



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie des Procédés

N° D'ORDRE : M..... /

Mémoire pour l'obtention du

DIPLÔME DE MAGISTER EN CHIMIE

OPTION : CHIMIE APPLIQUEE ET DEVELOPPEMENT DURABLE

Présenté par

M^r BOUCHERDOUD Ahmed

THEME

*ETUDE DU COMPORTEMENT DE CERTAINS
ADSORBANTS DANS LES LITS FIXES ET FLUIDISES*

Soutenu le : --/--/2012

Devant le Jury

| | | | |
|-----------|---------------------------------------|------------|--------------------------|
| Président | M ^r BELHAKEM Mostefa | Professeur | Université de Mostaganem |
| Examineur | M ^r DJENNAD M'Hamed | Professeur | Université de Mostaganem |
| Examineur | M ^r BENDERDOUCHE Nouredine | Professeur | Université de Mostaganem |
| Promoteur | M ^r BESTANI Benaouda | Professeur | Université de Mostaganem |

ANNÉE UNIVERSITAIRE : 2012 /2013

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail

à mes chers parents

à mes frères et sœurs

à tous ce qui me sont chers



REMERCIEMENTS

REMERCIEMENTS

Ce travail a été mené au Laboratoire de l'Environnement au Département de Génie des Procédés à l'Université de Mostaganem.

J'ai eu la chance d'être encadré par Monsieur BESTANI BENAOUA Professeur à l'Université de Mostaganem, Je souhaite exprimer ma profonde gratitude à Monsieur BESTANI BENAOUA

Mes vifs remerciements vont aussi à monsieur BELHAKEM MOSTEFA Professeur à l'Université de Mostaganem pour l'honneur qu'il m'a fait de bien vouloir présider le jury.

Je tiens également à remercier monsieur : DJENNAD M'HAMED Professeur à l'Université de Mostaganem Ainsi que monsieur : BENDERDOUCHE NOUREDDINE Professeur à l'Université de Mostaganem qui a bien voulu examiner ce travail et l'enrichir par ces remarques et ces critiques objectives

Un grand merci à tous les Magisterants et Doctorants, du laboratoire de l'Environnement à l'Université de Mostaganem.

Je remercie toute personne ait m'aider de près ou de loin à la réalisation de ce travail, et que j'ai involontairement oublié de citer le nom.

Je n'oublie pas tous mes amis et collègues pour leur soutien amical et moral, je cite particulièrement, MILOUD, GOLAM ALAH, AHMED, BILLEL et ABD ELHADI, qu'ils soient assurés de ma profonde amitié et ma profonde sympathie.

Enfin, je remercie toute ma famille, je pense très très fort à vous tous en écrivant ces mots et en particulier à mes parents.

RESUME

Résumé

La pollution des eaux et sols provenant de diverses industries sont des sources importantes de pollution. Les charbons actifs sont les adsorbants poreux, produits à partir de divers précurseurs carbonés, qui sont largement répandus dans les procédés de décoloration des eaux.

L'objectif de ce travail est d'étudier la possibilité de préparation de charbon actif acceptable à partir de déchets agroalimentaires (noyaux d'olive et de datte) par activation physique avec la vapeur d'eau dans un réacteur à lit fluidisé. Les effets de diverses variables étaient étudiés.

Les résultats expérimentaux ont montré que l'activation de charbon avec l'air permet d'atteindre un indice d'iode de 372,63 mg/g pour les noyaux de d'olive et 361,48 mg/g pour les noyaux de datte, un indice de bleu de méthylène 218,95 de mg/g pour les noyaux de d'olive et 206,63 mg/g pour les noyaux de datte, l'utilisation de la vapeur permet d'atteindre un indice d'iode de 505,21 mg/g pour les noyaux de d'olive et 487,41 mg/g pour les noyaux de datte et un indice de bleu de méthylène 224,43 mg/g pour les noyaux de d'olive et 217,88 mg/g pour les noyaux de datte, l'activation avec un mélange de l'air et de vapeur d'eau permet d'obtenir un indice d'iode de 505,21 mg/g pour les noyaux de d'olive et 487,41 mg/g pour les noyaux de datte un indice de bleu de méthylène 236,65 mg/g pour les noyaux de d'olive et 228,56 mg/g pour les noyaux de datte.

Les résultats expérimentaux montrent que la vitesse de fluide, le temps de séjour, la composition chimique et la température à une influence importante sur le processus d'activation de charbon, il est préférable d'appliquer cette méthode d'activation au lieu d'utiliser de composé chimique polluants afin de le valoriser davantage dans la lutte contre la pollution de l'environnement.

Mots clés :

Lit fluidisation, lit fixe, adsorption, charbon actif.

Abstract

Pollution of water and soil from various industries are major sources of pollution Activated carbons are porous adsorbents produced from various carbon precursors, which are widely used in bleaching processes water

The objective of this work is to study the possibility of preparation of activated carbon from waste acceptable food (olive pits and date) by physical activation with steam in a fluidized bed reactor. The effects of various variables were studied

The experimental results showed that the activation of coal with the air achieves an iodine value of 372.63 mg / g for olive cores et361, 48 mg / g for cores date, a methylene blue index of 218.95 mg / g for the cores of olive and 206.63 mg / g for the cores of date, the use of steam achieves a iodine value of 505, 21 mg / g for olive cores et 487, 41 mg / g for cores date and an index of methylene blue from 224.43 mg / g for olive cores and 217.88 mg / g for cores date, activation with a mixture of air and steam allows a iodine value of 514.16 mg / g for the cores of olive et 502.23 mg / g cores date index of methylene blue from 236.65 mg / g for olive cores and 228.56 mg / g for cores date

The fluid velocity, the residence time of the chemical composition and the temperature a significant influence on the activation process of coal, it is preferable to use this method instead of using activation of chemical pollutants the end of a value more in the fight against environmental pollution

Keywords:

Fluidized bed, fixed bed, Activated Carbon, Adsorption,

ملخص

تلوث المياه والتربة من مختلف الصناعات هي المصادر الرئيسية للتلوث, الكربونات المنشطة المنتجة من البقايا الكربونية المختلفة هي التي تسهل المعالجة ، والتي تستخدم على نطاق واسع في عمليات تنقية المياه. الهدف من هذا العمل هو دراسة إمكانية إعداد الكربون المنشط من الفضلات الصناعات (انويه الزيتون و التمر) عن طريق التفعيل بالبخار في مفاعل السرير المميع. تمت دراسة آثار المتغيرات المختلفة

أظهرت النتائج التجريبية أن تفعيل الفحم بالهواء يحقق قيمة مؤشر اليود 372.63 ملغ / غ لانوية الزيتون و 361.48 ملغ / غ لانوية التمر، و مؤشر أزرق المثيلين من 218.95 ملغ / غ لانوية الزيتون و 206.63 ملغ / غ لانوية التمر ، واستخدام البخار يحقق قيمة اليود 505.21 لانوية الزيتون و 487.41 ملغ / غ لانوية التمر و مؤشر أزرق المثيلين من 224.43 ملغ / غ لانوية الزيتو و 217.88 ملغ / غ لانوية التمر ، وتفعيل بمزيج من الهواء والبخار يسمح بقيمة اليود من 514.16 ملغ / غ لانوية الزيتون و 502.32 ملغ / غ لانوية التمر مؤشر أزرق المثيلين من 236.65 ملغ / غ لانوية الزيتون و 228.56 ملغ / غ لانوية التمر

أظهرت نتائج النتائج التجريبية ان سرعة السائل, التركيب الكيميائي ودرجة حرارة تأثير كبير على عملية تنشيط الفحم، فمن الأفضل استخدام هذه الطريقة بدلا من استخدام الملوثات الكيميائية لتفعيل الفحم لان لها قيمة أكثر في مكافحة التلوث البيئي.

الكلمات الرئيسية :

السرير المميع السرير الثابت ، الكربون المنشط. لاد مصاص

SOMMAIRE

SOMMAIRE

Liste des Tableaux

Liste des figures

Introduction générale..... 01

Chapitre I : Caractéristiques dynamiques des lits fluidisés

| | |
|--|----|
| 1.1 Mode de contact entre les particules solides et le fluide..... | 03 |
| 1.2. Phénomène de fluidisation | 04 |
| 1.3. Description de phénomène de fluidisation | 05 |
| 1.4. Perte de charge à travers la couche de fluidisation..... | 06 |
| 1.5. Vitesse minimale et maximale de fluidisation | 07 |
| 1.5.1. Vitesse minimale de la fluidisation | 07 |
| 1.5.2. Vitesse maximale de la fluidisation | 08 |
| 1.6. Classification des poudres | 08 |
| 1.7. Régimes de fluidisation | 10 |
| 1.8. Application industrielle de fluidisation | 11 |
| 1.9. Avantages et inconvénients de fluidisation | 12 |

Chapitre II : Les phénomènes de transfert dans les lits fluidisés

| | |
|---|----|
| II.1. Transfert de chaleur dans les lits fluidisé | 14 |
| II.2. Les différentes modes de transfert de chaleur dans les lits fluidisé..... | 14 |
| II.2.1. Transfert interne..... | 14 |
| II.2.1.1. Convection gaz-particules..... | 14 |
| II.2.1.2. L'échange particules-particules | 16 |
| II.2.2. Transfert externe | 18 |
| II.2.2.1. La conduction..... | 18 |
| II.2.2.2. Le rayonnement | 20 |
| II.2.2.3. La convection..... | 20 |

Chapitre III : Charbons actifs

| | |
|--|----|
| III.1. Charbon actif | 22 |
| III.2. matériau d'origine de charbon actif | 23 |
| III.3. Différentes formes du charbon actif | 23 |
| III.3.1. Charbon actif en poudre (CAP) | 23 |
| III.3.2. Charbon actif granulé | 24 |
| III.4. Propriété du charbon actif | 25 |
| III.5. Principale voie de la fabrication de charbon actif..... | 25 |
| III.5.1. La carbonisation ou pyrolyse | 25 |
| III.5.2. Activation chimique | 25 |
| III.5.3. Activation physique..... | 25 |
| III.6. Structure poreuse du charbon actif | 27 |
| III.7. Caractérisations des charbons | 27 |
| III.7.1. Détermination de surface spécifique | 27 |
| III.7.2. Indice d'iode | 27 |
| III.7.3. Indice de bleu de méthylène | 27 |
| III.7.4. Microscopie Electronique à Balayage (MEB) | 28 |
| III.7.5. Analyse IRTF | 29 |
| III.8. Utilisation du charbon actif..... | 29 |

Chapitre IV : Etude expérimentale

| | |
|---|----|
| IV.1. Présentation d'installation de fluidisation | 30 |
| IV.2. Mise en service du circuit de vapeur | 31 |
| IV.3. Etude préliminaire de la fluidisation | 31 |
| IV.3.1. Effet de la granulométrie | 32 |
| IV.3.2. Effet de la quantité de solide | 32 |
| IV.4. Préparation de matériaux | 33 |
| IV.5. Activation de matériau..... | 33 |
| IV.5.1. Activation avec l'air | 34 |
| IV.5.1.1. Effet de la vitesse de fluidisation | 34 |
| IV.5.1.2. Effet de temps de séjour | 34 |
| IV.5.2. Activation avec la vapeur d'eau | 35 |
| IV.5.2.1. Effet de la vitesse de fluidisation | 35 |
| IV.5.2.2. Effet de temps de séjour | 36 |

| | |
|--|----|
| ..IV.5.3. Activation avec mélange d'air et vapeur d'eau..... | 36 |
| IV.6.Méthode de caractérisation..... | 37 |
| ..IV.6.1.Indice d'iode | 37 |
| ..IV.6.2.Indice de Bleu de Méthylène..... | 39 |

Chapitre IV : Résultats et discussions

| | |
|---|----|
| V.1.Etude préliminaire de la fluidisation | 40 |
| V.1.1.Effet de la granulométrie | 40 |
| V.1.2.Effet de la quantité de solide | 42 |
| V.1.3.Comparaison des différents résultats..... | 44 |
| V.2. Caractérisation de charbon actif | 46 |
| V.2.1.Activation avec l'air | 46 |
| V.2.1.1. Effet de la vitesse de fluidisation | 46 |
| V.2.1.2. Effet de temps de séjour | 48 |
| V.2.2.Activation avec la vapeur d'eau | 50 |
| V.2.2.1. Effet de la vitesse de fluidisation | 50 |
| V.2.2.2. Effet de temps de séjour | 52 |
| V.4.3. Activation avec mélange d'air et vapeur d'eau..... | 54 |
| Conclusion générale | 58 |
| Références bibliographiques | 60 |
| Annexe | 63 |

LISTE DES TABLEAUX

| | |
|--|----|
| Tableau III.1: Avantages et inconvénients d'un charbon actif en poudre..... | 23 |
| Tableau III.2 : Avantages et les inconvénients de charbon actif granulé..... | 24 |
| Tableau III.3 : Tailles des pores et surface spécifique des charbons actifs..... | 27 |
| Tableau V.1 : vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation (noyaux d'olive) pour les différentes tranches granulométriques..... | 42 |
| Tableau V.2 : vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation (noyaux de datte) pour les différentes tranches granulométriques..... | 42 |
| Tableau V.3 : vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation (noyaux d'olive) pour les différentes hauteurs de lit..... | 43 |
| Tableau V.4 : vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation (noyaux de datte) pour les différentes hauteurs de lit..... | 44 |
| Tableau V. 5 : comparaison de la vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation pour les différentes tranches granulométrique..... | 44 |
| Tableau V. 6 : comparaison de la vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation pour les différentes tranches granulométrique..... | 45 |
| Tableau V.7: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour différents vitesse de fluidisation (noyaux d'olive)..... | 47 |
| Tableau V.8: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour différents vitesse de fluidisation (noyaux de datte)..... | 47 |
| Tableau V.9: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par l'air pour différents vitesse de fluidisation (noyaux d'olive)..... | 49 |
| Tableau V.10: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par l'air pour différents vitesse de fluidisation (noyaux de datte)..... | 49 |
| Tableau V.11: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour différents vitesse de fluidisation (noyaux d'olive) | 51 |
| Tableau V.12: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour | |

| | |
|--|----|
| différents vitesse de fluidisation (noyaux de datte)..... | 51 |
| Tableau V.13: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour différents temps de séjour (noyaux d'olive)..... | 55 |
| Tableau V.14: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour différents temps de séjour (noyaux de datte)..... | 55 |
| Tableau IV.15: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par l'air pour différents températures (noyaux d'olive)..... | 56 |
| Tableau IV.16: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par l'air pour différents températures (noyaux de datte)..... | 56 |
| Tableau V.17 : Effet de la granulométrie sur la perte de charge noyaux d'olive..... | 63 |
| Tableau V.18: Effet de la hauteur de lit sur la perte de charge noyaux d'olive..... | 63 |
| Tableau V.19: Effet de la granulométrie sur la perte de charge noyaux de datte..... | 64 |
| Tableau V .20 : Effet de la hauteur de lit sur la perte de charge noyaux de datte..... | 64 |
| Tableau V.21 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux d'olive activée avec l'air pour différents vitesse de fluidisation..... | 65 |
| Tableau V.22 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec l'air pour différents vitesse de fluidisation..... | 65 |
| Tableau V.23 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec l'air pour différents temps de séjour..... | 65 |
| Tableau V.24 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux de datte activée avec l'air pour différents temps de séjour | 66 |
| Tableau V.25 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec l'air pour différents vitesse de fluidisation..... | 66 |
| Tableau V.26 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec l'air pour différents vitesse de fluidisation | 66 |
| Tableau V.27 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec l'air pour différents temps de séjour | 67 |

| | |
|---|----|
| Tableau V.28 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec l'air pour différents temps de séjour..... | 67 |
| Tableau V.29 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux d'olive activée avec vapeur d'eau pour différents vitesse de fluidisation | 67 |
| Tableau V.30 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec la vapeur d'eau pour différents vitesse de fluidisation | 68 |
| Tableau V.31 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux d'olive activée avec la vapeur d'eau pour différents temps de séjour | 68 |
| Tableau V.32 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec la vapeur d'eau pour différents temps de séjour..... | 68 |
| Tableau V.33 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec la vapeur d'eau pour différents | 69 |
| Tableau V.34 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux de datte activée avec la vapeur d'eau pour différents temps de séjour | 69 |
| Tableau V.35 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec la vapeur d'eau pour différents temps de séjour | 69 |
| Tableau V.36 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux de datte activée avec la vapeur d'eau pour différents temps de séjour..... | 70 |
| Tableau V.37 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de d'olive activée avec un mélange d'air et vapeur d'eau 50% pour différents température et temps de séjour | 05 |
| Tableau V.38 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec un mélange d'air et vapeur d'eau 50% pour différents température et temps de séjour..... | 71 |
| Tableau V.39 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec un mélange d'air et vapeur d'eau 50% pour différents température et temps de séjour..... | 72 |
| Tableau V.40 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux de date activée avec un mélange d'air et vapeur d'eau 50% pour différents température..... | 73 |

LISTE DES FIGURES

| | |
|--|----|
| Figure I.1 : Différents modes de contact entre phase solide et phase gazeuse dans les réacteurs solide-gaz..... | 3 |
| Figure I.2 : Description du phénomène de fluidisation..... | 6 |
| Figure I.3 : Perte de charge à travers le lit fluidisé..... | 7 |
| Figure I.4 : Classification des poudres de Geldart..... | 9 |
| Figure II.1 : modèle de contact d'émulsion de Mickley et de Fairbanks..... | 19 |
| Figure III.1 : Structure du charbon actif vu sous un microscope électronique..... | 22 |
| Figure III.2 : Modèle schématique de la structure d'un charbon actif..... | 25 |
| Figure III.3 : Principe de fabrication des charbons actifs..... | 26 |
| Figure III.4 : Représentation schématique d'un microscope électronique à balayage..... | 28 |
| Figure IV.1 : Schéma générale de système de fluidisation | 30 |
| Figure IV. 2 : réparation des solides à la fluidisation..... | 32 |
| Figure IV.3 : préparation des solides à l'activation..... | 33 |
| Figure IV.4 : schéma générale d'activation par l'air..... | 34 |
| Figure IV.5 : Schéma générale de système de fluidisation par la vapeur d'eau | 35 |
| Figure IV.6 : Schéma générale de système de fluidisation par l'air et la vapeur d'eau..... | 37 |
| Figure IV.7 : Structure du bleu de méthylène | 39 |
| Figures V.1 : effet de la granulométrie sur la perte de charge (noyaux d'olive)..... | 40 |
| Figures V.2 : Effet de la granulométrie sur la perte de charge (noyaux de datte)..... | 40 |
| Figures V.3 : Effet de la hauteur de lit sur la perte de charge (noyaux d'olive)..... | 42 |
| Figures V.4 : Effet de la hauteur de lit sur la perte de charge (noyaux de datte)..... | 43 |
| Figure V.5 : Indice d'iode de charbon actif avec l'air pour différents vitesses de fluidisation... | 46 |

| | |
|---|----|
| Figure V.6 : Indice de bleu de méthylène de charbon actif avec l'air pour différents vitesses de fluidisation..... | 47 |
| Figures. V.7 : variation de l'indice de bleu de méthylène de charbon actif avec l'air pour différents temps de séjour..... | 48 |
| Figures. V.8 : variation de l'indice de bleu de méthylène de charbon actif avec l'air pour différents temps de séjour..... | 48 |
| Figure V.9 : Indice d'iode de charbon actif avec vapeur d'eau pour différents vitesses de fluidisation | 50 |
| Figure V.10 : Indice de bleu de méthylène de charbon actif avec vapeur d'eau pour différents vitesses de fluidisation..... | 50 |
| Figures. V.11 : variation de l'indice d'iode avec le temps de séjour..... | 52 |
| Figures. V.12 : variation de bleu de méthylène avec le temps de séjour..... | 52 |
| Figure V.13 : valeurs de l'indice d'iode pour les noyaux d'olive activée avec différentes températures | 54 |
| Figure V.14 : valeurs de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec différentes températures | 54 |
| Figure V.15 : valeurs de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec différentes températures..... | 55 |
| Figure V.16 : valeurs de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux de datte activée avec différentes températures..... | 58 |

INTRODUCTION
GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

De nombreuses industries (textile, papeterie, plastique, agroalimentaire...) sont de gros consommateurs d'eau et utilisent des colorants organiques (solubles ou pigmentaires) pour colorer leurs produits. Ces colorants synthétiques sont à la fois toxiques et responsables de la coloration des eaux. En effet, il est connu que certains colorants se fixent plus ou moins efficacement malgré l'emploi d'agents fixant. Il en résulte alors des eaux de rejets colorées qu'il est nécessaire de traiter avant leur rejet. Les réglementations en matière de rejet d'eaux usées sont également de plus en plus sévères et obligent les industriels à traiter leurs effluents. En outre, la majorité des colorants synthétiques ne sont pas biodégradables et peuvent constituer des facteurs de risques pour notre santé et de nuisances pour notre environnement. En particulier, les problèmes de coloration ont un impact psychologique important sur la population. En effet, un effluent coloré est perçu par l'opinion publique comme polluant et dangereux, alors que cette couleur, n'est généralement pas toxique, dans la limite de la norme autorisée. Il est donc primordial de limiter le plus possible la pollution en mettant en place une filière de traitement adaptée intégrant une unité de décoloration.

Parmi mes procédés de dépollution, l'adsorption est le procédé le plus répandu dans la dépollution des eaux, et il est largement reconnu que l'adsorption de polluants sur charbon actif commercial (CAC) est devenue une méthode analytique de choix, très efficace et simple dans son utilisation. Le principe du traitement par adsorption est de piéger les colorants par un matériau solide appelé adsorbant. Il existe, dans la littérature, d'autres matériaux solides comme les argiles, les zéolites, l'alumine activée, la tourbe, les biomasses, les résidus agricoles, sous-produits industriels et les déchets alimentaires valorisés, sans générer de polluants est un grand défi et est « recommandé » pour un développement industriel durable afin de préserver l'environnement, pouvant être utilisés dans des procédés de décoloration des eaux.

Les charbons actifs sont les adsorbants poreux, produits à partir de divers précurseurs carbonés, qui sont largement répandus dans les procédés de décoloration des eaux. La recherche sur la préparation des charbons actifs des précurseurs à prix réduit a augmenté récemment, en raison de la nécessité de satisfaire la demande croissante des charbons actifs, particulièrement dans l'industrie de traitement d'eaux résiduaires, et de récupérer la valeur économique. Les noyaux d'olive et de datte représentent un matériau de source intéressant pour les charbons actifs en raison de leur contenu élevé de carbone. Différents types de réacteurs sont employés pour l'activation. La fluidisation peut être un des processus pour rapporter un produit uniformément traité dû à la chaleur efficace et transfert de masse qui réduit au minimum des variations de la température et assure une bonne activation comparée à celle physique par le CO₂ ou de la vapeur d'eau. C'est une méthode d'activation facilement est commandé que l'activation chimique due à la nature endothermique des

INTRODUCTION GENERALE

processus réactionnels. Ainsi c'est plus facile pour commander le développement de porosité en changeant les conditions expérimentales.

L'objectif de ce travail est d'étudier la possibilité de préparation de charbon actif acceptable à partir de déchets agroalimentaires (noyaux d'olive et de datte) par activation physique avec la vapeur d'eau dans un réacteur à lit fluidisé. Les effets de diverses variables étaient étudiés

Ce rapport est constitué de trois parties :

Le premier chapitre est consacré aux connaissances générales sur le phénomène de fluidisation: matériaux poreux, porosité, perte de charge, vitesse de fluidisation, ainsi que la classification des particules solides.

Le deuxième chapitre traite l'étude des phénomènes de transferts dans les lits fluidisés. Une grande partie de ce chapitre sera consacrée à l'étude globale des transferts de chaleur. La deuxième partie de ce chapitre sera consacrée au transfert de masse.

Dans le troisième chapitre, nous présentons les charbons actifs, leurs compositions, différentes formes, principales méthodes de fabrication et leurs caractérisations

Le quatrième chapitre décrit l'étude expérimentale réalisée au laboratoire de Université Abdelhamid Ibn Badis. Nous présentons l'étude préliminaire de fluidisation à froid réalisée pour le choix de la géométrie ainsi que certains paramètres de la fluidisation à chaud. Nous présentons aussi l'étude de la fluidisation à chaud dont nous étudierons l'effet des paramètres suivants:

- *temps de séjour,
- *la vitesse minimale de fluidisation et
- *l'effet de la vapeur d'eau sur l'activation

CHAPITRE I

I.1. Mode de contact entre les particules solides et le fluide:

Pour un empilement de particules donné, l'état de la suspension change en fonction du débit ou de la vitesse du gaz traversant les particules solides. Les trois grands types de lit de particules sont les lits fixes, fluidisés et transports. Il existe d'autres modes de contact solide - fluide parmi lesquels :

- Le lit mobile : il est également constitué d'un empilement de particules mais dans ce cas le lit est animé d'un mouvement de translation de haut en bas sous l'effet des forces de gravité. Le lit peut également être entraîné horizontalement. Le lit vibre : il s'agit également d'un lit à empilement de particules mais il est soumis à une excitation extérieure (vibrations) dans le but d'améliorer la fluidisation lorsque celle-ci est rendue difficile par l'utilisation de particules soit trop grosses soit trop fines.
- Le lit rotatif : un lit de particules est déposé à l'intérieur d'un cylindre incliné de quelques degrés par rapport à l'horizontale et tournant sur lui même. Un courant gazeux parcourt le cylindre tout en étant en contact avec le lit de particules.
- Le cyclone: cet appareil permet normalement de séparer les fines particules solides contenues dans une phase gazeuse. Il peut cependant être utilisé en tant que réacteur pour des réactions nécessitant de fortes températures.

Les différents dispositifs qui représentent les modes de contacts gaz solide: [1]

- Les lits à empilements de solide : fixe, mobile, brasse, vibre.
- Les lits fluidisés et suspendus : lit fluidisé, lit soufflé, lit tombant.
- Les lits transportent : transport pneumatique et cyclone.

