



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministry of Higher Education and Scientific Research  
Democratic Republic of Algeria

جامعة عبد الحميد بن باديس – مستغانم  
Abdel Hamid Ibn Badis University – Mostaganem

كلية العلوم والتكنولوجيا  
قسم هندسة الطرائق

Faculty of Sciences and Technology Department of Process Engineering



N° d'ordre : M2...../GPE/2021

## MEMOIRE DE FIN D'ETUDES DE MASTER ACADEMIQUE

**Filière : Génie des procédés**

**Option : Génie des procédés de l'environnement**

### Thème

**Détermination de rendement de désorption de deux polluants pharmaceutiques sur  
des charbons actifs**

Présenté par :

- 1- Benmehidi Aicha Maroua**
- 2- Chambit Fatima Zohra**

Présidente : BENDENIA Souhila	Pr	Université de Mostaganem
Examinatrice : MEKIBES Zohra	MAA	Université de Mostaganem
Encadrant (e) : MOUSSA Nawel	MAA	Université de Mostaganem

# *Remerciement*

Avant toute chose, nous remercions Dieu Le tout Puissant, pour le courage et la force qu'Il nous a donnés pour mener ce travail jusqu'à la fin. Nos remerciements les plus vifs vont tout particulièrement à nos parents qui ont joué évidemment un très grand rôle dans la réalisation de ce mémoire. Ils nous ont donné un environnement idéal depuis notre enfance et nous ont enseigné les valeurs d'humilité et d'honnêteté avec lesquels nous avons essayé d'aborder notre travail scientifique.

Nous tenons à remercier vivement notre Directrice de mémoire de fin d'études, Dr MOUSSA Nawal d'avoir accepté de nous encadrer. Nous la remercions vivement pour ses précieux conseils, sa disponibilité, et son aide durant toute la période du travail ainsi pour le temps précieux qu'elle a bien voulu nous consacrer et sans elle ce mémoire n'aurait jamais vu le jour.

Nous tenons à remercier particulièrement les jurys d'avoir accepté de juger le travail, nos vifs remerciements s'adressent au Pr BENDENIA Souhila pour avoir bien voulu présider ce jury ainsi qu'au Dr. MEKIBES Zohra pour avoir bien voulu examiner ce travail.

Nos vifs remerciements à tous les enseignants du département de Génie de Procédés. Nous remercions également tous les doctorants du laboratoire pour leurs conseils et gentillesse.

Nous remercions spécialement nos amis et collègues pour la bonne ambiance, qui a régné au sein de la faculté.

Enfin, nous remercions tout particulièrement ceux que nous avons oubliés, en les priant de bien vouloir nous excuser et tous ceux qui ont participé de loin ou de près à réaliser ce modeste travail

## *Dédicace*

*Je dédie ce mémoire de fin d'étude*

*A mon cher père **Noureddine**, pour ses encouragements son soutien, surtout pour son amour et son sacrifice afin que rien n'entrave le déroulement de mes études J'espère que tu seras fier de moi. Qu'ALLAH, t'accorde Santé et te protège de tout mal.*

*A ma très chère mère **Lila**, pour ces conseils si précieux, ces bénédictions pour ma réussite .Qui n'a jamais cessé de prier pour moi durant toutes les années de mes études. Qu'ALLAH te protège et donne la santé, et longue vie*

*A mes sœurs **Aya** et **Farah** qui ont toujours avec moi*

*A mon binôme **Fatima Zohra** laquelle j'ai partagé le travail, qui a vécu avec moi tous les moments, le beau le pire la joie et la tristesse.*

*A ma chère copine **Djamila** une grande sœur, une amie qui a partagé avec moi tous ces années, merci pour tes encouragements et tes conseils.*

*A mes meilleures amies **Marwa, Zahia** et **Linda**.*

*A toutes mes familles paternelles et maternelles.*

*A tout(e)s mes ami(e)s particulièrement, mes collègues d'études.*

*Enfin, à tous ceux qui m'ont fait sourire un jour, et que j'aime et surtout qui m'aimes.*

***Aicha***

## *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail à tous les gens qui j'aime et qui m'aiment*

*A mon cher père **Mohamed**, l'épaule solide, l'œil attentif compréhensif et la personne la plus digne de mon estime et mon respect, aucune dédicace ne saurait exprimer mes sentiments, j'espère que t'es fier de ta fille, que DIEU te préserve et te procure santé et longue vie.*

*A ma chère mère **Yamina**, tu m'as donnée la vie, la tendresse et le courage pour réussir.*

*Tout ce que je peux t'offre ne pourra exprimer l'amour et la reconnaissance que je porte.*

*En témoignage, je t'offre ce modeste travail pour te remercier pour sacrifices et pour l'affection dont tu m'as toujours entourée, que DIEU t'accorde Santé et te protège de tout mal.*

*A mes très chers frères **Karim, Mansour** et sa petite famille, qui m'ont toujours encouragés et étaient toujours présents pour moi.*

*A mes très chères sœurs **Mansouria** et **Houaria** que j'aime très fort.*

*A mes nièces et neveux **Lilia, Chahrazed, Abdelkader** et **Mohamed Riyad**.*

*A mon binôme **Aicha** pour tous les souvenirs pendant les années d'études ensemble surtout les deux dernières années tu as une place dans mon cœur, Tes plus qu'une sœur.*

*A ma chère copine **Djamila** Qui a été à mes côtés tous au long de ces années, merci pour tes encouragements et tes conseils.*

*A mes meilleures copines avec lequel j'ai vécu les meilleurs moments de ma vie et qui mon beaucoup soutenue **Linda, Shaimaa, Imane, Ferial** et **Salima**.*

*A toutes mes familles paternelles et maternelles.*

*A tout(e)s mes ami(e)s particulièrement, mes collègues d'études.*

*Enfin, à tous ce qui croit en moi, qu'ils trouvent l'expression de ma reconnaissance.*

**Fatima Zohra**

# Sommaire

Résumé	I
Liste des abréviations	II
Liste des figures	III
Liste des tableaux	IV
Introduction Générale	1

## Chapitre I. Le charbon actif

I.1. Définition de charbon actif .....	3
I.2. Caractéristiques du charbon activé .....	3
I.2.1. Caractéristiques physiques .....	3
I.2.2. Caractéristiques chimiques .....	4
I.3. Formes de charbon actif .....	5
I.3.1. Charbon actif en poudre (CAP) .....	5
I.3.2. Charbon actif en grain (CAG) .....	5
I.4. Origine de charbon actif .....	6
I.5. Préparation du charbon activé .....	6
I.5.1. L'activation .....	7
I.5.2. La carbonisation .....	7
I.6. Utilisation du charbon actif .....	9
I.6.1. Adsorbant .....	9
Catalyseur .....	9
I.6.2. Autres utilisation .....	9

## Chapitre II. L'adsorption & la désorption

II.1. Phénomène d'adsorption .....	11
II.2. Types d'adsorption .....	11
II.2.1. Adsorption physique .....	11
II.2.2. Adsorption chimique .....	11
II.3. Phénomène de désorption .....	12
II.4. Types de désorption .....	12
II.5. Méthodes de désorption .....	13
II.5.1. Désorption physique .....	13
II.5.2. Désorption chimique .....	13
II.5.3. Désorption par gradient de concentration .....	14

II.5.4.Désorption thermique .....	14
II.5.5.Désorption par soxhlet .....	14
II.6.Cinétique de désorption .....	16
<b>Chapitre III. Partie Expérimentale</b>	
III.1.Le but de notre travail.....	17
III.2.Matériel et méthodes.....	17
III.2.1.Méthode de soxhlet.....	17
III.2.2.Matériel utilisée.....	17
III.2.3.Produits utilisés.....	20
a.Le charbon actif $\frac{1}{2}$ .....	20
b.Paracétamol.....	22
III.3. Application expérimentale.....	22
III.3.1 Adsorption.....	22
III.3.2.Désorption.....	23
III.4.Résultats et discussion.....	24
III.4.1.Le polluant 1 (Paracétamol : PARA).....	24
III.4.1.1.Résultats désorption pour charbon $\frac{1}{3}$ .....	24
III.4.1.2.Par rapport le charbon $\frac{1}{2}$ .....	25
III.4.2.Pour le polluant 2 (Amoxicilline : AMOX).....	27
III.4.2.1.Par rapport le charbon $\frac{1}{3}$ .....	27
III.4.2.2.Par rapport le charbon $\frac{1}{2}$ .....	29
III.4.3.Comparaison des résultats.....	30
Conclusion Générale.....	32
Références Bibliographiques .....	v

## Résumé

De même valeur que l'adsorption qui est un procédé très important pour l'élimination de la pollution vient la désorption avec son importance pour la récupération de cette pollution qui a été déplacée de la phase d'adsorbat vers les pores de nos charbons.

Ce travail a comme objectif principal l'étude de la désorption d'un charbon actif pour la récupération des polluants captés par le charbon lors de la phase d'adsorption. Dans notre cas ces polluants sont le paracétamol et l'amoxicilline.

En utilisant le procédé de Soxhlet, qui base sur l'effet de la température pour l'extraction des substances, nous avons pu récupérer nos polluants avec des proportions variables. Les résultats de cette étude montrent que Pour chaque charbon, le polluant s'est désorbé progressivement jusqu' au le système atteint un volet d'équilibre.

**Mots- clés :** Charbon actif ; La désorption ; L'adsorption, Procédé de soxhlet.

## ملخص :

مثلما يعتبر الامتزاز عملية مهمة للغاية للقضاء على التلوث يأتي المص مع أهميته لاستعادة هذا التلوث الذي تم نقله في مرحلة الامتزاز إلى مسام الفحم لدينا. الهدف الرئيسي من هذا العمل هو دراسة امتزاج الكربون المنشط لاستعادة الملوثات التي تم التقاطها من طرف الكربون أثناء مرحلة الامتزاز. في حالتنا هذه الملوثات هي الباراسيتامول والأموكسيسيلين. باستخدام عملية سوكسلي ، التي تستند إلى تأثير درجة الحرارة لاستخراج المواد ، تمكنا من استعادة الملوثات بنسب متفاوتة. أظهرت نتائج هذه الدراسة أنه لكل فحم ، تم تمزج الملوث بشكل تدريجي إلى حين وصول النظام إلى مستوى من التوازن.

**الكلمات المفتاحية :** الفحم المنشط ، الامتزاز ، الامتزاز ، عملية سوكسلي.

## Abstract

As well as adsorption, which is a very important process for the elimination of pollution, desorption comes with its importance for the recovery of this pollution, which has been moved from the adsorbate phase to the pores of our carbon.

The main objective of this work is to study the desorption of activated carbon for recovery of pollutants captured by carbon during the adsorption phase. These pollutants in our case are paracetamol and amoxicillin.

Using the Soxhlet process, which is based on the temperature effect for the extraction of substances, we were able to recover our pollutants in varying proportions. The results of this study show that for each carbon, the pollutant has been phased out until the system reaches a balance component.

