

[Tapez ici]

	الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية	
	People's Democratic Republic of Algeria	
	وزارة التعليم العالي والبحث العلمي	
	Ministry of Higher Education and Scientific Research	
	جامعة عبد الحميد بن باديس - مستغانم	
	Abdel Hamid Ibn Badis University - Mostaganem	
	كلية العلوم والتكنولوجيا	
	Faculty of Sciences and Technology	
قسم هندسة الطرائق		
Department of Process Engineering		

N° d'ordre : M2...../GP/2025

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES DE MASTER ACADEMIQUE

Filière : Génie Des Procédés

Spécialité : Génie Des Procédés Des Matériaux

Thème

**Caractérisation et efficacité d'un charbon actif poreux pour
l'élimination du Acide 3-indole Acétique en solution
aqueuse**

Présenté par

- 1- OUARNOUGHI Hasnia Wided
- 2- AMRANE Nour ELhouda

Soutenu le 11 /06 / 2025 devant le jury composé de :

Présidente :	Mme MELOUK Senia	MCA	Université de Mostaganem
Examinatrice :	Mme ABDELI Islam Safia	MCA	Université de Mostaganem
Rapporteur :	Mme. ATTOUTI Salima	MCA	Université de Mostaganem
Co-Encadrante	Mlle AMIAR Soumia Abir	Doctorante	Université de Relizane

Année Universitaire 2024/2025

Remercîments

Débutons en remerciant Allah Tout-Puissant pour nous avoir dotés de santé, de volonté et de courage pour mener à bien ce travail.

*Ce projet a été réalisé au laboratoire de SEAMM de l'Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, sous la direction du professeur **BELHAKEM Mustafa**, Nous tenons à le remercier pour son accueil chaleureux au niveau de son laboratoire.*

Ce travail a été mené sous la supervision du Dr ATTOUTI Salima maitre de conférence à la faculté des sciences et de la technologie de Mostaganem. Aucun mot de remerciement ne pourrait exprimer notre profonde et sincère gratitude envers elle, Nous lui sommes reconnaissantes et honorées de travailler sous sa supervision pendant une période de formation de quatre mois.

On remercie profondément les membres de jury Dr MELOUK Senia d'avoir accepté de présider ce jury, et Dr ABDELI Islam Safia d'avoir accepté d'évaluer ce travail.

*Un merci spécial à toutes les doctorants du laboratoire **M^{lle} AMIAR Soumia Abir ,M^{lle} KHALILI Khadidja , M^{lle} MAITI Chaima et Mr ALLAL Mohamed***

Enfin, nous tenons à remercier tous ceux qui ont contribué directement ou indirectement à la réalisation de ce projet

Abstract

This study investigates the efficiency of a porous activated carbon in adsorbing indole-3-acetic acid (IAA), a phytohormone whose residual presence in water may have ecological impacts. The activated carbon was characterized using techniques such as scanning electron microscopy (SEM), nitrogen adsorption porosimetry (BET method), and Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR). Adsorption experiments evaluated the influence of operational parameters (pH=2, carbon dosage=0,1, contact time=30min initial IAA concentration). Results revealed a maximum adsorption capacity of [X] mg/g, following pseudo-second-order kinetics and well-described by the Langmuir isotherm model . This study proposes a promising solution for water treatment contaminated by phytohormonal compounds.

Keywords: Activated carbon, adsorption, indole-3-acetic acid (IAA), phytohormones, water remediation, isotherms, kinetics.

تهدف هذه الدراسة إلى تقييم كفاءة الفحم المنشط المسامي في امتزاز حمض الإندول-3-أسينيك (IAA) ، وهو هرمون نباتي قد يكون لوجوده المتبقي في المياه تأثيرات بيئية. تم توصيف الفحم المنشط باستخدام تقنيات مثل المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) ، وقياس مسامية امتزاز النيتروجين (طريقة BET) ، ومطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR). تمت دراسة تأثير العوامل التشغيلية (درجة الحموضة pH ، جرعة الفحم، زمن التماس، التركيز الأولي لـ IAA) على عملية الامتزاز. أظهرت النتائج سعة امتزاز قصوى تبلغ [X] ملغ/غ، تتبع حركية من الرتبة الثانية الزائفة وتتوافق مع نموذج لانجمير. تقدم هذه الدراسة حلاً واعداً لمعالجة المياه الملوثة بالمركبات الهرمونية النباتية .

Résumé

Notre Recherche étudie l'efficacité d'un charbon actif poreux pour l'adsorption de l'acide indol-3-acétique (AIA), une phytohormone dont la présence résiduelle dans les eaux peut engendrer des impacts écologiques. Le charbon actif utilisé a été caractérisé par différentes techniques telles que la microscopie électronique à balayage (MEB), la porosimétrie à adsorption d'azote (méthode BET), et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....

Les essais d'adsorption ont évalué l'influence de paramètres opératoires (pH=2, dose de charbon=8g/L(0,1g), temps de contact=30 min, concentration initiale d'AIA). Les résultats montrent une capacité d'adsorption maximale de [98.97] mg/g, suivant un modèle cinétique de pseudo-second ordre et une isotherme bien décrite par le modèle de Langmuir. Cette étude propose ainsi une solution prometteuse pour la dépollution des eaux contaminées par des composés phytohormonaux.

Mots-clés : Charbon actif, adsorption, acide indol-3-acétique (AIA), phytohormones, dépollution, isothermes, cinétiques.