Les différents modes de contact des phases solide et gazeuse dans les réacteurs et récepteurs solide gaz sont représentés par la **figure 1**

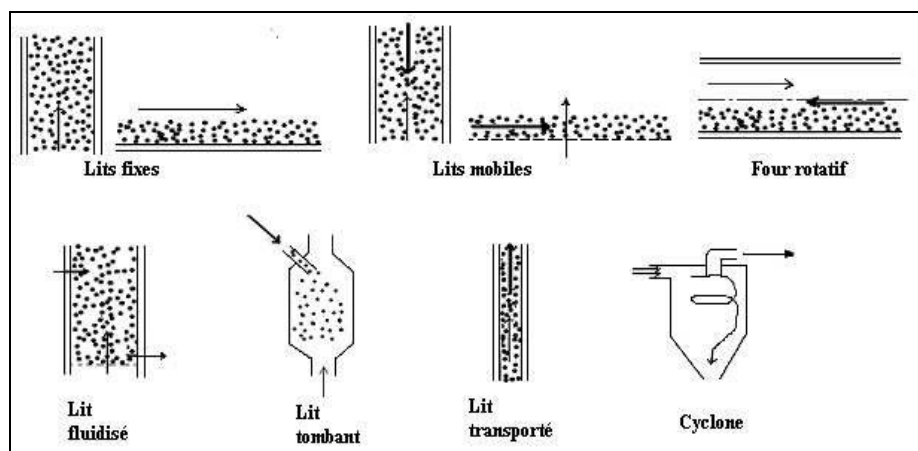


Figure I.1 : Différents modes de contact entre phases solide et gazeuse dans les réacteurs [2]

Chapitre I : Caractéristiques dynamiques des lits fluidisés

Dans le domaine du raffinage et de la pétrochimie, de nombreux procédés mettent en jeu une réaction entre deux phases fluides en présence d'un catalyseur solide. Il existe différents types de réacteurs polyphasiques: les réacteurs à lit fluidisé, à suspension et à lit fixe. Notre étude porte sur les réacteurs à lit fixe et les réacteurs à lit fluidisé, qui ont pour points forts une fraction volumique de solide (et donc de catalyseur) élevée et un faible mélange axial. [3]

I.2. Phénomène de fluidisation :

La technique de fluidisation consiste à mettre en circulation un fluide à travers une couche de particules solides, avec une vitesse suffisante pour mettre en suspension chaque grain. L'expérience montre que la fluidisation par des gaz conduit à la formation de bulles dans le lit de particules; celui-ci apparaît comme un liquide en ébullition. Un lit fluidisé offre une grande surface d'échange entre le gaz et le solide, une grande intensité des transferts thermiques entre le gaz et les particules, et entre le lit fluidisé et la paroi du réacteur, ce qui conduit à une excellente homogénéité des températures dans la couche et facilite le contrôle de cette température par apport ou retrait de chaleur. De plus, les vitesses de transfert de matière entre le gaz et les solides sont élevées. Le comportement des solides en état fluidisé offre la possibilité d'effectuer des opérations en mode continu et de recycler des poudres ou des gaz; ces caractéristiques constituent des avantages importants pour les applications industrielles. [4]

Une particule (de diamètre d_p et de masse volumique ρ_p) mise en suspension dans un fluide (de masse volumique ρ_L et de viscosité dynamique μ_L) par un flux ascendant, est soumise à l'action de trois forces : le poids (**Equation I.1**), la force de portance (ou force d'Archimède, (**Equation I.2**) et la force de traînée (ou force de pression, (**Equation I.3**). Les deux premières sont indépendantes de la vitesse d'écoulement, tandis que la dernière est toujours dirigée en sens opposé à la vitesse. [5]

$$\text{poids} = \frac{\pi}{6} d_p^3 \cdot \rho_p \cdot g \dots \dots \dots \text{I.1}$$

$$\text{force d'Archimède} = \frac{\pi}{6} d_p^3 \cdot \rho_L \cdot g \dots \dots \dots \text{I.2}$$

$$\text{force de traînée} = \frac{24}{Re_p} \left(\frac{\pi \cdot d_p^3}{4} \right) \cdot \frac{1}{2} \cdot \rho_L \cdot U^2 \dots \dots \dots \text{I.3}$$

Avec $Re_p = \frac{\rho_L \cdot U \cdot d_p}{\mu_L}$ nombre de Reynolds particulaire.

A l'équilibre, le total des forces d'interaction exercées sur la particule par le fluide environnant doit contrebalancer son poids relatif. [6]

I.3. Description de phénomène de fluidisation :

La fluidisation consiste à mettre en suspension un matériau granulaire par un courant de fluide. Les particules forment un lit plus ou moins dense selon la vitesse d'écoulement du fluide. Elles sont en mouvement les unes par rapport aux autres, si bien que leur surface est constamment en contact avec de nouvelles molécules de gaz ou de liquide, d'où l'intérêt d'un tel procédé dans les réactions solide-fluide ou les réactions en présence de catalyseur solide. Lorsqu'un débit de fluide est appliqué au travers de l'empilement de particules, ce dernier se comporte comme un milieu poreux. [7].

On peut expliquer ce phénomène ou processus de la façon suivante :

En partant d'une couche de solides au repos (lit fixe), le passage d'un courant ascendant de gaz à travers cette couche produit une perte de charge due aux frottements du fluide sur la surface des particules, aux frottements du fluide sur lui-même et sur les parois de l'enceinte. A faible vitesse du courant, le lit reste fixe, on a une simple percolation (figure. 2a).

Lorsque la vitesse augmente, les forces de viscosité augmentent également. Elles deviennent suffisantes pour équilibrer le poids des particules qui bougent légèrement et se mettent en suspension: la vitesse minimale de fluidisation U_{mf} est atteinte. Les particules solides s'éloignent légèrement les unes des autres, la section de passage du fluide augmente, et la vitesse diminue, ainsi que les frottements. La suspension reste homogène et aucune bulle n'apparaît dans ces conditions; les particules se comportent globalement comme un fluide, d'où le terme "lit fluidise" (figure. 2b).

En augmentant encore la vitesse du gaz, le lit subit une expansion uniforme jusqu'à ce que la vitesse atteigne la vitesse minimale de bullage U_{bg} , correspondant à la formation de bulles au sein du lit fluidise. La taille et le nombre des bulles croissent avec la vitesse du gaz et avec la hauteur du lit (figure. 2c). Lorsque leur diamètre devient comparable au diamètre de la colonne, on observe un régime de fluidisation appelé "régime de pistonage" (figure. 2d). A des vitesses de fluidisation élevées, les particules sont entraînées par le gaz et s'échappent de la colonne. On appelle ce régime le "lit transporte" (figure. 2e). [2]

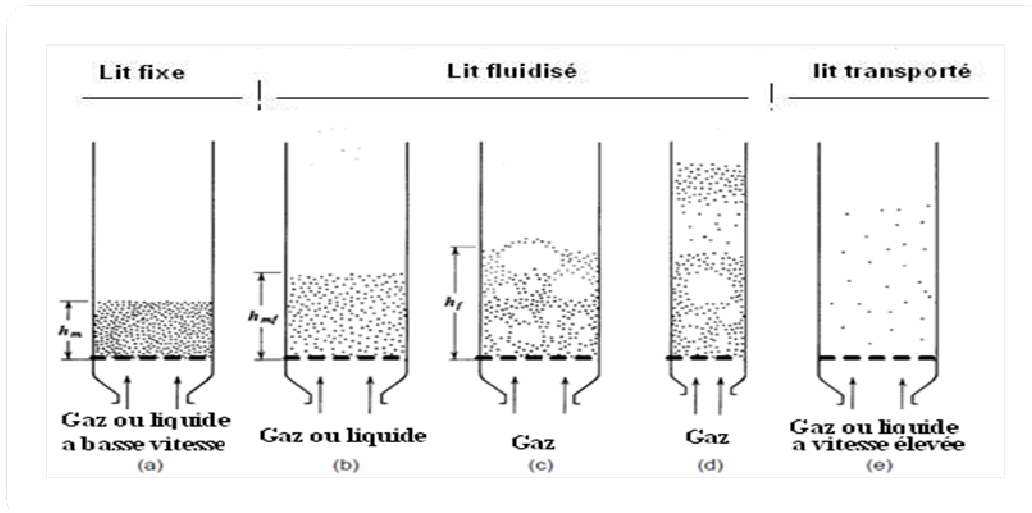


Figure I.2 : Description du phénomène de fluidisation. [8]

I.4. Perte de charge à travers la couche de fluidisée:

D’abord, nous considérons le comportement d'un lit des particules quand la vitesse du liquide superficielle ascendante est graduellement augmentée de zéro passé le point de fluidification, et du bas arrière à zéro. Au début, quand il y a débit nul, la chute de pression zéro, et le lit a une certaine taille. [9]

À des basses vitesses de gaz, la chute de pression par le lit peut être décrite par **équation I.4** d'Ergun. Cependant, à mesure que le débit augmente un point est atteint où la chute de pression devient constante et ne change pas avec le débit de gaz. Ceci est défini comme point de fluidisation. Visuellement, le lit n'apparaît pas comme un lit fixe mais il y a un mouvement aléatoire des particules dans le lit. [10]

Des accroissements plus ultérieurs du débit de gaz ont comme conséquence le mélange violent dans le lit et le formation du grand bouillonne de gaz passant par le lit. Lors de diminuer le débit de gaz, la chute de pression contre le débit de gaz ne suit pas exactement la courbe précédente. Il y a un effet significatif de hystérésis dû aux forces de friction dans le lit emballé initial. [10]

L'équation I.4 est limitée aux nombres de Reynolds en-dessous de 10

$$\frac{\Delta P}{L} \cdot g = \frac{1-s \cdot \rho_g \cdot U^2}{s^3 \cdot d} \left[\frac{150 - (1-s)}{Re_{sp}} + 150 \right] \dots\dots\dots I.4$$

Pour les nombres de Reynold plus haut, des corrélations empiriques ont été développées. L'équation pour la chute de pression devient [11]

Chapitre I : Caractéristiques dynamiques des lits fluidisés

$$\frac{\Delta P}{L} = C \cdot \rho_f \cdot U^2 \dots \dots \dots \text{I.5}$$

C : Constante pour chaque taille spécifique de remplissage.

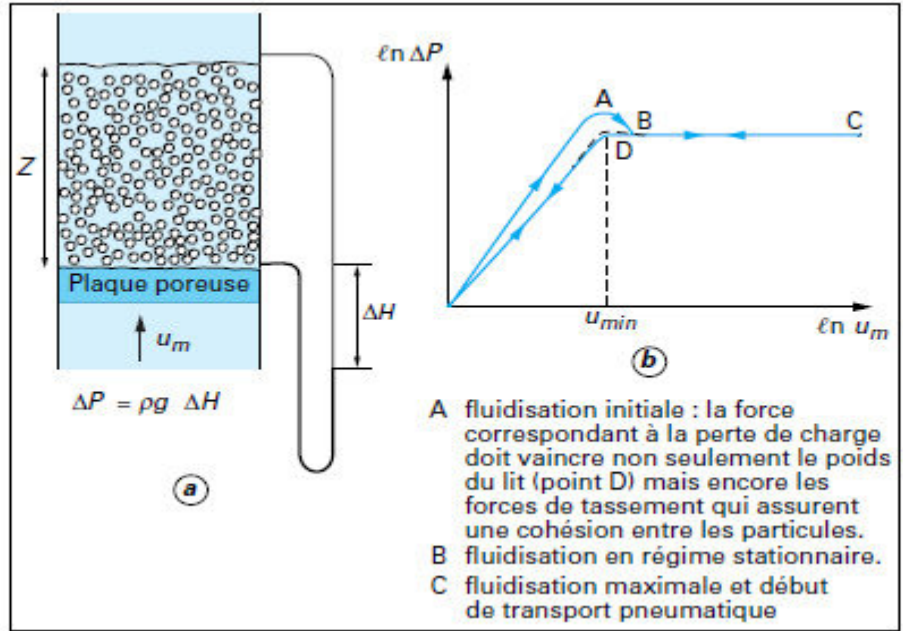


Figure I.3 : Perte de charge à travers un lit fluidisé. [12]

I.5. Vitesses minimale et maximale de fluidisation :

I.5.1. Vitesse minimale de la fluidisation :

La fluidification sera considérée lorsque la vitesse de gaz à laquelle le poids de la force de gravité de solides exercée sur les particules est égal à la force de traînée, les particules du gaz se levent. La vitesse minimale de fluidisation U_{mf} peut être calculée par l'équation I.6 [8]

$$U_{mf} = \frac{1}{c} \cdot \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)} \cdot \frac{g \cdot d_p^2 \cdot (\rho_s - \rho_f)}{\mu} \dots \dots \dots \text{I.6}$$

ϵ : Porosité du lit (valeur comprise entre 0 et 1).

Cette relation montre que la vitesse et donc le débit minimal de fluidisation sont fonction du diamètre des particules et de leur masse volumique, mais pas de la masse du lit à condition de ne pas dépasser une hauteur de lit inférieure au double du diamètre du réacteur, soit 50 mm. La détermination expérimentale de la vitesse minimale de fluidisation se fait en mesurant la perte de charge due au lit en fonction du débit du gaz de fluidisation, comme montré sur la figure 3. [13]

I.5.2. Vitesse maximale de la fluidisation

La vitesse limite du gaz à partir de laquelle le solide est entièrement entraîné dans le courant gazeux est approximativement égale à la vitesse de chute libre, U_t , pour des particules sphériques de diamètre moyen d_p . Cette vitesse peut être exprimée à partir de la relation suivante: [3]

$$U_t = \left[\frac{4g d_p (\rho_p - \rho_g)}{3\rho_g C_d} \right]^{-1/2} \dots\dots\dots I.7$$

Avec C_d coefficient de trainée

Cette relation peut encore se mettre sous la forme adimensionnelle suivante :

$$C_d Re_p^2 = \frac{4}{3} Ga \dots\dots\dots I.8$$

Où Ga est le nombre de Galilée de la particule tel que :

$$Ga = \frac{d_p^3 \rho_g (\rho_p - \rho_g) g}{\mu_g} \dots\dots\dots I.9$$

C_d peut être déterminé à partir des relations suivantes :

Pour $Re_p < 0.4$: $C_d = \frac{24}{Re_p} \dots\dots\dots I.10$

Pour $0.4 < Re_p < 500$: $C_d = \frac{10}{\sqrt{Re_p}} \dots\dots\dots I.11$

I.6. Classification des poudres :

Le comportement hydrodynamique des matériaux dépend de plusieurs facteurs, entre autres, la nature et la taille des particules. Plusieurs classifications ont été citées dans la littérature. Les plus pertinentes sont celle de *Baeyens* et *Geldart*, *Sexana* et *Ganzha*. [14]

Le scientifique britannique *Derek Geldart* a développé une classification qui relie le comportement général de lit fluidisé à la dimension de particulaire et à la différence entre la densité de la particule et du gaz. Classifie les particules dans quatre groupes, marqués C, A, B, et D (par ordre de dimension particulaire croissante). [1]

Particules du groupe C : rassemble les poudres très fines $d_p < 30.10^{-6} \text{ m}$, et très cohésives dont les meilleurs exemples sont la farine ou le talc. Ces poudres sont difficiles à fluidiser du fait de l'existence d'importantes forces interparticules, spécialement de type *Van der Waals*. Des phénomènes de renardage, de pistonage voire d'agglomération de la poudre se produisent dans ces lits. La frontière entre les groupes A et C n'est pas bien définie, elle dépend notamment de l'humidité du gaz et de la résistivité et de la permittivité relative des particules. [4]

Chapitre I : Caractéristiques dynamiques des lits fluidisés

Particules du groupe A : Les matériaux regroupés dans cette catégorie sont ceux composés de particules pour lesquelles U_{mf} et U_{bg} sont distinctes. Les particules sont de taille petite et de masse volumique faible et facile à fluidiser. Une expansion de la couche précède à l'apparition des bulles. Les particules appartenant à cette catégorie ont les caractéristiques suivantes : $20.10^{-6} < d_p < 100.10^{-6} \text{ m}$ [1]. Les forces d'inter particule des particules du groupe A ne pas être aussi grand que les forces de la gravité, et les lits de ces particules fluidisent bien. [15]

Particules de groupe B : regroupe des particules dont la taille moyenne est en général comprise entre $80.10^{-6} < d_p < 800.10^{-6} \text{ m}$ et la masse volumique entre 1500 et 4000 kg/m³. Le bullage apparaît dès la mise en fluidisation $U_{mf} = U_{bg}$ et les risques de renardage (passage préférentiel) sont faibles. La fluidisation est facile et la défluidisation est rapide. [1]

Particules du groupe D : Les particules fluidisent dans un état très hétérogène avec une tendance à former des couches à jet. Leur vitesse minimale de fluidisation est élevée. Cette catégorie rassemble les particules les plus grosses (gravier, céréales) $d_p > 600.10^{-6} \text{ m}$. [2]

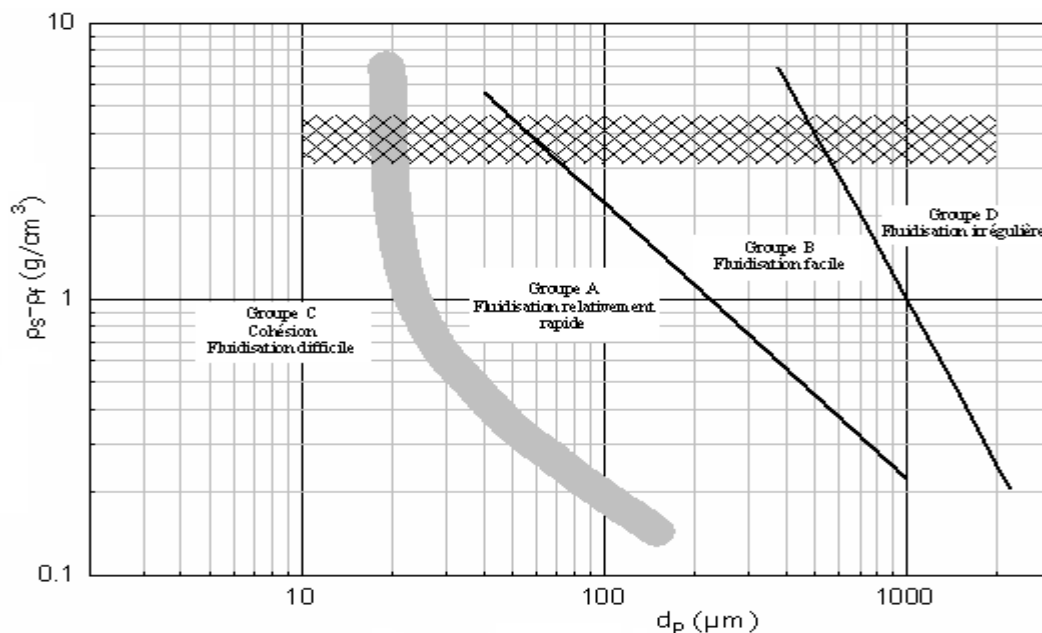


Figure I.4 : Classification des poudres de Geldart [1]

I.7. Régimes de fluidisation :

Les divers états de fluidisation dépendent de plusieurs paramètres, comme par exemple des propriétés du fluide utilisé (masse volumique, viscosité), des conditions d'injection (débit d'injection, uniformité de la vitesse) et de la phase solide (propriétés des particules, concentration). Les états de fluidisation susceptibles d'être rencontrés sont résumés ci-dessous. [16]

Lit fixe : Lorsque la vitesse du fluide est trop faible, les forces d'interaction fluide/particule ne sont pas suffisantes pour équilibrer le poids des particules, la suspension reste tassée au fond du réacteur : on parle alors de lit fixe. Cet état est bien entendu ne dépendant de la nature gazeuse ou liquide du fluide employé. Vitesse minimale de fluidisation

Régime particulaire : En augmentant progressivement le débit, le gradient de pression en résultant tend à compenser exactement le poids de la suspension. La vitesse minimum de fluidisation, U_{mf} , est atteinte à cet instant. La suspension quitte son état compact et on observe ensuite l'expansion du lit fluidisé. Au delà de ce seuil, l'état de fluidisation diffère selon le type de fluide utilisé et des caractéristiques des particules. [17]

Régime à bulles : Ce régime est atteint pour des vitesses de fluide supérieures ou égales à la vitesse minimale d'apparition des bulles U_{bg} . Il se caractérise par la formation de bulles près de la grille de fluidisation qui coalescent, grossissent puis atteignent la surface et éclatent. Le phénomène s'apparente à l'ébullition d'un liquide. On parle alors de lits hétérogènes (ou particuliers) en opposition aux lits homogènes (ou encore agrégatifs) dans lesquels il n'y a pas de zones pauvres ou dépourvues de particules. [18]

Régime à piston (ou à bouchon) : peut rapidement se substituer à la fluidisation bouillonnante lorsque la taille des bulles est du même ordre de grandeur que celle du lit. Ce phénomène est observé au-delà de la vitesse minimale de pistonage U_{bg} , pour les lits de petits diamètres. L'écoulement sous forme de bouchons fluidisés est accompagné par de fortes fluctuations de la perte de pression. [14]

Régime turbulent : avant d'atteindre le régime turbulent, le lit passe par un régime de transition pratiquement similaire au régime pleinement turbulent. Il se caractérise par une coalescence permanente des bulles conduisant à des passages préférentiels du fluide par des canaux à travers le lit. La surface du lit se distingue difficilement. [19]

Régime de fluidisation rapide : la surface du lit est indiscernable, les particules sont transportées hors du lit et elles y retombent finalement.

Régime pneumatique : Quand la vitesse terminale de chute des particules (U_t) est dépassée, le solide est entraîné par le courant gazeux. Pour empêcher la vidange du lit, les particules sont récupérées dans des dispositifs de séparation, un nouveau régime de fluidisation s'établit appelé lit transporté ou lit circulant, à partir duquel la pression différentielle diminue à cause d'une ségrégation forte dans le système. [4]

I.8. Application industrielle de fluidisation :

Des processus de fluidisation largement sont répandus dans le monde entier par un grand assortiment des industries et représenter une industrie de trillion de dollar [12]

L'utilisation commerciale du procédé de fluidisation commence vers les années 1920. Le premier brevet industriel déposé en 1910 décrit un réacteur à catalyseur fluidisé pour la transformation du gaz, puis en 1921 ce procédé est commercialisé pour la gazéification du charbon. Le champ d'application des lits fluidisés s'est élargi. Dans le secteur du génie chimique [10]

a. Lit fluidisé en tant que réacteur chimique [20]

- **les réactions catalytiques**: procédé de craquage catalytique (FCC) en lit transporté, procédé de production d'acrylonitrile, etc. ;
- **les réactions à solides consommables**: traitement de minerai de zinc, incinération des déchets, chaudières à lits fluidisés circulants, etc. ; [21]

b. Séchage des granulés d'origine diverses : Pour ce procédé, la fluidisation est le dispositif idéal (parfait mélange de la suspension, parfaite homogénéité en température)

c. Granulation et polymérisation : Les granulés grossissent au fur et à mesure de leur séjour dans le lit fluidisé. Vu la taille relativement grosse des particules (couramment de la classe D de Geldart), on utilise souvent une forme conique pour la partie inférieure du lit. Cette forme particulière a pour effet :

- d'éviter la formation des *zones mortes* (endroits où se formeraient un amas immobile de particules) et d'accélérer le mouvement des particules au voisinage des jets formés au niveau de la grille.
- de favoriser l'*arrosage* des plus petites particules qui, dans ces conditions, remontent à la surface où la vitesse de fluidisation est plus faible.

d. Traitements surfaciques et échanges de chaleur : Les lits fluidisés sont d'une qualité exceptionnelle en tant qu'échangeurs de chaleur. Les lits fluidisés bouillonnants sont utilisés

pour chauffer ou refroidir soit à l'aide d'un réseau de tubes échangeurs, soit en y plongeant directement des pièces métalliques.

1.9. avantages et inconvénients de fluidisation :

Cette technique de mise en contact de particules de faible diamètre avec un gaz présente de nombreuses propriétés avantageuses parmi lesquelles :

- Bon efficacité les recherches sur les chambres de combustion fonctionnant à lit fluidisé indique que l'efficacité peut se lever jusqu' à 45 % .[10]
- Une température homogène au sein du lit du fait d'un bon mélange des particules en régime fluidise, contrairement au lit fixe qui est soumis à un fort gradient de température.
- Un coefficient de transfert de chaleur solide/fluide très élève entre 200 et 600 $W/m^2.K$, qu'est nettement supérieure à celui des échangeurs fluide/fluide
- La phase solide du système peut être aisément renouvelée, même en fonctionnement.
- La vidange et le nettoyage du lit de particules se font très facilement. [2]
- l'énergie nécessaire est plus faible et elle est favorisée par l'écoulement du biogaz à contre courant du liquide. [7]
- le lit fluidisé peut fonctionner en mode opératoire discontinu (batch) ou continu (semi-batch ou ouvert). En effet, étant donné la facilité de prélèvement et d'ajout de particules solides dans le lit fluidisé pendant sa marche, la phase solide peut être au besoin renouvelée continuellement. [20]

Cette technique présente cependant quelques inconvénients, citons les deux principaux :

- la présence de bulles dans le lit tend à réduire l'efficacité du contact gaz-solide. Ce désavantage peut conduire, dans le cas de réactions chimiques hétérogènes, à une baisse de la conversion, par rapport à celles qui [22]
- pourraient être obtenues dans un lit fixe pour des conditions identiques. Une diminution progressive du diamètre des particules au cours de l'utilisation due a un frottement permanent entre elles. Les particules les plus fines peuvent alors quitter le lit, entraînées par le fluide et polluent l'aval du procès. [2]

La synthèse des connaissances générales sur le phénomène de fluidisation comme la vitesse et les régimes de fluidisation, l'expansion des couches de particules fluidisées, ainsi que la classification des particules solides, constituent des éléments de connaissance importants, qui nous permettent de mieux réaliser notre étude.

