] Dunn, J. G. (2002). Thermogravimetric analysis. Encyclopedia of Analytical Chemistry. <https://doi.org/10.1002/0471266965.com029>.
- [11] ASTM International. (2020). ASTM E1131-20: Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry. West Conshohocken, PA, USA: ASTM International. Disponible sur : <https://doi.org/10.1520/E1131-20>.
- [12] Barth, A. (2007). Infrared spectroscopy of proteins. *Biochimica et Biophysica Acta*, 1767(9), 1073–1101. <https://doi.org/10.1016/j.bbabi.2007.06.004>.
- [13] Stuart, B. (2004). Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications. Wiley. <https://doi.org/10.1002/0470011149>.
- [14] Sposito, G. (1998). On points of zero charge. *Environmental Science & Technology*, 32(19), 2815–2819. <https://doi.org/10.1021/es9802347>.
- [15] Altenor, S., Gaspard, S., & Emmanuel, E. (2008). Études physico-chimiques d'algues et de charbons actifs issus de déchets lignocellulosiques de la Caraïbe et faisabilité de leur application pour le traitement des eaux (Thèse de doctorat). https://www.uniq.edu/upload/inside_articles_document/5898_these%20sandro%20altenor.pdf
- [16] Khan, I., Saeed, K., Zekker, I., Zhang, B., Hendi, A. H., Ahmad, A., Ahmad, S., Zada, N., Ahmad, H., Shah, L. A., Shah, T., & Khan, I. (2022). Review on methylene blue: Its properties, uses, toxicity and photodegradation. *Water*, 14(2), 242. <https://doi.org/10.3390/w14020242>.
- [17] Bollinger, J.-C. (2025). Molecular properties of methylene blue, a common probe in sorption and degradation studies: A review. *Environmental Chemistry Letters*. <https://doi.org/10.1007/s10311-025-01856-1>.

- [18] Ziani, S., AitAli, S., Brahmi, A., Lakehal, Y. Z., Zaabar, A., Meski, S., Boudrahem, F., Khireddine, H., Ghernaout, D., Mukalazi, H., & Belaadi, A. (2026). A sustainable bioadsorbent approach for tetracycline adsorption from aqueous solutions using calcined chicken bone waste: Optimization via response surface methodology. *Results in Engineering*, 29, 109169. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2026.109169>.
- [19] AitAli, S., Ziani, S., Yahiaoui, I., Brahmi, A., Boudrahem, F., & Aissani-Benissad, F. (2023). Application of central composite design and response surface methodology for the study of extraction of gentian violet dye in aqueous solution by polystyrene membrane modified with oleic acid. *Environmental Progress & Sustainable Energy*, 42(6), e14200. <https://doi.org/10.1002/ep.14200>.
- [20] Boudrahem, F., Ziani, S., & Aissani-Benissad, F. (2019). Application of response surface methodology based on central composite design for optimization of yellow bezacryl sorption on shoe soles waste. *Environmental Progress & Sustainable Energy*, 38(s1), S412–S421. <https://doi.org/10.1002/ep.13073>.
- [21] Islam, M. S., & van de Ven, T. G. M. (2021). Cotton-based flame-retardant textiles: A review. *BioResources*, 16(2), 4354–4381. Disponible sur : <https://doi.org/10.15376/biores.16.2.islam>
- [22] Salmeia, K. A., Gaan, S., & Malucelli, G. (2016). Recent advances for flame retardancy of textiles based on phosphorus chemistry. *Polymers*, 8(9), 319. Disponible sur : <https://doi.org/10.3390/polym8090319>.
- [23] International Organization for Standardization. (2003). ISO 6941:2003, Textile fabrics-Burning behaviour-Measurement of flame spread properties of vertically oriented specimens. Geneva, Switzerland: ISO. Disponible sur : <https://www.iso.org/standard/33417.html>.
- [24] ASTM International. (2025). ASTM D1230-25: Standard Test Method for Flammability of Apparel Textiles. West Conshohocken, PA, USA: ASTM International. Disponible sur : <https://doi.org/10.1520/D1230-25>.
- [25] Lukesova, H., Palau, A. S., Holst, B., & Wadum, J. (2024). Identifying plant fibres in cultural heritage with optical and electron microscopy: How to present results and avoid pitfalls. *Heritage Science*, 12, 24. Disponible sur : <https://doi.org/10.1186/s40494-024-013075>.

- [26] Higgerson, G. J., Pate, M., & Naylor, G. R. S. (2013). Determination of cotton fiber maturity and linear density by examination of fiber cross-sections. Part 1: Comparison of two image analysis systems used in conjunction with optical microscopy. *Textile Research Journal*, 83(13), 1401–1410. Disponible sur : <https://doi.org/10.1177/0040517512471748>.
- [27] Lacalamita, D., et al. (2024). Chemical oxygen demand and biochemical oxygen demand in water quality assessment. *Frontiers in Environmental Science*, 12. <https://doi.org/10.3389/fenvs.2024.1504327>.
- [28] Wojnárovits, L., et al. (2024). Wastewater Characterization: Chemical Oxygen Demand or Total Organic Carbon? *Water*, 16(24), 3554. <https://doi.org/10.3390/w16243554>.

CHAPITRE III RÉSULTATS & DISCUSSIONS



III.1. Introduction

Ce chapitre présente et discute les principaux résultats obtenus au cours de cette étude. Il est consacré à l'évaluation des matériaux élaborés à partir de déchets textiles, en mettant en évidence l'effet des différents traitements appliqués (hydrolyse et acétylation) sur leurs propriétés et leur comportement adsorbant. Les résultats de caractérisation permettent d'apprécier les modifications apportées à la structure des échantillons, tandis que les essais d'adsorption du bleu de méthylène sont utilisés comme méthode d'évaluation de leur efficacité. Cette discussion permet ainsi de comparer les performances des différents adsorbants préparés et d'estimer leur potentiel de valorisation dans le domaine du traitement des eaux contaminées par des polluants organiques.

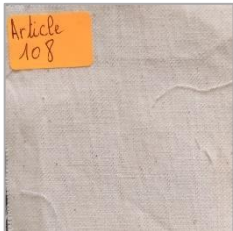
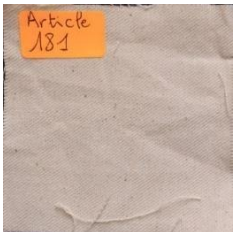
III.2. Identification des articles en coton utilisés comme matière première

Il est essentiel d'identifier la matière avant toute opération de valorisation ou de modification chimique. Dans cette étude, les articles en coton récupérés ont été analysés afin de vérifier leur nature cellulosique et d'évaluer leur composition. Cette identification permet de vérifier la présence des principaux constituants du coton et de s'assurer que celui-ci est compatible avec les traitements appliqués ainsi qu'avec l'application finale envisagée.

III.2.1. Test de combustion

Les résultats des tests de brulage réalisés sur les différents articles en coton, regroupés dans le **Tableau III.1**, montrent que la densité du tissu et l'application d'un traitement ignifuge au coton influencent significativement le comportement inflammable des étoffes en coton. Dans le cas des tissus 100 % coton non traités (Art 108 et Art 181), l'augmentation de la densité (voir le poids) s'accompagne généralement d'une amélioration de la résistance au feu. L'Art 181 de densité élevée (21/30) présente un temps d'allumage plus long que l'Art 108 de faible densité (22/29). Au fait, l'article 108 s'est rapidement enflammé dès son exposition à la flamme, avec une combustion qui s'est propagée sur toute la surface de l'échantillon et s'est poursuivie après le retrait de la source d'allumage, entraînant une zone carbonisée importante contrairement à Art 181. Cette différence peut s'expliquer par la quantité plus importante de matière présente dans une même surface, ce qui nécessite davantage d'énergie thermique pour initier et maintenir la combustion. De plus, la structure plus compacte du tissu dense limite partiellement la circulation de l'oxygène à travers la fibre, ralentissant ainsi la propagation de la flamme [1,2]. Toutefois, le tissu a continué à bruler après l'allumage et présente une carbonisation importante.

Tableau III.1 : Aspect et comportement enregistrés des articles en coton utilisés au test de combustion.

Caractéristique	Référence de l'article en Coton					
	Art 108		Article 181		Article 202	
Aspect initiale						
Densité de la structure tissée	Chaîne	Trame	Chaîne	Trame	Chaîne	Trame
	24	29	21	30	22	22
Traitement ignifuge	Non		Non		Oui	
Couleur	Beige		Beige		Blanc	
Comportement à la combustion						
Inflammabilité	Rapide/ élevée		Progressive/ Bonne combustion		Lente/ Résistance thermique élevée	
Odeur dégagée	Papier brûlé		Papier brûlé		Faible odeur	
Aspect après combustion						
Résidu obtenu	Cendres fines grises		Cendres légères		Résidu compact ou absence de cendres	
Constat	Fibre naturelle cellulosique		Fibre naturelle cellulosique		Fibre naturelle cellulosique modifiée	

Les résultats des tests de brulage réalisés sur les différents articles en coton (Art 108, Art 181 et Art 202), regroupés dans le **Tableau III.1**, montrent que la densité du tissu et l'application d'un traitement ignifuge au coton influencent significativement le comportement inflammable des étoffes en coton. Dans le cas des tissus 100 % coton non traités (Art 108 et Art 181), l'augmentation de la densité (voir le poids) s'accompagne généralement d'une amélioration de la résistance au feu. L'Art 181 de densité élevée (21/30) présente un temps d'allumage plus long que l'Art 108 de faible densité (22/29). Au fait, l'article 108 s'est rapidement enflammé dès son exposition à la flamme, avec une combustion qui s'est propagée sur toute la surface de l'échantillon et s'est poursuivie après le retrait de la source d'allumage, entraînant une zone carbonisée importante contrairement à Art 181. Cette différence peut s'expliquer par la quantité plus importante de matière présente dans une même surface, ce qui nécessite davantage d'énergie thermique pour initier et maintenir la combustion. De plus, la structure plus compacte du tissu dense limite partiellement la circulation de l'oxygène à travers la fibre, ralentissant ainsi la propagation de la flamme [1,2]. Toutefois, le tissu a continué à bruler après l'allumage et présente une carbonisation importante.

Cependant, malgré cette amélioration, les tissus 100 % coton non traités demeurent des matériaux combustibles. Une fois l'inflammation amorcée, la combustion se propage rapidement en raison de la nature cellulosique des fibres de coton. Les observations de l'aspect des articles Art 108 et Art 81 à la combustion montrent une longueur carbonisée plus importante pour les tissus non traités. Cet aspect traduit une dégradation thermique plus étendue du matériau. Ces résultats confirment que la densité seule ne permet pas d'assurer une protection efficace contre le risque d'incendie [1,2].

