

Avis de Soutenance

Madame Almaza ABI KHALIL

Chimie

Soutiendra publiquement ses travaux de thèse intitulés

Etude et développement d'un matériau composite innovant et eco-compatible pour le piégeage universel et réversible de polluants métalliques: application à la remédiation d'effluents industriels et au recyclage de métaux

dirigés par Monsieur FABRICE MULLER

Ecole doctorale : Energie, Matériaux, Sciences de la Terre et de l'Univers - EMSTU
Unité de recherche : ICMN - Interfaces, Confinement, Matériaux et Nanostructures

Soutenance prévue le **lundi 16 janvier 2023** à 14h00

Lieu : BRGM 3 Av. Claude Guillemin, 45100 Orléans Salle : Aquarium

Composition du jury proposé

M. FABRICE MULLER	Université d'Orléans	Directeur de thèse
Mme Sophie PEULON	CNRS/NIMBE/LEDNA	Examinatrice
M. Mohammed LAHCINI	Cadi Ayyad University, ,IMED-Lab / FSTG	Examinateur
M. Christophe SINTUREL	ICMN/CNRS	Examinateur
M. Alain SERON	BRGM	Co-encadrant de thèse
Mme Sandrine DELPEUX	ICMN/CNRS	Co-encadrante de thèse
M. Laurent DUCLAUX	EDYTEM- Laboratoire Environnement Dynamiques Territoires Montagnes, University of Savoie Mont Blanc	Rapporteur
Mme Jocelyne BRENDLE	IS2M - Bâtiment IRJBD	Rapporteuse
Mme Stéphanie BETELU	BRGM	Invitée

Mots-clés : dépollution, métaux, recyclage, matériaux composites, électrolyse,

Résumé :

Les industries spécialisées dans le domaine du traitement de surfaces métalliques génèrent des effluents contaminés par des métaux comme le Cr, Zn, Ni, Cu ... et des polluants inorganiques comme nitrates, nitrites et sulfates. Les travaux de recherche effectués durant cette thèse concernent le développement de composites innovants constitués d'hydroxydes doubles lamellaires (HDLs) et d'oxyde graphitique (OG). Les premiers sont utilisés pour la capture par intercalation interfoliaire des anions majeurs en raison de la charge structurale portée par de tels matériaux du fait de substitutions isomorphiques. Quant à l'oxyde graphitique, chargé négativement pour des valeurs de pH supérieures au pH_{PZC}, il est utilisé pour la capture par adsorption de surface des différents métaux cités précédemment. Le matériau composite est réalisé sous forme de billes hybrides par dispersion des adsorbants dans une matrice de chitosane (CS), un bio polymère naturel. Les HDLs carbonatés et chlorurés avec des rapports cationiques Co/Fe compris entre 2/2 et 10/2, ont été synthétisés en utilisant la méthode de co-précipitation à pH variable. Alors que l'OG a été synthétisé par voie chimique suivant la méthode de Hummers modifiée. Des billes de différentes compositions : chitosane pure (CS), chitosane et HDL (CS/ HDL), chitosane et OG (CS/OG), ainsi que CS/HDL/OG ont été élaborées en formulant un gel adapté. Pour l'élaboration des billes CS/HDL/OG, la poudre de chitosane est dissoute dans de l'acide acétique dilué puis l'OG dispersé par traitement ultra-sonique est ajouté et finalement les précurseurs de HDL (sel de métaux) sont ajoutés. Le gel est ensuite transféré dans une solution de soude afin de former les billes. Une étape de lavage est nécessaire pour faire baisser le pH dans les billes favorisant la formation des HDLs. La caractérisation physico-chimique a été réalisée sur les HDLs carbonatés ont montré l'obtention de phases bien cristallisées avec les rapports cationiques compris entre 2/2 et 8/2. Pour le rapport 10/2, une faible quantité d'impureté de type Co₃O₄ a été détectée. La spectroscopie FTIR et la spectroscopie d'absorption atomique ont permis de préciser la composition chimique des produits de synthèse en termes à la fois d'anions interfoliaires et de rapport Co/Fe. Cependant, les analyses EDX réalisées sur des particules individualisées ont montré que le rapport Co/Fe pouvait varier localement, spécifiquement pour les compositions 2/2 et 10/2. La capacité des matériaux à piéger des cations a été testée en ciblant le zinc. Les essais d'adsorption du Zn vis à vis des billes de CS/OG ont montré une capacité d'adsorption de Zn de 42,0 mg par g de OG. Cette dernière valeur est inférieure à la capacité de sorption du zinc sur l'oxyde graphitique seul qui s'élève à 65,1 mg/g. Cet abaissement de la capacité de capture est très probablement dû à l'interaction entre le CS chargé positivement et l'OG chargé négativement. Concernant la capture du zinc par les billes de CS/HDL/OG, la capacité de capture est de l'ordre de 64.4 mg de zinc par g d'OG présent dans la bille. La différence entre la quantité de zinc adsorbée par les billes de CS/OG et celle par les billes de CS/HDL/OG peut être reliée à l'effet tampon du HDL à un pH \geq 8.0. Une évaluation de la capacité d'échange anionique des HDLs a été menée en étudiant la capacité de capture des sulfates, nitrates et nitrites par les HDLs chlorurés. Il apparaît que l'affinité de ces matériaux pour les sulfates est supérieure à celle pour les nitrates et nitrites. L'étude de l'échange sur les billes de CS/HDLs et CS/HDLs/GO a montré un taux de capture des sulfates, des nitrates et nitrite supérieur à la capacité d'échange des HDLs présents dans les billes. Cela peut être expliqué par la présence du chitosane qui à pH=7 présente toujours des groupements chargés positivement susceptibles de participer à la capture des anions.