Liste des figures

<i>Figure I-1: Schéma des réactions de carbonisation</i>	16
<i>Figure I.2: Diagramme des étapes de production du charbon</i>	18
Figure I.3 : <i>Microstructure d'un charbon actif [18]</i>	20
Figure I.4 : <i>Structure chimique et poreuse du charbon actif [25]</i>	21
<i>Figure III. 1 L'indice d'iode et L'indice de Bleu de Méthylène</i>	42
<i>Figure III.2 la détermination du pH_{zpc} de charbon actif</i>	42
<i>Figure III.3 : Représente les isothermes de BET obtenues pour le charbon actif</i>	43
<i>Figure. III.4 Spectre infra rouge du charbon actif</i>	44
<i>Figure. III.5 Courbe d'étalonnage du L'AIA</i>	45
<i>Figure III.6 Effet de temps</i>	48
<i>Figure III.7 Effet de dose</i>	49
<i>La figure III.8:l'effet de pH</i>	50
Figure III.9 : Isotherme d'adsorption	51
Figure. III.11 : Modèle de Freundlich	52
Figure. III.12: Modèle de Temkin	53
Figure III.13 Taux d'élimination en fonction de la température	55
Figure III.14: Thermodynamique d'adsorption	55
<i>Figure III.15 : Modèle cinétique pseudo-premier ordre</i>	57
Figure. III.16 Modèle cinétique pseudo-deuxième ordre	58

Liste des tableaux

<i>Tableau. III.1 : Résultats de l'établissement de la courbe d'étalonnage</i>	45
<i>Tableau III.2 : Résultats de l'effet de temps</i>	47
<i>Tableau. III.3 : Résultats de l'effet de dose</i>	48
<i>Tableau III.4 : Résultats de l'effet de pH</i>	50
<i>Tableau III.5 : Résultats de l'isotherme d'adsorption</i>	51
<i>Tableau III.6 Paramètres des modèles d'isothermes</i>	53
<i>Tableau III.7 : Résultats de la thermodynamique d'adsorption...Error!</i>	
Bookmark not defined.	
<i>Tableau III.8 : Paramètres thermodynamiques ..Error! Bookmark not defined.</i>	
<i>Tableau III.9 : Résultats de la cinétique d'adsorption</i>	56
<i>Tableau III.10 : Paramètres de la cinétique d'adsorption</i>	58

Liste des abréviations

AIA	Acide indole 3-acétique
CAC	Charbon actif commercial
BET	Brunauer-Emmett-Teller
IBM	Indice de bleu de méthylène
K_L	Constante de Langmuir
K_F	Constante de Freundlich
K_T	Constante de Temkin
C_{eq}	Concentration à l'équilibre
q_{max}	Quantité adsorbée maximale
q_e	Quantité adsorbée à l'équilibre
k_1	constante de vitesse du premier ordre (min^{-1} ou h^{-1}).
R	La constante des gaz ($8,314 \text{ J mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$).

Sommaire

Introduction générale.....	11
Introduction	14
I. Les matériaux poreux.....	14
I.1 Généralités sur les matériaux poreux.....	14
I.2 Les charbons actifs.....	15
I.2.1 Procédés de fabrication du charbon actif.....	15
I.2.1.1 La carbonisation.....	15
I.2.2 Les différentes formes du charbon actif	18
I.2.2.1 Charbon actif en poudre.....	19
I.2.2.2 Charbon actif granulé.....	19
I.2.2.3 Charbon actif sous forme de fibre.....	19
I.2.3 Propriétés physico-chimiques et caractérisations.	20
I.2.3.1 Structure	20
I.2.3.2 Texture	20
I.2.3.3 Fonction de la surface	21
I.3 Caractérisation des adsorbants	22
I.3.1. Groupements fonctionnels et sites actifs	23
I.3.2. InfraRouge	23
I.3.3. Détermination de la surface spécifique.....	23
I.3.4. Indice d'iode	23
I.3.5. Indice de bleu de méthylène	24
I.3.6 Le pH _{zpc}	24
I.3.7 l'analyse structurale par spectroscopie IR TF.....	24
I.2. Définition de l'adsorption :.....	25
I-5-2- Les types d'adsorption :.....	25
I-5-2-1- Adsorption physique :.....	25
I-5-2-2- Adsorption chimique :	26
I-6-Description du mécanisme d'adsorption.....	26
I-8-Isothermes d'adsorption	27
I-8-2-Modèles d'isothermes :.....	28
I-8-2-1-Modèle de Langmuir :	28
I.8.3 Isotherme de Freundlich	28

I.5.3 Isotherme de Temkin	29
I.9 La thermodynamique d'adsorption	29
I.10 La cinétique d'adsorption	30
I.10.1 Modèle cinétique pseudo-premier ordre	30
I.10.2 Modèle cinétique pseudo-deuxième ordre	30
II.1.2 Caractérisation de l'adsorbant	32
II.1.2.1 Indice d'iode	32
II.1.2.2 L'indice de bleu de méthylène	33
II.1.2.3 Détermination du pHpcz.....	33
II.1.2.4 L'analyse de BET	33
II.1.2.5 L'analyse de IRTF	34
II.2 le polluant L'acide indole-3-acétique	35
II.2.1 Introduction.....	35
II.2 Propriétés Physico-Chimiques de l'AIA.....	36
II.3. Etablissement de la courbe d'étalonnage	37
II.4 paramètres influences sur l'adsorption.....	38
II.4.1 Effet de temps	38
II.4.2 Effet de dose	38
II.4.4 Isothermes d'adsorption	39
II. 4.5 Thermodynamique d'adsorption	39
II.4.6 Cinétique d'adsorption du l,AIA	39
III.1 Résultats de la caractérisation	41
III.1.1 Détermination de l'indice d'iode.....	41
III.1.2 Détermination de l'indice de bleu de méthylène	41
III.1.3 Détermination du pHpcz	42
III.1.4 L'analyse de BET	43
III.1.4 L'analyse de IRTF.....	44
III.2 Résultats de l'application	45
III.2.1 Etablissement de la courbe d'étalonnage	45
Tableau. III.1 : Résultats de l'établissement de la courbe d'étalonnage	45
III.2.2 Détermination du temps d'équilibre.....	47
Tableau III.2 : Résultats de l'effet de temps.....	47
III.2.3 Détermination de la dose optimale.....	48
Tableau. III.3 : Résultats de l'effet de dose	48
III.2.4 Détermination du pH optimale.....	49
Tableau III.4 : Résultats de l'effet de pH.....	50

