



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عبد الحميد بن باديس مستغانم
Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem
كلية العلوم والتكنولوجيا
Faculté des Sciences et de la Technologie
DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES



N° d'ordre : M2...../GP/GC/2021

MEMOIRE

Présenté pour obtenir le diplôme de

MASTER EN GENIE DES PROCÉDES

Option : Génie Chimique

Par

DJEROUROU Mustapha

BENLAHCENE Fayssal

Optimisation des paramètres de préparation d'un charbon actif par le plan surface de réponse.

Soutenu le 12/07/2021 devant le jury composé de :

Président :	A.BENTOUAMI	Pr	Université de Mostaganem
Examineur 1 :	N.BOUBEGRA	M.C.A	Université de Mostaganem
Examineur 2 :	M.KHELLADI	M.A.A	Université de Mostaganem
Examineur 3 :	A.BELHAINE	M.C.B	Université de Mostaganem
Encadrante :	Z.MEKIBES	M.A.A	Université de Mostaganem
Co-encadrante :	L.BESSAD		Université de Mostaganem

Année Universitaire 2020/2021

Dédicaces

On dédie ce travail surtout à nos parents grâce à eux que nous avons trouvé le chemin de la réussite et que nous avons pu suivre convenablement de longues études. Ainsi de nous avoir supportés, dans les deux sens du terme. Sans leur travail et leur courage, rien n'aurait été possible. On ne leur sera jamais trop reconnaissant, ainsi qu'à tous les membres de notre famille, à nos amis (es) et tous ceux qui nous aiment.

Remerciements

Tout d'abord, on tient à remercier le bon Dieu Tout-Puissant pour toutes ses bénédictions dont ce travail fait partie.

On remercie monsieur **A.BENTOUAMI** le président de jury pour avoir accepté de présider ce jury.

On tient à remercier les membres de jury pour avoir accepté de nous avoir examiné notre travail de fin d'étude.

On tient à exprimer notre profonde gratitude et reconnaissance envers notre encadrante **madame Z. MEKIBES**, pour sa patience, encouragements et surtout les efforts qu'elle a faits pour nous avoir accueillies au sein de laboratoire structure.

On remercie vivement notre Co-encadrante **madame L.BESSAD** pour l'intérêt qu'elle a porté à notre travail et pour avoir accepté de nous aider.

Enfin, on remercie tous les professeurs qui ont contribué et influencé d'une manière ou d'une autre sur la réalisation de ce travail grâce à leur enthousiasme durant notre parcours universitaire.

Un remerciement plus particulier pour le professeur **B.BESTANI** pour nous avoir enseigné, encourager et conseiller durant notre parcours universitaire.

Résumé

L'objectif de cette étude est l'optimisation des paramètres de préparation d'un matériau adsorbant «le charbon actif» ayant une capacité d'adsorption et un rendement massique optimaux, à partir d'une biomasse végétale. Le rendement en adsorbant activé, l'indice d'Iode et l'indice de Bleu de Méthylène pour le charbon actif préparé ont été étudiés. Les effets des paramètres expérimentaux, tels que le rapport d'imprégnation, la température de carbonisation et le temps de séjour sur le processus d'activation, ainsi que leurs interactions mutuelles sont déterminés à l'aide d'un plan surface de réponse à trois facteurs, et chaque facteur se caractérise pour trois niveaux, soit un plan de 15 essais. Le traitement des données expérimentales par le logiciel MINITAB a montré que le rapport d'imprégnation et le temps de séjour ont un effet considérable sur le rendement massique et les deux indices. Les résultats obtenus ont été optimisés par l'analyse des diagrammes de contours.

Abstract

The objective of this study is to optimize the parameters for preparing an "activated carbon" adsorbent material with optimum absorption capacity and mass yield, from plant biomass. The yield of activated adsorbent, the iodine number and the methylene blue number for the prepared activated carbon were investigated. The effects of experimental parameters, such as impregnation ratio, carbonization temperature and residence time on the activation process, as well as their mutual interactions are determined using a three-surface response design factors, and each factor is characterized for three levels, ie a design of 15 tests. Processing of the experimental data by the MINITAB software showed that the impregnation ratio and residence time have a considerable effect on the mass yield and both indices. The results obtained were optimized by the analysis of contour diagrams.

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تحضير "كربون منشط" ذا قدرة امتصاص مثالية ومردود كتلي لعملية التحضير المقبول. يتم تحضير الكربون المنشط باستعمال الكتلة الحيوية النباتية. الدراسة فعالية التحضير الكيميائي لهذ الكربون تم حساب نسبة المردود، مؤشر اليود ومؤشر ازرق الميثيلين للكربون المحضر. كذلك تمت دراسة العوامل التجريبية المؤثرة على عملية التفعيل، مثل نسبة التشريب، وقت البقاء في الفرن ودرجة حرارة الكربنة، بالإضافة إلى تداخلات تأثيراتها باستخدام تصميم تجريبي ذو ثلاثة عوامل كامل ويتميز كل عامل بثلاثة مستويات، اي تصميم 15 تجربة. اظهرت معالجة النتائج التجريبية بواسطة برنامج MINITAB أن نسبة التشريب ووقت البقاء في الفرن لهما تأثير كبير على مؤشر اليود ومؤشر ازرق الميثيلين، تم تحسين النتائج التي تم الحصول عليها من خلال تحليل المخططات الكنتورية.

SOMMAIRES

I. Liste des figures	
II. Liste des tableaux	
III. Liste des abréviations	
Introduction générale	1
Chapitre 1 : Synthèse bibliographique	
I. Généralité sur le charbon actif.....	4
I.1.Définition charbon actif.....	4
I.2.Origine du charbon actif.....	4
I.3.Utilisation.....	4
I.4.Différentes formes du charbon actif.....	5
I.4.1.Charbon actif en grain (C-A-G).....	5
I.4.1.1.Avantage du charbon actif granulé.....	5
I.4.2.Charbon actif en poudre (C-A-P).....	6
I.4.2.1.Avantage du charbon actif en poudre.....	6
I.5.Caractérisation du charbon actif.....	6
I.5.1.Indice d'iode.....	6
I.5.1.1.Détermination de l'indice d'iode.....	7
I.5.2.Indice de Bleu de Méthylène.....	7
I.5.2.1.Détermination de l'indice de Bleu de Méthylène.....	7
Chapitre 2 : Méthode des plans d'expériences	
II.1.Introduction.....	9
II.2.Notion d'espace expérimental.....	9
II.3.But de plans d'expériences.....	9
II.4.Logiciel Minitab.....	10

II.5.Types des plans d'expériences.....	11
---	----

Chapitre 3 : Procédure expérimentale

III.1.Facteurs étudiés et domaines de variation.....	13
--	----

III.2.Plan d'expérimentation et résultats expérimentaux.....	13
--	----

III.3.Indice d'iode.....	14
--------------------------	----

III.3.1.Analyse statistique des résultats.....	14
--	----

III.3.2.Evaluation de la qualité du modèle de Pareto.....	14
---	----

III.3.3.ANOVA.....	15
--------------------	----

III.4.Indice de Bleu de Méthylène.....	19
--	----

III.4.1.Analyse statistique des résultats.....	19
--	----

III.4.2.Evaluation de la qualité du modèle de Pareto..... ;	20
---	----

III.4.3.ANOVA.....	20
--------------------	----

III.5.Optimisation.....	25
-------------------------	----

Conclusion générale.....	29
---------------------------------	-----------

Références bibliographiques

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 : Charbon actif granulé.....	5
Figure I.2 : Charbon actif en poudre.....	6
Figure III.1 : Diagramme de Pareto des effets pour l'indice d'iode.....	14
Figure III.2 : Graphiques des effets principaux pour l'indice d'iode.....	15
Figure III.3 : Diagramme des interactions pour l'indice d'iode (Rapport).....	16
Figure III.4 : Diagramme des interactions pour l'indice d'iode (Temps).....	17
Figure III.5 : Diagramme des interactions pour l'indice d'iode (Température).....	17
Figure III.6 : Graphique de contour de l'indice d'iode en fonction de Temps et Rapport.....	18
Figure III.7 : Graphique de contour de l'indice d'iode en fonction de Temps et Température.....	18
Figure III.8 : Graphique de contour de l'indice d'iode en fonction de Température et Rapport.....	19
Figure III.9 : Diagramme de Pareto des effets pour l'indice de Bleu de Méthylène.....	20
Figure III.10 : Graphique des effets principaux pour l'indice de Bleu de Méthylène.....	21
Figure III.11 : Diagramme des interactions des facteurs pour l'indice de Bleu de Méthylène(Rapport).....	22
Figure III.12 : Diagramme des interactions des facteurs pour l'indice de Bleu de Méthylène (Temps).....	22
Figure III.13 : Diagramme des interactions des facteurs pour l'indice de Bleu de Méthylène (Température).....	23
Figure III.14 : Graphique de contour de l'indice BM en fonction de Temps et Rapport.....	24
Figure III.15 : Graphique de contour de l'indice BM en fonction de Temps et Température.....	24
Figure III.16 : Graphique de contour de l'indice BM en fonction de Température et Rapport.....	25
Figure III.17 : Optimisation des réponses d'indice d'iode.....	26
Figure III.18 : Optimisation des réponses d'indice BM.....	26

LISTE DES TABLEAUX

Tableau III.1 : Domaine de la variation des facteurs étudiés.....	13
Tableau III.2 : Plan d'expérimentation et résultats obtenus.....	13
Tableau III.3 : Analyse de la variance d'Ii.....	15
Tableau III.4 : Analyse de la variance d'I _{BM}	20
Tableau III.5 : les conditions optimales d'adsorption d'un charbon actif.....	27

ABREVIATIONS

ANOVA: Analyse de la variance.

BM : Bleu de Méthylène.

I_i : Indice d'iode.

IBM : Indice de Bleu de Méthylène.

Tps : Temps.

T : Température de carbonisation.

R² : Coefficient d'ajustement.

F : Test de Fisher.

P : Test de probabilité.

Introduction Générale

Introduction générale

La préoccupation d'une vie saine et d'un éco système vivable est devenue une priorité pour trouver les méthodes et des processus afin d'éliminer cette pollution envahit par les déchets solide et les effluents liquides qui sont rejeté par les divers industries et cela depuis des siècles. La forte industrialisation et de consommation excessive de différents produits, tout le monde ressent les conséquences des dépotoirs encombrés des déchets, des lieux contaminés ainsi que de l'eau pollués.

Penser à la valorisation des déchets a permis à la contribution de préserver l'environnement et à dépolluer le milieu aquatique. La protection des ressources naturelles est donc au cœur de la gestion de la pollution et la protection de l'environnement, ainsi que la préservation de la santé humaine.

Tous les matériaux bon marché, tels que les déchets de la biomasse : plante saharienne [1], peau de pomme [2], noyaux des dattes [3], noyaux d'olives [4,5], noyaux de pêche [6], épis de maïs [7], grains de café [8] et marc de café [9,11], sciures de bois [12], algues marines [13], noyaux de jujube [14], riches en carbone peuvent être utilisés comme précurseurs pour la production de charbons actifs.

