



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
People's Democratic Republic of Algeria  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Ministry of Higher Education and Scientific Research  
جامعة عبد الحميد ابن باديس مستغانم  
University Abdelhamid Ibn Badis – Mostaganem  
كلية العلوم والتكنولوجيا  
Faculty of Sciences and Technology  
chemical engineering department



## MEMOIRE DE FIN D'ETUDE DE MASTER ACADEMIQUE

**Filière : Génie des procédés.**

**Spécialité : Génie chimique.**

### *THEME*

## Application d'un charbon actif aggloméré a l'adsorption en mode batch

**Présenté par :**

- Nait Mohamed Mohamed Said
- Benzidane Mohamed Adem

**Soutenu le 30/06/2023 devant le jury composé de :**

- Présidente : DR N. MAHREZ
- Examinatrice : DR N. DOURA
- Encadrante : DR Z. MEKIBES
- Co-Encadreur : K. KHALILI

**Année Universitaire : 2023/2024**

## **Remerciements**

Tout d'abord, nous remercions Dieu le Tout-Puissant qui nous a donné l'envie, la volonté, la force, le courage et la patience pour mener à terme ce travail.

Nous tenons à exprimer notre gratitude aux membres du jury pour avoir accepté d'examiner notre travail de fin d'études. Nous remercions également le directeur du laboratoire de nous avoir accueillis dans son établissement.

Nous adressons nos sincères remerciements à notre directrice de thèse, Madame **Z. MEKIBES**, pour la confiance qu'elle nous a témoignée en nous proposant ce sujet. Nous lui exprimons notre profonde reconnaissance pour avoir dirigé ce travail, pour ses aides précieuses, ses orientations judicieuses et ses conseils avisés.

Je vous exprime, **DR N. MAHREZ, DR N. DOURA, DR Z. MEKIBES** et **K. KHALILI** ma profonde gratitude pour avoir accepté d'évaluer mon travail et pour l'attention que vous y consacrez.

Nous tenons à remercier vivement notre Co-encadrante, Mademoiselle **KH. KHALILI**, pour l'intérêt qu'elle a porté à notre travail et pour avoir accepté de nous apporter son aide.

Enfin, nous adressons un grand merci à nos familles respectives et à nos amis pour leur soutien constant. Nous profitons de cette occasion pour exprimer notre gratitude à tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce projet.

### **Dédicaces :**

À nos parents, pour leur amour inconditionnel, leur soutien infaillible et leurs sacrifices inestimables. Vous avez été notre source de motivation et d'inspiration tout au long de ce parcours.

À nos familles, pour leur compréhension, leur encouragement et leur patience durant les moments difficiles. Votre présence à nos côtés a été précieuse.

À nos amis, pour leur soutien moral, leur aide et leurs encouragements. Votre amitié a été une force immense.

À nos enseignants et encadrants, pour leur confiance, leurs conseils avisés et leur accompagnement tout au long de ce projet. Vous avez su nous guider avec bienveillance et rigueur.

À tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce travail, nous vous dédions ce mémoire avec toute notre gratitude.

## **Résumé**

Notre travail a porté sur l'élaboration d'un charbon actif aggloméré et son application dans l'adsorption d'un polluant organique, l'azorubine (Red14). Cette étude s'est divisée en trois parties distinctes : une approche théorique sur l'adsorption et les adsorbants, la préparation et la caractérisation d'un charbon actif aggloméré, et son application pratique en mode batch. Les résultats ont montré que le modèle de Langmuir était le plus approprié pour décrire l'adsorption de l'azorubine. Les études thermodynamiques ont révélé un processus d'adsorption spontané et exothermique. L'analyse cinétique a indiqué que le modèle du pseudo-premier ordre décrivait le mieux le processus d'adsorption. Notre charbon actif aggloméré présente ainsi une capacité significative pour l'adsorption de l'azorubine, offrant des perspectives intéressantes pour le traitement des eaux usées.

Mots clés : adsorption, charbon actif aggloméré, Azorubine.

## **Abstract**

Our work focused on the development of an agglomerated activated carbon and its application in the adsorption of an organic pollutant, Azorubine (Red14). The study was divided into three distinct parts: a theoretical approach to adsorption and adsorbents, the preparation and characterization of agglomerated activated carbon, and its practical application in batch mode. The results showed that the Langmuir model was the most suitable for describing the adsorption of Azorubine. Thermodynamic studies revealed a spontaneous and exothermic adsorption process. Kinetic analysis indicated that the pseudo-first-order model best described the adsorption process. Our agglomerated activated carbon thus demonstrates significant capacity for the adsorption of Azorubine, offering promising prospects for wastewater treatment.

Key words : agglomerated activated carbon, adsorption, Azorubine

## **ملخص**

نقسمت الدراسة إلى ثلاثة أجزاء متميزة: مقارنة نظرية حول الامتزاز والمواد المازة، إعداد وتوصيف الفحم المنشط ر المُجمع، وتطبيقه العملي في وضع الدفعة. أظهرت النتائج أن نموذج لانجموير كان الأنسب لوصف امتزاز الأزوروبين كشفت الدراسات الديناميكية الحرارية عن عملية امتزاز تلقائية وطاردة للحرارة. أشارت التحليلات الحركية (Red14) جمع الخاص بنا إلى أن نموذج المرتبة الأولى الكاذبة كان الأفضل في وصف عملية الامتزاز. يُظهر الفحم المنشط الم قدرة كبيرة على امتزاز الأزوروبين، مما يوفر آفاقاً واعدة لمعالجة مياه الصرف الصحي.

الكلمات المفتاحية : الكربون المنشط المتكامل ، الامتزاز ، الأزوروبين

## Sommaire

<b>Introduction générale</b> .....	1
<b>I.1 Charbon actif</b> .....	3
<b>I.1.1 Définition</b> .....	3
<b>I.1.2 Origine du charbon</b> .....	3
<b>I.2 Charbon actif granulé (CAG)</b> .....	4
<b>I.2.1 Généralité</b> .....	4
<b>I.2.2 Agglomération du charbon actif</b> .....	5
<b>I.2.3 Les liants</b> .....	6
<b>I.2.3.1 La mélasse</b> .....	6
<b>I.3 Adsorption</b> .....	7
<b>I.3.1 Définition de l'adsorption</b> .....	7
<b>I.3.2 Types d'adsorption</b> .....	8
<b>I.3.2.1 Adsorption physique (physisorption)</b> .....	8
<b>I.3.2.1 Adsorption chimique (chimisorption) :</b> .....	9
<b>II.1 Préparation du charbon actif aggloméré</b> .....	10
<b>II.2 Caractérisation</b> .....	10
<b>II.2.1 Indice d'iode</b> .....	10
<b>II.2.1.1 Définition</b> .....	10
<b>II.2.1.2 Méthode iodométrique</b> .....	10
<b>II.2.1.3 Préparation des solutions</b> .....	11
<b>II.2.1.4 Détermination de l'indice d'iode</b> .....	11
<b>II.2.2 Indice de Bleu de Méthylène</b> .....	12
<b>II.2.2.1 Définition</b> .....	12
<b>II.2.2.2 Détermination de l'indice de Bleu de Méthylène</b> .....	12
<b>II.2.2.3. Détermination de courbe d'étalonnage</b> .....	12
<b>II.2.2.4 Protocole de l'indice BM</b> .....	13
<b>II.3. Choix des molécules étudiées</b> .....	13

II.3.1 Le colorant RED-14.....	14
II.3.2 Dosage par spectrophotométrie.....	14
II.3.3 Loi d'absorption .....	15
II.4 Application à l'adsorption d'Azorubine (RED-14) .....	16
II.4.1 Détermination de la courbe d'étalonnage de l'Azorubine (RED-14).....	16
II.4.1.1 Préparation de la solution mère .....	16
II.4.1.2 Préparation de la solution fille .....	16
II.4.1.3 Etablissement de la courbe d'étalonnage .....	16
II.4.2 Détermination du temps d'équilibre.....	17
II.4.3 Effet de dose de l'adsorbant sur l'adsorption.....	18
II.4.4 L'effet de pH sur l'adsorption d'Azorubine .....	19
II.4.5 Isotherme d'adsorption d'Azorubine .....	20
II.4.5.1 Modélisation de l'adsorption.....	22
II.4.6 Cinétique d'adsorption d'Azorubine :.....	25
II.4.6.1 modèle cinétique de pseudo-premier ordre.....	25
II.4.6.2 modèle cinétique de pseudo-deuxième ordre .....	25
II.4.6.3 modèle cinétique de diffusion intra particulaire .....	26
II.4.7 Thermodynamiques d'adsorption d'Azorubine .....	27
Conclusion générale.....	31

## Liste des figures

<b>Figure I.1</b> Forme de charbon actif granulé (CAG).....	5.
<b>Figure I.2</b> Phénomène d'adsorption.....	7
<b>Figure I.3</b> Les types d'adsorption .....	8
<b>Figure II.1</b> Courbe d'étalonnage du bleu de méthylène.....	12
<b>Figure II.2</b> Les valeurs d'indice d'iode et indice de bleu méthylène.....	13
<b>Figure II.3</b> Structure chimique d'Azorubine (RED-14).....	14
<b>Figure II.4</b> Principe du spectrophotomètre UV-visible. ....	15
<b>Figure II.5</b> L'obtention d'un spectre d'absorption. ....	16
<b>Figure II.6</b> Courbe d'étalonnage d'Azorubine.....	17
<b>Figure II.7</b> Courbe d'effet du temps.....	18
<b>Figure II.8</b> Etude de l'effet de dose sur l'adsorption de de l'Azorubine.....	19
<b>Figure II.9</b> Taux d'élimination en fonction de pH.....	20
<b>Figure II.10</b> L'isotherme d'adsorption d'Azorubine $q_e=f(C_e)$ .....	21
<b>Figure II.11</b> Application du model de Langmuir pour l'adsorption d'Azorubine.....	22
<b>Figure II.12</b> Application du model de Freundlich pour l'adsorption d'Azorubine.....	23
<b>Figure II.13</b> Application du model de Temkin pour l'adsorption d'Azorubine.....	24
<b>Figure II.14</b> Représentation graphique de la cinétique d'adsorption de l'azorubine selon le modèle pseudo-premier ordre. ....	25
<b>Figure II.15</b> Représentation graphique de la cinétique d'adsorption de l'azorubine selon le modèle pseudo-deuxième ordre. ....	26
<b>Figure II.16</b> Diffusion intra particulaire. ....	26
<b>Figure II.17</b> Taux d'élimination (%) d'Azorubine à différente température.....	28
<b>Figure II-18</b> Evolution de LnKD en fonction de 1/T pour l'adsorption d'Azorubine.....	29

## **Liste des tableaux**

<b>Tableau II.1</b> Les propriétés physico-chimiques d'Azorubine.....	14
<b>Tableau II.2</b> Etablissement de la courbe d'étalonnage de RED-14.....	17
<b>Tableau II.3</b> Résultats obtenus pour l'isotherme d'adsorption de l'Azorubine selon le modèle de Langmuir.....	22
<b>Tableau II.4</b> Résultats obtenus pour l'isotherme d'adsorption de l'Azorubine selon le modèle de Freundlich.....	23
<b>Tableau II.5</b> Résultats obtenus pour l'isotherme d'adsorption de l'Azorubine selon le modèle de Temkin.....	24
<b>Tableau II.6</b> Les paramètres cinétiques d'adsorption d'Azorubine.....	27
<b>Tableau II.7</b> Paramètres thermodynamiques d'adsorption d'Azorubine.....	29

# INTRODUCTION GENERALE

---

## Introduction générale

L'utilisation du charbon actif présente divers intérêts. Ce matériau à la structure poreuse est largement utilisé pour ses capacités d'adsorption, notamment dans le domaine médical, cosmétique et environnemental. Le charbon actif est reconnu pour ses bienfaits, tels que la réduction des ballonnements et flatulences, la purification de l'eau, le traitement des intoxications aiguës, ainsi que son utilisation en cosmétique pour ses vertus purifiantes. Cependant, il est crucial de noter que l'efficacité du charbon actif peut varier en fonction des situations et des substances à traiter.