Chapitre I : Caractéristiques dynamiques des lits fluidisés

Le lit fluidisé est l'étape transitoire entre le lit fixe et le lit entraîne. La technique de fluidisation est utilisée dans plusieurs domaines. Dans la majeure partie des cas, le régime de Fluidisation dans les procédés à lit fluidisé, est le régime bouillonnant. Ce régime est atteint dès l'apparition des bulles dans le lit. Cependant, la zone de transition entre le régime bouillonnant et le régime turbulent est difficile à définir avec exactitude.

Les lits fluidisés s'avèrent aussi de bons mélangeurs, en raison de l'agitation des particules et leur brassage par les bulles de gaz. Ces derniers présentent de grandes surfaces spécifiques et donc des surfaces de transfert de chaleur très importantes.

CHAPITRE II

Chapitre II : Les phénomènes de transfert dans les lits fluidisés

Un des dispositifs remarquables dans le lit fluidisé est son taux très élevé de transfert de chaleur et de masse. En raison des solides étendus se mélangeant dans la fluidisation, la capacité de chaleur élevée et la conductivité thermique et la grande superficie des particules de solides permettent pour réchauffer le gaz rapidement pour atteindre un état d'équilibre. Le transfert de chaleur et de masse dans les lits de fluidisation dépend de la vitesse de gaz, le taux de circulation de solides, les propriétés de gaz-solide et la température, comme sur la géométrie et la taille des surfaces.[11]

Il cependant et jusqu'ici n'y a aucune théorie générale complète sur le transfert de la chaleur et de la masse des lits de fluidisation [27]. Les lits de fluidisation montrent une distribution uniforme de la température due au mélange vigoureux fourni par le mouvement aléatoire des bulles. Les taux élevés de transfert de la chaleur et de la masse sont possibles dans les lits de fluidisation et ces caractéristiques sont responsables pour leur usage dans le séchage, la congélation et la granulation. La chaleur peut être ajoutée au lit, de même la chaleur peut être enlevée. [23]

II.1. Transfert de chaleur dans les lits fluidisé :

Parmi les phénomènes de transfert de chaleur dans les milieux fluidisés, on distingue deux mécanismes:

- le transfert interne h_i : qui assure d'une part l'uniformisation des températures au sein du lit (sauf au voisinage du distributeur) et d'autre part l'homogénéisation des températures gaz-particules, la transmission de la chaleur au sein de la couche se fait par
 - la convection gaz-particules h_{gp}
 - les échanges particules-particules h_{pp}
- le transfert externe h_e : concernant les échanges de la couche avec le milieu extérieur (paroi du réacteur ou objets immergés). [24]

II.2. Les différentes modes de transfert de chaleur dans les lits fluidisés

II.2.1. Transfert interne :

II.2.1.1. Convection gaz-particules h_{gp} :

La convection : caractérise la propagation de la chaleur dans un fluide gaz ou liquide, dont les molécules sont en mouvement Imaginons un solide baignant dans un fluide en mouvement. Si le solide et le fluide ne sont pas à la même température, de la chaleur est échangée entre le solide et les particules fluides qui sont à son contact. Cet échange se fait par conduction. Mais la particule de fluide, dès qu'elle a échangé de la chaleur, se déplace et est remplacée, au contact du solide, par une

Chapitre II : Les phénomènes de transfert dans les lits fluidisés

autre particule. Par ailleurs, la particule fluide initiale rencontre, au cours de son déplacement, d'autres particules fluides avec lesquelles elle échange de la chaleur par conduction.

Le mécanisme élémentaire de transfert de chaleur est la conduction thermique mais le phénomène global, qui est la convection thermique, résulte de la combinaison de cette conduction avec les mouvements du fluide qui obéissent à des lois spécifiques. [25]

Le transfert interne gaz-particule se localise surtout dans les premiers centimètres de la couche fluidisée, zone au-dessus de laquelle le gradient de température devient négligeable, le transfert thermique à partir des particules fluidisées au milieu environnant dépend principalement de l'écoulement autour des différentes particules. [26]

Le flux de chaleur transmis par convection entre une particule de forme sphérique, de diamètre d_p et le gaz autour d'elle s'exprime de la façon suivante : [2]

$$\dot{Q} = h_{gp} a \cdot V \cdot (T_L - T_g) \dots \dots \dots \text{II.1}$$

Les coefficients de transfert thermique pourraient être faits par **l'équation II.2**

$$Nu = \frac{h_{gp} d_p}{\lambda_g} \dots \dots \dots \text{II.2}$$

Des nombreuses corrélations sont proposées à base expérimentale pour estimer le coefficient de transfert de chaleur permis elle

$$Nu = 1.92 \cdot 10^5 (Re F_g)^{2.0} (Pr)^{0.67} (D_p/D_g)^{0.5} (\rho_f/\rho_g)^2 (\mu/\mu_g)^{0.83} \dots \dots \text{II.3}$$

F_g : Est le facteur de corrélation de vitesse.

$$U'_p = U \frac{1}{1 - (1 - \varepsilon)^{0.66}} \cdot \pi^{0.33} \cdot 0.75^{0.66} \dots \dots \dots \text{II.4}$$

$$U'_p = F_g \cdot U \dots \dots \dots \text{II.5}$$

Le facteur de corrélation de vitesse F_g , a été présenté à expliquer les variations de la porosité.

L'information traitant le transfert de la chaleur à partir des particules pleines dans l'état fluidisé à un gaz ou un liquide coulant change considérablement, la corrélation pour les coefficients de transfert thermique ne pas être très commun. L'absence de progrès peut être en raison des difficultés expérimentales rencontrées dans l'évaluation de la différence appropriée de la température et la surface de transfert lié à de tels systèmes fluidisés. [26]

En outre le transfert thermique dans le système fluidisé est compliqué par l'existence de la générateur des bulles quel produit un modèle non-idéal d'écoulement dans le lit. Ces conditions non-idéales provoquent l'introduction des facteurs d'efficacité au conventionnel à l'équations de transfert thermique pour le lit fluidisé. [24]

Chapitre II : Les phénomènes de transfert dans les lits fluidisés

Dans une étude récente ont fait état des différents résultats expérimentaux obtenus. En utilisant les données de diverses sources, obtient pour la coefficient h_i . La relation suivante

$$Nu = 0.016 \left(\frac{d_p C_g}{\mu} \right)^{1/3} \left(\frac{C_{pg} \mu}{\gamma_g} \right)^{0.68} \dots\dots\dots \text{II.6}$$

D'autres formules générales ont également été proposées par GELPERIN et coll. Avec $\frac{Re_p}{\varepsilon} > 200$

$$Nu = 0.4 \left(\frac{Re_p}{\varepsilon} \right)^{2/3} Pr^{1/3} \dots\dots\dots \text{II.7}$$

Ces formules générales ne rendent pas compte de tous les résultats expérimentaux et dans certains cas l'erreur est considérable. Aucune corrélation universelle ne peut satisfaire à l'ensemble des résultats expérimentaux.

Par ailleurs, différents auteurs ont proposé une approche théorique du transfert interne. Les formules établies sont dans la plupart des cas d'un emploi difficile. Le défaut de formules universelles rendant compte de l'ensemble des résultats expérimentaux ainsi que la grande diversité des corrélations empiriques[34]. Ainsi chaque relation n'est-elle valable que pour un cas particulier. On notera par ailleurs que les valeurs du coefficient h_i sont élevées, comprises entre 200 et 600 $w/m^2 \cdot ^\circ C$, de même que les surfaces d'échanges gaz-particules mises en jeu. [4] Le coefficient h_i n'est donc pas un facteur limitant du transfert comparativement au coefficient de transfert externe h_e . [27]

II.2.1.2. L'échange particules-particules h_{pp} :

Un modèle de transfert thermique de particule-à-particule dans l'armature de l'approche d'Eulérien-Eulérien a été établi en combinant la fréquence stochastique de collision et la conduction directe dues à la déformation élastique pendant l'impact. Le modèle a indiqué que le coefficient d'échange thermique de particule-à-particule dépend étroit de l'hydrodynamique et la propriété des classes de particules dans un lit fluidisé gaz-solide.

Selon la dynamique de molécule dense et théorie cinétique pour des écoulements granulaires, la fréquence de collision (collisions par volume unitaire et temps) pour deux classes de particules avec le rayon $R_{p,i}$ et $R_{p,j}$ et avec le nombre concentration $n_{p,i}$, $n_{p,j}$, (particules par volume unitaire) est l'élasticité près

$$N_{i,j} = n_{p,i} n_{p,j} (R_{p,i} + R_{p,j})^2 \sqrt{8\pi(\theta_i + \theta_j)} \dots\dots\dots \text{II.8}$$

Le transfert thermique se heurtant de particule-à-particule pendant une collision simple peut être calculé selon deux genres de modèles : dominé par l'une ou l'autre conduction par l'objectif de gaz

Chapitre II : Les phénomènes de transfert dans les lits fluidisés

ou conduction directe due à la déformation élastique pendant l'impact Le transfert thermique se heurtant de particule-à-particule est estimé, selon l'analyse de conduction de la chaleur pour la particule d'empiétement par Sun et Chen (1988). Leur théorie est basée sur l'analyse de la déformation élastique des sphères pendant qu'ils entrent en contact. Selon ces auteurs, les sphères savoir les index i et j , et on définit le rayon moyen, R , la masse moyenne, m , et le module élastique moyen, G , est : [28]

$$R = \frac{R_{p,i}R_{p,j}}{R_{p,i}+R_{p,j}} \quad m = \frac{m_{p,i}m_{p,j}}{m_{p,i}+m_{p,j}} \quad E = \frac{E^2/3}{(1-\nu_i^2)G_i+(1-\nu_j^2)G_j} \dots\dots\dots \text{II.9}$$

Là où est $R_{p,i}$ le rayon de particules, $m_{p,i}$ est la masse de particules, ν_i, G_i sont les rapports de Poisson et le module de Young des matériaux respectifs. Pour petit numérote de Fourier pour les deux sphères, basé tout le temps de contact et sur le surface de contact, le problème peut être rapproché par deux plats infinis entrants en contact, avec l'échange thermique Q donné par :

$$Q = \frac{5,36(m/E)^{2/3}(RV)^{7/10}}{(\rho_1 c_{p,i} \nu_i)^{-0,5}(\rho_1 c_{p,j} \nu_j)^{-0,5}} (T_{p,i} - T_{p,j}) \dots\dots\dots \text{II.10}$$

Combinant la fréquence stochastique de collision (Equation II.8) et conduction directe due à la déformation élastique pendant un impact simple (Equation II.10), le transfert thermique de particule-à-particule peut être obtenu et montré dans Equation II.11

$$Q_{pp} = n_{p,i}n_{p,j}(R_{p,i} + R_{p,j})^2 \sqrt{8\pi(\theta_i + \theta_j)} \frac{5,36(m/E)^{2/3}(RV)^{7/10}}{(\rho_1 c_{p,i} \nu_i)^{-0,5}(\rho_1 c_{p,j} \nu_j)^{-0,5}} (T_{p,i} - T_{p,j}) \dots\dots\dots \text{II.11}$$

Également, le coefficient d'échange thermique de particule-à-particule peut être calculé selon Equation II.8:

$$h_{pp} = n_{p,i}n_{p,j}(R_{p,i} + R_{p,j})^2 \sqrt{8\pi(\theta_i + \theta_j)} \frac{5,36(m/E)^{2/3}(RV)^{7/10}}{(\rho_1 c_{p,i} \nu_i)^{-0,5}(\rho_1 c_{p,j} \nu_j)^{-0,5}} \dots\dots\dots \text{II.12}$$

D'Equation II.8, il peut constater de que le coefficient d'échange thermique de particule-particule entre différentes classes de particules dépend étroit de l'hydrodynamique et la propriété des deux classes de particules dans un lit fluidisé gaz-solide des particules binaires. Le coefficient d'échange thermique de particule-à-particule augmente avec l'augmentation de la concentration de particules, de l'intensité turbulente de particules et de la vitesse de collision de particules. Il augmente également avec l'augmentation du diamètre de particules, la densité de particules, la capacité de chaleur spécifique de particules et la conductivité thermique de la chaleur, cependant, diminue avec l'augmentation du module d'élastique de particules. [29]

Les rapports du transfert thermique de particule-à-particule à gaz à la gamme de transfert thermique de particules à partir de 8.04% à 15.0% pour différentes conditions. Le rapport augmente avec l'augmentation de la dimension de particulaire et la vitesse superficielle de gaz [15]

Chapitre II : Les phénomènes de transfert dans les lits fluidisés

Le coefficient de chaleur globale donne par

$$h_i = h_{gp} + h_{pp} \dots \dots \dots \text{II.13}$$

II.2.2. Transfert externe :

Toutes les études sur les échanges de chaleur entre une couche fluidisée et une enveloppe externe ou un objet immergent, s'accordent pour reconnaître que le coefficient de transfert h e comporte trois termes

- la conduction h_{cd}
- le rayonnement h_r
- la convection h_{cv}

Généralement ces grandeurs ne sont pas directement additionnelles : [36]

$$h_g \neq h_{cd} + h_r + h_{cv} \dots \dots \dots \text{II.14}$$

La plupart des auteurs expriment le coefficient de transfert global par le terme "conduction" couche-paroi h_{cd}

II.2.2.1. La conduction :

La conduction thermique est la propagation de la chaleur, de molécule à molécule, dans un corps ou dans plusieurs corps contigus et non réfléchissants, sans qu'il y ait mouvement du milieu ou que ce mouvement intervienne dans la transmission.

Ce mode de transmission caractérise essentiellement les transferts de chaleur dans les solides ou entre corps solides contigus. La conduction intervient également dans les liquides et les gaz mais, sauf dans le cas des liquides très visqueux ou des gaz emprisonnés dans des matériaux poreux, son effet est marginal par rapport à celui de la convection.[25]

La détermination de coefficient d'échange de chaleur s'effectue par deux méthodes

- L'établissement de relations empiriques associées aux résultats expérimentaux, Chaque relation empirique n'apparaît utilisable que dans des conditions expérimentales bien précises. Les formules de synthèse ainsi proposées n'ont aucun caractère universel
- La construction de modèles fondés sur les mécanismes du transfert. [27]

- **Théorie du film.** dans un système gaz-solide bien-fluidisé, on peut assumer que les régions de dans le lit sont isotherme et par conséquent la résistance thermique négligeable. Cette prétention suggère que la résistance thermique limitant le taux de transfert thermique entre le lit et la surface de chauffage se trouve en dessous d'une couche étroite de gaz à proximité de la

Chapitre II : Les phénomènes de transfert dans les lits fluidisés

surface de chauffage. Le modèle de film pour le transfert thermique à lit fluidisé suppose que la chaleur est transférée par le film mince de gaz seulement par la conduction. Le coefficient de transfert thermique dans le modèle de film peut être exprimé par:[30]

$$h_{ca} = \frac{\gamma G}{\delta} \dots \dots \dots \text{II.15}$$

- **Théorie de l'agrégat.** Dans ce model la résistance au transfert thermique se situe dans une couche d'émulsion relativement épaisse à côté de la surface de chauffage. Cette approche considère comme étant l'émulsion phase/paquets une phase continue. Ce modèle d'instable-état atteint sa limite quand la constante thermique de temps de particules est plus petite que le moment de contact de particules déterminé par le taux de remplacement pour de petites particules, dans ce cas le transfert thermique peut être rapproché par un processus équilibré. MICKLEY et FAIRBANKS, elle suppose que le transfert s'effectue pendant le temps de contact T de l'agrégat avec la paroi suivant les lois de la conduction en régime variable. Dans leur démarche, les auteurs considèrent l'agrégat comme un milieu homogène de particules et de gaz interstitiel à propriétés physiques constantes, porté au contact de la paroi par le mouvement des bulles. On aboutit ainsi à la relation. [1]

$$h_{ca} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\frac{\gamma \rho_s c_p G}{\tau}} \dots \dots \dots \text{II.16}$$

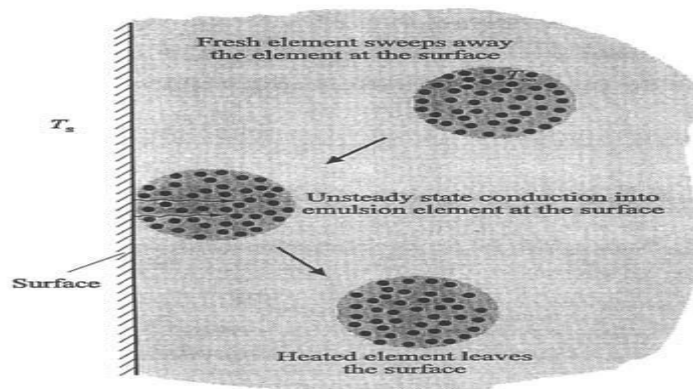


Figure II.1 : modèle de contact d'émulsion de Mickley et de Fairbanks.[31]

- **Théorie de la particule.** Initialement proposée par BOTTERILL et WILLIAMS, elle suppose que le transfert lit-paroi peut être traduit par le transfert entre la paroi et une particule. Dans cette théorie le temps de contact de la particule avec la paroi est faible, avec l'épaisseur de pénétration du flux (ainsi limité au diamètre d'une particule). Dans l'hypothèse de temps de contact plus longs, cette épaisseur de pénétration est étendue à plusieurs couches de particules. De plus, le modèle de BOTTERILL et WILLIAMS peut être affiné par l'adjonction d'une résistance de contact constituée d'un film gazeux. Dans ce dernier cas, il y a une meilleure

Chapitre II : Les phénomènes de transfert dans les lits fluidisés

adéquation entre modèle et expérience, le modèle a besoin de l'information précise sur la position et le temps de séjour de la particule près de la surface de transfert thermique, et cette condition pourrait limiter sa utilisation. [22]

II.2.2.2. La rayonnement :

Dans la transmission de chaleur par rayonnement, le transfert thermique s'effectue par des vibrations électromagnétiques qui se propagent en ligne droite sans aucun support de matière. Le rayonnement thermique concerne les ondes électromagnétiques dont la longueur d'onde couvre le spectre ultraviolet et les pectre infrarouge (de 0,01 à 100 μm) en passant par le spectre visible (0,38 à 0,76 μm).

Le rayonnement peut être décomposé en radiations monochromatiques qui concernent une longueur d'onde déterminée. Aux températures des applications industrielles, le rayonnement est surtout constitué par de l'infrarouge. [25]

Lorsqu'un flux d'énergie rayonnée rencontre un corps, une partie de l'énergie est absorbée, une partie est réfléchie, une partie continue son trajet après avoir traversé le corps.

Le terme h_r augmente avec la température, ils sont par contre di+visés sur l'importance de sa contribution au coefficient global de transfert. Des résultats expriment aux il ressort, et ce pour un certain nombre d'auteurs, que le terme h_r est très faible pour des températures inférieures à 1000°C, sa valeur serait de l'ordre de 5, à 1000°C pense que l'on peut négliger le transfert radiatif pour des températures < 1200 °C. Le transfert par rayonnement devient important à partir de 600°C et augmente rapidement avec la température

Différents modèles théoriques ont été proposés pour rendre compte du transfert par rayonnement dans le lit fluidisé. L'expression du coefficient total s'écrit : [8]

$$h_s = (h_{gs} + h_{rs})(1 - F_0) + h_{rb}F_0 \dots \dots \dots \text{II.17}$$

$$h_{rb} = \frac{2\sigma(T_P^4 - T_L^4)}{\left(\frac{2}{\varepsilon_L} + \frac{2}{\varepsilon_P} - 1\right)(T_P - T_L)} \dots \dots \dots \text{II.18}$$

II.2.2.3. La convection :

La contribution du terme convectif h au cv coefficient global est d'autant plus faible que le diamètre des particules est plus petit et devient rapidement négligeable ($d_p < 700\mu\text{m}$). Cependant pour des particules supérieures à 1 mm son influence est appréciable. [32]

Chapitre II : Les phénomènes de transfert dans les lits fluidisés

La complexité du mécanisme du transfert entre une couche fluidisée et une paroi, a été mise en lumière par l'étude bibliographique. Nombreux sont les paramètres mis en jeu : [8]

- propriétés des matériaux ρ, ρ_s, c_{pF}
- Variables hydrodynamiques U_0, ε, τ
- Variables géométriques d_s, d_c, L_F
- Conditions thermiques (températures)

Cette complexité se traduit par une grande diversité de modèles et de corrélations empiriques ainsi que par une large gamme de valeurs expérimentales du coefficient de transfert (200 à 1200 W/m².°C). On peut cependant noter que pour des conditions expérimentales données, un choix judicieux du modèle et des équations empiriques conduisent à des résultats concordants.

CHAPITRE III

L'utilisation des solides pour extraire certaines substances des solutions gazeuses ou liquides date des périodes bibliques. Ainsi, l'hydroxapatite constituant la charpente poreuse sur laquelle est enrobée le carbone du noir animal utilisé depuis fort longtemps dans les procédés de décoloration et particulièrement dans la décoloration du jus de sucre. Ce processus, connu comme adsorption, n'implique rien d'avantage que le transfert préférentiel des substances de la phase gazeuse ou liquide sur la surface d'un substrat solide. Aujourd'hui, le phénomène d'adsorption est devenu un outil utile pour la purification et la séparation de toute substance indésirable [5]

Les premiers adsorbants utilisés, il y a plusieurs siècles furent les argiles et les terres décolorantes, puis à la fin du XIX siècle furent développés les charbons actifs. La première guerre mondiale vit apparaître les gels de silice, puis dans les années 1939-1940, les alumines activées. [19]

En 1945, sont reconnues les propriétés d'adsorption exceptionnelles des zéolithes naturelles; en 1950, les premières zéolithes synthétiques ouvrent la voie au fantastique développement des tamis moléculaires comme catalyseurs et adsorbants. Actuellement l'adsorbant le plus couramment utilisé et le plus connu est le charbon actif. [22]

Le charbon actif est historiquement parlant le premier matériau adsorbant utilisé ; les Egyptiens l'utilisaient dans l'antiquité pour ses vertus médicinales. C'est un composé obtenu par calcination d'un matériau organique suivi d'un procédé physique ou chimique de formation de pores. La structure interne du composé obtenu est constituée d'un assemblage aléatoire de cristallites élémentaires de graphite. L'espace entre ces cristallites constitue la microporosité du charbon. L'aspect aléatoire de la distribution de la taille des pores rend la sélectivité du matériau très faible. Les applications utilisant du charbon actif dans les procédés industriels sont nombreuses, elles vont du traitement des eaux à la décoloration de liquides organiques en passant par la purification de l'air. [13]

III.1. Charbon actif

Le charbon actif est un carbone microporeux inerte qui a subi un traitement afin d'augmenter sa surface interne. Il possède ainsi une très grande surface spécifique pouvant aller de 500 à 1500 m² par gramme de charbon actif. Cela lui permet d'avoir une grande capacité d'adsorption et de faciliter les réactions chimiques. Sa structure est proche de celle du graphite, ordonné sous la forme d'un empilement de couches successives planes d'atomes de carbone disposés en hexagones réguliers. [33]

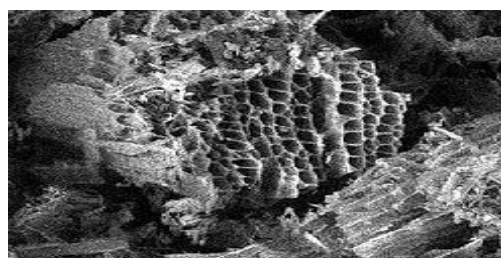


Figure III.1: Structure du charbon actif vu sous un microscope électronique. [33]

III.2. matériau d'origine de charbon actif :

Les charbons actifs sont généralement obtenus à partir de bois, charbon, noix de coco, lignite, tourbe, etc. La valorisation de différents déchets, tels que ceux issus de l'industrie du pétrole et des huiles lubrifiantes, connaît actuellement un essor important. Nous pouvons aussi citer comme autres exemples l'utilisation de résidus de la fabrication du café.[34]

Parmi les matières de base utilisées aujourd'hui pour fabriquer le charbon actif, la sciure de bois, la tourbe, le lignite, la houille, la cellulose, les résines échangeuses d'ions épuisées telles que les polymères styrène-divinyle benzène, et les résines phénol formaldéhyde, les pneus automobiles usagés, les boues, et le marc de café. Le charbon actif à partir des déchets végétaux est pourtant très intéressant du point de vue économique, comme l'ont montré différentes études. [35] Les matériaux les plus effectifs et commercialement viables sont les coques de noix et les noyaux de fruits, les coques d'amande, les noyaux d'olives ; les noyaux de pêche, et la coque de pécan. Les sous produits agricoles de grains, haricots, et de coton sont aussi des sources pour la production de charbon actif. [22]

III.3. Différentes formes du charbon actif :

Le charbon actif est disponible généralement sous deux formes : poudre et granulé

III.3.1. Charbon actif en poudre (CAP) : Il prend la forme de grains, 95-100 % de ces particules traverseront un tamis de maille donnée. Par exemple la norme ASTM D5158 classe les particules de diamètre inférieur ou égal à 0,177 mm comme CAP. Ses avantages et les inconvénients sont mentionnés dans le tableau ci- dessous

Tableau III.1:Avantages et inconvénients d'un charbon actif en poudre

| Avantages | Inconvénients |
|---|---|
| Le charbon actif en poudre est 2 à 3 fois moins cher que le charbon actif en granulé. | Le charbon actif en poudre ne peut pas être régénéré quand il est mélangé avec des boues d'hydroxyde. |
| Des quantités supplémentaires peuvent être rajoutées en cas de pointes de pollution accidentelles ou temporaires. | Il est difficile d'enlever les dernières traces d'impuretés sans ajouter une quantité très importante de charbon actif en poudre. |
| L'adsorption est rapide dans la mesure où une grande partie de la surface de contact est directement disponible. | La détection des pointes de pollution est problématique et sa concentration applicable est limitée. |

III.3.2. Charbon actif granulé (CAG) :

Le charbon actif granulé 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 [37]. 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). Les avantages et les inconvénients de charbon actif granulé sont mentionnés dans le tableau ci- dessous. [33]

Tableau III.2 : Avantages et les inconvénients de charbon actif granulé

| Avantages | Inconvénients |
|---|--|
| La durée de vie du charbon actif granulé dépend de l'abatement de la matière organique et du lissage des points de pesticide. Le choix du type de charbon actif est également déterminant sur le rendement d'élimination. | Durée de vie limitée |
| | Pré filtration: Les carburants dissous et matières en particules peuvent rapidement encrasser le charbon, nécessitant un prétraitement. |
| Le charbon actif granulé a une capacité d'adsorption pour une partie de presque toutes les vapeurs. | 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. |
| 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. | Déchets dangereux : tout le charbon doit être finalement jeté, puisque 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. |
| Il fonctionne bien dans un domaine large de température et d'humidité. | |

III.4. Propriété du charbon actif :

a) Propriétés physiques : Elles concernent essentiellement l'aire spécifique et la porosité, les charbons actifs possèdent souvent une aire spécifique élevée, ce qui implique une capacité d'adsorption importante. L'application de l'équation de Braunauer- Emmet et Teller ; aux isothermes d'adsorption de N₂ et CO₂ respectivement à -195 et 25°C sur les matériaux adsorbants, permet la détermination de cette aire spécifique.

