



وزارة البحث العلمي والتعليم العالي
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR 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
PROCEDES



N° d'ordre : M2.../GC/2022

MEMOIRE FIN D'ETUDE DE MASTER ACADEMIQUE

Filière: Génie des procédés

Option: Génie chimique

Thème

**Caractérisation d'un charbon actif préparé
à partir d'écorces d'amandes**

Présenté par:

BENALI Kahina

Soutenue le : 27/09/2022 devant le jury composé de:

Président : Mr BESTANI Benaouda

Professeur Université de Mostaganem

Examineur : Mr BENZEKRI Benallou Mokhtar

MCA Université de Mostaganem

Encadrante : Mme MEKIBES Zohra

MCB Université de Mostaganem

Année Universitaire : 2021/2022

Dédicaces

A Mon père, que Dieu bénisse son âme,

A ma maman qui m'a soutenue et encouragé Durant ces années d'études, qu'elle trouve ici le témoignage de ma profonde reconnaissance.

A mes grands-parents, a mes frère et mes sœurs a tous (es) ceux qui ont partagé avec moi tous les moments d'émotion lors de la réalisation de ce travail, ils m'ont chaleureusement supporté et encourager tout au long de mon parcours d'étude.

A ma famille, mes proches et mes amis (es) qui m'ont donné de l'espoir, de la volonté et le courage.

Remerciements

Au nom d'Allah le Tout Miséricordieux, Bénédiction et salut soient sur notre prophète Mohamed.

Tout d'abord, je tiens à exprimer mes plus vifs remerciements à Professeur **BESTANI** pour avoir accepté de présider le jury.

Ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu voir la lumière sans l'aide et l'encadrement de **Mme Z. MEKIBES**, nous la remercions pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa patience, sa rigueur et sa disponibilité durant notre préparation de ce mémoire.

Nous remercions aussi **Mr M.BENZEKRI** qui nous a soutenus et de nous a guidé durant toute la période de notre travail, sa sincérité, sa patience et ses conseils nous ont permis de réaliser ce travail.

Nos remerciements s'adressent également à tout le personnel du laboratoire SEA2M pour leur disponibilité et leur aide

A tous les professeurs des génies des procédés pour la patience dont ils ont su faire preuve malgré leurs charges professionnelles.

A tout (es) nos camarades de promotion 2021/2022.

Résumé

Mon travail consiste à préparer trois charbons actifs à différentes méthodes puis les caractériser par certains paramètres qui définissent la performance de ces charbons actifs préparés : la méthode de Boehm ; l'indice d'iode, l'indice de bleu de méthylène, caractérisation chimique de charbon actif (pH_{pcz}).

En dernier, on juge le charbon actif préparé en se basant sur les résultats trouvés pour une éventuelle application de traitement des eaux.

Mots clés : Charbon actif, méthode de Boehm, pH_{pcz}, l'indice d'iode, l'indice du bleu de méthylène.

Abstract

My work consists of preparing three activated carbons using different methods and then characterizing them by certain parameters which define the performance of these prepared activated carbons: the Boehm method; iodine index; methylene blue index; chemical characterization of activated carbon pHpcz

Finally, the activated carbon is judged based on the results found for a possible water treatment application.

Keywords: Activated carbon, Boehm method, pHpcz, iodine index, Methylene Blue index.

المخلص

يتلخص هذا العمل في تحضير ثلاثة عينات من الكربون النشط باستخدام طرق مختلفة ثم توصيفها بمعلومات معينة تحدد أداء هذه الكربونات النشطة المحضرة : طريقةBoehm؛ مؤشر اليود, مؤشر أزرق الميثيلين, التوصيف الكيميائي للكربون النشطpHpcz أخيرًا، يتم الحكم على الكربون النشط بناءً على النتائج التي تم العثور عليها من أجل تطبيقها في معالجة المياه.

الكلمات المفتاحية : الكربون النشط ، طريقة بيوم ، المؤشر الكيميائي pHpcz ، مؤشر اليود ، مؤشر أزرق الميثيلين.

SOMMAIRE

Remerciement	
Dédicaces	
ملخص	
Abstract	
Résumé	
Liste de figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale	1
<i>Chapitre I : partie théorique</i>	
I- Génialité sur le charbon actif.....	2
I-1. Définition	3
I-2. Aspect historique	3
I-3. Différents types de charbon actif	4
I-3-1 .Charbon actif en poudre.....	4
I-3-2. Charbon actif en grain.....	4
I-4. Structure poreuse de charbon actif.....	5
I-5. Les méthodes de préparation de charbon actif	6
I-6. Application du charbon actif	8
<i>Chapitre II : Partie expérimentale</i>	
II-1. Protocole de préparation	10
II -1. Préparation charbon 01	10
II -2. Préparation charbon 02	10
II -3. Préparation charbon 03	10
II- 2. Caractérisation de charbon actif	11
II-2-1. Méthodes de Boehm	12
II-2-2. Méthode opératoire.....	12
II- 3-1. Résultats d'analyse pour Boehm	12
II-4-1. Caractérisation chimique du charbon actif (pH _{pcz}).....	13
II-4-2. Protocole expérimentale	13
II-4-3. Résultat d'analyse pour caractérisation chimique du charbon actif (pH _{pcz})	13
II-5-1. Indice d'iode	14

II-5-2. Méthode opératoire.....	14
II-5-3. Résultat d'analyse pour l'indice diode	15
II-6-1. Courbe d'étalonnage	16
II-6-2. Indice de bleu méthylène	17
II-6-3. Déterminations de l'indice bleu méthylène	17
II-6-4. Résultat d'analyse pour l'indice bleu méthylène	18
II-7. Burn-off et le rendement	19
II-8. L'infrarouge.....	19
Conclusion générale	20
Références bibliographiques	

A decorative oval frame with a teal border and four ornate floral motifs in light blue, yellow, and red. The text "La liste des figures" is centered within the frame.

La liste des figures

Liste des figures

Figure I-1 : Présente le charbon actif (CA) en poudre.....	4
Figure I-2 : Présente le charbon actif en Grain.....	4
Figure I-3 : Représentation schématique de la structure poreuse du charbon actif.	5
Figure I-4 : Diagramme schématique du processus de préparation classique du charbon actif...7	
Figure II-1 : déchet d'écorce d'amande	10
Figure II-2 : représentation du pH _{pcz} des trois différents charbons actifs	14
Figure II-3 : Résultat d'analyse de l'indice d'iode	15
Figure II-4 : courbe d'étalonnage de bleu du méthylène	17
Figure II-5 : Résultat de l'indice bleu méthylène pour les trois charbons actifs	18
Figure II-6 : les résultats de rendement et Burn-off pour les trois charbons actifs	19
Figure II-7 : l'infrarouge de charbon actif 1.....	20
Figure II-8 : l'infrarouge de charbon actif 2.....	20
Figure II-9 : l'infrarouge de charbon actif 3.....	21

A decorative oval frame with a teal border and four ornate floral motifs in light blue, green, yellow, and red. The text "Liste des tableaux" is centered within the frame.