En revanche, le tissu en coton traité (Art 202) avec un produit ignifuge présente un comportement nettement différent. Les tests révèlent une réduction importante de la vitesse de propagation de la flamme et, dans certains cas, une extinction spontanée après retrait de la source d'allumage. Cette amélioration est liée à l'action du traitement ignifuge, qui modifie les mécanismes de dégradation thermique du coton. Sous l'effet de chaleur, le traitement favorise la formation d'une couche carbonisée protectrice à la surface du tissu. Cette couche agit comme une barrière thermique qui limite le transfert de chaleur vers les couches internes du matériau et réduit l'émission de gaz combustibles nécessaires à l'entretien de la flamme [2,3].

La comparaison entre le tissu coton de forte densité non traité et le tissu coton traité ignifuge montre clairement que l'effet du traitement est plus déterminant que celui de la densité. Bien

que l'augmentation de la densité améliore légèrement la résistance au feu, elle ne permet pas d'empêcher la combustion du matériau. A l'inverse, le traitement ignifuge réduit considérablement l'inflammabilité et améliore les performances de sécurité du tissu. Les valeurs plus faibles de longueur carbonisée observées pour le tissu traité témoignent d'une meilleure stabilité thermique et d'une dégradation limitée de la structure textile [4].

D'une manière générale, ces résultats mettent en évidence que la résistance au feu d'un tissu de coton dépend à la fois de ses caractéristiques physiques et de ses traitements de finition. La densité contribue à ralentir l'inflammation, mais son influence reste limitée par rapport à celle d'un traitement ignifuge spécialement conçu pour réduire la combustibilité du matériau. Ainsi, pour les applications nécessitant une protection contre le feu, l'utilisation de tissu en coton traités ignifuges constitue une solution beaucoup plus efficace que l'augmentation de la densité du tissu seule [5].

III.2.2. Analyse morphologique par microscope binoculaire

L'observation au microscope optique des articles Art 108, Art 181 et Art 202, illustrée dans la **Figure III.1** met en évidence une structure fibreuse caractéristique des étoffes en coton. Les articles Art 108 et Art 181 présentent une coloration jaunâtre et une organisation relativement compacte des fibres. L'article 108 montre une structure fibreuse plus hétérogène, avec des zones moins denses, tandis que l'article 181 semble présenter un entrelacement plus serré et plus régulier, traduisant une densité textile plus élevée. En revanche, l'Art 202 se distingue par un aspect plus clair et une meilleure visibilité des fibres, suggérant une structure plus homogène ou un effet lié au traitement appliqué [6,7].

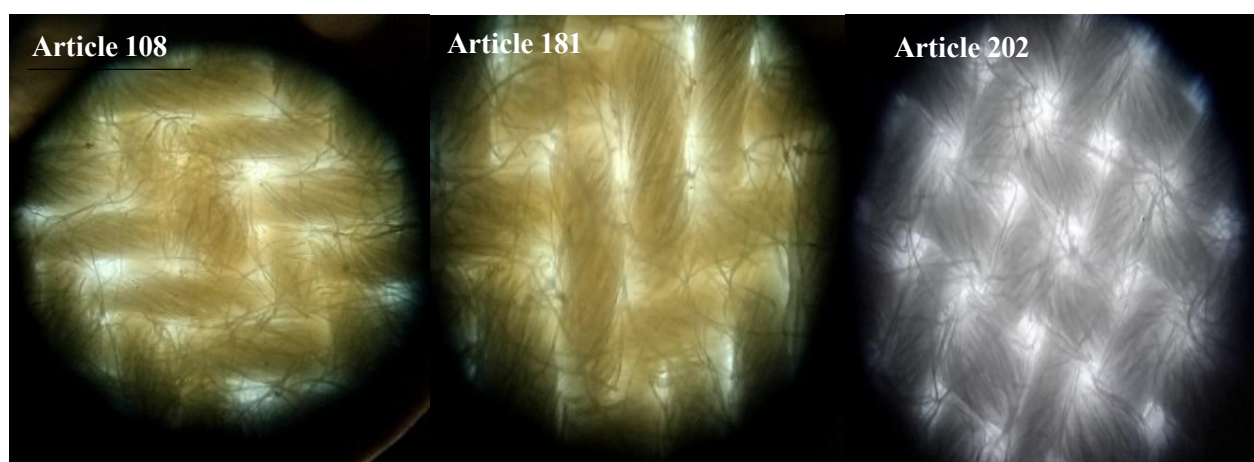


Figure III.1 : Micrographies optiques des articles textiles Art 108, Art 181 et Art 202.

Ces différences morphologiques indiquent que chaque article possède une organisation fibreuse différente qui peut influencer ses propriétés. La structure plus ouverte observée pour l'Art 202 peut favoriser une meilleure accessibilité de la surface des fibres, tandis que les articles Art 181 et Art 108 présentent une organisation plus dense [6,7].

III.3. Identification des articles en coton après recyclage chimique

Après l'identification des articles en coton, ils ont été soumis à des traitements chimiques visant à améliorer leurs propriétés adsorbantes. L'hydrolyse acide par H_2SO_4 permet de modifier partiellement la structure cellulosique du coton, d'augmenter l'accessibilité des groupements hydroxyles et de favoriser l'apparition de sites actifs disponibles pour l'adsorption. L'acétylation, réalisée après hydrolyse, introduit des groupements fonctionnels supplémentaires susceptibles de modifier la surface du matériau et son affinité vis-à-vis des molécules organiques. Leur analyse demeure donc primordiale pour évaluer leur structure et composition.

III. 3.1. Analyse morphologique par microscope binoculaire

Les micrographies optiques des articles en coton hydrolysés à 40 % (noté : H-C108-40%, H-C181-40%, H-C202-40%) (**Figure III.2**) montrent une modification visible de l'organisation fibreuse des trois articles de coton. Après hydrolyse acide, la structure textile initiale apparaît moins ordonnée, avec un réseau de fibres plus dispersé et partiellement désorganisé. Cette évolution peut être attribuée à l'action de l'acide sulfurique, qui hydrolyse préférentiellement les zones amorphes de la cellulose et provoque la rupture partielle des liaisons glycosidiques, entraînant une défibrillation et une réduction de la taille des agrégats fibreux [8,9].

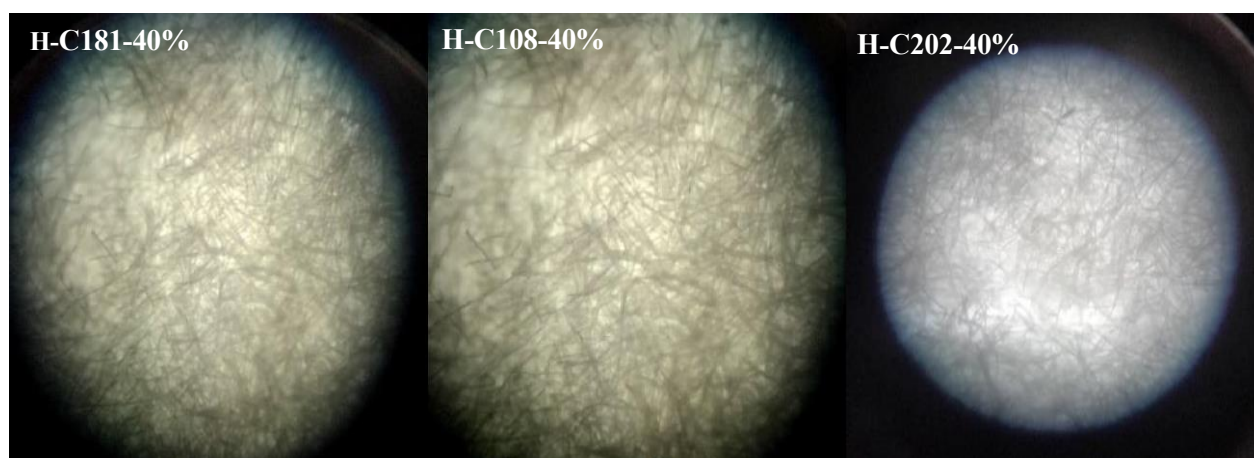


Figure III.2 : Micrographies optiques des articles textiles Art 108, Art 181 et Art 202 après hydrolyse à 40 %.

Les échantillons H-C181-40 % et H-C108-40% présentent une structure relativement compacte, avec une légère coloration jaunâtre, suggérant une hydrolyse partielle associée à la persistance d'amas fibreux. En revanche, H-C202-40 % montre un aspect plus clair et plus homogène, ce qui traduit une meilleure dispersion apparente des fibres après traitement. Ces observations indiquent que l'hydrolyse à 40 % modifie la morphologie du coton en augmentant l'accessibilité de la surface cellulosique, ce qui peut favoriser la disponibilité des sites hydroxyles impliqués dans les interactions avec les molécules de colorants en solution aqueuse [10].

III.3.2. pH au point de charge nulle

La détermination du pH au point de charge (pH_{pzc}) est une caractérisation primordiale des matériaux adsorbants. Ce paramètre constitue un indicateur important pour évaluer l'efficacité du coton hydrolysé et acétylé dans l'élimination des colorants, car il renseigne sur la nature des charges développées à la surface du matériau en fonction du pH du milieu.

Les valeurs de pH_{pzc} ont été déterminées pour l'ensemble des échantillons obtenus après hydrolyse et acétylation. Toutefois, afin d'éviter une surcharge graphique et d'améliorer la lisibilité des résultats, seuls les profils des échantillons hydrolysés à 40 %, avec et sans acétylation, sont présentés sous forme de graphes dans la **Figure III.3**. Les pH_{pzc} des autres échantillons, notamment ceux traités à 10 %, sont regroupées dans le **Tableau III.1**.

D'après la **Figure III.3**, les matériaux étudiés, qu'ils soient hydrolysés à 40 % d'acide sulfurique avec ou sans acétylation, présentent des valeurs de pH_{pzc} comprises entre 6 et 7. Ces valeurs sont cohérentes avec celles déjà rapportées dans la littérature pour des matériaux cellulosiques ou lignocellulosiques modifiés [11-14]. Elles traduisent une surface globalement proche de la neutralité (nature cellulosique). En effet, la cellulose possède principalement des groupements hydroxyles –OH, capables de se protoner en milieu acide et de se déprotoner lorsque le pH augmente. L'hydrolyse à l'acide sulfurique peut également introduire une faible proportion de fonctions acides, notamment des groupements sulfate ester, tout en exposant davantage les fonctions oxygénées de surface. Cependant, après les étapes de lavage et de neutralisation, l'excès d'acide libre est éliminé, ce qui limite le déplacement du pH_{pzc} vers des valeurs fortement acides. Ainsi, l'équilibre entre les groupements hydroxyles résiduels, les fonctions oxygénées créées ou exposées par l'hydrolyse et les éventuelles fonctions sulfate conduit à des valeurs intermédiaires, proches de la neutralité [11-14].