La préparation de ces derniers à partir des déchets végétaux est pourtant très intéressante du point de vue économique, car nous profitons, à partir de transformations simples, d'une application directe de ces matériaux de départ pour résoudre un problème environnemental majeur.

L'adsorption sur charbon actif est l'une des méthodes de traitements la plus répandue dans la dépollution des eaux. De par son efficacité, sa simplicité et son coût de réalisation, est devenue une méthode analytique de choix.

Cette étude s'inscrit dans le cadre de la protection de l'environnement. Pour cela, nous avons utilisé les résultats de trois paramètres qui sont : le rapport d'imprégnation, la température de carbonisation et le temps de séjours d'un charbon actif préparé à partir d'une biomasse végétale.

Ces paramètres d'activation (temps / température / rapport) sont utilisés pour la modélisation par un plan d'expérience de surface de réponse afin d'optimiser ces paramètres.

Le manuscrit comporte trois parties :

- Dans la première partie, on a fait une étude bibliographique relative aux définitions des charbons actifs et leur caractéristique.
- Dans La deuxième partie, on a parlé sur la méthode de plans d'expériences et son logiciel Minitab18.
- Dans la troisième partie, on a abordés la description de la procédure expérimentale :
 - Matériels et les méthodes consacrés à la modélisation des donnés imposés et des résultats obtenus.
 - l'indice d'iode et l'indice de Bleu de Méthylène en fonction des conditions opératoires en utilisant un plan d'expériences afin de mieux comprendre la variation des résultats des deux caractéristiques en fonction des paramètres imposés, de connaître les facteurs les plus influents et de détecter les éventuelles interactions existantes entre ces variables.

Enfin, on a clôturés notre étude par une conclusion générale qui résume nos résultats obtenus.

CHAPITRE 1 :
SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

I. Généralité sur le charbon actif

I.1. Définition charbon actif

Le charbon actif (ou activated carbon) ou encore charbon activé a une structure poreuse, il est obtenu à partir de matières organiques carbonisées, puis activées. Il présente une très grande surface spécifique qui lui confère un fort pouvoir adsorbant, il existe sous forme de poudre et de grains.

Le conseil Européen des fédérations de l'industrie chimique (**C.E.F.I.C**) les définit comme suite : « Les charbons actifs sont des produits carbonés dotés d'une structure poreuse présentant une très grande surface de contact interne. Ces matériaux issus des procédés industriels peuvent adsorber une large variété de substances qui se fixent sur leurs surfaces internes, ils sont par conséquent appelés adsorbants ».

I.2. Origine du charbon actif

Le charbon actif est obtenu à partir d'un grand nombre de matériaux contenant du carbone organique et inorganique, qu'ils soient d'origine animale, végétale ou minérale, tels que les matières bitumineuses et le lignite, la cellulose [17], le marc de café [18], La tourbe, le bois, les coques, les résines et les pneus automobiles usagés [19,20].

Le végétale est le plus utilisé, car un grand nombre de sous-produits agricoles sont utilisés actuellement pour la fabrication des charbons actifs. Parmi les plus courants et rentables commercialement : les coques de noix, les noyaux de fruit, d'olives, de pecan [21,22] et les coques d'amandes [23,25].

On peut aussi compter les grains d'haricots et de coton, l'épi de maïs, cosse de riz. Il en est de même pour le sucre qui est source d'un charbon actif de grande pureté [26] ainsi que beaucoup d'espèce d'arbres et de plantes.

I.3. Utilisation

Le charbon actif est utilisé pour :

- La décoloration des jus sucrés et des graisses végétales.
- La production d'eau potable, pour ses propriétés de catalyseur dans le traitement des eaux (désodorisation par décoloration et détoxification de l'eau ozonée).
- La récupération des solvants.
- Le conditionnement de l'air.

I.4. Différentes formes du charbon actif

Les formes du charbon actif les plus utilisés sont :

- Le charbon actif en grain (C-A-G).
- Le charbon actif en poudre (C-A-P).

I.4.1. Charbon actif en grain (C-A-G)

La forme granulaire du charbon est caractérisée par une taille des particules supérieure à 1mm, un faible diamètre des pores, une grande surface interne et une externe relativement faible. Il en résulte que les phénomènes de diffusion à l'intérieur des pores prennent une grande importance dans le processus d'adsorption.



Figure 1.1 : Charbon actif granulé.

I.4.1.1. Avantage du charbon actif granulé

- Le charbon actif granulé a une capacité d'adsorber une partie de presque toutes les vapeurs.
- Il a une grande capacité d'adsorption pour les substances organiques en particulier les solvants.
- Il retient un grand nombre de substances chimiques en même temps.
- Il fonctionne bien dans un domaine large de température et d'humidité.
- Il est inerte et on peut l'utiliser en toute sécurité.
- Il est facilement disponible et de bon marché.

I.4.2. Charbon actif en poudre (C-A-P)

Les charbons actifs en poudre présentent une granulométrie inférieure à 100 μm avec un diamètre moyen situé entre 15 et 25 μm .

Ils ont une large surface externe et une faible profondeur de diffusion, ce qui engendre une vitesse d'adsorption très rapide.



Figure 1.2 : Charbon actif en poudre.

I.4.2.1. Avantage du charbon actif en poudre

- Le charbon actif en poudre est 2 à 3 fois moins cher que le charbon en granulé
- Des quantités supplémentaires peuvent être rajoutées en cas de pointes de pollution accidentelles ou temporaires.
- L'adsorption est rapide dans la mesure où une grande partie de la surface de contact est directement disponible.

I.5. Caractérisation du charbon actif

Avant leur utilisation, les charbons actifs préparés passent par une caractérisation simple effectuée au laboratoire, c'est la détermination de l'indice d'iode et l'indice de Bleu de Méthylène.

1.5.1. Indice d'iode

L'indice d'iode est la quantité d'iode adsorbée par gramme de charbon actif lorsque la concentration à l'équilibre est de 0,02 normale (ASTM D4607, LAS2752).

Cet indice est très important pour la caractérisation des charbons actifs, parce qu'il donne une indication essentielle sur la surface disponible pour les substances de petite taille (micropores) [31].

I.5.1.1.Détermination de l'indice d'iode

Pour déterminer l'indice d'iode de chaque charbon actif, il faut :

- Une solution d'acide chlorhydrique de concentration 5% (v / v).
- Une solution d'iode 0,1 N.
- Une solution de thiosulfate de sodium de concentration 0,1 N.

1.5.2. Indice de Bleu de Méthylène

L'indice de Bleu de Méthylène est le nombre de milligrammes du Bleu de Méthylène adsorbés par un gramme de charbon actif lorsque la concentration à l'équilibre du Bleu de Méthylène est égale à 1 mg/L. Ce dernier donne une indication sur la surface disponible pour les adsorbants micro et méso poreux. La surface occupée par une molécule de Bleu de Méthylène est de 130\AA^2 [32].

I.5.2.1.Détermination de l'indice de Bleu de Méthylène

Pour détermine l'indice de Bleu de Méthylène de notre charbon, il faut :

- Une solution d'acide acétique (0.25%).
- Une solution d'acide acétique (50%).
- Une solution de BM de concentration (1200mg/L).
- Des solutions du BM de concentration déferent (120 mg/l) à partir de solution de (1200mg/l) en utilisent l'acide acétique de 0.25%.

CHAPITRE 2 :
Méthode des plans d'expériences

II.1.Introduction

La démarche d'assurance qualité fait appel à la prévention et au progrès permanent dans les domaines de l'organisation de la qualité, de l'obtention des performances du produit et de la maîtrise des processus associés aux procédés industriels.

Le plan d'expériences peut aider à la conception et à l'industrialisation du produit, ainsi qu'à la résolution de problèmes complexes d'optimisation lors de la production du produit. Il s'intègre donc parfaitement dans la démarche qualité.

Les résultats que vous attendez de ces étapes seront obtenus avec un maximum de rigueur et beaucoup plus rapidement qu'avec les méthodes traditionnelles.

II.2. Notion d'espace expérimental

Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai. Cette grandeur s'appelle « la réponse », c'est la grandeur d'intérêt. La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables. Au lieu du terme «variable» on utilisera le mot facteur. La réponse dépend donc de un ou de plusieurs facteurs.

Le premier facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté. La valeur donnée à un facteur pour réaliser un essai est appelée niveau. Lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, en général, on limite ses variations entre deux bornes. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut.

II.3.But de plans d'expériences

Les plans d'expériences nous permettent d'analyser simultanément les effets de variables d'entrée (facteurs) sur une variable de sortie (réponse). Ces plans d'expériences consistent en une série d'essais (ou tests) au cours desquels les variables d'entrée sont intentionnellement modifiées, des données sont collectées à chaque essai.

Les plans d'expériences permettent d'identifier les conditions des procédés et les composants des produits qui influent sur la qualité, et de déterminer ainsi les paramètres de facteurs offrant des résultats optimaux.

Pour obtenir des informations pertinentes, une démarche méthodologique doit être suivie :

- Définition des objectifs et critères.
- Définition des facteurs à étudier et du domaine expérimental.
- Construction du plan d'expériences.
- Expérimentation.
- Analyse des résultats.
- Conduite éventuelle d'essais supplémentaires.
- Validation des résultats.
- Conclusion de l'étude.

A l'issue de cette procédure, on pourra conclure sur les résultats obtenus par les plans d'expériences.

II.4. Logiciel Minitab

Minitab est un logiciel statistique mis au point à l'origine par le Département de Statistique de l'Université de Pennsylvanie (U.S.A).

Il fournit un moyen simple et efficace de saisir les données statistiques, de manipuler ces données, d'identifier les tendances et les modèles, puis d'extrapoler les réponses aux problèmes actuels. Il s'agit du logiciel le plus utilisé pour les entreprises de toutes tailles petites, moyennes et grandes.

Il est particulièrement bien adapté à l'analyse statistique de petits tableaux de données bien structurés :

- Statistique descriptive.
- Analyse de la variance (ANOVA).
- Méthodes relatives à la corrélation et à la régression simple et multiple.
- Séries chronologiques.
- Tests d'indépendance.
- Méthodes non paramétriques.
- Analyse en composantes principales.
- Analyse discriminante.
- Contrôle statistique de la qualité.
- Plans expérimentaux.

II.5.Types des plans d'expériences

Le logiciel Minitab propose cinq types de plans :

- Plans de criblage.
- Plans factoriels.
- Plans de Taguchi (également appelés plans robustes de Taguchi).
- Plans de mélange.
- Plans de surface de réponse qui est l'objectif de notre étude.

Les étapes de création d'analyse et de visualisation d'un plan d'expériences dans Minitab sont les mêmes pour tous les types de plans. Une fois que vous avez effectué l'expérience et saisi les résultats, Minitab dispose de plusieurs outils analytiques et graphiques pour nous aider à mieux comprendre ces résultats.

CHAPITRE 3 :
Procédure expérimentale

III.1. Facteurs étudiés et domaines de variation

Les facteurs étudiés accompagnés de leur domaine de variation sont donnés dans le tableau ci-dessous :

Tableau III.1 : Domaine de la variation des facteurs étudiés.