Les polluants traités par ces charbons actifs sont des substances ou des agents physiques présents dans l'environnement qui ont des effets néfastes sur la santé humaine, les écosystèmes ou les biens matériels. Ils peuvent être émis par diverses sources telles que les industries, les véhicules, les activités agricoles ou domestiques. Les polluants peuvent être de nature diverse, tels que les gaz, les produits chimiques organiques tels que les colorants, les produits pharmaceutiques, les pesticides, etc. Leur présence excessive dans l'air, l'eau ou le sol peut entraîner des problèmes environnementaux et de santé publique.

Le développement de procédés de dépollution efficaces vise à réduire la toxicité des polluants. Parmi les diverses méthodes mises au point, l'adsorption est considérée comme l'une des techniques les plus performantes pour cette tâche. Elle permet effectivement d'éliminer plusieurs substances toxiques non biodégradables, telles que les métaux lourds et les colorants dissous dans des liquides comme l'eau. Le charbon actif est largement utilisé comme adsorbant pour le traitement des eaux usées et l'élimination de nombreux polluants organiques et inorganiques en raison de ses propriétés avantageuses. La technique de l'adsorption est l'approche la plus efficace pour éliminer les micropolluants. Elle est reconnue pour son efficacité et sa simplicité d'utilisation, devenant ainsi une méthode de choix. Le principe du traitement par adsorption consiste à piéger les micropolluants à l'aide d'un matériau solide appelé adsorbant. La littérature recense plusieurs matériaux solides, tels que le charbon actif.

Notre travail en laboratoire visait à l'élaboration d'un charbon actif aggloméré et son application dans l'adsorption d'un polluant organique. Nous avons divisé notre étude en trois parties distinctes :

- La première une approche théorique sur l'adsorption et les adsorbants

## **INTRODUCTION GENERALE**

---

- La deuxième préparation d'un charbon actif aggloméré et sa caractérisation.
- La troisième application à l'adsorption en mode batch.

## **Chapitre I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

### **I.1 Charbon actif**

#### **I.1.1 Définition**

Le charbon actif est une forme microporeuse de carbone qui possède une très grande surface spécifique, généralement comprise entre 500 et 1500 m<sup>2</sup>/g. Il est produit par carbonisation et activation de matières premières riches en carbone comme le bois, les charbons minéraux, les coques de noix ou certains polymères [6].

Sa structure hautement poreuse avec un réseau de micropores (<2 nm), de mésopores (2-50 nm) et de macropores (>50 nm) lui confère une grande capacité d'adsorption pour de nombreuses molécules organiques et inorganiques à partir de phases gazeuses ou liquides [1].

Cette porosité élevée associée à une large surface interne réactive explique les principales applications du charbon actif comme adsorbant pour la purification des gaz, le traitement des eaux, la récupération de solvants, le frittage des métaux, le support de catalyseurs, etc. [14]

#### **I.1.2 Origine du charbon**

Les charbons actifs peuvent être produits à partir de différentes sources riches en carbone, tant d'origine naturelle que synthétique. Les charbons d'origine fossile comme le charbon minéral, l'anthracite ou les matières bitumineuses lourdes sont largement utilisés pour produire des charbons actifs denses avec une bonne résistance mécanique et une large distribution de tailles de pores. Le procédé de fabrication implique généralement une carbonisation à haute température suivie d'une activation physique ou chimique [1].

Les polymères synthétiques comme le polyéthylène téréphtalate (PET), les fibres acryliques ou les résines phénoliques représentent également des précurseurs prometteurs, permettant de valoriser ces déchets plastiques. Leur structure chimique et les conditions de pyrolyse/activation influencent fortement la porosité développée [2].

Les matières premières lignocellulosiques telles que le bois et les résidus agricoles (coques de noix, tiges, fibres, etc.) restent parmi les sources les plus couramment utilisées. Leur composition riche en cellulose, hémicellulose et lignine permet d'obtenir une structure poreuse bien développée après carbonisation et activation [3].

Les propriétés finales du charbon actif dépendent notamment de l'essence de bois, le bois de hêtre étant particulièrement apprécié pour sa structure microporeuse régulière [4].

Les charbons d'origine fossile comme le charbon minéral (anthracite, houille, lignite), les matières bitumineuses lourdes issues de la distillation de la houille ainsi que les brais et goudrons permettent d'obtenir des charbons actifs denses avec une large distribution de tailles de pores allant de la microporosité à la mésoporosité. Le procédé implique généralement une carbonisation à très haute température (600-1200 °C) suivie d'une activation physique par la vapeur d'eau ou le CO<sub>2</sub> [5].

## **I.2 Charbon actif granulé (CAG)**

### **I.2.1 Généralité**

Le charbon actif granulé est une forme agglomérée de charbon actif en poudre, obtenue par granulation ou extrusion pour produire des particules denses de taille et de forme contrôlées, généralement des cylindres ou des sphères de 0,2 à 5 mm de diamètre.

La granulation consiste à mélanger la poudre de charbon actif avec un liant organique (comme le brai de goudron, la mélasse) ou inorganique (argiles, ciments) pour former une pâte malléable qui est ensuite granulée dans un tambour ou un lit de granulation. Les granulés sont ensuite séchés et activés pour développer leur porosité [12].

L'extrusion implique de mélanger le charbon actif avec un liant, d'extruder le mélange en particules cylindriques qui sont ensuite coupées à la longueur voulue avant séchage et activation [6].

Les charbons actifs granulés présentent une excellente dureté et résistance à l'abrasion et à l'écrasement, facilitant leur utilisation dans des lits fixes ou mobiles avec un faible risque de génération de fines. Leur forme régulière permet également de minimiser les chutes de pression [15].



**Figure I.1** Forme de charbon actif granulé (CAG)

### **I.2.2 Agglomération du charbon actif**

L'agglomération du charbon actif en poudre est un procédé essentiel pour obtenir des formes denses et mécaniquement résistantes, mieux adaptées aux applications industrielles en lits fixes, mobiles ou colonnes. Parmi les principales techniques figurent l'extrusion, la granulation, la compaction ainsi que les méthodes chimiques [6].

L'extrusion consiste à mélanger le charbon actif avec un liant organique comme les polymères (PVA, alginate), les goudrons, les matières cellulosiques ou un liant inorganique tel que les argiles, les ciments, les oxydes métalliques. Le mélange est ensuite extrudé pour former des particules denses qui sont séchées puis activées [7].

La compaction à chaud ou à froid du charbon actif en poudre permet d'obtenir des formes monolithiques hautement denses et résistantes par compression. Enfin, les techniques chimiques reposent sur le dépôt contrôlé de polymères, résines ou oxydes métalliques à la surface du charbon pour modifier sa texture poreuse.

Quelle que soit la technique employée, le choix du liant et les conditions de mise en forme (température, pression, etc.) influencent grandement sur les propriétés finales des charbons agglomérés, notamment leur porosité, leur distribution de tailles de pores, leur résistance mécanique et leur cinétique d'adsorption [10] [11].

Les charbons, granulés et autres formes agglomérées présentent généralement une excellente tenue à l'abrasion et à l'écrasement, avec un faible risque d'attrition, ce qui facilite leur utilisation dans des procédés en lits fixes ou mobiles [12]. On trouve ainsi de nombreuses applications dans

le traitement des eaux usées, l'adsorption de composés organiques volatils, la récupération de solvants, la séparation de gaz, etc.

### **I.2.3 Les liants**

Les liants jouent un rôle primordial dans les procédés d'agglomération du charbon actif en poudre, en permettant de lier les particules entre elles pour former des agglomérats denses et résistants. On distingue principalement deux grandes catégories de liants : les liants organiques et les liants inorganiques. Parmi les liants organiques, on retrouve les polymères synthétiques tels que le polyvinylalcool (PVA), l'alginate de sodium, les polyacrylates ou les dérivés cellulosiques. Les matières bitumineuses comme les goudrons, les brais et le pétrolatum sont également couramment utilisées. Les dérivés de la biomasse comme la mélasse, les amidons ou les gommes naturelles constituent aussi des liants organiques intéressants, notamment pour leur faible coût. Ces liants organiques confèrent généralement une bonne résistance mécanique et une porosité bien développée aux agglomérats fins<sup>[12]</sup>, du côté des liants inorganiques, les argiles (bentonite, attapulgite), les liants minéraux (ciments, chaux, silicates) et les oxydes métalliques (alumine, silice, oxydes de fer) sont couramment employés. Ils confèrent une excellente résistance mécanique aux agglomérats, mais avec un risque de blocage partiel des pores.

Le choix du liant dépend des propriétés finales recherchées comme la résistance mécanique, la porosité ou le coût. Une tendance récente est de combiner différents types de liants organiques et inorganiques pour bénéficier de leurs avantages respectifs<sup>[8]</sup>.

#### **I.2.3.1 La mélasse**

La mélasse est un sous-produit épais et visqueux issu de la cristallisation finale du sucre de canne ou de betterave. Sa composition riche en sucres résiduels (saccharose, glucose, fructose) en fait un excellent liant organique pour l'agglomération du charbon actif.

Lorsqu'elle est mélangée à la poudre de charbon actif, la mélasse forme une pâte malléable qui peut être mise en forme par différentes techniques d'agglomération comme l'extrusion, la granulation ou le pelletage<sup>[13]</sup>.

L'utilisation de la mélasse comme liant présente plusieurs avantages :

- Faible coût et grande disponibilité en tant que sous-produit
- Bonne capacité de liaison et résistance mécanique des agglomérats

- Conservation de la porosité et des propriétés d'adsorption du charbon actif
- Voie de valorisation d'un résidu agro-industriel

Après la mise en forme, les agglomérats subissent généralement un séchage puis une activation thermique pour développer leur structure poreuse finale <sup>[16]</sup>.