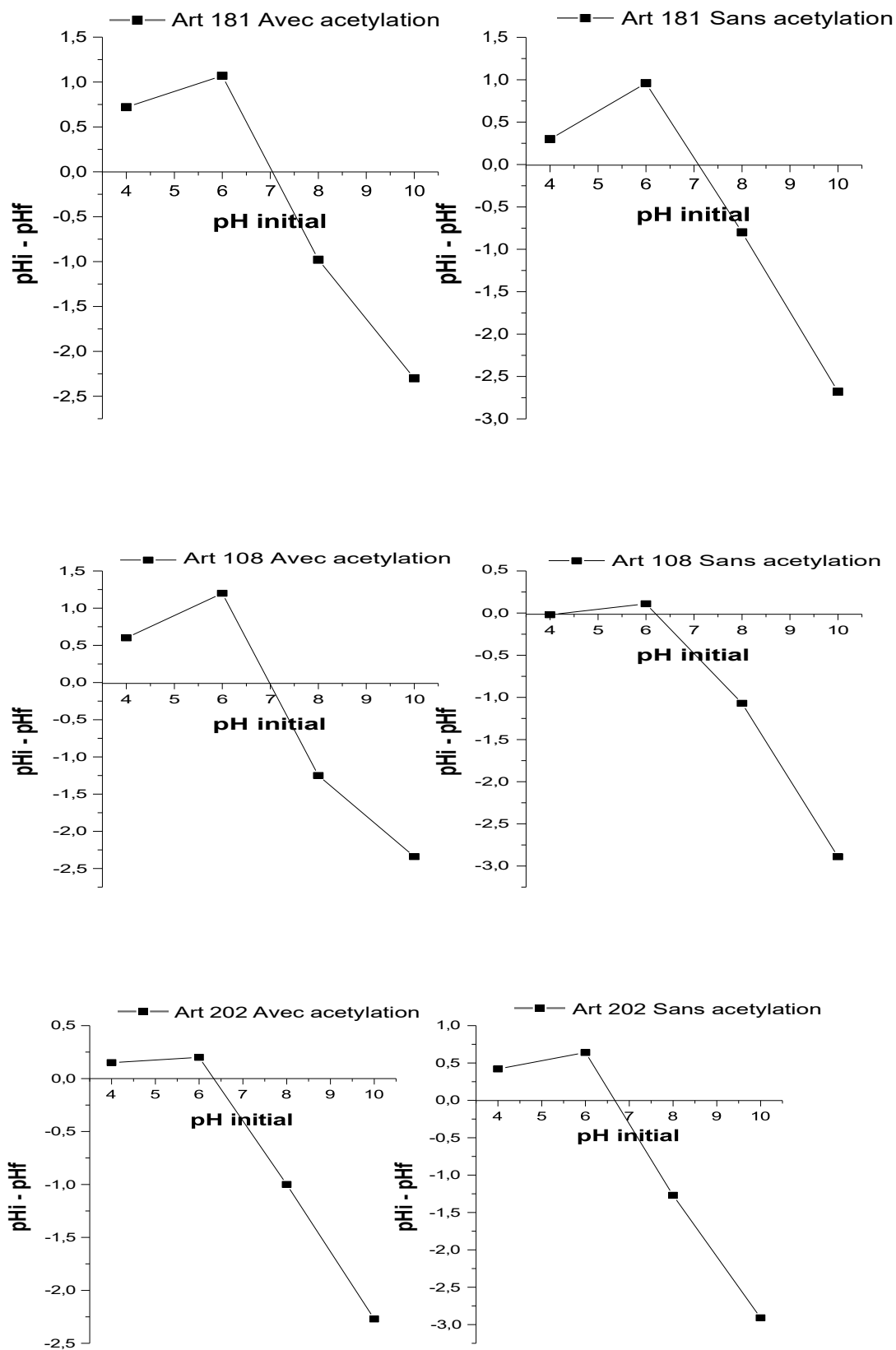


Figure III.3 : Variation du pH au point de charge nulle des différents échantillons hydrolysés à 40 % avant et après acétylation.

Dans le cas du matériau acétylé, la substitution partielle des groupements hydroxyles par des groupements acétyle réduit le caractère hydrophile et modifie légèrement la densité des sites ionisables de surface. Toutefois, les groupements acétyle étant globalement neutres, cette modification ne provoque pas un changement brutal du pH_{pzc} . Le maintien de valeurs comprises entre 6 et 7 indique donc que l'acétylation est probablement partielle et que la surface conserve encore une quantité importante de fonctions hydroxyles et oxygénées [15,16].

Tableau III.2 : pH_{pzc} des différents échantillons hydrolysés à 10 % avant et après acétylation

Article	pH_{pzc}	
	Hydrolyse 10%	Acétylation 10%
Art 108	[6 ; 7]	[6 ; 7]
Art 181	[6 ; 7]	[6 ; 7]
Art 202	[6 ; 7]	[6 ; 7]

Les résultats regroupés dans le **Tableau III.2** confirment les observations précédentes, en montrant que les valeurs de pH_{pzc} restent globalement comprises dans le même intervalle, quelles que soient les conditions de traitement. Ainsi, l'hydrolyse acide et l'acétylation n'entraînent pas de modification significative de la charge superficielle globale des articles étudiés, mais provoquent seulement de légères variations.

III.4. Evaluation des performances adsorbantes des articles valorisés

Les articles en coton modifiés par hydrolyse acide, puis par acétylation, ont été évalués en tant qu'adsorbants valorisés pour l'élimination du bleu de méthylène en solution aqueuse. Cette étape vise à comparer l'efficacité des différents matériaux élaborés et à identifier la combinaison de traitement la plus performante.

Dans un premier temps, l'ensemble des articles obtenus après hydrolyse à différents taux d'acide sulfurique a été soumis à des essais d'adsorption. Ensuite, les matériaux acétylés correspondants ont été testés dans les mêmes conditions afin d'évaluer l'effet de l'acétylation sur les performances d'adsorption. Les essais ont été réalisés à différents pH du milieu, représentatifs de conditions acide, neutre et basique, afin d'étudier l'influence de la charge de surface des adsorbants et de l'état ionique du colorant sur le processus d'adsorption.

Toutes les expériences ont été conduites dans des conditions opératoires identiques, avec une concentration initiale en bleu de méthylène de 20 mg/L, une masse d'adsorbant de 0,1 g et un

volume de solution de 50 mL, correspondant à une dose de 2 g/L. La comparaison des taux d'élimination obtenus pour les différentes compositions permet ainsi de sélectionner le matériau présentant la meilleure efficacité d'adsorption parmi l'ensemble des combinaisons étudiées.

III.4.1. Effet du traitement chimique

Dans cette première étape, l'effet du traitement chimique adopté a été étudié en comparant les matériaux obtenus par hydrolyse acide à différents pourcentages (H-C108, H-C181, H-C202) avec ceux ayant subi une hydrolyse suivie d'une acétylation (A-C108, A-C181, A-C202).

III.4.1.1. Effet de l'hydrolyse par l'acide sulfurique

La **Figure III.4** illustre l'évolution de la quantité adsorbée du bleu de méthylène par les matériaux hydrolysés H-C108, H-C181 et H-C202 en fonction du taux d'hydrolyse (10, 20, 30 et 40 %), sous différents milieux : acide, neutre et basique. Les résultats montrent que les performances d'adsorption sont fortement influencées par trois paramètres principaux : le pH du milieu, le taux d'hydrolyse et la nature de l'article textile utilisé.

En milieu acide, **Figure III.4(a)**, les quantités adsorbées restent très faibles pour l'ensemble des matrices, avec des valeurs généralement inférieures à 1 mg/g. Ce résultat confirme que ce milieu est défavorable à l'adsorption du bleu de méthylène. Il peut être attribué à la protonation des fonctions de surface lorsque le pH est inférieur au pH_{pzc} [6,7] ce qui réduit l'attraction électrostatique avec le colorant cationique et favorise la compétition des ions H^+ avec les molécules de bleu de méthylène pour les sites actifs [16,17]. Même lorsque le taux d'hydrolyse augmente, l'amélioration reste limitée, ce qui montre que la charge de surface imposée par le pH domine l'effet du traitement chimique.

En milieu neutre, **Figure III.4(b)**, une nette augmentation de la quantité adsorbée est observée, particulièrement pour H-C108 et H-C181. Ces deux matrices atteignent des valeurs proches de 8 mg/g à 10 % et 40 % d'hydrolyse, alors que H-C202 ne devient réellement performant qu'à 40 %. Cette amélioration confirme que les conditions proches de la neutralité favorisent l'adsorption du bleu de méthylène par les matériaux cellulosiques, comme cela a été rapporté dans plusieurs travaux récents [17,18]. Dans ces conditions, la surface est moins protonée et les interactions entre les fonctions oxygénées de la cellulose et le colorant deviennent plus favorables.

En milieu basique, **Figure III.4(c)**, les performances sont également importantes, mais elles varient davantage selon la matrice et le taux d'hydrolyse. À 10 % d'hydrolyse, les trois

matériaux présentent des quantités adsorbées voisines de 8 mg/g, ce qui confirme le caractère favorable du milieu basique pour l'adsorption du bleu de méthylène. À 40 %, H-C181 atteint la valeur la plus élevée, supérieure à 10 mg/g, tandis que H-C108 diminue nettement. Cette différence montre que l'hydrolyse n'a pas le même effet sur les trois articles et que la structure initiale du textile influence fortement l'accessibilité des sites d'adsorption [16-19].