III.2.5 Détermination des isothermes d'adsorption du AIA.....	51
Tableau III.5 : Résultats de l'isotherme d'adsorption	Error! Bookmark not defined.
Tableau III.6 Paramètres des modèles d'isothermes	53
III.2.6 Détermination de la thermodynamique d'adsorption.....	54
Tableau III.7 : Résultats de la thermodynamique d'adsorption	Error! Bookmark not defined.
Tableau III.8 : Paramètres thermodynamiques	56
III.2.7 Cinétique d'adsorption du AIA	56
Tableau III.9 : Résultats de la cinétique d'adsorption	56
III.2.7.1 Modèle cinétique pseudo-premier ordre	57
III.2.7.2 Modèle cinétique pseudo-deuxième ordre	57
Tableau III.10 : Paramètres de la cinétique d'adsorption	58
Conclusion générale	59
Références	61



Introduction Générale

Introduction générale

Les matériaux poreux occupent une place centrale dans de nombreux domaines scientifiques et industriels en raison de leurs propriétés physico-chimiques uniques. Leur structure caractérisée par la présence de vides (pores) leur confère des caractéristiques remarquables en termes de surface spécifique, de capacité d'adsorption, de perméabilité et de légèreté.

Ces propriétés en font des candidats de choix pour des applications variées, allant du stockage d'énergie à la catalyse, en passant par l'isolation thermique et acoustique, la filtration ou même la médecine. L'étude des matériaux poreux s'inscrit dans une démarche pluridisciplinaire, mobilisant la chimie, la physique des matériaux, l'ingénierie et les sciences de l'environnement. Parmi les grandes familles de matériaux poreux, on distingue notamment les zéolithes, les charbons actifs, les aérogels, les métaux-organiques poreux (MOFs), ainsi que les céramiques et polymères poreux. Chacun de ces matériaux présente des avantages spécifiques en fonction de la taille, de la connectivité et de la distribution des pores.

Les enjeux environnementaux liés à la pollution de l'eau et de l'air occupent une place centrale dans les préoccupations scientifiques et industrielles contemporaines. Face à la multiplication des contaminants organiques et inorganiques issus des activités industrielles, agricoles et domestiques, la recherche de méthodes efficaces de dépollution est devenue une nécessité impérieuse. Parmi les solutions les plus prometteuses figure l'utilisation des *charbons actifs*, des matériaux poreux dotés d'une capacité d'adsorption exceptionnelle.

Les charbons actifs, obtenus à partir de la carbonisation et de l'activation de matières riches en carbone (bois, noix de coco, tourbe, etc.), se distinguent par leur grande surface spécifique et leur structure poreuse variée. Ces propriétés leur permettent de piéger une large gamme de polluants, notamment les composés organiques volatils (COV), les métaux lourds, les pesticides, les colorants et même certains microorganismes pathogènes. Leur efficacité, leur polyvalence et leur relative facilité de régénération en font des adsorbants incontournables dans les procédés de traitement des eaux, de purification de l'air et même en médecine (détoxication).

Dans un contexte mondial marqué par une industrialisation croissante et une dépendance accrue aux activités anthropiques, la question de la pollution environnementale reste une préoccupation majeure. Parmi les nombreux polluants identifiés, les Aérosols Inorganiques

Anthropiques (AIA) occupent une place significative en raison de leurs impacts sur la qualité de l'air, la santé humaine et les écosystèmes.

Les AIA sont des particules fines issues principalement des émissions industrielles, de la combustion des énergies fossiles et des procédés agricoles intensifs. Composés de sulfates, nitrates, ammonium et autres éléments minéraux, ils contribuent à la formation du smog, des pluies acides et même à l'altération du climat par interaction avec le rayonnement solaire. Leur persistance dans l'atmosphère et leur capacité à se disperser sur de longues distances en font un enjeu transfrontalier, nécessitant une approche coordonnée à l'échelle internationale.

Ce mémoire de fin d'études (Master 2) vise à évaluer l'efficacité d'un charbon actif poreux pour l'élimination de l'acide indol-3-acétique (AIA), une hormone végétale souvent présente dans les effluents agricoles ou industriels. La structure du travail comprend : (1) une **introduction** contextualisant l'enjeu de la pollution par l'AIA et l'intérêt des charbons actifs ; (2) une **revue de littérature** sur les propriétés des charbons poreux et les mécanismes d'adsorption des composés organiques ; (3) une **méthodologie** détaillant la caractérisation du charbon (surface spécifique, porosité, analyses FTIR, DRX) et les protocoles d'adsorption (cinétiques, isothermes, pH, température) ; (4) des **résultats et discussions** analysant l'efficacité d'élimination et les paramètres optimaux ; (5) une **conclusion** synthétisant les performances du matériau et ses perspectives d'application. Le but est de proposer une solution économique et écologique pour la dépollution des eaux, tout en approfondissant les connaissances sur les interactions adsorbat-adsorbant.