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau II-1: Résultat d'analyse pour Boehm pour les trois différents charbons actifs.....	12
Tableau II-2 : les valeurs de pH_i et pH_f des trois charbons actifs	13
Tableau II-3 : les valeurs de l'indice diode pour les trois charbons actifs	15
Tableau II-4 : établissement de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène.....	16
Tableau II-5 : valeur de l'indice bleu méthylène pour les trois charbons actifs	18
Tableau II-6 : les valeurs de rendement et Burn-off pour les trois charbons actifs.....	19

Liste des abréviations

CA1 : charbon actif N°1

CA2 : charbon actif N°1

CA3 : charbon actif N°1

CAP : charbon actif en poudre

CAG : charbon actif en grain

J.C : Avant Jésus-Christ : Utilisé pour nommer les années, les siècles et les millénaires avant l'année supposée de la naissance de Jésus-Christ

A decorative oval frame with a teal border and four ornate floral motifs in light blue, yellow, and red. The text is centered within the frame.

L'Introduction Générale

INTRODUCTION GENERALE

Le développement considérable des activités industrielles permettant de répondre aux besoins de notre société, s'accompagne inévitablement d'un accroissement important des rejets polluants. De nombreuses industries (textile, papeterie, plastique, agroalimentaire...) sont de gros consommateurs d'eau et utilisent des colorants organiques. Ces colorants synthétiques sont à la fois toxiques et responsables de la coloration des eaux. En outre, la majorité de ces colorants ne sont pas biodégradables et peuvent constituer des facteurs de risques pour notre santé et de nuisances pour notre environnement. Il est donc primordial de limiter le plus possible la pollution en mettant en place un procédé de traitement adapté [1, 2].

Dont l'adsorption est le procédé le plus employée [3], c'est la méthode la plus favorable à l'élimination des colorants, elle est devenue une méthode analytique de choix, très efficace et simple dans son utilisation [4]. Le charbon actif commercial est principalement l'adsorbant le plus utilisé pour le processus d'adsorption grâce à son fort pouvoir adsorbant dû essentiellement à sa grande surface spécifique comment qu'on trouve dans les différents domaines soit industriel ou pharmaceutique. Sa nature coûteuse à également motivé les chercheurs à trouver d'autres adsorbants [5].

La valorisation des déchets de transformation des matériaux en charbons actifs est une solution au problème de gestion des déchets tout en leur permettant de fabriquer un matériau à haute valeur ajoutée dont la demande mondiale est en forte croissance. En effet, le charbon actif est un matériau adsorbant [6].

Le but de ce travail s'intéresse à la préparation du charbon actif à partir les déchets des écorces d'amande par trois différents procédés de préparation, et les caractériser à différents méthodes de caractérisation.

Le présent travail est divisé en deux chapitres :

Chapitre I : partie théorique, généralité sur le charbon actif.

Chapitre II : partie expérimentale ; caractérisation des trois charbons actifs préparés.



Chapitre I:

Partie théorique

A decorative oval frame with a teal border and four ornate floral motifs in light blue, yellow, and red. The text is centered within the frame.

Généralité sur le charbon actif

I-1. Définition

L'appellation générique « charbons actifs » désigne un large éventail de produits carbonés issus de précurseurs naturels ou synthétiques contenant une part importante de carbone dans leur composition élémentaire chimique [7]. Ce sont des matériaux solides, amorphes, caractérisés par une grande surface spécifique et une texture poreuse très développée. Ces propriétés intrinsèques confèrent aux charbons actifs une grande capacité d'adsorption qui leur permet d'être exploités dans divers domaines de l'industrie [8]. Les charbons actifs peuvent être produits à partir de précurseurs végétaux, animaux et minéraux tels que le bois, l'écorce, la patte de bois, les coques de noix de coco, les noyaux d'olives, la tourbe et les résidus pétroliers [9].

I-2. Aspect historique

L'emploi du charbon comme matériau adsorbant pour la fixation des contaminants remonte à des milliers d'années. En effet, son utilisation pour des fins médicales remonte à 1550 ans avant J.C. et celle relative au traitement de l'eau et particulièrement l'élimination des goûts et des couleurs à 200 ans avant J.C. Mais la première application du charbon sous sa forme activé, dans l'industrie et plus précisément celle du raffinage du sucre date de 1900, lorsque la capacité de décoloration des os calcinés (noir animal) a été découverte en Angleterre. Les propriétés absorbantes des charbons actifs ont été mises en évidence vers la fin du 19ème, début du 20ème siècle et les premiers procédés industriels pour fabriquer des charbons actifs aux propriétés bien définies, ont été développés par V. Ostreijko (1900, 1901) pour l'activation à la vapeur et les processus d'activation chimique par Bayer (1915) [10 - 12].

I-3. Différents formes de charbon actif

I-3-1. Charbon actif en poudre (CAP)

Le charbon actif en poudre ou CAP prend la forme de grains, 95-100 % de ces particules traverseront un tamis de maille donnée. Par exemple la norme ASTM D5158 classe les particules de diamètre inférieur ou égal à 0,177 mm comme CAP [13].



Figure I.1 : Charbon actif en poudre

I-3-2. Charbon actif en grain (CAG)

Les charbons actifs peuvent aussi se trouver sous forme de grains avec un diamètre supérieur à 1 mm. Ils possèdent une grande surface interne et une surface externe relativement faible. Cependant les phénomènes de diffusion à l'intérieur des pores prennent une prédominance dans les processus d'adsorption et le mécanisme d'adsorption est beaucoup plus lent que dans le cas d'un charbon actif en poudre [14].



Figure I.2 : Charbon actif en Grain

I-4. Structure poreuse d'un charbon actif

Un charbon actif est un matériau poreux, qui possède des cavités ou des canaux (Figure I-3), appelés pores, dont les parois sont responsables d'une augmentation de l'aire spécifique. Un pore est par définition une cavité plus profonde que large, qui existe dans un grain de matière (Figure I-3) [15].

Selon la classification I.U.P.A.C. (International Union of Pure and Applied Chemistry), les tailles de pores sont réparties en 3 groupes.

- Les micropores de diamètre inférieur à 2 nm.
- Mésopores de diamètre compris entre 2 et 50 nm.
- Macropores de diamètre supérieur à 50 nm.

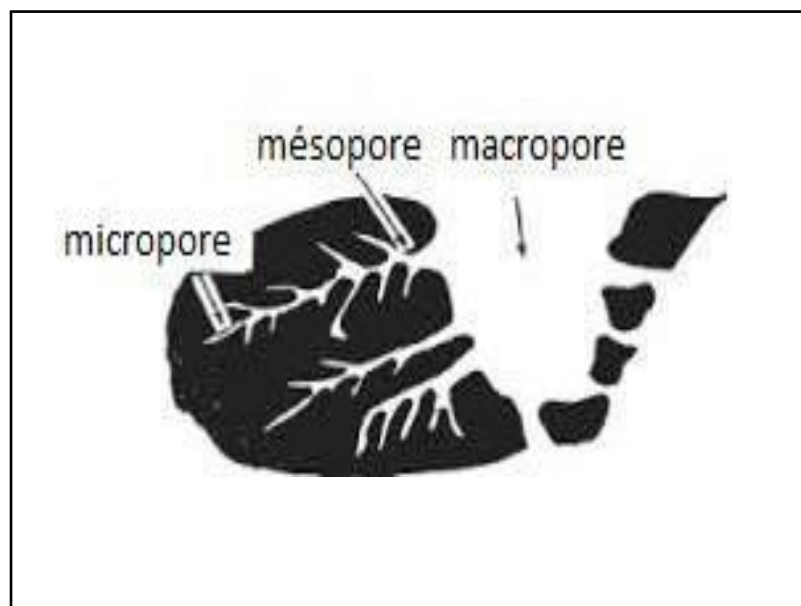


Figure I-3 : Représentation schématique de la structure poreuse du charbon actif.