Facteurs	Min (-1)	Moy (0)	Max (+1)
Temps (h)	1	1h30	2
Rapport	1/1	1/2	1/3
Température (°C)	500	600	700

III.2. Plan d'expérimentation et résultats expérimentaux

Les résultats obtenus pour l'indice d'iode et l'indice de Bleu de Méthylène sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau III.2 : Plan d'expérimentation et résultats obtenus.

N°d'essais	Tps (h)	Rapport	T (°C)	Ii (mg/g)	Ii prédit	IBM (mg/g)	IBM prédit
1	1	1/1	600	515,78	560,10	103,32	283,83
2	2	1/1	600	615,68	977,37	106,58	283,83
3	1	1/3	600	2001,70	1640,01	153,95	283,83
4	2	1/3	600	633,45	589,13	298,47	283,83
5	1	1/2	500	852,63	984,09	89,47	283,83
6	2	1/2	500	779,14	593,23	120,24	283,83
7	1	1/2	700	603,17	789,08	120,52	283,83
8	2	1/2	700	677,79	546,33	163,16	283,83
9	1.5	1/1	500	760,14	584,36	54,40	283,83
10	1.5	1/3	500	639,78	870,01	22,37	283,83
11	1.5	1/1	700	633,45	403,22	147,63	283,83
12	1.5	1/3	700	633,45	809,23	186,67	283,83
13	1.5	1/2	600	463,40	462,34	146,05	189,22
14	1.5	1/2	600	461,20	462,34	146,05	189,22
15	1.5	1/2	600	462,41	462,34	146,05	189,22

III.3. Indice d'iode

III.3.1. Analyse statistique des résultats

Le logiciel Minitab nous a permis d'obtenir une équation modèle non codée reliant les niveaux des paramètres avec l'indice d'iode et l'indice de bleu de méthylène grâce aux données initiales (expérimentales) fournies :

$$I_i = 21199 + 4803 \text{ Tps} - 39206 \text{ Rapport} - 4,8 \text{ T} + 1082 \text{ Tps} * \text{Tps} + 20892 \text{ Rapport} * \text{Rapport} - 0,0005 \text{ T} * \text{T} - 7341 \text{ Tps} * \text{Rapport} + 0,74 \text{ Tps} * \text{T} + 3,0 \text{ Rapport} * \text{T}$$

Le résultat du coefficient de détermination R^2 , qui est le rapport entre la variation due au modèle de la variation totale, montre que le modèle à un ajustement $R^2 = 72,62\%$, il reste $27,38\%$ qui n'est pas expliqué par le modèle (c'est le manque d'ajustement).

III.3.2. Evaluation de la qualité du modèle de Pareto

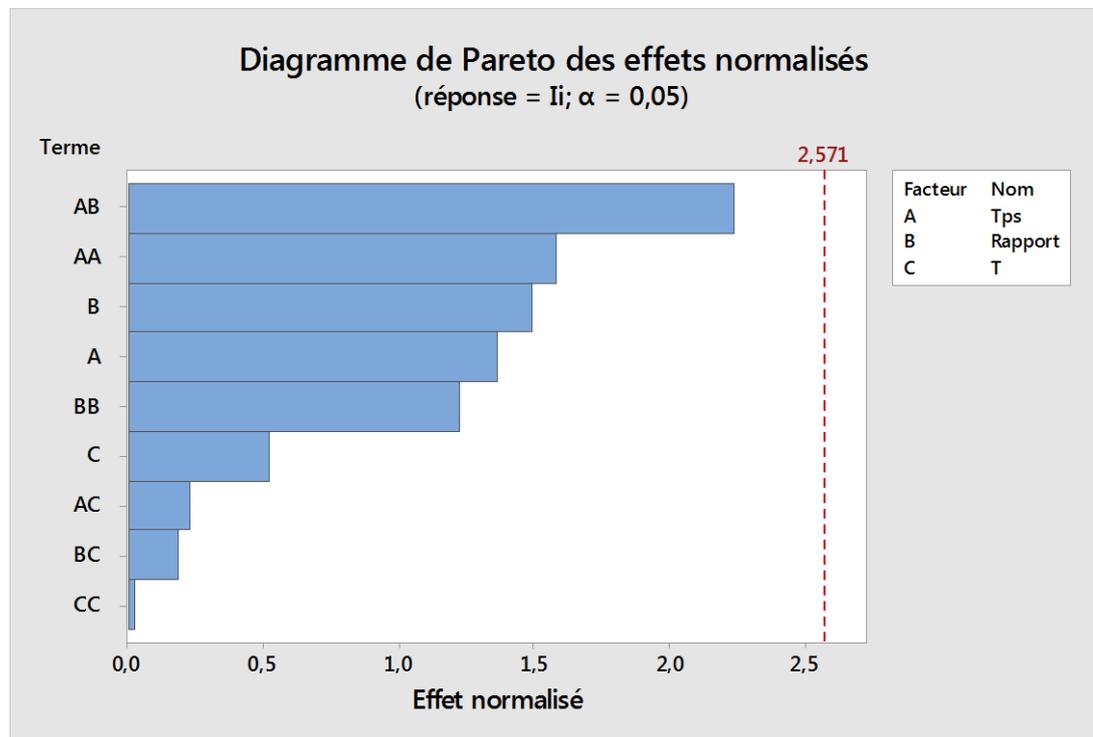


Figure III.1 : Diagramme de Pareto des effets pour l'indice d'iode.

Ce diagramme prédit les effets des trois facteurs sur l'indice d'Iode, On remarque que le rapport suivi par le temps sont les plus influents sur la microporosité du charbon actif.

III.3.3.ANOVA

Tableau III.3 : Analyse de la variance d'Ii.

Facteurs	P	F	Signification
Tps	0,214	1,77	Non significatif
Rapport	0,281	1,41	Non significatif
T	0,898	0,11	Non significatif

Avec : (P<0,05)

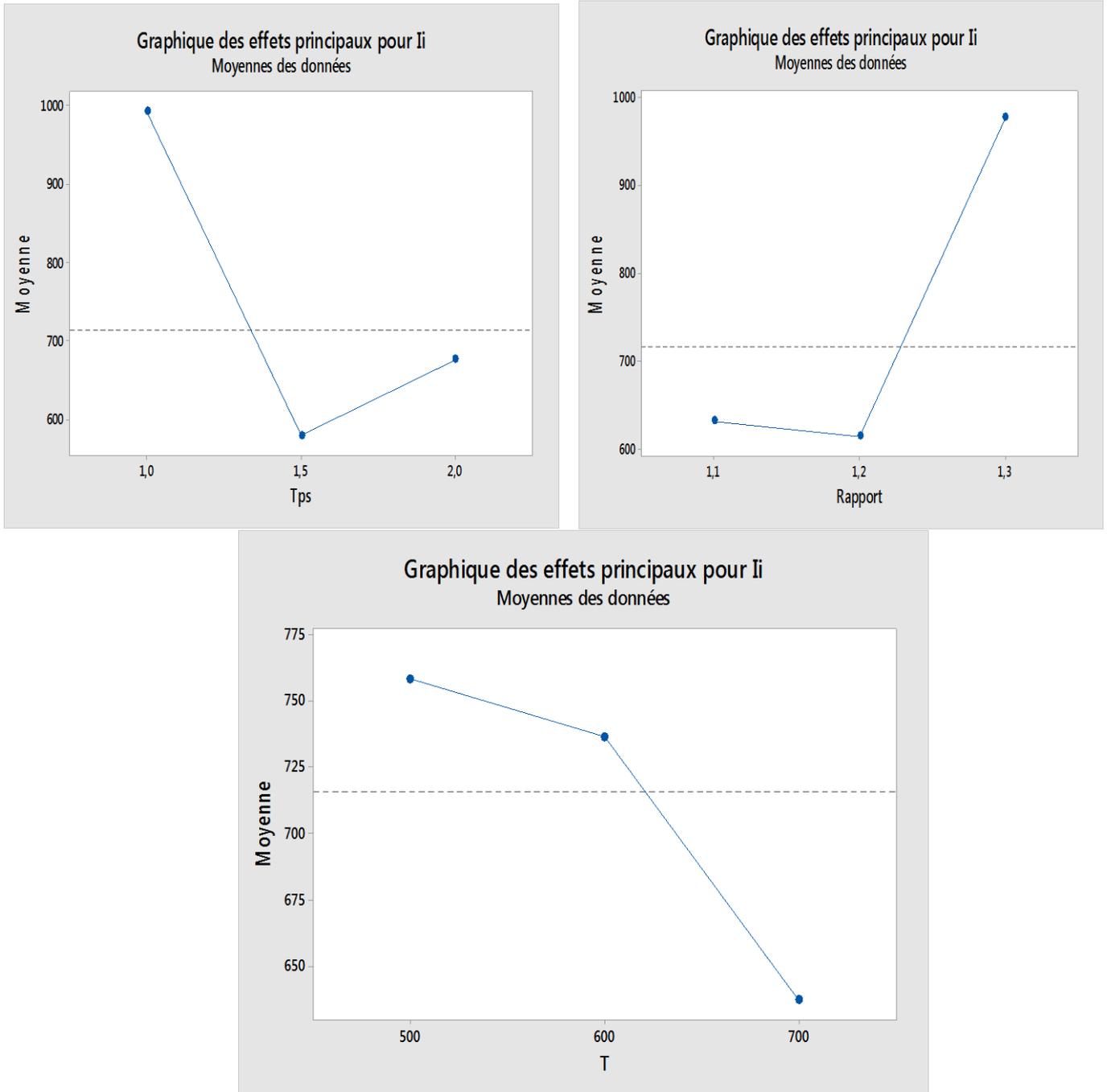


Figure III.2 : Graphiques des effets principaux pour l'indice d'iode.

D'après les graphiques des effets principaux pour l'indice d'iode, on remarque que :

- L'indice d'iode est supérieur quand on utilise le temps 1 heure.
- L'indice d'iode augmente avec l'augmentation de rapport d'imprégnation.
- L'indice d'iode diminue avec l'augmentation de la température.