Chapitre I

Introduction

Aujourd'hui, l'adsorption est devenue une technique incontournable pour le traitement et la séparation de toutes les molécules indésirables contenues dans les eaux usées. Des modèles théoriques permettant de comprendre ce phénomène sont largement annoncés dans plusieurs études.

Dans la première partie de ce chapitre, nous aborderons les caractéristiques des matériaux poreux et les charbons. Puis nous allons citer les différentes étapes du processus de préparation des charbons actifs. Enfin, nous allons détailler la nature de la surface des charbons.

La deuxième partie est consacrée à la définition et les types d'adsorption, ainsi la description des phénomènes qui influent sur le mécanisme d'adsorption et enfin nous citerons les différentes isothermes d'adsorption des résultats expérimentaux.

I. Les matériaux poreux

I.1 Généralités sur les matériaux poreux

En générale, les matériaux solides poreux ont la capacité de fixer sur ses surfaces différentes substances organiques et inorganiques. Spécialement, les matériaux ayant une surface spécifique importante et structure poreuse riche. Ces matériaux sont appelés des adsorbants, car ils peuvent fixer les molécules en solution aqueuse à leurs surfaces. La sélectivité d'un adsorbant suit plusieurs critères, tels que la capacité d'adsorption et la structure poreuse, la surface spécifique et le volume des pores. Le coût est aussi pris en considération dans le choix d'un adsorbant [1]. L'utilisation des adsorbants dans les industries sont très nombreux dans différents domaines. Leurs applications utilisées notamment dans les procédés de séparation, le traitement des eaux usées et la purification du gaz naturel. On distingue plusieurs matériaux ayant les caractéristiques de capter les substances organiques et inorganiques sur sa surface parmi lesquelles ; le charbon, déchets agricoles transformés en poudre, les argiles et les polymères

I.2 Les charbons actifs

Les charbons actifs sont des matériaux poreux les plus utilisés comme adsorbants. Ils sont fabriqués et développés afin de les exploiter dans les industries des traitements des eaux industrielles. Les charbons actifs sont des matières riches en carbone et pauvre en matières inorganiques. Les matériaux carbonés se traduisent par une porosité très importante et une perméabilité inter-particulaire intéressante. Les charbons actifs peuvent être fabriqués à partir de plusieurs matières premières telles que le bois, les déchets agricoles, la tourbe, le lignite ainsi que des résidus d'hydrocarbures et des polymères synthétiques [2-4].

I.2.1 Procédés de fabrication du charbon actif

Les charbons actifs sont fabriqués par la carbonisation et l'activation des matières premières telles que les déchets agricoles et le bois. Les caractéristiques des adsorbants préparés par calcination dépendent de la nature de la matière brute, les conditions de carbonisation mises en jeu, ainsi, les paliers du profil de température durant la calcination, la température finale et la durée de carbonisation. Ces paramètres influent directement sur la surface spécifique et la porosité des charbons [5].

I.2.1.1 La carbonisation

Le processus de carbonisation (ou pyrolyse) est dans lequel un matériau est exposé à des températures très élevées (entre 500° et 1000°C) sous un courant de gaz inerte, tel que l'azote et sans l'ajout d'un agent chimique. Cette étape permet d'éviter la combustion de l'échantillon à haute température. Menéndez-Díaz et Martín-Gullón ont expliqué le processus de carbonisation comme illustré dans la Figure I.1 [6].

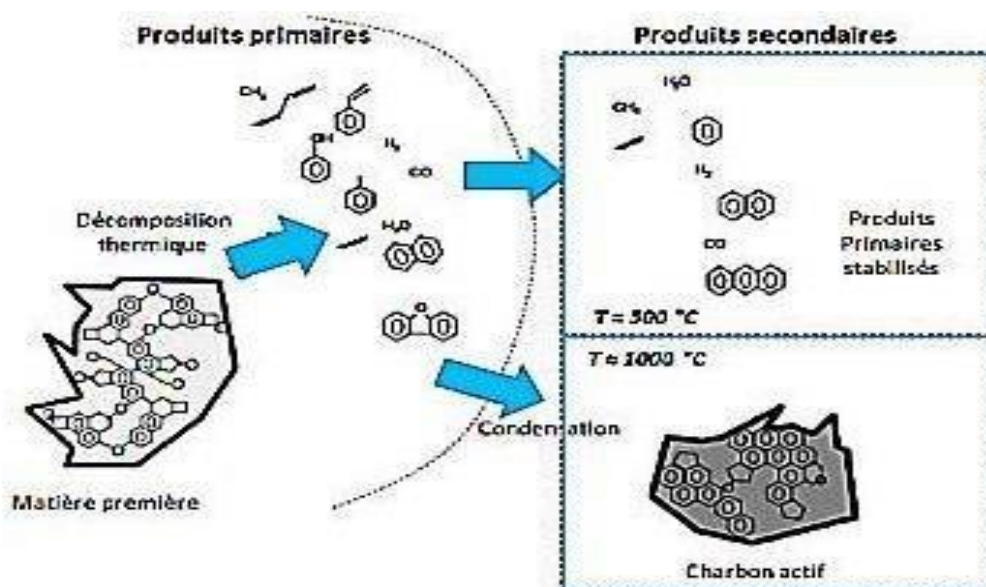


Figure I.1: Schéma des réactions de carbonisation

Le matériau de départ, basé sur une structure macromoléculaire organique, se décompose lors du traitement thermique pour donner :