I-5. Les méthodes et préparation de charbon actif

Les charbons actifs peuvent être produits à partir de tout matériau composé en grande majorité du carbone et contenant un faible pourcentage de matière inorganique. Ces matières premières peuvent être d'origine végétale (les déchets d'écorces d'amande, coque de noix de coco, bois, noyaux d'olives, noyaux de dattes ...), animale (os) ou synthétique (résidu de l'industrie du pétrole).

Actuellement, on peut dire que les charbons actifs sont produits pratiquement dans tous les pays du monde où les ressources ligneuses sont abondantes. En effet, l'utilisation des sous-produits de l'industrie s'inscrit dans une démarche de développement durable et de valorisation des déchets [16].

La préparation des charbons actifs comprend en général deux étapes: l'activation de la matière première brute et la carbonisation. Les propriétés du produit final dépendent de la nature de la matière première, des conditions de carbonisation et d'activation mises en œuvre dans ces procédés. Ainsi, la vitesse de chauffage durant la carbonisation, la température finale et la durée d'activation sont parmi les facteurs principaux qui modifient l'aire spécifique du charbon actif, ainsi que le volume et la taille des pores.

Carbonisation: Elle consiste en une décomposition thermique de la matière première à une température allant de 600 à 900 °C, sous atmosphère de gaz inerte (l'azote par exemple) afin d'éviter sa combustion. Ce traitement s'effectuant sans agent chimique L'activation chimique est un procédé alternatif qui met en jeu un agent chimique tel que un acide, une base ou un sel favorisant l'oxydation et/ou déshydratation. Le précurseur est imprégné avec FeCl_2 et MgCl_3 afin d'améliorer le développement d'une structure poreuse à la suite d'un traitement thermique.

Les charbons actifs peuvent être produits selon deux procédures schématisées sur la figure (1-4)

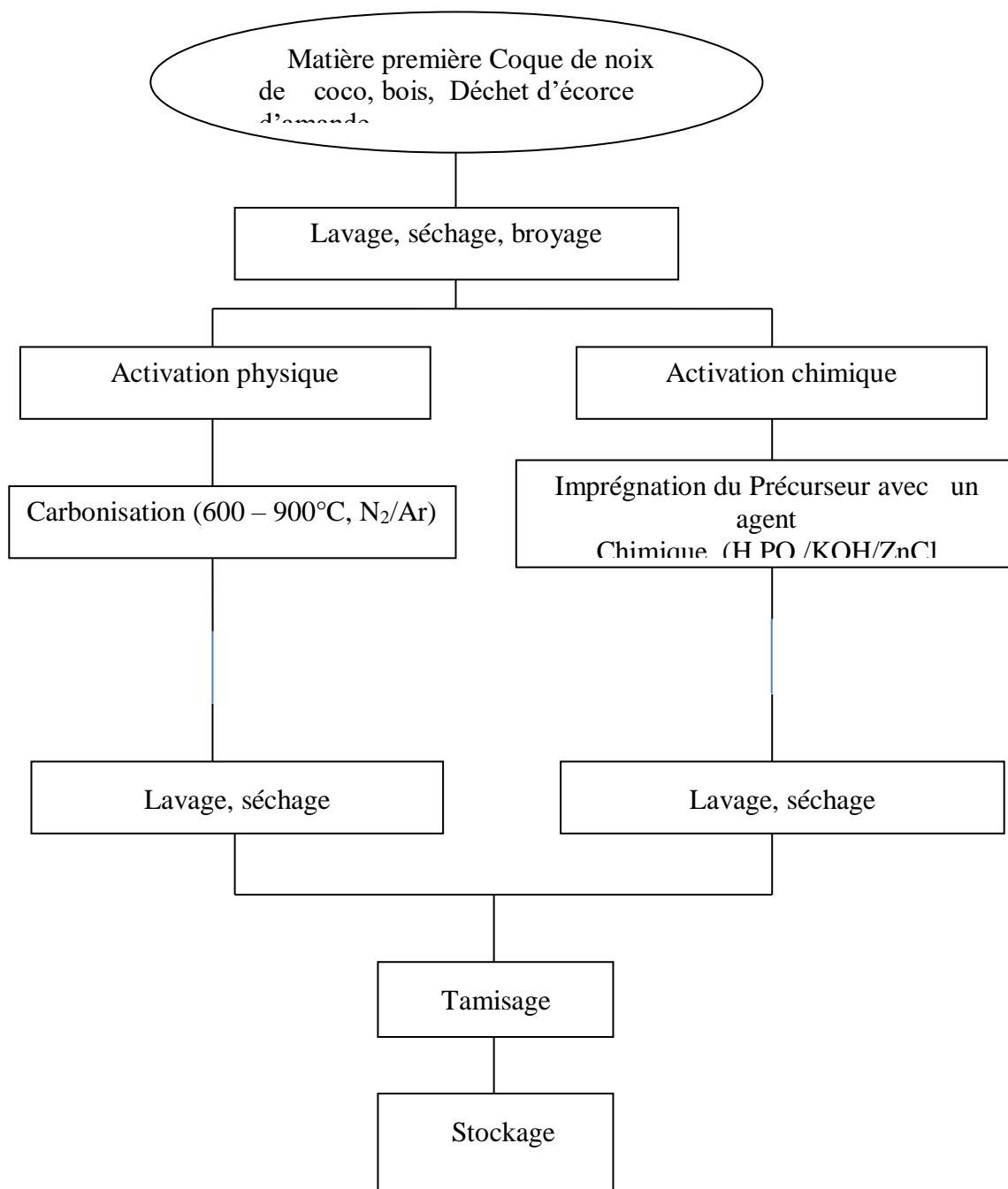




Figure 1-4 : Diagramme schématique du processus de préparation classique du charbon actif

I-6. Application du charbon actif

Le charbon actif est considéré comme l'un des moyens les plus efficaces pour l'élimination d'une vaste gamme de contaminants tant en phase liquide qu'en phase gazeuse. Cette efficacité remarquable est due d'une part à sa grande surface spécifique qui peut s'étendre de 400 à 2600 m²/g, sa texture poreuse très développée et d'autre part, aux fonctions généralement oxygénées présentes à sa surface. Il est l'adsorbant le plus puissant connu et est utilisé dans un grand nombre de procédés industriels pour traiter tout ou une partie des contaminants [17].



Chapitre II:
Partie
expérimentale

A decorative circular frame with a teal border and four ornate floral motifs in light blue, green, yellow, and red. The text is centered within the frame.

Protocole de Préparation

II-1. Protocole de préparation

Après lavage des écorces d'amandes, broyage et tamisage de la matière brute broyée a une dimension de 0,14mm, on a préparé trois adsorbants par différents méthodes.