**Keywords:** Activated carbon; Desorption; Adsorption, Soxhlet process.

## Liste des abréviations

CA charbon actif

CAP : charbon actif en poudre

CAG: charbon actif en grain

AMOX : l'amoxicilline

Para : paracétamol

CE : concentration initiale

m : masse

Ceq : concentration adsorbée

Qm : la masse des polluants captés par le charbon

Rend : rendement

## Liste des figures

<b>Figure I.1</b> : Représentation schématique de la texture poreuse d'un charbon actif	3
<b>Figure I.2</b> : Charbon actif en poudre (CAP)	5
<b>Figure I.3</b> : Charbon actif en granulé (CAG)	6
<b>Figure I.4</b> : Diagramme schématique de processus de la production du charbon actif	8
<b>Figure I.5</b> : Structure du charbon actif	8
<b>Figure II.1</b> : Synthèse des techniques de régénération du charbon actif	13
<b>Figure II.2</b> : Schéma d'un appareil de soxhlet	15
<b>Figure III1</b> : L'appareil de soxhlet	18
<b>Figure III 2</b> : Le balance utilisée	18
<b>Figure III 3</b> : La centrifugeuse	19
<b>Figure III4</b> : L'agitateur	19
<b>Figure III 5</b> : L'étuve	20
<b>Figure III 6</b> : Spectrophotomètre de laboratoire	20
<b>Figure III.7</b> : Structure chimique d'amoxicilline	21
<b>Figure III 8</b> : Structure chimique du paracétamol	22
<b>Figure III 9</b> : La solution pollué 1	23
<b>Figure III 10</b> : La courbe de rendement de désorption de polluant 1 par rapport le charbon $1/3$	25
<b>Figure III 11</b> : La courbe de rendement de désorption de polluant 1 par rapport le charbon $1/2$	26
<b>Figure III 12</b> : La courbe de rendement de désorption de polluant 2 par rapport le charbon $1/3$	28
<b>Figure III 13</b> : La courbe de rendement de désorption de polluant 2 par rapport le charbon $1/2$	29

## Liste des tableaux

<b>Tableau III.1</b> : Les caractéristiques de l'Amoxicilline	21
<b>Tableau III.2</b> : Les Caractéristiques de paracétamol	22
<b>Tableau III.3</b> : les résultats d'adsorption –désorption de polluant 1 par rapport le charbon $1/3$	24
<b>Tableau III.4</b> : les résultats d'adsorption –désorption de polluant 1 par rapport le charbon $1/2$	26
<b>Tableau III.5</b> : les résultats d'adsorption – désorption de polluant 2 par rapport le charbon $1/3$	27
<b>Tableau III.6</b> : les résultats d'adsorption – désorption de polluant 2 par rapport le charbon $1/2$	29
<b>Tableau III.7</b> : Comparaison des résultats des rendements de désorption	31

# *Introduction*

## *Générale*

L'eau contaminée est devenue une réelle problématique mondiale. La pollution de ce dernier peut être définie comme une altération de sa qualité naturelle qui peut être de nature physique, chimique, ou biologique et qui rend sa consommation dangereuse et perturbe la vie aquatique. Elle peut concerner les eaux superficielles (rivière et plan d'eau) et les eaux sous terrains [1].

Les pollutions des eaux liées à l'activité humaine sont constituées en partie par des micropolluants Issus de l'industrie Parmi ces polluants, de très nombreuses molécules proviennent des Industries pharmaceutiques. Les résidus médicamenteux, rejetés par les industries, mais aussi par les hôpitaux, par les élevages ou par les foyers domestiques représentent en effet une proportion importante des polluants contenus dans les eaux arrivant aux stations d'épuration [2]. Cependant, ces stations d'épuration n'éliminent pas totalement les résidus de médicaments contenus dans les eaux usées, ce qui contribue à la pollution des rivières [3]. Parmi les molécules retrouvées en concentrations dans les résidus médicamenteux on trouve le paracétamol et l'amoxicilline, qui sont des anti-inflammatoires et antidépresseurs à utilisation vaste et devient toxique dans les rejets médicaments. A cet effet, ils ont été les molécules sélectionnées comme adsorbat modèle dans le cadre de ce travail.

La dépollution d'eaux usées peut être réalisée par différents procédés. Parmi les techniques de traitement des eaux les plus importantes, on peut citer l'utilisation de matériaux adsorbants qui font l'objet de nombreuses recherches pour améliorer leurs performances et leur sélectivité. Le charbon actif est un des importants matériaux adsorbants qui est largement utilisé dans l'industrie pour éliminer les composés indésirables à cause de sa grande surface spécifique et ses fonctions de surface.

Le charbon actif est obtenu à partir de différents ressources riches en carbone, comme le bois, la noix de coco, la houille, le lignite ou encore la tourbe. Au fur et à mesure de son utilisation, le charbon actif perd de son efficacité et finit par être saturé. Il devient une nuisance pour l'environnement est alors nécessite une étape de désorption afin de le préparer à la régénération. La régénération des adsorbants est une opération économiquement intéressante, mais ne peut s'appliquer qu'à la désorption de certains polluants.

Dans cette approche, cette étude a lieu pour l'étude du phénomène de désorption sur charbon actif en utilisant la méthode de Soxhlet. Le présent travail a été réalisé au sein du Laboratoire SEA2M de l'université de Mostaganem. De ce fait, nous avons subdivisé ce travail en différentes parties dont :

Une partie de recherche bibliographique, Structurée en deux chapitres :

- Le premier chapitre est une synthèse bibliographique qui rassemble des données essentielles sur le charbon actif ;
- Le deuxième chapitre est consacré aux généralités sur le phénomène d'adsorption et le phénomène de désorption.

Une partie expérimentale, Où nous présentons la méthode utilisée pour réaliser l'expérience et l'étude des résultats trouvés.

Enfin, une conclusion générale met en lumière les résultats les plus importants points ressortis.

*I. Lecharbon*  
*Actif*

## I.1. Définition de charbon actif

Le charbon actif également appelé charbon activé est un matériau noir principalement inodore sous forme granulé de comprimé de poudre ou pulvérulente composé essentiellement de matière carbonée à structure poreuse.

Les charbons actifs sont des produits carbonés constitués principalement de carbone, d'hydrogène, d'oxygène et de petites quantités de soufre et d'azote, ils sont le fruit d'un procédé appelé « carbonisation », à travers lequel il sera réellement activé et entrera en possession de toutes ses propriétés bienfaitrices. Ces matériaux carbonés dotés d'une structure poreuse présentant une très grande surface de contact interne. Ils sont les adsorbants les plus utilisés industriellement qui peuvent adsorber une large variété de substances qui se fixent sur leurs surfaces internes [6]

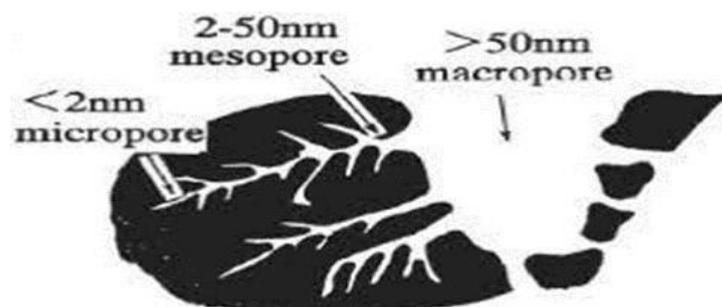
## I.2. Caractéristiques du charbon activé

### I.2.1. Caractéristiques physiques

#### I.2.1.1. Structure poreuse

Les pores sont classés selon leurs diamètres, en trois types de porosité [7] selon la définition de l'IUPAC [8], la porosité est classifiée de la manière suivante :

- Micropores : largeur inférieure à 2 nm.
- Méso pores : largeur entre 2 et 50 nm.
- Macropores : largeur supérieure à 50 nm.



**Figure I.1** : Représentation schématique de la texture poreuse d'un charbon actif.

### **I.2.1.2.Surface spécifique**

La surface spécifique d'un adsorbant est une surface par unité de masse. Elle est généralement exprimée en  $m^2/g$ . Elle dépend directement de la porosité : plus la microporosité est grande et plus la surface spécifique est importante. L'adsorption sur la surface des macropores est souvent négligeable par rapport à celle dans les micropores et les méso pores [9].

### **I.2.1.3.Granulométrie**

Elle conditionne la vitesse d'adsorption, plus le grain est petit, plus le transfert vers le centre est rapide. À la livraison, l'humidité doit être inférieure à 5% avec une teneur en cendres ne doit pas dépasser 10% sinon le pH risque d'atteindre des valeurs élevées et de causer la précipitation des carbonates de l'eau sur le charbon. Ceci entraîne évidemment une baisse de la capacité d'adsorption [10].

### **I.2.1.4.Densité apparente**

Elle rend compte de la masse de matériau contenue dans un volume donné, comprenant le volume d'air interstitiel. Une valeur élevée de densité apparente indique une meilleure qualité de charbon actif. Elle est exprimée en  $kg/m^3$  [11].

## **I.2.2.Caractéristiques chimiques**

Les propriétés chimiques superficielles d'un charbon actif dépendent fortement de la présence et de la nature des complexes oxygénés. Ceux-ci sont responsables en grande partie de ses propriétés acido-basiques superficielles lesquelles jouent un rôle important dans le phénomène d'adsorption [12]

Les charbons sont classés en deux types, selon leurs caractères acido-basiques :

- Les charbons de type L qui présentent un caractère acide, et qui possèdent des caractéristiques de nature hydrophile.
- Les charbons de type H au caractère basique possédant une surface de nature hydrophobe.

### I.3. Formes de charbon actif

Les charbons actifs commerciaux existent sous plusieurs formes. Le classement en général se fait à partir de la taille et de la forme des particules de charbon. Dans le cas le plus commun, la particule peut se présenter sous forme de poudre ou de grain. Les charbons activés peuvent aussi se présenter sous forme de fibres (précurseur à base de fibres végétales ou synthétiques) ou de tissu (les précurseurs sont dans ce cas des tissus).

#### I.3.1. Charbon actif en poudre (CAP)

Le charbon actif en poudre se présente sous forme de fines particules de granulométrie comprise entre 1 et 100  $\mu\text{m}$ . Les particules ont une large surface externe et une faible profondeur de diffusion  $\mu$  la vitesse d'adsorption est très rapide. Le charbon actif en poudre est fréquemment utilisé pour le traitement d'effluents liquides. Par contre il est difficile à manipuler et à récupérer ce qui pose des problèmes de régénération. Le CAP est ajouté continuellement dans l'eau à traiter avec des agents flocculant [13].

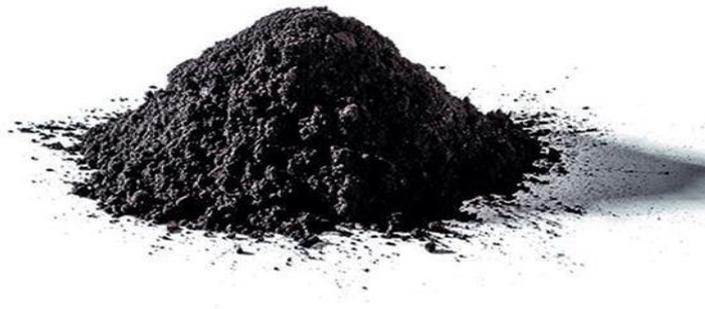


Figure I.2 : Charbon actif en poudre (CAP).