- Une fraction gazeuse, riche en hydrogène, en hydrocarbures légers et en goudrons.
- Une fraction solide, riche en carbone, appelée charbon. Plusieurs phénomènes peuvent être se passer au cours de ce processus :
 - À des températures environ de 500°C, des réactions secondaires peuvent se produire et la phase gazeuse est constituée principalement de produits primaires stabilisés.
 - À mesure que la température augmente, les réactions secondaires deviennent plus importantes et donnent lieu, à des conditions extrêmes (au-dessus de 1000°C), à des produits tels que le méthane, l'hydrogène et la suie.
 - Si la température est comprise entre 800° - 900°C, des réactions secondaires de différents types sont favorisées dans ce palier de température [6,7], et de nouveaux composés organiques sont formés tels que, les aromatiques polycycliques et les oléfines. Ces réactions permettent la production du charbon actif enrichi en carbone et l'augmentation des propriétés aromatiques de l'échantillon.

I.2.1.2 Activation

L'Activation d'un matériau est un procédé qui permet d'augmenter la porosité, la taille des pores et l'oxydation des atomes du carbone des cycles aromatiques afin d'obtenir plus de sites actifs. On distingue deux méthodes basiques pour l'activation pour produire un charbon actif :

➤ Activation physique

L'activation physique consiste à carboniser et gazéifier la matière première à 400°-600°C et à

800° - 1000°C, respectivement, afin d'éliminer les composés volatiles en présence d'un agent oxydant gazeux [8]. Les gaz utilisés comme agents oxydants sont, le dioxyde de carbone et la vapeur d'eau. Ces agents oxydants favorisent l'amélioration de la microporosité et la croissance du diamètre des pores.

➤ **Activation chimique**

Cette étape consiste à imprégner la matière brute ou carbonisé avec une solution d'agent oxydant et /ou déshydratant tel que ; l'acide sulfurique (H_2SO_4) [9] et le chlorure de zinc ($ZnCl_2$) [10]. L'échantillon imprégné est ensuite chauffé à des températures entre 400°C et 800°C. Enfin, le matériau activé est lavé puis séché pour obtenir le charbon actif final.

- Le schéma de la Figure I.2 illustre la comparaison l'activation physique et chimique dans le processus de fabrication du charbon actif [11].