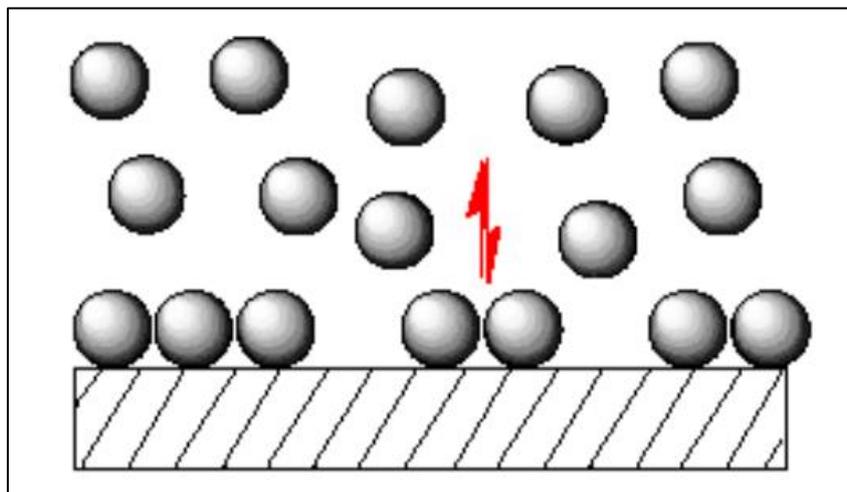
Le taux d'incorporation de mélasse et les conditions opératoires (température, pression, etc.) permettent de contrôler les propriétés texturales et mécaniques des charbons actifs agglomérés.

### **I.3 Adsorption**

#### **I.3.1 Définition de l'adsorption**

L'adsorption, à ne pas confondre avec l'absorption, est un phénomène de surface par lequel des molécules de gaz ou de liquide (adsorbat) se fixent sur la surface d'un solide (adsorbant) par des forces d'attraction intermoléculaires faibles (forces de van der Waals) ou de la chimisorption (liaisons chimiques).

Toute surface de solide ou liquide possède des forces d'attraction. Une molécule frappant une surface est attirée par celle-ci et trouve une position énergétiquement plus favorable à la surface.



**Figure I.2** Phénomène d'adsorption

La capacité d'adsorption d'un adsorbant vis-à-vis d'un corps déterminé dépend des paramètres suivants :

- La surface développée du matériau,

- La composition de la substance en solution,
- Des caractéristiques hydrodynamiques,
- L'énergie de liaison, qui dépend de l'affinité de la surface pour les substances choisies, cette dernière est souvent en fonction du pH.

Le phénomène d'adsorption a une très grande importance dans l'évolution de nombreuses réactions chimiques.

### I.3.2 Types d'adsorption

Suivant l'importance des énergies mises en jeu entre l'adsorbant et l'adsorbat, les forces responsables du phénomène d'adsorption peuvent être de nature physique ou chimique, conduisant ainsi à deux types d'adsorption : l'adsorption physique « physisorption » et l'adsorption chimique « chimisorption ».

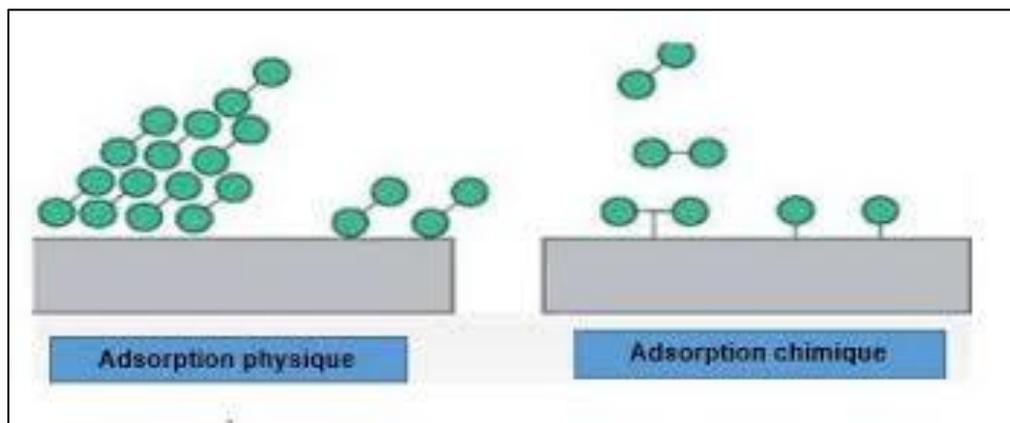


Figure I.3 Les types d'adsorption

#### I.3.2.1 Adsorption physique (physisorption)

La physisorption implique des interactions faibles de type Van der Waals entre les molécules d'adsorbat et la surface de l'adsorbant <sup>[17]</sup>. C'est un processus réversible, non spécifique, où les molécules gardent leur identité sans transfert d'électrons. L'énergie mise en jeu est relativement faible, de l'ordre de 20-40 kJ/mol <sup>[18]</sup>. La physisorption peut se produire en multicouches sur la surface de l'adsorbant et est généralement favorisée à basse température. C'est le mécanisme prédominant dans les applications d'adsorption sur des matériaux poreux comme les charbons actifs, les zéolithes ou les gels de silice.

**I.3.2.1 Adsorption chimique (chimisorption)**

La chimisorption implique la formation de véritables liaisons chimiques entre les molécules d'adsorbat et la surface de l'adsorbant, avec un transfert d'électrons <sup>[17]</sup>. C'est un processus généralement irréversible, spécifique, avec des énergies d'activation élevées supérieures à 60 kJ/mol <sup>[18]</sup>. La chimisorption se produit en monocouche sur des sites spécifiques de la surface et est favorisée à haute température. Elle intervient notamment avec certains oxydes métalliques ou lors de l'adsorption de molécules particulières.

Les principales différences entre ces deux types d'adsorption résident dans la nature des forces mises en jeu, le caractère réversible ou non, la spécificité, l'énergie d'activation et la façon dont les molécules se fixent (mono ou multicouches) <sup>[17][18]</sup>.

---

## CHAPITRE II : PARTIE EXPERIMENTALE

### II.1 Préparation du charbon actif aggloméré

Pour la préparation du charbon actif aggloméré, nous avons utilisé un charbon actif commercial comme matière première. Dans un premier temps, nous avons pesé une masse ( $m$ ) de ce charbon actif, auxquels nous avons ajouté une masse ( $m'$ ) de mélasse servant de liant. Ce mélange a été mixé jusqu'à obtention d'une consistance homogène. Le mélange homogène a ensuite été placé dans étuve à 105 °C pendant 2 heures pour le séchage. Après refroidissement, un volume ( $V$ ) d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) a été ajouté et bien mélangés pour assurer une distribution uniforme de l'agent activateur. Ce mélange acide a ensuite été pressé à l'aide d'une presse sous une pression de 2 kg/cm<sup>2</sup> pour former des rondelles plates. Les rondelles plates obtenus ont été soumis à une activation thermique dans un four, où ils ont été chauffés progressivement jusqu'à 750 °C, et maintenus à cette température pendant 2 heures.

Après l'étape d'activation thermique, notre charbon actif a été soumis à un lavage à l'eau distillée. Ce lavage a été effectué jusqu'à ce que le pH atteigne celui de l'eau distillée, assurant ainsi l'élimination complète des résidus acides. Une fois le pH souhaité atteint, notre charbon a été séché dans l'étuve pour éliminer toute humidité résiduelle. Enfin, il a été tamisé pour obtenir une granulométrie uniforme, en utilisant des tamis de dimensions allant de 0,630 mm à 1 mm, cette étape de tamisage garantit une taille homogène des granules, optimisant ainsi leur performance pour les applications d'adsorption en mode batch.

### II.2 Caractérisation

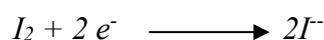
#### II.2.1 Indice d'iode

##### II.2.1.1 Définition

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'adsorbat à une concentration résiduelle de 0,02N.

##### II.2.1.2 Méthode iodométrique

L'iodométrie concerne la réaction avec une solution titrée d'iode. L'iodométrie 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 :



**II.2.1.3 Préparation des solutions**

Pour préparer une solution d'iode à une concentration de 0,1 N, on dissout 19,10 g d'iodure de potassium cristallisé dans une petite quantité d'eau. On ajoute ensuite 12,69 g d'iode sublimé à cette solution dans une fiole jaugée, que l'on agite fermée jusqu'à dissolution complète de l'iode. On complète alors le volume avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge (1 L) et on conserve la solution à l'abri de la lumière.

Pour préparer une solution de thiosulfate de sodium à une concentration de 0,1 N, on dissout 24,82 g de thiosulfate de sodium solide (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 5H<sub>2</sub>O) dans une fiole jaugée de 1 litre. On ajoute un peu d'eau distillée pour dissoudre le thiosulfate, puis on complète avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.

**II.2.1.4 Détermination de l'indice d'iode**

Pour déterminer l'indice d'iode de l'adsorbant, il faut :

- 1- Une solution d'acide chlorhydrique de concentration 5%.
- 2- Une solution d'iode 0,1 N.
- 3- Une solution de thiosulfate de sodium de concentration 0,1 N.

Peser 0,2 g 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 pendant 30 secondes rigoureusement, 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 transparente, noter le volume V'.

Calcule l'indice d'iode d'après l'équation suivante :

$$Indice\ d'iode\ (mg/g) = \frac{(v' - v) \times N \times 126,93}{m} \dots\dots\dots (II.1)$$

- Où **m** : La masse du 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.

## II.2.2 Indice de Bleu de Méthylène

### II.2.2.1 Définition

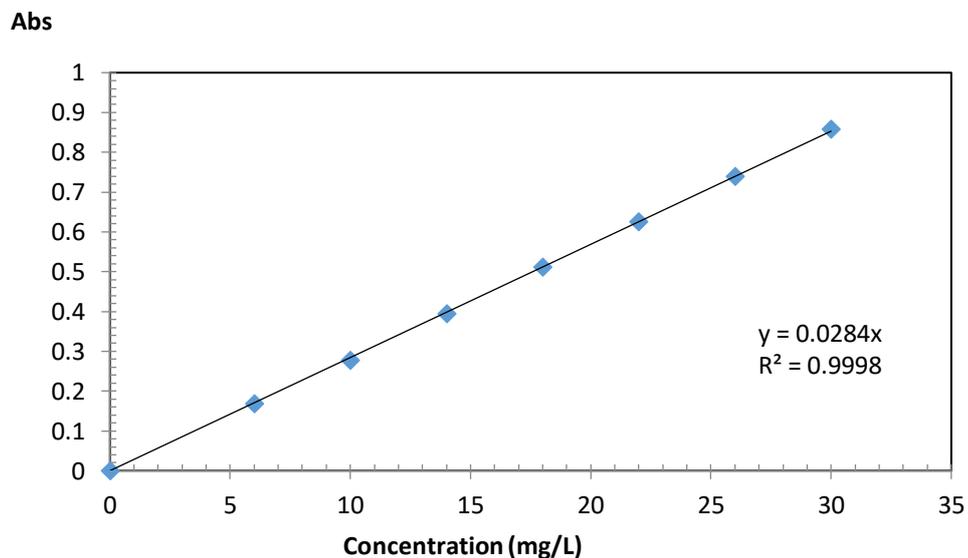
L'indice de bleu de méthylène est une méthode couramment utilisée pour évaluer la capacité d'adsorption et la surface spécifique des charbons actifs. Cette méthode repose sur l'adsorption de la molécule de bleu de méthylène (un colorant cationique) à la surface du charbon actif.