La dimension des pores, déterminée par la technique de prosimètre à mercure sous pression croissante dans la structure poreuse du charbon, permet de les classer en trois catégories :

- Les macropores (d > 50 nm)
- Les mésopores (2 nm < d < 50 nm)
- Les micropores (d < 2 nm)

b) Propriétés chimiques : Les propriétés chimiques superficielles d'un charbon actif dépendent fortement de la présence et de la nature des complexes oxygénés. Ceux-ci sont responsables en

grande partie de ses propriétés acido-basiques superficielles. Lesquelles jouent un rôle important dans le phénomène d'adsorption.

Les charbons sont classés en deux types, selon leur caractère acido-basique :

- **Les charbons de type L** : qui présentent un caractère acide, et qui possèdent des caractéristiques de nature hydrophile.
 - **Les charbons de type H** : au caractère basique possédant une surface de nature hydrophobe.
- [22].

III.5. Principales voies de fabrication du charbon actif :

III.5.1. La carbonisation ou pyrolyse : qui s'effectue entre 400 °C et 600 °C sous atmosphère inerte. Cette étape permet l'élimination d'une partie des hétéro-éléments (oxygène, hydrogène, azote) sous forme des gaz, ainsi que la formation préliminaire d'une structure poreuse.

III.5.2. Activation chimique : est un autre procédé d'obtention des charbons actifs. Elle consiste à imprégner le matériau de départ à partir d'une solution concentrée d'agent très oxydant (acide phosphorique, chlorure de zinc,...). Le matériau est ensuite pyrolyse entre 400°C et 800°C, lavé et séché.

La structure des charbons actifs consiste en une association aléatoire de plans de carbone formant une structure poreuse pouvant contenir encore quelques hétéro-éléments (hydrogène, oxygène, soufre.....) la figure III.4 présente le modèle proposé par Stoeckli [37]



Figure III.2 : Modèle schématique de la structure d'un charbon actif. [37]

III.5.3. Activation physique : se fait avec des gaz oxydants tels que la vapeur d'eau ou dioxyde de carbone à haute température (750-1000) °C. Les gaz principalement utilisés, seuls ou en mélange, faiblement oxydants, sont la vapeur d'eau et le dioxyde de carbone. Le niveau de température joue un rôle important dans le processus d'activation. En effet, à basse température, la cinétique d'oxydation est faible et l'activation conduit à une distribution de la taille de pore homogène dans tout le volume du matériau. Quand la température augmente, la vitesse de réaction croît plus rapidement que la diffusion du gaz oxydant.

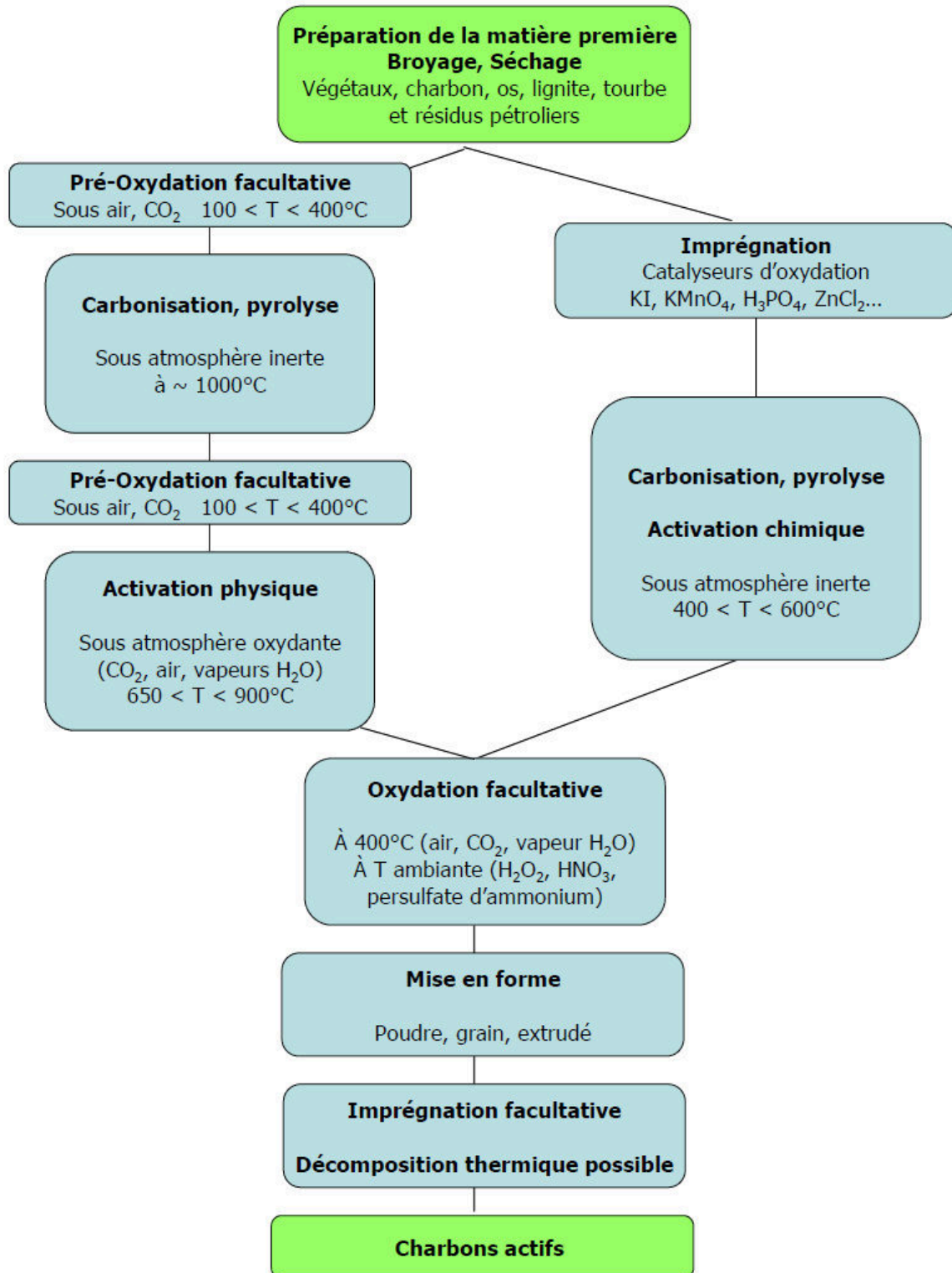


Figure III.3: Principe de fabrication des charbons actifs

III.6. Structure poreuse du charbon actif :

Les charbons actifs sont composés de microcristaux élémentaires de graphite assemblés selon une orientation aléatoire. Les espaces entre ces cristallites forment des pores dont la distribution de taille, présentée [35] dans le Tableau III.3, est généralement assez large. Il est cependant possible de préparer des charbons actifs ayant une distribution de pores très étroite par des processus d'activation spécifiques. La structure poreuse très développée des charbons actifs leur confère une surface spécifique très importante pouvant dépasser 2000 m²/g. [38]

| | Micropores | Mésopores | Macropores |
|---|-------------------|------------------|-------------------|
| Diamètre (Å) | <20 | 20-500 | >500 |
| Volume poreux (cm³/g) | 0,15-0,5 | 0,02-0,1 | 0,2-0,5 |
| Surface spécifique (m²/g) | 100-1000 | 10-100 | 0,5-2 |

Tableau III.3 : Taille des pores et surface spécifique des charbons actifs

La présence de micropores dans un adsorbant a pour effet d'augmenter considérablement sa capacité d'adsorption (volume libre W_0 par unité de masse). [32]

III.7. Caractérisations des charbons actifs :

III.7.1. Détermination de surface spécifique : Par définition, la surface spécifique d'un adsorbant est une surface par unité de masse. Elle est généralement exprimée en m²/g. Son estimation est conventionnellement fondée sur des mesures de la capacité d'adsorption de l'adsorbant en question, correspondant un adsorbant 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.

III.7.2. Indice d'iode : L'indice d'iode est la masse de l'iode (mg de I₂) adsorbé par un gramme de charbon actif lorsque la concentration à l'équilibre est 0,02 normale. Il est aussi est une mesure du volume poreux présent pour le domaine de diamètre de 10 à 28 Angstrom. Des charbons actifs 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 Å², ce qui correspond avec la surface spécifique dans les pores avec des diamètres moins de 10 Å. Cet indice est très important pour la caractérisation des charbons actifs par ce qu'il donne une idée essentielle sur la surface disponible pour les substances de petite taille (micropores).

III.7.3. 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 charbon actif lorsque la concentration à l'équilibre du bleu de méthylène est égale à 1 mg/L [80]. 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 119 Å² [81]. L'accessibilité du bleu de méthylène qui indique la mésoporosité de charbon actif, généralement pour les substances de taille ≤119 Å². [39]

III.7.4. Microscopie Electronique à Balayage (MEB) :

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 (figure III.3). 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.

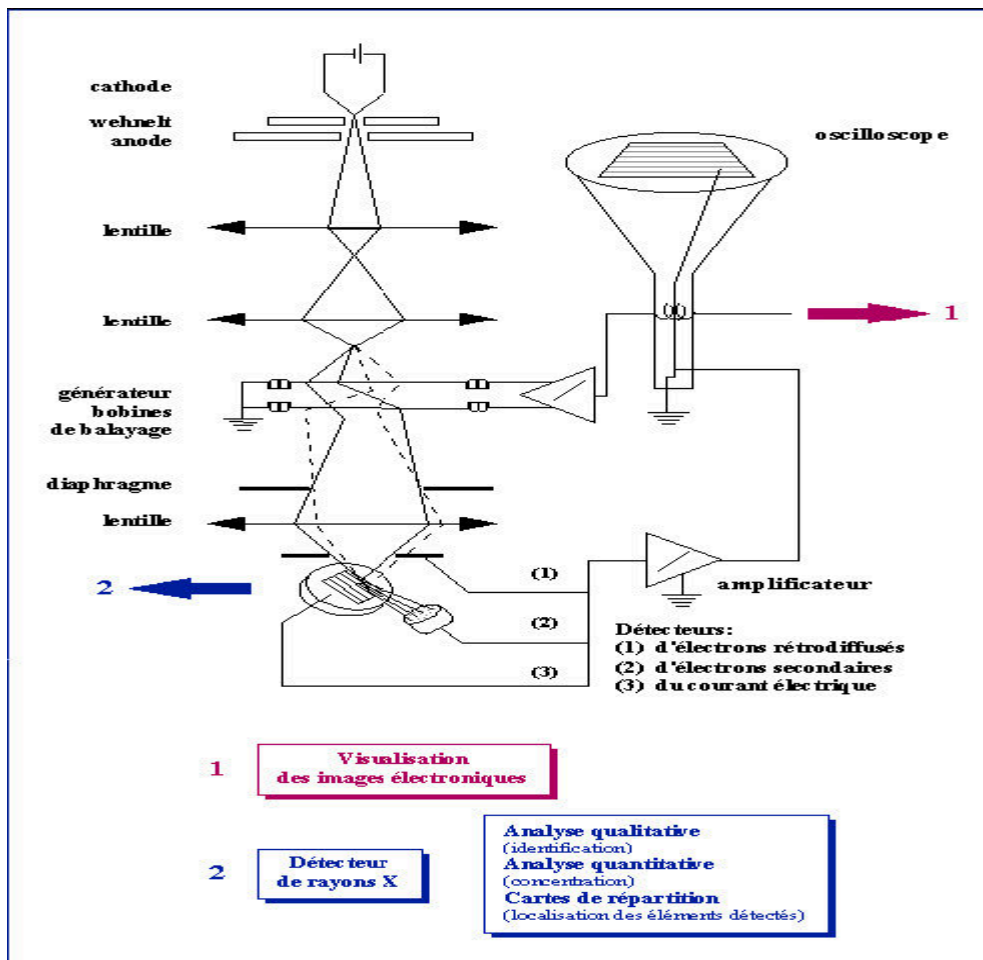


Figure III.4 : Représentation schématique d'un microscope électronique à balayage

Lorsque le faisceau d'électrons bombarde l'échantillon, une partie des électrons le traverse, le reste étant réémis sous forme d'électrons secondaires et rétrodiffusés; ces derniers serviront à construire l'image de la surface grâce aux détecteurs. L'impact du faisceau avec l'échantillon entraîne aussi d'autres types d'émission comme l'émission de rayons X et l'émission d'électrons Auger. Ces émissions permettent une analyse élémentaire qualitative de l'échantillon.

III.7.5. Analyse IRTF : La spectroscopie infrarouge est une technique analytique basée sur le principe d'absorption des rayonnements (infrarouges) par la matière organique. Cette absorption étant liée à la composition chimique des échantillons, on peut estimer cette dernière par la simple mesure de l'absorption de lumière par l'échantillon. L'échantillon semis des radiations électromagnétiques de longueurs d'ondes λ comprises entre 1 et 1000 μm , soit nombre d'ondes $\lambda = \frac{1}{\nu}$ compris entre 1 et 10^{-3} m^{-1} . La partie la plus riche en informations et la plus accessible du point de vue expérimental est celle du moyen infrarouge (λ comprise entre 2,5 et 25 μm soit ν compris entre 0,04 et 0,4 cm^{-1}). Les absorptions dans ce domaine forment une sorte d'empreinte spectrale des composés caractéristiques des liaisons inter-atomiques qui les composent.

III.8. Utilisation du charbon actif

- a. **Traitement de l'eau** Aux Etats-Unis et en Europe, où les normes appliquées à l'eau potable sont sévères, une filtration-adsorption sur lit de charbon actif sous sa forme granulaire est souvent utilisée afin d'éliminer les traces de pesticides charriées par les cours d'eau
- b. **Traitement des effluents industriels** Le charbon actif est utilisé comme un traitement tertiaire dans l'épuration des eaux résiduaires industrielles avant leurs évacuations dans le milieu naturel. Les industries concernées sont surtout celle du textile, des détergents et tensioactifs et des pesticides.
- c. **Récupération des solvants organiques** Les installations d'adsorption présentent deux avantages majeurs à savoir la purification de gaz d'émission chargés de solvants et la récupération du solvant souvent très onéreux. [40]

CHAPITRE IV

L'objectif de notre travail est de préparer un charbon actif dans un réacteur à lit fixe et fluidisé à partir d'un déchet agroalimentaire tel que les noyaux d'olive et de datte. Le critère principal du choix de ces déchets repose sur leur composition riche en carbone et l'aptitude à la fluidisation. Car nous recherchons des matériaux naturels pour valoriser et en les utilisant pour des tâches bien spécifiques, soit à l'état brut ou après certaines modifications ne nécessitant pas de grands investissements en apport d'énergie ou de matière, afin d'une amélioration notable de leur efficacité.

L'activation se fait par trois méthodes avec l'air puis avec la vapeur d'eau à une température constante de 100°C pour différents temps de séjour en terminant avec un mélange de 50% d'air et 50% de vapeur d'eau avec pour différents températures et temps de séjour.

IV.1. Présentation d'installation de fluidisation :

La figure IV.1 représente le réacteur à lit fluidisé utilisé. Il s'agit d'une colonne verticale constituée d'une partie chauffante électrique, un générateur de vapeur ou un compresseur d'air, et un manomètre en tube en U pour mesurer la perte de charge. L'échantillon de charbon est placé sur un disque de fer (distributeur de gaz) qui se trouve dans le fond de réacteur. L'air et la vapeur d'eau sont utilisés comme gaz d'activation. Un débitmètre à flotteur permet d'ajuster le débit de gaz qui entre dans le réacteur.

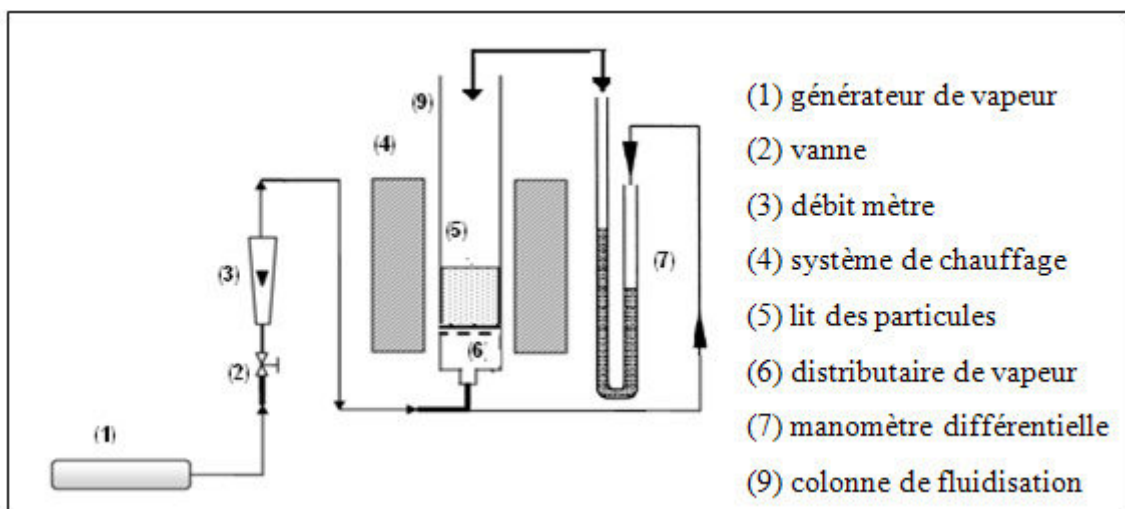


Figure IV.1 : Schéma générale de système de fluidisation

IV.2. Mise en service du circuit de vapeur:

- Branchez l'appareil à l'alimentation électrique.
- fermer les vannes (2) .mette le générateur de vapeur (1) en marche. Ouvrir la vanne de contrôle de flux (2) pour donner une lecture de $0.5 \text{ cm}^3 / \text{min}$ sur le débitmètre. Vérifiez que la vapeur monte dans la colonne (9)
- Afin de commander le manomètre à eau (7), il est nécessaire de vitrifier que le manomètre ne contienne pas de bille d'air.si oui retirer la vis de purge, Le manomètre (7) devrait indiquer une pression différentielle dans la colonne (9)
- Fermer le contrôle de flux vanne (3). Fermé le générateur de vapeur.
- Débranche l'alimentation en électricité.

IV.3.Etude préliminaire de la fluidisation :

Pour une meilleure maîtrise et optimisation dans le récepteur, une bonne connaissance de la dynamique des particules et de la quantité de solide est de grande importance. Pour cela, nous avons fait une étude sur la fluidisation des particules dans une colonne transparente de dimension et géométrie fixe avec des particules de diamètre et quantité déférente. Cette étude nous a permis aussi de déterminer les conditions de bon fonctionnement de la colonne. Les résultats de cette étude nous on permit de choisir la granulométrie et la quantité de solide.

La détermination de la perte de charge en fonction de la vitesse du gaz renseigne de façon satisfaisante sur le bon fonctionnement de la fluidisation.

La colonne de fluidisation est de diamètre de 18 mm. La mesure de la perte de charge est effectuée par un manomètre différentiel lié à l'entrée et à la sortie de la colonne. On mesure le débit du gaz (air) de fluidisation Q_{air} avec un débitmètre. On faite ces essaie sur un charbon dure (noyaux d'olive et noyaux de datte)

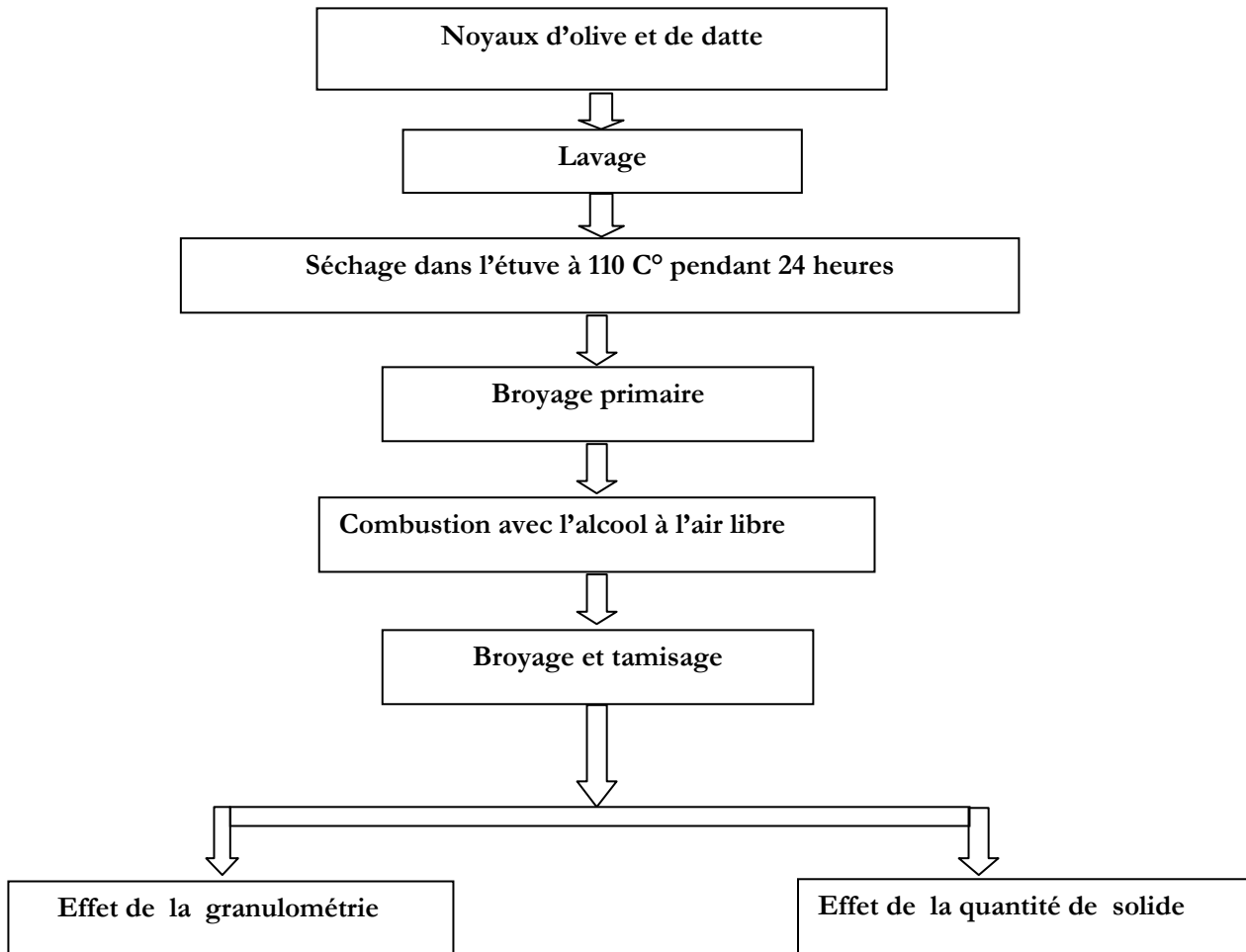


Figure IV. 3. Préparation des solides à la fluidisation

IV.3.1.Effet de la granulométrie :

Les charges utilisées sont constituées de poudre de noyaux de datte et d'olive classées par tranches granulométriques $[0.314 - 0.4]mm$, $[0.4, 0.5]mm$ et $[0.5, 0.6]mm$ avec une hauteur de lit des particules de 30 mm. Nous avons examiné l'effet de granulométrie sur la perte de charge. Pour différentes tranches granulométriques, nous avons tracé la courbe de variation de la perte de charge ΔP en fonction de débit du gaz. La courbe $\Delta P = f(U_G)$

IV.3.2.Effet de la quantité de solide :

Les charges utilisées sont constituées des particules de poudre de noyaux de datte et noyaux d'olive de granulométrie $[0.314 - 0.4]mm$ et on varie la hauteur de lit des particules (quantité des graines utilisée). Nous avons examiné l'effet de la hauteur de lit sur la perte de charge. Pour différentes hauteur de lit 30 mm, 40 mm et 50 mm. Nous avons tracé la courbe de variation de la perte de charge ΔP en fonction de débit du gaz. La courbe $\Delta P = f(Q_{air})$.

IV.4.Préparation de matériaux :

Les noyaux d'olive et de datte été lavé avec l'eau distillée et séché à 110°C pendant 24 h, il est broyé à l'aide d'un mortier pour réduire les dimensions de grains et prépare à la combustion avec l'alcool à l'aire libre, un deuxième broyage suit par un tamisage et prendre les particules ayant un diamètre moyenne $[0.314 - 0.4]mm$.