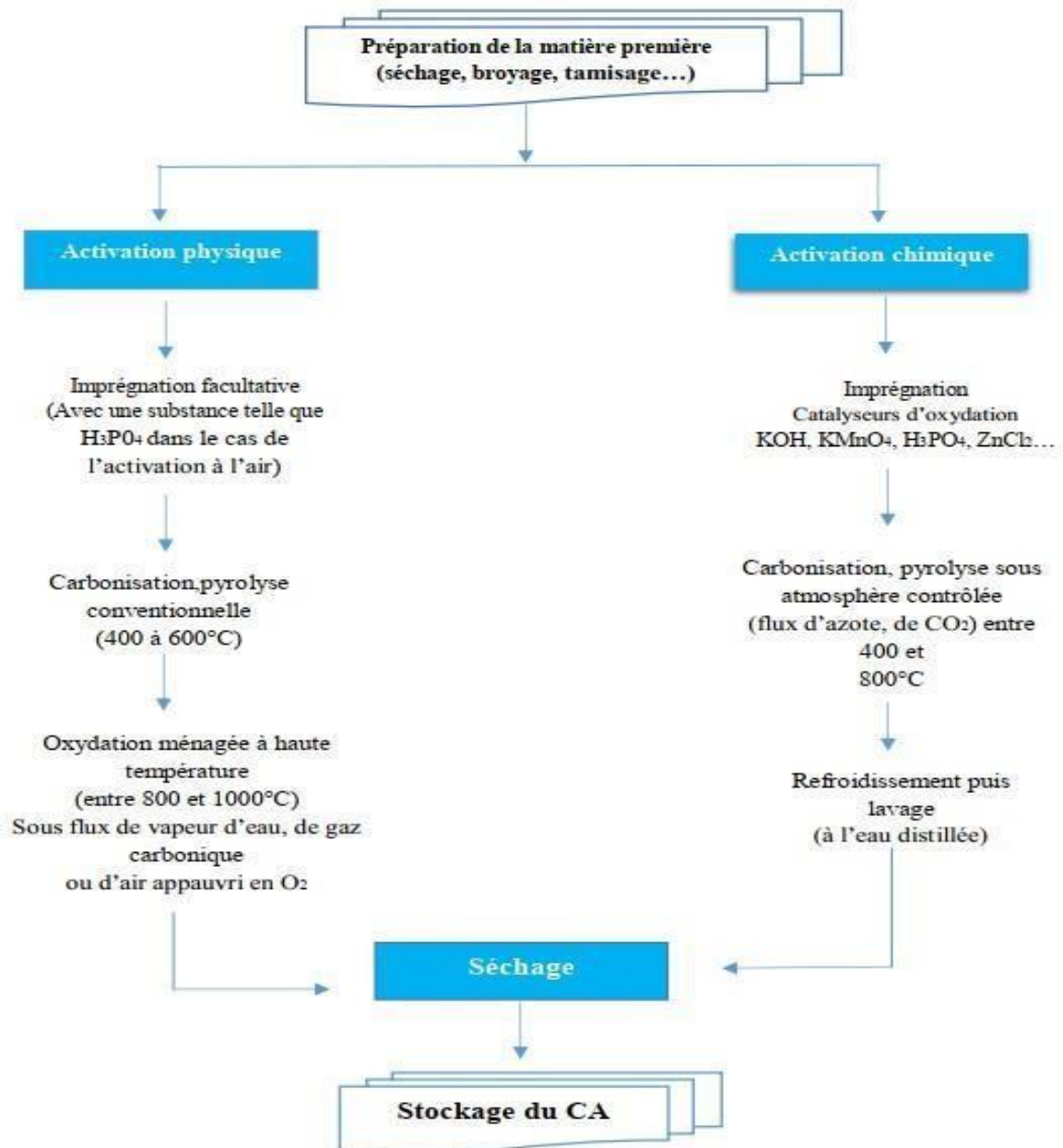


Figure I.2: Diagramme des étapes de production du charbon

I.2.2 Les différentes formes du charbon actif

Ils existent plusieurs types de charbons actifs commerciaux utilisés dans différents domaines. Généralement, la classification des charbons actifs est établie selon la taille et la forme des pores. Les charbons actifs peuvent être distingués sous forme de poudre, grain ou fibre [12].

I.2.2.1 Charbon actif en poudre

Les charbons actifs en poudre ayant un diamètre moyen situé entre 15 et 25 μm . Les particules ayant une surface externe importante, la cinétique d'adsorption des substances en solution aqueuse devient rapide. Ils sont utilisés généralement pour l'adsorption des molécules en mode batch, dans les stations d'épuration, plus particulièrement pour résoudre des problèmes spécifiques, tels que des teneurs en engrais anormalement élevées. En revanche, la régénération de l'adsorbant est difficile à appliquer sur ce type de charbons [13-17].

I.2.2.2 Charbon actif granulé

Les charbons actifs en grains ayant des particules de taille entre 2 à 8 mm et le diamètre moyen des pores est de 29 μm . Cette structure se traduit par une importante surface interne qui développe les phénomènes de diffusion à l'intérieur des pores ayant une grande importance dans les processus d'adsorption [13]. Cette forme présente l'avantage de possibilité de régénérer l'adsorbant par un processus thermique [14].

Ils sont souvent utilisés dans les stations d'épuration, car il permet d'éliminer les petites quantités des substances organiques et inorganiques contenus dans les eaux. Ils sont régulièrement utilisés dans la filtration de l'eau. Ils nécessitent l'installation de filtres, mais ils ont une durée de vie beaucoup plus longue que celle des charbons actifs en poudre et permettent un meilleur contrôle des polluants de l'eau [14].

Le charbon actif est choisi selon différents critères à savoir le taux d'élimination des composés et la sélectivité des substances. Généralement, le charbon actif granulé est le meilleur choix pour l'élimination des composés organiques, car il ayant une grande capacité de fixer ces molécules sur sa surface [15].

I.2.2.3 Charbon actif sous forme de fibre

Les charbons actifs en fibres sont d'origine synthétique ou végétale, ils sont produits par la carbonisation des fibres à haute température. Ils se caractérisent par une structure microporeuse, une surface spécifique très élevée et son utilisation est simple. Aujourd'hui, les charbons actifs sous forme de fibres sont exploités pour la préparation de matériaux composites, de matériaux de friction et de matériaux de revêtements isolants à haute température [18-21].

I.2.3 Propriétés physico-chimiques et caractérisations.

Le charbon actif est connu par ses origines variées et ses différents procédés de préparation. Afin de comprendre ses caractéristiques, différentes techniques analytiques ont été prises en considération.

I.2.3.1 Structure

La structure des charbons actifs est traduite par un assemblage aléatoire des couches constituées de carbones polycycliques aromatiques hexagonaux et pentagonaux. Cette structure définit les surfaces nécessaires développées par les charbons actifs. Toutes les structures qui constituent des anneaux pentagonaux sont poreuses, à cause de la courbure des couches de carbone [22]. Elles sont plus résistantes par rapport au graphite, à cause de l'absence des couches de graphène en parallèle et l'existence d'anneaux pentagonaux stables. (Voir Figure I.3)

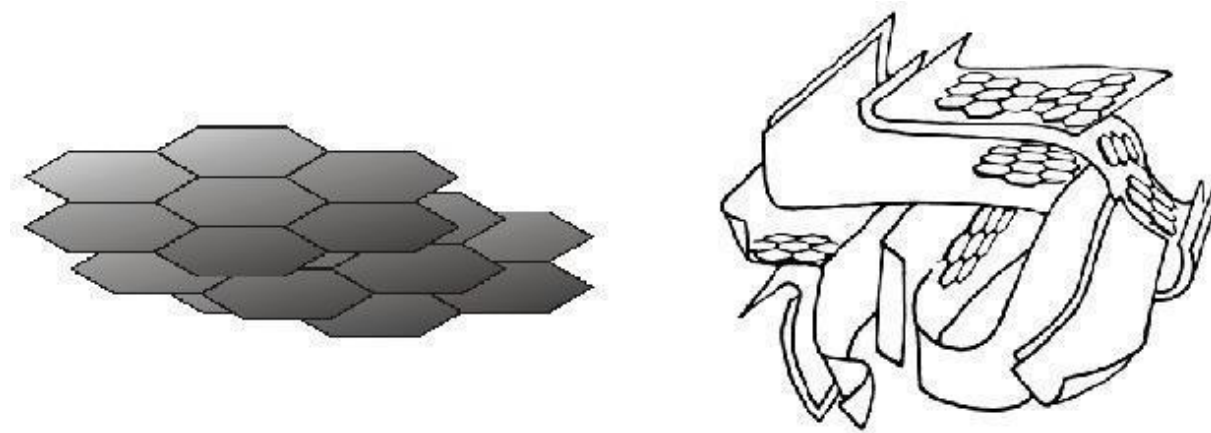


Figure I.3 : Microstructure d'un charbon actif [18].