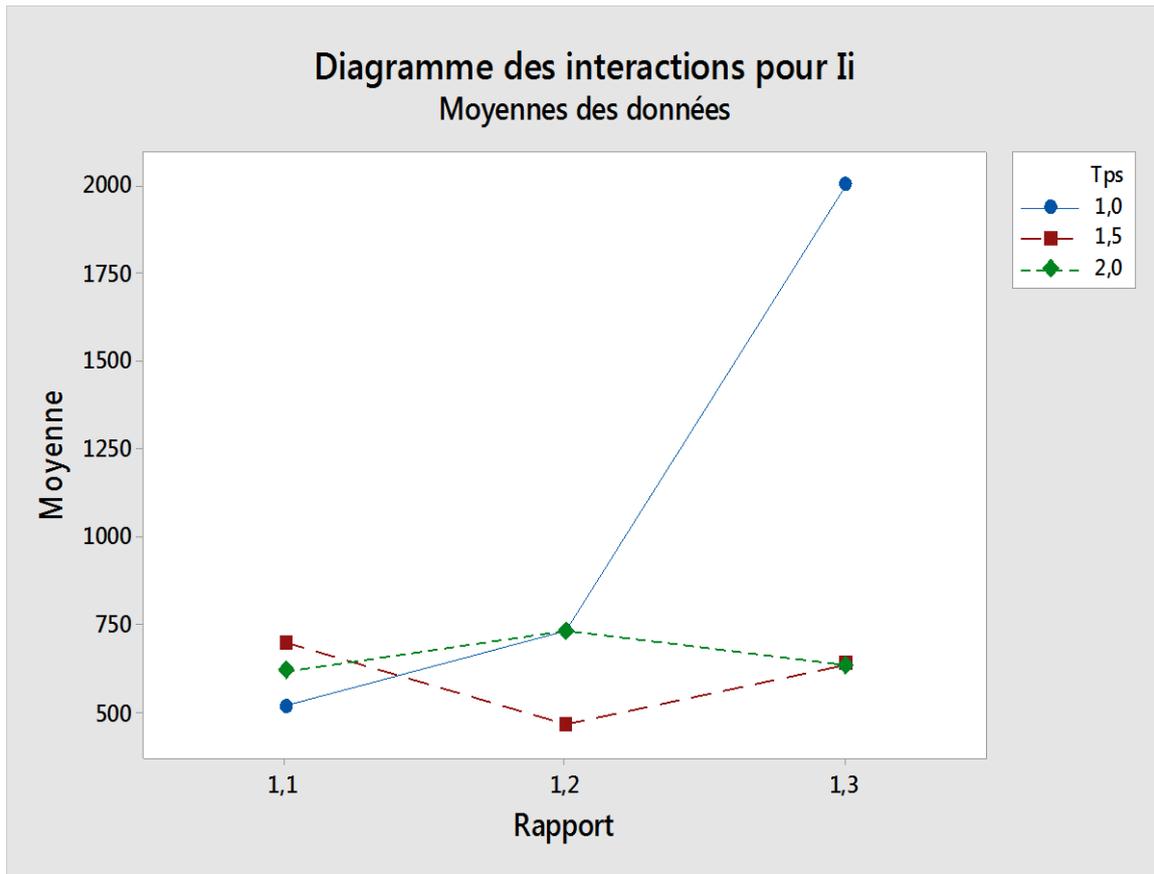


Figure III.3 : Diagramme des interactions pour l'indice d'iode (Rapport).

- Suivant le diagramme des interactions, la moyenne d'indice d'iode est supérieure quand on utilise le rapport 1/3 avec un temps 1h.

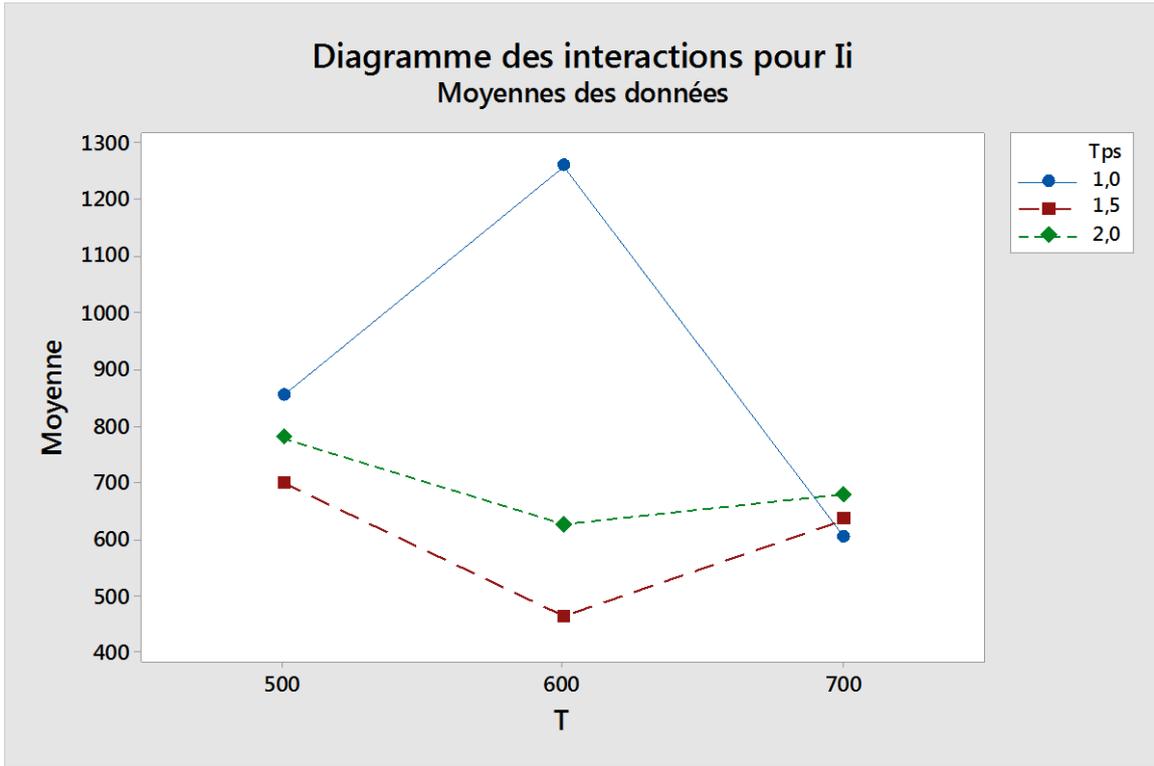


Figure III.4 : Diagramme des interactions pour l'indice d'iode (Temps).

- D'après les résultats obtenus, on préfère travailler avec un temps de séjour 1h avec une température de 500 à 600°C.

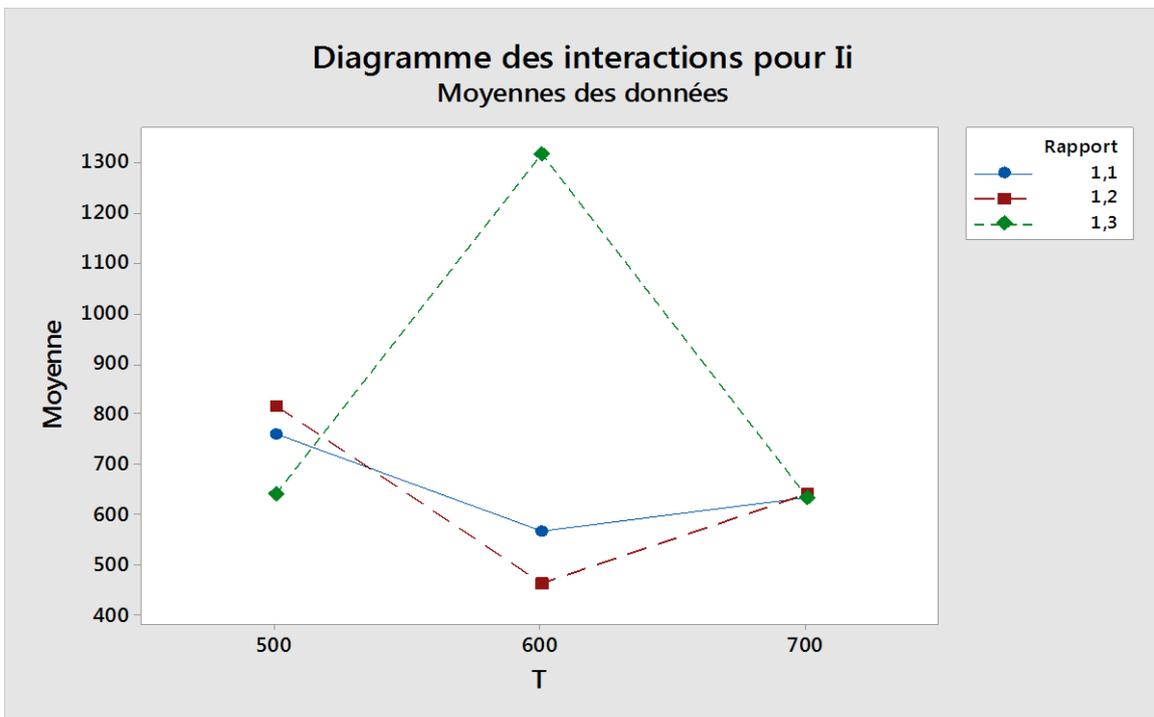


Figure III.5 : Diagramme des interactions pour l'indice d'iode (Température).

- Pour obtenir un bon résultat d'indice d'iode, on travaille avec une température de 500 à 600°C avec un rapport 1/3.

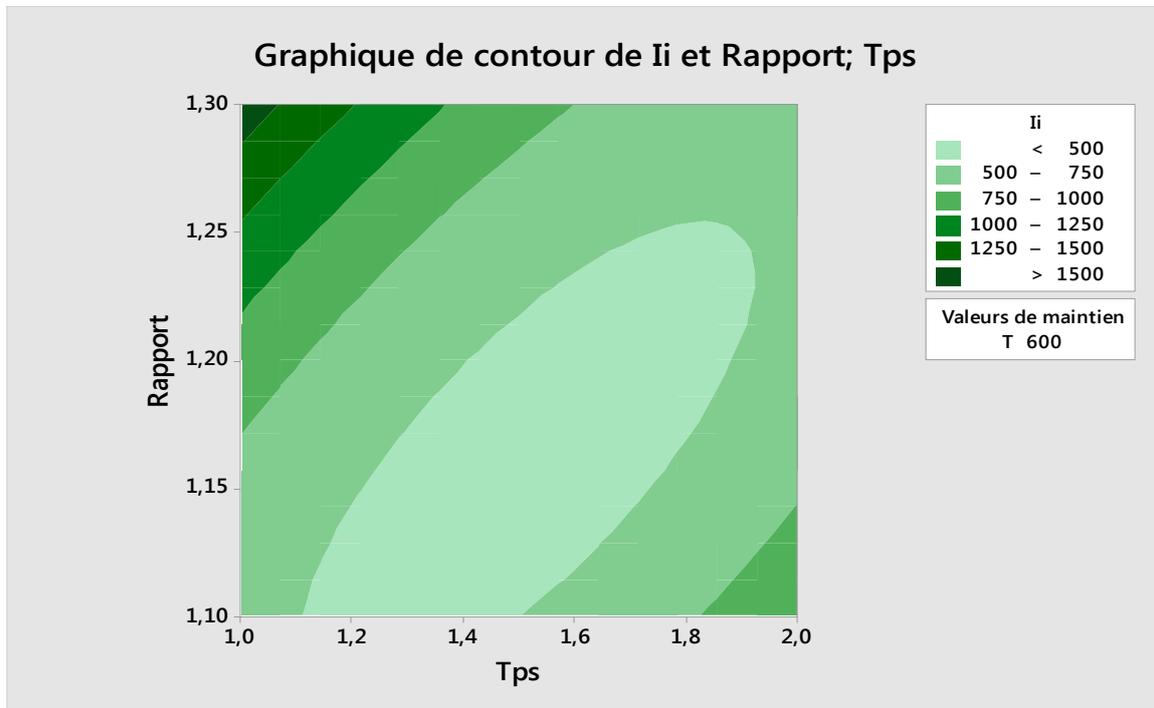


Figure III.6 : Graphique de contour de l'indice d'iode en fonction de Temps et Rapport.

- Suivant le graphique de contour, pour avoir un bon indice d'iode il faut travailler avec un temps de séjour 1h et un rapport d'imprégnation 1/3.