Figure II-1 : déchet d'écorce d'amande

II-1-1. Préparation charbon CA1

Dans un erlenmeyer on a mélangé des masses bien définies de $MgCl_2$, $FeCl_3$ à une quantité de 20 g de matière brute et 150 ml d'eau distillée puis placer l'ensemble dans un appareil ultra son pendant 2 h à une température de $25^{\circ}C$, cette étape est suivi par une l'agitation pendant 16 h, à la fin le précurseur est séparé par une filtration (avec Un papier filtre) et subi un séchage dans l'étuve à $105^{\circ}C$ pendant 24h l'activation thermique est réalisée dans un four a moufle pendant 2 heure à $600^{\circ}C$

II-1-2. Préparation charbon CA2

On a mélangé des quantités connues $MgCl_2$ et de $FeCl_3$ à 20 g de biomasse et 150ml d'eau distillée l'ensemble est agité pendant 16 h, le précurseur est filtré (avec. Un papier filtre) puis séché dans une étuve à $105^{\circ}C$ pendant 24 h ensuite l'échantillon est activé thermiquement dans le four pendant 2 h à $600^{\circ}C$.

II-1-3. Préparation charbon CA3

Dans un erlenmeyer on à mélangé 20 g de biomasse et 150 ml d'eau distillée on place l'ensemble dans un ultra son a $25^{\circ}C$ pendant 2 h puis on ajoute une quantité de $MgCl_2$ et de $FeCl_3$ après le mélange est filtré (avec. Un papier filtre) puis séché dans l'étuve à $105^{\circ}C$ pendant 24 h après l'échantillon est carbonisé dans un four pendant 2 heures à $600^{\circ}C$.



Caractérisation de
charbon actif

II-2. Caractérisation de charbon actif

II-2-1. Méthode de Boehm

La Méthode de Boehm Parmi les nombreuses méthodes de détermination des groupements fonctionnels à la surface des charbons actifs, nous avons choisi celle de Boehm, car elle est facile à mettre en œuvre tout en nécessitant peu de produits, elle permet de doser pratiquement tous les groupements acides oxygénés, Boehm a mis en évidence quatre groupes de fonction acides sur les charbons actifs. La distinction entre les acides de force différente se fait au moyen de bases de basicité croissante; les bases sont NaHCO_3 , Na_2CO_3 , NaOH .

II-2-2. Méthode opératoire

Mode opératoire Dans les bases suivantes : NaHCO_3 , Na_2CO_3 , NaOH . Après filtration de la suspension, on dose l'excès de base en retour par une solution d' HCl (0,1N). A partir des courbes de titrages, on déduit par la méthode de Boehm, la nature de site contenu dans le charbon actif. Des masses de 0,15 g de charbon actif sont mis dans des fioles jaugées et dans chaque fiole, 50 mL de chaque base de concentration 0,1 N sont ajoutés, une agitation est maintenue pendant 48 heures. Après filtration, la quantité de base consommée par le charbon actif est déterminée par titrage d'un volume connu de filtrat (10 mL) par l'acide chlorhydrique (0,1 N) En fait la même chose pour les deux autres charbons.

II-3-1. Résultat d'analyse pour Boehm

Tableau II-1: Résultat d'analyse pour Boehm pour les trois différents charbons actifs

	Groupes carboxyliques ($\text{meq}\cdot\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Groupes lactones ($\text{meq}\cdot\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Groupes phénoliques ($\text{meq}\cdot\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Groupes Acides ($\text{meq}\cdot\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Groupes basiques ($\text{meq}\cdot\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)
CA1	0	0	1,44	1,44	1,36
CA2	2,08	0,16	2,28	4,52	2,68
CA3	0	0,20	2,04	2,24	1,04

D'après les résultats obtenus par cette expérience nous avons bien remarqué une présence des 5 groupes (carboxyliques, lactones, phénoliques, acides, basiques,) au niveau de charbon 2, sinon pour le charbon 3 nous avons enregistré une apparition des toutes les groupements fonctionnel mise à part celui de carboxylique. Finissons par le charbon 1 là où nous avons

enregistré une apparition des trois groupements fonctionnels. (Phénolique, acides basique), et l'absence total des deux groupements fonctionnel (carboxylique, lactones).

II-4-1. Caractérisation chimique du charbon actif (pH_{pcz})

Le pH_{pcz} ou ph du. Point de charge zéro ou nulle, correspond à la valeur de ph pour laquelle il y a absence de charges positives ou négatives a la surface du charbon actif.

II-4-2 Protocole expérimental

On prend un volume de 50 ml d'une solution de NaCl (0,01M) est placé dans des flacons, le pH est ajusté à 6 valeur différent (2, 4, 6, 8, 10 et 12) avec l'hydroxyde de sodium ou l'acide chlorhydrique, 0,15 g de charbon actif est ensuite ajouté à chaque flacon contenant la solution de NaCl. Après 48 heures d'agitation le pH_f est mesuré. On trace le pH_f en fonction du pH_i. Le pH qui correspond point d'intersection avec la droite pH (final)=pH (initial) c'est le pH_{pcz} du charbon Et en le fait la même chose Pour les deux autres charbons à pH<pH_{pcz} la surface de charbon actif est chargée positivement, et à pH>pH_{pcz} la surface de notre adsorbant est chargée négativement [18].

Si la substance à éliminer est chargée positivement, à pH du soluté inférieur au pH_{pcz}, il y aura une répulsion. Donc, une diminution de la capacité d'adsorption en résulte par contre à pH du soluté supérieur au pH_{pcz}, il y a une attraction et par conséquent augmentation de la capacité d'adsorption et l'inverse si la substance à éliminer est chargée négativement [19].

II-4-3. Résultat d'analyse pour caractérisation chimique du charbon actif pH_{pcz}

Les résultats obtenus sont regroupés dans les tableaux II-2 Et représenté graphiquement dans les figures si dessous.

Tableau II-2 : les valeurs de pH_i et pH_f des trois charbons actifs

CA1		CA2		CA3	
pH _i	pH _f	pH _i	pH _f	pH _i	pH _f
3,25	4,44	2,84	3,43	2,71	2,83
4,56	8,30	4,02	5,63	4,69	6,03
5,88	8,39	5,57	5,76	6,60	6,43
7,90	7,38	7,65	6,16	8,05	6,74
9,22	8,02	9,43	8,28	10,78	10,43
10,2	9,25	10,84	10,20	12,00	11,94

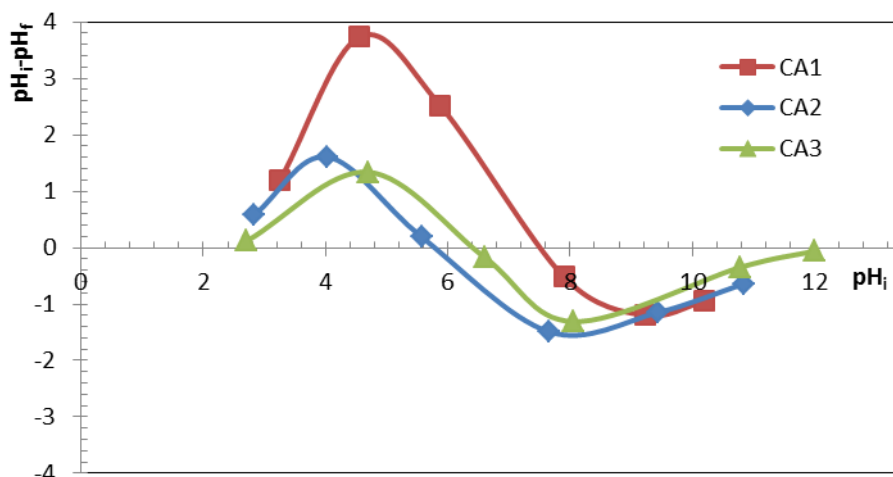


Figure II-2: représentation du pH_{pcz} des trois différents charbons actifs

La valeur $pH_{pcz} = 7,5$ de charbon 1 prononce un caractère plutôt basique au charbon actif préparé et pour le charbon charbon 2 et 3 pour un $pH_{pcz} = 5,8$ et $6,4$ ces valeur donne un caractère plutôt acide au charbon actif préparé.