I.2.3.2 Texture

La texture d'un charbon actif est traduite par la porosité des solides et la surface spécifique. On distingue trois catégories de pores classés selon leur diamètre :

- **Les micropores** : ils sont reconnus par leurs rayons inférieurs à 2 nm, la surface spécifique étant de 600 à 1500 m² g⁻¹ et le volume des pores est compris entre 0,2 et 0,6 cm³/g. Ces micropores représentent également 90 % de la surface spécifique totale du charbon actif et ont

la capacité d'adsorption des petites molécules.

- **Les mésopores** : ils ont des rayons de 2 à 50 nm, la surface spécifique est de 20 à 70 m² g⁻¹. Le volume des pores est de 0,02 à 0,1 cm³ g⁻¹.
- **les macropores** : ils ont des rayons des pores supérieurs à 50 nm, et des surfaces spécifiques inférieures à 2 m² g⁻¹ et le volume poreux de 0,02 à 0,07 cm³ g⁻¹.

Les charbons actifs fabriqués par l'activation chimique contiennent différentes gammes de porosité. Dans un même solide, dans laquelle les micropores sont attachés aux mésopores puis aux macropores (Figure I.4). Par ailleurs, les charbons actifs fabriqués par l'activation physique contiennent des microporosités reliées directement à la surface extérieure.

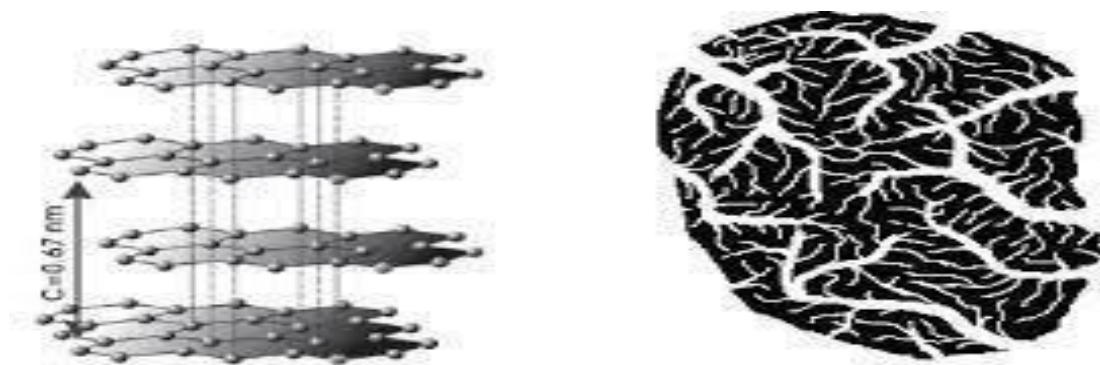


Figure I.4 : Structure chimique et poreuse du charbon actif

I.2.3.3 Fonction de la surface

La surface des charbons actifs est l'un des propriétés physiques très importantes afin de comprendre l'efficacité de ce matériau. Néanmoins, le carbone est l'élément chimique majoritaire du charbon actif, ce dernier peut, généralement, contenir d'autres éléments et molécules tels que l'oxygène et l'hydrogène, les groupements phénoliques (Ar-OH), carboxyliques (Ar-COOH), carbonyles et lactones sont les plus généralement trouvés. Ces groupements de surface sont la base de la propriété hydrophile du solide et de son potentiel électrocinétique. Ils donnent à la surface du charbon actif des caractéristiques acido-basiques et augmentent son affinité pour l'eau par formation de liaisons hydrogène [2]. Ainsi, des atomes de chlore, de phosphore et de soufre peuvent être contenus dans les charbons actifs avec des quantités résiduelles.

Les caractéristiques de surface du charbon peuvent être déterminées par différentes analyses : spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, désorption programmée en température, méthode de Boehm [26].

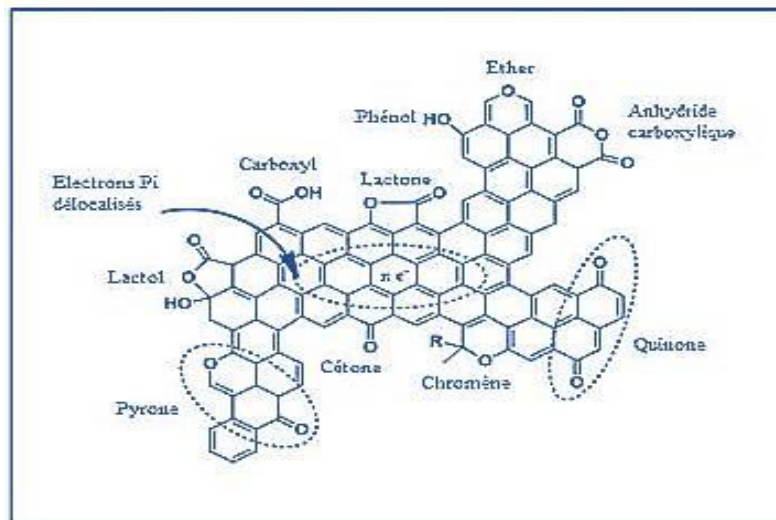


Figure I.5 : Fonction de la surface d'un charbon actif

I.3 Caractérisation des adsorbants

La caractérisation des adsorbants est une étape essentielle dans l'étude des procédés d'adsorption, que ce soit pour des applications environnementales catalytiques ou industrielles. Elle permet de déterminer les propriétés physico-chimiques des matériaux adsorbants, qui influencent directement leur capacité et leur efficacité à fixer des molécules cibles (métaux lourds, polluants organiques, gaz, etc.), il existe plusieurs méthodes courantes pour la caractérisation comme l'indice de bleu de méthylène, l'indice d'iode, BET, et plusieurs autres méthodes. [27] (2, Rouquerol, F., Rouquerol, J., & Sing, K. (1999). Adsorption by Powders and Porous Solids: Principles, Methodology and Applications. Academic Press.)

