



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE ABDELHAMID IBN BADIS - MOSTAGANEM

**Faculté des Sciences Exactes et d'Informatique**  
**Département de Chimie**  
**Filière : Chimie**

**PROJET DE FIN D'ETUDES**  
**POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE MASTER**  
**Option : Chimie Appliquée**

**THEME :**

**PREPARATION D'UN CHARBON ACTIF A BASE  
DES GRAINES DE FIGUES DE BARBARIES ET LA  
COMPARAISON AVEC SON BIOSORBANT.**

**Présenté par :**

**Mlle. GHERNATI HADJIRA**

**Mlle. BENSLIMANE MAROUA**

**Encadrante :** A. Belayachi      Université de Mostaganem

**Président :** A. Benmalti      Université de Mostaganem

**Examineur :** I. Boulenouar      Université de Mostaganem

**Année universitaire : 2021 /2022**

## Remerciements

*Nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage, la patience et la volonté pour réaliser ce modeste travail.*

*Nous exprimons notre plus profonde gratitude à Madame **BELAYACHI Amel** qui nous a encadrées et orientées, nous la remercions pour tous ses conseils, et son aide à progresser dans nos recherches grâce à son esprit critique et son soutien tout le long de la réalisation de ce modeste travail.*

*Nous remercions également Madame **BOURAHLA Sarah** et Madame **BELAYACHI Hanane** pour leurs aides et leurs conseils.*

*Nous tenons à témoigner notre gratitude particulièrement à toutes ses personnes ingénieurs et techniciens du laboratoire de **L'UNIVERSITE ABDELHAMID IBN BADIS DE MOSTAGANEM***

*Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury qui ont accepté d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.*

*Nous tenons à remercier nos familles qui nous ont soutenues tout au long de ces années d'études.*

*Enfin, nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

## Dédicace

*J'ai le grand plaisir de dédier ce modeste travail ;  
À ma très chère Mère, qui me donne toujours l'espoir de vivre et qui n'a jamais cessé de prier  
pour moi.*

*À mon très cher Père, pour ses encouragements, son soutien, surtout  
pour son amour et son sacrifice afin que rien n'entrave  
le déroulement de mes études*

*À mon copain Tahar et sa famille*

*À ma chère sœur Fatiha et son mari, Chahinez et Rahma.  
Que le bon dieu vous protège.*

*À mon cher frère : « Mansour ».  
Merci pour tout ce que vous avez fait pour moi. À mes grands - parents qui ont comblé mon  
cœur de tendresse et ma vie de joie.*

*À mes anges : « Youssra », « Nardjess ».*

*À mes tantes, mes oncles, mes cousins, cousines ainsi que leurs familles.*

*À ma sœur et binôme Benslimane Maroua, qui a contribué à la réalisation  
de ce modeste travail.*

*Sans oublier tous les professeurs que ce soit du primaire, du moyen,  
du secondaire ou de l'enseignement supérieur.*

*Une spéciale dédicace à mes ami(e)s proches : Amina, Chaimaa, Ikram, Sihem, Maroua,  
Noureddine, Hakim, Fabrice et Mohamed.*

*À tous mes amis de promotion de 2<sup>ème</sup> année master chimie appliquée et toute personne qui  
occupe une place dans mon cœur.*

**Ghernati Hadjira**

## DÉDICACE

*J'ai le grand plaisir de dédier ce modeste travail ;  
À ma très chère Mère, qui me donne toujours l'espoir de vivre et qui n'a jamais cessé de prier  
pour moi que dieu la protège et la garde.*

*À mon très cher Père disparu trop tôt. J'espère que, du monde qui est sein maintenant, il  
apprécie cet humble geste comme preuve de reconnaissance de la part de sa petite fille qui a  
toujours prié pour le salut de son âme. Puisse dieu, le tout puissant, l'avoir en sa sainte  
miséricorde.*

*À ma chère sœur Imene et son mari Amine.  
Que le bon dieu vous protège.*

*À mon cher frère : « Lotfi » et sa femme Amina et mon petit bébé avant de sa naissance.  
Merci pour tout ce que vous avez fait pour moi.*

*À ma chère sœur « Mahdia » et ses enfants.*

*À mes grands - parents « Cia », « Mima », « Charef », « Mohamed ».*

*À mes tantes, mes oncles, mes cousins, cousines ainsi que leurs familles.*

*À ma sœur et binôme Ghernati Hadjira, qui a contribué à la réalisation  
de ce modeste travail.*

*Sans oublier tous les professeurs que ce soit du primaire, du moyen,  
du secondaire ou de l'enseignement supérieur.*

*Une spéciale dédicace à mes amies proches : Chaimaa, Sihem, Ikram, Amina, zola, nassima.*

*À mes amis : Ahmed, Tahar, Moha, Nounou, Hakim*

*À tous mes amis de promotion de 2<sup>ème</sup> année master chimie appliquée et toute personne qui  
occupe une place dans mon cœur.*

**Benslimane Maroua**

## **Résumé**

Ces dernières années, la réglementation en matière de qualité d'eau est devenue de plus en plus stricte. Ceci est dû à une préoccupation sociale croissante relative à la préservation de l'environnement. Dans ce but, les recherches environnementales ont connu un développement remarquable.

La préparation et la caractérisation du charbon actif à base de graines de figues de barbarie, qui nous ont été fournies par l'exploitation familiale « BENDIMERED » ([www.lz-opuntia.com](http://www.lz-opuntia.com)), dans la wilaya de Tlemcen (Ouest Algérien) a permis de connaître la structure de ce matériau, qui présente une microporosité plus importante que sa mésoporosité et d'identifier ses groupements fonctionnels. L'activation chimique par l'acide phosphorique a amélioré les caractéristiques et les performances des graines de figues de barbarie.

**Mots clés :** *Caractérisation, Charbon actif à base de graines de figues de barbarie, Biosorbant, IR.*

## Liste des figures

<b>Figure I.1</b>	Charbon actif en poudre.	4
<b>Figure I.2</b>	Charbon actif granulé.	5
<b>Figure I.3</b>	Représentation de la microstructure d'un charbon actif [14].	8
<b>Figure I.4</b>	Le figuier de Barbarie. a- la plante, b- les cladodes, c- les fleurs, d- les fruits, e- les graines, f- la poudre des graines.	10
<b>Figure I.5</b>	Photographie d'une coupe transversale de la graine de la Figue de barbarie [37].	11
<b>Figure I.6</b>	Endosperme de la graine de la figue de barbarie (MEB) [38].	12
<b>Figure II.1</b>	Représentation schématique de la surface interne et externe d'un adsorbant.	18
<b>Figure II.2</b>	Représentation linéaire de l'isotherme de BET.	20
<b>Figure II.3</b>	Spectre IR du charbon actif en poudre.	23
<b>Figure III.1</b>	Exploitation familiale « BENDIMERED ».	25
<b>Figure III.2</b>	Les graines de figues de Barbarie avant et après broyage et tamisage.	26
<b>Figure III.3</b>	Protocole de préparation du charbon actif.	27

<b>Figure III.4</b>	Les étapes de préparation du charbon actif au laboratoire.	29
<b>Figure III.5</b>	Spectre infra rouge pour le charbon actif à base de graines de figues de barbarie.	31
<b>Figure III.6</b>	Représentation du pH <sub>pzc</sub> pour le charbon actif à base de graines de figues de barbarie.	35
<b>Figure III.7</b>	Valeurs de l'indice d'iode des deux matériaux étudiés.	36
<b>Figure III.8</b>	Valeurs de l'indice de Bleu de Méthylène pour les deux matériaux étudiés.	37
<b>Figure III.9</b>	Spectre infra rouge. a) biosorbant à base de graines de figues de barbarie ; b) charbon actif à base de graines de figues de barbarie.	38

## **Liste des tableaux**

<b>Tableau I.1</b>	Composition chimique des graines de la figue de barbarie [37].	13
<b>Tableau I.2</b>	Composition en minéraux de la graine de la figue de barbarie [37].	14
<b>Tableau I.3</b>	Composition en fibre de la graine de la figue de barbarie (%) [37].	15
<b>Tableau II.1</b>	Tailles des pores et surface spécifique des charbons actifs	18
<b>Tableau III.1</b>	Les valeurs des indices d'iodes, indices de bleu de méthylène et les pH <sub>pzc</sub> pour le biosorbant et le charbon actif à base de graines de figues de barbarie.	36



Remerciements .....	i
Dédicace .....	iii
Résumé .....	v
Liste des figures.....	vi
Liste des tableaux .....	viii
Introduction générale.....	1
Chapitre I. Charbon actif .....	3
I.1. Introduction.....	3
I.2. Différentes formes de charbon actif.....	3
I.2.1. Charbon actif en poudre (CAP).....	3
I.2.1.1. Utilisation du charbon actif en poudre .....	4
I.2.1.2. Avantages du charbon actif en poudre .....	4
I.2.1.3. Inconvénients du charbon actif en poudre .....	4
I.2.2. Charbon actif granulé (CAG).....	5
I.2.2.1. Utilisation du charbon actif granulé .....	5
I.2.2.2. Avantages du charbon actif granulé .....	6
I.2.2.3. Inconvénients du charbon actif granulé .....	6
I.3. Procédés de fabrication du charbon actif .....	7
I.3.1. Carbonisation .....	7
I.3.2. Activation.....	7
I.3.3. Condition d'activation.....	7
I.4. Structure poreuse du charbon actif.....	8
I.5. Le figuier de barbarie .....	9
I.5.1. Origine.....	9
I.5.2. Appellations du figuier de Barbarie .....	9
I.5.3. Description .....	9
I.5.4. Composition chimique de la figue de barbarie .....	11
I.5.5. La graine de la figue de barbarie .....	11
I.5.5.1. Description morphologique .....	11
I.5.5.1.1. L'endosperme.....	12
I.5.5.1.2. Le péricarpe.....	12
I.5.5.2. Composition chimique des graines de la figue de barbarie .....	12

## Sommaire

---

I.5.5.2.1. Sucre.....	13
I.5.5.2.2. Acides aminés et minéraux .....	13
I.5.5.2.3. Fibres.....	15
I.5.5.2.4. Lipides et les protéines.....	15
I.5.5.2.5. Vitamines et caroténoïdes .....	16
Chapitre II. Caractérisation du charbon actif .....	17
II.1. Introduction.....	17
II.2. Descriptions des différentes techniques de caractérisation.....	17
II.2.1. Détermination de la surface spécifique .....	17
II.2.2. Méthode de Brunauer-Emmett-Teller.....	18
II.2.3. pH de Point de Charge Zéro (pH <sub>pcz</sub> ) .....	21
II.2.3.1. Définition.....	21
II.2.3.2. Protocole expérimental .....	21
II.2.4. Indice d'iode .....	21
II.2.5. Indice de bleu de méthylène .....	22
II.2.6. Indice du phénol.....	22
II.2.7. Analyse FTIR.....	22
II.2.7.1. La spectrométrie infrarouge .....	22
II.2.7.2. Principe de l'analyse infrarouge .....	23
II.2.7.3. Origine de l'absorption lumineuse dans l'infrarouge .....	23
II.2.8. Microscope Electronique à Balayage (MEB) .....	24
Chapitre III : Partie expérimentale .....	25
III.1. Introduction .....	25
III.2. Matériels et méthodes d'analyse .....	25
III.2.1. Mesure de pH .....	25
III.2.2. Mesure de l'absorbance .....	26
III.3. Préparation du charbon actif.....	26
III.4. Caractérisations du charbon actif .....	29
III.4.1. Analyse FTIR .....	30
III.4.1.1. Préparation des échantillons .....	30
III.4.1.2. Spectromètre utilisé .....	30
III.4.1.3. Identification du Spectres IR .....	30
III.4.2. Indice d'iode.....	32

## Sommaire

---

III.4.2.1. Définition.....	32
III.4.2.2. Méthode iodométrique.....	32
III.4.2.3. Préparation des solutions.....	32
III.4.2.4. Détermination de l'indice d'iode.....	32
III.4.3. Indice de Bleu de Méthylène.....	33
III.4.3.1. Définition.....	33
III.4.3.2. Détermination de l'indice de Bleu de Méthylène.....	34
III.4.4. Détermination de pH de Point de Charge Zéro ( $\text{pH}_{\text{pcz}}$ ).....	34
III.5. Etude comparative .....	35
Conclusion générale .....	40
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	41

### **Introduction générale**

La protection de l'environnement est devenue une préoccupation majeure de notre société. Elle a motivé des études sur la réduction des facteurs créateurs de pollution et encouragé le développement croissant de recherches pour l'amélioration des méthodes de dépollution.