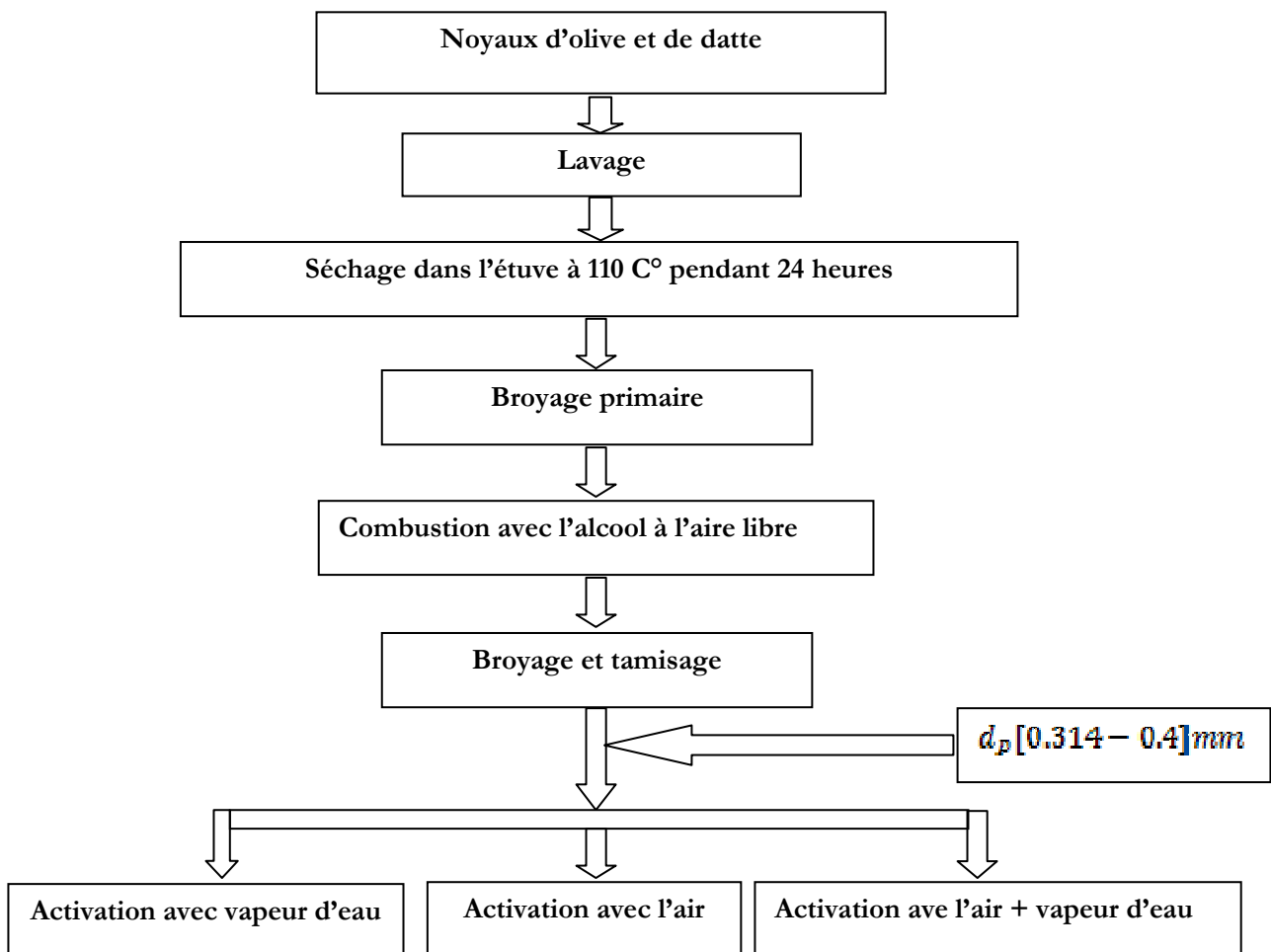


Figure IV.2.préparation des solides à l'activation

IV.5.Activation de matériau :

Les charbons actifs sont préparés par la carbonisation de noyaux d'olive/datte et son processus d'activation se déroule comme suit :

- On prend 8g de noyaux d'olive/datte et on les introduit dans le réacteur, puis tasser bien le lit par vibration de la colonne.
- Placer la bande chauffante autour de la colonne, Mettre en marche pendant 15min pour stabiliser la température de système.
- Ouvrir la vanne de la vapeur pour régler son débit.

IV.5.1.Activation avec l'air:

Dans cette partie nous avons essayé de préparer un charbon actif par un agent oxydant faible telle que l'air, pour augmenter son pouvoir d'oxydation nous augmentons sa température à 100°C et étudions l'effet de différents paramètres (la vitesse de fluidisation et temps de séjour) sur l'activation de charbon, L'installation expérimentale est présentée dans la figure IV.3

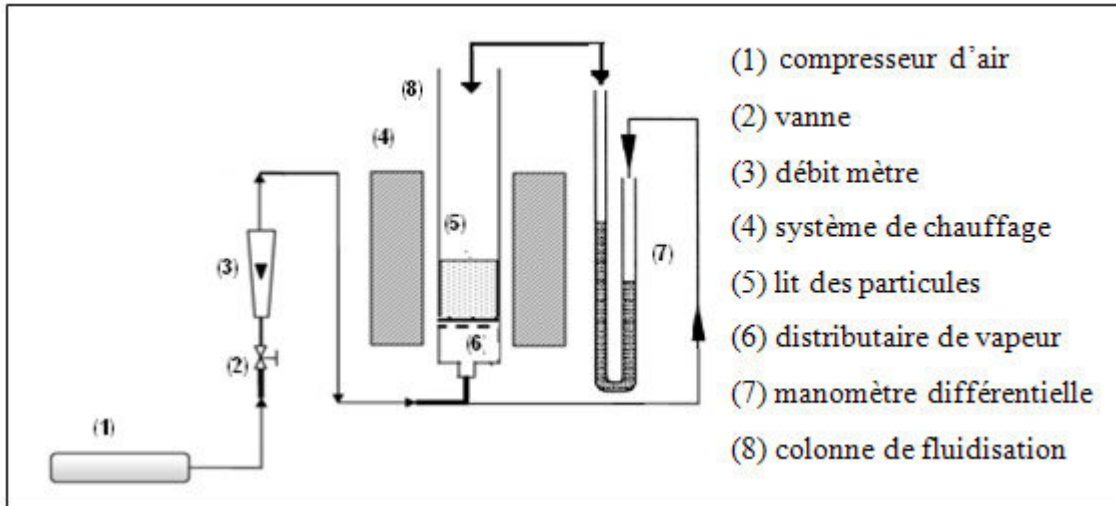


Figure IV.3 : Schéma générale d'activation par l'air

IV.5.1.1. Effet de la vitesse de fluidisation :

Pour étudier l'effet de l'activation physique des charbons actifs avec l'air, on change la vapeur d'activation, on utilise l'air chaud à température (100°C) avec différentes vitesses de fluidisation ($0.5U_{mf}$, U_{mf} et $1.5U_{mf}$), on le met à temps constant (1h).

Pour le charbon actif produit par noyaux d'olive pendant 1 heure avec différentes vitesses de fluidisation on utilise la nomenclature suivante : $C_O-A-1-n U_{mf}$

Pour le charbon actif produit par noyaux de datte pendant 1 heure avec différentes vitesses de fluidisation on utilise la nomenclature suivante : $C_D-A-1-n U_{mf}$

IV.5.1.2. Effet de temps de séjour :

Pour étudier de l'influence de temps de séjour sur l'activation de charbon on réalise deux séries d'expériences dans chaque série quatre essais, la seule variable était le temps de séjour (temps de contacts). Le gaz d'activation utilisé était l'air chaud à (200°C) avec différents temps de contact (1h, 2h, 3h et 5h). la vitesse de fluidisation ($1.5U_{mf}$), la température de lit (700 °C) on les met à constant.

La nomenclature utilisée est comme suit :

$C_{O-A-n-1.5U_{mf}}$ rapporte aux charbons actifs produits par noyaux d'olive pendant n heures avec vitesse de fluidisation égale $1.5U_{mf}$

$C_{D-A-n-0.5U_{mf}}$ se rapportent aux charbons actifs produits par noyaux de datte pendant n heures avec vitesse de fluidisation égale $1.5U_{mf}$.

IV.5.2. Activation avec la vapeur d'eau :

Tout à fait les charbons actifs ont été préparés par activation au $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ en vapeur d'eau, à l'aide d'un réacteur à lit fluidisé. Les vitesses minimum de fluidification et Le moment d'activation pour les échantillons changés. L'installation expérimentale est illustrée dans figure IV.4.

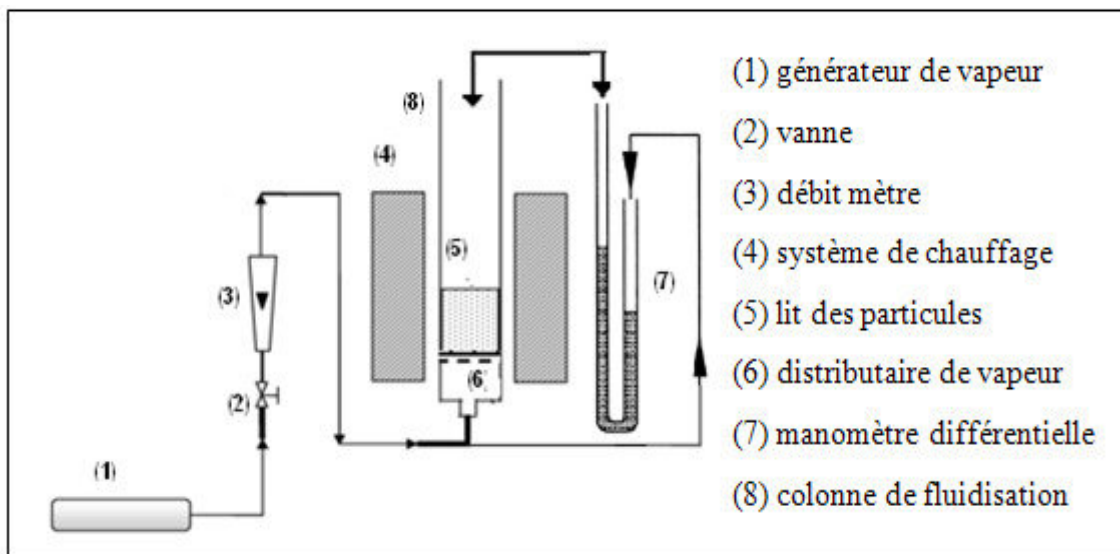


Figure IV.4 : Schéma générale de système de fluidisation par la vapeur d'eau

IV.5.2.1. Effet de la vitesse de fluidisation sur l'activation :

Trois expériences ont été conçues pour étudier l'influence de la vitesse de fluidification par conséquent la seule variable était débit (vitesse de vapeur). Le gaz d'activation utilisé était la vapeur d'eau avec ($0.5U_{mf}$, U_{mf} et $1.5U_{mf}$) pendant 1h. La température ($700\text{ }^{\circ}\text{C}$) et le temps de séjour (1h) ont été jugés constants.

La nomenclature décrivant les charbons actifs produit par les noyaux d'olive est comme suit : $C_{O-H-1-n U_{mf}}$ se rapporte aux charbons actifs produits en activant le char de noyaux d'olive pendant 1 heure avec différentes vitesses de fluidisation,

Pour les charbons actifs produit par les noyaux de datte la nomenclature utilise est come suit : $C_D-H-1-n U_{mf}$ se rapportent aux charbons actifs produits par noyaux de datte pendant 1 heure avec différents vitesse de fluidisation.

IV.5.2.2. Effet de temps de séjour sur l'activation :

Pour étudier de l'influence de temps de séjour sur le processus de l'activation on réalise deux séries d'expériences dans chaque série quatre essais, la seule variable était le temps de séjour (temps de contactes). Le gaz d'activation utilisé était la vapeur d'eau avec différente temps de contacte (1h, 2h, 3h et 5h). la vitesse de fluidisation ($1.5U_{mf}$), la température ($700\text{ }^\circ\text{C}$) ont les mettre constant.

La nomenclature utilise est come suit :

$C_O-H-n-1.5U_{mf}$ rapportent aux charbons actifs produits par noyaux d'olive pendant n heures avec vitesse de fluidisation égale $1.5U_{mf}$

$C_D-H-n-1.5U_{mf}$ se rapportent aux charbons actifs produits par noyaux de datte pendant n heures avec vitesse de fluidisation égale $1.5U_{mf}$.

IV.5.3. Activation avec mélange d'air et vapeur d'eau :

Quatre expériences ont été conçues pour étudier l'influence de la température de gaz d'activation (mélange d'air et vapeur d'eau) par conséquent la seule variable était la température. Le gaz d'activation utilisé était un mélange d'air et vapeur d'eau avec différents température (200, 300 et 400) pendant (1h, 2h et 3h). La température de lit est ($700\text{ }^\circ\text{C}$), la vitesse de fluidisation ont été jugés constants $1.5U_{mf}$, L'installation expérimentale est illustrée dans figure IV.5.

La nomenclature décrivait les charbons actifs produit par les noyaux d'olive est comme suit : $C_O-n-T-1.5U_{mf}$ se rapportent aux charbons actifs produits par les noyaux d'olive pendant n heures avec différents température de gaz de fluidisation,

Les charbons actifs produit par noyaux de datte la nomenclature utilise est come suit :

$C_D-n-T-1.5U_{mf}$ se rapportent aux charbons actifs produits par noyaux de datte pendant 5 heures avec différents température de gaz de fluidisation.

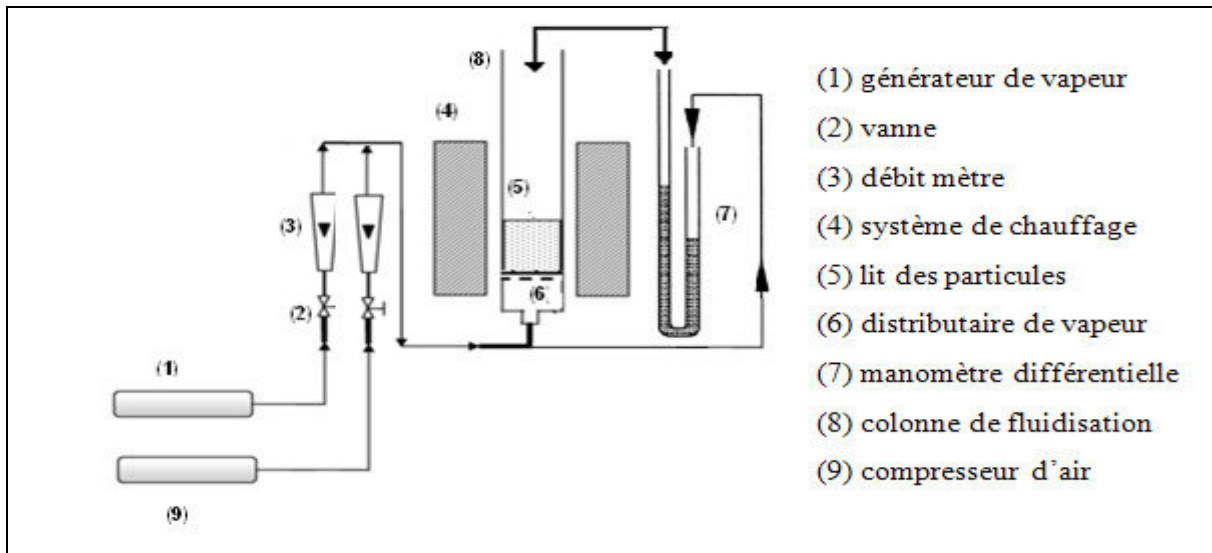


Figure IV.5 : Schéma générale de système de fluidisation par l'air et la vapeur d'eau

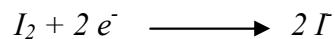
IV.6.Méthode de caractérisation

IV.6.1.Indice d'iode

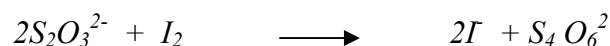
L'indice d'iode est la masse de l'iode (mg de I_2) adsorbé par un gramme de charbon actif lorsque la concentration à l'équilibre est 0,02 normale. Il est aussi est une mesure du volume poreux présent pour le domaine de diamètre de 10 à 28 Angstrom. Des charbons actifs ayant un indice d'iode élevé conviendraient 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 avec la surface spécifique dans les pores avec des diamètres moins de 10 \AA . Cet indice est très important pour la caractérisation des charbons actifs par ce qu'il donne une idée essentielle sur la surface disponible pour les substances de petite taille (micropores). [52].

- **Méthode iodométrique**

L'iodométrie concerne la réaction avec une solution titrée d'iode. L'iodométrie est reliée au titrage de l'iode libéré dan 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 :



• 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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, de concentration 0,1 N, on introduit 24,82 g de ce sel dans une fiole jaugée à 1 litre. On

Ajoute un peu d'eau distillée jusqu'à ce que le thiosulfate se dissolve, puis on complète jusqu'au trait de jauge

• Détermination de l'indice d'iode

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

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

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^3 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^3 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^3 du filtrat et récupérer le reste dans un bécher. Pipeter 50 cm^3 du filtrat dans un Erlenmeyer propre de 250 cm^3 , titrer avec $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ jusqu'à ce que la solution devienne jaune pâle, ajouter 2 cm^3 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 :

$$R = (0,001 \cdot V')/2$$

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

$$D = \left(\frac{0,01}{R} \right)^{0,165}$$

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

IV.6.2. Indice de Bleu de Méthylène :

Le bleu de méthylène est un colorant cationique (colorant basique) réagissant spécifiquement avec une muqueuse, il permet d'une part de connaître un épithélium intestinal de siège anormal sur l'estomac ou l'oesophage d'autre part de mieux dessiner la muqueuse intestinale. On trouve le bleu de méthylène dans toutes les bonnes pharmacies, on peut l'avoir en cristaux ou en solution [90]. La nomenclature chimique du bleu de méthylène est le chlorure de méthylthionium ou thiazine, et sa formule brute est $C_{16}H_{18}Cl.N_3S$, et sa formule chimique est :

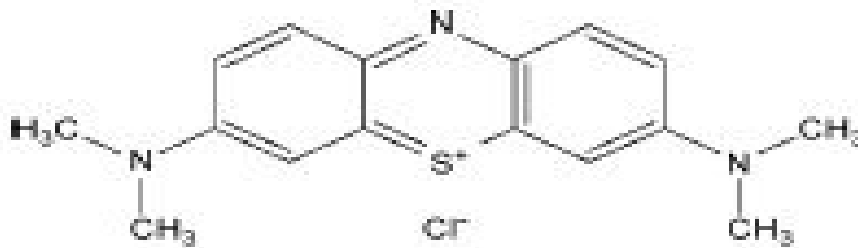


Figure IV.12 : Structure du bleu de méthylène

Le bleu de méthylène est largement utilisé dans le domaine des textiles comme colorant, et est utilisé spécialement dans les décors. On peut l'utiliser en prévention contre toutes les maladies dues à un champignon (par exemple l'ichtyophiriose et points blancs). On peut aussi l'utiliser pour protéger les poissons contre les changements de température qui provoquent souvent l'apparition de maladies dues à des champignons. La dose à utiliser est de 0,15 à 0,2 mg par litre, la dose toxique pour les poissons est de dix fois la précédente, ce qui le rend le produit peu dangereux à manipuler [90].

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. 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 119 \AA^2 [52].

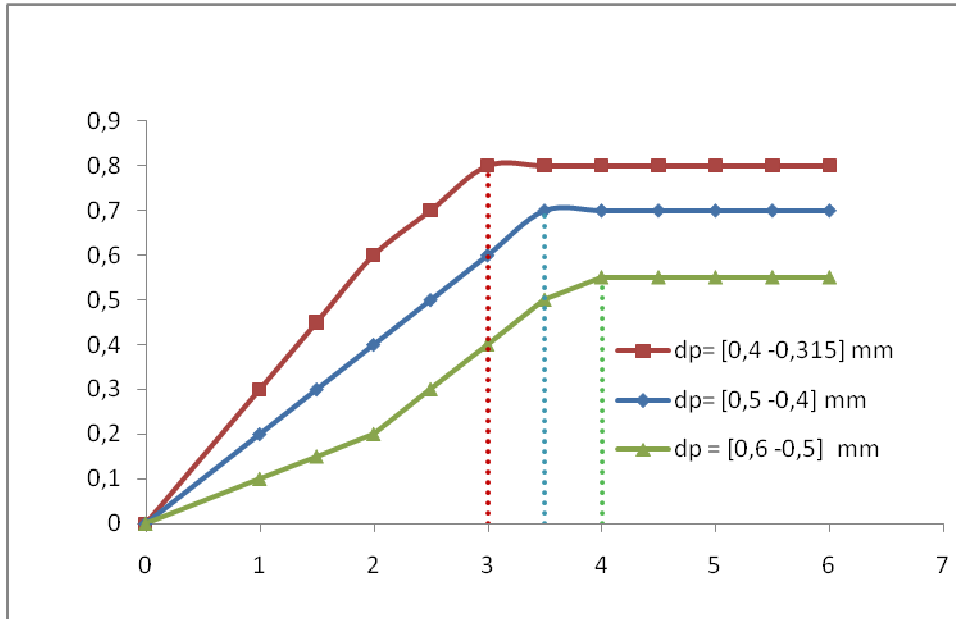
L'indice de Bleu de Méthylène a été déterminé suivant la norme Chemviron Carboncompany méthode TM-11 dans laquelle on détermine l'adsorption du filtrat contenant la concentration résiduelle du Bleu de Méthylène après un contact avec le charbon actif de 30 minutes. L'indice de Bleu de Méthylène représente la quantité de mg/g adsorbée par le charbon actif testé.

CHAPITRE V

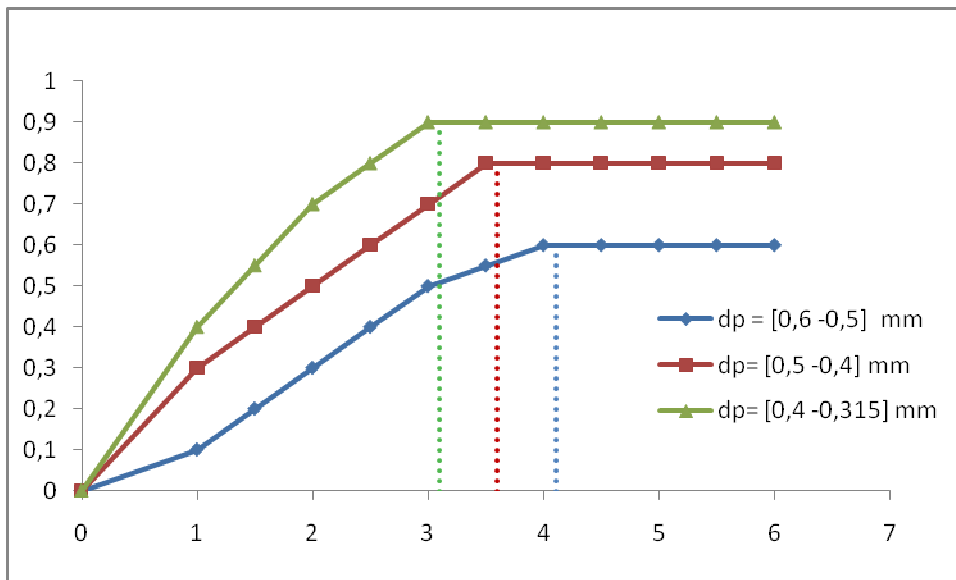
V.1. Etude préliminaire de la fluidisation :

V.1.1 Effet de la granulométrie

Les figures V.1 et V.2 représentent la variation de la perte de charge en fonction de la débite de gaze avec différentes tranches granulométrique. La perte de charge est augmentée linéairement jusqu'à attendre une seule de la fluidisation au la perte de charge est stabilisé, de même manière plus la taille des grains est fin plus la perte de charge augment. par contre plus la taille des grains augment plus la vitesse minimale de fluidisation augmente.



Figures V.1 : effet de la granulométrie sur la perte de charge (noyaux d'olive) annexe 2



Figures V.2 : Effet de la granulométrie sur la perte de charge (noyaux de datte)

Chapitre V : Résultat et discussion

La perte de charge augmente avec l'augmentation de débit d'air par ce que quand la vitesse du gaz augmente, seules les forces de frottement subies par les particules (elles ont naturellement tendance à tomber car le poids est supérieur à la force de poussée de gaz) augmentent. Jusque à atteindre une vitesse telle que ces forces sont équilibrées donc la perte de charge est stabilisée.

La perte de charge correspond à la fluidisation dans les fines particules est plus élevée que celle des grosses particules ($0.9 > 0.8 > 0.6$) pour les noyaux de datte et ($0.8 > 0.7 > 0.55$) pour les noyaux d'olive parce que les fines particules présentent une faible valeur de porosité ϵ dense le fluide trouve de difficulté pour traverser le lit qui traduit par une grande valeur de perte de charge par contre les grosses particules présentent une grande valeur de porosité de lit, le fluide traverse le lit facilement qui traduit par une faible perte de charge. D'autre part les fines particules présentent une grande surface de contact avec le gaz est que les forces de frottement varient proportionnellement à la surface de contact entre le solide et le fluide donc une grande valeur de perte de charge.

À partir de ces courbes on peut aisément déterminer la vitesse au minimum de fluidisation (U_{mf}) n'est autre que la valeur U correspondant à la seule de fluidisation

$$U_{mf} = \frac{Q_{air}}{A}$$

Q_{air} : Déterminé à partir de graphe

A : la surface traversée par le gaz $A = \frac{\pi d^2}{4} A = 2.544 \text{ cm}^2$

La vitesse minimale de fluidisation augmente avec l'augmentation de taille des particules ($1.57 > 1.37 > 1.18$) cm/s pour les noyaux d'olive et ($1.61 > 1.41 > 1.22$) cm/s pour les noyaux d'olive par ce que pour atteindre la seule de fluidisation il faut que les forces de poussée de gaz et les forces de gravité sont en équilibre et que les forces de gravité des grosses particules est plus élevée que celles des fines particules donc la vitesse de fluidisation des grosses particules est plus élevée que celle des fines particules

Le tableau suivant représente la vitesse minimale de la fluidisation et la perte de charge correspondante à cette vitesse.