#### I.3.2. Charbon actif en grain (CAG)

Le charbon actif peut-être fabriqué sous forme de grains formés de particules de taille supérieure à 1 mm, a un faible diamètre des pores, une grande surface interne, et une surface externe relativement faible. Prennent une grande importance dans les processus d'adsorption. Ainsi la cinétique d'adsorption est beaucoup plus lente que dans le cas d'un charbon actif en poudre [14]



**Figure I.3 :** Charbon actif en granulé (CAG).

#### **I.4.Origine de charbon actif**

Le charbon actif obtenu à partir de biomasse ou les sous-produits agricoles, qui coûtent moins cher que les charbons actifs issus de matières fossiles, peut être fabriqué à partir de beaucoup de substances ayant une grande teneur en carbone comme les coques de grains, les déchets de maïs, les coques de noix [15]. A l'heure actuelle la demande croissante de matériaux adsorbants pour des procédés de protection de l'environnement suscite une recherche complémentaire dans la fabrication des charbons actifs à partir de matières qui ne sont pas classiques, concrètement à partir des déchets végétaux [16]. Parmi les matières de base (précurseurs) utilisées aujourd'hui pour fabriquer le charbon actif, figurent la sciure de bois, la tourbe, le lignite, la houille, la cellulose [17], les résines échangeuses d'ions épuisées telles que les polymères styrène-di vinyle benzène [18], et les résins phénol formaldéhyde [19], les pneus automobiles usagés [20, 21], les boues [22] et le marc de café [23]. Le charbon actif obtenu à partir des déchets végétaux est pourtant très intéressant du point de vue économique, comme l'ont montré différentes études [16, 24, 25]. Les matériaux les plus effectifs et commercialement viables sont les coques de noix et les noyaux de fruits, les coques d'amande [26, 27, 28], les noyaux d'olives, les noyaux de pêches [28], et la coque de pécan [29,30]. Les sous produits agricoles de grains, abricots, et de coton sont aussi des sources pour la production de charbon actif. Par exemple : l'épi de maïs [30], cosses de riz et cosses de graines de soja [28], les noyaux d'abricots [31,32], sont disponibles facilement dans beaucoup d'endroits.

#### **I.5.Préparation du charbon activé**

Tout matériau peu coûteux, contenant un fort pourcentage de carbone et un faible pourcentage en matière inorganique, peut servir à fabriquer des charbons actifs.

Le processus de fabrication de charbon actif comporte deux grandes étapes : la carbonisation et l'activation

### **I.5.1.L'activation**

En général, l'activation est un procédé qui fait intervenir un agent oxydant à une température élevée, de manière à produire un produit poreux de masse inférieure. Cette perte de masse indique le degré d'activation (ou taux d'activation) augmente avec la durée de la réaction d'activation. L'activation peut être physique ou chimique.

Le but ce processus est d'augmenter le volume dans une certaine mesure, d'élargir les pores créés durant le processus de pyrolyse. L'activation supprime les structures carbonées désorganisées, et consiste à développer la structure poreuse du charbon et de créer les fonctions de surfaces généralement oxydées qui sont à l'origine des interactions entre le solide et les molécules adsorbées [33].

### **I.5.2.La carbonisation**

La carbonisation est la décomposition thermique des matières carbonées : les espèces autres que le carbone sont éliminées. Cette étape s'effectue à des températures comprises entre 600 et 800°C en présence de sels métalliques et sous un courant continu de gaz inerte [34]. La carbonisation est généralement effectuée à une vitesse de montée en température suffisamment grande pour minimiser le contact entre les produits carbonisés et les produits volatils. Elle fournit des matériaux ayant une structure poreuse limitée (surface spécifique d'environ 10 m<sup>2</sup>/g) et qui n'ont donc pas une forte capacité d'adsorption. La structure poreuse est ensuite étendue durant le processus d'activation [34].

Le pouvoir adsorbant du charbon est augmenté en éliminant par cette étape les goudrons et autres matières carbonées désorganisées issues de la décomposition du composé organique qui obstruent les pores [35]

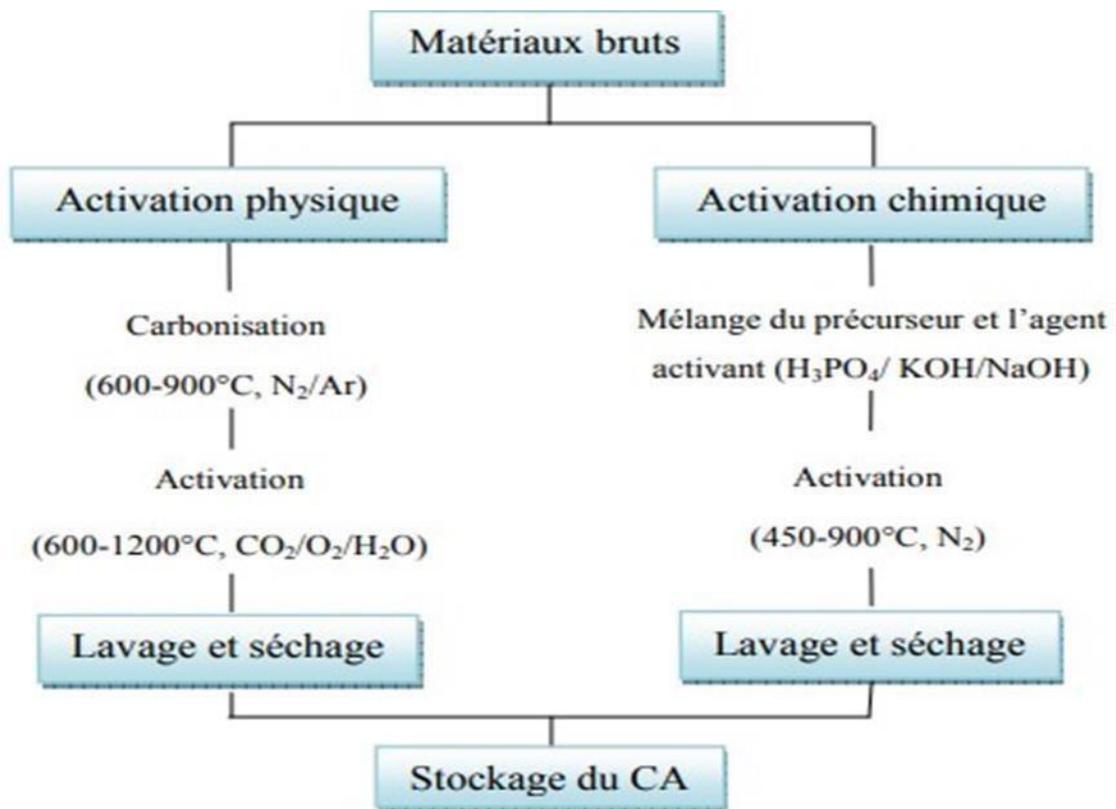


Figure I.4 : Diagramme schématique de processus de la production du charbon actif.

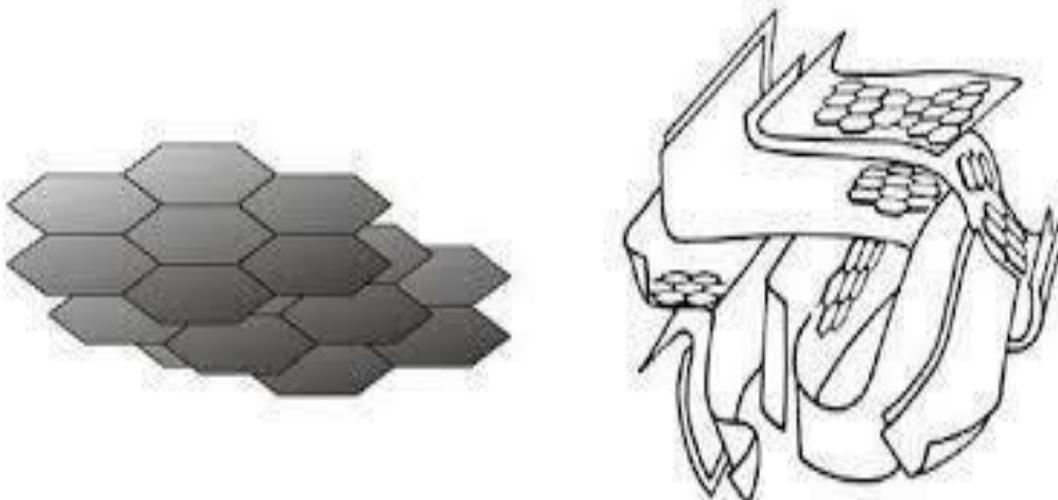


Figure I.5 : Structure du charbon actif

## **I.6.Utilisation du charbon actif**

Le charbon actif est un matériau stable, pratiquement inflammable en raison de l'absence de produits volatils et doué d'excellentes propriétés d'adsorption qui sont à la base de ses utilisations.

### **I.6.1.Adsorbant**

Le traitement des eaux potables ou des eaux industrielles qui sont produites à partir des eaux de surface. Le charbon actif fixe alors les composés organiques dissous qui n'ont pas été éliminés par autoépuration (ou élimination biologique naturelle) [36]

Le traitement tertiaire des eaux résiduaires ou industrielles. Dans ce cas le charbon actif peut être considéré comme un complément au traitement biologique. Ce procédé est utilisé pour l'élimination des colorants [36].

Le traitement des eaux résiduaires industrielles. Ce traitement est employé lorsque L'utilisation des techniques biologiques n'est pas permise. Le but du charbon actif est donc d'éliminer les composés toxiques non biodégradables. La purification industrielle des produits pharmaceutiques, chimiques ou alimentaires (Sucre, huiles végétales...) [36].

### **Catalyseur**

Le charbon actif peut agir comme catalyseur dans différents réactions grâce à ses Propriétés. Les plus importantes applications industrielles de charbon dans ce domaine sont la production de phosgène et l'oxydation des gaz nocifs [37].

### **I.6.2.Autres utilisation**

Le charbon actif est utilisé dans différents domaines [38] dont :

- La purification de produits industriels : le charbon actif élimine les couleurs et les impuretés de produits bruts ; il est employé par exemple pour la décoloration du sucre de canne ou de betterave.
- Le conditionnement d'air : le charbon actif est employé dans

l'équipement d'air conditionné ainsi que pour l'élimination des odeurs d'égouts et d'émanations chimiques.

- La récupération des vapeurs d'essence : les filtres à charbon actif contenus dans certaines voitures, fixent les émanations d'hydrocarbures imbrûlés qui s'échappent des véhicules à l'arrêt.

- Le support bactérien : l'utilisation du charbon actif s'est élargie au traitement des eaux usées en raison non seulement de ses qualités d'adsorbant mais aussi du rôle épurateur joué par les bactéries qui y sont fixées.

*II. L'adsorption  
& la  
désorption*

## **II.1. Phénomène d'adsorption**

L'adsorption est un phénomène de surface, C'est un traitement efficace pour enlever la matière organique, où un solide est employé pour enlever une substance soluble dans l'eau.