Le monde consomme des quantités d'eau très importantes, pour un usage domestique ou industriel, l'utilisation de cette eau entraîne sa contamination par divers éléments (particules, solides, bactéries, molécules organiques et minérales...). Une fois utilisée, l'eau est encore souvent rejetée dans le milieu naturel, malgré le développement de la pratique de la réutilisation.

Cependant, le rejet direct dans l'environnement doit être exclu du fait de l'impact de la pollution contenue dans les eaux sur le milieu récepteur (faune et flore) et la santé humaine. Avant d'être rejetée, l'eau doit donc être traitée afin de minimiser son impact sur le milieu naturel [1].

Pour l'élimination du potentiel de perturbation environnementale dans une perspective de développement durable, la dépollution des eaux et la valorisation des résidus industriels sont des objectifs importants pour les pays industrialisés et les pays en voie de développement. Pour y parvenir, des technologies de traitement doivent être développées, permettant ainsi de préserver l'environnement.

Beaucoup d'industries, tels que le textile, le papier, les plastiques et les industries de colorants consomment de grands volumes d'eau, et emploient également des produits chimiques et des colorants durant les processus de fabrication. En conséquence, ils produisent une quantité considérable d'eau usée polluée. Leurs effluents toxiques sont une source importante de pollution aquatique et endommageront considérablement les eaux de réception s'ils ne sont pas traités [2].

Parmi les procédés de traitement des rejets liquides, l'adsorption reste une technique relativement utilisée et facile à mettre en œuvre. Le charbon actif est l'adsorbant le plus largement utilisé en raison de sa grande capacité d'adsorption des matériaux organiques.

Toutefois, cet adsorbant a un coût élevé et reste difficile à régénérer. La recherche d'un autre adsorbant efficace et moins coûteux s'avère donc intéressante [3]. Dans cette optique, l'utilisation d'un déchet d'origine naturelle en tant qu'adsorbant présente un grand intérêt en raison de son abondance en quantité importante souvent non valorisée.

## **Introduction générale**

---

La préparation de charbon actif 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.

L'objectif de ce travail est la préparation et la caractérisation, à partir d'un sous-produit de figes barbarie, d'un matériau adsorbant, qui peut être utilisé dans le traitement des eaux usées et dans l'élimination des polluants de toute sorte. Ce manuscrit se compose de 3 chapitres :

Dans le premier chapitre, nous présenterons les données bibliographiques sur le charbon actif.

Dans le second chapitre, nous présenterons une synthèse bibliographique sur les différentes méthodes de caractérisation du charbon actif.

Le troisième et dernier chapitre, est consacré aux résultats expérimentaux et à leur interprétation avec une étude comparative entre les performances du charbon actif préparé (dans ce travail) à partir des graines de figes de barbarie et son biosorbant.

### Chapitre I. Charbon actif

#### I.1. Introduction

Le charbon actif (CA) est un matériau utilisé depuis longtemps, d'abord comme adsorbant et, ultérieurement, comme catalyseur. Les propriétés d'adsorption du charbon ont été utilisées très tôt, par les Egyptiens en 1550 avant JC, en médecine et pour le traitement des odeurs. Un siècle plus tard, les Phéniciens furent les précurseurs de son utilisation pour rendre l'eau potable. La première utilisation industrielle du charbon n'est apparue qu'au XVIIIème siècle pour la décoloration des sirops de sucre. Aujourd'hui, l'adsorption sur charbon actif est une opération utilisée dans des domaines très variés comme la chimie fine, la pétrochimie, l'agroalimentaire, mais aussi dans des applications liées à l'environnement comme le traitement d'effluents. Dans ce domaine, les utilisations les plus courantes du charbon en tant qu'adsorbant sont le traitement de l'eau de stations d'épuration industrielles et le traitement des gaz en général [4].

#### I.2. Différentes formes de charbon actif

Selon leurs applications, les charbons actifs sont disponibles soit en poudre (CAP), soit en grains (CAG).

##### I.2.1. Charbon actif en poudre (CAP)

Les charbons actifs en poudre présentent une granulométrie inférieure à 100  $\mu\text{m}$  avec un diamètre moyen situé entre 15 et 25  $\mu\text{m}$ . Par exemple, la norme ASTM D5158 classe les particules de diamètre inférieur ou égal à 0,177 mm comme CAP. Ils ont une large surface externe et une faible profondeur de diffusion : la vitesse d'adsorption est très rapide [5].

De tels charbons sont donc utilisés préférentiellement pour l'adsorption de solutions en mode batch. Les poudres fines sont utilisées en pharmacie et servent aussi à décolorer les huiles, les graisses, les vins, les sucres et de nombreux autres liquides organiques.



**Figure I.1.** Charbon actif en poudre [6].

### **I.2.1.1. Utilisation du charbon actif en poudre**

- ✓ Le charbon actif en poudre est utilisé en combinaison avec un traitement de clarification.
- ✓ Le charbon actif en poudre est ajouté continuellement avec l'eau à traiter avec des agents flocculants. Il est recommandé d'utiliser des clarificateurs pour augmenter le temps de contact entre le charbon et l'eau. La dose d'ozone nécessaire dans le cadre d'un inter oxydation est alors réduite. La principale conséquence est que le nombre de sous-produits d'ozonation diminue [7].

### **I.2.1.2. Avantages du charbon actif en poudre [7]**

- ✓ Le charbon actif en poudre est 2 à 3 fois moins cher que le charbon actif 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.2.1.3. Inconvénients du charbon actif en poudre [7]**

- ✓ Le charbon actif en poudre ne peut pas être régénéré quand il est mélangé avec des boues d'hydroxyde.
- ✓ Il est difficile d'enlever les dernières traces d'impuretés sans ajouter une quantité très importante de charbon actif en poudre.
- ✓ La détection des pointes de pollution est problématique et sa concentration applicable est limitée.

### I.2.2. Charbon actif granulé (CAG)

Le CAG peut être soit en forme granulée soit extrudée, il est représenté par des tailles telles que 8x20, 20x40, ou 8x30 pour des applications en phase liquide et par 4x6, 4x8 ou 4x10 pour des applications en phase vapeur [8]. Par exemple, un charbon 20x40 est formé de particules traversant une maille standard américaine N° 20 (0.84 mm) mais retenues par une maille N° 40 (0.42 mm). La taille 8x30 est la plus utilisée pour de nombreuses applications.



**Figure I.2.** Charbon actif granulé [9].

#### I.2.2.1. Utilisation du charbon actif granulé

Le charbon actif granulé est utilisé dans des différents types de traitements des eaux pour la réduction des oxydants chlorés résiduels et une très faible élimination de certains sous-produits de désinfection tels que les bromates et les chlorates, et aussi utilisé pour enlever la turbidité et pour dissoudre des composés organiques, l'odeur, les taches, les colorants. Le traitement au charbon actif granulé est reconnu comme étant le procédé le plus efficace contre les goûts et les odeurs. Ce composé de faible poids moléculaire favorise une durée de vie prolongée. Il est utilisé pour l'élimination des micropolluants organiques et de la matière organique sous forme de carbone dissous.

Il est utilisé en filtration pour des traitements de finition, car il permet l'amélioration de nombreux paramètres liés à la matière organique naturelle (MON) : couleur, goût, odeur et demande en désinfectant. En outre, son utilisation en filtration biologique permet d'obtenir des



rendements d'élimination du carbone organique biodégradable (CODB) pouvant aller jusqu'à 80 % à 18 °C, mais ne dépassant pas 30 % à 8 °C [7].

### I.2.2.2. Avantages du charbon actif granulé [7]

- ✓ La durée de vie du charbon actif granulé dépend de l'abattement de la matière organique et du lissage des points de pesticide. Le choix du type de charbon actif est également déterminant sur le rendement de l'élimination.
- ✓ 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.2.2.3. Inconvénients du charbon actif granulé [7]

- ✓ Durée de vie limitée.
- ✓ Préfiltration : Les carburants dissous et matières en particules peuvent rapidement encrasser le charbon, nécessitant un prétraitement dans la plupart des cas.
- ✓ Coût : Le besoin de remplacer régulièrement le charbon épuisé rend le charbon actif granulé plus cher que le stripping pour des concentrations élevées de contaminants.
- ✓ Déchets dangereux : tout le charbon doit être finalement jeté, puisqu'il ne peut être régénéré qu'un certain nombre de fois, ou pas du tout dans le cas de l'adsorption de métaux ou de résidus d'explosifs. Selon les caractéristiques du charbon épuisé, il peut être jeté comme déchet dangereux, ce qui augmenterait le coût et responsabilité.

### I.3. Procédés de fabrication du charbon actif

#### I.3.1. Carbonisation

La carbonisation est la décomposition thermique des matières carbonées : les espèces autres que les carbones sont éliminés. 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 (absence d'oxygène). 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 [10].

#### I.3.2. Activation

L'activation consiste à développer la structure poreuse en éliminant les goudrons qui obstruent les pores, et à créer des fonctions de surface (généralement oxydées) qui sont à l'origine des interactions entre le solide et les molécules adsorbées. Elle peut être physique ou chimique.

L'activation physique permet de développer les pores existants et d'en créer d'autres. Elle est réalisée entre 800°C et 1000°C en présence d'un gaz faiblement oxydant (air), de vapeur d'eau, de CO<sub>2</sub>, ou encore d'un mélange de ces gaz.

L'activation chimique est plutôt utilisée avec le bois. Elle consiste à imprégner le matériau de départ avec une solution concentrée d'agent très oxydant et/ou déshydratant (acide phosphorique, chlorure de zinc...). Le matériau subit ensuite une pyrolyse entre 400°C et 800°C à l'abri de l'air, puis est lavé et séché. Le charbon actif est ainsi obtenu en une seule étape. C'est le degré d'imprégnation du matériau en matière oxydante qui définit la structure poreuse finale. Suite à l'activation, le charbon actif acquiert une structure poreuse polydispersé : les pores ont différentes formes et dimensions. La répartition poreuse dépend de la nature de la matière première, mais aussi des conditions de l'activation. Les propriétés physico-chimiques d'un charbon peuvent donc varier pour un même précurseur [10].