### II.2.2.2 Détermination de l'indice de Bleu de Méthylène

L'indice de bleu de méthylène a été déterminé selon la méthode normalisée TM-11 développée par la société Chemviron Carbon. Cette méthode consiste à évaluer la capacité d'adsorption d'un charbon actif en mesurant la quantité de colorant bleu de méthylène résiduelle dans le filtrat après mise en contact avec le charbon.

### II.2.2.3. Détermination de courbe d'étalonnage

Pour effectuer un dosage par méthode physique, on construit au préalable une courbe de référence appelée courbe d'étalonnage. Celle-ci est obtenue en mesurant une grandeur physique particulière pour une série de solutions de concentrations connues. On trace alors la courbe représentant l'évolution de cette grandeur physique en fonction des différentes concentrations.



**Figure II.1** Courbe d'étalonnage du bleu de méthylène

Cette courbe d'étalonnage permet ensuite de retrouver la concentration inconnue de la solution à doser.

**II.2.2.4 Protocole de l'indice BM**

Dans un bécher, on introduit 0.1 g de charbon actif commercial et 25ml d'une solution de Bleu Méthylène de concentration 1200 mg/L.

L'ensemble est agité pendant 30 minutes, puis centrifuger et analyse par spectrophotométrie a  $\lambda_{max}=620 \text{ nm}$ .

L'indice Bleu Méthylène est déterminé par l'équation suivant :

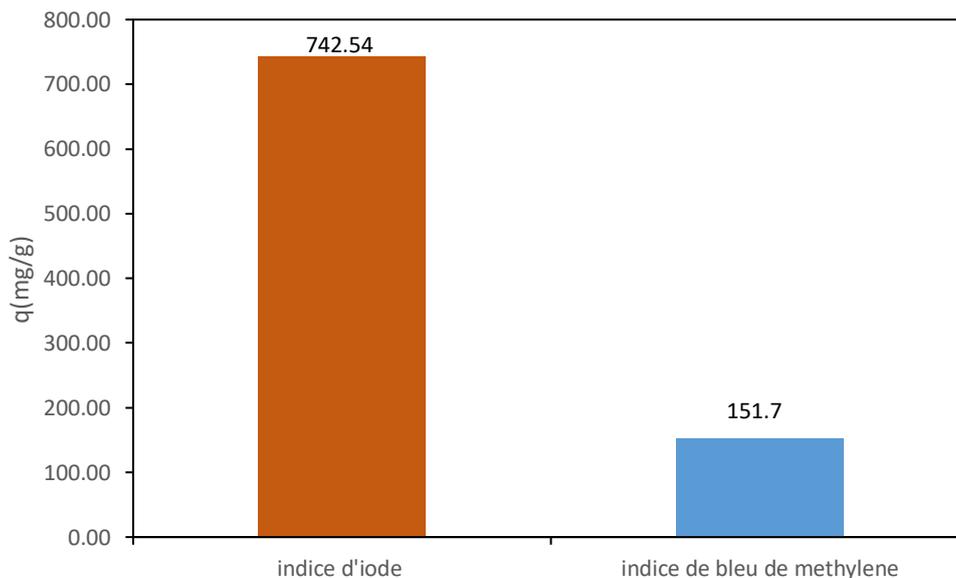
$$\text{Indice du Bleu Méthylène (mg/g)} = \frac{(C_0 - C_{eq})V}{m} \dots\dots\dots (II.2)$$

Où  $C_0$  : concentration initiale de l'adsorbat (mg/L).

$C_{eq}$  : concentration à l'équilibre de l'adsorbat (mg/L).

m : masse d'adsorbant (g).

V : volume d'adsorbat (L).



**Figure II.2** Les valeurs d'indice d'iode et indice de bleu méthylène

Le graphique montre que l'indice d'iode est considérablement plus élevé que l'indice de bleu. Cela révèle une différence marquée entre les deux indices, indiquant que l'échantillon a une capacité beaucoup plus importante à absorber l'iode par rapport au bleu.

**II.3. Choix des molécules étudiées**

Notre choix s'est porté sur un colorant qui est l'Azorubine (RED-14), Le choix du colorant Red 14 est justifié par sa représentativité des colorants industriels, est un colorant rouge synthétique

de la famille des colorants azoïques utilisé dans divers produits alimentaires, cosmétiques et médicaux pour sa capacité à colorer en rouge ses propriétés physico-chimiques favorables, sa facilité de détection et sa forte interaction avec le charbon actif. Ces caractéristiques font de Red 14 un excellent modèle pour évaluer l'efficacité du charbon actif aggloméré en adsorption, et pour générer des données comparables et pertinentes pour des applications pratiques.

### II.3.1 Le colorant RED-14

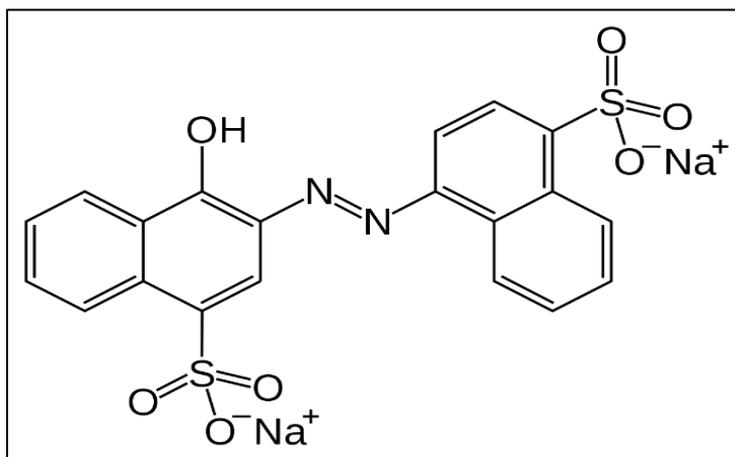


Figure II.3 Structure chimique d'Azorubine (RED-14)

Tableau II.1 Les propriétés physico-chimiques d'Azorubine

Propriétés chimique	Propriétés physique
<b>Formule chimique :</b> C <sub>20</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> Na <sub>2</sub> O <sub>7</sub> S <sub>2</sub>	<b>Masse molaire :</b> 502,428 g/mol
<b>Stabilité et solubilité :</b> Très hydrosoluble et Stable à la chaleur et à la lumière	<b>Longueur d'onde d'absorption maximale</b> ( $\lambda_{\max}$ ) : 515 nm
<b>Structure :</b> Colorant azoïque anionique	<b>Aspect :</b> Poudre rouge foncé

### II.3.2 Dosage par spectrophotométrie

La technique qu'utilise le spectrophotomètre UV-visible se base précisément sur la propriété de certaines molécules d'absorber certaines longueurs d'ondes du spectre UV-visible.

Cela permettra alors de procéder à des dosages en se basant sur la loi de Beer-Lambert, cette dernière montre une relation proportionnelle entre l'absorbance et la concentration, avec une étude structurale des complexes par l'analyse des spectres d'absorption.

Les deux grandeurs caractéristiques d'une molécule en spectroscopie UV-visible sont sa longueur d'onde d'absorption maximale  $\lambda_{\max}$  et son coefficient d'absorption  $\epsilon_{\max}$  à  $\lambda_{\max}$  donnée.

Ces deux valeurs constituent un site de la molécule, et c'est à ce niveau-là que la structure possède l'aptitude à absorber les électrons UV ou visibles [19].

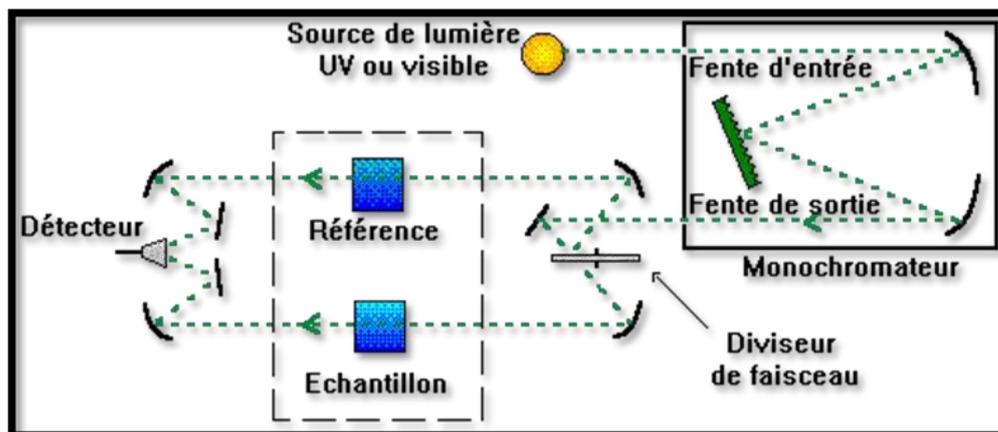


Figure II.4 Principe du spectrophotomètre UV-visible

**II.3.3 Loi d'absorption**

Les lois générales d'absorption sont valables pour les spectres d'absorption dans les domaines ultraviolets et visibles.

La loi de Beer Lambert s'exprime sous la forme suivante

$$A = \log(I_0/I) = \log(1/T) = k C \ell \dots\dots\dots(II.3)$$

Avec :

- T : facteur de transmission ou transmittance.
- A : absorbance ou densité optique.
- C : concentration massique du composé dosé.
- I, I<sub>0</sub> : intensité du faisceau émergent et incident.
- K : coefficient spécifique d'absorbance
- ℓ : épaisseur de la cuve.

Le principe d'absorption de la lumière monochromatique par un corps absorbant est décrit par la loi de Beer-Lambert. Cette loi établit une relation entre l'absorbance d'une solution et la concentration de la substance absorbante.

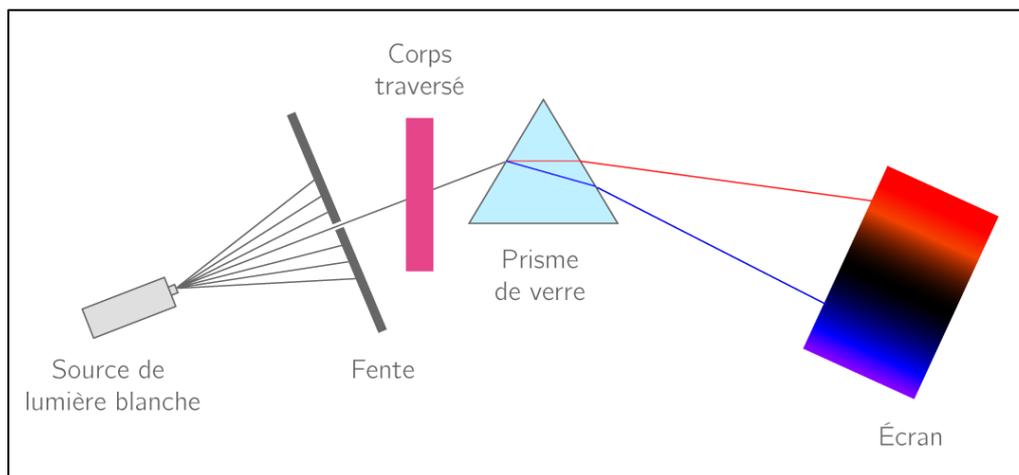


Figure II.5 L'obtention d'un spectre d'absorption

#### II.4 Application à l'adsorption d'Azorubine (RED-14)

##### II.4.1 Détermination de la courbe d'étalonnage de l'Azorubine (RED-14)

###### II.4.1.1 Préparation de la solution mère

Une solution mère a été préparée en dissolvant 1 g de Red14 (Azorubine) dans une fiole jaugée de 1000 mL, puis complétée avec de l'eau distillée. La concentration obtenue est de 1000 mg/L.