Représenté par des fixations des molécules d'un adsorbat (solide ou liquide) sur la surface d'un adsorbant (solide) ; Ce phénomène se produit avec un dégagement de chaleur qui peut conduire à un échauffement du solide. Alors, ce dernier est un phénomène exothermique. Le phénomène inverse par lequel les molécules se détachent est la désorption. De plus, l'adsorption est un phénomène spontané et se produit dès qu'une surface solide est mise en contact avec un gaz ou un liquide [39]

## **II.2. Types d'adsorption**

### **II.2.1. Adsorption physique**

La physisorption se produit sans modification de la structure moléculaire et peut se faire en monocouche ou multicouches. Les atomes de la surface du solide et les molécules de l'adsorbat sont liés par des forces d'interactions faibles dites forces de Van der Waals. L'adsorption physique est complètement réversible et généralement peu spécifique, les molécules adsorbées pouvant recouvrir la totalité de la surface de l'adsorbant. [40]

### **II.2.2. Adsorption chimique**

Elle s'accorde à la création de véritables liaisons chimiques par le transfert électronique entre les molécules de l'interface des deux phases. Ces liaisons de type covalent peuvent subir une légère polarisation. L'adsorption est généralement irréversible, elle est aussi favorisée à température élevée. L'adsorption chimique se distingue par des énergies d'adsorptions plus élevées de 2 à 100 kcal/mol. Dans ce type d'adsorption le temps de rétention est long, ce qui nécessite l'emploi d'un catalyseur solide. Ce phénomène joue un rôle prédominant dans la cinétique de réaction chimique [41]

### II.3. Phénomène de désorption

La désorption est le processus inverse de l'adsorption, par lequel les molécules adsorbées se "détachent" du solide. Elle se traduit par la capacité d'une surface absorbante à libérer en solution une molécule adsorbée. La désorption a lieu lorsque le système est déséquilibré au sens thermodynamique, c'est-à-dire lorsque les vitesses d'adsorption et de désorption ne sont plus égales. Puisque l'adsorption est exothermique, la désorption est pour sa part endothermique et nécessite généralement un apport externe d'énergie [42 ]

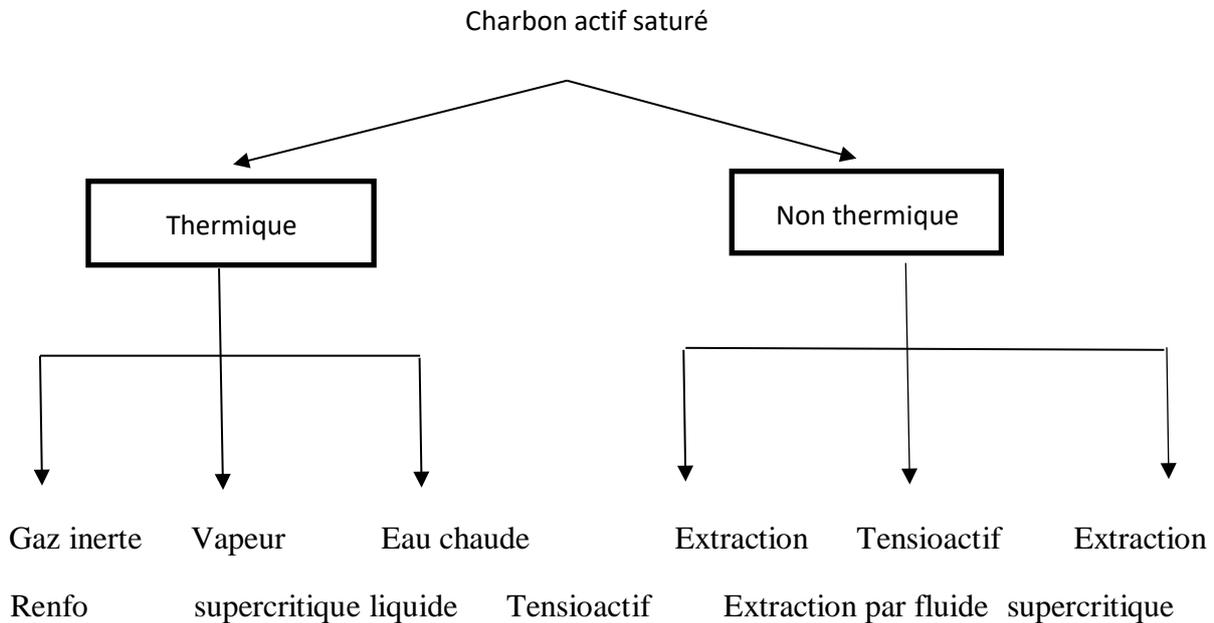
Une fois tous les sites d'adsorptions soient saturés, le charbon actif est dit saturé ou sur saturé, c'est pourquoi il est très souvent régénéré. La réactivation appelée aussi désorption consiste à résorber les molécules captées par le charbon actif.

### II.4. Types de désorption

Il existe plusieurs modes de désorption sont [43] :

- *La désorption par élévation de température* : en conséquence du caractère exothermique de l'adsorption, l'apport peut être réalisé par circulation d'un gaz chaud, ou indirect par l'intermédiaire d'échangeur.
- *La désorption par diminution de pression* : celle-ci provoque un vide qui est compensé par le gaz adsorbé sur la surface du solide.
- *La désorption par déplacement* : se caractérise par un retrait du surnageant de centrifugation après une expérience d'adsorption et remplacement de ce surnageant par une solution vierge de la molécule considérée. Il y a donc passage de la molécule de la phase adsorbée vers la phase liquide.
- *Désorption par la soude* : Lors de la régénération du charbon actif, une réaction de complexation s'opère entre le phénol et la soude. Le phénol a un comportement semblable à celui des acides (les phénols ont un caractère acide plus marqué que les alcools). Il réagit avec la solution d'hydroxyde de sodium par des réactions de complexation pour donner une solution sans couleur contenant le phenoxide de sodium ou phénolate de sodium.

Ci-après un diagramme décrit plus précisément les différents procédés de la régénération et en particulier ceux utilisant une régénération catalytique.



**Figure II.1 :** Synthèse des techniques de régénération du charbon actif.

## II.5.Méthodes de désorption

### II.5.1.Désorption physique

La désorption physique est généralement réalisée par régénération thermique in situ de l'adsorbant saturé.

- l'utilisation d'une source de chaleur externe : les méthodes les plus employées utilisent un fluide caloporteur ou de la vapeur d'eau [44]
- l'utilisation d'un chauffage intrinsèque de l'adsorbant tel que l'effet Joule, l'infrarouge, l'induction électromagnétique ou encore le chauffage par micro-ondes. [45]

### II.5.2.Désorption chimique

Les deux principales techniques chimiques de désorption rencontrées sont l'utilisation d'un solvant, pour lequel les molécules adsorbées auront une affinité supérieure à celle pour le matériau adsorbant, ce qui facilitera leur passage en phase liquide, et l'addition dans la phase liquide désorbante d'un polymère sur lequel la molécule désorbée va ensuite pouvoir aller s'adsorber de façon à maintenir un gradient favorable à la désorption.[46]

### **II.5.3. Désorption par gradient de concentration**

La désorption par gradient de concentration est la technique mise en œuvre dans le procédé couplant adsorption/désorption et oxydation biologique, le gradient de concentration étant réalisé par le retour aux concentrations initiales après le pic de pollution. Les apports énergétiques pour désorber les polluants étant faibles, il est nécessaire de s'intéresser au caractère irréversible de l'adsorption, pouvant conduire à une désorption partielle, voire nulle des polluants adsorbés.

### **II.5.4. Désorption thermique**

La méthode la plus courante est de chauffer à environ 900°C le charbon actif sous atmosphère contrôlée pour éviter de l'enflammer. Le charbon actif est alors refroidi tandis que les fumées subissent un traitement d'épuration humide. Cette méthode régénère parfaitement les charbons actifs. Mais elle est très coûteuse car elle nécessite l'achat de plusieurs fours ainsi qu'une perte de charbon de l'ordre de 10 %.

### **II.5.5. Désorption par soxhlet**

#### **a. Définition**

C'est un procédé visant à extraire les polluants, ou autres polluants organiques, par application de chaleur. Sous l'effet d'une température, les molécules vont se séparer de la matrice minérale et se volatiliser. Un procédé spécifique permettra enfin au polluant d'être extrait sous la forme gazeuse. Cette méthode classique est généralement employée à l'extraction solideliquide.

L'avantage principal de cette méthode est que l'échantillon entre rapidement en contact avec une portion fraîche de solvant, ce qui aide à déplacer l'équilibre de transfert vers le solvant. Cette méthode ne nécessite pas de filtration après extraction.

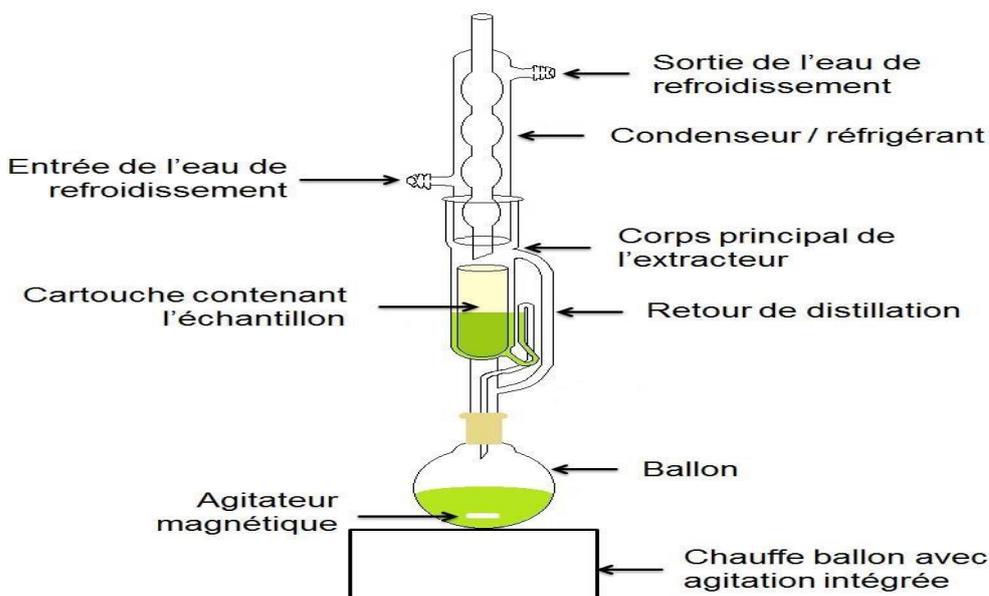


Figure II.2 : Schéma d'un appareil de soxhlet.