Si la substance à éliminer est chargée positivement, à pH du soluté inférieur au pH_{pcz} , il y aura une répulsion. Donc, une diminution de la capacité d'adsorption en résulte par contre à pH du soluté supérieur au pH_{pcz} , il y a une attraction et par conséquent augmentation de la capacité d'adsorption et l'inverse si la substance à éliminer est chargée négativement [19].

II-5-1. Indice d'iode

L'indice d'iode fournit une indication sur la microporosité du l'adsorbant. C'est le nombre de milligrammes d'iode adsorbé par gramme d'adsorbant à une concentration résiduelle de 0,02N.

II-5-2. Méthode opératoire

Peser 0,2 g de l'échantillon est le placer dans l'étuve pendant 3 heures à $150^{\circ}C$ après refroidissement on Ajoute 10 ml de HCl tout en remuant doucement jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement mouillé porté à ébullition pendant 30 secondes. Laisser refroidir à température ambiante. On y ajoute 100 ml de la solution d'iode. Boucher immédiatement et agiter pendant 30 secondes rigoureusement filtré .ensuite écarté les 20 à 30 ml du filtrat et récupérer le reste dans un bécher. Pipeter 50 ml du filtrat dans un erlenmeyer propre de 250 ml, titrer avec $Na_2S_2O_3$ jusqu'à ce que la solution devienne jaune pâle, on

ajoute quelque goutte d'amidon puis on continue le titrage jusqu'à ce que la solution devienne transparente, on note le volume V' et on calcule l'indice d'iode comme suit :

$$\text{L'indice d'iode} = \frac{(V' - V) \times N \times 126,93}{m}$$

m : La masse de charbon actif (g).

V' : Volume de thiosulfate pour le titrage à blanc.

V : Volume de thiosulfate pour le titrage après adsorption.

N : La normalité de la solution de thiosulfate utilisée. En fait la même chose pour les deux autres charbons

L'indice d'iode peut refléter la capacité des CA à adsorber de petites molécules à partir d'un liquide [20].

Le test de caractérisation à l'indice d'iode, montrent une microporosité importante.

II-5-3. Résultat d'analyse pour l'indice diode

Tableau II-3 : les valeurs de l'indice diode pour les trois charbons actifs

CA1	CA2	CA3
627,11	575,39	614,18

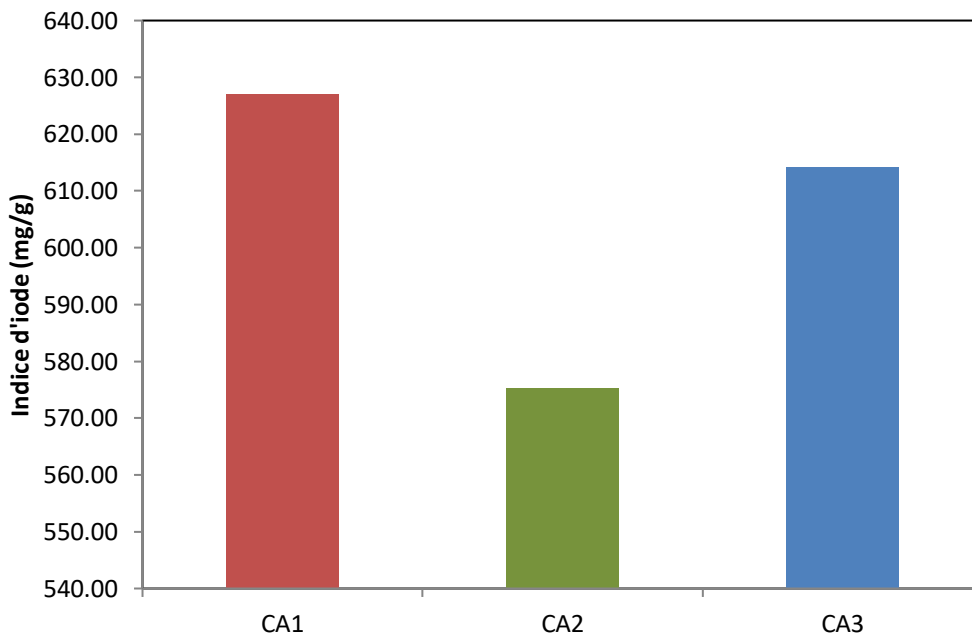


Figure II-3 : Résultat d'analyse de l'indice d'iode

Le test de caractérisation à l'indice d'iode, montrent une microporosité importante chez le charbon actif 01 et charbon actif 03 et acceptable chez le charbon actif 02.

II-6-1. La courbe d'étalonnage

Pour calculer L'indice de bleu méthylène nécessite la réalisation d'une courbe d'étalonnage Pour cela et à partir de la solution mère de concentration 120 mg/L, on a préparé une série de solution de concentration connues, puis on a mesuré leurs l'absorbance la relation entre l'absorbance et la concentration est régie par la relation fondamentale de Beer- Lambert.

$$Abs = \varepsilon \times l \times C$$

Où :

Abs : absorbance.

ε : coefficient d'adsorption molaire (L/mg.dm).

l : Longueur de la cellule (dm)

C : la concentration (mg/L).

Les résultats des mesures sont rassemblés dans le tableau II-4, et représenté graphiquement sur la figure II-4.

Tableau II-4 : établissement de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène

C (mg/L)	ABS
0	0,000
1,2	0,115
2,4	0,162
3,6	0,356
4,8	0,477
6,0	0,596

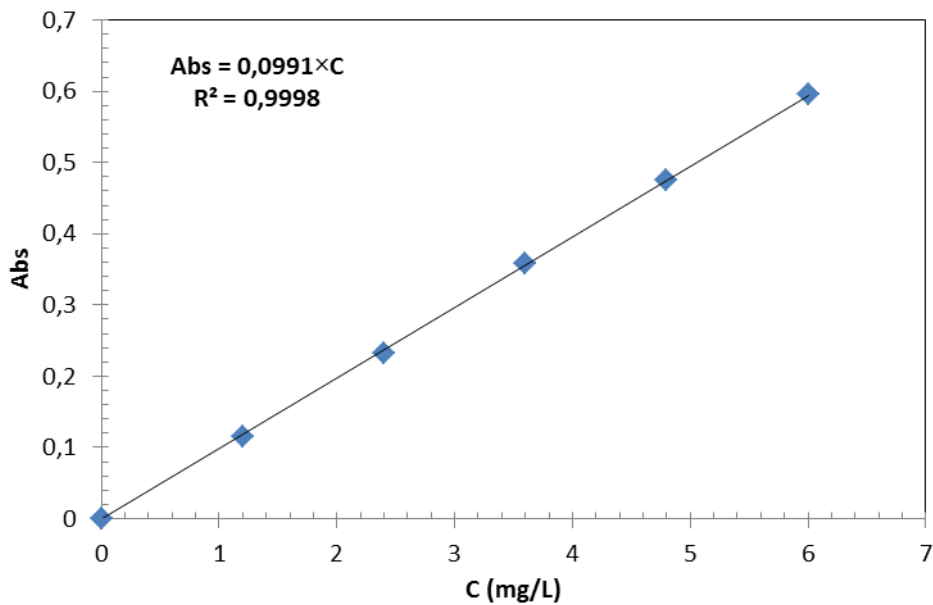


Figure II-4 : courbe d'étalonnage de bleu du méthylène

L'équation de la droite donnant l'absorbance en fonction de la concentration du bleu de méthylène est $Abs = 0,0991 C$ avec un coefficient de régression $R^2 = 0,9998$ Ce qui peut être considéré comme un bon ajustement linéaire. Cette équation est utilisée pour calculer L'indice de bleu du méthylène.

II-6-2. L'indice de bleu méthylène

Indice du Bleu de Méthylène L'indice du bleu de méthylène est le nombre de milligrammes du bleu de méthylène adsorbé par un gramme de charbon actif. L'indice de Bleu de Méthylène a été déterminé suivant la norme Chemviron- Carbon company method TM-11 dans laquelle on détermine l'adsorption du filtrat contenant la concentration résiduelle du Bleu de Méthylène après un contact avec le charbon actif de 30 minutes. L'indice de Bleu de Méthylène représente la quantité en mg/g adsorbée par le charbon actif testé.

II-6-3. Détermination de l'indice de bleu méthylène

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

- 1- une solution d'acide acétique (0,25%) ;
- 2- une solution d'acide acétique (50%) ;
- 3- une solution de BM de concentration (1200mg /L) ;
- 4- Pipeter des concentrations différents de solution de BM (120 mg/L), les mettre dans des fioles 100 mL et diluer avec acide acétique (0,25%) jusqu'à trait de jauge (1L).

Pour déterminé l'indice de BM on pèse 0,1g de charbon actif et introduire 25 mL de solution de BM de la concentration 1200 mg/L, puis on fait l'agitation pendant 30 min pour chaque charbon, et on les mit dans centrifugeuse puis la délutions avec l'acide acétique.

Calculer l'indice de BM par la relation suivante :

$$Indices\ BM = \frac{(1200 - C_{eq}) \times V}{1000 \times m}$$

m : la masse du charbon actif (0,1 g).

V : le volume de solution (25mL).

II-6-4. Résultat d'analyse pour l'indice bleu méthylène

L'indice de bleu de méthylène est un paramètre très important dans la caractérisation du charbon actif, il caractérise les méso pores existant à la surface du charbon les résultats sont représentés dans le tableau II-5 La représentation graphique est motionnée ci-dessous.

Tableau II-5 : valeur de l'indice bleu méthylène pour les trois charbons actifs

	CA1	CA2	CA3
l'indice de BM	12,33	13,88	29,62

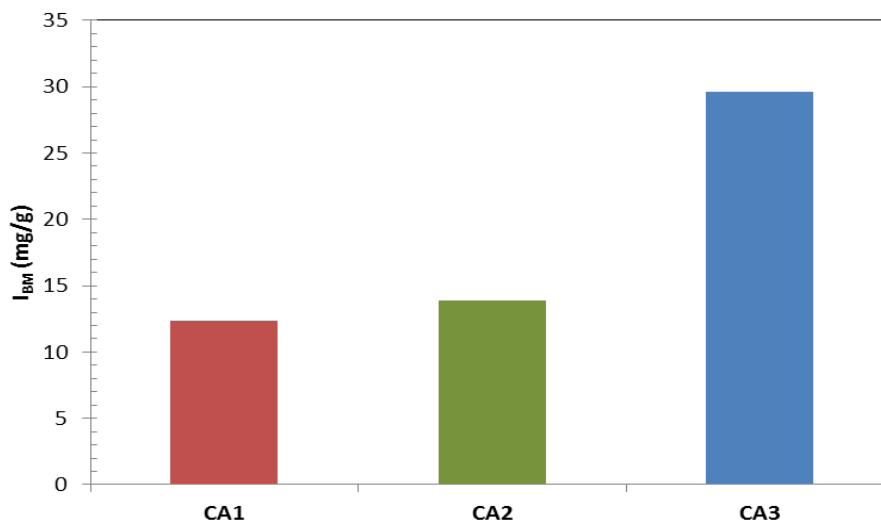


Figure II-5 : Résultat de l'indice bleu méthylène pour les trois charbons actifs

On remarque que le charbon numéro 03 a absorbé une quantité importante bleu de méthylène par rapport au charbon numéro 1 et 2 ce qui indique la présence de Grande quantité de méso pore e dans le charbon 03 et le charbon 1 et 2 ils sont presque là même méso porosité.

II-7. Burn-off et le rendement

Tableau II-6 : les valeurs de rendement et burn-off pour les trois charbons actifs

	CA1	CA2	CA3
Burn-off	67,01	55,61	55,62
Rendement (%)	32,99	44,39	44,38

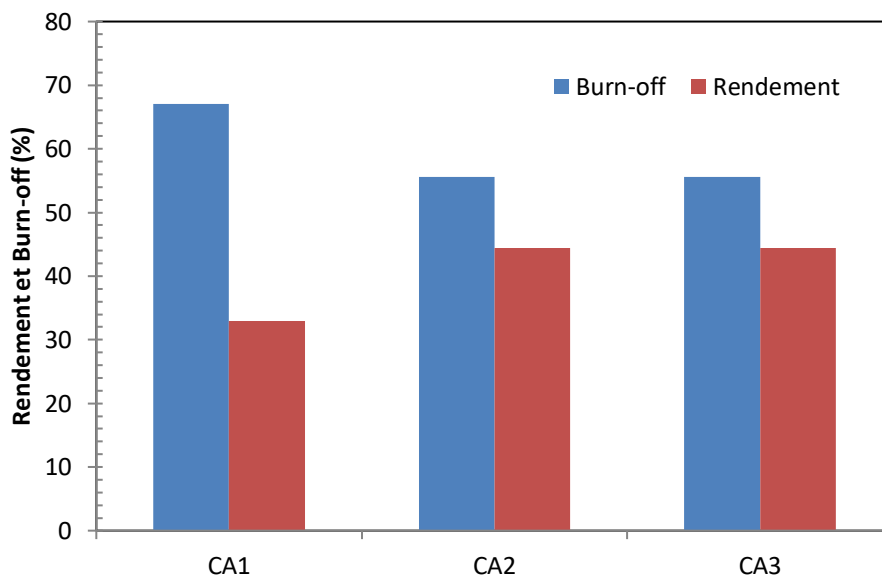


Figure II-6: les résultats de rendement et burn-off pour les trois charbons actifs

D'après les résultats représentés dans le graphique du rendement et de burn-off des trois types de charbon actif on observe que le rendement diminue avec l'augmentation de séjour dans le four et que le burn-off augmente. Et on remarque bien que le rendement et le burn-off sont presque égales dans les CA 2 et 3 et pour le CA 1 on a un rendement Minimum et un burn-off maximum par rapport aux CA1 et CA2.