###### II.4.1.2 Préparation de la solution fille

À partir de la solution mère, des solutions étalons avec des concentrations variant de 2 à 16 mg/L ont été préparées.

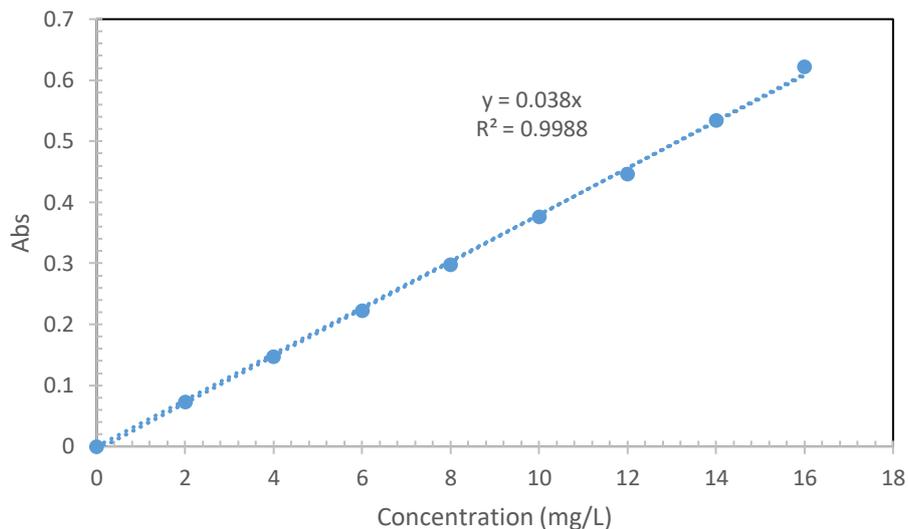
###### II.4.1.3 Etablissement de la courbe d'étalonnage

Chaque solution étalon a été analysée par spectrophotométrie UV à la longueur d'onde de 515 nm, déterminée par balayage au préalable.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau II.2 et représentés graphiquement sur la figure II.6.

**Tableau II.2** Etablissement de la courbe d'étalonnage de RED-14

C (mg/L)	0	2	4	6	8	10	12	14	16
ABS	0	0,073	0,147	0,223	0,298	0,376	0,446	0,534	0,622



**Figure II.6** Courbe d'étalonnage d'Azorubine

Il est constaté que la courbe est une droite avec un coefficient de corrélation de 0,9997, indiquant un bon ajustement linéaire.

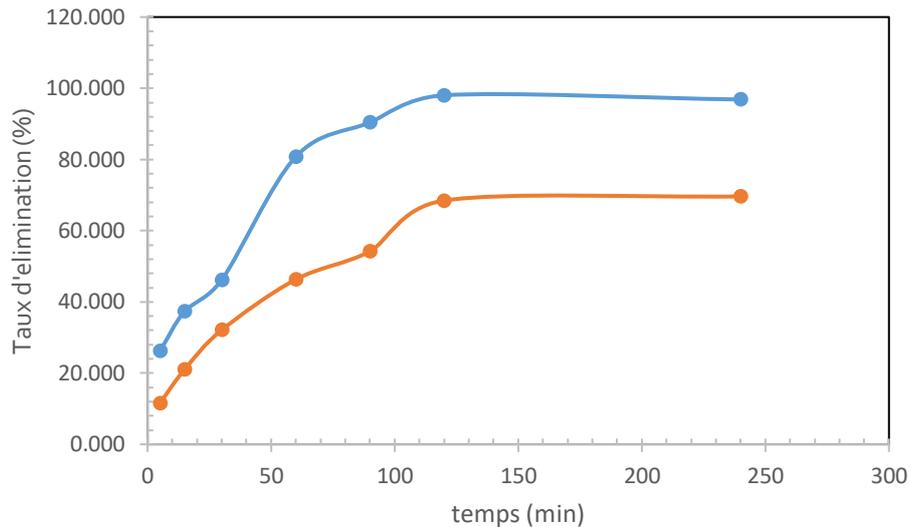
L'équation de la droite donnant l'absorbance ABS en fonction de la concentration (mg/L) d'Azorubine est :  $ABS = 0.038 \times C$ . Cette équation est utilisée pour calculer la concentration d'une solution inconnue d'Azorubine.

**II.4.2 Détermination du temps d'équilibre**

Afin d'étudier le temps de contact nécessaire pour atteindre l'équilibre d'adsorption de l'Azorubine, nous avons préparé deux solutions de concentrations arbitraires de 20 mg/L et 50 mg/L, et suivi la procédure suivante :

Dans une série de béchers, nous avons successivement introduit 0,1 g de charbon actif et 25 ml de solution d'Azorubine de la concentration préparée. L'ensemble a été agité pendant des durées de 5, 15, 30, 45, 60, 90, 120 et 240 minutes. Ensuite, les échantillons ont été centrifugés et analysés par spectrophotométrie.

Les résultats obtenus sont représentés graphiquement sur la figure **II.7**.



**Figure II.7** Courbe d'effet du temps

On observe une augmentation du pourcentage d'élimination de l'Azorubine par notre charbon actif au fil du temps, jusqu'à atteindre un palier de saturation où ce taux reste constant, indiquant que l'interaction entre l'adsorbant et l'adsorbé a atteint l'équilibre avec un temps de contact de 02h

#### II.4.3 Effet de dose de l'adsorbant sur l'adsorption

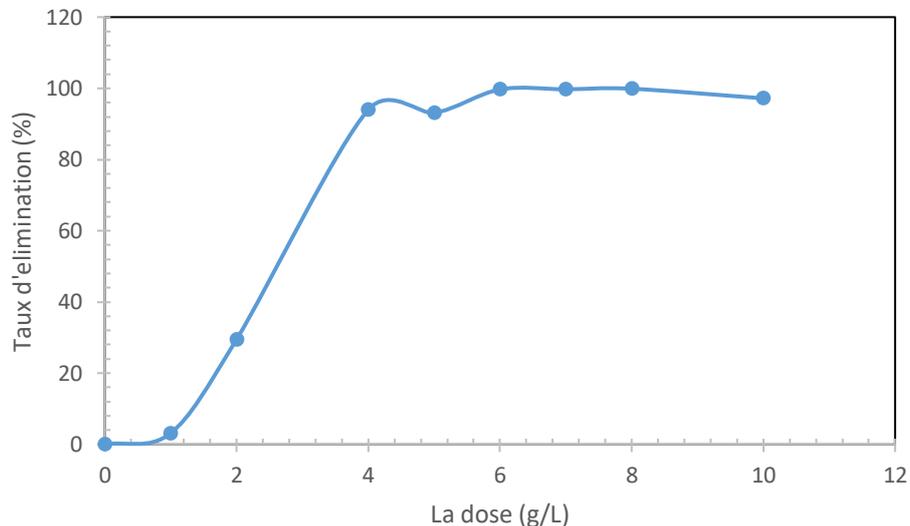
Un autre facteur influençant les propriétés de l'adsorption est la dose du charbon actif.

Dans le but d'étudier l'influence de la dose de l'adsorbant sur la capacité d'adsorption, nous avons suivi les étapes suivantes :

Dans une série de béchers contient 25 mL de la solution d'Azorubine de concentration de 50mg/L on a introduit différentes masses : 0,025 ; 0,05 ; 0,075 ; 0,1 ; 0,125 ; 0,150 ; 0,175 et 0.2 g successivement de notre charbon actif aggloméré.

L'ensemble est agité pendant le temps de contact optimisé précédemment.

Les résultats obtenus sont représentés graphiquement sur la figure **II.8**



**Figure II.8** Etude de l'effet de dose sur l'adsorption de de l'Azorubine

La figure **II.8** montre qu'une augmentation de la concentration de l'adsorbant cause une augmentation du taux d'élimination de l'adsorbat et que l'adsorption est maximale pour une dose d'adsorbant de 6 g/L. Par conséquent nous allons prendre cette dose optimale pour toutes les expériences d'adsorption.

#### **II.4.4 L'effet de pH sur l'adsorption d'Azorubine**

Le pH, qui signifie potentiel d'hydrogène, est une mesure permettant de déterminer si une solution est acide ou alcaline. Il influe sur l'adsorption en raison de la nature de l'adsorbant, dont les sites comportent des groupements fonctionnels organiques.

Pour notre expérience, nous avons introduit successivement 25 mL de la solution d'Azorubine (Red-14) de concentration 50 mg/L dans une série de béchers, en y ajoutant une masse de 0,15 g de charbon actif avec une agitation de 120 min et en ajustant le pH à différentes valeurs.

La suspension a ensuite été séparée par centrifugation, et la concentration résiduelle d'Azorubine (Red-14) a été déterminée par spectrophotométrie à une longueur d'onde de 515 nm.

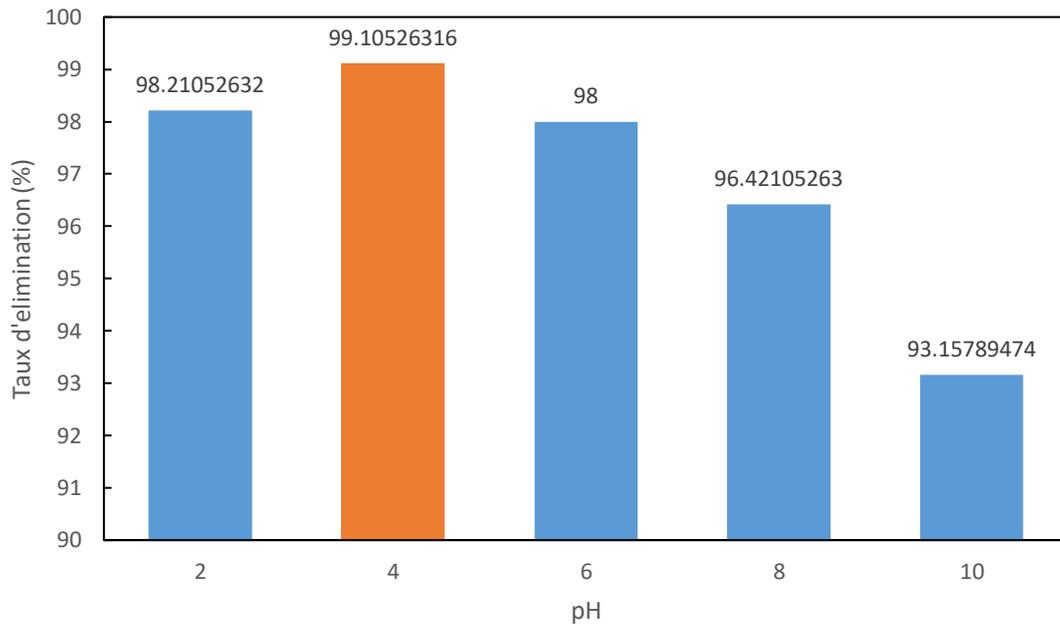


Figure II.9 Taux d'élimination en fonction de pH

D'après le graphe, nous constatons que la capacité d'adsorption de l'Azorubine est la plus élevée pour une solution à pH=4. C'est à ce pH que l'isotherme d'adsorption sera établie.