#### I.3.3. Condition d'activation

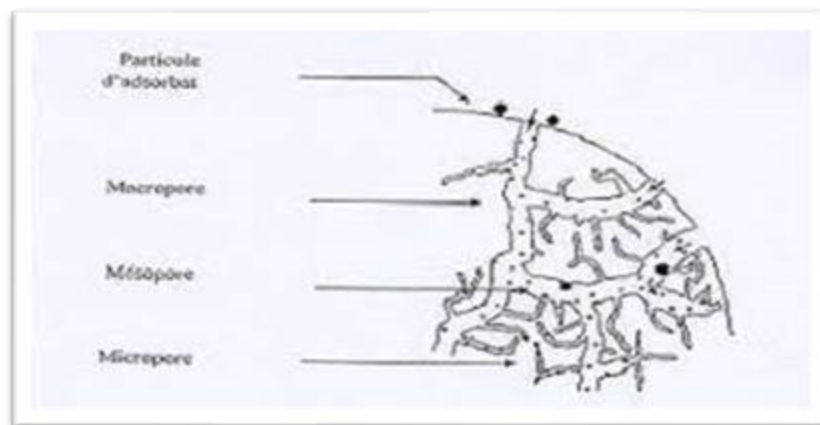
L'efficacité, la pureté ainsi que le domaine d'application du charbon actif sont des facteurs qui dépendent des conditions d'activation. En effet, le choix de la matière première joue un rôle très important, puisque dans des applications agroalimentaires, il est presque impératif d'utiliser

un charbon actif d'origine végétale. Le choix de l'agent activant est très important aussi puisqu'il y a un risque de contamination, même après un lavage abondant. D'autre part, l'efficacité du charbon actif dépend de la concentration de l'élément d'activation, de la température d'activation ainsi que de la durée d'activation [11]. Tous ces paramètres doivent être étudiés et pris en considération pour avoir un compromis entre le coût et la qualité du charbon actif utilisé.

### I.4. Structure poreuse du charbon actif

Les pores sont classés selon leur diamètre en trois types de porosité, selon la définition de l'IUPAC [12], la porosité est classifiée de la manière suivante :

- **Les micropores** : Le diamètre des pores est inférieur à 2 nm.
- **Les mésopores** : Le diamètre est situé entre 2 et 50 nm.
- **Les macropores** : Le diamètre des pores est supérieur à 50 nm. A moindre rôle dans l'adsorption. En effet, ils jouent un rôle de couloirs au passage des molécules vers les mésopores et les micropores [13].



**Figure I.3.** Représentation de la microstructure d'un charbon actif [14].

### **I.5. Le figuier de barbarie**

#### **I.5.1. Origine**

Le figuier de barbarie est une plante originaire des régions arides et semi-arides du Mexique et le sud des Etats unis, qui a été introduite en Europe et en Afrique du Nord vers le 16<sup>ème</sup> siècle par les expéditeurs [15].

#### **I.5.2. Appellations du figuier de Barbarie**

Le Nopal c'est le nom mexicain de la plante, vient du nom Nochtli en nahuatl, langue classique des Aztèques. Opuntia, son appellation savante, vient du latin Opuntius, d'Oponthe [16].

#### **I.5.3. Description**

Le figuier de barbarie est une plante arborescente qui peut atteindre de 3 à 5 mètres de haut. Son organisation en cladodes, couramment appelés « raquettes », est particulière.

Les cladodes sont des tiges modifiées de forme aplatie, de 30 à 40 cm de long, qui remplacent les feuilles dans leur fonction photosynthétique et dont la surface est parsemée d'alvéoles (figure I.4).

L'appareil racinaire est superficiel, se concentre dans les 30 premiers centimètres du sol, mais en revanche très étendu.

Les fleurs sont à ovaire infère, avec de grandes corolles latérales jaunes, orange ou rouges. Un cladode fertile peut porter jusqu'à une trentaine de fleurs. Ce nombre varie selon la position du cladode sur la plante et les facteurs physiologiques (figure I.4).

Ces fleurs donnent naissance aux fruits ; une grosse baie (100 à 150 g) ovale ou allongée et charnue, avec une pulpe juteuse, en générale contenant de nombreuses graines (polysémique).

La couleur et la forme du fruit sont variables selon les variétés : jaune, rouge, blanche.

Les graines sont dures, indigestes, mais riches en vitamines. On en obtient, après préparation, une huile très recherchée et une farine nourrissante [17].



-a-



-b-



-c-



-d-



-e-



-f-

**Figure I.4.** Le figuier de Barbarie [18]. a- la plante, b- les cladodes, c- les fleurs, d- les fruits, e- les graines, f- la poudre des graines.

### I.5.4. Composition chimique de la figue de barbarie

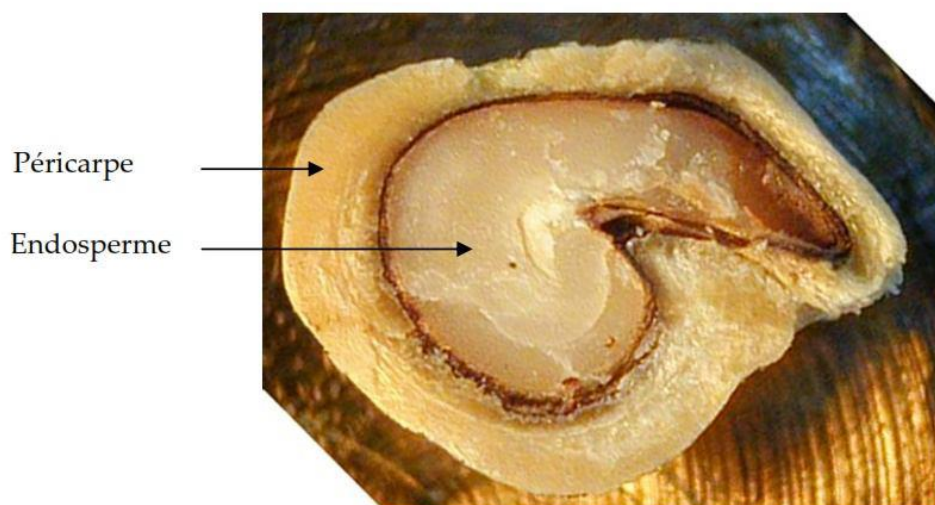
Il est à signaler que les différentes parties d'*Opuntia ficus-indica* : Cladode, fruit et fleurs contiennent essentiellement une grande quantité d'eau et sont riches en minéraux tels que le calcium, magnésium, potassium, phosphore et cuivre. Elles sont également une excellente source de protéines, y compris les acides aminés essentiels, en particulier la proline et la sérine [19, 20].

Les fibres du Nopal, comme la plupart des fibres végétales de qualité, régularisent le transit intestinal. Elles préviennent l'organisme de la constipation. Les vitamines A, B1, B2, B3 et C, présentes naturellement dans le Nopal, ses sels minéraux (sodium, potassium, fer...) et ses fibres (sous forme de lignine, de cellulose, d'hémicellulose, de pectine, de mucilages et de gommés) contribuent avec les acides aminés présents, à désintoxiquer l'organisme en général et plus particulièrement le foie [21].

### I.5.5. La graine de la figue de barbarie

#### I.5.5.1. Description morphologique

Les graines de figue de barbarie sont caractérisées par leur dureté et leur formes plates, plus au moins réniformes ou lenticulaires. Le pourcentage et le nombre de graines par fruit varie en fonction de plusieurs facteurs dont la variété, la physiologie et l'environnement de culture [22]. L'étude morphologique de la graine réalisée par microscopie optique et à transmission, permet de voir que les tissus sont organisés en deux parties distinctes (figure I.5) : une enveloppe (péricarpe) et un (endosperme).

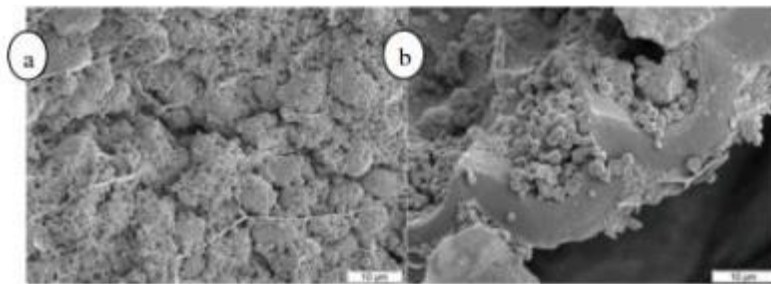


**Figure I.5.** Photographie d'une coupe transversale de la graine de la Figue de barbarie [22].



### I.5.5.1.1. L'endosperme

Il représente 5 à 10% du poids total des graines de figuier de barbarie. Il est constitué de cellules de parenchyme de réserve à paroi très fine renfermant de nombreux leucoplastes qui forment de petits grains d'amidon (figure I.6-a). S'intercale une couche de gluten (couche à aleurone) entre les tissus riches en amidon donnant au noyau un aspect visqueux. L'ensemble de ces cellules est couvert d'une paroi cellulaire épaisse en forme de tuile inversée (figure I.6 - b) [18].



**Figure I.6.** Endosperme de la graine de la figue de barbarie (MEB) [23].

### I.5.5.1.2. Le péricarpe

Le péricarpe de la graine de figue de barbarie représente le reste du poids du grain total 90 à 95%. On peut remarquer deux types de cellules : en majorité des cellules longues très compactes en forme de fibres fusiformes et quelques vaisseaux spiralés [18].

### I.5.5.2. Composition chimique des graines de la figue de barbarie

La teneur des différents constituants des graines de la figue de barbarie est représentée dans le tableau (I.1).

**Tableau I.1.** Composition chimique des graines de la figue de barbarie.

Constituants	Teneur	Constituants	Teneur
Eau	5-6 %	Lignine	18 %
Huile	7-8.5 %	Protéines	11-12%
Minéraux (cendres)	1.3 %	Cellulose	30 %

L'analyse préliminaire des graines de figue de barbarie montre qu'elle est lignifiée (présence de beaucoup de lignine) et renferme en quantités considérables des protéines et des huiles [22].

### **I.5.5.2.1. Sucre**

La graine de figue de barbarie contient une quantité importante de Polysaccharides en majorité du glucose et de la xylose constituant de la cellulose et des hémicelluloses [18].

### **I.5.5.2.2. Acides aminés et minéraux**

Les protéines de la graine sont riches en acides aminés soufrés, d'où l'odeur dont la quantité de méthionine et de cystine représente près de deux fois la quantité recommandée par la FAO/OMS. La graine est, aussi, riche en minéraux, avec des quantités relativement importantes, notamment le potassium (275 mg/100g), le calcium (258 mg/100g) et le magnésium (208 mg/100g) [22]. Le tableau (I.2) résume la composition des graines en minéraux.



**Tableau I.2.** Composition en minéraux de la graine de la figue de barbarie [22].

<b>Les minéraux</b>	<b>Teneur (mg/100g)</b>	<b>Les minéraux</b>	<b>Teneur (mg/100g)</b>
<b>Ca</b>	258	<b>Fe</b>	12.1
<b>Mg</b>	208	<b>Cu</b>	0.83
<b>Na</b>	0.83	<b>Zn</b>	4.16
<b>K</b>	275	<b>Mn</b>	0.83
<b>P</b>	110	<b>Mb</b>	0.33

### I.5.5.2.3. Fibres

La graine constitue la principale source de fibres dans la figue de barbarie comme. Les deux types de fibres qui caractérisent la graine sont les fibres solubles comprenant les : mucilage, pectine et hémicellulose et les fibres insolubles composées, principalement, de cellulose [22].