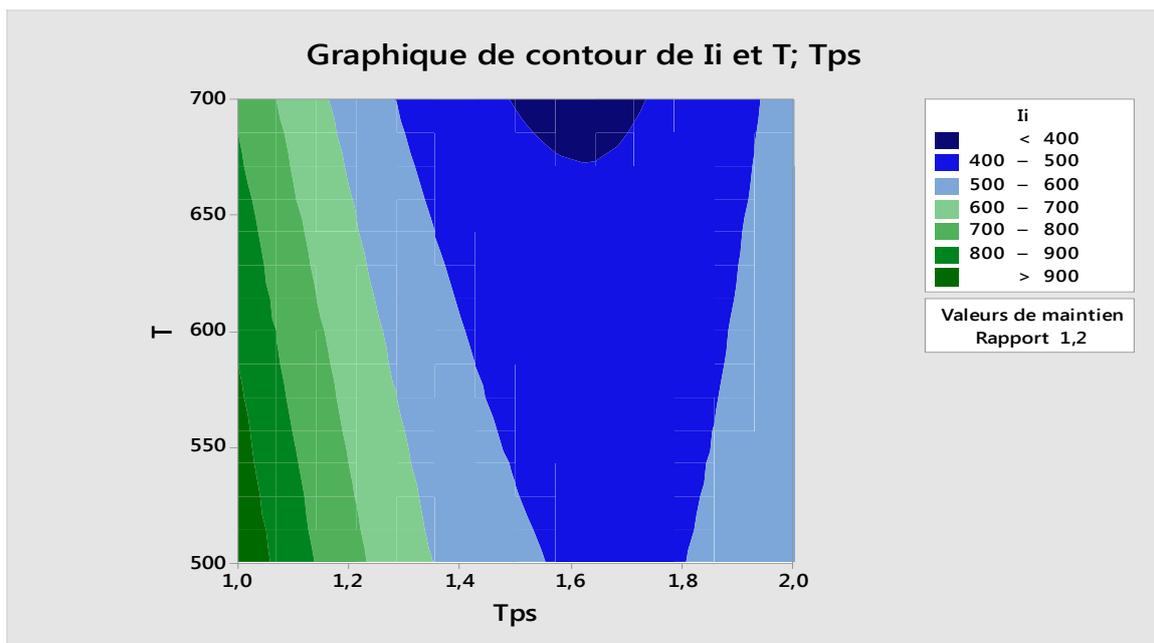


Figure III.7 : Graphique de contour de l'indice d'iode en fonction de Temps et Température.

- On remarque que le temps optimale c'est 1heure et une température comprise entre 500 et 570°C pour une moyenne d'indice d'iode plus efficace.

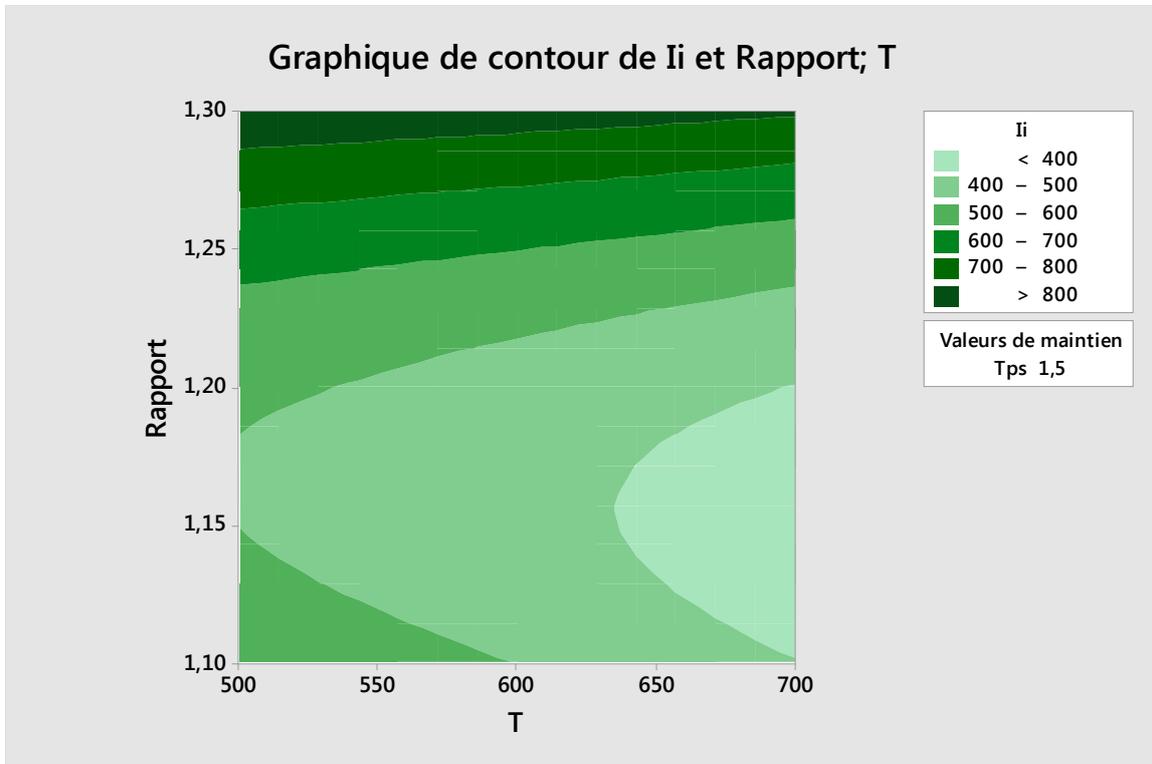


Figure III.8 : Graphique de contour de l'indice d'iode en fonction de Température et Rapport.

- On remarque que l'indice d'iode est supérieur dans l'intervalle (1/3 et 500°C).

III.4. Indice de Bleu de Méthylène

III.4.1. Analyse statistique des résultats

$$I_b = 610 - 1069 \text{ Tps} - 1688 \text{ Rapport} + 3,32 \text{ T} + 80 \text{ Tps} * \text{Tps} - 53 \text{ Rapport} * \text{Rapport} - 0,00428 \text{ T} * \text{T} + 706 \text{ Tps} * \text{Rapport} + 0,059 \text{ Tps} * \text{T} + 1,78 \text{ Rapport} * \text{T}$$

Le résultat du coefficient de détermination R^2 , qui est le rapport entre la variation due au modèle de la variation totale, montre que le modèle à un ajustement $R^2 = 78,30\%$, il reste 21,70 % qui n'est pas expliqué par le modèle (c'est le manque d'ajustement).

III.4.2. Evaluation de la qualité du modèle de Pareto

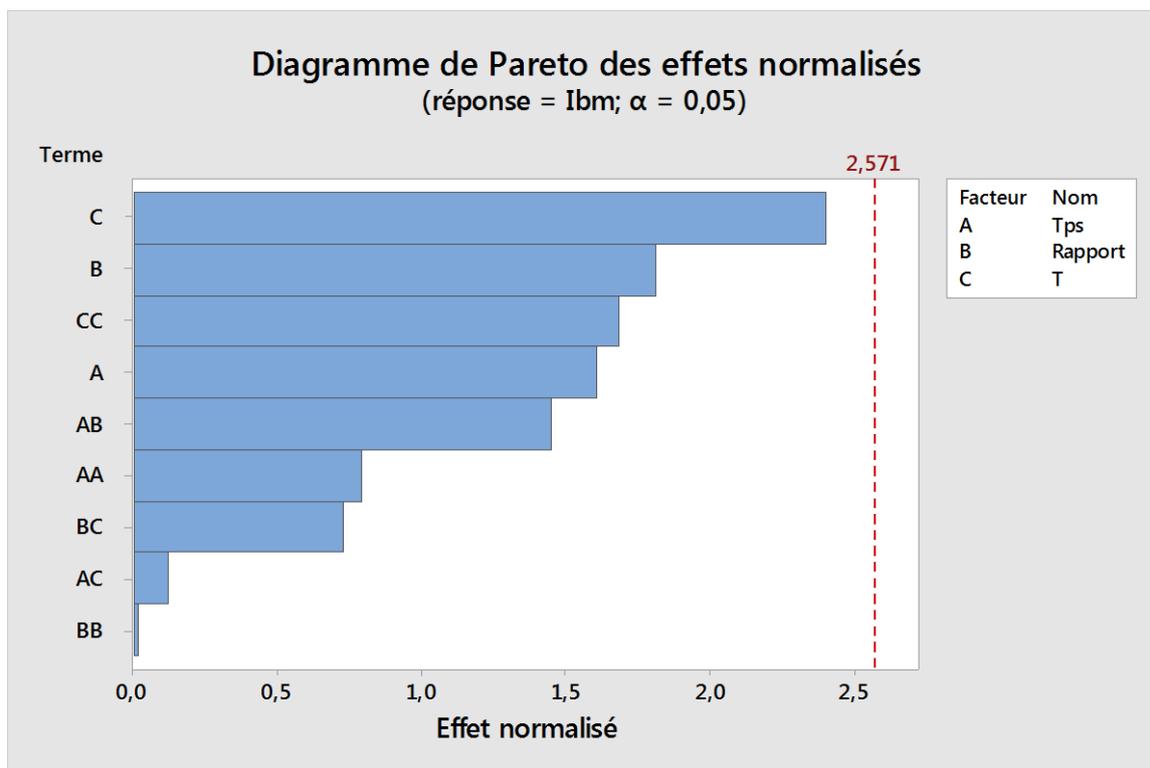


Figure III.9 : Diagramme de Pareto des effets pour l'indice de Bleu de Méthylène.

Ce diagramme confirme les effets des trois facteurs sur l'indice de Bleu de Méthylène, On remarque que la température est le facteur le plus significatif car L'indice d'iode fournit une indication sur la mésoporosité du charbon actif.

III.4.3.ANOVA

Tableau III.4 : Analyse de la variance d' I_{BM} .