**II.4.5 Isotherme d'adsorption d'Azorubine**

Une isotherme d'adsorption est une courbe qui représente la relation entre la quantité d'un adsorbat adsorbé sur la surface d'un adsorbant et la concentration de l'adsorbat en phase liquide. Elle permet de comprendre comment l'adsorbant interagit avec l'adsorbat et de caractériser les propriétés de l'adsorption. De plus, l'isotherme permet de donner des informations sur le mode d'adsorption (adsorption en monocouche ou en multicouches).

Dans notre travail, nous avons préparé une série de béchers contenant chacun 25 ml de solution de concentrations variant de 10 mg/L à 60 mg/L. L'ensemble a été agité pendant un temps de contact de 120 min, avec une dose optimisée de 6 g/L d'adsorbant et un pH ajusté a pH=4, puis centrifugé, séparé et analysé.

La quantité  $q_e$  (masse adsorbée par gramme d'adsorbant) est déterminée par l'équation :

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)}{m \cdot 1000} \cdot V \dots\dots\dots (II.4)$$

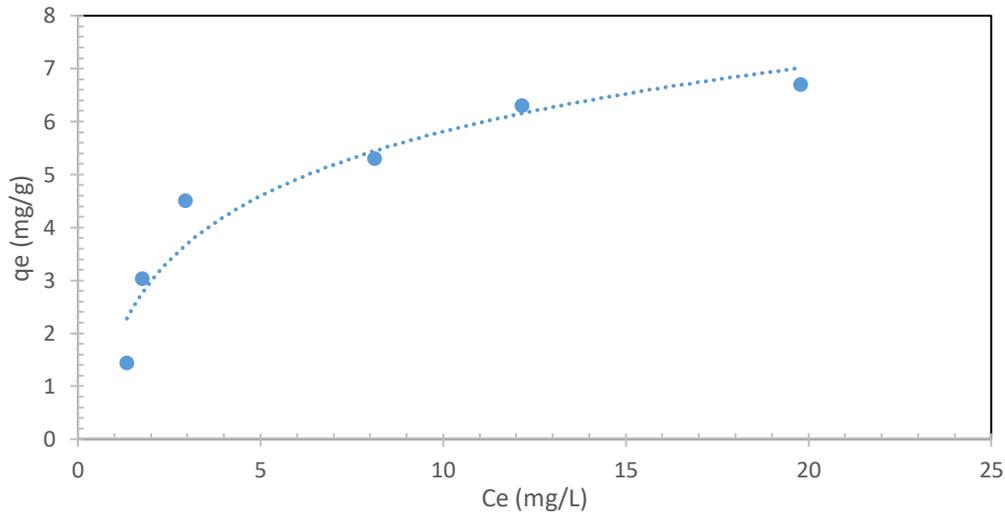
Où :  $C_0$  : Concentration initial de l'adsorbat (mg/L).

$C_e$  : Concentration à l'équilibre de l'adsorbat (mg/L).

m : Masse d'adsorbant (g).

V : Volume d'adsorbat (mL).

Les valeurs de cette étude sont représentées Graphiquement sur la figure II.10.



**Figure II.10** L'isotherme d'adsorption d'Azorubine  $q_e=f(C_e)$

La capacité d'adsorption de l'azorubine par l'adsorbant augmente de manière significative avec l'augmentation de la concentration initiale. L'isotherme obtenue montre un palier, ce qui indique la saturation des sites de la surface de l'adsorbant. Ce palier correspond à la formation d'une monocouche d'azorubine sur la surface de l'adsorbant, confirmant que tous les sites disponibles pour l'adsorption sont occupés et que l'adsorption a atteint sa capacité maximale.

II.4.5.1 Modélisation de l'adsorption

II.4.5.1.1 Modèle de Langmuir

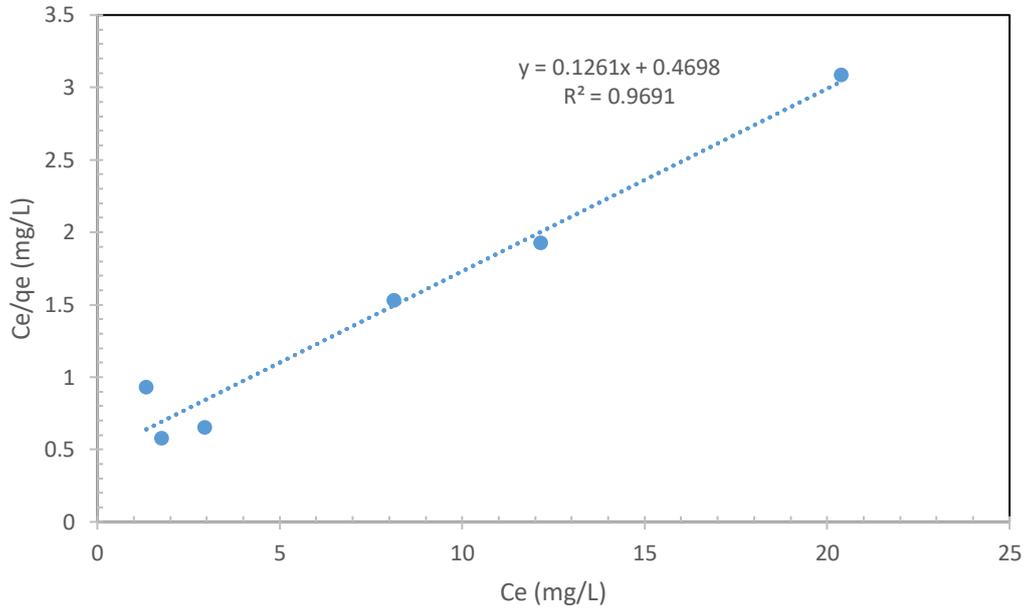


Figure II.11 Application du model de Langmuir pour l'adsorption d'Azorubine

L'équation de Langmuir : 
$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{Q_{max}} C_e + \frac{1}{Q_{max} \times K_L} \dots\dots\dots (II.5)$$

Tableau II.3 Résultats obtenus pour l'isotherme d'adsorption de l'Azorubine selon le modèle de Langmuir.

	Langmuir
<b>R<sup>2</sup></b>	0,969
<b>Q<sub>max</sub> (mg/g)</b>	7,930
<b>K<sub>L</sub> (L/mg)</b>	0,268

II.4.5.1.2 Model de Freundlich

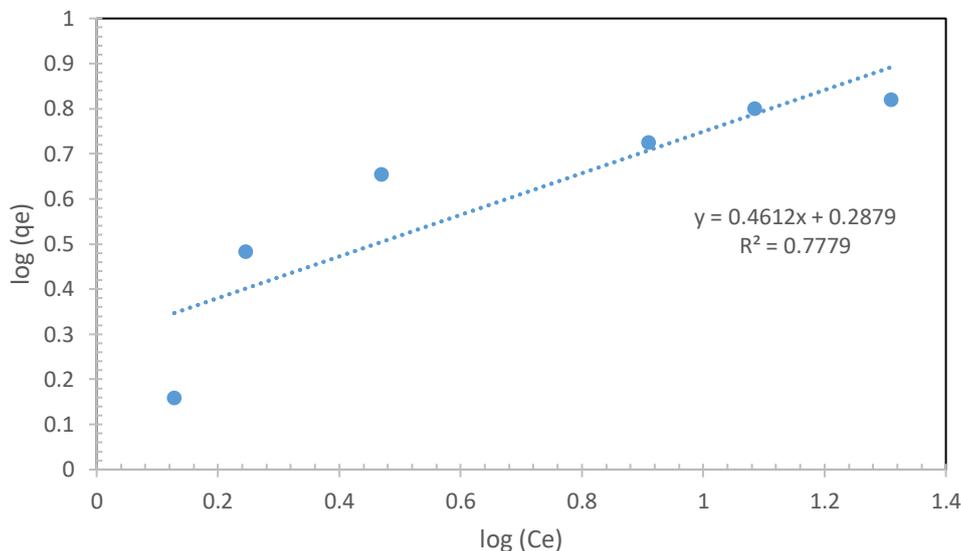


Figure II.12 Application du model de Freundlich pour l’adsorption d’Azorubine

L’équation de Freundlich :  $\log q_e = \frac{1}{n} \log C_e + \log K_f$  ..... (II.6)

Tableau II.4 Résultats obtenus pour l'isotherme d'adsorption de l'Azorubine selon le modèle de Freundlich.

	Freundlich
<b>R<sup>2</sup></b>	0,777
<b>n</b>	2,168
<b>K<sub>F</sub> (L/mg)</b>	1,940

II.4.5.1.3 Model de Temkin

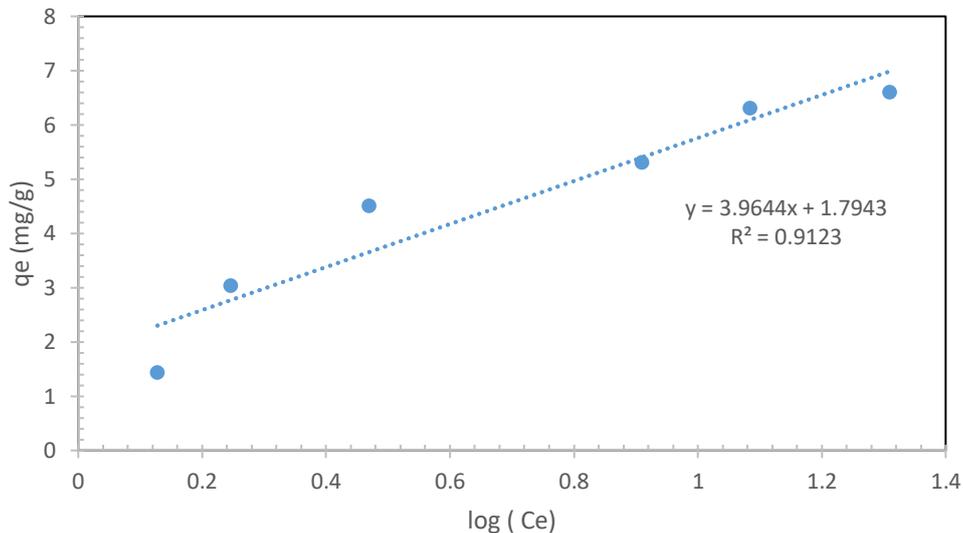


Figure II.13 Application du model de Temkin pour l’adsorption d’Azorubine

L’équation de Temkin :  $q_e = B_T \text{Log } C_e + B_T \log K_T$  ..... (II.7)

Tableau II.5 Résultats obtenus pour l'isotherme d'adsorption de l'Azorubine selon le modèle de Temkin.