### b. Historique

Cette technique a été inventée en 1879 par Franz Von Soxhlet à l'origine utilisé pour la détermination de la graisse du lait puis elle a été généralisée en chimie agricole avant de devenir l'outil le plus utilisé pour l'extraction de solide-liquide dans beaucoup de domaines comme l'environnement, les produits alimentaires ,et également pharmaceutique[47]

De nos jours, l'appareillage de Soxhlet est toujours courante dans les laboratoires. De nombreux travaux ont été réalisés pour l'améliorer. En 1974, Randall a développé une meilleure extraction de Soxhlet dispositif, elle était plus rapide que la méthode classique de Soxhlet parce que l'échantillon à extraire a été immergé dans le solvant chaud. Il induit une amélioration dans le transfert de masse, un plus grand taux de solubilité et de diffusion, et une meilleure cinétique de la désorption et de la solubilisation [47]

### c. Principe de fonctionnement d'un Soxhlet

Un ensemble Soxhlet est constitué d'un ballon, d'un réfrigérant et d'un extracteur. Ce dernier présente un système de tube permettant la vidange du réservoir dont le volume varie d'un modèle à l'autre. Le système doit être complété à l'aide d'une cartouche en cellulose, placée dans le réservoir, destinée à recevoir le composé à extraire.

**d. Les avantages et les inconvénients de la méthode de Soxhlet**

## □ Avantages

- Le déplacement de l'équilibre de transfert en mettant à plusieurs reprises le solvant frais en contact avec la matrice solide ;
- Le maintien d'une température relativement élevée avec la chaleur du ballon ;
- Aucune nécessité de filtration après l'extraction ;
- En outre, la méthode de Soxhlet est très simple et bon marché.[48]

## □ Inconvénients

- Nécessité d'une grande quantité de solvant est nécessaire ;
- Il est impossible d'accélérer le processus par agitation, La grande quantité de solvant utilisée exige une étape d'évaporation /concentration ;
- La possibilité de dégradation thermique des composés cible ne peut pas être ignorée vu que l'extraction s'opère habituellement au point d'ébullition du solvant pendant un temps assez long ;
- La grande quantité de solvant ainsi que la longue durée de l'opération ont conduit à de larges critiques de cette méthode. [48]

**II.6. Cinétique de désorption**

Les cinétiques de désorption sont généralement moins rapides que celles d'adsorption. Les temps de contact requis entre la phase liquide de désorption et l'adsorbant varient, comme pour l'adsorption, selon les composés et l'adsorbant.[49]

La cinétique de désorption est souvent décomposée en deux phases, correspondant à la diffusion dans deux régions du volume poreux. La première région, constituée d'un réseau de larges macropores serait favorable à une diffusion rapide des solutés alors que la seconde région, comportant les micropores, plus étroits, serait responsable de la phase de désorption plus lente, du fait d'une diffusion ralentie.[50]

*III. Partie*

*Expérimentale*

### III.1. Le but de notre travail

L'adsorption est un procédé souvent utilisé dans le domaine de traitement des rejets industriels et les rejets pharmaceutique, toutefois, cette opération fait déplacer le polluant de la phase adsorbant vers la phase adsorbé, avec l'augmentation de leur concentration et à un certain stade la saturation des adsorbants est atteinte, donc notre étude à lieu dans l'objectif principal est de récupérer les polluants adsorbés pour une ultime réutilisation des charbons actifs, dans notre travail nous avons choisi de faire la désorption de deux polluants émergents très utilisés dans le domaine de la santé : le Paracétamol et l'Amoxicilline en utilisant la méthode de Soxhlet.

Pour la réalisation de notre travail, nous avons traités les points suivants :

- Etude de la méthode de Soxhlet
- Adsorption des polluants sélectionnés
- Désorption de charbon actif par la méthode Soxhlet
- Etudes et interprétation des résultats obtenus.

### III.2. Matériel et méthodes

#### III.2.1. Méthode de soxhlet

La désorption par soxhlet est un procédé principalement utilisé pour extraire les polluants fixé par le charbon actif Sous l'effet de la température. Le remplissage du ballon se fait avec une quantité suffisante de solvant, qui est dans notre cas l'eau, on surmonte l'extracteur d'un réfrigérant et a l'aide d'un chauffe ballon, le solvant est porté à ébullition. Le solvant passe par la tubulure et secondense par le réfrigérant, il tombe alors dans le réservoir contenant la cartouche et solubilise la substance à extraire, Dès que le niveau de solvant est à hauteur suffisante, le réservoir se vidange automatiquement. Le solvant et la substance à extraire sont entraînés dans le ballon. Pour réaliser une extraction correcte d'une substance, on réalise généralement plusieurs cycles.

#### III.2.2. Matériel utilisée

Pour la réalisation de ce travail, nous avons utilisé le matériel suivant :

##### a. Le montage de Soxhlet

Une pièce de verrerie de marque « ISOPAD » est utilisée pour extraire des polluants.



**Figure III.1 :** Appareil de soxhlet utilisée au niveau de laboratoire SEA2M.

#### **b. La balance**

Les pesées ont été contrôlées à l'aide d'une balance de marque « OHAUS Adventure™ », de précision  $\pm 0,00$ .



**Figure III.2 :** Balance « OHAUS Adventure™ ».

#### **c. La Centrifugeuse**

Un appareil permet d'accélérer la séparation de mélange liquide-solide grâce à un mouvement de rotation, de marque « SLW Ultra-8TI » est utilisé.



**Figure III.3 :** Centrifugeuse SLW Ultra-8TI utilisée.

**d. L'agitateur**

L'agitation des solutions pour l'obtention d'un mélange homogène a été réalisée par agitateur de marque « RSLAB-5C ».



**Figure III.4 :** Agitateur RSLAB-5C utilisé.

**e. L'étuve**

Les divers séchages thermiques a température réglé sont effectués à l'aide de l'étuve « Haier HRDH-71 heatingoven ».



**Figure III.5:** Etuve Haier HRDH-71 heating oven utilisée.

#### f. Spectromètre

La concentration des substances desorbées sont déterminées par la lecture des absorbances à l'aide d'un spectrophotomètre.



**Figure III.6:**Spectrophotomètre de laboratoire

### III.2.3. Produits utilisés

#### a. Le charbon actif 1/2

Un charbon actif préparé au niveau du laboratoire SEA2M à partir d'une biomasse végétale qui est les feuilles de figuier avec un rapport d'activation de 1/2. Ce charbon se caractérise par une surface spécifique  $526 \text{ m}^2/\text{g}$

**Le charbon actif 1/3**

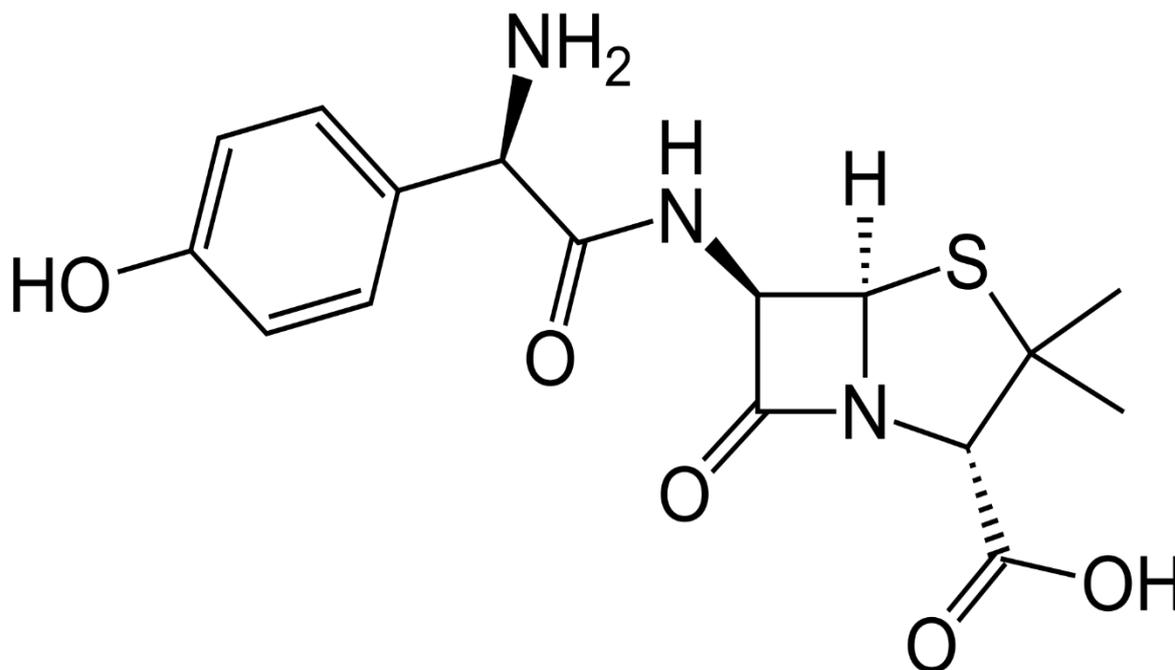
A la base des feuilles de figuier ce charbon est préparé avec un rapport d'activation de 1/3. Le produit obtenu est caractérisé par une surface de 517 m<sup>2</sup>/g,

**Amoxicilline**

C'est une molécule qui possède trois groupements ionisables : le groupement acide carboxylique COOH sur le cycle thiazolidine, le groupement hydroxyle OH du cycle para-hydroxy phényle et le groupement amine. L'Amoxicilline (AMX) est un antibiotique fréquemment utilisé contre de multiples infections bactériennes [51].

**Tableau III.1 : Les caractéristiques de l'Amoxicilline [51]**

Formule brute	C <sub>16</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S
Solubilité dans l'eau	3,430 g.L <sup>-1</sup>
Masse molaire	365,404 g/mol
Pka	2,8

**Figure III.7 : Structure chimique d'Amoxicilline.**

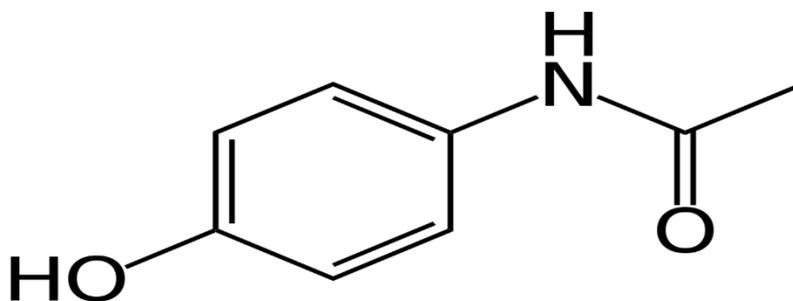
### b. Paracétamol

Le paracétamol est une substance active aux propriétés analgésiques et antipyrétiques non salicylés qui rentrent dans la composition de nombreuses spécialités pharmaceutiques, En 1878, le paracétamol fut synthétisé pour la première fois par Morse, par l'hydroxylation de l'acétanilide. C'est un acide extrêmement faible, donc neutre à des pH physiologiques.

Le paracétamol est très soluble dans l'alcool, assez soluble dans l'eau et très peu soluble dans l'éther et le chloroforme, il se présente sous forme d'une poudre cristalline blanche, inodore, de saveur amère.

**Tableau III.2 :** Les Caractéristiques de paracétamol (52,53).

Nom chimique	N-(4-Hydroxyphényl) acétamide
Formule brut	$C_8H_9NO_2$
Masse molaire	151,2 g/mol
Pka	9,5 à 25°C



**Figure III.8 :** Structure chimique du paracétamol.

## III.3. Application expérimentale

### III.3.1. Adsorption

Avec une concentration de  $C_0=200$  mg/l des polluants émergents Amoxicilline et Paracétamol, nous avons effectués l'adsorption de ces derniers par les charbons actif préparés.