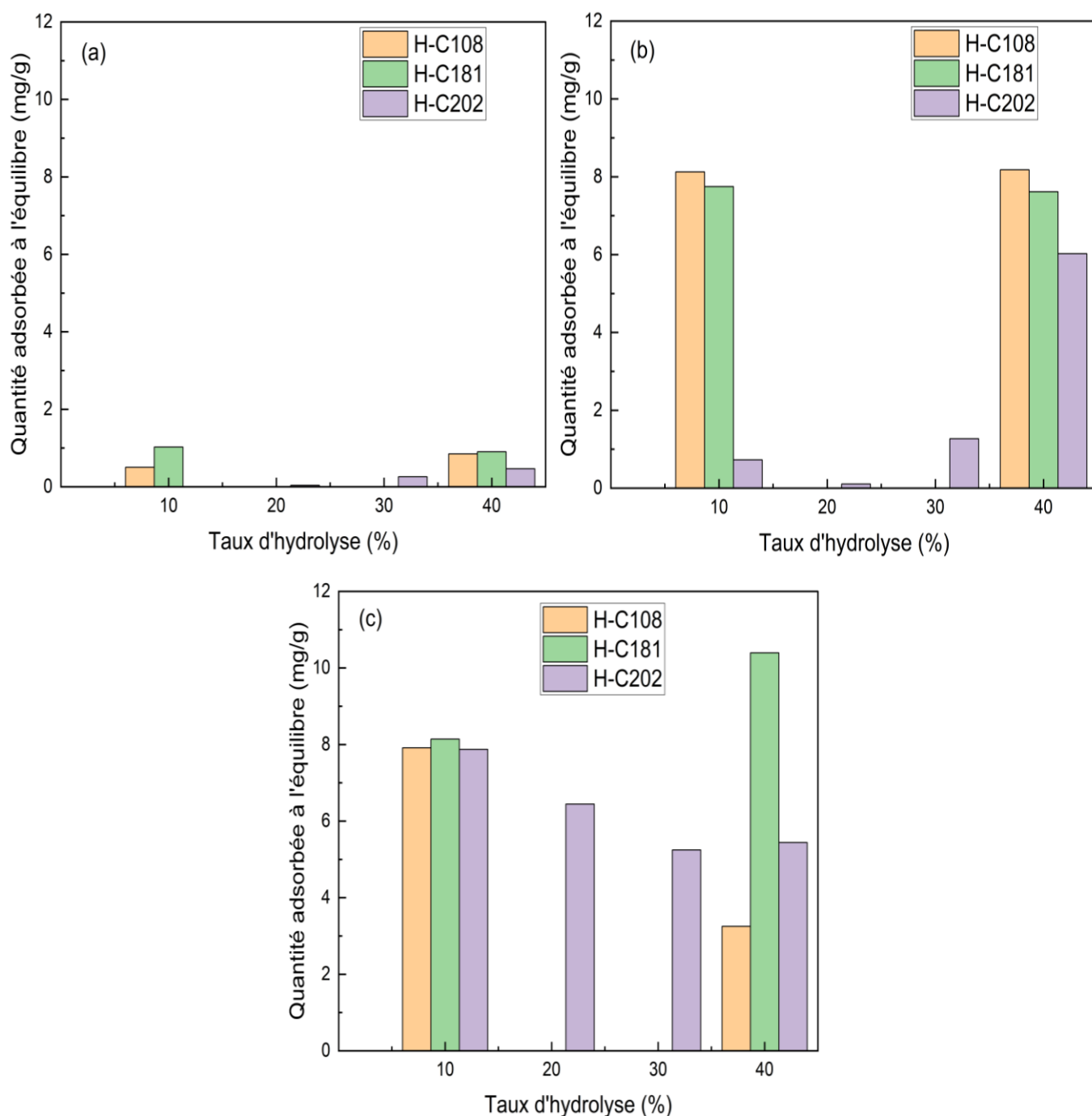


Figure III.4 : Evaluation de la quantité de BM adsorbée des matrices H-C108, H-C181 et H-C202 en fonction du taux d'hydrolyse acide dans : (a) : milieu acide, (b) : milieu neutre, (c) : milieu basique.

L'effet du taux d'hydrolyse n'est donc pas linéaire. Une hydrolyse modérée peut améliorer l'accessibilité des sites actifs en exposant davantage les fonctions hydroxyles et oxygénées de la cellulose. Cependant, une hydrolyse plus poussée ne conduit pas systématiquement à une meilleure adsorption, car elle peut altérer la structure fibreuse, modifier l'organisation de surface ou réduire l'accessibilité réelle de certains sites. Cette observation rejoint les travaux sur les matériaux à base de cellulose hydrolysée issue de déchets textiles, qui montrent qu'un degré de traitement optimisé est plus favorable qu'une modification excessive [20,21].

III.4.1.2. Effet de l'acétylation par l'acide acétique

La **Figure III.5** présente l'évolution de la quantité de bleu de méthylène adsorbée à l'équilibre par les matrices acétylées A-C108, A-C181 et A-C202 en fonction du taux d'hydrolyse préalable, dans trois milieux de pH différents.

En milieu acide, **Figure III.5(a)**, les quantités adsorbées restent globalement faibles pour A-C108 et A-C181, surtout aux taux d'hydrolyse élevés. Cependant, A-C202 présente une adsorption nettement plus importante à 10 % d'hydrolyse, avec une valeur proche de 7 mg/g. Ce comportement montre que l'acétylation peut modifier favorablement certaines matrices, mais son effet dépend fortement de la nature de l'article textile. Malgré cette amélioration ponctuelle, le milieu acide demeure généralement peu favorable à l'adsorption du bleu de méthylène, en raison de la protonation des fonctions de surface et de la compétition des ions H^+ avec le colorant cationique [16-18].

En milieu neutre, **Figure III.5(b)**, les performances deviennent plus importantes. A-C108 et A-C181 présentent de bonnes quantités adsorbées à 10 % d'hydrolyse, tandis que A-C202 atteint sa meilleure performance à 40 %, avec une valeur proche de 9 mg/g. Cette tendance confirme que les conditions proches de la neutralité favorisent l'adsorption du bleu de méthylène sur les matériaux cellulosiques modifiés. Elle montre également que l'acétylation peut améliorer l'affinité de certaines matrices, notamment lorsque l'hydrolyse préalable permet une meilleure accessibilité des sites actifs [16,20].

En milieu basique, **Figure III.5(c)**, les quantités adsorbées sont élevées et relativement proches pour les trois matrices, principalement à 10 et 40 % d'hydrolyse. A-C181 présente la meilleure performance, suivie de A-C108 puis A-C202. Ce résultat confirme que le milieu basique reste le plus favorable à l'adsorption du bleu de méthylène, car la surface des adsorbants devient plus

négative au-dessus du pH_{pzc} , ce qui renforce les interactions électrostatiques avec le colorant cationique [16,17].

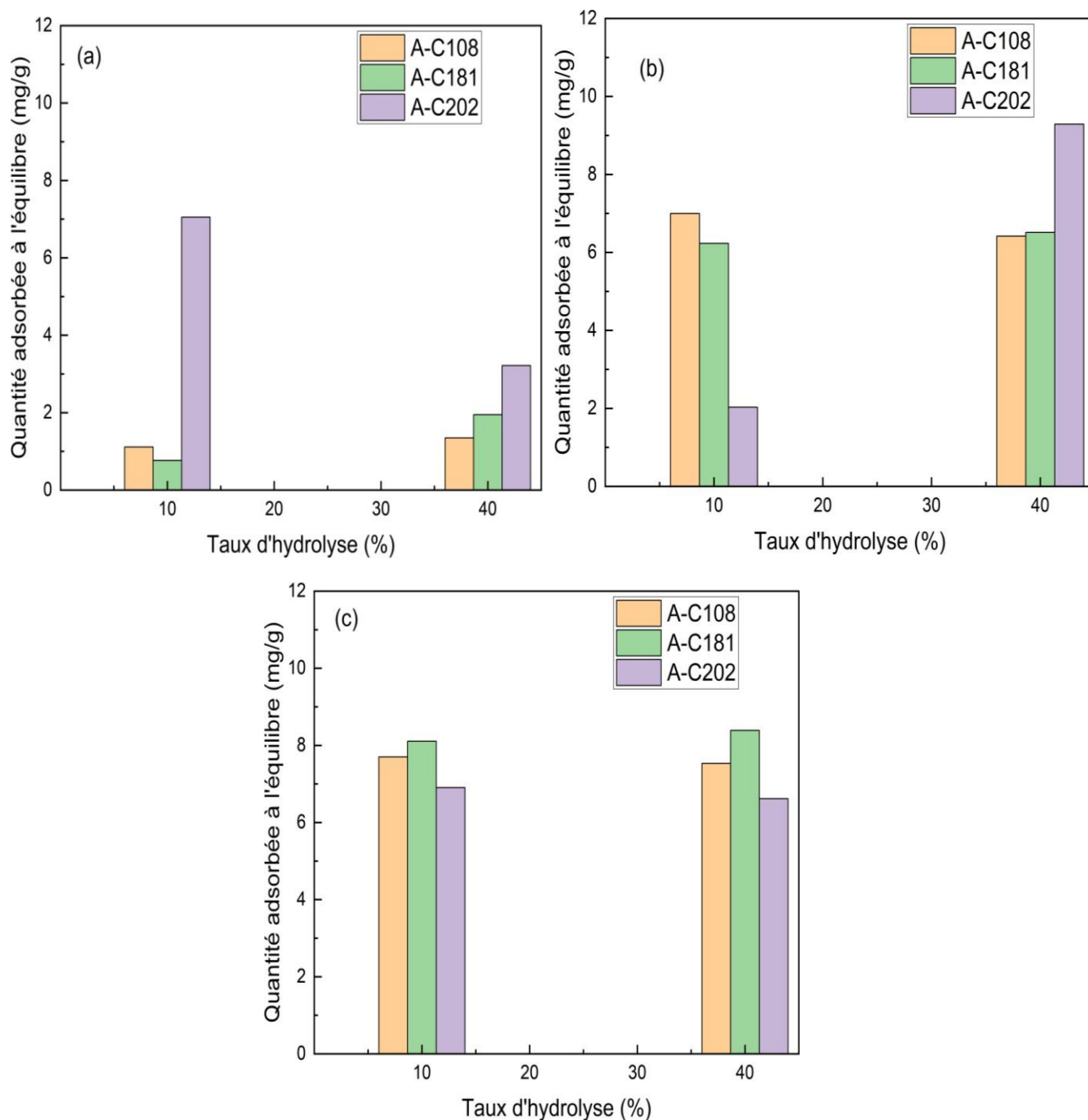


Figure III.5 : Evaluation de la quantité de BM adsorbée des matrices acétylées A-C108, A-C181 et A-C202 en fonction du taux d'hydrolyse acide dans : (a) : milieu acide, (b) : milieu neutre, (c) : milieu basique.

Comparativement aux matrices simplement hydrolysées, l'acétylation ne conduit pas à une amélioration systématique. Elle améliore nettement certaines matrices, en particulier A-C202

en milieu acide à 10 % et en milieu neutre à 40 %. Elle améliore également A-C108 en milieu basique à 40 % par rapport à H-C108. En revanche, pour C181, l'hydrolyse seule reste plus performante dans certaines conditions, notamment en milieu basique à 40 %, où H-C181 présente une quantité adsorbée supérieure à celle de A-C181 [16-21].