II-8. L'Infrarouge

Infrarouge Parmi les techniques de caractérisation qui permettent d'atteindre une connaissance approfondie des matériaux fonctionnels, et d'envisager leur optimisation en vue d'application, la technique de spectrométrie Infrarouge est une méthode éprouvée, simple et rapide, qui fournit des informations sur la nature chimique et les propriétés physico-structurales.

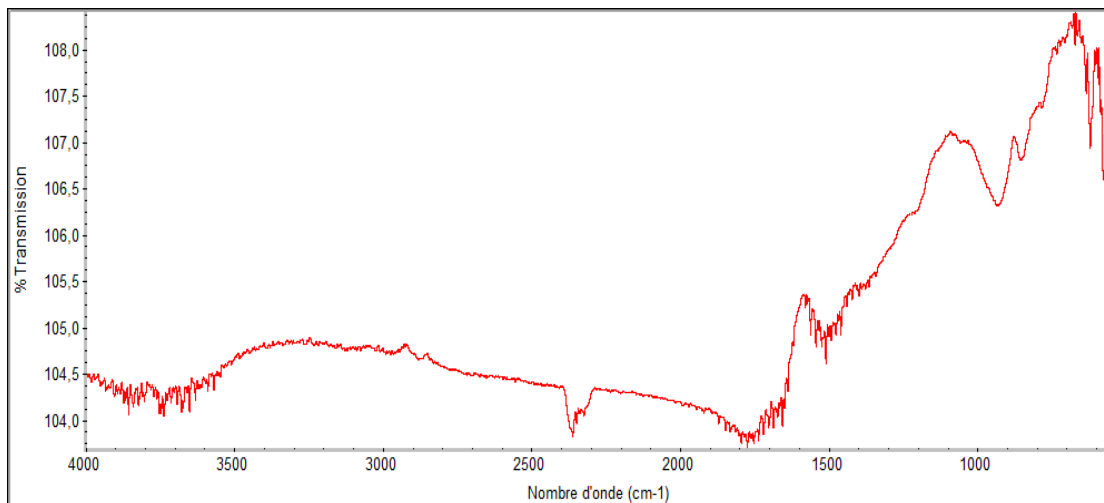


Figure II-7 : l'infrarouge de charbon actif 1

Le spectre IR du charbon actif 1 préparé par la biomasse a 350 °C montre l'existence de pics suivants : à 1100 cm^{-1} on a l'élongation de la liaison -C-O- ; le pic 1760 cm^{-1} pourrait être attribué aux vibration des liaisons -C=O des groupements carboxyliques et à 2370 cm^{-1} qui correspond au groupement nitril C=N .

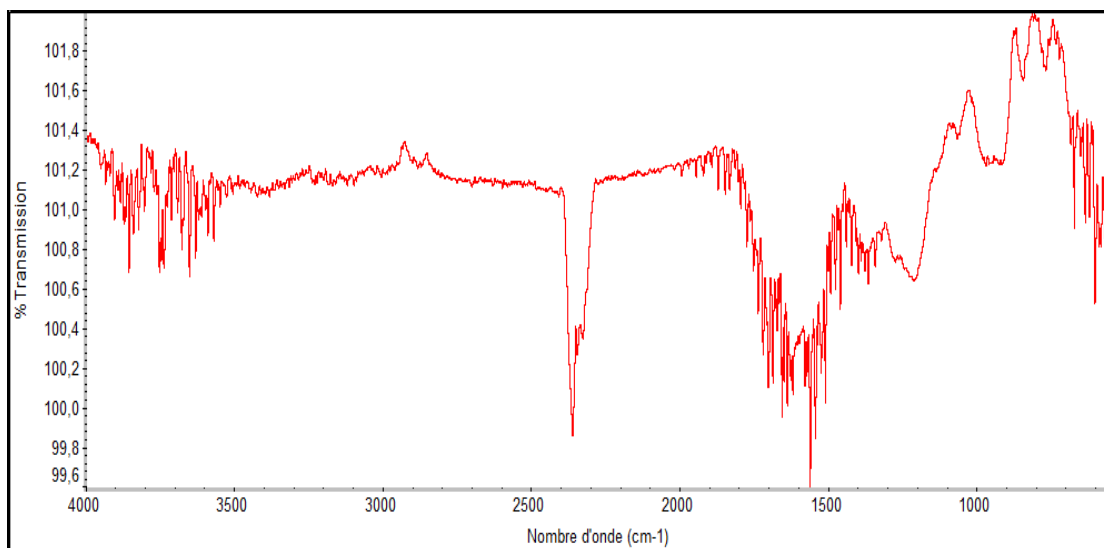


Figure II-8: l'infrarouge de charbon actif 2

Le spectre IR du charbon actif 2 préparé par la biomasse a 350 °C montre l'existence de pics suivants : à 1650 cm^{-1} qui correspond au vibration des la liaison -C=C- dans les cycles

aromatiques; le pic 1760 cm^{-1} pourrait être attribué aux vibration des liaisons -C=O des groupements carboxyliques et à 2360 cm^{-1} qui correspond au groupement nitril C=N .

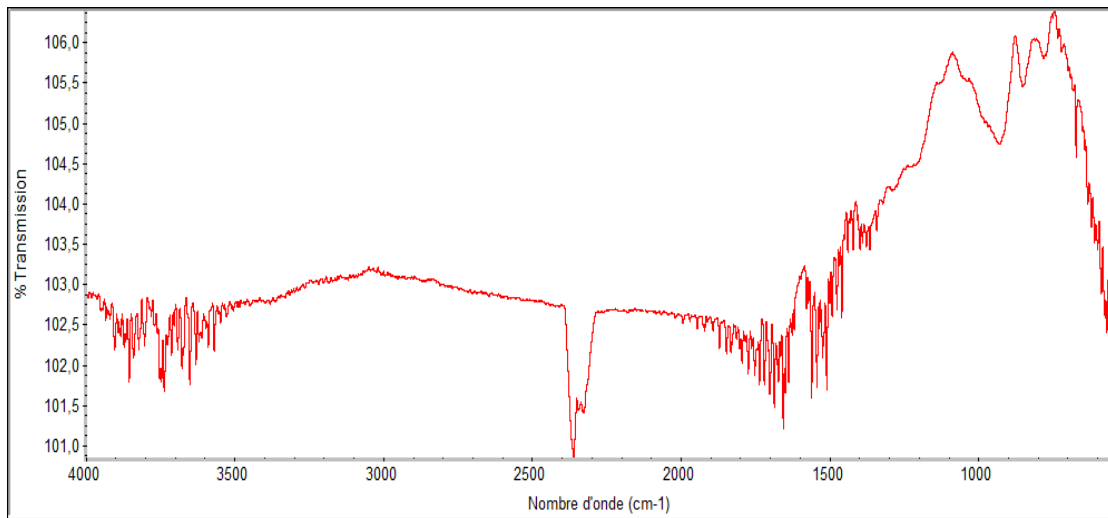


Figure II-9: l'infrarouge de charbon actif 3

Le spectre IR du charbon actif 3 préparé par la biomasse a 350 °C montre l'existence de pics suivants : à 1650 cm^{-1} qui correspond au vibration des liaisons -C=C- dans les cycles aromatiques; et à 2370 cm^{-1} qui correspond au groupement nitrile C=N . apparition d'un pic à 3550 cm^{-1} qui correspond au vibration de la liaison O-H qui existent dans les groupement carboxyliques et phénoliques.