	Temkin
<b>R<sup>2</sup></b>	0,912
<b>B<sub>T</sub> (J/mol)</b>	3,964
<b>K<sub>T</sub> (L/mg)</b>	2,835

L'équation obtenue pour le modèle de Langmuir montre que ce modèle décrit très bien l'adsorption de l'azorubine sur le charbon actif, mieux que les autres modèles étudiés (Freundlich et Temkin). Le coefficient de corrélation élevé indique un excellent ajustement des données expérimentales. La saturation observée sur l'isotherme indique que l'adsorption se fait sur une surface homogène avec une énergie d'adsorption constante pour tous les sites. En résumé, le modèle de Langmuir décrit efficacement l'adsorption de l'azorubine sur le charbon actif, suggérant une surface homogène d'adsorption et une capacité maximale d'adsorption bien définie.

**II.4.6 Cinétique d’adsorption d’Azorubine**

Les modèles cinétiques ont été utilisés pour étudier le processus d’adsorption de l'azorubine, en se concentrant sur des temps de contact inférieurs au temps d’équilibre. La cinétique d'adsorption de l'azorubine (RED-14) sur l’adsorbant a été analysée en appliquant les modèles de pseudo-premier ordre et de pseudo-deuxième ordre et diffusion d'intra particule.

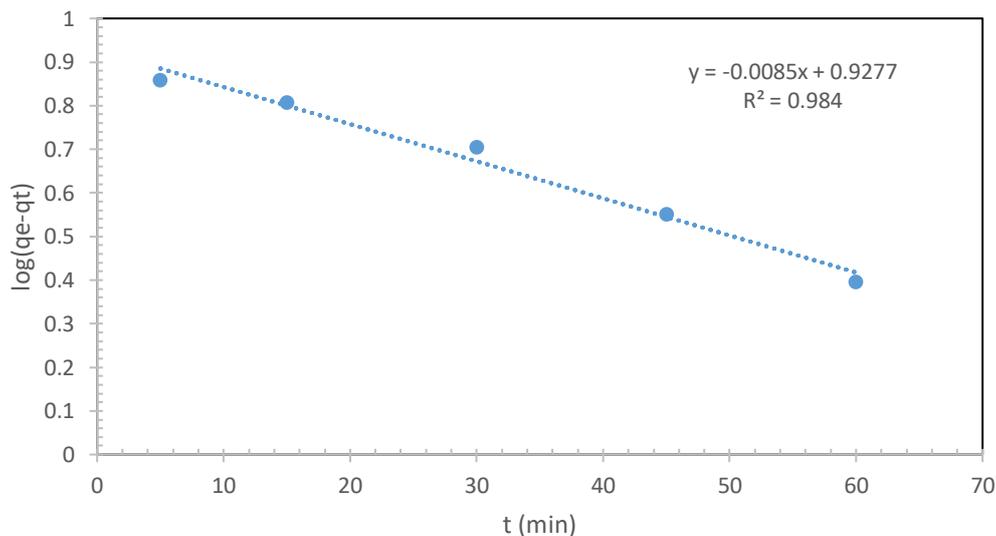
Dans une série de béchers, nous avons introduit 25 mL de solution a une concentration de 50mg/L, en utilisant les doses et le pH optimaux déterminés précédemment. L’ensemble a été agité pendant des temps de 5, 15, 30, 45 et 60 minutes, puis centrifugé et analysé par spectrophotométrie.

Les résultats de ces mesures sont représentés sur les figures II.14 ; II.15 et II.16.

**II.4.6.1 Modèle cinétique de pseudo-premier ordre**

L’équation du modèle cinétique de pseudo-premier ordre :

$$\log(q_e - q_t) = -K_1 \times t + \log q_e \dots\dots\dots (II.8)$$



**Figure II.14** Représentation graphique de la cinétique d’adsorption de l’azorubine selon le modèle pseudo-premier ordre

**II.4.6.2 Modèle cinétique de pseudo-deuxième ordre**

L’équation du modèle cinétique de pseudo-premier ordre :

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{q_e} t + \frac{1}{K_2 \times q_e^2} \dots\dots\dots (II.9)$$

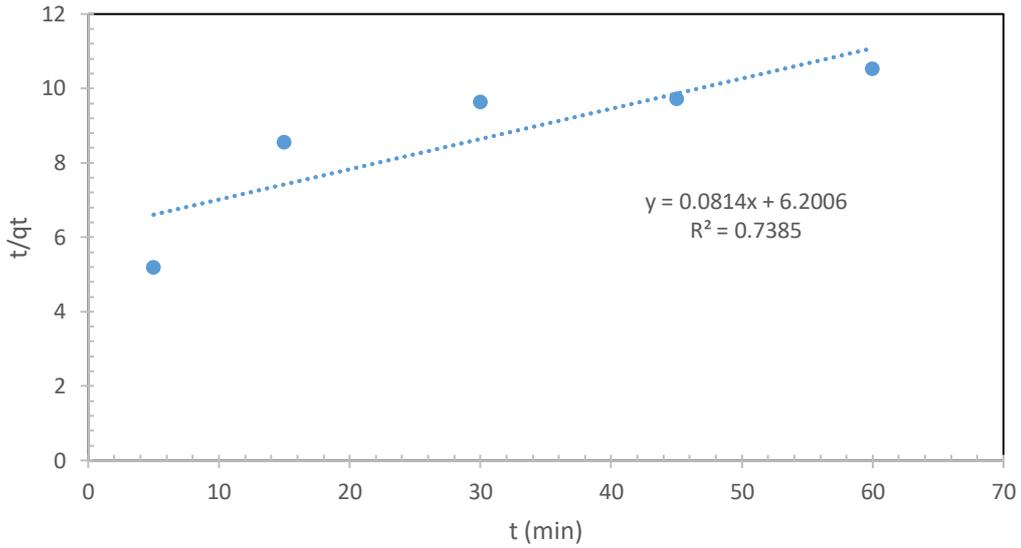


Figure II.15 Représentation graphique de la cinétique d’adsorption de l’azorubine selon le modèle pseudo-deuxième ordre

II.4.6.3 Modèle cinétique de diffusion intra particulaire

L’équation du modèle cinétique de diffusion intra particulaire :

$$q_t = K \times t^{0,5} + C \dots\dots\dots (II.10)$$

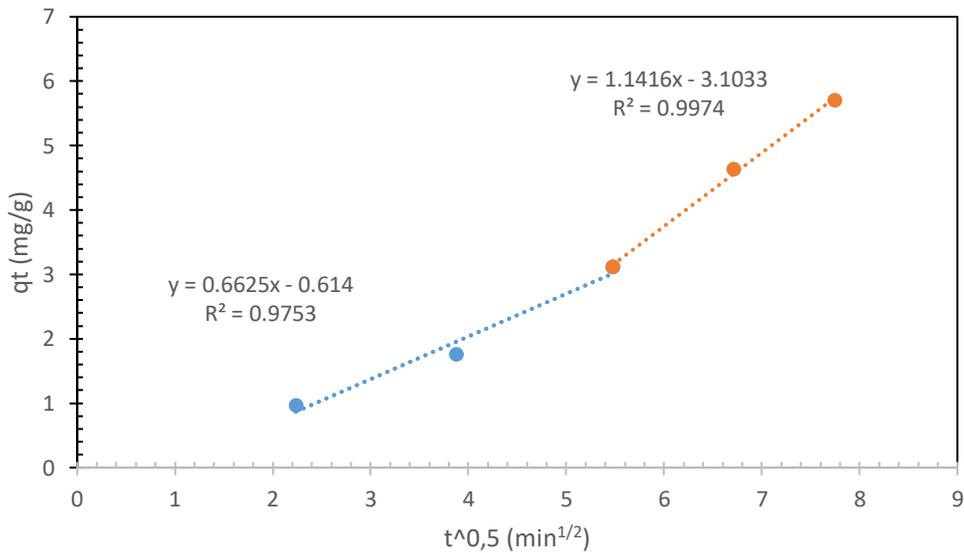


Figure II.16 Diffusion intra particulaire

Tableau II.6 Les paramètres cinétiques d'adsorption d'Azorubine.

C (mg/L)		50
Pseudo 1 <sup>ier</sup> ordre	qe (Calc) (mg/g)	8,466
	K <sub>1</sub> (min <sup>-1</sup> )	0,0085
	R <sup>2</sup>	0,984
Pseudo 2 <sup>ieme</sup> ordre	qe (Calc) (mg/g)	12,285
	K <sub>2</sub> (g/mg.min)	24,339
	R <sup>2</sup>	0,738

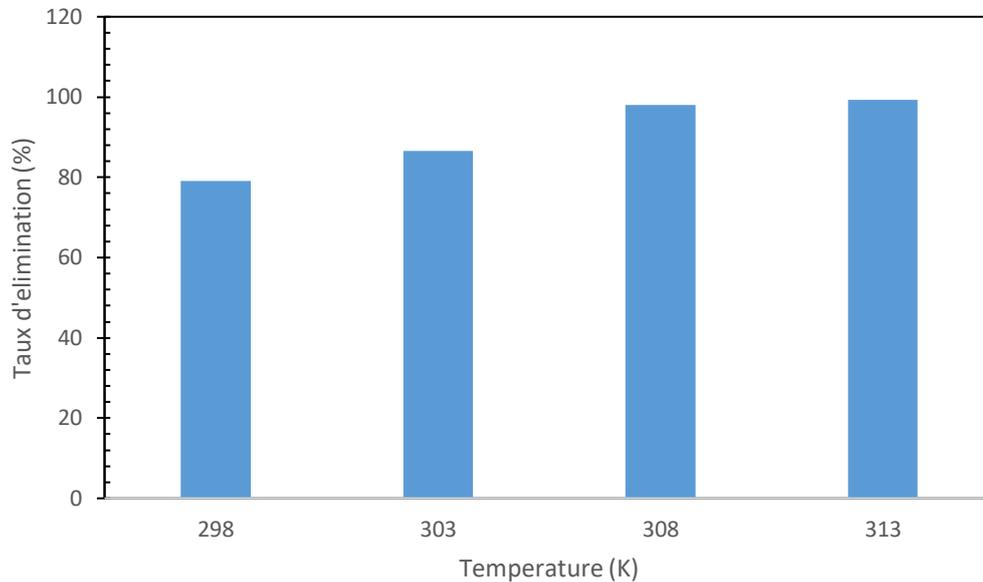
D'après ces résultats, l'application du modèle de pseudo-deuxième ordre pour l'adsorption d'azorubine (RED-14) montre des coefficients de détermination ( $R^2$ ) faibles et les quantités adsorbées par gramme d'adsorbant à l'équilibre ne correspondent pas aux valeurs expérimentales observées. En revanche, le modèle de pseudo-premier ordre présente des coefficients de corrélation élevés (0,984) et les quantités adsorbées sont presque identiques à celles mesurées à l'équilibre. Ainsi, nous concluons que l'adsorption d'azorubine par l'adsorbant étudié suit davantage le modèle du pseudo-premier ordre que celui du pseudo-deuxième ordre.