Ainsi, l'acétylation agit comme une modification sélective de la surface plutôt que comme un traitement améliorant systématiquement l'adsorption. Son effet dépend du taux d'hydrolyse préalable, de la nature de l'article textile et du pH du milieu. Globalement, ces résultats confirment ce qui a été observé auparavant : le pH demeure le facteur le plus déterminant, tandis que l'hydrolyse et l'acétylation doivent être optimisées afin d'obtenir un compromis entre fonctionnalisation chimique, accessibilité des sites actifs et conservation de la structure fibreuse.

III.4.2. Effet de pH

La **Figure III.6** met en évidence l'influence du pH du milieu sur la quantité de bleu de méthylène adsorbée par les matrices hydrolysées et acétylées. Pour les matrices hydrolysées, l'adsorption reste très faible en milieu acide, avec des valeurs inférieures à 2 mg/g pour l'ensemble des articles. Cette tendance confirme les résultats précédents montrant que l'adsorption du BM est défavorisée lorsque le pH est inférieur ou proche du pH_{pzc} , en raison de la faible affinité entre la surface protonée et le colorant cationique.

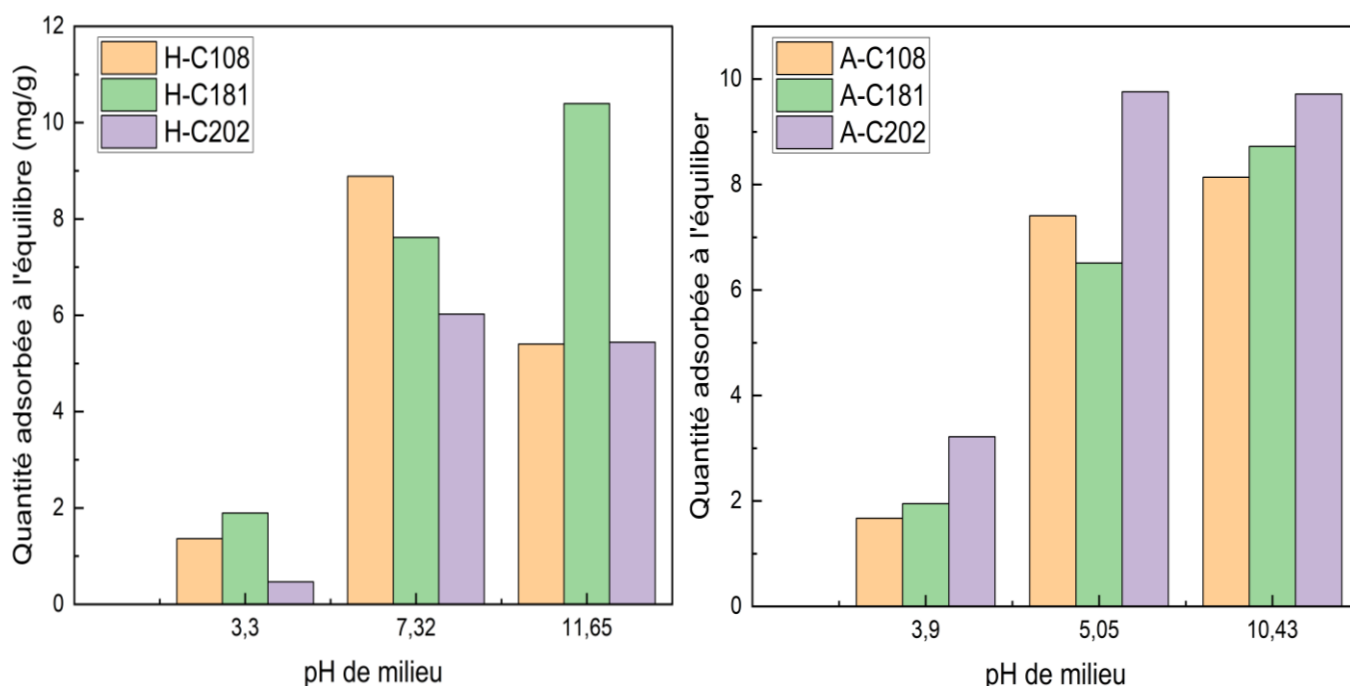


Figure III.6 : Evaluation de la quantité de BM adsorbée des matrices hydrolysées et acétylées en fonction du pH du milieu.

Lorsque le pH augmente vers la neutralité, une amélioration nette est observée, notamment pour H-C108, H-C181 et H-C202, avec des quantités adsorbées comprises entre environ 6 et 9 mg/g. En milieu basique, H-C181 présente la meilleure performance, dépassant 10 mg/g, ce qui confirme que ce milieu favorise l'adsorption du BM par augmentation de la charge négative de surface. Cependant, la diminution observée pour H-C108 et H-C202 à pH fortement basique indique que l'effet du pH dépend également de la structure propre de chaque matrice et de l'accessibilité réelle des sites actifs [16-20].

Pour les matrices acétylées, les mêmes tendances générales sont observées : l'adsorption reste limitée en milieu acide, puis augmente nettement en milieu légèrement acide à neutre et en milieu basique. L'acétylation améliore particulièrement les performances de A-C202, qui atteint des valeurs élevées à pH 5,05 et 10,43. En milieu basique, les trois matrices acétylées présentent des quantités adsorbées élevées et relativement proches, ce qui montre que l'acétylation permet d'obtenir un comportement adsorbant plus homogène entre les articles.

Comparativement aux matrices hydrolysées, l'acétylation ne conduit pas à une amélioration systématique pour tous les matériaux. Elle est favorable pour Art 202 et permet d'améliorer l'homogénéité des performances en milieu basique, mais H-C181 reste le matériau le plus performant parmi les matrices hydrolysées. Ces résultats confirment donc les conclusions précédentes : le pH est le paramètre dominant dans l'adsorption du BM, tandis que l'effet du traitement chimique dépend de la nature de l'article textile et de l'équilibre entre fonctionnalisation de surface et accessibilité des sites actifs [18-21].

III.4.3. Effet de la nature de l'article en coton utilisé

La **Figure III.7** compare les quantités de bleu de méthylène adsorbées par les matrices hydrolysées à 40 % acide et acétylées en milieu basique ; ces conditions donnent un meilleur rendement d'adsorption (≈ 99 %).

La comparaison entre les matrices montre que l'effet de l'acétylation dépend de la nature de l'article. Pour l'Art108, l'acétylation améliore nettement la quantité adsorbée, qui passe d'environ 3,2 mg/g pour H-C108 à près de 7,5 mg/g pour A-C108. Une amélioration est également observée pour C202, avec une augmentation d'environ 5,4 à 6,6 mg/g. En revanche, pour C181, la matrice hydrolysée H-C181 présente la meilleure performance, avec une quantité adsorbée supérieure à 10 mg/g, contre environ 8,4 mg/g après acétylation. Au fait, ces résultats renforcent les conclusions établies auparavant : le milieu basique est favorable à l'adsorption du bleu de méthylène, mais le meilleur matériau n'est pas nécessairement celui ayant subi le

plus grand nombre de traitements. Parmi les matrices étudiées, H-C181 présente la meilleure performance, tandis que l'acétylation se révèle particulièrement bénéfique pour C108 et C202 [17-20].

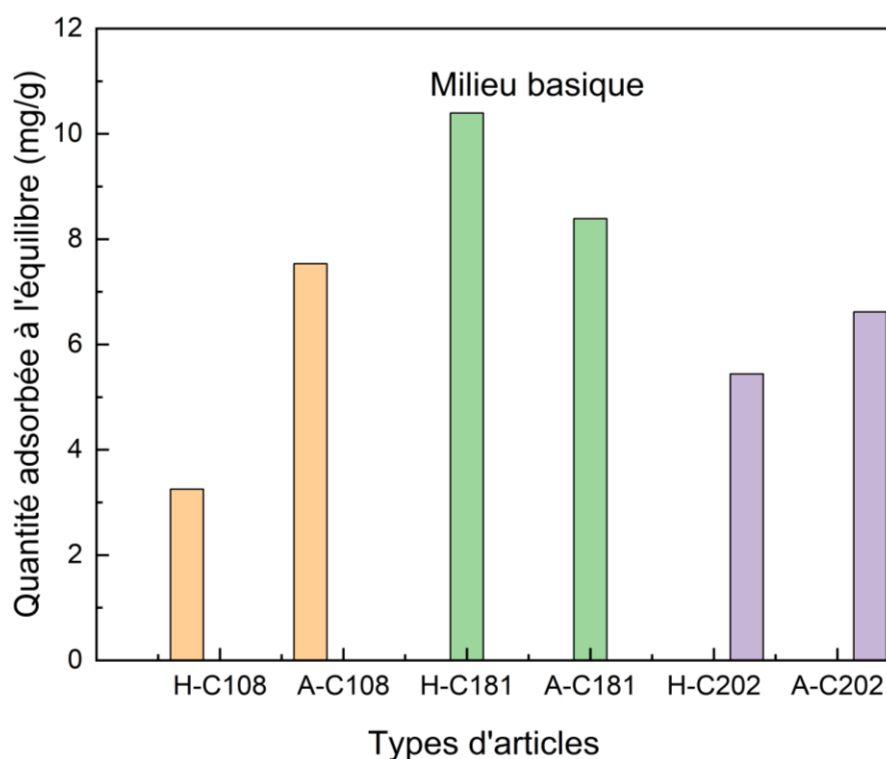


Figure III.7 : Evaluation de la quantité de BM adsorbée des matrices en fonction du type d'articles utilisés dans milieu basique.

À l'issue de cette étude comparative, les performances d'adsorption des différentes matrices élaborées montrent que l'efficacité dépend à la fois de la nature de l'article textile, du traitement chimique appliqué et du pH du milieu. Les résultats obtenus confirment que le milieu basique favorise globalement l'adsorption du bleu de méthylène, en raison d'une surface plus favorable à l'interaction avec ce colorant cationique.

La comparaison entre les matrices hydrolysées et acétylées montre que l'acétylation améliore certaines performances, notamment pour A-C202, mais qu'elle ne conduit pas systématiquement au meilleur rendement. Parmi l'ensemble des adsorbants étudiés, la matrice H-C181 présente la meilleure quantité adsorbée, particulièrement en milieu basique. Ce matériau semble donc offrir le meilleur compromis entre modification chimique, accessibilité des sites actifs et affinité vis-à-vis du bleu de méthylène.

Sur cette base, H-C18140% a été retenu comme adsorbant le plus performant pour la suite de l'étude. Les essais complémentaires porteront ainsi sur l'effet de la masse d'adsorbant et du

temps de contact, afin d'optimiser les conditions opératoires et de mieux comprendre la cinétique d'adsorption du bleu de méthylène sur ce matériau.

III.5. Etude de l'adsorption de bleu de méthylène sur l'adsorbant H-A18140%

Après la sélection de la matrice H-C181 comme adsorbant le plus performant, l'étude a été poursuivie afin d'évaluer l'influence de certains paramètres opératoires sur l'adsorption du bleu de méthylène. Les essais ont été réalisés en milieu basique, condition ayant montré les meilleures performances lors de l'étude comparative précédente, avec une concentration initiale en BM de 20 mg/L.