Tableau V.1 : vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation (noyaux d'olive) pour les différentes tranches granulométriques

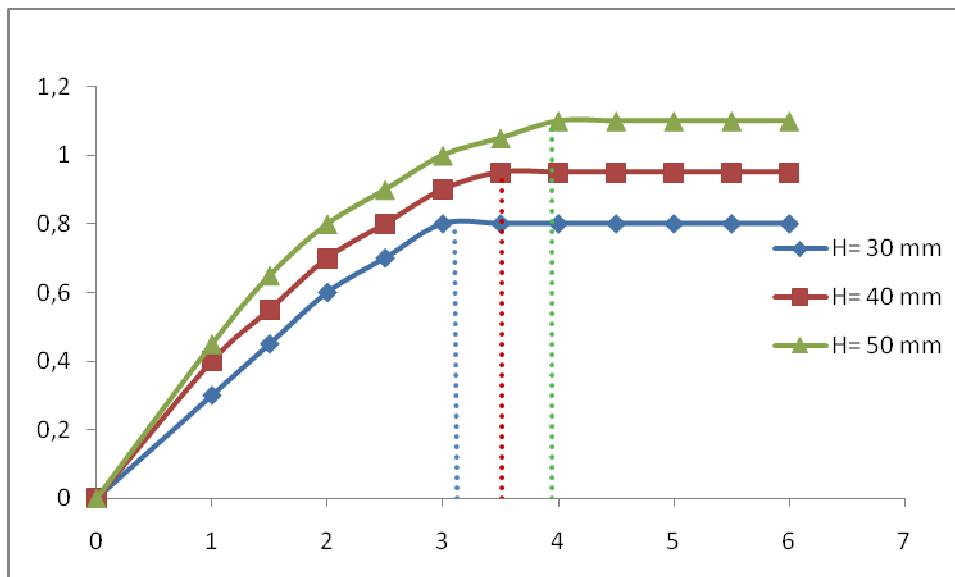
| d_p (mm) | [0.314 – 0.4] | [0.4 ,0.5] | [0.5 – 0.6] |
|----------------------------------|---------------|------------|-------------|
| ΔP (cm H ₂ O) | 0.8 | 0.7 | 0.55 |
| U_{mf} (cm / s) | 1.18 | 1.37 | 1.57 |

Tableau V.2 : vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation (noyaux de datte) pour les différentes tranches granulométriques

| d_p (mm) | [0.314 – 0.4] | [0.4 ,0.5] | [0.5 – 0.6] |
|----------------------------------|---------------|------------|-------------|
| ΔP (cm H ₂ O) | 0.9 | 0.8 | 0.6 |
| U_{mf} (cm / s) | 1.22 | 1.41 | 1.61 |

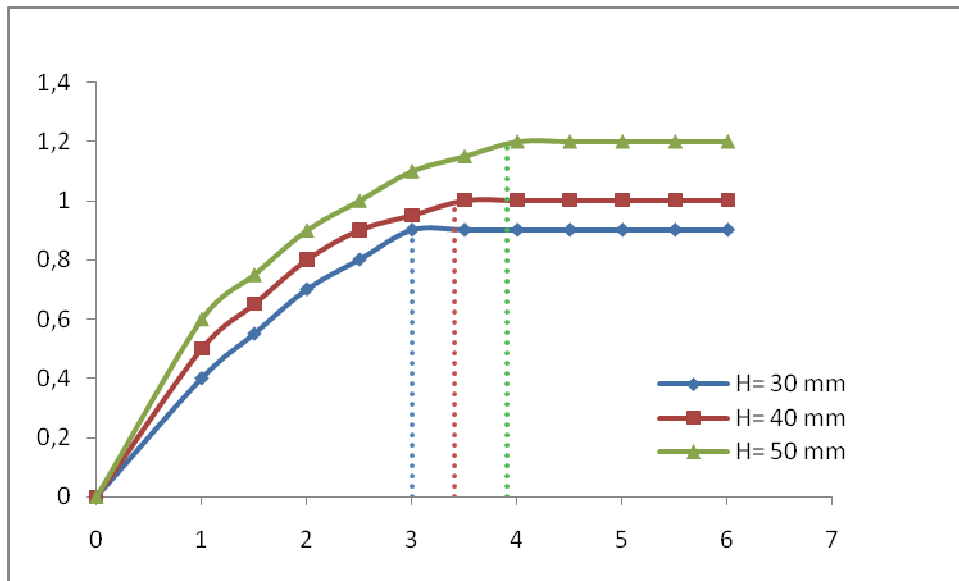
V.1.2.Effet de la quantité de solide

Les figures V.3etV.4représentent la variation de la perte de charge en fonction de débit de gaze pour différentes hauteur de lit 30,40 et 50 , pour les différents hauteur de lit la perte de charge est augmente linéairement jusque à attente une seule de la fluidisation au la perte de charge vas stabilisé, de même manière plus la taille des graine est fin plus la perte de charge augment.par contre plus la taille des graines augment plus la vitesse minimale de fluidisation augmente.



Figures V.3 : Effet de la hauteur de lit sur la perte de charge (noyaux d'olive)

Annexe 3



Figures V.4 : Effet de la hauteur de lit sur la perte de charge (noyaux de datte)

Annexe 4

La perte de charge augmente avec l'augmentation de la hauteur de lit c'est-à-dire avec l'augmentation de la quantité du solide parce que le nombre de chocs augmente avec l'augmentation de la quantité de solide autrement dit l'augmentation des forces de frottement ce qui traduit par l'augmentation de la perte de charge.

La vitesse minimale de fluidisation augmente avec l'augmentation de la quantité du solide à cause de l'augmentation de la force de gravité donc il faut augmenter la force de poussée de gaz pour attendre la seule de la fluidisation.

Le tableau suivant représente la vitesse minimale de la fluidisation et la perte de charge correspondante à cette vitesse

Tableau V.3 : vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation (noyaux d'olive) pour les différentes hauteurs de lit

| H (mm) | 30 | 40 | 50 |
|----------------------------------|------|------|------|
| ΔP (cm H ₂ O) | 0,8 | 0,95 | 1,1 |
| U_{mf} (cm / s) | 1,17 | 1,34 | 1,53 |

Tableau V.4 : vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation (noyaux de datte) pour les différentes hauteurs de lit

| | | | |
|----------------------------------|------|------|------|
| H (mm) | 30 | 40 | 50 |
| ΔP (cm H ₂ O) | 0.9 | 1.0 | 1.2 |
| U_{mf} (cm / s) | 1.21 | 1.38 | 1.55 |

V.1.3.Comparaison des différents résultats:

A partir des ces résultat nous avons remarque que la vitesse de fluidisation varie avec plusieurs paramètre tell que la granulométrie la quantité de solide utilise et aussi la nature de solide utilisé.

Le tableau suivante représente la comparaison de la vitesse minimale de fluidisation et parte de charge entre ces deux matériaux

Tableau V. 5 : comparaison de la vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation pour les différentes tranches granulométrique.

| Type de solide d_p (mm) | U_{mf} (cm / s) | | ΔP (cm H ₂ O) | |
|------------------------------|-------------------|-----------------|----------------------------------|-----------------|
| | Noyaux d'olive | Noyaux de datte | Noyaux d'olive | Noyaux de datte |
| [0.314 – 0.4] | 1.18 | 1.22 | 0.8 | 0.9 |
| [0.4 ,0.5] | 1.37 | 1.41 | 0.7 | 0.8 |
| [0.5 – 0.6] | 1.57 | 1.61 | 0.55 | 0.6 |

À partir de tableau V.5 nous avons remarque que

La vitesse minimale de fluidisation du solide dur est plus élevé que celle de solide moins dure pour toutes les tranches granulométrique cette déférence augmente avec l'augmentation de diamètre des particules solide

Chapitre V : Résultat et discussion

La perte de charge du solide dur est plus élevée que celle de solide moins dure la différence est de l'ordre de 0.1 cmH₂O cette différence est la même pour toutes les tranches granulométriques.

Tableau V. 6 : comparaison de la vitesse minimale et perte de charge de la fluidisation pour les différentes hauteurs de lit

| Type de solide <i>H</i> (mm) | U_{mf} (cm / s) | | ΔP (cm H ₂ O) | |
|---------------------------------|-------------------|--------------------|----------------------------------|--------------------|
| | Noyaux d'olive | Noyaux de datte | Noyaux d'olive | Noyaux de datte |
| 30 (mm) | 1.18 | 1.22 | 0.8 | 0.9 |
| 40 (mm) | 1.34 | 1.38 | 0.95 | 1.0 |
| 50 (mm) | 1.53 | 1.55 | 1.1 | 1.2 |

À

partir de **tableau V.6** nous avons remarqué que

Pour toutes les différentes hauteurs de lit nous avons remarqué que la vitesse minimale de fluidisation du solide dur est plus élevée que celle de solide moins dure

La perte de charge du solide dur est plus élevée que celle de solide moins dure (de l'ordre de 0.1 cm H₂O) pour les différentes hauteurs de lit

A partir de ces résultats, les bons paramètres de fonctionnement de colonne sont :

La granulométrie [**0.314 – 0.4**] mm

La hauteur de lit 30 mm

V.2.Caractérisation de charbon actif :

V.2.1.Activation avec l'air

V.2.1.1.Effet de la vitesse de fluidisation

L'indice d'iode et l'indice de bleu de méthylène sont des paramètres très important dans la caractérisation des charbons actifs. Afin de comparer les charbons actifs obtenus avec différents vitesse de fluidisation, nous avons mesuré ces indices pour ces adsorbants et les résultats regroupés dans le tableau V.7, V.8 et les figures V.5 et V.6les représente sous forme d'histogramme

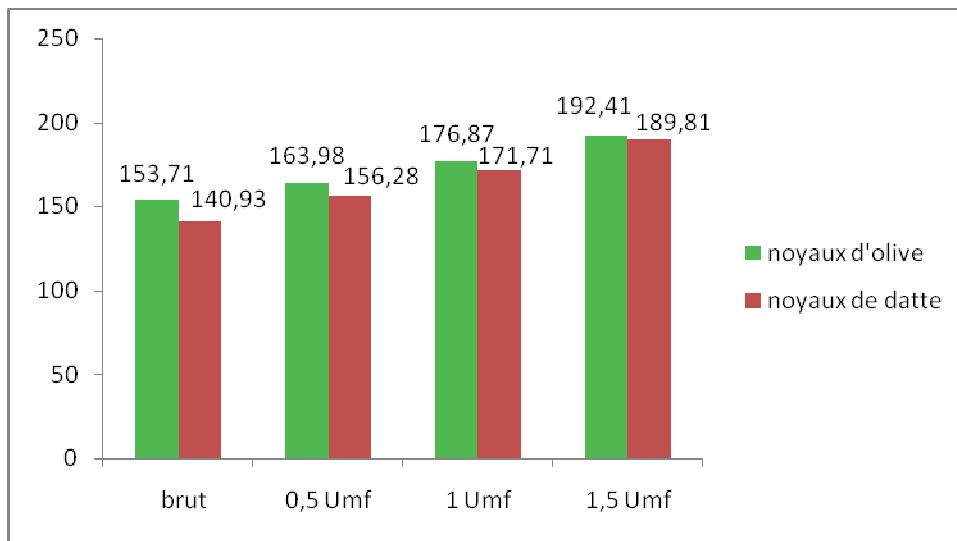


Figure V.5 : Indice d'iode de charbon actif avec l'air pour différents vitesse de fluidisation

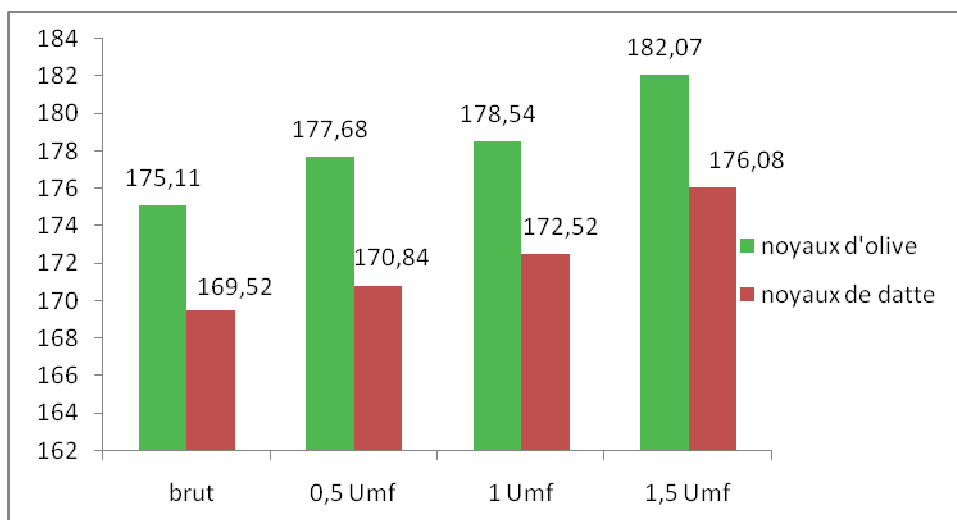


Figure V.6 : Indice de bleu de méthylène de charbon actif avec l'air pour différentes vitesses de fluidisation

Chapitre V : Résultat et discussion

Ces résultats montrent que la porosité du charbon actif augmente avec l'augmentation de la vitesse de fluidisation parce que l'augmentation de la vitesse de fluidisation provoque une augmentation de la quantité d'air utilisée, la valeur de l'indice d'iode est de 192 mg/g pour les noyaux d'olive et 189 mg/g pour les noyaux de datte, pour l'indice de bleu de méthylène augmente jusqu'à 182 mg/g et 176 mg/g pour les noyaux d'olive et de datte respectivement pour une vitesse de $1,5 U_{mf}$, donc la surface de charbon actif augmente avec l'augmentation de la vitesse de fluidisation. Les résultats sont représentés dans le tableau suivante

Tableau V.7: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour différentes vitesses de fluidisation (noyaux d'olive)

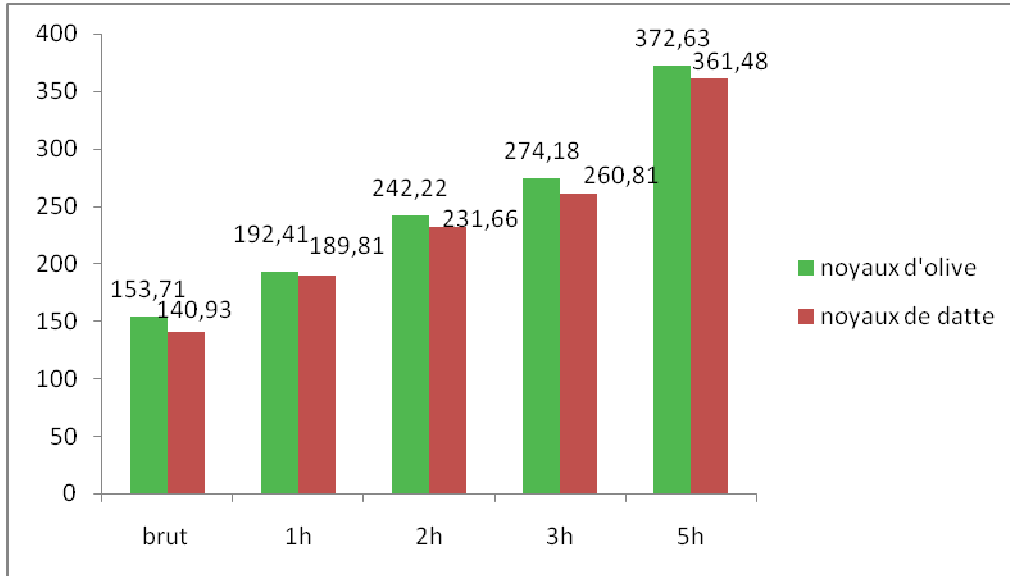
| Charbon actif | Indice d'iode | Indice de bleu de méthylène |
|-----------------------|---------------|-----------------------------|
| Noyaux d'olive brut | 153,71 | 175,11 |
| $C_{O-A-1-0.5U_{mf}}$ | 163,98 | 177,68 |
| $C_{O-A-1-U_{mf}}$ | 176,87 | 178,54 |
| $C_{O-A-1-1.5U_{mf}}$ | 192,41 | 182,07 |

Tableau V.8: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour différentes vitesses de fluidisation (noyaux de datte)

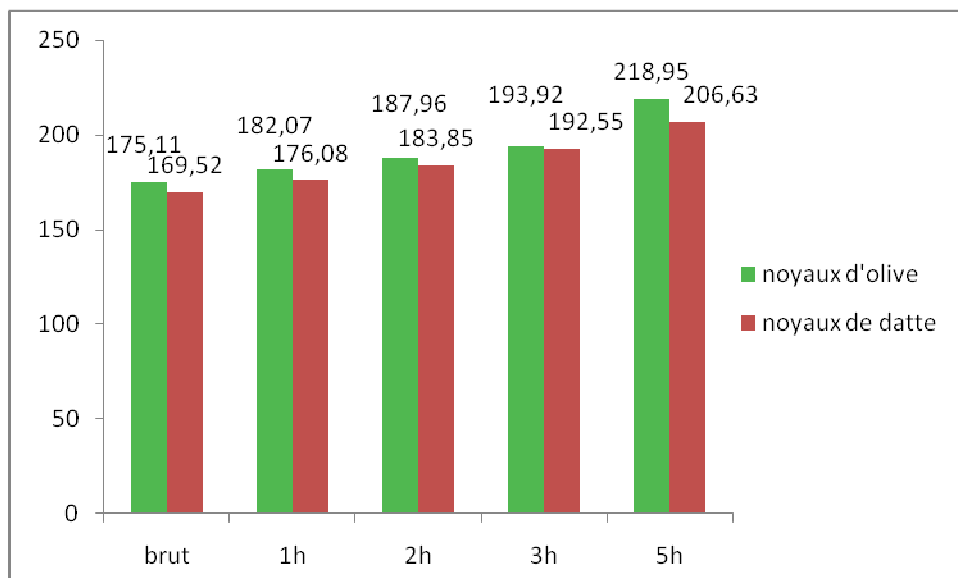
| Charbon actif | Indice d'iode | Indice de bleu de méthylène |
|-----------------------|---------------|-----------------------------|
| Noyaux de datte brut | 140,94 | 169,52 |
| $C_{D-A-1-0.5U_{mf}}$ | 156,28 | 170,84 |
| $C_{D-A-1-U_{mf}}$ | 171,71 | 172,52 |
| $C_{D-A-1-1.5U_{mf}}$ | 189,81 | 176,08 |

V.2.1.2. Effet de temps de séjour :

Les figures V.7 et V.8 représente la variation de l'indice d'iode et de bleu de méthylène pour les charbons actifs préparé avec l'aire pour les noyaux d'olive et de datte avec différente vitesse de fluidisation



Figures. V.7: variation de l'indice de bleu de méthylène de charbon actif avec l'air pour différents temps de séjour



Figures. V.8 : variation de l'indice de bleu de méthylène de charbon actif avec l'air pour différents temps de séjour

Chapitre V : Résultat et discussion

Ces résultats montrent que le temps d'activation ayant un effet très importante dans l'activation de charbon, la surface spécifique de charbon active augmenté avec l'augmentation de temps d'activation ce qui confirme par les valeurs de l'indice d'iode 372,63mg/g et 361,48mg/g pour les noyaux d'olive et de datte respectivement, l'indice de bleu de méthylène augmenté encoure de 218,59mg/g et 206,63mg/g pour les noyaux d'olive et de datte respectivement avec un vitesse de 1,5 U_{mf} et de 5h de temps d'activation . Les tableaux suivent représente les différents résultats obtenir

Tableau V.9: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par l'air pour différents vitesse de fluidisation (noyaux d'olive)

| Charbon actif | Indice d'iode | Indice de bleu de méthylène |
|----------------------------------|---------------|-----------------------------|
| Noyaux d'olive brut | 153,71 | 140,93 |
| C _O -A-1-1.5 U_{mf} | 192,41 | 189,81 |
| C _O -A-2-1.5 U_{mf} | 242,22 | 231,66 |
| C _O -A-3-1.5 U_{mf} | 274,18 | 260,81 |
| C _O -A-5-1.5 U_{mf} | 372,63 | 218,95 |

Tableau V.10: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par l'air pour différents vitesse de fluidisation (noyaux de datte)

| Charbon actif | Indice d'iode | Indice de bleu de méthylène |
|----------------------------------|---------------|-----------------------------|
| Noyaux de datte brut | 175,11 | 169,52 |
| C _D -A-1-1.5 U_{mf} | 182,07 | 176,08 |
| C _D -A-2-1.5 U_{mf} | 187,96 | 183,85 |
| C _D -A-3-1.5 U_{mf} | 193,92 | 192,55 |
| C _D -A-5-1.5 U_{mf} | 218,95 | 206,63 |

Nous avons utilisé dans cette partie l'air avec une vitesse de fluidisation élevé et un temps importante, la surface développé par le charbon actif et très faible parce que l'air est un oxydante très faible donc on va utiliser un oxydant forte c'est l'eau.

V.2.2.Activation avec la vapeur d'eau :

V.2.2.1. Effet de la vitesse de fluidisation :

Les figures V.9 et V.10 représente la variation de l'indice d'iode et de bleu de méthylène pour les charbons actifs préparés avec la vapeur d'eau pour les noyaux d'olive et de datte avec différentes vitesses de fluidisation

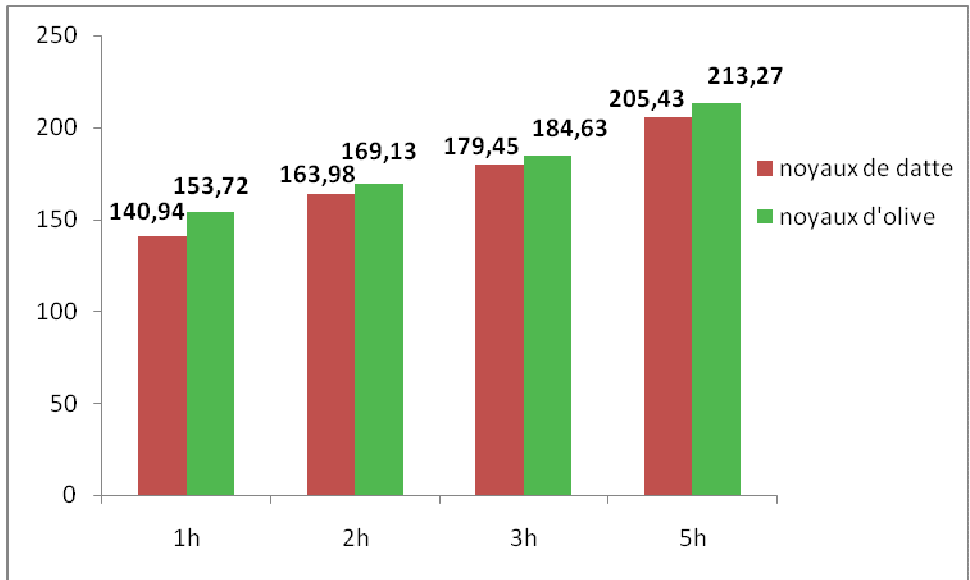


Figure V.9 : Indice d'iode de charbon actif avec vapeur d'eau pour différentes vitesses de fluidisation

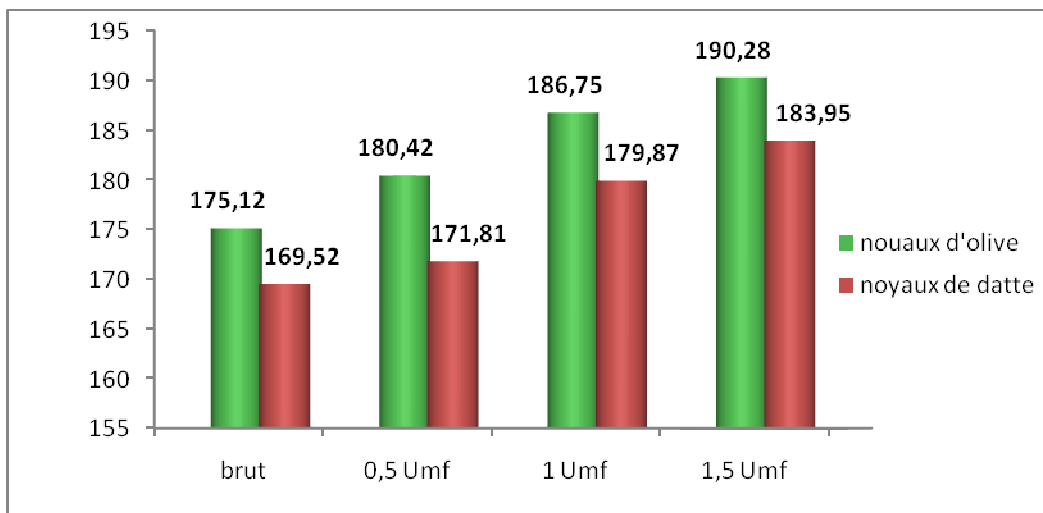


Figure V.10 : Indice de bleu de méthylène de charbon actif avec vapeur d'eau pour différentes vitesses de fluidisation

Tableau V.11: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour différents vitesse de fluidisation (noyaux d'olive)

| Charbon actif | Indice d'iode | Indice de bleu de méthylène |
|-----------------------|---------------|-----------------------------|
| Noyaux d'olive brut | 153,71 | 175,52 |
| $C_{O-H-1-0.5U_{mf}}$ | 169,13 | 180,42 |
| $C_{O-H-1-U_{mf}}$ | 184,63 | 186,75 |
| $C_{O-H-1-1.5U_{mf}}$ | 213,27 | 190,28 |

Tableau V.12: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour différents vitesse de fluidisation (noyaux de datte)

| Charbon actif | Indice d'iode | Indice de bleu de méthylène |
|-----------------------|---------------|-----------------------------|
| Noyaux de datte brut | 140,94 | 169,94 |
| $C_{D-H-1-0.5U_{mf}}$ | 163,98 | 171,81 |
| $C_{D-H-1-U_{mf}}$ | 179,46 | 179,87 |
| $C_{D-H-1-1.5U_{mf}}$ | 205,43 | 183,95 |

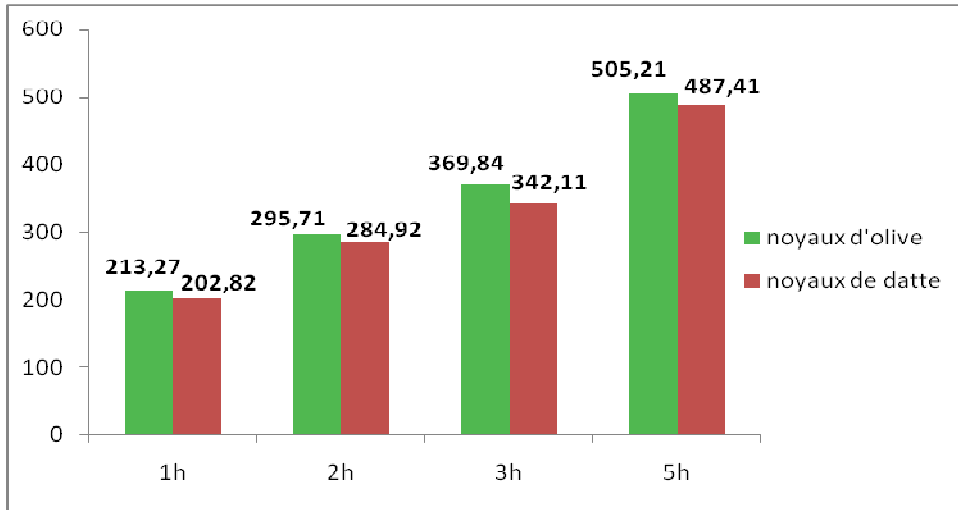
Ces données suggèrent que la vitesse de fluidisation ait une influence significative sur le développement de la porosité de charbon actif.