**Tableau I.3.** Composition en fibre de la graine de la figue de barbarie (%) [22].

<b>Fibre</b>	<b>Teneur (%)</b>
<b>Hémicellulose</b>	9.95
<b>Cellulose</b>	83.2
<b>Pectine</b>	6.69
<b>Lignine</b>	0.19

### I.5.5.2.4. Lipides et les protéines

La partie du fruit la plus riche en protéines est la graine. Cependant, on s'est surtout focalisé sur l'huile contenue dans ces graines depuis qu'on a montré que cette huile est riche en acides gras insaturés et stérols. Ces principaux acides gras sont l'acide palmitique, stéarique, oléique mais surtout avec une teneur plus importante en acide linoléique (70%). Le  $\beta$ -sitostérol et le campestérol sont les constituants les plus importants de la fraction des stérols représentant 90% des stérols totaux [22].

### **I.5.5.2.5. Vitamines et caroténoïdes**

Le tocophérol (vitamine E) et le  $\beta$ -carotène sont retrouvés dans la fraction lipidique de la graine de la figue de barbarie. L'isomorphe  $\gamma$ -tocophérol homologue de la vitamine E est le principal composant de l'huile de la graine représentant 80% du contenu total en vitamine E ; le  $\alpha$ -tocophérol est le second avec 14 à 16% [22].

## Chapitre II. Caractérisation du charbon actif

### II.1. Introduction

La surface spécifique disponible pour l'adsorption dans la structure poreuse du charbon actif peut être mesurée par plusieurs méthodes. Le poids des différentes substances standard telles que l'azote, iode, la mélasse, le phénol, ou le bleu de méthylène peut être utilisé pour mesurer la surface spécifique dans certaines fractions de tous les pores [23]. L'adsorption de l'azote par le modèle de Brunauer-Emmett-Teller (BET) mesure la surface spécifique du charbon actif, elle est utilisée comme un premier indicateur de niveau d'activité, elle est basée sur le principe que plus la surface spécifique est grande, plus le nombre des sites d'adsorption est disponible. Les autres adsorbats sont utilisés pour mesurer la surface spécifique liée à la taille donnée des pores. L'iode est adsorbé dans les pores relativement petits (micropores) et est ainsi une mesure approximative de la surface spécifique totale, par contre le phénol et le bleu de méthylène sont adsorbés dans les macropores et les mésopores.

### II.2. Descriptions des différentes techniques de caractérisation

#### II.2.1. Détermination de la surface spécifique

Elle est généralement exprimée en  $m^2/g$ . Son estimation est conventionnellement fondée sur des mesures de la capacité d'adsorption  $N_{am}$  de l'adsorbant en question, correspondant à un adsorbat donné ; la molécule adsorbée doit avoir une surface connue et acceptable. Il suffit à cet effet, de déterminer la valeur de la capacité de la monocouche à partir de l'isotherme d'adsorption.

La surface spécifique comprend la surface externe et la surface interne d'un adsorbant (figure II.1).

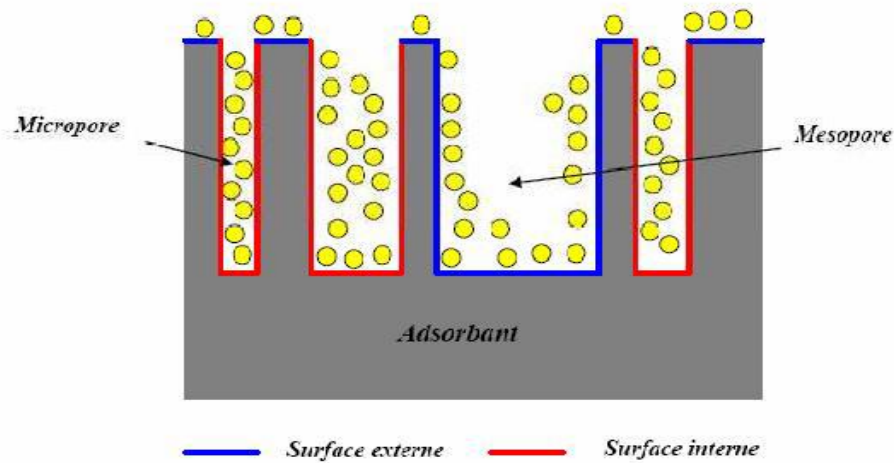


Figure II.1. Représentation schématique de la surface interne et externe d'un adsorbant.

Tableau II.1. Tailles des pores et surface spécifique des charbons actifs.

	<b>Micropores</b>	<b>Mésopores</b>	<b>Macropores</b>
<b>Diamètre (Å)</b>	Inférieur à 20	20-500	Supérieur à 500
<b>Volume poreux (m<sup>3</sup>/g)</b>	0.15-0.5	0.02-0.1	0.2-0.5
<b>Surface spécifique (m<sup>2</sup>/g)</b>	100-1000	10-100	0.5-2

### II.2.2. Méthode de Brunauer-Emmett-Teller

L'hypothèse de BET repose sur la formation de plusieurs couches de molécules adsorbées, ainsi les molécules se posent les unes sur les autres pour donner une zone interfaciale qui peut contenir plusieurs épaisseurs de molécules adsorbées. La première couche d'adsorbant se comporte comme un substrat pour une adsorption ultérieure et libère une chaleur différentielle  $H_I$  constante, tandis que pour les molécules de toutes les autres couches, la chaleur d'adsorption est égale à l'enthalpie de liquéfaction  $H_L$  (chaleur latente).

## Chapitre II : Caractérisation du charbon actif

---

L'isotherme de Brunauer-Emmett-Teller (BET) peut être mise à profit pour estimer la surface spécifique d'un adsorbant ou son aire spécifique. L'isotherme BET est donnée par la relation :

$$\frac{P}{V(P_0-P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \frac{P}{P_0} \quad (\text{II.1})$$

Où

$$\frac{V}{V_m} = \frac{C \cdot P}{(P_0 - P) \left[ 1 + (C-1) \frac{P}{P_0} \right]} \quad (\text{II.2})$$

Où V est le volume de gaz adsorbé, P la pression du gaz, P<sub>0</sub> la pression de vapeur au-dessus de plusieurs couches de molécules adsorbées et V<sub>m</sub> le volume nécessaire pour former une couche mono moléculaire complète sur la surface d'un gramme de solide.

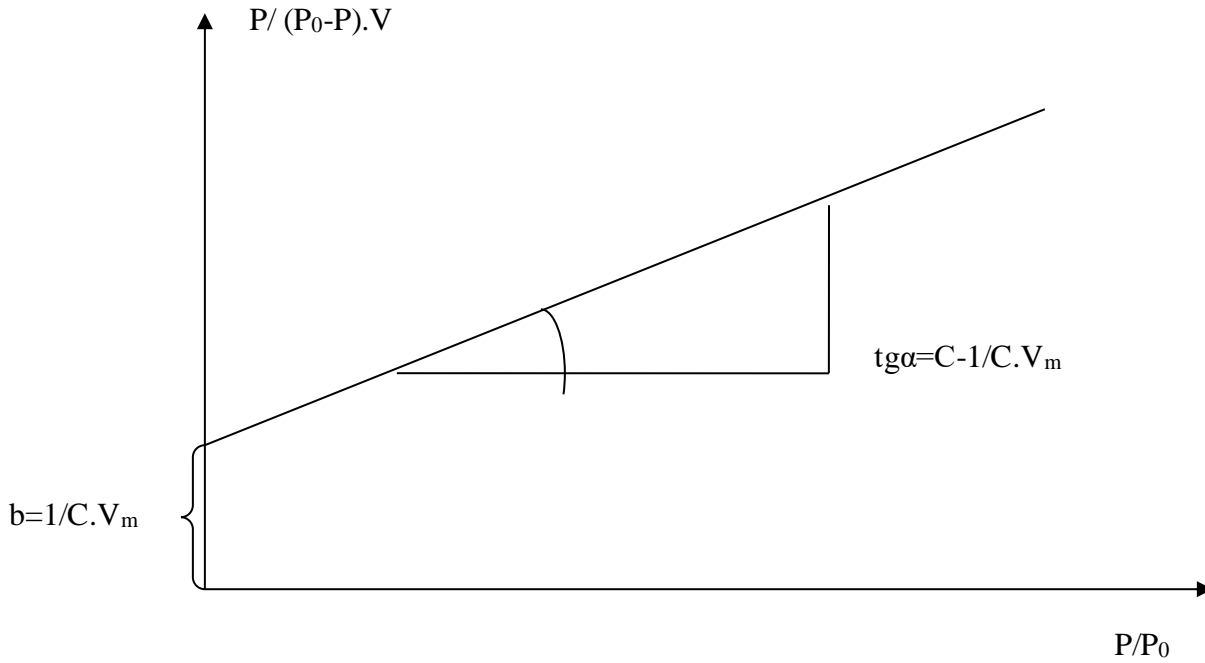
C'est la constante donnée par l'expression :

$$C = \exp\left(\frac{H_J - H_L}{RT}\right) \quad (\text{II.3})$$

Où H<sub>J</sub>: chaleur différentielle (cal).

H<sub>L</sub>: chaleur latente d'évaporation (cal).

En traçant P/V · (P<sub>0</sub>-P) en fonction de P/P<sub>0</sub>, on doit obtenir une droite de pente C-1/C · V<sub>m</sub> et d'ordonnée à l'origine 1/C · V<sub>m</sub>. Ceci est calculé dans la zone d'application où P/P<sub>0</sub> est compris entre 0.05 et 0.35.



**Figure II.2.** Représentation linéaire de l'isotherme de BET.

On calcule le volume correspondant à un recouvrement total  $V_m$ , par la relation :

$$V_m = \frac{1}{a+b} \quad (\text{II.4})$$

Où  $a$  et  $b$  sont la pente et l'ordonnée à l'origine.

La surface spécifique  $A_{sp}$  peut être directement calculée de  $V_m$  en utilisant la relation suivante :

$$A_{sp} = \frac{P_m V_m}{RT_m} \times 6.023 \times 10^{23} \times \sigma_0 \quad (\text{II.5})$$

Où  $P_m$  et  $T_m$  sont la pression et la température du gaz adsorbé, et  $\sigma_0$  la surface occupée par une molécule.  $\sigma_0$  Peut être exprimée par la relation suivante :

$$\sigma_0 = 1.09 \times \left[ \frac{M}{6.023 \times 10^{23} \times \rho} \right]^{2/3} \quad (\text{II.6})$$

Où  $M$  est la masse moléculaire du gaz adsorbé,  $\rho$  la masse volumique du liquide pur à la température de l'expérience. Par exemple pour l'azote à  $-195.8^\circ\text{C}$ ,  $\rho = 0.808 \text{ g/cm}^3$ .

### II.2.3. pH de Point de Charge Zéro ( $\text{pH}_{\text{pcz}}$ )

#### II.2.3.1. Définition

Le  $\text{pH}_{\text{pcz}}$  est défini comme étant le pH pour lequel il y a absence de charge positive ou négative à la surface du biosorbant. L'adsorption de soluté sur une surface solide dépend fortement du pH de la solution ainsi que du  $\text{pH}_{\text{pcz}}$  de la surface de l'adsorbant utilisé.

#### II.2.3.2. Protocole expérimental

Un volume de 50 ml d'une solution de NaCl (0.01M) est placé dans des flacons à bouchons, le pH est ajusté de 2 à 12 en ajoutant l'hydroxyde de sodium ou l'acide chlorhydrique concentré, une masse de 0.15 g de biosorbant est ensuite ajoutée aux solutions de NaCl de différents pH.