III.5.1. Effet de la masse de l'adsorbant

La masse de l'adsorbant constitue un paramètre important influençant l'efficacité du procédé d'adsorption. La **Figure III.8** montre l'effet de la masse de l'adsorbant H-C1840%1 sur la quantité de bleu de méthylène adsorbée à l'équilibre en milieu basique. Les résultats indiquent que la quantité adsorbée augmente lorsque la masse passe de 1 à 2 g, atteignant une valeur maximale d'environ 10,2 mg/g. Cette amélioration peut être attribuée à l'augmentation du nombre de sites actifs disponibles pour la fixation du BM.

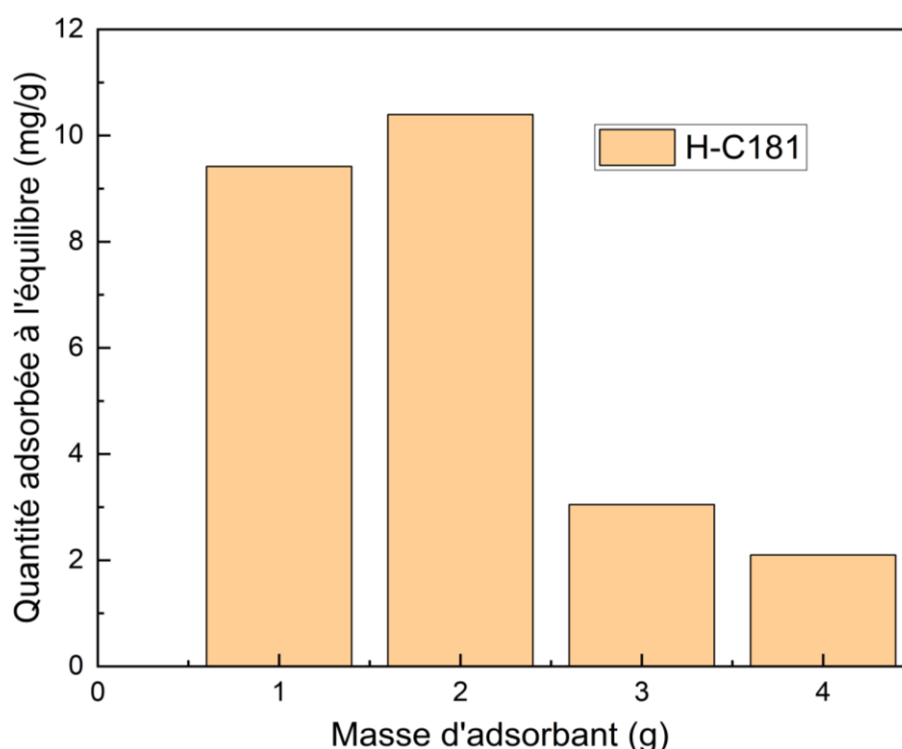


Figure III.8 : Effet de la masse de l'adsorbant H-C18140% sur l'adsorption de bleu de méthylène à [BM]= 20 mg/L et pH = 12.

Au-delà de cette masse optimale, une diminution nette de la quantité adsorbée est observée, avec des valeurs d'environ 3 mg/g à 3 g et 2 mg/g à 4 g. Cette baisse ne traduit pas nécessairement une diminution de l'élimination totale du colorant, mais plutôt une réduction de la capacité exprimée par gramme d'adsorbant. En effet, lorsque la masse devient excessive par rapport à la quantité initiale de BM, une partie des sites actifs reste probablement non saturée, ce qui diminue la quantité adsorbée rapportée à l'unité de masse. Ces résultats sont cohérents avec la littérature .

Ainsi, la masse de 2 g apparaît comme la dose optimale dans les conditions étudiées. Ce résultat confirme les observations précédentes montrant que le milieu basique favorise l'adsorption du BM, mais que l'augmentation de la masse d'adsorbant n'améliore les performances que jusqu'à une valeur limite. Au-delà, l'excès d'adsorbant peut réduire l'efficacité spécifique du matériau.

III.5.1. Effet de temps de contact

Afin de compléter l'optimisation des conditions opératoires d'adsorption du bleu de méthylène sur la matrice H-C181, l'effet du temps de contact a été étudié en milieu basique. Cette étude permet de suivre l'évolution de la quantité adsorbée au cours du temps et de déterminer le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre d'adsorption.

La **Figure III.9** montre l'effet du temps de contact sur la quantité de bleu de méthylène adsorbée par H-C18140%. La quantité adsorbée augmente progressivement durant les premières minutes, passant d'environ 6,5 mg/g à 10 min à près de 9,1 mg/g à 30 min. Cette première étape traduit une adsorption rapide, généralement liée à la disponibilité initiale des sites actifs à la surface de l'adsorbant.

Après 30 min, les valeurs deviennent relativement proches, avec de légères fluctuations entre 40 et 120 min. Cette évolution indique que le système se rapproche progressivement de l'équilibre. Une augmentation plus nette est ensuite observée après un temps prolongé, avec une quantité adsorbée d'environ 10,4 mg/g à 1440 min, qui reste pratiquement constante jusqu'à 2880 min. Cette stabilité montre que l'équilibre d'adsorption est atteint à partir de 1440 min dans les conditions étudiées.

Ces résultats confirment que l'adsorption du BM sur H-C18140% se déroule en deux étapes principales : une phase rapide au début du contact, suivie d'une phase plus lente correspondant à l'approche de l'équilibre. Cette tendance est cohérente avec les travaux récents sur les adsorbants cellulosiques et composites, où l'adsorption du bleu de méthylène est généralement rapide au début, puis ralentit avec la saturation progressive des sites actifs. Ainsi, un temps de

contact prolongé améliore légèrement la quantité adsorbée, mais l'essentiel de l'adsorption est déjà réalisé durant les premières heures[17-20].

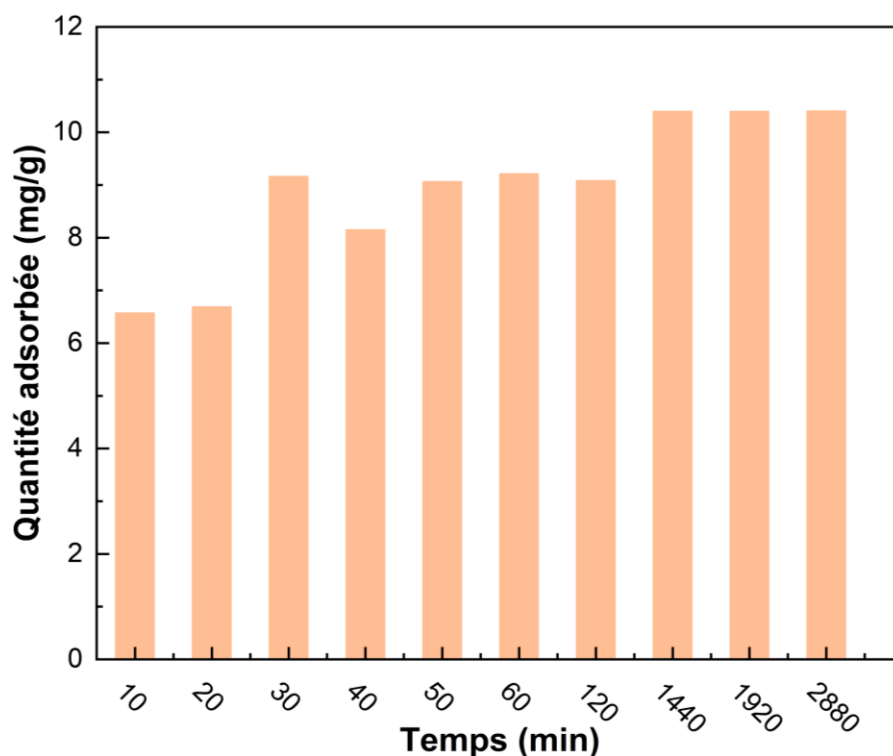


Figure III.9 : Effet du temps de contact sur l'adsorption de BM par l'adsorbant H-S18140%.

La photo de la **Figure III.10** illustre l'observation visuelle de certaines solutions de bleu de méthylène avant et après traitement par la matrice H-C18140% dans un milieu basique. Cette observation confirme l'effet du temps de contact sur l'élimination de BM. La solution initiale présente une coloration bleue intense, indiquant une forte concentration du polluant. Après 1 h de contact, une diminution nette de l'intensité de la couleur est observée, traduisant une adsorption progressive du colorant sur le matériau. Après 24 h, la solution devient beaucoup plus claire, ce qui montre que l'élimination du colorant augmente avec le temps jusqu'à atteindre un état proche de l'équilibre. Ainsi, cette évolution de la couleur reflète bien les résultats obtenus lors de l'étude du temps de contact.

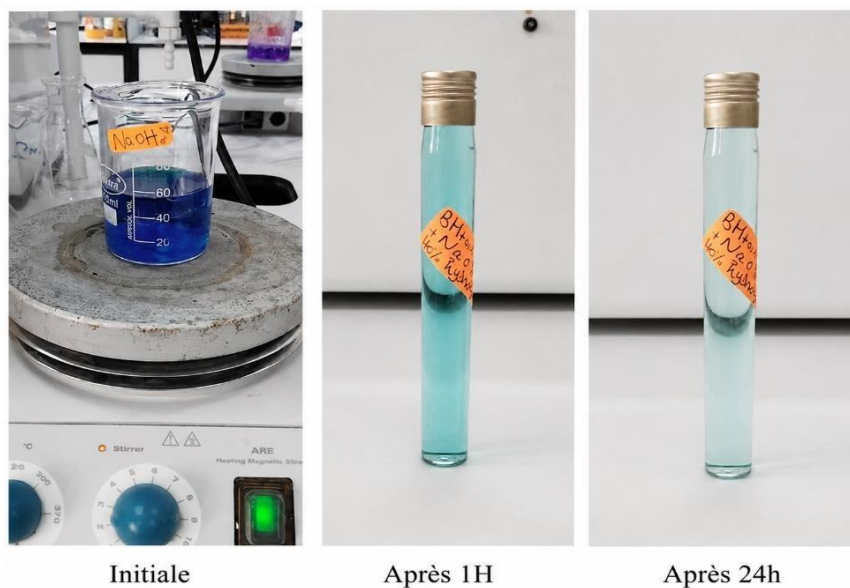


Figure III.10 : Evolution visuelle de la décoloration de BM en fonction du temps de contact.