L'augmentation de la vitesse de fluidisation (débit de vapeur d'eau) 0,5fois, 1fois et 1,5fois de U_{mf} provoque une augmentation d'indice d'iode de 38,92% dans le cas de charbon actifs produit par les noyaux d'olive et 45,77% dans le cas de charbon actifs produit par les noyaux de datte

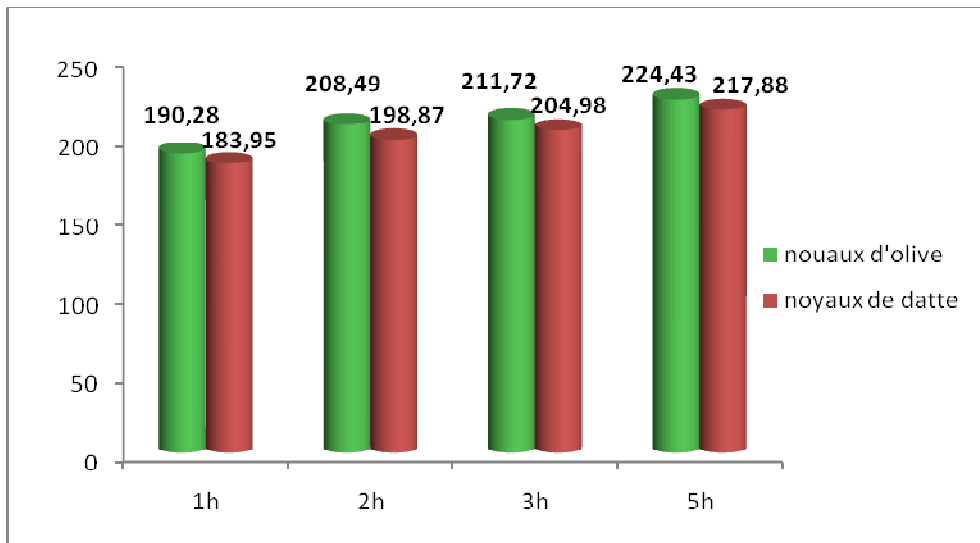
Ces résultats montrent aussi que le $C_{AO-1-1.5U_{mf}}$ ayant une surface des micropores supérieurs à celle de $C_{AD-1-1.5U_{mf}}$

V.2.2.2. Effet de temps de séjour :

Les résultats de l'activation de charbon actif produit par les noyaux d'olive et de datte en fonction de temps sont présentés dans les figures. V.11, V.12 pour l'indice d'iode et l'indice de bleu de méthylène respectivement



Figures. V.11 : variation de l'indice d'iode avec la tempe de séjour



Figures. V.12 : variation de bleu de méthylène avec le temps de séjour

Tableau V.13: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour différents temps de séjour (noyaux d'olive)

| Charbon actif | Indice d'iode | Indice de bleu de méthylène |
|---|---------------|-----------------------------|
| Noyaux d'olive brut | 153,71 | 153,71 |
| C _O -H-1-1.5U _{m,f} | 169,13 | 169,13 |
| C _O -H-2-1.5U _{m,f} | 184,63 | 184,63 |
| C _O -H-3-1.5U _{m,f} | 213,27 | 213,27 |
| C _O -H-5-1.5U _{m,f} | 213,27 | 213,27 |

Tableau V.14: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par la vapeur d'eau pour différents temps de séjour (noyaux de datte)

| Charbon actif | Indice d'iode | Indice de bleu de méthylène |
|---|---------------|-----------------------------|
| Noyaux de datte brut | 140,94 | 153,71 |
| C _D -H-1-1.5U _{m,f} | 163,98 | 169,13 |
| C _D -H-2-1.5U _{m,f} | 179,46 | 184,63 |
| C _D -H-3-1.5U _{m,f} | 205,43 | 213,27 |
| C _D -H-5-1.5U _{m,f} | 205,43 | 213,27 |

Ces résultats montrent que le temps de séjour est un paramètre plus important dans le processus d'activation.

L'augmentation de temps d'activation de 1h, 2h, 3h, et 5h amené à une augmentation de l'indice d'iode de 2.25 fois et 2.26 fois pour le charbon actif produits avec les noyaux d'olive et de datte respectivement cette augmentation du à l'augmentation de la consommation de la vapeur d'eau avec le temps

V.2.3.Activation avec mélange de l'air et vapeur d'eau :

Les figures V.13, V.14,V.15 et V.16 représente la variation de l'indice d'iode pour des charbons actifs obtenus pour les températures de 100°C, 200°C, 300°C et 400°C pour une durée de 1h, 2h, et 3h d'activation avec un mélange de 50% de vapeur d'eau et 50% d'air.

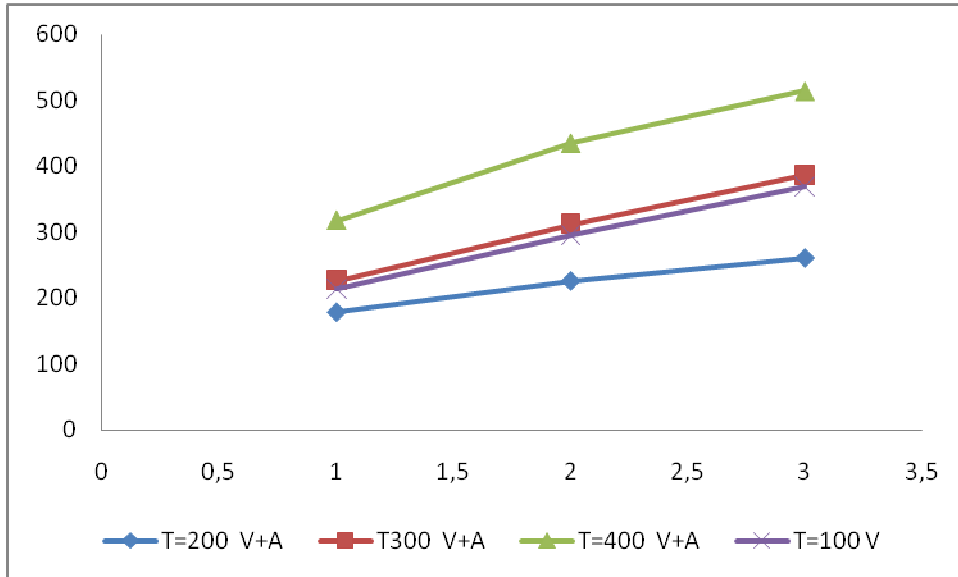


Figure V.13 : valeurs de l'indice d'iode pour les noyaux d'olive activée avec différents température

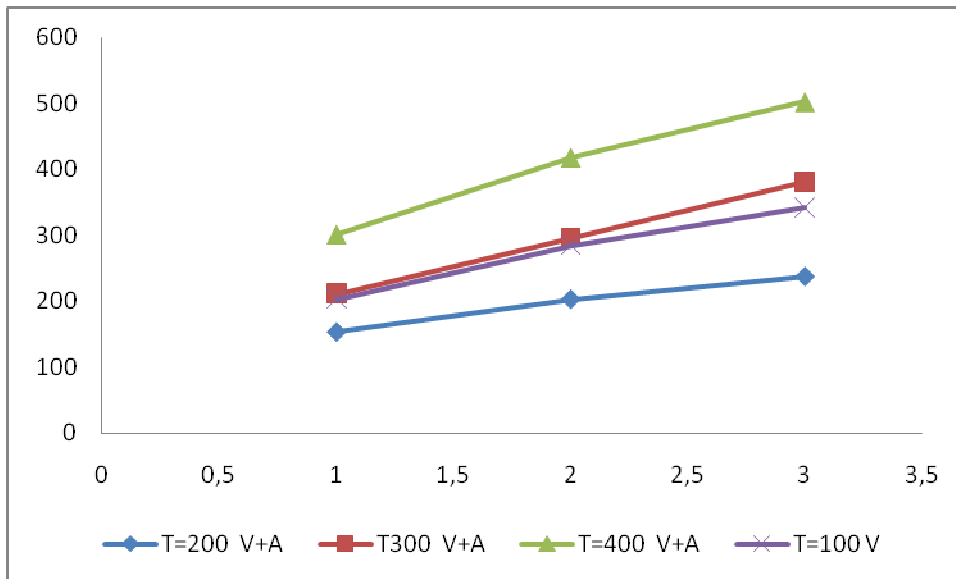


Figure V.14 : valeurs de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec différents température

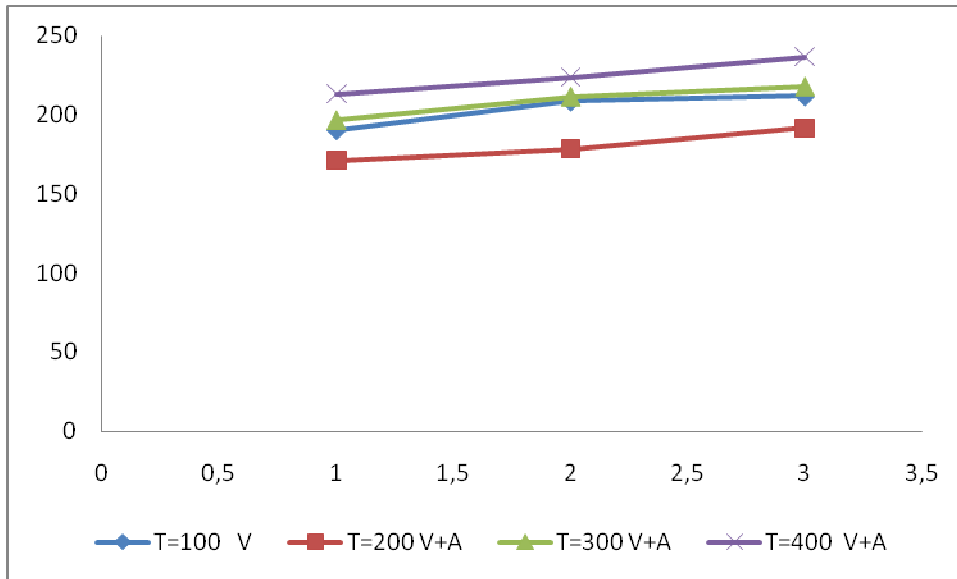


Figure V.15: valeurs de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec différents température

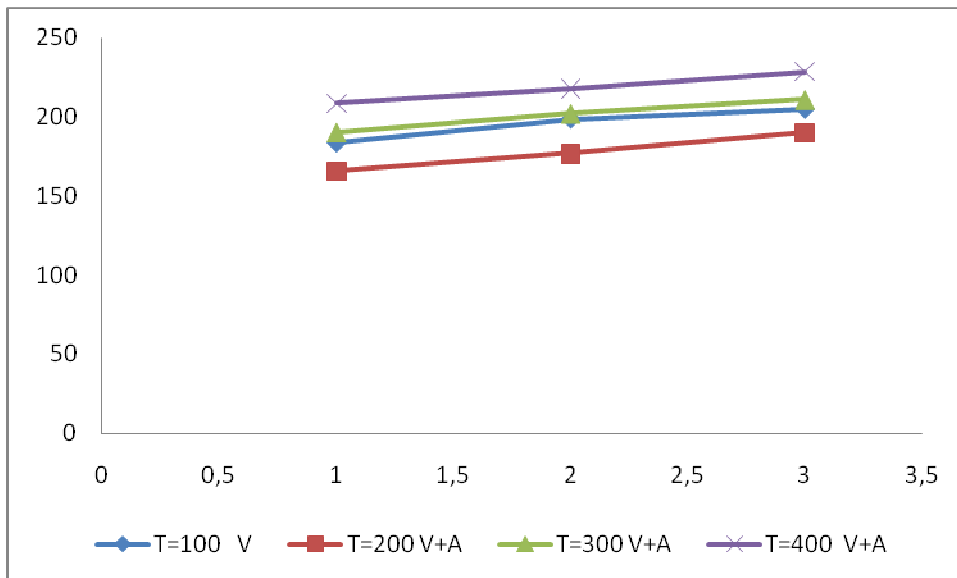


Figure V.16 : valeurs de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux de datte activée avec différents température

Chapitre V : Résultat et discussion

Les tableaux suivants représentent les différents résultats obtenus

Tableau IV.15: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par l'air pour différentes températures (noyaux d'olive)

| Charbon actif | Indice d'iode | Indice de bleu de méthylène |
|-------------------------|---------------|-----------------------------|
| $C_{O-3-100-1.5U_{mf}}$ | 505,208476 | 224,42 |
| $C_{O-3-200-1.5U_{mf}}$ | 260,81708 | 191,51 |
| $C_{O-3-300-1.5U_{mf}}$ | 386,643056 | 217,79 |
| $C_{O-3-400-1.5U_{mf}}$ | 514,169445 | 236,65 |

Tableau IV.16: Indice d'iode et de bleu de méthylène de charbon actif par l'air pour différentes températures (noyaux de datte)

| Charbon actif | Indice d'iode | Indice de bleu de méthylène |
|-------------------------|---------------|-----------------------------|
| $C_{D-3-100-1.5U_{mf}}$ | 487,41 | 217,87 |
| $C_{D-3-200-1.5U_{mf}}$ | 236,93 | 189,98 |
| $C_{D-3-300-1.5U_{mf}}$ | 381,02 | 210,97 |
| $C_{D-3-400-1.5U_{mf}}$ | 502,23 | 228,56 |

Une première constatation est que pour les quatre graphes la température de 400°C permet de développer des surfaces spécifiques des plus élevées que les trois autres températures ce qui est confirmé par l'indice d'iode et de bleu de méthylène.

Un indice d'iode de 514 mg / g et de 502 mg / g pour les noyaux d'olive et les noyaux de datte respectivement activés avec un mélange d'air et de vapeur d'eau pendant 3h à température de 400°C, plus élevé à celle des noyaux d'olive et de datte activés avec la vapeur d'eau pendant 5h (505 mg / g et 487mg / g) respectivement à température de 100°C.

Un indice de bleu de méthylène de 235 mg / g et de 228 mg / g pour les noyaux d'olive et les noyaux de datte respectivement activés avec un mélange d'air et de vapeur d'eau pendant 3h à 400°C, plus élevé à celle des noyaux d'olive et de datte activés avec la vapeur d'eau pendant 5h (211 mg / g et 204mg / g) respectivement à température de 100°C.

Pour la température de 400°C, les surfaces spécifiques les plus élevés sont atteintes aux temps courts. En effet, pour une durée de 1.6 h pour les noyaux d'olive et 1.65 pour les noyaux de datte, la surface spécifique atteint son maximum pour cette température.

Pour la température de 100 °C une indice d'iode de 369 mg/g et un indice de bleu de méthylène de 211 mg/g pour les noyaux d'olive, une indice d'iode de 342 mg/g et un indice de bleu de méthylène de 204 mg/g pour les noyaux de datte est atteinte à une durée d'activation de 3h avec la vapeur d'eau

L'indice d'iode et de bleu de méthylène diminue très légèrement pour une température de 200°C atteinte une valeur d'indice d'iode de 260 mg/g pour les noyaux d'olive et de 236mg/g pour les noyaux de, une valeur d'indice de bleu de méthylène de 191 mg/g pour les noyaux d'olive et de 189mg/g pour les noyaux de datte activée avec un mélange d'aire et de vapeur d'eau à 3h

Les surfaces spécifiques développées à 200°C sont moins importantes que celles obtenues à 100°C, 300°C e 400°C

CONCLUSION
GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Ce travail a été consacré à l'étude du processus d'activation physique d'un déchet d'origine végétale provenant du dénoyautage des olives et de datte dans un réacteur à lit fixe et fluidisée.

Nous avons divisé notre étude en trois parties :

Au cours de la première partie de ce travail, nous avons étudié l'hydrodynamique de lit fluidisée, la relation entre la masse de quantité de solides avec les différents paramètres opérationnels (diamètre des particules, débit de gaz de fluidisation), l'utilisation des noyaux d'olive de diamètres [0.314 – 0.4] mm permet d'atteindre une perte de charge de 0.8 cm H₂O et de vitesse minimale de fluidisation 1.18(cm / s), ce qui concerne les noyaux de datte l'utilisation des grains de diamètres [0.314 – 0.4] mm permet d'atteindre une perte de charge de 0.9 cm H₂O et de vitesse minimale de fluidisation 1.22 (cm / s) . Un deuxième facteur plus important est la hauteur de lit utilisé, la valeur de vitesse de fluidisation la plus faible 1.17 (cm / s) avec une perte de charge de 0.8 cm H₂O obtenu pour les noyaux d'olive de 30 mm de hauteur de lit, pour les noyaux de datte de 30 mm de hauteur de lit nous avons obtenu une valeur de 1.22 (cm / s) la vitesse de fluidisation et de 0.9 cm H₂O la perte de charge

La deuxième partie de cette étude a été consacrée à la préparation des charbons actifs par l'activation chimique avec un agent oxydant tel que l'air, la vapeur d'eau et en fin nous avons utilisé un mélange de d'air et de vapeur d'eau, nous avons utilisé des graine de diamètres [0.314 – 0.4] mm avec 30 mm hauteur de lit

Dans la troisième partie, nous avons étudié des différentes de caractérisation de la surface du charbon actif préparé, la méthode est de déterminer l'indice d'iode et de bleu de méthylène pour les différents charbons active préparée, nous pouvons tirer les conclusions suivantes

Activation avec l'aire :

- Un indice d'iode de 372,63mg/g pour les noyaux de d'olive et 361,48 mg/g pour les noyaux de datte
- Un indice de bleu de méthylène 218,95 de mg/g pour les noyaux de d'olive et 206,63 mg/g pour les noyaux de datte

CONCLUSION GENERALE

Activation avec la vapeur d'eau :

- Un indice d'iode de 505,21mg/g pour les noyaux de d'olive et 487,41 mg/g pour les noyaux de datte
- Un indice de bleu de méthylène 224,43 mg/g pour les noyaux de d'olive et 217,88 mg/g pour les noyaux de datte

Activation avec un mélange de l'air et de vapeur d'eau (50%) :

- Un indice d'iode de 514, 16 mg/g pour les noyaux de d'olive et 502,23 mg/g pour les noyaux de datte à T=400 °C
- Un indice de bleu de méthylène 236,65 de mg/g pour les noyaux de d'olive et 228,56 mg/g pour les noyaux de datte à T=400 °C

Comparativement avec le résultat de la première partie on peut dire que la vitesse minimale de fluidisation augmente avec l'augmentation de la taille et de la quantité des particules, par contre la perte de charge diminuée avec l'augmentation de la taille et de la quantité des particules.

La vitesse de fluide et le temps de séjour à une influence importante sur le processus d'activation l'augmentation de la vitesse de fluide ou temps de séjour provoquer un augmentation de la surface développée par le charbon active.

La température à une influence importante sur le processus d'activation.

La compositions chimique du gaz de fluidisation joue un rôle très importante dans le processus d'activation.

Finalement, il est souhaitable d'appliquer cette méthode activation au lieu d'utiliser de composé chimique polluantes afin de le valoriser davantage dans la lutte contre la pollution de l'environnement.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [1]. **Villiermaux J.** "Les réacteurs chimiques solaires", Entropie, 85, pp. 25-31, 1979.
- [2]. Fluid flow through packed and fluid bed sche 381: unit operations laboratory 2005
- [3]. **MAXIME NICOLAS.** Ecoulements dans les milieux poreux .Thèse de doctorat en physique et modélisation à l'université de Provence, Marseille
- [4]. Fluid flow through packed and fluid bed sche 381: unit operations laboratory 2005
- [5]. **Juan Gabriel GARCIA MALDONADO.** Effet des caractéristiques physiques des matériaux sur l'hydrodynamique et le transfert de matière des lits fixes fonctionnant a co-courant ascendant de gaz et de liquide. Thèse de doctorat en génie des procédés et de l'environnement présentées à l'institut national des sciences appliquées de Toulouse 2005
- [6]. **Anthony Goncalves** développement d'un système de combustion pour les résidus forestiers université du Québec à Chicoutimi 2010
- [7]. **Arezki BOUNACEUR.** Interaction lit fluidisé de particules solides-rayonnement solaire concentré pour la mise au point d'un procédé de chauffage de gaz à plus de 1000 K. Thèse de doctorat en Energétique présentées à l'école nationale supérieure des mines de paris 2008
- [8]. **Jianzhong YANG.** hydrodynamics and liquid-solid mass transfer in non-conventional fluidized beds. Thèse de doctorat en sciences techniques présentées à l'école polytechnique fédérale de Lausanne 1999
- [9]. **R. Shankar Subramanian** Flow through Packed Beds and Fluidized Beds
- [10]. **J. Ruud van Ommen & Naoko Ellis** Fluidization JMBC/OSPT course Particle Technology 2010
- [11]. **R. Rihani A. Bensmaïli F. Kaïdi et M. Belhamel** Etude de la distribution des pertes de charge des systèmes diphasiques dans un réacteur torique en pyrex Faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés, U.S.T.H.B., Bab - Ezzouar, Alger 20 Décembre 2006
- [12]. **TSEHENO NIRINA RANDRIANARIVELO** .Etude numérique des interactions hydrodynamiques fluides/solides : application aux lits fluidisés. Thèse de doctorat en mécanique. Présentées à l'université bordeaux école doctorale des sciences physiques et de l'ingénieur 2005.
- [13]. **Loïc BAUSSARON.** Etude du mouillage partiel et du transfert de matière liquide-solide en réacteur à lit fixe arrose. Thèse de doctorat en Génie des Procédés et de l'Environnement, présentées à l'institut national polytechnique de Toulouse 2005

Références bibliographiques

- [14]. **Shakourzadeh, Khali** Techniques de fluidisation, juin 2010
- [15]. **H. S. Mickley . D. E Fairbanks**, "Mechanism of Heat Transfer to Fluidized Beds,"
- [16]. **Jean-Claude CHARPENTIER** Éléments de mécanique des fluides Application aux milieux poreux Techniques de l'Ingénieur, traité Génie des procédés J 1 065
- [17]. **JEAN-PHILIPPE LAVIOLETTE**. Réactions homogènes en phase gazeuse dans les lits fluidisés thèse de doctorat en génie chimique présentées à l'université de Montréal 2010
- [18]. **Julien Omlin, Lydie Chesaux** Évaluation de charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines présentées à l'école polytechnique fédérale de Lausanne Mai 2010
- [19]. **Gareth Chaplin Monitoring** Fluidized Bed Dryer Hydrodynamics Using Pressure Fluctuations and Electrical Capacitance Tomography BScE.(ChE.), University of New Brunswick, (2001)
- [20]. **J. S. N. Murthy, G. K. Roy, & K. J. R. Sarma** Heat & Mass Transfer Studies in Semifluidized Beds—A Review CHEMICAL ENGINEERING WORLD Vol. XI, No. 2, février 1976
- [21]. **Robert FORO** conception et caractérisation d'un réacteur solaire à lit fluidise annulaire application a la décarbonatation docteur ingénieure université de perp ignan juin 1981
- [22]. **James We1** advances in chemical engineering volume 20 Fast Fluidization Editor-in-Chief 1994
- [23]. **Daizokuni Octave Levenspie I** bubbling bed model for kinetic processes in fluidized beds Gas-Solid Mass and Heat Transfer and Catalytic Reactions vol. 7 . 1968
- [24]. **Guangxi Vue Hai Zhang Changsui Zhao Zhongyang Luo** Proceedings of the 20th International Conference on Fluidized Bed Combustion Verlag Berlin Heidelberg 2009
- [25]. **P.G. Smith** Introduction to Food Process Engineering Second Edition Business Media, LLC 2011
- [26]. **S.S. ZABRODSKY**, Int. J. of Heat and Mass Transfer
- [27]. **Laurent Julien** étude du fonctionnement d'un réacteur a lit fluidisé et a alimentation séquentielle master recherche chimie et microbiologie de l'eau université de limoges 2006
- [28]. **P.Trampouze, H.Van Landeghem et J.P.Wauquier**. Les réacteurs chimiques, conception / calcule / mise en œuvre. Edition Technip 1984
- [29]. **ILYES BENNAMOUN** .contribution à l'étude des transferts couples avec changement de phase dans un milieu poreux. Influence des conditions d'air variables sur les cinétiques de séchage et le comportement global d'un séchoir solaire. Thèse de doctorat en génie climatique présentées à l'université mentor Constantine