Après 48 heures d'agitation le  $\text{pH}_{\text{final}}$  est mesuré. On trace le  $\text{pH}_{\text{final}}$  en fonction du  $\text{pH}_{\text{initial}}$ . Le pH qui correspond au point d'intersection avec la ligne  $\text{pH}(\text{final}) = \text{pH}(\text{initial})$  est le  $\text{pH}_{\text{pcz}}$  du biosorbant.

### II.2.4. Indice d'iode

L'indice d'iode est une mesure du volume poreux présent pour le domaine de diamètre 10 à 28 Å. Cet indice se réfère à la quantité en milligrammes d'iode adsorbé par un gramme de biosorbant lorsque la concentration à l'équilibre est de 0,02 normale (ASTM D4607, LAS2752). Des biosorbants ayant un indice d'iode élevé conviendraient pour l'adsorption à partir de solutions aqueuses des substances de faible poids moléculaire, la molécule d'iode ayant une surface  $4.4 \text{ \AA}^2$ , ce qui correspond à la surface spécifique dans les pores avec des diamètres moins de 10 Å. Cet indice est très important pour la caractérisation des biosorbants



par ce qu'il donne une idée essentielle sur la surface disponible pour les substances de petite taille pouvant atteindre les micropores [18].

### II.2.5. Indice de bleu de méthylène

L'indice du bleu de méthylène est le nombre de milligrammes du bleu de méthylène adsorbé par un gramme de biosorbant lorsque la concentration à l'équilibre du bleu de méthylène est égale à 1 mg/L [29]. L'indice du bleu de méthylène donne une idée sur la surface disponible pour les adsorbants micro et mésoporeux. La surface occupée par une molécule du bleu de méthylène est  $130 \text{ \AA}^2$  [30]. Les valeurs de l'indice d'iode du Bleu de Méthylène pouvant aller jusqu'à 260mg/g [30].

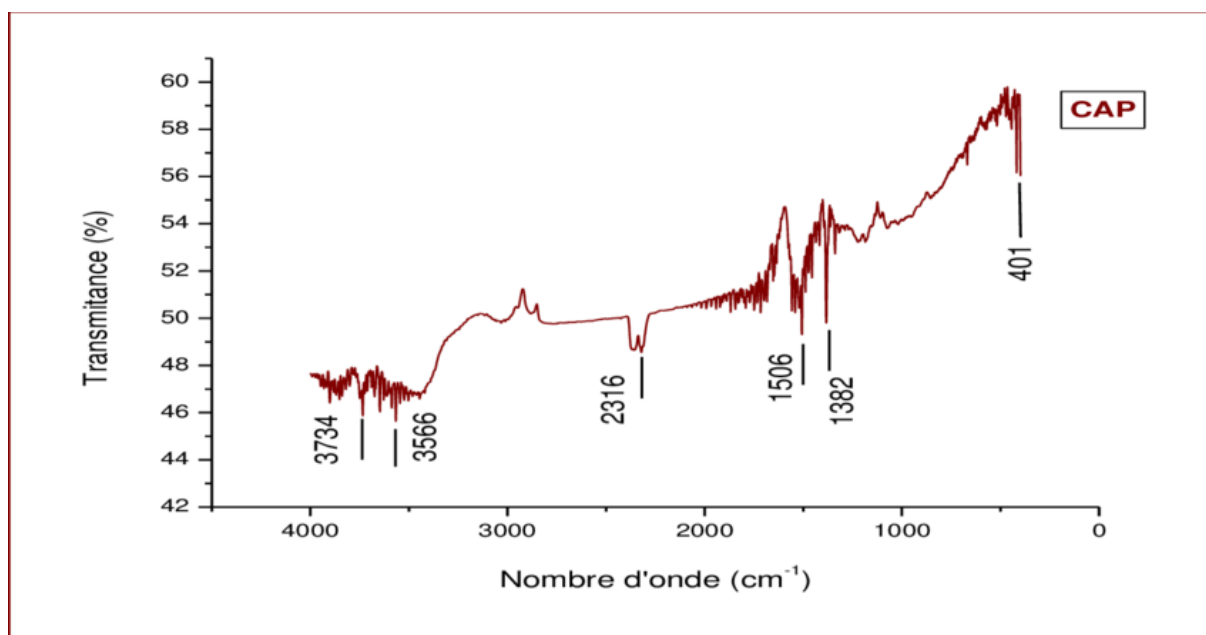
### II.2.6. Indice du phénol

L'indice du phénol est le nombre de milligrammes du phénol adsorbé par un gramme de biosorbant lorsque la concentration à l'équilibre du phénol est égale à 1 mg/L [24]. Le phénol utilisé comme une première espèce pour simuler certains produits chimiques toxiques dans l'étude de l'adsorption en phase solide-liquide, et ainsi que pour mesurer la macroporosité du biosorbant [25].

### II.2.7. Analyse FTIR

#### II.2.7.1. La spectrométrie infrarouge

La découverte de la région du proche infrarouge peut être attribuée à William Herschel pour son travail présenté en avril 1800 « Experiments on the Refrangibility of the invisible Rays of the sun » [26]. En plaçant le thermomètre avant et après les limites du spectre visible, il observa une élévation de température dans la zone proche du rouge, il mesura par la suite l'absorption de cette radiation par différentes substances eau de mer, eau distillée et d'autres solutions.



**Figure II.3.** Spectre IR du charbon actif en poudre.

### II.2.7.2. Principe de l'analyse infrarouge

La spectrométrie infrarouge est une méthode d'analyse destructive, basée sur l'étude de l'absorption par l'échantillon des radiations électromagnétiques de longueurs d'ondes  $\lambda$  comprises entre 1 et 1000  $\mu\text{m}$ , soit un nombre d'ondes  $\nu = \frac{1}{\lambda}$  compris entre 1 et  $10^{-3} \text{m}^{-1}$ . La partie la plus riche en informations et la plus accessible du point de vue expérimental est celle du moyen infrarouge ( $\lambda$  comprise entre 2.5 et 25  $\mu\text{m}$  soit  $\nu$  compris entre 0.04 et 0.4  $\text{cm}^{-1}$ ). Les absorptions dans ce domaine forment une sorte d'empreinte spectrale des composés caractéristiques des liaisons inter atomiques qui le composent [18].

### II.2.7.3. Origine de l'absorption lumineuse dans l'infrarouge

Dans le proche et le moyen infra rouge, l'absorption de la lumière a pour origine l'interaction entre les radiations de la source lumineuse et les liaisons chimiques. L'absorption de rayonnement dans ce domaine provoque les vibrations et les rotations moléculaires. Ces vibrations sont essentiellement localisées dans les groupements fonctionnels mais n'atteignent pas le reste de la molécule ; de tels groupements fonctionnels peuvent ainsi être identifiés par leur bande d'absorption [26].

### II.2.8. Microscope Electronique à Balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage (MEB) (ou SEM Scanning Electron Microscope) est un appareil, pouvant fournir rapidement des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un objet solide. Son utilisation est courante en biologie, chimie, métallurgie, médecine, géologie...etc. Les premiers appareils ont été mis au point dans les années 40 mais les premiers appareils commerciaux ont été disponibles vers le milieu des années 60.

Un microscope électronique à balayage fournit des informations sous forme d'images lumineuses, résultant de l'interaction d'un faisceau d'électrons avec un volume microscopique de l'échantillon étudié. Il est constitué d'une enceinte où un faisceau électronique est mis en forme par des lentilles électromagnétiques pour exciter l'objet à étudier. Les électrons étant très fortement absorbés par l'air, l'intérieur du microscope, et par conséquent l'échantillon lui-même, sont sous un vide secondaire poussé. L'observation se fait sur des échantillons massifs qui doivent être rendus conducteurs (génération d'électrons secondaires). Ce traitement s'effectue par évaporation ou pulvérisation cathodique « sputtering » sous vide, d'un métal lourd (or, platine...) formant un film de quelques dizaines de nanomètres épousant la surface de l'échantillon. L'échantillon est balayé par un faisceau d'électrons issu d'un filament en tungstène parcouru par un courant électrique. Le faisceau d'électrons est focalisé sur la surface de l'échantillon sous forme d'une tache (spot), déplacée ligne par ligne de façon à balayer une surface rectangulaire. Le wehnelt, plaque percée d'un orifice et portée à une tension positive de quelques centaines de Volts, est placée à proximité de la pointe du filament. L'accélération des électrons est réalisée par une deuxième plaque percée également d'un orifice, et portée à un potentiel ajustable. Le flux d'électrons est ensuite limité par les diaphragmes et focalisé sur l'échantillon à l'aide de différentes bobines électromagnétiques.

### Chapitre III : Partie expérimentale

#### III.1. Introduction

Les graines de figues de barbarie, nous ont été fournies par l'exploitation familiale « BENDIMERED » ([www.lz-opuntia.com](http://www.lz-opuntia.com)), dans la wilaya de Tlemcen (Ouest Algérien). Cette exploitation agricole assure la production et la promotion des produits dérivés de l'olivier et de la figue de barbarie (*opuntia ficus indica*). Elle est déjà connue pour leur huilerie et par le lancement récent, en 2020, de l'exploitation de l'huile de figue de barbarie, confitures et jus. Nous avons opté pour ce choix, à cause de la qualité des fruits et le respect des mesures écologiques dans cette exploitation éco-durable.

L'objectif de cette étude est de :

- Préparer un charbon actif à base de graines de figues de barbarie ;
- Caractériser le charbon actif.
- Faire une étude comparative entre les performances du charbon actif préparé à partir des graines de figues de barbarie et son biosorbant.



**Figure III.1.** Exploitation familiale « BENDIMERED » [18].

#### III.2. Matériels et méthodes d'analyse

##### III.2.1. Mesure de pH

Le pH de la solution lors des expériences, a été mesuré en utilisant un pH mètre. Le pH initial a été varié en utilisant une solution 0,1N de HNO<sub>3</sub> ou une solution de NaOH (0.1N).