III.6. Évaluation comparative de l'abattement de la DCO par le coton hydrolysé et acétylé

Afin de compléter l'évaluation des performances adsorbantes, la DCO a été mesurée après adsorption afin d'estimer la réduction de la charge organique résiduelle en solution. Cette analyse permet de comparer l'efficacité des matrices hydrolysées et acétylées vis-à-vis de l'élimination globale des composés oxydables associés au bleu de méthylène.

Les histogrammes de la **Figure III.11** révèlent que les matrices hydrolysées à 40 % présentent une réduction de la DCO plus élevée que les matrices acétylées à 10 %. La meilleure performance est obtenue avec H-C181, qui atteint un abattement de 65,98 %, contre 38,07 % pour H-C108. Cette différence confirme les résultats d'adsorption précédents et peut être liée à la structure plus ouverte de l'article 181, favorisant la diffusion des molécules organiques, l'accessibilité des sites actifs et l'exposition des groupements hydroxyles après hydrolyse. À l'inverse, la plus faible réduction observée pour H-C108 peut traduire une structure plus compacte, une surface disponible plus limitée ou une moindre accessibilité des fonctions actives.

Pour les matrices acétylées, A-C181 présente également une meilleure réduction de la DCO que A-C108, avec 35,53 % contre 22,84 %. Toutefois, ces valeurs restent nettement inférieures à celles des matrices hydrolysées, ce qui indique que l'acétylation ne favorise pas l'abattement de la DCO dans les conditions étudiées. Cette diminution peut être attribuée à la substitution partielle des groupements hydroxyles de la cellulose par des groupements acétyle, réduisant le

nombre de sites polaires disponibles et modifiant la polarité de surface. Ainsi, les interactions impliquant les fonctions hydroxyles semblent jouer un rôle important dans l'adsorption des composés organiques responsables de la DCO.

l'ensemble de ces résultats confirment que H-C181 hydrolysé à 40 % est le matériau le plus efficace pour réduire la charge organique après adsorption. Ils renforcent donc le choix de cette matrice comme adsorbant optimal pour la suite de l'étude.

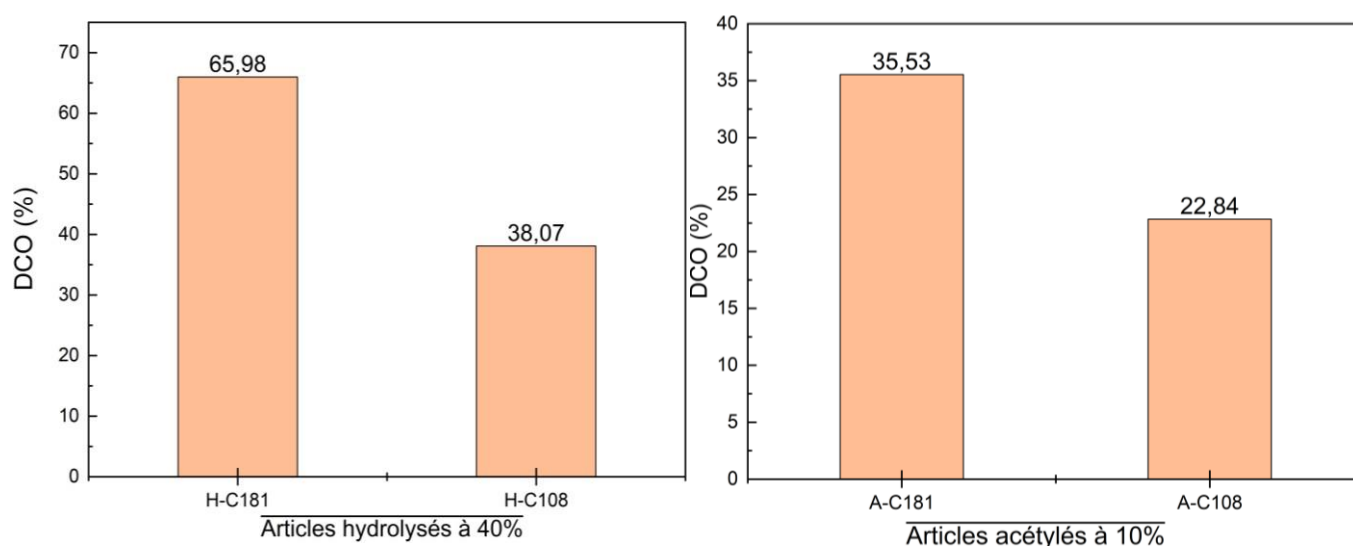


Figure III.11 : Variation de la DCO après adsorption des articles hydrolysés.

Références bibliographiques

- [1] Akalin, M., Horrocks, A. R., & Price, D. (1988). Smoke and CO evolution from cotton and flame retarded cotton. *Journal of Fire Sciences*, 6(5), 333–347. <https://doi.org/10.1177/073490418800600502>.
- [2] Trovato, V., Sfameni, S., Ben Debabis, R., Rando, G., Rosace, G., Malucelli, G., & Plutino, M. R. (2023). How to address flame-retardant technology on cotton fabrics by using functional inorganic sol–gel precursors and nanofillers: Flammability insights, research advances, and sustainability challenges. *Inorganics*, 11(7), 306. <https://doi.org/10.3390/inorganics11070306>.
- [3] Gao, Y., Zhu, G., Zhu, H., An, W., & Xia, Y. (2019). Experimental study of moisture content effects on horizontal flame spread over thin cotton fabric. *Textile Research Journal*, 89(20), 4210–4220. <https://doi.org/10.1177/0040517518823855>.
- [4] Petkovska, J., Mladenovic, N., Leising, W., Baidak, A., Temkov, M., Mirakovski, D., Dimova, V., & Jordanov, I. (2024). Egg white proteins/lignin-DAP intumescent multilayer nanocoating for flame retardant cotton fabric. *Progress in Organic Coatings*, 186, 107983. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2023.107983>..
- [5] Xu, J., Liu, X., Yao, X., Xue, M., Chen, L., Guo, F., Zhang, Y., Xie, Z., Liang, F., & Wu, J. (2024). A novel carbon nanohorn-based intumescent multilayer nanocoating on cotton fabrics: Thermal degradation kinetics, flammability and flame-retardant mechanism. *New Journal of Chemistry*, 48, 15120–15135. <https://doi.org/10.1039/D4NJ01721H>.
- [6] Lukesova, H., & Holst, B. (2024). Identifying plant fibres in cultural heritage with optical and electron microscopy: How to present results and avoid pitfalls. *Heritage Science*, 12, 12. <https://doi.org/10.1186/s40494-023-01122-z>.
- [7] He, Z., Nam, S., Fang, D. D., Cheng, H. N., & He, J. (2021). Surface and thermal characterization of cotton fibers of phenotypes differing in fiber length. *Polymers*, 13(7), 994. <https://doi.org/10.3390/polym13070994>. [8] Gong, J., Li, J., Xu, J., Xiang, Z., & Mo, L. (2017). Research on cellulose nanocrystals produced from cellulose sources with various polymorphs. *RSC Advances*, 7, 33486–33493. <https://doi.org/10.1039/C7RA06222B>.

- [9] Mohomane, S. M., Motloung, S. V., Koao, L. F., & Motaung, T. E. (2022). Effects of acid hydrolysis on the extraction of cellulose nanocrystals (CNCs): A review. *Cellulose Chemistry and Technology*, 56(7–8), 691–703. <https://doi.org/10.35812/CelluloseChemTechnol.2022.56.61>.
- [10] Baloyi, R. B., Sithole, B. B., & Chunilall, V. (2024). Physicochemical properties of cellulose nanocrystals isolated from waste fabric cotton fibres using concentrated sulphuric acid. *Polymers*, 16(11), 1495. <https://doi.org/10.3390/polym16111495>.
- [11] Ibrahim, M. A., Salama, A., Zahran, F., Abdelfattah, M. S., Alsahme, A., Bechelany, M., & Barhoum, A. (2024). Fabrication of cellulose nanocrystals/carboxymethyl cellulose/zeolite membranes for methylene blue dye removal: Understanding factors, adsorption kinetics, and thermodynamic isotherms. *Frontiers in Chemistry*, 12, 1330810. <https://doi.org/10.3389/fchem.2024.1330810>.
- [12] Mzinyane, N. N., Mnqiwu, K. M., & Moukangoe, K. M. (2023). Adsorption of hexavalent chromium ions using pine sawdust cellulose fibres. *Applied Sciences*, 13(17), 9798. <https://doi.org/10.3390/app13179798>.
- [13] García-González, A., Zavala-Arce, R. E., Avila-Pérez, P., Salazar-Rábago, J. J., Garcia-Rivas, J. L., & Barrera-Díaz, C. E. (2025). Effect of protonated media on dye diffusion in chitosan–cellulose-based cryogel beads. *Gels*, 11(10), 770. <https://doi.org/10.3390/gels11100770>.
- [14] Imiete, I. E., Giannini, L., Tadiello, L., Orlandi, M., & Zoia, L. (2023). The effect of sulfate half-ester groups on the mechanical performance of cellulose nanocrystal-natural rubber composites. *Cellulose*, 30 (14), 8929–8940. <https://doi.org/10.1007/s10570-023-05432-0>.
- [15] King, A. W. T., Paajanen, A., Mahlamäki, E., Mäkelä, M., Penttilä, P., Cordin, M., Manian, A., Leino, M., Spönlä, E., Svanberg, M., et al. (2025). Controlled surface acetylation of cellulose to tune biodegradability-expanding their use towards conventional plastics. *RSC Sustainability*, 3, 5356–5366. <https://doi.org/10.1039/D5SU00377F>.
- [16] Vukčević, M., Maletić, M., Pejić, B., Kalijadis, A., Kostić, M., Trivunac, K., & Perić Grujić, A. (2024). Cellulose-based waste in a close loop as an adsorbent for removing dyes from textile industry wastewater. *Sustainability*, 16, 3660. <https://doi.org/10.3390/su16093660>.

- [17] Elmaghraby, N. A., Omer, A. M., Kenawy, E. R., Gaber, M., Hassaan, M. A., Ragab, S., Hossain, I., & El Nemr, A. (2023). Electrospun cellulose acetate/activated carbon composite modified by EDTA (rC/AC-EDTA) for efficient methylene blue dye removal. *Scientific Reports*, 13, 9919. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-36994-5>.
- [18] Melese, H., & Tsade, H. (2024). Cellulose based adsorbent for cationic methylene blue dye removal. *Discover Applied Sciences*, 6, 46. <https://doi.org/10.1007/s42452-024-05653-3>.
- [19] Majamo, S. L., Amibo, T. A., & Mekonnen, D. T. (2024). Experimental investigation on adsorption of methylene blue dye from wastewater using corncob cellulose-based hydrogel. *Scientific Reports*, 14, 4540. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-54511-0>.
- [20] Gümüş, H., & Buyukkidan, B. (2022). Physicochemical properties and adsorption performances of textile waste based hydrolyzed cellulose-PVDF composites. *Revue Roumaine de Chimie*, 67(3), 197–205. <https://doi.org/10.33224/rrech.2022.67.3.08>.
- [21] Manamela, L., & Nombona, N. (2024). Cellulose acetate supported MOF-5/crystalline nanocellulose composite film as an adsorbent material for methylene blue removal from aqueous solutions. *ACS Omega*, 9, 37621–37635. <https://doi.org/10.1021/acsomega.4c01150>.