Cette concentration est choisie à partir de l'isotherme d'adsorption réalisé dans une étude effectuée au niveau de laboratoire SEA2M, elle se trouve sur le palier de saturation du charbon actif utilisé.

Pour chacun des deux polluants la procédure expérimentale est la suivante:

- Préparation des solutions de Paracétamol et Amoxicilline de concentration de 200mg/l pour chacune.
- Mise en contact entre adsorbant -adsorbat (volume de 250mL de chaque solution et une masse de 1 g d'adsorbant (charbon actif  $_{1/2}$  , charbon actif  $_{1/3}$  ))
- Mise sous agitation des mélanges pendant le temps programmé (1h) ;
- Séparation des phases liquides par centrifugation puis la lecture des absorbance par spectrophotométrie a des longueurs d'ondes de 242nm pour le Paracétamol et de 227nm pour Amoxicilline afin de déterminer la capacité d'absorption a la saturation.
- D'après les enthalpies trouvées (  $\Delta H < 40$  kJ/mol), l'adsorption est de nature physique (physisorption)



**Figure III.9 :** mélange adsorbant -adsorbat.

### III.3.2. Désorption

Chacun des charbons saturés sont soumis à une opération de désorption pour récupérer les polluants 1 et 2.

Après filtration et séchage du charbon actif, il est introduit dans le montage Soxhlet et constitue la phase solide cependant le solvant utilisé est l'eau distillée. L'opération de désorption est lancée par la suite. La lecture des absorbances se fait chaque 2heure pour un temps global 22 heure.

## III.4. Résultats et discussion

### III.4.1. Le polluant 1 (Paracétamol : PARA)

#### III.4.1.1. Résultats désorption pour charbon $_{1/3}$

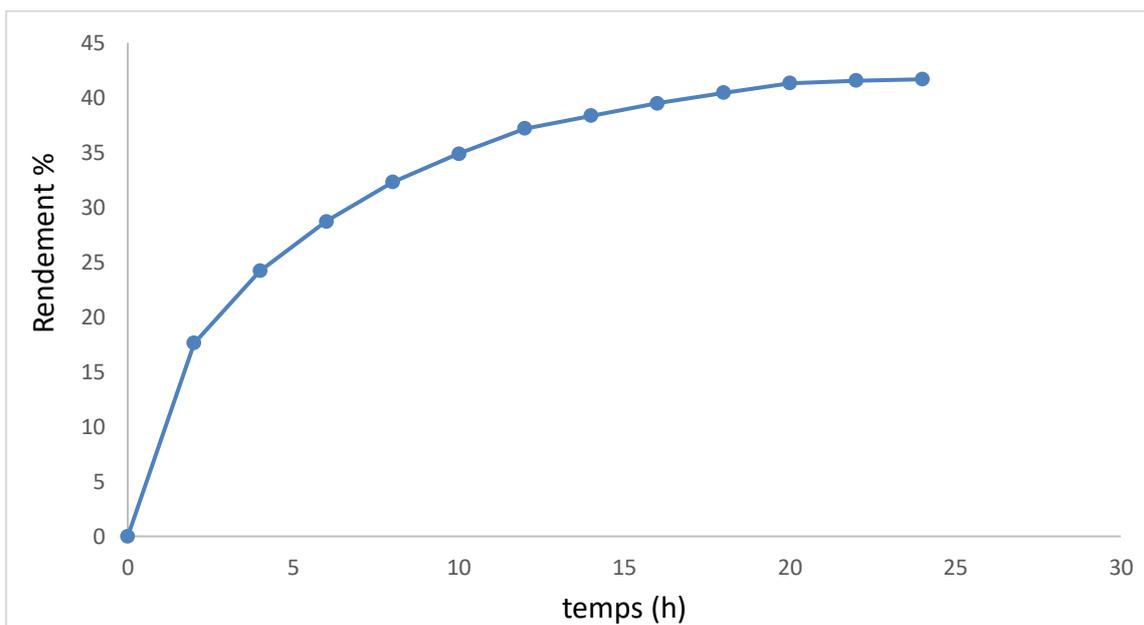
La désorption est réalisée en mettant en contacte un volume bien déterminé de 250ml d'eau distillée avec 1 gramme de charbon actif C-FF rapport 1/3 saturé en une capacité de 37,71 mg/g en polluant émergent paracétamol, dans un ballon a col rodé placé dans un appareil soxhlet. Au fur et mesure que le temps passe Le solvant s'enrichit, en substances désorbées (leur température d'ébullition doit être nettement supérieure à celle du solvant extracteur). L'eau distillée dans le ballon est renouvelée chaque 2 heures pendant un temps global de 24 heures, la lecture de la concentration de la solution riche en polluant émergent désorbé est effectuée par dosage spectrophotométrie dans le domaine du visible.

Le Tableau III.3 et la Figure III.10 représentent les résultats de désorption de polluant1 pour le charbon rapport 1/3

**Tableau III.3 :** Les résultats désorption de polluant 1 pour le charbon 1/3.

Temps (h)	0	2	4	6	8	10	12	14	16
$C_{\text{dés}}(\text{mg/l})$	0	26,590	9,945	6,772	5,438	3,900	3,450	1,752	1,737
$Q_{\text{dés}}(\text{mg/g})$	0	6,648	2,486	1,693	1,360	0,975	0,863	0,438	0,434
Masse désorbée (g)	0	6,647	9,134	10,827	12,186	13,161	14,024	14,462	14,896
Rend (%)	0	17,62	24,22	28,71	32,31	34,90	37,18	38,34	39,49

Temps (h)	18	20	22	24
$C_{\text{dés}}(\text{mg/l})$	1,427	1,348	0,333	0,182
$Q_{\text{dés}}(\text{mg/g})$	0,357	0,337	0,083	0,045
Masse désorbée (g)	15,253	15,590	15,673	15,718
Rend (%)	40,44	41,33	41,55	41,67



**Figure III.10** : La courbe de rendement de désorption de polluant 1 en fonction du temps .

### Interprétation

- D'après le tableau des valeurs de désorption, on remarque que la concentration désorbée ( $C_{\text{deso}}$ ) diminue en fonction du temps.
- La quantité désorbée des polluants ( $Q_{\text{deso}}$ ) diminue au fur et à mesure que le temps passe ce qui indique que ce polluant a été en majorité récupéré.
- Une courbe croissante de rendement en fonction du temps jusqu'à 41,67 % montre qu'il y a un rendement de désorption moyen.

D'après ces résultats trouvés, on peut dire que presque la moitié de la quantité adsorbée de Paracétamol a été récupérée.

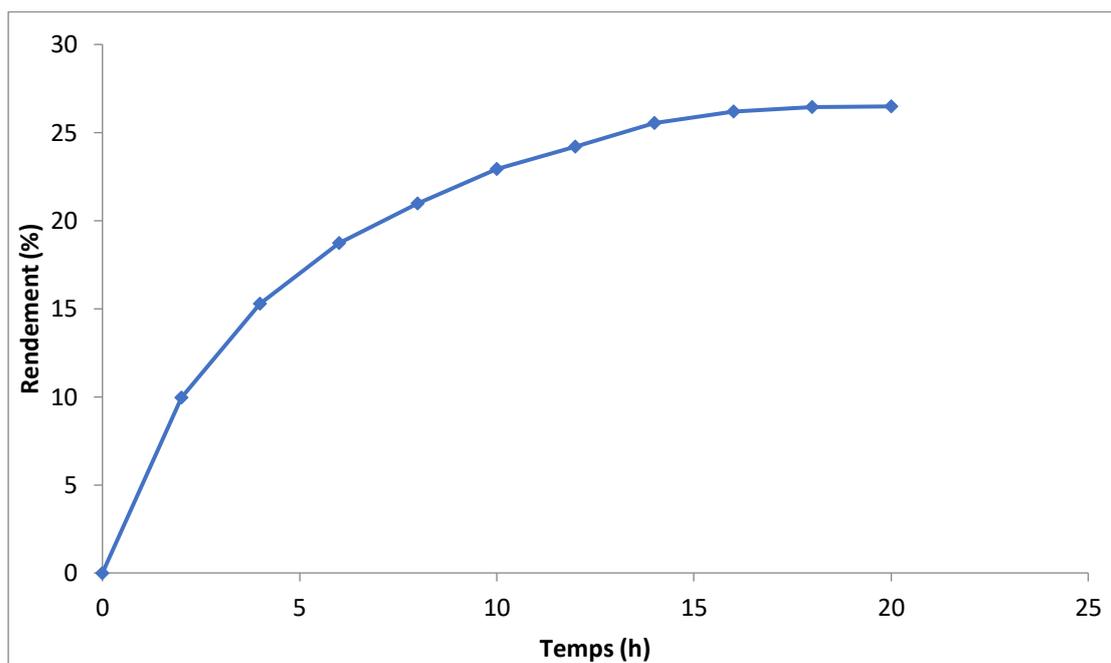
#### III.4.1.2. Par rapport le charbon $\frac{1}{2}$

La désorption est réalisée en mettant en contact un volume bien déterminé de **250 ml** d'eau distillée avec 1 gramme de charbon actif C-FF rapport 1/2 saturé en une capacité de **34,64 mg/g** en polluant émergent paracétamol, dans un ballon à col rodé placé dans un appareil soxhlet. Au fur et mesure que le temps passe le solvant s'enrichit, en substances désorbées (leur température d'ébullition doit être nettement supérieure à celle du solvant extracteur). L'eau distillée dans le ballon est renouvelée chaque 2 heures pendant un temps global de 20 heures, la lecture de la concentration de la solution riche en polluant émergent désorbé est effectuée par dosage spectrophotométrie dans le domaine du visible.

Le Tableau III.4 et la Figure III.11 représentent les résultats désorption de polluant 1 à partir du charbon ½

**Tableau III.4:** les résultats désorption de polluant 1 par rapport le charbon ½.

Temps (h)	0	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
C <sub>dés</sub> mg/l	0	13,76 5	7,383	4,763	3,120	2,725	1,767	1,830	0,950	0,350	0,033
Q <sub>dés</sub> (mg/g)	0	3,441	1,846	1,191	0,780	0,681	0,442	0,458	0,238	0,088	0,008
Masse désorbée (gr)	0	3,441	5,287	6,478	7,258	7,939	8,381	8,838	9,076	9,163	9,172
Rend(%)	0	9,937	15,26 7	18,70 6	20,95 8	22,92 6	24,20 1	25,52 2	26,20 8	26,46 1	26,48 5



**Figure III.11 :** La courbe de rendement de désorption de polluant 1 pour le charbon ½

**Interprétation :**

D'après le tableau des valeurs de adsorption-désorption on remarque que :

- La concentration adsorbée (C<sub>dés</sub>) diminuer rapidement en premier lieu puis on constate un ralentissement dans la diminution.