### III.2.2. Mesure de l'absorbance

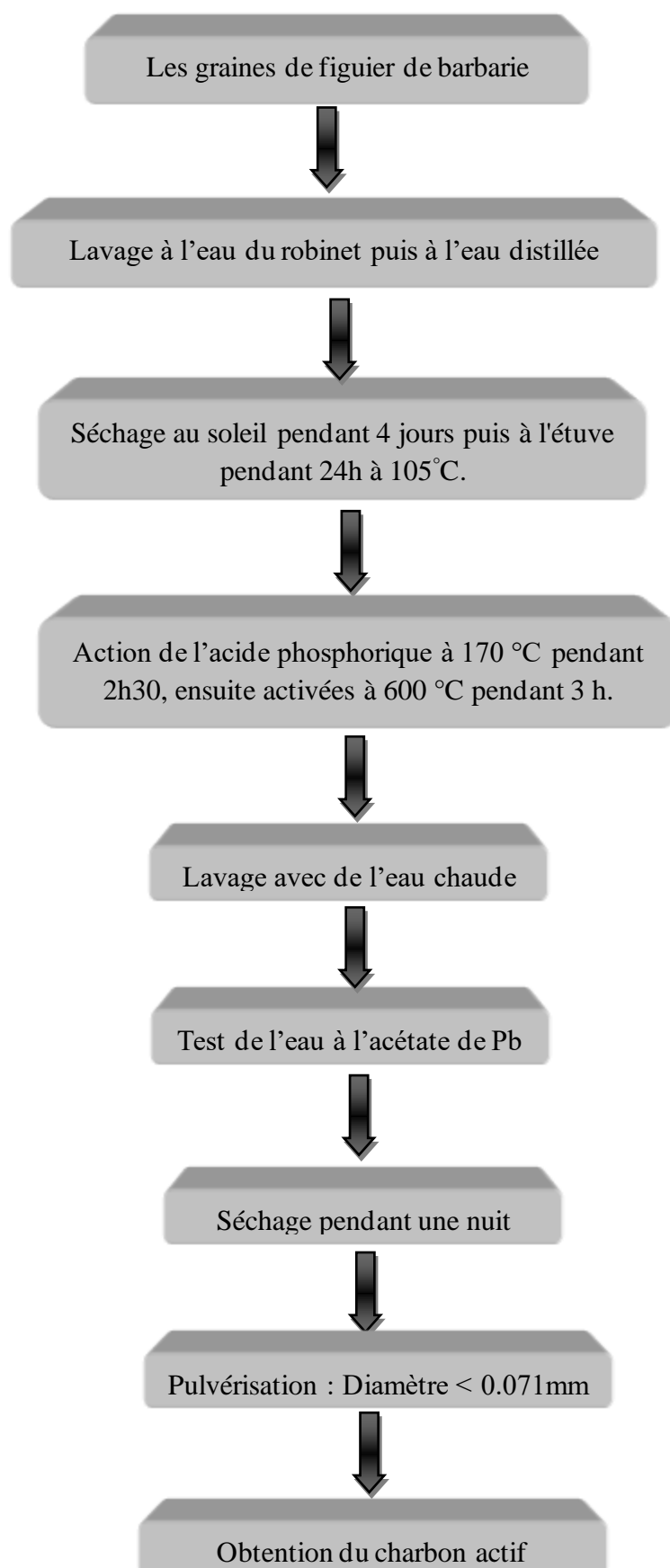
La mesure de l'absorbance est effectuée par un spectrophotomètre UV-VIS. L'analyse spectrophotométrique est fondée sur l'étude du changement d'absorption de la lumière par un milieu en fonction de la concentration d'un constituant. De la proportion de l'intensité lumineuse absorbée par solution, on déduit la concentration de la substance absorbante. Dans l'analyse spectrophotométrie, on utilise une lumière sensiblement monochromatique.

### III.3. Préparation du charbon actif

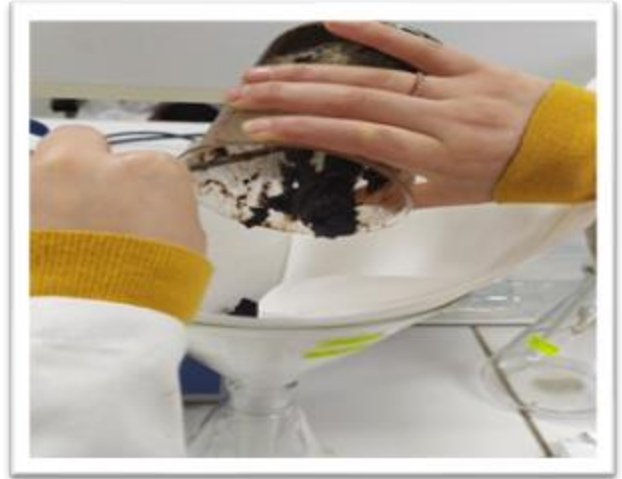
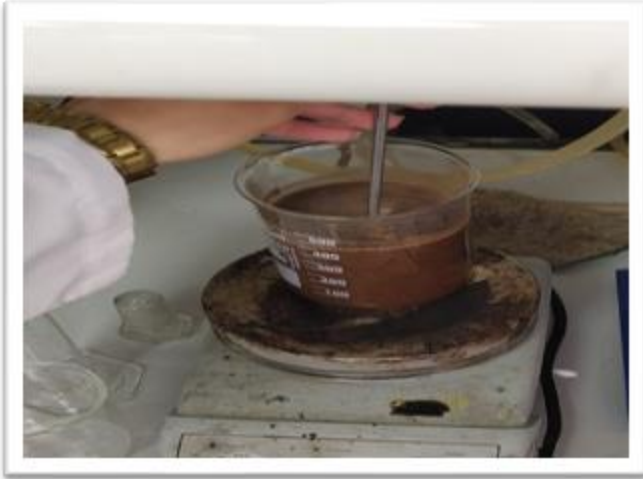
Le charbon actif utilisé dans cette étude a été préparé selon le protocole expérimental mis au point au laboratoire. En effet, les graines de figes de barbarie sont lavées avec de l'eau du robinet, puis avec de l'eau distillée, après elles sont séchées à l'air libre puis dans l'étuve à 105 °C pendant 24 h, elles sont par la suite broyées et tamisées pour obtenir une taille de particule inférieure à 0,5 mm.



**Figure III.2.** Les graines de figes de Barbarie avant et après broyage et tamisage.



**Figure III.3.** Protocole de préparation du charbon actif.







**Figure III.4.** Les étapes de préparation du charbon actif au laboratoire.

### **III.4. Caractérisations du charbon actif**

Avant son application, il est fort souhaitable de caractériser un matériau préparé afin de connaître les groupements fonctionnels à la surface, sa porosité, la surface spécifique...



### III.4.1. Analyse FTIR

Pour déterminer les groupements fonctionnels à la surface du charbon actif nous avons choisi l'analyse par infrarouge.

#### III.4.1.1. Préparation des échantillons

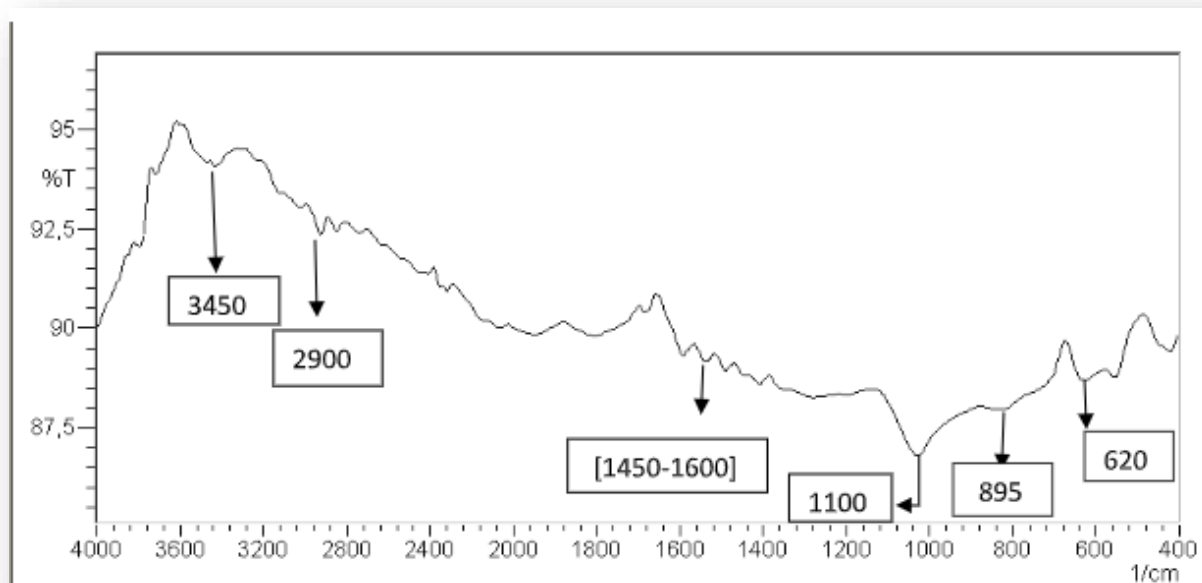
L'adsorbant est mélangé intimement à une quantité de bromure de potassium de 10 à 100 fois plus élevé dans un mortier en Agathe et finalement comprimée dans une presse hydraulique sous vide. Le matériau se transforme sous un flux froid en une tablette transparente, le bromure de potassium n'induit pas de bandes IR additionnelles.

#### III.4.1.2. Spectromètre utilisé

Le spectre d'absorption IR en phase solide a été enregistré avec le spectromètre IR Spectroscopy Software (Perkin Elmer). Le domaine de fréquences étudié est compris entre 4000 et 250  $\text{cm}^{-1}$  ce qui permet de caractériser les groupements fonctionnels qui nous intéressent.

#### III.4.1.3. Identification du Spectres IR

La figure (III.5) représente le spectre infrarouge pour le charbon actif étudié.



**Figure III.5.** Spectre infra rouge pour le charbon actif à base de graines de figues de barbarie.

L'analyse de ce spectre montre la présence de nombreux groupements fonctionnels à la surface de l'adsorbants préparé. Les pics observés sont :

- Un pic dans le domaine  $[3500 \text{ à } 3600 \text{ cm}^{-1}]$  qui indique la présence de fonction alcool (liaison OH).
- Le domaine  $2800\text{-}3200 \text{ cm}^{-1}$  est dominé par des pics de  $2927 \text{ à } 2950 \text{ cm}^{-1}$  qui peuvent être attribuées aux vibrations C-H symétrique et asymétrique du groupement  $-\text{CH}_2$ .
- Quatre bandes d'intensité variable de  $1450 \text{ cm}^{-1}$  à  $1600 \text{ cm}^{-1}$  qui sont attribuées aux vibrations d'élongation de la liaison C=C d'un cycle aromatique.
- La bande située entre  $1100$  et  $1060 \text{ cm}^{-1}$  est attribué au mode de vibration d'élongation du groupement P=O dû à l'hydrogène lié par les phosphates ou polyphosphates et de la vibration d'élongation O-C de la liaison P-O-C et P=OOH.
- Les bandes de transmission observées entre  $890$  et  $900 \text{ cm}^{-1}$  sont dues aux groupements phosphates.
- Un pic est observé à  $620 \text{ cm}^{-1}$  correspondant aux vibrations de déformation du C-H.

### III.4.2. Indice d'iode

#### III.4.2.1. Définition

L'indice d'iode fournit une indication sur la microporosité du charbon actif. C'est le nombre de milligrammes d'iode adsorbé par gramme d'adsorbant à une concentration résiduelle de 0,02N [27].

#### III.4.2.2. Méthode iodométrique

L'iodométrie concerne la réaction avec une solution titrée d'iode. Elle est reliée au titrage de l'iode libéré dans les réactions chimiques :



L'analyse par iodométrie est basée sur les phénomènes d'oxydoréduction, si l'on ajoute de l'iode libre à une solution de thiosulfate de sodium (réducteur), il se produit la réaction suivante :



#### III.4.2.3. Préparation des solutions

Pour préparer une solution d'iode de concentration 0,1 N. On pèse 30 g d'iodure de potassium cristallisé et on les dissout dans la quantité d'eau la plus faible possible. Après, on pèse 12,69 g d'iode sublimé et on le rajoute à l'iodure de potassium se trouvant dans la fiole jaugée, ensuite on agite, la fiole étant fermée, jusqu'à ce que l'iode se dissolve, on complète alors avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge (1 L). Enfin, on laisse la solution à l'abri de la lumière.

Pour préparer une solution de thiosulfate de sodium  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ , de concentration 0,1 N, on introduit 24,82 g de ce sel dans une fiole jaugée d'un litre. On ajoute un peu d'eau distillée jusqu'à ce que le thiosulfate se dissolve, puis on complète jusqu'au trait de jauge.

#### III.4.2.4. Détermination de l'indice d'iode

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

- 1- Une solution d'acide chlorhydrique de concentration 5% (v / v).

2- Une solution d'iode 0,1 N.

3- Une solution de thiosulfate de sodium de concentration 0,1 N.