Facteurs	P	F	Signification
Tps	0,380	1,05	Non significatif
Rapport	0,397	1,00	Non significatif
T	0,054	3,76	Significatif

Avec : $(P < 0,05)$

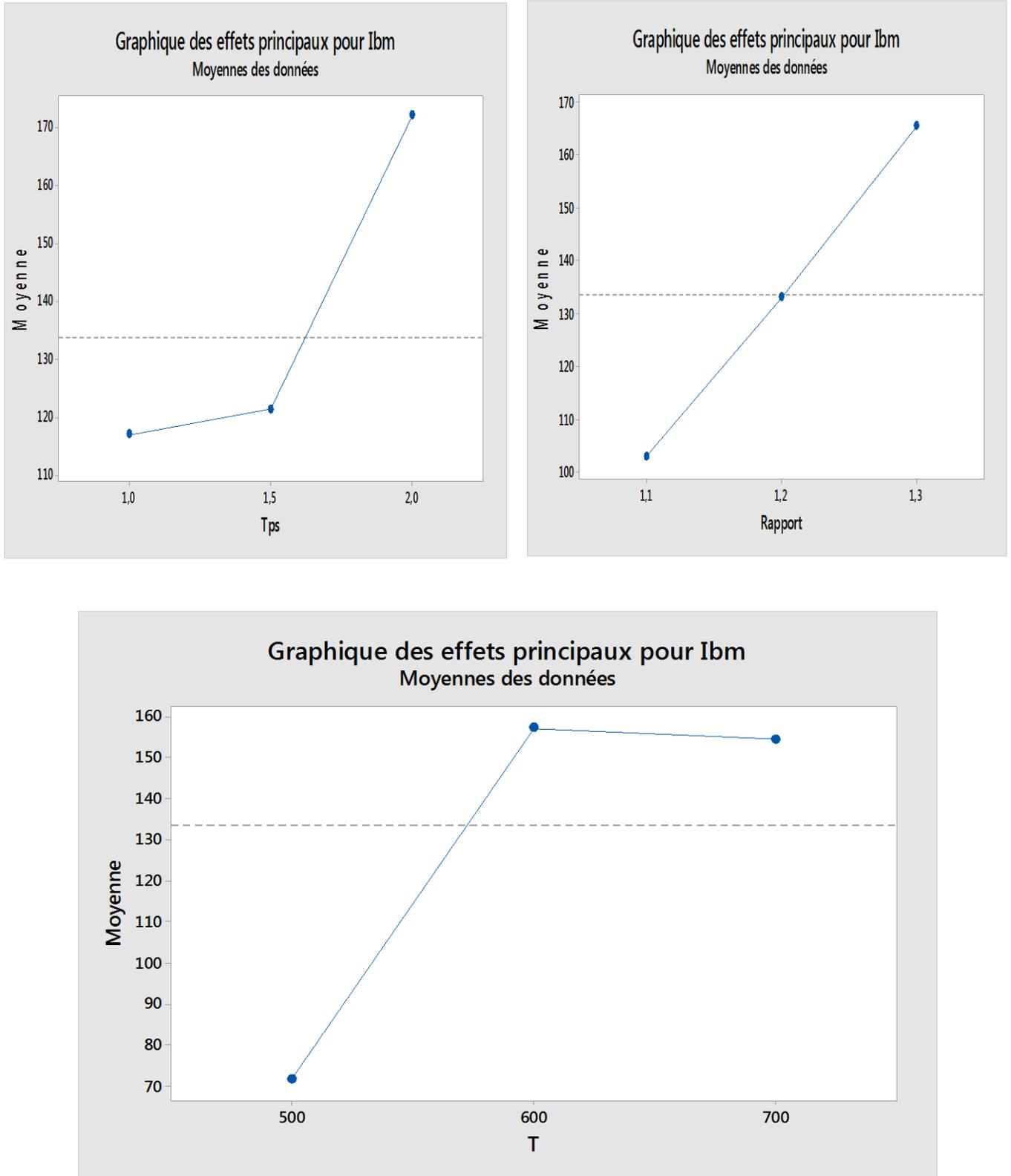


Figure III.10 : Graphique des effets principaux pour l'indice de Bleu de Méthylène.

D'après les graphiques des effets principaux pour l'indice de Bleu de Méthylène, on remarque que :

- IBM est supérieur quand on utilise le temps (1,5 – 2heures).
- IBM augment avec l'augmentation de rapport d'imprégnation.
- IBM est supérieur quand on utilise la température entre 500 et 600°C.

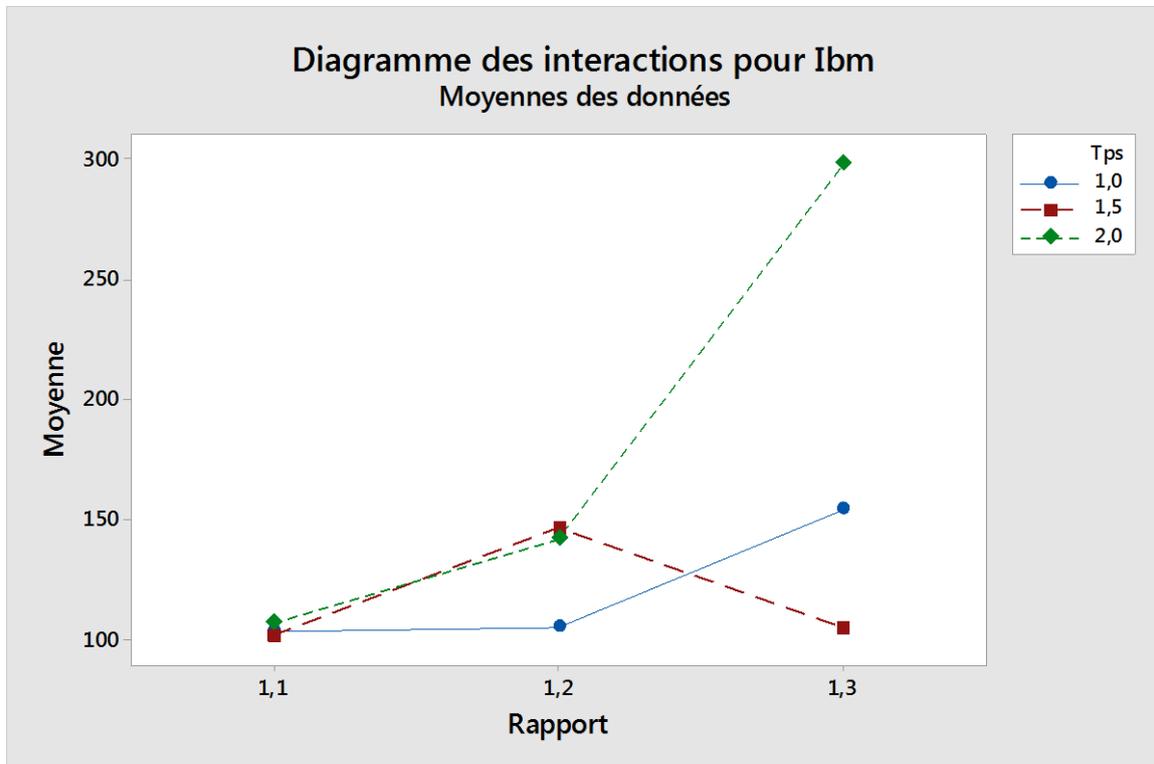


Figure III.11 : Diagramme des interactions des facteurs pour l'indice de Bleu de Méthylène (Rapport).

- Suivant le diagramme des interactions, la moyenne d'indice de Bleu de Méthylène est supérieure quand on utilise le rapport 1/3 avec un temps 2heures.

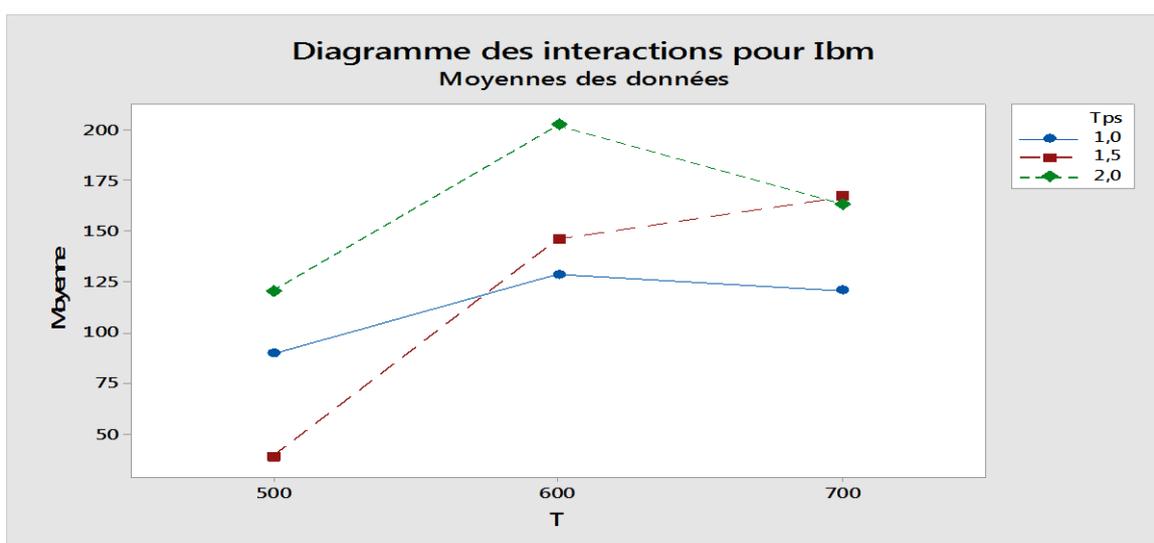


Figure III.12 : Diagramme des interactions des facteurs pour l'indice de Bleu de Méthylène (Temps).

- D'après les résultats obtenus, on préfère travailler avec un temps de séjour 2h avec une température qui peut aller de 500 à 600°C.

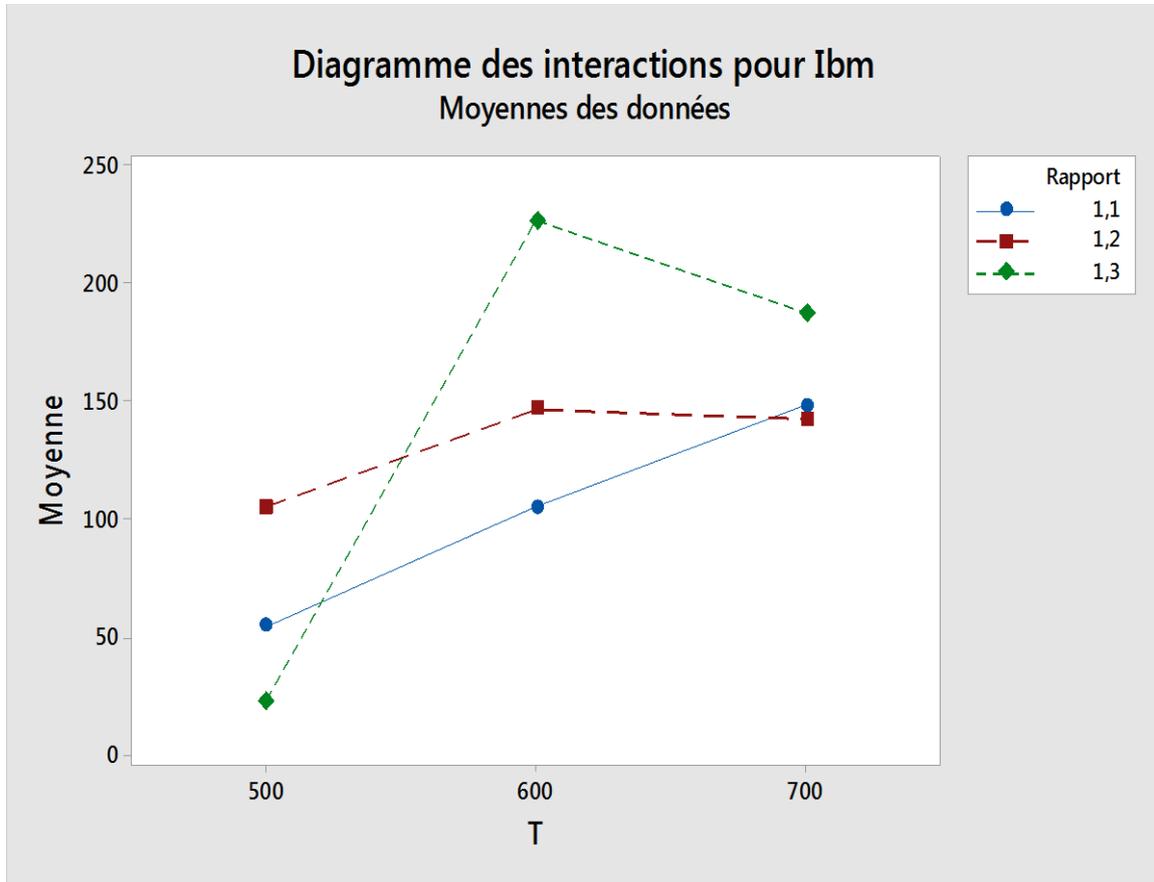


Figure III.13 : Diagramme des interactions des facteurs pour l'indice de Bleu de Méthylène (Température).