- La masse des polluants capté par le charbon  $Q_m$  diminue aussi progressivement et restant une petit quantité de polluant que malgré le passage de temps mais reste toujours capté.
- Une courbe croissante de rendement en fonction de temps jusqu'à une valeur de maximale de 26,48 %.

D'après ces résultats, on trouve que juste 26,48% du produit adsorbé a été désorbée et libéré de la surface du charbon actif.

### III.4.2. Pour le polluant 2 (Amoxicilline : AMOX)

#### III.4.2.1. Par rapport le charbon $1/3$

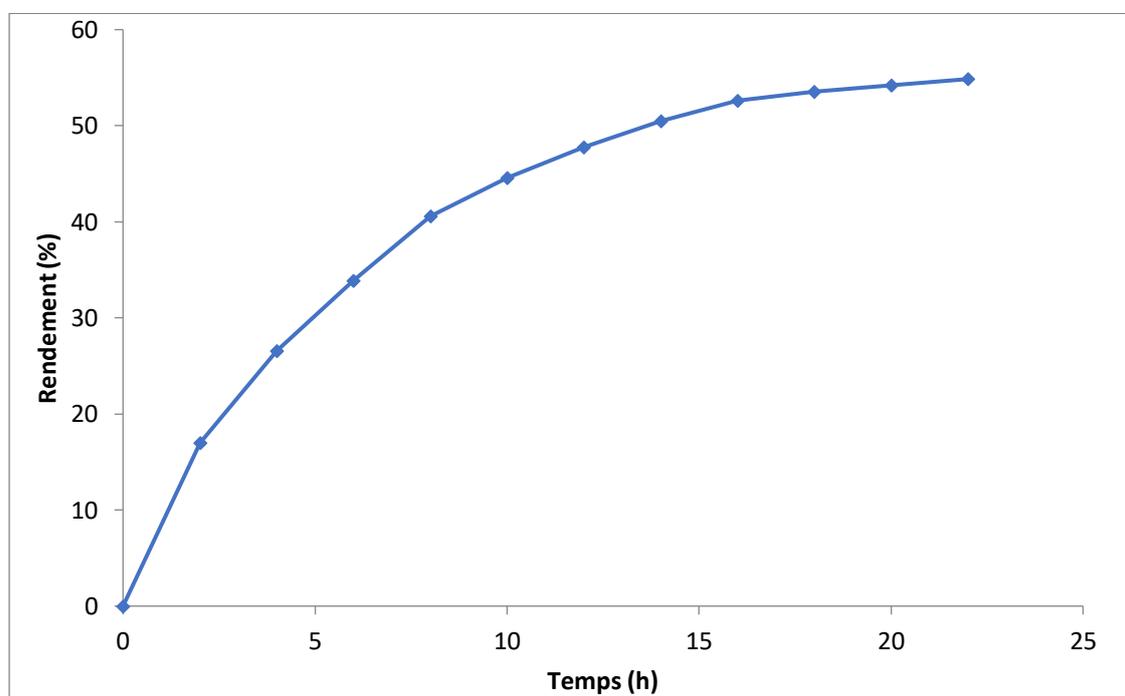
La désorption est réalisée en mettant en contacte un volume bien déterminé de **250 ml** d'eau distillée avec 1 gramme de charbon actif C-FF rapport  $1/2$  saturé en une capacité de **34,64 mg/g** en polluant émergent paracétamol, dans un ballon a col rodé placé dans un appareil Soxhlet. Au fur et mesure que le temps passe Le solvant s'enrichit, en substances désorbées (leur température d'ébullition doit être nettement supérieure à celle du solvant extracteur). L'eau distillée dans le ballon est renouvelée chaque 2 heures pendant un temps global de 20 heures, la lecture de la concentration de la solution riche en polluant émergent désorbé est effectuée par dosage spectrophotométrie dans le domaine du visible

Le Tableau III.5 et la Figure III.12 représentent les résultats désorption de polluant 2 a partir du charbon  $1/3$

**Tableau III.5** : les résultats désorption de polluant 2 par rapport le charbon  $1/3$

Temps (h)	0	2	4	6	8	10	12	14
$C_{dés}$ (mg/l)	0	23,611	13,386	10,158	9,295	5,593	4,425	3,793
$Q_{dés}$ (mg/g)	0	5,903	3,346	2,539	2,324	1,398	1,106	0,948
Masse désorbée en (g)	0	5,903	9,249	11,789	14,112	15,511	16,617	17,565
Rend (%)	0	16,986	26,587	33,887	40,567	44,586	47,766	50,492

<b>Temps (h)</b>	16	18	20	22
<b><math>C_{\text{dés}}(\text{mg/l})</math></b>	2,982	1,228	0,982	0,877
<b><math>Q_{\text{dés}}(\text{mg/g})</math></b>	0,746	0,307	0,246	0,219
<b>Masse désorbée (g)</b>	18,311	18,618	18,863	19,082
<b>Rend (%)</b>	52,635	53,518	54,224	54,854



**Figure III.12 :** La courbe de rendement de désorption de polluant en fonction de temps

### Interprétation

D'après le tableau des valeurs de désorption on remarque que

- La concentration adsorbé ( $C_{\text{dés}}$ ), en premier augmente brusquement puis on remarque qu'elle Diminue en fonction de temps jusqu'à atteindre une faible concentration
- La quantité des polluants désorbée par le charbon ( $Q_{\text{dés}}$ ) diminue a des petit quantités en fontion du temps
- Une courbe croissante de rendement en fonctions de temps jusqu'à une valeur de 54,85 % montre qu'il y a un bon rendement de désorption.

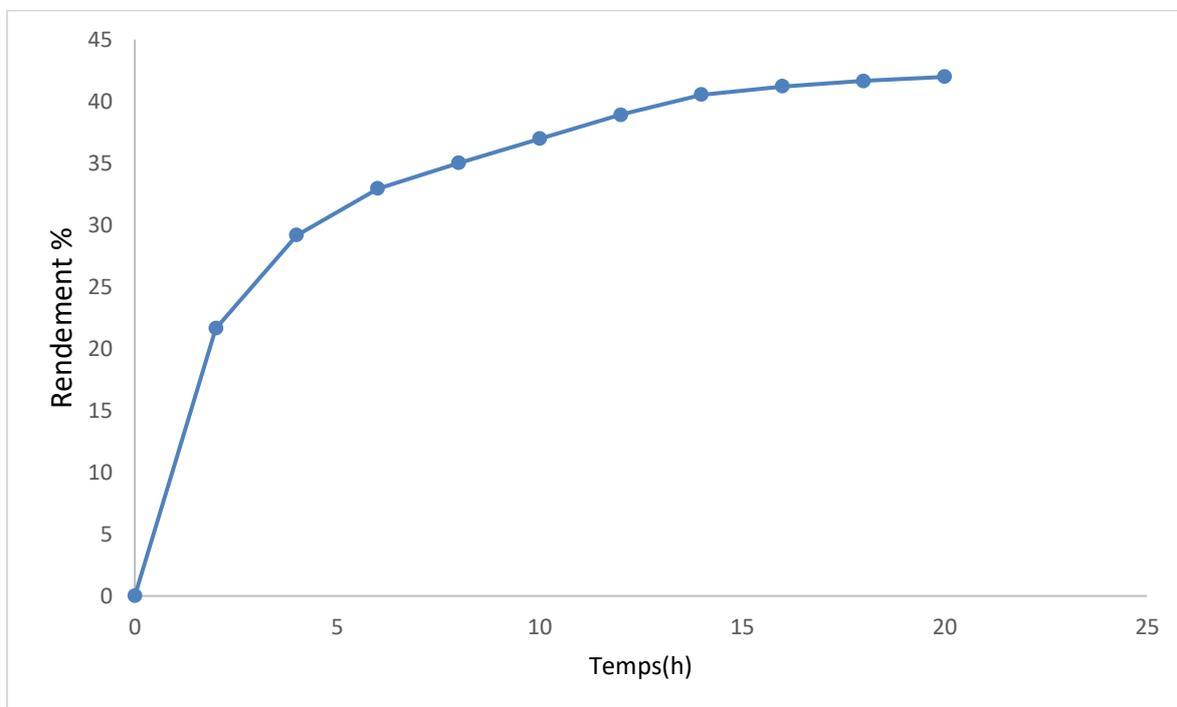
De ce fait on a constaté que l'Amoxicilline s'est détachée des surfaces internes et externes de ce charbon actif avec un taux de 54,85%.

**III.4.2.2. Par rapport le charbon ½**

Le Tableau III.6 et la Figure III.13 représentent les résultats de désorption de polluant 2 a partir du charbon ½

**Tableau III.6 : les résultats désorption de polluant 2 à partir du charbon½.**

Temps (h)	0	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
C <sub>dés</sub> (mg/l)	0	23,747	8,281	4,140	2,274	2,133	2,140	1,782	0,733	0,477	0,372
Q <sub>dés</sub> (mg/g)	0	5,937	2,070	1,035	0,568	0,533	0,535	0,446	0,183	0,119	0,093
Masse désorbée (g)	0	5,937	8,007	9,042	9,611	10,144	10,679	11,125	11,308	11,427	11,520
Rend (%)	0	21,637	29,182	32,954	35,026	36,969	38,919	40,543	41,212	41,646	41,985



**Figure III.13 :** La courbe de rendement de désorption de polluant 2 en fonction du temps pour le charbon ½.

### Interprétation

D'après le tableau des valeurs de désorption en fonction du temps on a remarqué que :

- La concentration désorbée par le charbon actif diminue en fonction du temps, au début l'évolution est rapide, Après elle diminue jusqu'à des faibles concentrations.
- La quantité de polluant désorbé par 1g de charbon actif ( $Q_m$ ) diminue rapidement jusqu'à qu'elle atteinte une valeur très faible.
- La masse du polluant émergent désorbé en gramme augmente progressivement en fonction du temps.
- En fin la courbe de rendement de cette désorption en fonction du temps résulte une augmentation de rendement jusqu'à son stabilisation à une valeur de 41,98%.

On peut conclure que l'Amoxicilline a subi une désorption moyenne allons à 41,98%.

#### III.4.3. Comparaison des résultats

D'après les résultats obtenus et les graphes de rendement, on trouve que :

- Le charbon 1/3 libère l'Amoxicilline plus que le paracétamol vu que les rendements de désorption est de 41,67% et 54,85% pour le Paracétamol et l'Amoxicilline respectivement,
- La même chose pour le charbon 1/2 où le rendement de désorption de l'Amoxicilline est plus élevé que celui de Paracétamol ;

En comparant le taux de désorption des polluants à partir des deux charbons, on trouve que :

La désorption du Paracétamol est meilleure pour le charbon rapport 1/3 pour le charbon rapport 1/2 ;

- De même pour l'Amoxicilline, la désorption est plus importante dans le cas du charbon 1/3.

Ces résultats peuvent être expliqués par la nature des molécules pharmaceutiques. Vu que l'Amoxicilline a une taille plus importante que le Paracétamol donc elle est probablement adsorbée beaucoup plus à la surface des adsorbants, ce qui a favorisé sa désorption ; cependant la petite taille de Paracétamol a rendu, sa désorption plus difficile, elle se trouve en grande partie dans les parois internes des charbons actifs.