Peser 1g de l'échantillon qui a été séché auparavant à 150°C dans l'étuve pendant 3 heures, le transposer dans un flacon, ajouter 10 cm<sup>3</sup> de HCl et remuer doucement jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement mouillé, porter à ébullition pendant 30 secondes, laisser refroidir à température ambiante, transposer 100 cm<sup>3</sup> de la solution d'iode dans le flacon, le boucher immédiatement et agiter rigoureusement pendant 30 secondes, filtrer, ensuite écarter les 20 à 30 cm<sup>3</sup> du filtrat et récupérer le reste dans un bécher. Pipeter 50 cm<sup>3</sup> du filtrat dans un erlenmeyer propre de 250 cm<sup>3</sup>, titrer avec Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> jusqu'à ce que la solution devienne jaune pâle, ajouter 2 cm<sup>3</sup> d'amidon ou de thiodène fraîchement préparé et titrer goutte à goutte jusqu'à ce que la solution devienne transparente, noter le volume V' et finalement calculer la molarité du filtrat R à partir de l'équation suivante :

$$R = (0,001 \cdot V')/2 \quad (\text{III.3})$$

Calculer le facteur de correction (D) qui est donné par la relation suivante :

$$D = \left( \frac{0,01}{R} \right)^{0,165} \quad (\text{III.4})$$

Calculer l'indice d'iode par la relation suivante :

$$\text{indice d'iode (mg / g)} = \frac{[1269,1 - (V' \times 27,92)] \times D}{m} \quad (\text{III.5})$$

La valeur de l'indice d'iode du charbon actif préparé, d'après les résultats obtenus, est égale à **585.11 mg/g**. Cela montre que ce matériau à base de graines de figues de barbarie présente une microporosité moyenne.

#### III.4.3. Indice de Bleu de Méthylène

##### III.4.3.1. Définition

L'indice du bleu de méthylène est le nombre de milligrammes du bleu de méthylène adsorbé par un gramme de charbon actif lorsque la concentration à l'équilibre du bleu de méthylène est égale à 1 mg/L [28]. L'indice du bleu de méthylène donne une idée sur la surface disponible

pour les adsorbants micro et mésoporeux. La surface occupée par une molécule du bleu de méthylène est  $130 \text{ \AA}^2$  [29].

#### III.4.3.2. Détermination de l'indice de Bleu de Méthylène

Pour préparer une solution d'acide acétique 0,25% pipeter 2.5 ml d'acide acétique fumant dans 900 ml d'eau distillée et diluer jusqu'à 1 L.

Pour préparer une solution de Bleu de Méthylène 1200 mg/L, peser 1,2 g de Bleu de Méthylène, le dissoudre dans 100 ml d'acide acétique (50%) et diluer à 1L. Préparer une solution intermédiaire de 120 mg/L (100 ml) en diluant avec la solution d'acide acétique 0,25%.

Pipeter 10-7,5-5 et 2,5 ml de solution de BM (120 mg/L), les mettre dans des fioles 100 ml et diluer avec la solution d'acide acétique 0,25%.

Les concentrations correspondantes sont : 12000, 9000,6000 et 3000  $\mu\text{g/L}$  qui servent à préparer la courbe d'étalonnage à  $\lambda = 620 \text{ nm}$ .

#### Procédure :

Peser 0,1 g de charbon actif, ajouter 25 ml de la solution de BM 1200 mg/L et agiter pendant 30 minutes.

Filtrer et analyser à  $\lambda=620 \text{ nm}$ .

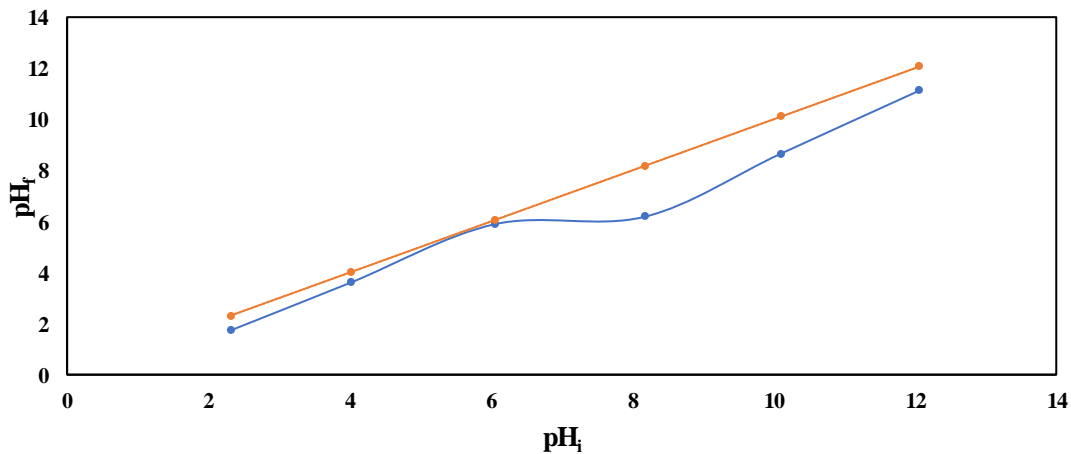
#### Calculs :

$$\text{Quantité de BM adsorbée en mg/g} = \frac{(c_0 - c_{eq}) \cdot V}{m} = \frac{(1200 - c_{eq}) \cdot 0,025}{0,1} \quad (\text{III.6})$$

La valeur de l'indice de Bleu de Méthylène du charbon actif étudié obtenue est de **299.99 mg/g**. Ce résultat montre que le charbon actif à base de graines de figues de barbarie présente une bonne mésoporosité. Mais sa microporosité est plus importante que sa mésoporosité.

#### III.4.4. Détermination de pH de Point de Charge Zéro ( $\text{pH}_{\text{pcz}}$ )

L'adsorption de soluté sur une surface solide dépend fortement du pH de la solution ainsi que du  $\text{pH}_{\text{PCZ}}$  de la surface de l'adsorbant utilisé. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure (III.6).



**Figure III.6.** Représentation du pH<sub>pcz</sub> pour le charbon actif à base de graines de figues de barbarie.

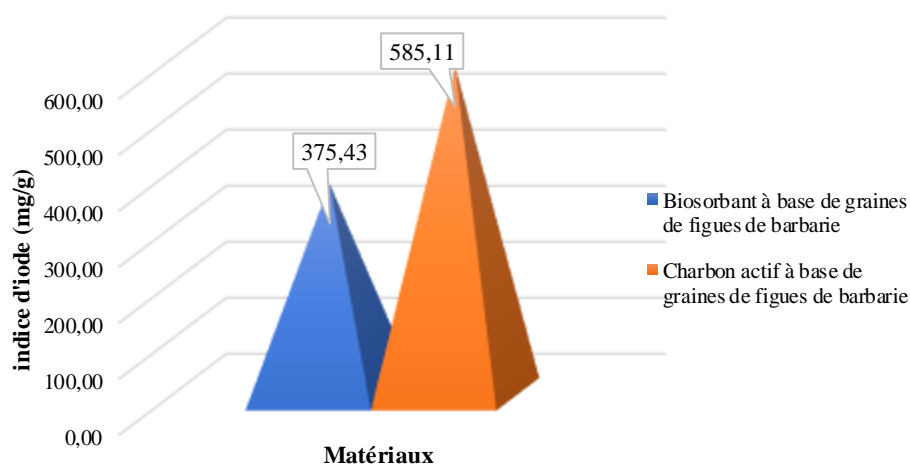
A la valeur du pH de soluté au-dessous du pH<sub>pcz</sub> ( $\text{pH} < \text{pH}_{\text{pcz}}$ ), la surface du charbon actif étant chargée positivement et à pH de soluté au-dessus du pH<sub>pcz</sub> ( $\text{pH} > \text{pH}_{\text{pcz}}$ ), la surface du charbon actif étant chargée négativement. D'après les résultats obtenus, la valeur de pH<sub>pcz</sub> obtenu égale à 6. Cela indique que le polluant chargé négativement, à pH du soluté inférieur à pH<sub>pcz</sub>=6, il y a attraction et par conséquent augmentation de la capacité d'adsorption. Et à pH du soluté supérieur à pH<sub>pcz</sub>=6, il y a répulsion et par conséquent diminution de la capacité d'adsorption.

### III.5. Etude comparative

Dans cette dernière partie, on a fait une étude comparative entre les performances du charbon actif préparé à partir des graines de figues de barbarie et son biosorbant. Les valeurs des indices d'iodes, indices de bleu de méthylène et les pH<sub>pcz</sub> sont regroupées dans le tableau (III.1).

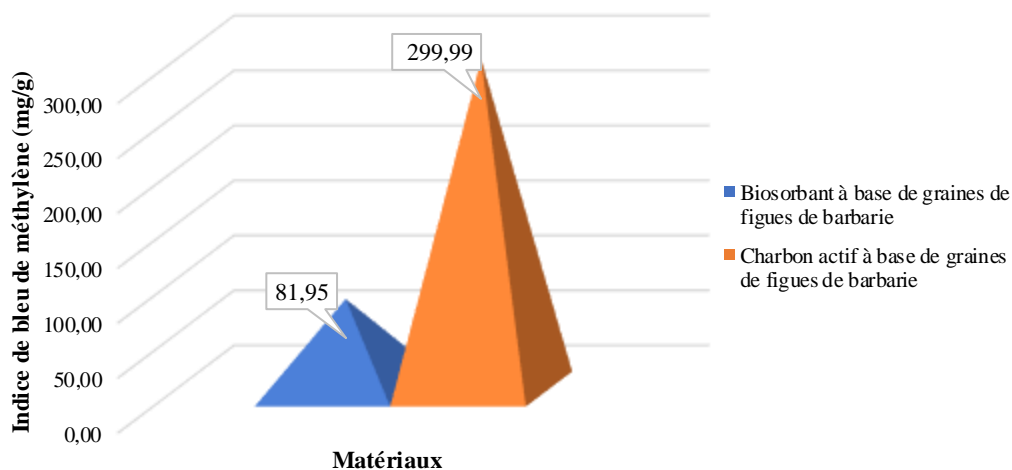
**Tableau III.1.** Les valeurs des indices d'iodes, indices de bleu de méthylène et les pH<sub>pcz</sub> pour le biosorbant et le charbon actif à base de graines de barbarie.

<b>Matériau</b>	<b>Indice d'iode (mg/g)</b>	<b>Indice de bleu de méthylène (mg/g)</b>	<b>pH<sub>pcz</sub></b>
Biosorbant à base de graines de figues de barbarie	375.43	81.95	6
Charbon actif à base de graines de figues de barbarie	<b>585.11</b>	<b>299.99</b>	6



**Figure III.7.** Valeurs de l'indice d'iode des deux matériaux étudiés.

D'après les valeurs de l'indice d'iode, on peut dire que les graines de figues de barbarie activées chimiquement par l'acide phosphorique ont une microporosité plus importante que celle du biosorbant à base de graines de figues de barbarie, ce qui prouve que l'activation chimique a amélioré les caractéristiques de ce matériau.