- On remarque que la moyenne d'indice de BM en fonction de rapport 1/3 est la plus bénéfique que le rapport 1 / 1 et 1/2 avec un intervalle [500 – 600°C].

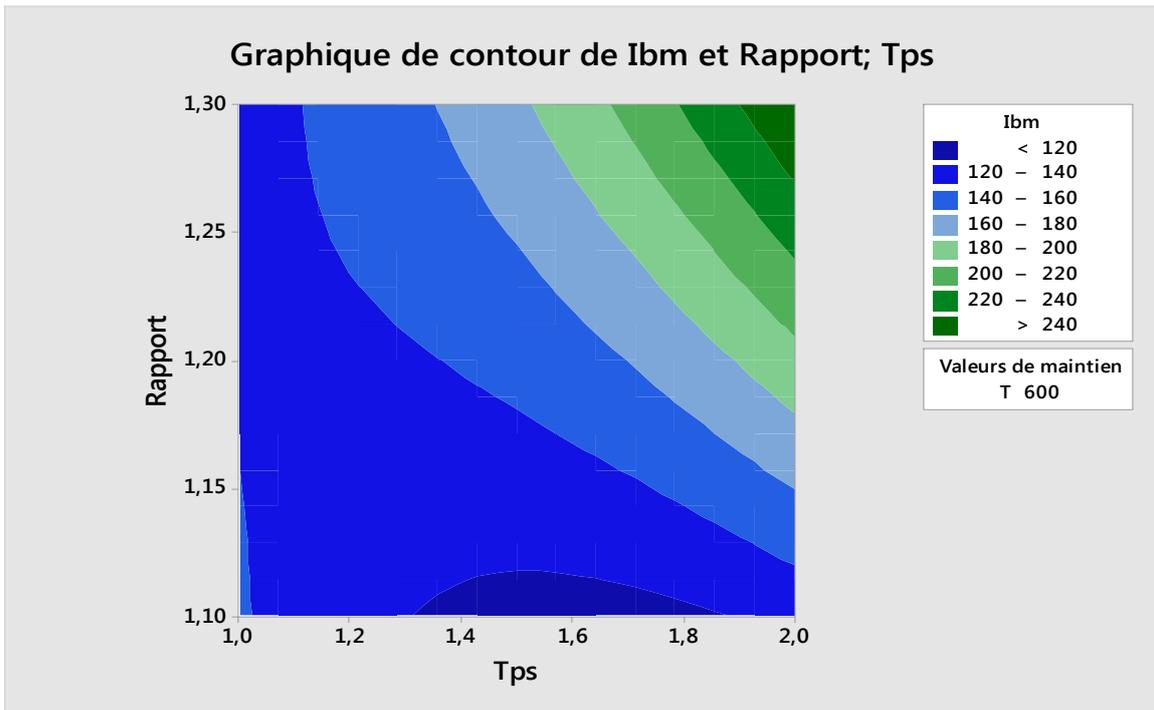


Figure III.14 : Graphique de contour de l'indice BM en fonction de Temps et Rapport.

- Suivant le graphique de contour, on remarque que l'indice BM augmente au fur à mesure que le rapport d'imprégnation et le temps de séjour augmente.

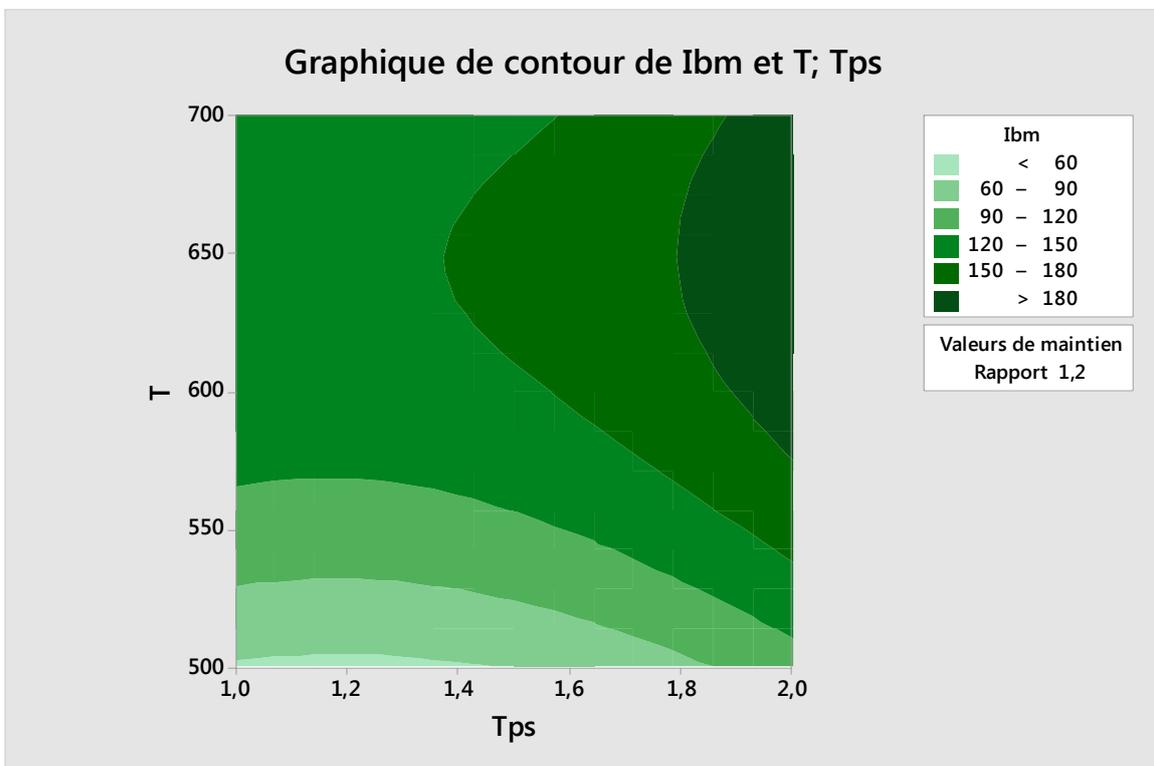


Figure III.15 : Graphique de contour de l'indice BM en fonction de Temps et Température.

- On remarque qu'avec des grandes températures et temps de 2h, la capacité en indice BM est bonne.

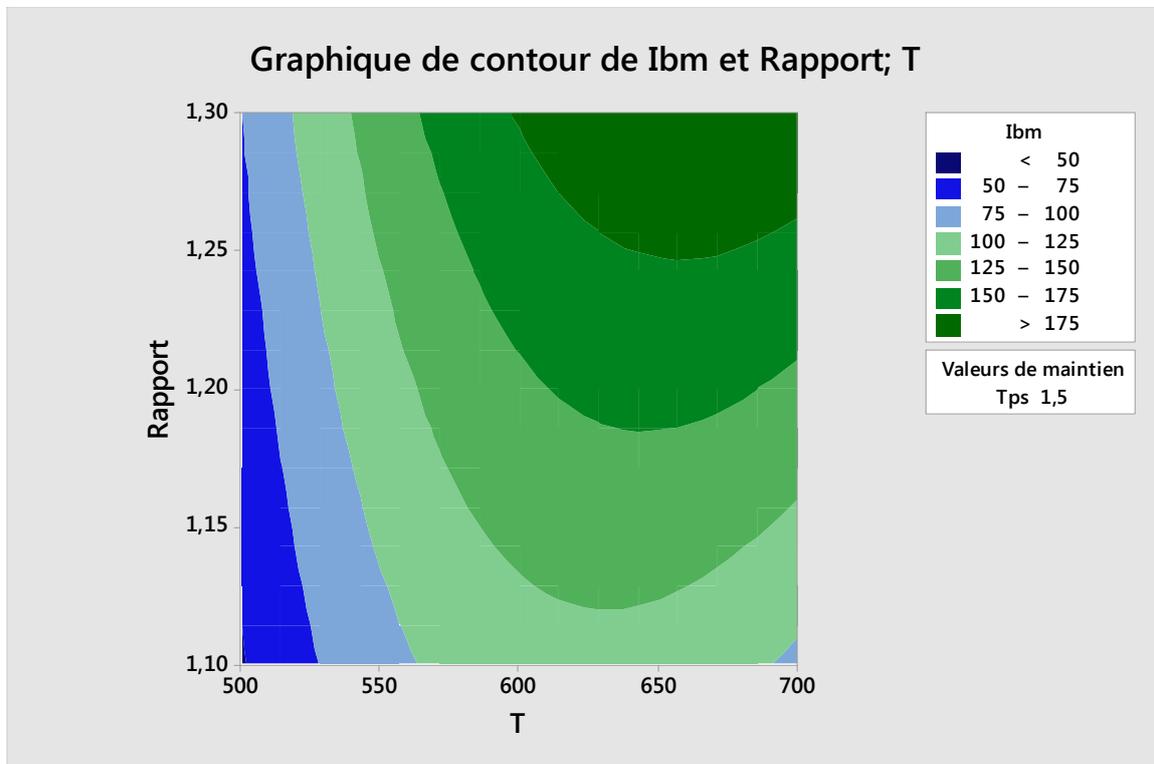


Figure III.16 : Graphique de contour de l'indice BM en fonction de Température et Rapport.

- On remarque que pour un bon indice de Bleu de Méthylène, il faut travailler avec un rapport de 1/2 et 1/3 et une température comprise entre 600 et 700°C.

III.5.Optimisation

Le but de cette optimisation est de trouver des conditions opératoires optimales conduisant à l'élaboration d'un charbon actif ayant des réponses optimales par la méthode de tracé des courbes iso-réponses (diagramme de contour).