**Tableau III.7:** Comparaison des résultats des rendements de désorption.

	Polluant 1 : Paracétamol	Polluant 2 : Amoxicilline
Adsorbant 1 : Charbon 1/3	41,67 %	54,85 %
Adsorbant 2 : Charbon 1/2	26,48 %	41,98 %

# *Conclusion Générale*

## *Conclusion*

Ce travail avait pour objectif l'étude la récupération des deux produits pharmaceutiques considérés comme polluants émergents l'Amoxicilline et le Paracétamol à partir des charbons actif saturés par le procédé de désorption en utilisant la méthode de Soxhlet. Le plan d'étude comporte deux volets ; Le premier est axé sur l'adsorption de deux polluants par différents charbons actifs ; le deuxième volet est dirigé a la désorption des polluants adsorbés. L'étude des résultats obtenus a permis de conclure les points suivants :

Pour chaque charbon, le polluant s'est désorbé progressivement jusqu'à ce que le système atteigne un état d'équilibre. En outre, la courbe de rendement en fonction du temps augmente graduellement jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint

Le charbon rapport 1/3 a donné des résultats plus importants que le charbon actif rapport 1/2, on a trouvé un rendement de 41,67% et 54,85% pour le paracétamol et l'amoxicilline respectivement ; tandis que le rendement de désorption pour charbon rapport 1/2 est de 26,48% et 41,98% pour le Paracétamol et l'Amoxicilline respectivement. Cette différence peut être justifiée par la nature des pores incrustés à la surface active de chaque charbon, aussi à la nature et la structure de chaque produit pharmaceutique Les résultats suggèrent aussi que l'amoxicilline est mieux désorbé par rapport au paracétamol

La taille et la structure des deux molécules a fait le point de différence dans ce cas, la petite taille de paracétamol a permis sa pénétration dans les micropores ce qui rend sa désorption plus difficile et plus lente, au contraire l'Amoxicilline est beaucoup plus fixé à la surface externe des charbons actifs vu sa taille plus grande ,ce qui rend sa désorption plus facile.

*Références*

*Bibliographiques*

- [1] World Health Organization.. Guidelines for drinking-water quality. 4th Edition ; (2011) .
- [2] Fent K, Weston A, Caminada D. Ecotoxicology of human pharmaceuticals. *Aquat Toxicol.*(2006) .
- [3] Jones OA, Lester JN, Voulvoulis N. Pharmaceuticals: a threat to drinking water. *Trends Biotechnol* ; (2005).
- [4] R, Konduru, T, Ramakrishna, T. Viraraghavan. Dye removal using low cost adsorbents. *Water Science and Technology.* (1997).
- [5] Hem Lata, V.K. Garg, R.K. Gupta. Removal of a basic dye from aqueous solution by adsorption using *Parthenium hysterophorus*: An agricultural waste. *Dyes and Pigments.*(2007) .
- [6] ] CHAOUCH Noura. " Utilisation des sous-produits du palmier dattier dans le traitement physico-chimique des eaux polluées." thèse de doctorat. Université hadj Lakhdar–Batna ; (2014).
- [7] O. Bouras. Propriétés adsorbantes d'argiles pontées organophiles : synthèse et caractérisation. Thèse de doctorat, E.D.S.T.S, Université de Limoges (2003).
- [8] International Union of Pure and Applied Chemistry. *Pure & Appl. Chem.*, (1985).
- [9] Sarah Khirani. Procédés hybrides associant la filtration membranaire et l'adsorption/échange ionique pour le traitement des eaux usées en vue de leur réutilisation. Thèse de doctorat. Institut national des sciences appliquées de Toulouse. (2007).
- [10] J. Omlin, L. Chesaux. Evaluation de charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne. (2010).
- [11] N. Bouziane. Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre, Mémoire de Magister, Université Mentouri de Constantine. (2007).
- [12] Lenntech. Traitement de l'eau et de l'air. (2004).

- [13] D. Tadjia. Étude de la préparation d'un charbon actif à partir des grains d'olives et application sur des rejets industriels, Thèse de magister (2011).
- [14] S. Khirani. Procédés hybrides associant la filtration membranaire et l'adsorption/échange ionique pour le traitement des eaux usées en vue de leur réutilisation. Thèse de doctorat, institut national des sciences appliquées de Toulouse, (2007).
- [15] Young. Encyclopedia of Chemical Technology 17, Nuts, Kirk-Othmer (1996).
- [16] K. Gergova, N. Petrov, S. Eser. Carbon 32, 4, Adsorption properties and microstructure of activated carbons produced from agricultural by-products by steam pyrolysis (1994) .
- [17] A. Lambiotte. Process of continuous carbonation of cellulosic materials. US Patent 2, (1942).
- [18] V. H. Blucher, D. Ruiter. Process for producing granulated activated carbon. US Patent 5, (1999).
- [19] H. Teng, and Wang. Preparation of porous carbons from phenol formaldehyde resins with chemical and physical activation, Carbon 38, (2000) .
- [20] M.P.M. Whittaker, L.I. Grindstaff. Production of activated carbon from rubber and a carbonaceous binder, US Patent 3, (1974) .
- [21] C.L. Teng, F-S. Wang. Intermittent contiguous method for recovering refined activated carbon from waste tires and the like and the device therefor, US Patent 5, (1999).
- [22] N.R. Khalili, H. Arastoopour, L.K. Walhof. Synthesizing carbon from sludge, US Patent 6, (2000).
- [23] A. Nanane, A. Mekarzia, K. Benrachedi, N. Belhaneche-Bensemra, A. Hellal. Determination of the adsorption capacity of activated carbon made from coffee grounds chemical activation with  $ZnCl_2$  and  $H_3PO_4$ . Journal of Hazardous Materials, B119 (2005).

- [24] L. B. Khalil. Adsorption Sci. And Technol., Vol.17, No 9, (2004).
- [25] F. Rodriguez-Reinoso, J.M. Martin-Martinez, M. Molina-Sabio, I. Perz-Lledo, C. PradoBurguete. Carbon 23, 1, (2005).
- [26] J. Laine, A. Calafat. Factors affecting the preparation of activated carbons from coconut shells catalyzed by potassium, Carbon 29, (1991).
- [27] H.M. Mozammel, O. Marsahiro. Activated charcoal from coconut shell using  $ZnCl_2$  activation. Biomass and Bioenergy 22, (2002).
- [28] F.J. Rodriguez-Reinoso, M. Molina-Sabio. Activated carbons from lignocellulosic materials by chemical and/or physical activation, An overview. Carbon 30, (1992).
- [29] M. Ahmadena, W.E Marshall, R.M. Rao. Granular activated carbons from agricultural by-Products. Preparation, Properties, and Application in Cane Sugar Refining, Baton Rouge LSU Ag Center Bulletin, (2001).
- [30] R. Shawabkeh, D.A. Rackstraw, R.K. Bhada. Activated Carbon feedstock. US Patent 6, (2001).
- [31] E. Demirbas, M. Kobya, M.T. Sulak, Adsorption kinetics of a basic dye from aqueous solutions onto apricot stone activated carbon, Bioresource technology 99, (2008).
- [32] M. Soleimani, T. Kaghazchi. Adsorption of gold ions from industrial wastewater using activated carbon derived from hard shell of olives stones – An agricultural waste, Bioresource Technology 99, (2008).
- [33] J. Goupy. Modélisation par les plans d'expériences. Technique de l'ingénieur, R275 ;(2000).

- [34] Ayral Catherine Elimination de polluants aromatiques par oxydation catalytique sur charbon actif. Thèse de doctorat (université de Toulouse). (2009).
- [35] Dinesh et al Activatedcarbons and low-cost adsorbents for remediation of tri- and hexavalent chromiumfrom water. HazardousMaterials, (2006).
- [36] M. Salah, préparation et caractérisations d'un charbon actif à partir d'un bitume d'origine pétrolière activation par voie chimique. Mémoire de master en chimie (2011).
- [37][http://www.memoireonline.com/11/13/7701/m\\_L-utilisation-industrielle-du-charbon-actif4.html](http://www.memoireonline.com/11/13/7701/m_L-utilisation-industrielle-du-charbon-actif4.html) (2015) .
- [38] Hazourli, S. Adsorption et électrosorption de composés organiques sur charbon actif(1991).
- [39] S.J.T. Pollard, G.D. Fowler, C.J. Sollars, R. Perry. Low-cost adsorbents for waste and wastewatertreatment:areview. Science of The Total Environment (1992).
- [40] L. Temdrara. Étude des proprietes d'adsorption de carbonactora base d'une compose lignicellulosique par adsorption an phase gazeuse et liquide et par colorimétrie l'immersion application au domaine de l'environnement. Thèse de doctorat, département de chimie, Université de USTHB, (2014).
- [41] Z.Belamri. Elaboration et caractérisation des matériaux polycristallins à base de kaolin DD et KT2. Thèse de magister. Université de Constantine.en grains. Thèse de Doctorat, USTHB, Alger, (2008).
- [42] N.J,Barrow , A mechanistic model for describing the sorption and desorption of phosphate by soil. J. SoilSci,(1983).
- [43] N.S.Bolan, N.J Barrow, A.M Posner,Describing the effect of time on sorption of phosphate by iron and aluminium hydroxydes. J. SoilSci, (1985).
- [44] Berčič, G., Pintar, A., Levec, J., Desorption of phenolfromactivatedcarbon by hot water regeneration. Desorptionisotherms. Ind. Eng. Chem. Res. (1996).
- [45] Le Cloirec, P., Adsorption en traitement de l'air. Tech. Ing. (2003).

[46] Johnson, M.D., Weber, W.J., Rapid Prediction of Long-Term Rates of Contaminant Desorption from Soils and Sediments. *Environ. Sci. Technol.* (2001).

[47] Matthieu Viot a, Valérie Tomaoa., Giulio Colnagui ,Franco Visinoni Farid Chemata New microwave-integrated Soxhlet extraction An advantageous tool for the extraction of lipids from food products *Journal of Chromatography* ,( 2007).

[48] Naji, G., Mellouk, H., Rezzouget, S.A. and Allaf, K. Extraction of Essential Oils of Juniper Berries by Instantaneous Controlled Pressure-Drop: Improvement of DIC Process and Comparison with the Steam Distillation, *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, (2008) .

[49] Peel, R.G., Benedek, A. Attainment of equilibrium in activated carbon isotherm studies. *Environ. Sci. Technol.* (1980).

[50] Morelis, S., van Noort, P.C.M., Kinetics of phenanthrene desorption from activated carbons to water. *Chemosphere* (2008).

[51] Panizza, M., Dirany, A., Sirés, I., Haidar, M., Oturan, N., Oturan, M. A. Complete mineralization of the antibiotic amoxicillin by electro Fenton with a BDD anode. *Journal of Applied Electrochemistry*, (2014).

[52] DRIAD Y. Stabilité du paracétamol: Application à un sachet produit en industrie pharmaceutique [Thèse Pour l'obtention du Diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie]. Nancy : Université Heneri Poincare, Faculté de Pharmacie ; (2009).

[53] Pharmacopée Européenne. 6ème édition. (2008)