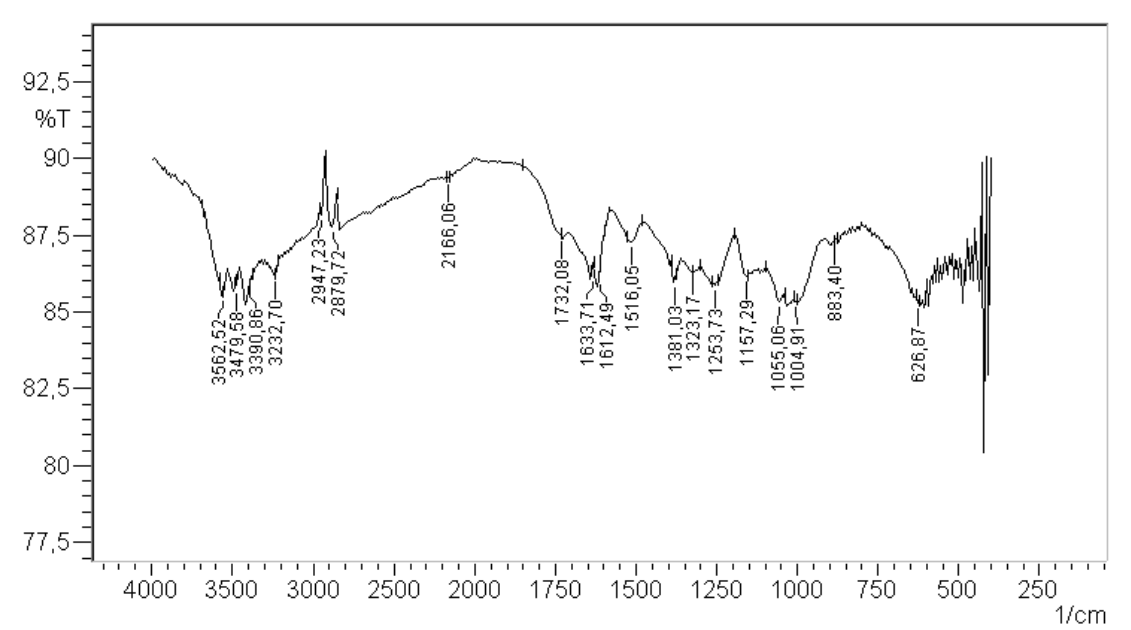


**Figure III.8.** Valeurs de l'indice de Bleu de Méthylène pour les deux matériaux étudiés.

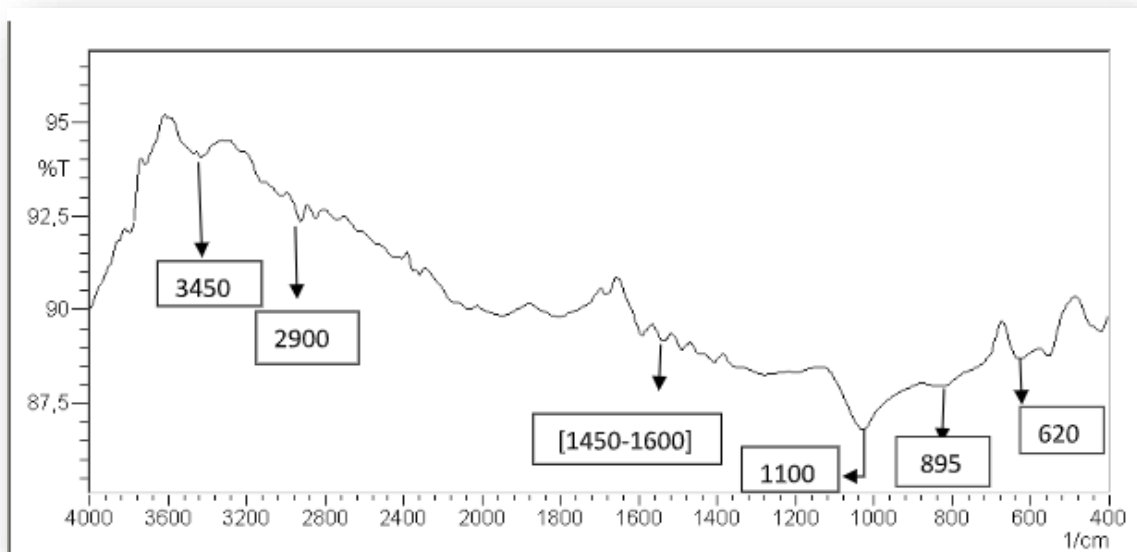
La figure III.8 représente la variation de l'indice de Bleu de méthylène en fonction des deux matériaux, représentant les mésopores existant sur la surface du matériau. Les résultats montrent que le charbon actif issu des graines de figues de barbarie activé chimiquement par l'acide phosphorique a une mésoporosité beaucoup plus importante par rapport à son biosorbant. Cela confirme que l'activation chimique a amélioré les caractéristiques de ce matériau.



a)



b)



**Figure III.9.** Spectre infra rouge. a) biosorbant à base de graines de figes de barbarie ; b) charbon actif à base de graines de figes de barbarie.

D'après la figure III.9, on remarque l'apparition de nouveaux pics qui sont le résultat de l'activation chimique par l'acide phosphorique.

Cette étude montre que le charbon actif à base de graines de figues de barbarie est un bon exemple économique d'utilisation de déchets végétaux pour la protection de l'environnement, vue son abondance dans les exploitations agricoles algériennes.

### Conclusion générale

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. Ainsi, la recherche de sorbant bon marché aussi performants que les charbons actifs commerciaux, constitue l'un des principaux thèmes ayant retenu l'attention des chercheurs.

L'objectif fixé par ce travail réalisé est de tester la capacité et l'efficacité du charbon actif à base des graines de figes de barbarie, ce déchet végétal très disponible sur le territoire national, en vue de la dépollution des eaux usées chargées en polluants organique et inorganique.

Dans le but de mieux connaître ce support et de bien cerner sa morphologie, nous avons consacré ce travail à la préparation et à la caractérisation du charbon actif. En effet, les méthodes de caractérisation : indice d'iode, indice de Bleu de Méthylène, infrarouge (IRTF), ainsi que le  $pH_{zpc}$  montrent que :

- La microporosité du biosorbant à base de figes de barbarie est plus importante que sa mésoporosité.
- La valeur de  $pH_{pcz}$  obtenu égale à 6.
- L'analyse par IRTF confirme la présence des groupements fonctionnels alcooliques, groupements alcènes et les groupements phosphates et polyphosphates.

La deuxième partie qui a été consacrée à la comparaison des performances des deux matériaux étudiés dans cette étude a confirmé que l'activation chimique par l'acide phosphorique a amélioré les caractéristiques et les performances des graines de figes de barbarie.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] R. Desjardins, *Le traitement des eaux*, 2<sup>ed</sup>. École polytechnique de Montréal, Montréal 1997. 304.
- [2] G. Crini, P.M. Badot, Application of chitosan, a natural aminopolysaccharide, for dye removal from aqueous solutions by adsorption processes using batch studies, A review of recent literature *Prog Polym Sci*, 33 (2008) 399–447.
- [3] A. KARIM, R. BOUGANDOURA. Mémoire Master. La capacité d'adsorption de la zéolithe naturelle de type mordenite de tinebdar (Bejaia) d'un colorant basique (Bleu de méthylène). Université de Bouira 2017 .
- [4] BELAYACHI Hanane. «Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir des pépins de raisin pour l'adsorption de substances organiques dans la solution simple et binaire ». Thèse de Magister, Département de génie de procédés, Faculté des sciences et de la technologie, Algérie ,2009.
- [5] Huang, L., et al., Study on mechanism and influential factors of the adsorption properties and regeneration of activated carbon fiber felt (ACFF) for Cr(VI) under electrochemical environment. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 45(6): p. 2986-2994, 2014.
- [6] H. Le pape, Etude des propriétés germicides de fibres de carbone active Application à la décontamination de l'air en cabine d'avion. Thèse doctorat, Université de Limoges 2003.
- [7] Mr. KOHEIL ABDELHAK, H. BELAYACHI, Mémoire Master « ACTIVATION D'UN PRÉCURSEUR NATUREL EN VUE DE L'ÉLIMINATION DES POLLUANTS ORGANIQUES DANS LES SOLUTIONS SIMPLES ET BINAIRES ».
- [8] B. Bestani, Amélioration du pouvoir d'adsorption d'une plante Saharienne en vue de l'élimination de substances organiques et inorganique, Thèse de Doctorat, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, 2005.
- [9] A.S. Mestre, J. Pires, J.M.F. Nogueira, A.P. Carvalho, Activated carbons for the adsorption of ibuprofen, *Carbon* 45 1979–1988, 2007.

## Références bibliographiques

---

- [10] Djakmo Nassira et Bettayeb Karima, Mémoire Master « Optimisation des isothermes d'adsorption du 2-Mercaptobenzothiazole sur le charbon actif à base de Marc de raisin par la méthode linéaire et non-linéaire ».
- [11] B. Girgis, S. Yunis, A. M. Soliman, Characteristics of activated carbon from peanut hulls in relation to conditions of preparation *Materials Letters* 57: 164 – 172. 2002.
- [12] International Union of Pure and Applied Chemistry, *Pure & Appl. Chem.*, 57, pp. 603, 1985.
- [13] W.W. Eckenfelder, *Gestion des eaux usées urbaines et industrielles*, édition techniques et documentation Lavoisier, 1982.
- [14] Thermoul. M « Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de noyaux d'olive pour l'adsorption des substances organiques et inorganiques », Mémoire de Magister. Université de Mostaganem (2004-2005).
- [15] El Kossori et al, 1998 ; Araba et al, 2000 ; El Mannoubi et al, 2008.
- [16] O. Briha. Thèse de doctorat en pharmacie. Potentialité thérapeutiques d'Opuntia ficusindica au M [17] Schweizer, 1997 ; Piga, 2004 ; Feugang et al, 2006 ; Reyes-aguero et al, 2006. aroc et Tunisie. Université Mohamed V Rabat. Maroc. 2012, 171 pp.
- [18] Debbi Asma et A. BELAYACHI « PREPARATION ET CARACTERISATION D'UN SUPPORT POREUX A BASE DEGRAINES DE FIGUES DE BARBARIE » université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem (2020-2021).
- [19] Y. Habibi. Thèse de Doctorat. Contribution à l'étude morphologique, ultrastructurale et chimique de la figue de Barbarie, les polysaccharides pariétaux : caractérisation et modifications chimiques. Université Joseph Fourier. Grenoble I, et Université Cadi Ayyad. Marrakech, 2004, 264 pp.
- [20] A. Nerd A, A. Karadi, Y. Mizhari. Salt tolerance of prickly pear cactus (*Opuntia ficus indica*). *Plant soil*, 1991, 137 : 201-207.
- [21] M. Schweizer. Docteur nopal le médecin du bon dieu. APB Edition, Paris, 1997, 81pp.
- [22] S. Boudjellaba, A. Yassa. Mémoire de fin d'Etude. Activité antioxydante des graines de quelques variétés de figue de barbarie de la région de Bejaia. Université Abderrahmane Mira de Bejaia, 2011/2012.

## Références bibliographiques

---

- [23] C. Michelle. Magister Ingenieriae. Granular activated carbon management at a water treatment Plant. Faculty of engineering, Rand Afrikaans University. F (2002).
- [24] Ecologix Environmental systems LLC 120 Ansley way Roswell GA, 30075. Glossary of terms commonly used with activated carbon.
- [25] M. Goyal, S. Singh, and R.C. Bansal, Carbon Sci. 5, 170. (2004).
- [26] S. Gendrault Derveaux. These de doctorate biochimie. Etude d'un traitement combiné biophysico-chimique pour la décontamination des eaux polluées en atrazine. (2004).
- [27] S. Brunauer, « The adsorption of gases and vapors ».Oxford University Press. (1944).
- [28] Ecologix Environmental systems LLC 120 Ansley way Roswell GA, 30075. Glossary of terms commonly used with activated carbon.
- [29] M. Goyal, S. Singh, and R.C. Bansal. Carbon Sci. 5, 170. (2004).