A decorative circular frame composed of a teal-colored line. At the four cardinal points (top, bottom, left, and right), the teal line is embellished with intricate floral and scrollwork motifs. These motifs feature light blue and white scrollwork, accented with yellow, green, and red floral elements. The word "Conclusion" is centered within the frame.

Conclusion

Conclusion

Au cours de notre projet, nous avons pu déterminer l'intérêt d'un déchet végétal local, valorisé en un produit utile et efficace en matière de traitement des eaux usées

Nous avons commencé l'étude pratique au laboratoire de recherche par la préparation et caractérisation des déchets d'écorce d'amande. L'étude a été réalisée en deux parties, la première consiste à la préparation de charbon actif par l'activation chimique avec FeCl_2 et MgCl_2 puis une activation physique à température **600 °C**. Pour juger la performance de notre charbon préparé nous avons procédé à sa caractérisation avec plusieurs méthodes. La première méthode est la méthode de Boehm pour la détermination des groupements fonctionnels à la surface de charbon actif : groupe carboxylique, groupe lactone, groupes phénoliques, groupe acides, groupe basique. La deuxième méthode est la caractérisation chimique pH_{pzc} : les valeurs des trois charbons sont pH_{pzc} (CA1)=**7,5** ; pH_{pzc} (CA2)=**5,8** et pH_{pzc} (CA3) = **6,4**, pour connaître le pouvoir adsorbant de nos charbons actifs nous avons procédé à la détermination de l'indice d'iode, ce paramètre est très important pour la caractérisation de charbon actif pour juger sa microporosité, les valeurs obtenues de l'indice d'iode pour les charbons actifs sont **627,11 mg/g** pour le CA1 ; **575,29 mg/g** pour le CA2 et **614,18 mg/g** pour CA3. Le quatrième paramètre est l'indice de bleu méthylène qui indique la mésoporosité de notre charbon. Les valeurs de ces trois charbons sont **12,33** pour CA1; **13,88** pour CA2 et **29,62** pour CA3 ce qui conclut que les trois charbons actifs sont plutôt microporeux. Le dernier paramètre de caractérisation utilisé, est l'analyse par la spectrophotométrie infrarouge, cette technique a confirmé l'existence des groupements fonctionnels oxygénés à la surface de nos charbons actifs

Par cette étude, nous pouvons conclure que le charbon actif préparé est efficace et qu'on peut trouver d'autres méthodes de préparations pour améliorer la performance d'adsorbants préparés.

A decorative circular frame composed of a teal-colored line. At the four cardinal points (top, bottom, left, and right), the line is embellished with intricate floral and scrollwork motifs. These motifs feature green leaves, yellow and red flowers, and light blue scrollwork, all set against a white background.

Les références

Référence

- [1] **T. Rana, S. Gupta, D. Kumar, S. Sharma, M. Rana, V.S. Rathore and B.M.J. Pereira**, 'Toxic Effects of Pulp and Paper-Mill Effluents on Male Reproductive Organs and Some Systemic Parameters in Rats', *Journal of Environmental Toxicology and Pharmacology*, Vol. 18, N°1, pp. 1 - 7, 2004.
- [2] **M. Ali and T.R. Sreekrishnan**, 'Aquatic Toxicity from Pulp and Paper Mill Effluents – A Review', *Journal of Advances in Environmental Research*, Vol. 5, N°2, pp. 175 - 196, 2001.
- [3] **T. Robinson, G. McMullan, R. Marchant, P. Nigam**, Remediation of dyes in textile effluent: a critical review on current treatment technologies with a proposed alternative, *Bioresour Technol*, 77 (2001) 247-255.
- [4] **M.J. Ahmed, S.K. Dhedan**, Equilibrium isotherms and kinetics modeling of méthylène blue adsorption on agricultural wastes-based activated carbons, *Fluid phase equilibria*, 317 (2012) 9-14.
- [5] **M. Auta, B. Hameed**, Preparation of waste tea activated carbon using potassium acetate as an activating agent for adsorption of Acid Blue 25 dye, *Chemical engineering journal*, 171 (2011) 502-509.
- [6] <https://www.univ-soukahras.dz/fr/publication/article/1586>.
- [7] **S. LAUTRETTE, Thèse de doctorat, (2004)**, « Utilisation des Fibres de Carbone Activé comme catalyseurs de O- et N-glycosylation Application à la synthèse d'analogues de saponines et de nucléosides », Université de Limoges.
- [8] **M. A. SLASLI, Thèse de doctorat, (2002)**, « Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux : Approches théorique et expérimentale », Université de Neuchâtel.
- [9] **E. F. IBANEZ, Thèse de doctorat, (2002)**, « Etude de la carbonisation et l'activation de précurseur végétaux durs et mous », Université de Neuchâtel
- [10] **A. ELABED, Thèse de doctorat, (2007)**, « Réactivité thermique et cinétique de dégradation du bois d'arganier Application à l'élaboration de charbon actif par activation chimique à l'acide phosphorique », Université Mohammed V – Agdal Rabat.
- [11] **C. M. CREANGĂ, Thèse de doctorat, (2007)**, « Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique) », Institut National Polytechnique de Toulouse.
- [12] **DEPARTMENT OF THE ARMY, U.S. Army Corps of Engineers**, (2001), "Engineering and Design, adsorption design guide"
- [13] **M. A. SLASLI, Thèse de doctorat, (2002)**, « Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux : Approches théorique et expérimentale », Université de Neuchâtel
- [14] **B.B. Mokhtar**, Modélisation d'une colonne d'adsorption garnie de charbon actif granulé GAC, Université de Mostaganem, Algérie, 2018.

[15] Z. MEKIBES, Fixation de polluants émergents par des supports ligno-cellulosiques, Université de Mostaganem, Algérie, 2021.

[16] Lagergren S. Zur theorie der sogenannten adsorption gel oster stoffe. Kungliga Svenska Vetenskapsakademiens Handlingar 1898; 24(4):1–39.

[17] H. LE PAPE, Thèse de doctorat, (2003), « Etude des propriétés germicides de fibres de carbones actives, Application à la décontamination de l'air en cabine d'avion », Université de Limoges

[18] T.M. Alslaibi, I. Abustan, M.A. Ahmad, A.A. Foul, Kinetics and equilibrium adsorption of iron (II), lead (II), and copper (II) onto activated carbon prepared from olive stone waste, Desalination and Water Treatment, 52 (2014) 7887-7897.

[19] Chip Appel, Lena Q Ma, R Dean Rhue, Elizabeth Kennelley Point Of Zero Charge Determination In Soils And Minerals Via Traditional Methods And Detection Of Electroacoustic Mobility Original Research Article Geoderma, Volume 113, Issues 1–2, April 2003, Pages 77-93.

[20] X. Xiao, D. Liu, Y. Yan, Z. Wu, Z. Wu, G. Cravotto, Preparation of activated carbon from Xinjiang region coal by microwave activation and its application in naphthalene, phenanthrene, and pyrene adsorption, Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, 53 (2015) 160-167.