CONCLUSION GÉNÉRALE



Ce travail de Master effectué au niveau du laboratoire de Génie des Procédés de l'université de Bouira, s'inscrit dans une approche de valorisation des déchets textiles cellulosiques, en particulier les articles à base de coton (Art 108, Art 181 et Art 202), en vue de leur transformation en matériaux adsorbants destinés au traitement des eaux contaminées par des colorants. Cette démarche répond à un double objectif : d'une part, proposer une voie de recyclage chimique des déchets textiles, et d'autre part, développer des adsorbants simples, accessibles et efficaces pour l'élimination du bleu de méthylène, choisi comme polluant modèle en raison de son caractère cationique et de sa présence fréquente dans les rejets issus des activités textiles.

Dans un premier temps, les articles de coton sélectionnés ont été soumis à des traitements chimiques afin d'améliorer leurs propriétés de surface. L'hydrolyse par acide sulfurique a été appliquée à différents taux (10, 20, 30 et 40 %) dans le but de modifier partiellement la structure cellulosique, d'augmenter l'accessibilité des sites actifs et d'exposer davantage les groupements fonctionnels impliqués dans l'adsorption. Une partie des matériaux hydrolysés a ensuite été acétylée afin d'évaluer l'effet d'une modification chimique complémentaire sur le comportement adsorbant des matrices élaborées.

Les résultats de caractérisation ont montré que les traitements appliqués modifient la surface des matériaux sans détruire complètement leur nature cellulosique. Les valeurs du pH au point de charge nulle, globalement comprises entre 6 et 7, indiquent que les adsorbants présentent une surface proche de la neutralité. Ce résultat est important pour comprendre leur comportement en adsorption, car il permet d'expliquer l'influence du pH du milieu sur les interactions entre la surface des matériaux et les molécules de bleu de méthylène. En dessous du pH_{pzc} , la surface est plutôt protonée, ce qui limite l'attraction avec le colorant cationique. En revanche, lorsque le pH devient supérieur au pH_{pzc} , la surface tend à se charger négativement, ce qui favorise les interactions électrostatiques avec le bleu de méthylène.

L'étude comparative des performances adsorbantes a mis en évidence l'influence conjointe de la nature de l'article textile, du traitement chimique appliqué et du pH du milieu. Les essais réalisés dans différents milieux ont montré que l'adsorption est faible en milieu acide, en raison de la protonation de la surface et de la compétition des ions H^+ avec les molécules du colorant. A l'inverse, les milieux neutre et surtout basique ont conduit à des quantités adsorbées plus

élevées, confirmant que la charge de surface joue un rôle déterminant dans l'élimination du bleu de méthylène.

L'effet de l'hydrolyse acide s'est révélé dépendant du taux de traitement et de la structure initiale de chaque article. Une hydrolyse adaptée peut améliorer l'accessibilité des sites actifs et favoriser l'adsorption, mais une augmentation excessive du taux d'hydrolyse ne conduit pas nécessairement à une amélioration systématique des performances. Ce résultat montre que l'efficacité d'un adsorbant ne dépend pas uniquement de la modification chimique, mais aussi du maintien d'une structure fibreuse suffisamment ouverte et accessible.

L'acétylation, quant à elle, a modifié le comportement adsorbant des matrices, mais son effet n'a pas été systématiquement favorable. Dans certains cas, elle a permis d'améliorer les performances, notamment pour certaines matrices présentant une meilleure réponse après modification. Toutefois, dans d'autres cas, la substitution partielle des groupements hydroxyles par des groupements acétyle a pu réduire le nombre de sites polaires disponibles et modifier la polarité de surface, ce qui a limité l'adsorption. Ces résultats montrent que l'acétylation agit de manière sélective et que son intérêt dépend fortement de la nature de l'article textile et du taux d'hydrolyse préalable.

Parmi l'ensemble des matériaux étudiés, la matrice H-C181 s'est distinguée par les meilleures performances d'adsorption, en particulier en milieu basique. Ce matériau a présenté le meilleur compromis entre modification chimique, disponibilité des fonctions de surface et accessibilité des sites actifs. Il a donc été retenu comme adsorbant optimal pour la suite de l'étude.

L'étude de l'effet de la masse d'adsorbant sur H-C181 a montré que l'augmentation de la dose favorise l'adsorption jusqu'à une valeur optimale (2 g/L). Au-delà de cette valeur, la quantité adsorbée exprimée par gramme diminue, probablement en raison de la présence d'un excès de sites non saturés ou d'une diminution de l'efficacité spécifique du matériau. Ce résultat confirme que l'optimisation de la masse d'adsorbant est essentielle pour obtenir un bon rendement tout en évitant une utilisation excessive du matériau.

L'étude du temps de contact a montré que l'adsorption du bleu de méthylène sur H-C181 se déroule en deux étapes. Une première phase rapide est observée au début du contact, liée à la disponibilité immédiate des sites actifs à la surface de l'adsorbant. Elle est suivie d'une phase plus lente, correspondant à l'approche progressive de l'équilibre d'adsorption. La stabilisation de la quantité adsorbée après un temps prolongé indique que les sites actifs deviennent progressivement occupés et que le système atteint son état d'équilibre.

L'évaluation de la DCO après adsorption a permis de compléter l'étude de l'élimination du bleu de méthylène par une analyse de la charge organique résiduelle. Les résultats ont montré que les matrices hydrolysées, en particulier H-C181 hydrolysée à 40 %, présentent une réduction de la DCO plus importante que les matrices acétylées. La matrice H-C181 a permis d'atteindre le meilleur abattement de la DCO, confirmant ainsi les résultats obtenus lors des essais d'adsorption. Cette performance peut être attribuée à une structure plus favorable à la diffusion des molécules organiques, à une meilleure accessibilité des sites actifs et à une plus grande disponibilité des groupements hydroxyles après hydrolyse.

Ainsi, l'ensemble des résultats obtenus confirme que les déchets textiles à base de coton peuvent être transformés en adsorbants efficaces pour l'élimination des colorants en solution aqueuse. La matrice H-C181 hydrolysée apparaît comme le matériau le plus prometteur, grâce à son efficacité vis-à-vis du bleu de méthylène et sa capacité à réduire la charge organique mesurée par la DCO. Cette étude met donc en évidence l'intérêt du recyclage chimique des déchets textiles dans une perspective de valorisation durable et de traitement des eaux polluées.

En perspective, il serait intéressant de compléter ce travail par une étude plus approfondie des modèles cinétiques et isothermes afin de mieux comprendre les mécanismes d'adsorption mis en jeu. Une caractérisation texturale plus détaillée, notamment par mesure de la surface spécifique et de la porosité, permettrait également de mieux relier la structure des matériaux à leurs performances. Enfin, des essais de régénération, de réutilisation et d'application sur des effluents réels seraient nécessaires pour évaluer le potentiel pratique de l'adsorbant H-C181 dans des conditions proches des applications industrielles.

Résumé

Ce travail porte sur la valorisation de déchets textiles à base de coton en adsorbants pour l'élimination du bleu de méthylène en solution aqueuse. Les articles sélectionnés ont été modifiés par hydrolyse acide, puis certains ont subi une acétylation afin d'évaluer l'effet des traitements chimiques sur leurs performances.

Les résultats ont montré que les adsorbants élaborés par hydrolyse acide présentent les meilleures performances pour l'adsorption du BM. En revanche, l'acétylation n'a pas apporté d'amélioration significative, ce qui indique que la disponibilité des groupements hydroxyles et l'accessibilité des sites actifs jouent un rôle important dans le processus d'adsorption. Parmi les matériaux étudiés, H-C181 s'est révélé le plus efficace, confirmant l'intérêt de l'hydrolyse acide comme voie de valorisation chimique des déchets textiles cellulosiques.

Mots clés : déchets textiles, recyclage, valorisation, hydrolyse acide, acétylation.

Abstract

This work focuses on the valorization of cotton-based textile waste as adsorbents for the removal of methylene blue from aqueous solution. The selected textile articles were modified by acid hydrolysis, and some of them were subsequently acetylated in order to evaluate the effect of chemical treatments on their adsorption performance.

The results showed that the adsorbents prepared by acid hydrolysis exhibited the best performance for MB adsorption. In contrast, acetylation did not provide any significant improvement, indicating that the availability of hydroxyl groups and the accessibility of active sites play an important role in the adsorption process. Among the studied materials, H-C181 was found to be the most effective, confirming the relevance of acid hydrolysis as a chemical valorization route for cellulosic textile waste.

Keywords: textile waste, recycling, valorization, acid hydrolysis, acetylation.

ملخص

تأنيلا ليدعت مت. قئاملا للاحملا نم نيليثيما قرز ةلازلإ تصام داوم دلا اهليوحتو قئيطلا تاجوسنملا تايافن نم تداقتسلاا بلع تساردلا هذه زكرت عادأ بلع قئاياميكا تاجلا عملا ريئات مييقت فدهب، قئسلاا قئيلمع كذا دعب تأنيلا ضعب تعضخ مت، بضمحلا للحتلا قيرط نع قراتخملا قئيجيسنلا، اهيدل صاصتملا

بوت مل، لباقملا يف. نيليثيما قرز صاصتما يف عادأ لصفأ ترهظأ بضمحلا للحتلا قيرط نع اهريضحت مت يتلا تصاملا داوملا نا جئاتنلا ترهظأ نابعلي قئسلاا عقاوملا دلا لوصولا قئناكمبو ليسكورديهلا تاومجم رفوت نا دلا ريشي امم، صاصتملا ةءافك يف ظوحلم نسحت دلا قئسلاا قئيلمع راسمك بضمحلا للحتلا قئيمها دكوي امم، ةءافك بلعأ C181 قئيعلا ترهظأ، تساردلا اهتلمش يتلا داوملا نيب نمو. صاصتملا قئيلمع يف أمهم ارود. قئزوليسلا تاجوسنملا تايافن ريخستل بساتم يئاميكا

قئسلاا، بضمحلا للحتلا، ريخستلا، ريودتلا قئاعا، تاجوسنملا تايافن: قئحاتفملا تاملكلا