#### II.4.7 Thermodynamiques d'adsorption d'Azorubine

En général, les phénomènes d'adsorption sont généralement exothermiques, tandis que la désorption est endothermique. Ainsi, une augmentation de la température affecte davantage l'adsorption physique que chimique. De nombreuses études ont montré que la relation entre la température et l'adsorption dépend essentiellement du couple adsorbant/adsorbat.

Pour notre expérience, des flacons contenant 25 ml de solution d'Azorubine à une concentration de 50 mg/L ont été préparés. Chaque flacon a été agité pendant un temps de contact déterminé, avec une dose optimisée de charbon actif comme adsorbant et un pH ajusté. Les flacons ont ensuite été placés dans un bain-marie thermostaté à des températures de 298 K, 303 K, 308 K et 313 K. Après l'agitation, les solutions ont été centrifugées et analysées par spectrophotométrie.

Les résultats de ces mesures sont représenté sur les figures II-17 et II-18.



**Figure II.17** Taux d'élimination (%) d'Azorubine à différente température

La figure II.17 illustre que le taux d'élimination (%) de l'azorubine augmente avec de l'adsorption. Par conséquent, l'accroissement de la température améliore la capacité d'adsorption l'augmentation de la température. Cette observation suggère que le processus d'adsorption de l'azorubine sur l'adsorbant est endothermique, c'est-à-dire qu'il absorbe de la chaleur. En général, pour des processus endothermiques, l'augmentation de la température fournit l'énergie nécessaire pour surmonter les barrières énergétiques associées à l'adsorption, augmentant ainsi l'efficacité de l'azorubine, comme le montre l'augmentation du taux d'élimination sur le graphe. Cette tendance souligne l'importance de la température comme paramètre influençant les propriétés thermodynamiques du système d'adsorption étudié.

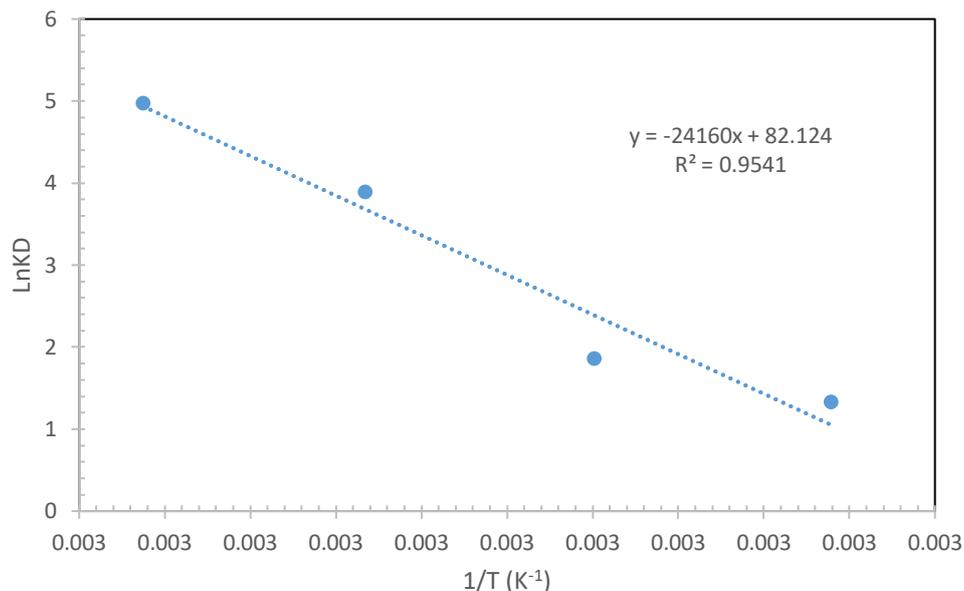


Figure II-18 Evolution de LnKd en fonction de 1/T pour l’adsorption d’Azorubine.

La relation thermodynamique de Gibbs-Helmholtz :

$$\Delta G = -RT \text{Ln } K_d \dots\dots (1)$$

La relation obtenue par intégration de Van’t Hoff :

$$\Delta G = \Delta H - T \Delta S \dots\dots (2)$$

D’après les équations (1) et (2) on a :

$$-RT \text{Ln } KD = \Delta H - T \Delta S$$

$$\text{Ln } K_d = \frac{\Delta H^\circ}{-RT} - \frac{T}{-RT} \Delta S$$

$$\text{Ln } K_d = -\frac{1}{RT} \Delta H + \frac{1}{R} \Delta S \dots\dots\dots (II.11)$$

Tableau II.7 Paramètres thermodynamiques d’adsorption d’Azorubine.

Concentration	Equation	$\Delta G$ (kJ/mol)				$\Delta H$ (kJ/mol)	$\Delta S$ (kJ/mol.K)
		T=298 k	T=303k	T=308K	T=313k		
C=50 mg/L	Y= -24160x + 82,124	-3,298	-4,684	-9,965	-12,953	200,866	0,682

Les résultats des paramètres thermodynamiques d'adsorption de Red14 sur le charbon actif révèlent que le processus est à la fois spontané et exothermique. Les valeurs négatives de l'énergie libre ( $\Delta G$ ) à toutes les températures étudiées indiquent que l'adsorption se produit spontanément. De plus, la diminution progressive de  $\Delta G$  avec l'augmentation de la température montre que l'adsorption devient thermodynamiquement plus favorable à des températures plus élevées. L'enthalpie positive ( $\Delta H$ ) confirme que l'adsorption est un processus endothermique, signifiant que de la chaleur est libérée lorsque Red14 se lie au charbon actif. Enfin, l'entropie positive ( $\Delta S$ ) suggère une augmentation du désordre à l'interface solide-liquide, probablement due à la libération des molécules d'eau ou au déplacement des molécules de Red14 sur la surface du charbon actif. En résumé, l'adsorption de Red14 sur le charbon actif est un processus favorable, spontané et exothermique, avec une certaine désorganisation au niveau moléculaire, typique d'une adsorption chimique.

## **Conclusion générale**

Notre travail a porté sur l'élaboration d'un charbon actif aggloméré et son application dans l'adsorption d'un polluant organique, en l'occurrence l'azorubine (Red14). Cette étude s'est articulée en trois parties distinctes.

La première partie a consisté en une approche théorique sur l'adsorption et les adsorbants. Nous avons exploré les mécanismes fondamentaux de l'adsorption, ainsi que les différentes caractéristiques des adsorbants, avec une attention particulière sur le charbon actif en raison de ses propriétés adsorbantes exceptionnelles.

Dans la deuxième partie, nous avons préparé un charbon actif aggloméré à partir de charbon commercial et de mélasse comme liant. Après divers traitements, incluant le séchage, l'activation thermique et la caractérisation, nous avons obtenu un charbon actif présentant des propriétés adéquates pour l'adsorption.

La troisième partie de notre étude a été consacrée à l'application pratique du charbon actif aggloméré pour l'adsorption en mode batch. Nous avons étudié l'impact de différents paramètres tels que le temps de contact, le pH de la solution et la concentration initiale du polluant sur la capacité d'adsorption. Les isothermes d'adsorption ont été établies, et les résultats ont montré que le modèle de Langmuir était le plus approprié pour décrire le processus d'adsorption de l'azorubine par notre charbon actif aggloméré. De plus, les études thermodynamiques ont révélé que l'adsorption était un processus spontané et exothermique.

Par ailleurs, l'analyse cinétique a démontré que l'adsorption de l'azorubine suivait le modèle cinétique du pseudo-premier ordre, indiquant que la vitesse d'adsorption est proportionnelle au nombre de sites actifs disponibles non occupés sur l'adsorbant. Les coefficients de détermination élevés ont confirmé la pertinence de ce modèle pour notre système.

En conclusion, notre travail démontre que le charbon actif aggloméré préparé présente une capacité significative pour l'adsorption de l'azorubine, et que les conditions optimales pour ce processus incluent des temps de contact prolongés et un pH acide. Les résultats obtenus ouvrent des perspectives intéressantes pour l'utilisation de ce charbon actif dans le traitement des eaux usées contenant des polluants organiques.

## **Référence bibliographique**

- [<sup>1</sup>] Marsh, H., Rodríguez-Reinoso, F. (2006) Activated Carbon. Elsevier, Amsterdam.
- [<sup>2</sup>] Shamsuddin, M.S., et al. (2016). Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 118, 149-165
- [<sup>3</sup>] Rodríguez-Reinoso, F., & Molina-Sabio, M. (1992). Carbon, 30(7), 1111-1118.
- [<sup>4</sup>] Benaddi, H., et al. (2000). Carbon, 38(5), 669-674.
- [<sup>5</sup>] Yahya, M.A., et al. (2015). Renewable and Sustainable Energy Reviews, 46, 218-235.
- [<sup>6</sup>] Bansal, R.C., Goyal, M. (2005) Activated Carbon Adsorption. CRC Press.
- [<sup>7</sup>] Aworn, A. et al. (2008) J. Porous Mater. 15, 319–325.
- [<sup>8</sup>] Brasquet, C., Le Cloirec, P. (1997) Environ. Technol. 18, 1-11
- [<sup>10</sup>] Rodríguez-Reinoso, F. et al. (2000) Introduction to Carbon Technologies. Universidad de Alicante.
- [<sup>11</sup>] Ning, P. et al. (2020) J. Environ. Manage. 260, 110166.
- [<sup>12</sup>] Moreno-Castilla, C., Rivera-Utrilla, J. (2001) Carbon, 39, 1305-1319.
- [<sup>13</sup>] Teng, H., Yeh, T.S., Hsu, L.Y. (2000) Carbon 38, 817-824.
- [<sup>14</sup>] Rouquerol, J., Rouquerol, F., Llewellyn, P., Maurin, G., Sing, K.S.W. (1999) Adsorption by Powders and Porous Solids. Academic Press, San Diego.
- [<sup>15</sup>] Karthikeyan, T. et al. (2008) Journal of Hazardous Materials 159, 506-515
- [<sup>16</sup>] Sahu, J.N. et al. (2010) Clean Products and Processes 2, 80-90.
- [<sup>17</sup>] Rouquerol, J. et al. (2014). Adsorption by powders and porous solids: principles, methodology and applications. Academic Press.
- [<sup>18</sup>] Dabrowski, A. (2001). Adsorption—from theory to practice. Advances in Colloid and Interface Science, 93(1-3), 135-224.
- [<sup>19</sup>] Partie II matériels et méthodes VERSION 3 (1) (1), Du groupe pharmaceutique SAIDAL - Constantine1.