Références bibliographiques

- [30]. **Tanja Lipsanen** process analytical technology approach on fluid bed granulation and drying Helsinki 2008
- [31]. **H. S. Mickley . D. E Fairbanks**, "Mechanism of Heat Transfer to Fluidized Beds,"
- [32]. **BAKKAS, M. MADA ET M. TAHRI**. Modélisation et Simulation du Transfert de Chaleur et de Masse à l'Intérieur d'un Réacteur de Charbon Actif Réagissant avec de l'Ammoniac Couplé à un Caloduc Annulaire à Eau Rev. Energ. Ren. : Journées de Thermique (2001)
- [33]. **Boonamnuayvitaya, V., Chaiya, C., Tanthapanichakoon W.** The preparation and characterisation of activated carbon from coffee residue, J. Chem. Eng. Japan, (2004).
- [34]. **G. K. ROY & K. J. R. SARMA** Fluidized bed heat transfer Chemical Processing & Engineering, February 1970
- [35]. **BARKA Noureddine** Etude comparative des propriétés d'adsorption de quelques micro-polluants sur les phosphates naturels et le charbon actif. Faculté des Sciences d'Agadir 2004
- [36]. **Gaetan Couderc** Contribution à l'étude de l'adsorption binaire par les carbons non poreux et poreux these de doctorate à l'université de LYON I 2002
- [37]. **Lynda AICHE BELKADI**. Modification des propriétés de surface de poudres en lit fluidise assiste par une post de charge thèse de doctorat en Matériaux et Procèdes Plasma présentées à l'Université de Toulouse III-Paul Sabatier 2009
- [38]. **Papiya Roy, Manish Vashishthaa, Rajesh Khannaa, Duvvuri Subbaraob** Heat and mass transfer study in fluidized bed granulation—Prediction of entry length 2009 42
- [39]. **B. Formisani and R. Girimonte**Experimental Analysis of the Fluidization Process of Binary Mixtures of Solids. Universities à DELLA CALABRIA 2003
- [40]. **TERMOUL Mourad** préparation et caractérisation d'un charbon actif a partir de noyaux d'olive pour l'adsorption de substances organiques et inorganiques thèse de doctorat à université de Mostaganem Janvier 2009

ANNEXE

Annexe

Tableau V.17 : Effet de la granulométrie sur la perte de charge noyaux d'olive

| Q (cm ³ /min) | dp = [0,6 -0,5] mm | | dp= [0,5 -0,4] mm | | dp= [0,4 -0,315] mm | |
|--------------------------|--------------------|-------------------------------|-------------------|-------------------------------|---------------------|-------------------------------|
| | H (mm) | delta P(Cm H ₂ o) | H (mm) | delta P(Cm H ₂ o) | H (mm) | delta P(Cm H ₂ o) |
| 0 | 30 | 0 | 30 | 0 | 30 | 0 |
| 1 | 30 | 0,1 | 31 | 0,3 | 32 | 0,4 |
| 1,5 | 31 | 0,2 | 32 | 0,4 | 33 | 0,55 |
| 2 | 32 | 0,3 | 33 | 0,5 | 34 | 0,7 |
| 2,5 | 33 | 0,4 | 34 | 0,6 | 34 | 0,8 |
| 3 | 34 | 0,5 | 35 | 0,7 | 36 | 0,9 |
| 3,5 | 35 | 0,55 | 36 | 0,8 | 38 | 0,9 |
| 4 | 37 | 0,6 | 38 | 0,8 | 41 | 0,9 |
| 4,5 | 38 | 0,6 | 40 | 0,8 | 43 | 0,9 |
| 5 | 40 | 0,6 | 42 | 0,8 | 45 | 0,9 |
| 5,5 | 43 | 0,6 | 45 | 0,8 | 48 | 0,9 |
| 6 | 45 | 0,6 | 47 | 0,8 | 50 | 0,9 |

Tableau V.18: Effet de la hauteur de lit sur la perte de charge noyaux d'olive

| Q (cm ³ /min) | H= 30 mm | | H= 40 mm | | H= 50 mm | |
|--------------------------|----------|-------------------------------|----------|-------------------------------|----------|-------------------------------|
| | H (mm) | delta P(Cm H ₂ o) | H (mm) | delta P(Cm H ₂ o) | H (mm) | delta P(Cm H ₂ o) |
| 0 | 30 | 0 | 50 | 0 | 60 | 0 |
| 1 | 32 | 0,4 | 50 | 0,5 | 60 | 0,6 |
| 1,5 | 33 | 0,55 | 50 | 0,65 | 60 | 0,75 |
| 2 | 32 | 0,7 | 50 | 0,8 | 60 | 0,9 |
| 2,5 | 34 | 0,8 | 50 | 0,9 | 60 | 1 |
| 3 | 35 | 0,9 | 50 | 0,95 | 60 | 1,1 |
| 3,5 | 38 | 0,9 | 50 | 1 | 60 | 1,15 |
| 4 | 49 | 0,9 | 51 | 1 | 62 | 1,2 |
| 4,5 | 42 | 0,9 | 51 | 1 | 62 | 1,2 |
| 5 | 46 | 0,9 | 52 | 1 | 63 | 1,2 |
| 5,5 | 48 | 0,9 | 53 | 1 | 63 | 1,2 |
| 6 | 59 | 0,9 | 53 | 1 | 66 | 1,2 |

Annexe

Tableau V.19: Effet de la granulométrie sur la perte de charge noyaux de datte

| Q (cm ³ /min) | dp = [0,6 -0,5] mm | | dp= [0,5 -0,4] mm | | dp= [0,4 -0,315] mm | |
|--------------------------|--------------------|-------------------------------|-------------------|-------------------------------|---------------------|-------------------------------|
| | H (mm) | delta P(Cm H ₂ O) | H (mm) | delta P(Cm H ₂ O) | H (mm) | delta P(Cm H ₂ O) |
| 0 | 30 | 0 | 30 | 0 | 30 | 0 |
| 1 | 30 | 0,1 | 31 | 0,2 | 32 | 0,3 |
| 1,5 | 31 | 0,15 | 32 | 0,3 | 33 | 0,45 |
| 2 | 32 | 0,2 | 33 | 0,4 | 34 | 0,6 |
| 2,5 | 33 | 0,3 | 34 | 0,5 | 34 | 0,7 |
| 3 | 34 | 0,4 | 35 | 0,6 | 36 | 0,8 |
| 3,5 | 35 | 0,5 | 36 | 0,7 | 38 | 0,8 |
| 4 | 37 | 0,55 | 38 | 0,7 | 41 | 0,8 |
| 4,5 | 38 | 0,55 | 40 | 0,7 | 43 | 0,8 |
| 5 | 40 | 0,55 | 42 | 0,7 | 45 | 0,8 |
| 5,5 | 43 | 0,55 | 45 | 0,7 | 48 | 0,8 |
| 6 | 45 | 0,55 | 47 | 0,7 | 50 | 0,8 |

Tableau V .20 : Effet de la hauteur de lit sur la perte de charge noyaux de datte

| Q (cm ³ /min) | H= 30 mm | | H= 40 mm | | H= 50 mm | |
|--------------------------|----------|-------------------------------|----------|-------------------------------|----------|-------------------------------|
| | H (mm) | delta P(Cm H ₂ O) | H (mm) | delta P(Cm H ₂ O) | H (mm) | delta P(Cm H ₂ O) |
| 0 | 30 | 0 | 50 | 0 | 60 | 0 |
| 1 | 32 | 0,3 | 50 | 0,4 | 60 | 0,45 |
| 1,5 | 33 | 0,45 | 50 | 0,55 | 60 | 0,65 |
| 2 | 34 | 0,6 | 50 | 0,7 | 60 | 0,8 |
| 2,5 | 34 | 0,7 | 50 | 0,8 | 60 | 0,9 |
| 3 | 36 | 0,8 | 50 | 0,9 | 60 | 1 |
| 3,5 | 38 | 0,8 | 50 | 0,95 | 60 | 1,05 |
| 4 | 41 | 0,8 | 51 | 0,95 | 62 | 1,1 |
| 4,5 | 43 | 0,8 | 51 | 0,95 | 62 | 1,1 |
| 5 | 45 | 0,8 | 52 | 0,95 | 63 | 1,1 |
| 5,5 | 48 | 0,8 | 53 | 0,95 | 63 | 1,1 |
| 6 | 50 | 0,8 | 53 | 0,95 | 66 | 1,1 |

Annexe

Tableau V.21 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux d'olive activée avec l'air pour différents vitesse de fluidisation

| charbon actif | m (g) | V (ml) | R | D | I |
|--|-------|--------|---------|------------|------------|
| brute | 1 | 39,3 | 0,01965 | 0,89453055 | 153,719708 |
| C _O -A-1-0.5U _{mf} | 1 | 38,9 | 0,01945 | 0,89604179 | 163,9864 |
| C _O -A-1-1U _{mf} | 1 | 38,4 | 0,0192 | 0,8979565 | 176,872287 |
| C _O -A-1-1.5U _{mf} | 1 | 37,8 | 0,0189 | 0,90029285 | 192,41419 |

Tableau V.22 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec l'air pour différents vitesse de fluidisation

| charbon actif | m (g) | A | Ceq | IBM |
|--|-------|-------|------------|------------|
| brute | 0,1 | 0,912 | 499,52381 | 175,119048 |
| C _O -A-1-0.5U _{mf} | 0,1 | 0,893 | 489,25561 | 177,686097 |
| C _O -A-1-1U _{mf} | 0,1 | 0,887 | 485,829228 | 178,542693 |
| C _O -A-1-1.5U _{mf} | 0,1 | 0,861 | 471,696771 | 182,075807 |

Tableau V.23 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec l'air pour différents temps de séjour

| charbon actif | m (g) | V(ml) | R | D | I |
|--|-------|-------|---------|------------|------------|
| brute | 1 | 39,3 | 0,01965 | 0,89453055 | 153,719708 |
| C _O -A-1-1.5U _{mf} | 1 | 37,8 | 0,0189 | 0,90029285 | 192,41419 |
| C _O -A-2-1.5U _{mf} | 1 | 35,9 | 0,01795 | 0,90798645 | 242,22536 |
| C _O -A-3-1.5U _{mf} | 1 | 34,7 | 0,01735 | 0,9130942 | 274,180275 |
| C _O -A-5-1.5U _{mf} | 1 | 31,1 | 0,01555 | 0,92974636 | 372,631183 |

Annexe

Tableau V.24 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux de datte activée avec l'air pour différents temps de séjour

| charbon actif | m (g) | A | Ceq | IBM |
|---|-------|--------|------------|------------|
| brute | 0,1 | 0,912 | 499,52381 | 175,119048 |
| C _O -A-1-1.5U _{m,f} | 0,1 | 0,861 | 471,696771 | 182,075807 |
| C _O -A-2-1.5U _{m,f} | 0,1 | 0,818 | 448,144499 | 187,963875 |
| C _O -A-3-1.5U _{m,f} | 0,1 | 0,775 | 424,296661 | 193,925835 |
| C _O -A-5-1.5U _{m,f} | 0,1 | 59,229 | 324,187192 | 218,953202 |

Tableau V.25 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec l'air pour différents vitesse de fluidisation

| charbon actif | m (g) | V(ml) | R | D | I |
|---|-------|-------|---------|------------|------------|
| Brute | 1 | 39,8 | 0,0199 | 0,89266651 | 140,937759 |
| C _D -A-1-1.5U _{m,f} | 1 | 39,2 | 0,0196 | 0,89490668 | 156,282922 |
| C _D -A-2-1.5U _{m,f} | 1 | 38,6 | 0,0193 | 0,89718715 | 171,710854 |
| C _D -A-3-1.5U _{m,f} | 1 | 37,9 | 0,01895 | 0,89990047 | 189,817806 |

Tableau V.26 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec l'air pour différents vitesse de fluidisation

| charbon actif | m (g) | A | Ceq | IBM |
|---|-------|-------|------------|------------|
| Brute | 0,1 | 0,953 | 521,915709 | 169,521073 |
| C _D -A-1-1.5U _{m,f} | 0,1 | 0,943 | 516,622879 | 170,84428 |
| C _D -A-2-1.5U _{m,f} | 0,1 | 0,931 | 509,912425 | 172,521894 |
| C _D -A-3-1.5U _{m,f} | 0,1 | 0,905 | 495,670498 | 176,082375 |

Annexe

Tableau V.27 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec l'air pour différents temps de séjour

| charbon actif | m (g) | V(ml) | R | D | I |
|-----------------------|-------|-------|---------|------------|------------|
| Brute | 1 | 39,8 | 0,0199 | 0,89266651 | 140,937759 |
| $C_{D-A-1-1.5U_{mf}}$ | 1 | 37,9 | 0,01895 | 0,89990047 | 189,817806 |
| $C_{D-A-2-1.5U_{mf}}$ | 1 | 36,3 | 0,01815 | 0,90632791 | 231,66104 |
| $C_{D-A-3-1.5U_{mf}}$ | 1 | 35,2 | 0,0176 | 0,91094134 | 260,81708 |
| $C_{D-A-5-1.5U_{mf}}$ | 1 | 31,5 | 0,01575 | 0,92778791 | 361,484725 |

Tableau V.28 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec l'air pour différents temps de séjour

| charbon actif | m (g) | A | Ceq | IBM |
|-----------------------|-------|-------|------------|------------|
| Brute | 0,1 | 0,953 | 521,915709 | 169,521073 |
| $C_{D-A-1-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,905 | 495,670498 | 176,082375 |
| $C_{D-A-2-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,848 | 464,56486 | 183,858785 |
| $C_{D-A-3-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,785 | 429,770115 | 192,557471 |
| $C_{D-A-5-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,682 | 373,448276 | 206,637931 |

Tableau V.29 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux d'olive activée avec vapeur d'eau pour différents vitesses de fluidisation

| charbon actif) | m (g) | V(ml) | R | D | I |
|-----------------------|-------|-------|---------|------------|------------|
| $C_{O-H-1-0.5U_{mf}}$ | 1 | 38,7 | 0,01935 | 0,89680421 | 169,133687 |
| $C_{O-H-1-1U_{mf}}$ | 1 | 38,1 | 0,01905 | 0,89911932 | 184,632354 |
| $C_{O-H-1-1.5U_{mf}}$ | 1 | 37 | 0,0185 | 0,90347609 | 213,274566 |

Annexe

Tableau V.30 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec la vapeur d'eau pour différents vitesses de fluidisation

| charbon actif | m (g) | A | C _{eq} | IBM |
|--|-------|-------|-----------------|------------|
| Brute | 0,1 | 0,912 | 499,52381 | 175,119048 |
| C _O -H-1-0.5U _{mf} | 0,1 | 0,873 | 478,308703 | 180,422824 |
| C _O -H-1-1U _{mf} | 0,1 | 0,827 | 452,988506 | 186,752874 |
| C _O -H-1-1.5U _{mf} | 0,1 | 0,801 | 438,856048 | 190,285988 |

Tableau V.31 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux d'olive activée avec la vapeur d'eau pour différents temps de séjour

| charbon actif | m (g) | V(ml) | R | D | I |
|--|-------|-------|---------|------------|------------|
| brute | 1 | 39,3 | 0,01965 | 0,89453055 | 153,719708 |
| C _O -H-1-0.5U _{mf} | 1 | 37 | 0,0185 | 0,90347609 | 213,274566 |
| C _O -H-2-1U _{mf} | 1 | 33,9 | 0,01695 | 0,91661508 | 295,711025 |
| C _O -H-3-1.5U _{mf} | 1 | 31,2 | 0,0156 | 0,929254 | 369,839377 |
| C _O -H-5-1.5U _{mf} | 1 | 26,5 | 0,01325 | 0,95462847 | 505,208476 |

Tableau V.32 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec la vapeur d'eau pour différents temps de séjour

| charbon actif | m (g) | A | C _{eq} | IBM |
|--|-------|-------|-----------------|------------|
| C _O -H-1-0.5U _{mf} | 0,1 | 0,801 | 438,856048 | 190,285988 |
| C _O -H-2-1U _{mf} | 0,1 | 0,668 | 366,042693 | 208,489327 |
| C _O -H-3-1.5U _{mf} | 0,1 | 0,645 | 353,141762 | 211,714559 |
| C _O -H-5-1.5U _{mf} | 0,1 | 0,552 | 302,293377 | 224,426656 |

Annexe

Tableau V.33 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec la vapeur d'eau pour différents

| charbon actif | m (g) | V(ml) | R | D | I |
|---------------------|-------|-------|---------|------------|------------|
| Brute | 1 | 39,8 | 0,0199 | 0,89266651 | 140,937759 |
| $C_D-H-1-0.5U_{mf}$ | 1 | 38,9 | 0,01945 | 0,89604179 | 163,9864 |
| $C_D-H-1-1U_{mf}$ | 1 | 38,3 | 0,01915 | 0,89834292 | 179,456576 |
| $C_D-H-1-1.5U_{mf}$ | 1 | 37,3 | 0,01865 | 0,90227306 | 205,43314 |

Tableau V.34 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux de datte activée avec la vapeur d'eau pour différents temps de séjour

| charbon actif | m (g) | A | Ceq | IBM |
|---------------------|-------|-------|------------|------------|
| Brute | 0,1 | 0,953 | 521,915709 | 169,521073 |
| $C_D-H-1-0.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,936 | 512,7422 | 171,81445 |
| $C_D-H-1-1U_{mf}$ | 0,1 | 0,877 | 480,503558 | 179,874111 |
| $C_D-H-1-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,848 | 464,209086 | 183,947729 |

Tableau V.35 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec la vapeur d'eau pour différents temps de séjour

| charbon actif | m (g) | V(ml) | R | D | I |
|---------------------|-------|-------|---------|------------|------------|
| Brute | 1 | 39,8 | 0,0199 | 0,89266651 | 140,937759 |
| $C_D-H-1-1.5U_{mf}$ | 1 | 37,4 | 0,0187 | 0,90187456 | 202,824373 |
| $C_D-H-2-1.5U_{mf}$ | 1 | 34,3 | 0,01715 | 0,91484268 | 284,922265 |
| $C_D-H-3-1.5U_{mf}$ | 1 | 32,2 | 0,0161 | 0,92442936 | 342,10912 |
| $C_D-H-5-1.5U_{mf}$ | 1 | 27,1 | 0,01355 | 0,9511084 | 487,412618 |

Annexe

Tableau V.36 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux de datte activée avec la vapeur d'eau pour différents temps de séjour

| charbon actif | m (g) | A | Ceq | IBM |
|---------------------|-------|-------|------------|------------|
| Brute | 0,1 | 0,953 | 521,915709 | 169,521073 |
| $C_D-H-1-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,848 | 464,209086 | 183,947729 |
| $C_D-H-2-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,739 | 404,53202 | 198,866995 |
| $C_D-H-3-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,694 | 380,071155 | 204,982211 |
| $C_D-H-5-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,601 | 328,483853 | 217,879037 |

Tableau V.36 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de d'olive activée avec un mélange d'air et vapeur d'eau 50% pour différents température et temps de séjour

| charbon actif | m (g) | V (ml) | R | D | I |
|-----------------------|-------|--------|---------|------------|------------|
| $C_O-1-200-1.5U_{mf}$ | 1 | 38,3 | 0,01915 | 0,89834292 | 179,456576 |
| $C_O-2-200-1.5U_{mf}$ | 1 | 36,5 | 0,01825 | 0,90550661 | 226,394764 |
| $C_O-3-200-1.5U_{mf}$ | 1 | 35,2 | 0,0176 | 0,91094134 | 260,81708 |
| $C_O-1-300-1.5U_{mf}$ | 1 | 36,5 | 0,01825 | 0,90550661 | 226,394764 |
| $C_O-2-300-1.5U_{mf}$ | 1 | 33,3 | 0,01665 | 0,91931988 | 311,984071 |
| $C_O-3-300-1.5U_{mf}$ | 1 | 30,6 | 0,0153 | 0,93223609 | 386,643056 |
| $C_O-1-400-1.5U_{mf}$ | 1 | 33,1 | 0,01655 | 0,92023412 | 317,432918 |
| $C_O-2-400-1.5U_{mf}$ | 1 | 28,9 | 0,01445 | 0,94106973 | 434,973723 |
| $C_O-3-400-1.5U_{mf}$ | 1 | 26,2 | 0,0131 | 0,95642349 | 514,169445 |

Annexe

Tableau V.37 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux d'olive activée avec un mélange d'air et vapeur d'eau 50% pour différents température et temps de séjour

| charbon actif | m (g) | A | Ceq | IBM |
|-------------------------|--------------|----------|------------|------------|
| $C_{O-1-200-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,941 | 515,238095 | 171,190476 |
| $C_{O-2-200-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,887 | 485,851122 | 178,537219 |
| $C_{O-3-200-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,792 | 433,924466 | 191,518883 |
| $C_{O-1-300-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,755 | 413,513957 | 196,621511 |
| $C_{O-2-300-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,647 | 354,285714 | 211,428571 |
| $C_{O-3-300-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,600 | 328,834154 | 217,791461 |
| $C_{O-1-400-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,631 | 347,13191 | 213,217022 |
| $C_{O-2-400-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,556 | 304,783799 | 223,80405 |
| $C_{O-3-400-1.5U_{mf}}$ | 0,1 | 0,462 | 253,399015 | 236,650246 |

Annexe

Tableau V.38 : valeur de l'indice d'iode pour les noyaux de datte activée avec un mélange d'air et vapeur d'eau 50% pour différents température et temps de séjour

| charbon actif | m (g) | V (ml) | R | D | I |
|-----------------------|--------------|---------------|----------|------------|------------|
| $C_D-1-200-1.5U_{mf}$ | 1 | 39,3 | 0,01965 | 0,89453055 | 153,719708 |
| $C_D-2-200-1.5U_{mf}$ | 1 | 37,4 | 0,0187 | 0,90187456 | 202,824373 |
| $C_D-3-200-1.5U_{mf}$ | 1 | 36,1 | 0,01805 | 0,9071545 | 236,93787 |
| $C_D-1-300-1.5U_{mf}$ | 1 | 37,1 | 0,01855 | 0,90307382 | 210,658225 |
| $C_D-2-300-1.5U_{mf}$ | 1 | 33,9 | 0,01695 | 0,91661508 | 295,711025 |
| $C_D-3-300-1.5U_{mf}$ | 1 | 30,8 | 0,0154 | 0,93123455 | 381,027654 |
| $C_D-1-400-1.5U_{mf}$ | 1 | 33,7 | 0,01685 | 0,91751044 | 301,123257 |
| $C_D-2-400-1.5U_{mf}$ | 1 | 29,5 | 0,01475 | 0,93788441 | 417,789989 |
| $C_D-3-400-1.5U_{mf}$ | 1 | 26,6 | 0,0133 | 0,95403538 | 502,230935 |

Annexe

Tableau V.39 : valeur de l'indice de bleu de méthylène pour les noyaux de date activée avec un mélange d'air et vapeur d'eau 50% pour différents température et temps de séjour

| charbon actif | m (g) | A | Ceq | IBM |
|-----------------------|--------------|----------|------------|------------|
| $C_D-1-200-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,981 | 537,033388 | 165,741653 |
| $C_D-2-200-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,904 | 493,147236 | 176,713191 |
| $C_D-3-200-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,803 | 440,054735 | 189,986316 |
| $C_D-1-300-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,801 | 438,866995 | 190,283251 |
| $C_D-2-300-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,714 | 391,275315 | 202,181171 |
| $C_D-3-300-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,650 | 356,113848 | 210,971538 |
| $C_D-1-400-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,668 | 365,686918 | 208,57827 |
| $C_D-2-400-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,604 | 329,085933 | 217,728517 |
| $C_D-3-400-1.5U_{mf}$ | 0,1 | 0,522 | 285,758073 | 228,560482 |



Nom : Boucherdoud

Prénom : Ahmed

Date et lieu de naissance : 29/10/1986 à Chlef

Adresse : Oued Rhiou Relézane

Email : bo-ahmed@live.fr

Tutelaire d'un diplôme d'ingénieur d'état en chimie industrielle option génie chimique obtenu en 2010 à L'université d'Abd Elhamid Ibn Badis Mostaganem, Algérie, magistère en chimie option : chimie appliquée et développements durable soutenu le: --/--/2013 à L'université d'Abd Elhamid Ibn Badis Mostaganem, Algérie

.....Résumé.....

La pollution des eaux et sols provenant de diverses industries sont des sources importantes de pollution. Les charbons actifs sont les adsorbants poreux, produits à partir de divers précurseurs carbonés, qui sont largement répandus dans les procédés de décoloration des eaux.

L'objectif de ce travail est d'étudier la possibilité de préparation de charbon actif acceptable à partir de déchets agroalimentaires (noyaux d'olive et de datte) par activation physique avec la vapeur d'eau dans un réacteur à lit fluidisé. Les effets de diverses variables étaient étudiés.

Les résultats expérimentaux ont montré que l'activation de charbon avec l'air permet d'atteindre un indice d'iode de 372,63 mg/g pour les noyaux de d'olive et 361,48 mg/g pour les noyaux de datte, un indice de bleu de méthylène 218,95 de mg/g pour les noyaux de d'olive et 206,63 mg/g pour les noyaux de datte, l'utilisation de la vapeur permet d'atteindre un indice d'iode de 505,21 mg/g pour les noyaux de d'olive et 487,41 mg/g pour les noyaux de datte et un indice de bleu de méthylène 224,43 de mg/g pour les noyaux de d'olive et 217,88 mg/g pour les noyaux de datte, l'activation avec un mélange de l'air et de vapeur d'eau permet d'obtenir un indice d'iode de 514,16 mg/g pour les noyaux de d'olive 502,32 mg/g pour les noyaux de datte un indice de bleu de méthylène 236,65 de mg/g pour les noyaux de d'olive et 228,56 mg/g pour les noyaux de datte.

La vitesse de fluide, le temps de séjour, la composition chimique et la température à une influence importante sur le processus d'activation de charbon, il est préférable d'appliquer cette méthode activation au lieu d'utiliser de composé chimique polluantes afin de le valoriser davantage dans la lutte contre la pollution de l'environnement.

Mots clés :

Lit fluidisation, lit fixe, adsorption, charbon actif.