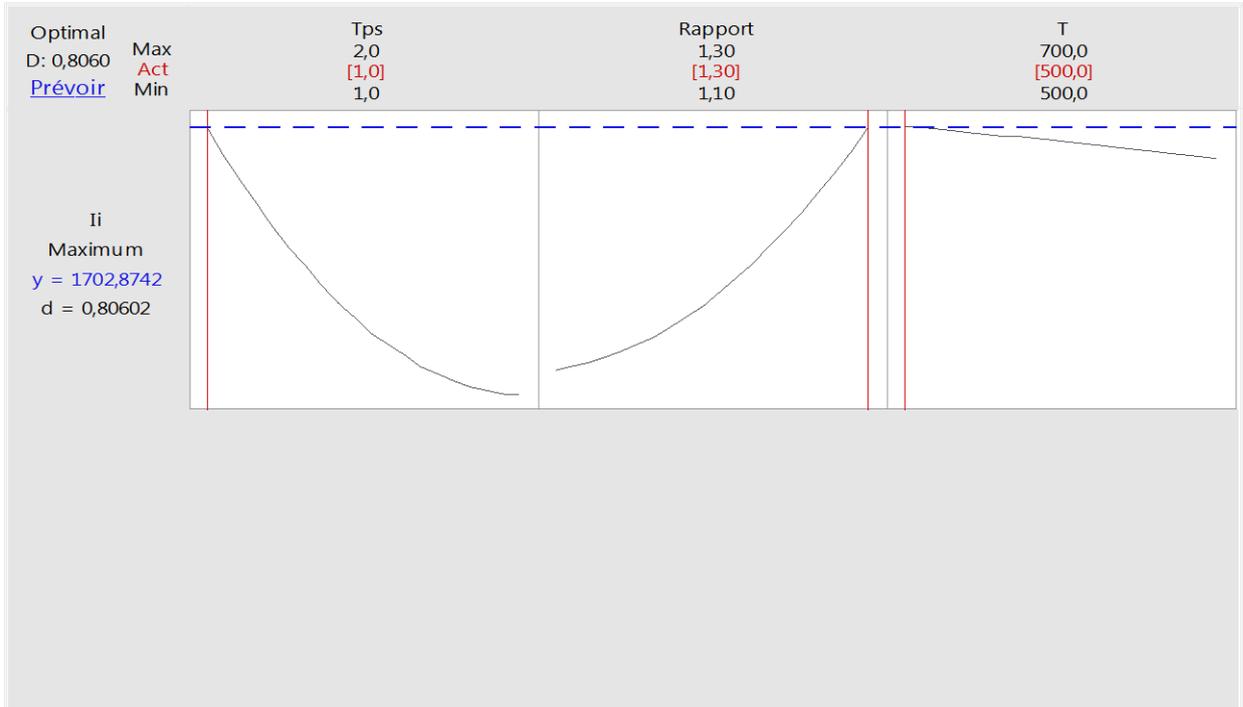


Figure III.17 : Optimisation des réponses d'indice d'iode.

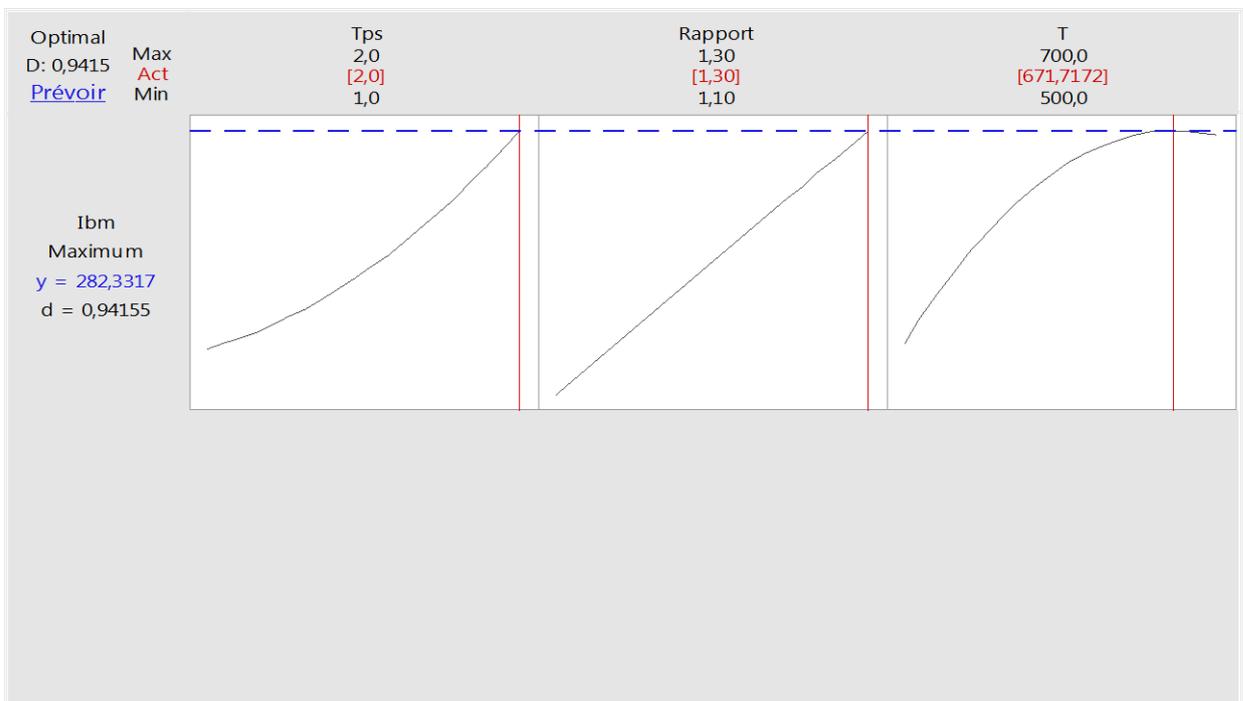


Figure III.18 : Optimisation des réponses d'indice BM.

- Après l'optimisation des deux indices, on peut conclure que Les conditions optimales pour une grande capacité d'adsorption pour le charbon actif sont :

Tableau III.5 : les conditions optimales d'adsorption d'un charbon actif.

Pour l'indice d'iode		
Temps (h)	Rapport	Température (°C)
1	1/3	500
Pour l'indice de Bleu de Méthylène		
Temps (h)	Rapport	Température (°C)
2	1/3	671.72

Conclusion Générale

Conclusion générale

L'étude que nous avons menée dans ce mémoire a pour but d'optimiser les paramètres de préparation d'un charbon actif par le plan surface de réponse. D'après cette étude, on a déduit que :

- Le rapport d'imprégnation est le facteur le plus influent.
- Le deuxième facteur est le temps de séjour dans le four.
- Le troisième facteur c'est la température de carbonisation.

La suite de ce travail nous a amené à connaître les conditions optimales pour une grande capacité d'adsorption d'un charbon actif. Si on veut un charbon actif très microporeux, on applique les paramètres suivants :

- Temps : 1h.
- Rapport : 1/3.
- Température : 500°C.

Et Si on veut un charbon actif très mésoporeux, on applique les paramètres suivants :

- Temps : 2h.
- Rapport : 1/3.
- Température : 671.72 °C.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] B.Bestani, Amélioration du pouvoir d'adsorption d'une plante saharienne en vue de l'élimination de substances organiques et inorganiques, thèse de doctorat, (2005).
- [2] Suárez-García, F.Martínez-Alonso, A.Tasc, Porous texture of activated carbons prepared by phosphoric acid activation of apple pulp, *Carbon*, 39, 1103-1116 J.M.D. (2001).
- [3] Girgis, B.S., El-Hendawy, Porosity development in activated carbons obtained from date pits under chemical activation with phosphoric acid, *Micropor, Mesopor, Mater*, 52, 105–117 A.-N.A, (2002).
- [4] M.termoul ; Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de noyaux d'olive pour l'adsorption de substances organiques et inorganiques ; thèse de doctorat, (2005).
- [5] Rodriguez, G, Lama, A., Rodriguez R., Jiménez, A., Guillén, R,L., Fernandez-Bolanos,J., Olive stone an attractive source of bioactive and valuable compounds, *Bioresour, Technol*, 99, 5261–5269, (2008).
- [6] Attia, A., Girgis, B.S, FathyRole, N.A, Removal of methylene blue by carbons derived from peach stones by H₃PO₄ activation : batch and column studies, *Dyes Pigments*, 76, 282 -289. (2008).
- [7] El-Hendawy, A.-N.A, Samara, S.E., Girgis, B.S, Adsorption characteristics of activated carbons obtained from corncobs, *Colloids Surf, A : Physicochem, Eng, Aspects*, 180, 209-221 ;(2001).
- [8] Baquero, M.C., Giraldo, L., Moreno, J.C. Suarez-Garca, F., Martnez-Alonso, A., Tascon,J.M.D, , Activated carbons by pyrolysis of coffee bean husks in presence of phosphoric acid, *J, Anal, Appl, Pyrolysis*, 70, 779–784;(2003).
- [9] Hirata, M., Kawasaki, N., Nakamura, T., Matsumoto, K., Kabayama, M., Tamura, T., Tanada, I, 2002, Adsorption of dyes onto carbonaceous materials produced from coffee grounds by microwave treatment, *J, Colloid, Int. Sci*, 254, 17–22.
- [11] Tsunoda, R., Ozawa, T., J.-I, Ando, 1998, Ozone treatment of coal and coffee grounds based active carbons: water vapor adsorption and surface fractal micropores, *J, Colloid, Int, Sci*, 205, 265-270.
- [12] N.Douara, Adsorption de composés phénoliques par un déchet traité chimiquement ; thèse de doctorat, (2015).
- [13] S. Attouti ; Activation de deux algues méditerranéennes l'élimination de colorants ; thèse de doctorat, (2015).

- [14] Z.Bahnas ; Activation des noyaux de jujube pour l'obtention d'un charbon actif; thèse de doctorat, (2018).
- [17] C.L. Teng, and Wang F-S. Intermittent contiguous method for recovering refined activated carbon from waste tires and the like and the device therefor. US Patent # 5,976,484. (1999).
- [18] A.Nanane, A.Mekarzia, Hellal. K.Benrachedi, N.Belhaneche-Bensemra, Determination of the adsorption capacity of activated carbon made from coffee ground chemical activation with ZnCl₂ and H₃PO₄ journal of Hazardous Materials, B119:189-194; (2005).
- [19] H.M.Mozammel, Marsahiro, O., and SC. B. Activated charcoal from coconut shell using ZnCl₂ activation. Biomass and Bioenergy 22:397-400. (2002).
- [20] F.J.Rodriguez-Reinoso, and Molina-Sabio, M. Activated carbons from lignocellulosic materials by chemical and/or physical activation : An overview. Carbon 30:1111-1118. (1992).
- [21] R.Shawabkeh, Rackstraw, D.A., and Bhada, R.K.. Activated Carbon feedstock. US Patent # 6,225,256. (2001).
- [22] G.McKay, Am. Dyestuff Reporter 68 29 (1979).
- [23] M.J.B. Evans, Haliop, E., and MacDonald; J.A.F. The production of chemically activated carbon. Carbon 37: 269-274. (1999).
- [25] A.Adachi, Komiyama, T., Tanaka, T., Nakatani, M., Murugami, R., and Okano, T: Studies on defatted seed removal efficiency for organochlorine compounds. Journal of Agricultural and food Chemistry 48:6158-6162; (2000).
- [26] Laila B. Khalil. Adsorption Sci and Technol., Vol. 17, No9, (1999).
- [31] Ecologix Environmental Systems LLC 120 Ansley way Roswell GA, 30075. Glossary of terms commonly used with activated carbon.
- [32] Meenakshi Goyal. Sukhmehar Singh and Roop C. Bansal. D: Equilibrium and dynamic Adsorption of Methylene Blue from Aqueous Solutions by Surface Modified Activated Carbons journal of Carbon Science Vol. 5, pp. 170-179; (2004).