I.3.1. Groupements fonctionnels et sites actifs

Ajoutant à la porosité du charbon actif, les groupements fonctionnels situés à la surface jouent un rôle très important dans la capacité d'adsorption. A la surface des charbons activés on trouve principalement des sites oxygénés et, éventuellement des sites aminés. Si le charbon a reçu un traitement chimique, d'autres groupes fonctionnels peuvent être introduits spécifiquement. Les complexes oxygénés sont formés quand le charbon activé est traité avec des agents oxydants. Ces traitements créent trois types d'oxydes à la surface : acides, basiques et neutres [28]. La connaissance de la nature chimique de la surface est essentielle pour comprendre l'adsorption de certains composés inorganiques en solution aqueuse, par des charbons activés. Le caractère acide et/ou basique de la surface d'un charbon activé est étudié par une variété de techniques.

I.3.2. InfraRouge

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

I.3.3. Détermination de la surface spécifique

La surface spécifique d'un adsorbant est par définition la surface par unité de masse. Elle est généralement exprimée en m^2/g . Son estimation est fondée sur des mesures de la capacité d'adsorption de l'adsorbant en question, correspondant à un adsorbant donné. A cet effet, il suffit de déterminer la valeur de la capacité de la monocouche à partir de l'isotherme d'adsorption.

I.3.4. Indice d'iode

L'indice d'iode est la masse de l'iode (mg d'I_2) adsorbé par un gramme de charbon actif, lorsque la concentration à l'équilibre est de 0,02 normale (ASTM D4607, LAS2752). L'indice d'iode est aussi une mesure du volume poreux présent pour le domaine de diamètre de 10 à 28 Å. 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 de $4,4 \text{ \AA}^2$, ce qui correspond avec la surface spécifique dans les pores avec des

diamètres moins de 10Å. Cet indice est très important pour la caractérisation des charbons actifs parce qu'il donne une idée essentielle sur la surface disponible pour les substances de petite taille (micropores) [29].

I.3.5. Indice de bleu de méthylène

L'indice de 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. Ce dernier donne une idée sur la surface disponible pour les adsorbants micro et méso poreux. La surface occupée par une molécule de bleu de méthylène est de 130Å² [30].

I .3.6 Le pHpzc

Le pHpzc (pH au point de charge nulle) est une propriété physico-chimique importante dans la caractérisation des adsorbants (matériaux biologiques utilisés pour adsorber des polluants, comme les métaux lourds, les colorants, etc.). Le pHpzc est le pH auquel la surface de l'adsorbant n'a aucune charge nette.

- pH < pHpzc : la surface est chargée positivement
- pH > pHpzc : la surface est chargée négativement

Le pHpzc est un paramètre clé pour comprendre comment un adsorbant interagit avec les polluants en solution. Il permet d'optimiser les conditions de traitement et de mieux interpréter les mécanismes d'adsorption. [31] (Kosmulski, M. (2009), "pH-dependent surface charging and points of zero charge. IV. Update and new approach", Journal of Colloid and Interface Science 337(2):439-448)

I.3.7 l'analyse structurale par spectroscopie IR TF

L'analyse structurale par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique analytique utilisée pour déterminer la structure chimique et les interactions des molécules. Cette méthode repose sur l'absorption de la lumière infrarouge par les liaisons chimiques dans un échantillon, ce qui permet d'obtenir des informations sur les groupes fonctionnels présents et leur arrangement spatial.

I.2. Définition de l'adsorption :

L'adsorption est un phénomène d'interface (phénomène physique de fixation de molécules sur la surface d'un solide) pouvant se manifester entre un solide et un gaz, ou entre un solide et un liquide. Le phénomène est général pour toutes les surfaces.

Aux interfaces, les attractions intermoléculaires ne sont pas compensées dans toutes les directions, et il subsiste par des forces résiduelles dirigées vers l'extérieur. Ces forces représentent une énergie superficielle par unité de surface, comparable à la tension superficielle des liquides. Ces forces sont neutralisées lorsque des particules mobiles (un gaz ou un soluté) se fixent en surface, on dit qu'elles s'adsorbent. Cette adsorption se produit spontanément et s'accompagne d'une diminution de l'énergie libre du système, c'est un Phénomène toujours exothermique.

L'étude des équilibres d'adsorption permet de connaître le degré maximal de séparation Susceptible d'être obtenu dans des conditions thermodynamiques données. La vitesse avec laquelle on s'approche de l'état d'équilibre relève de l'étude cinétique d'adsorption, celle-ci dépend de la vitesse avec laquelle les constituants du mélange à séparer diffusent dans l'adsorbant et dans le fluide.

L'équilibre d'adsorption, dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont décrits ci-après : Surface spécifique; Porosité; Nature de l'adsorbat; Polarité; pH; Température.

On appelle « adsorbat » la molécule qui s'adsorbe et « adsorbant » le solide sur lequel s'adsorbe la molécule. Le phénomène inverse par lequel les molécules se détachent est la désorption.

I-5-2- Les types d'adsorption :

On distingue deux types différents d'adsorption : adsorption physique (physisorption) et adsorption chimique (chimisorption).

I-5-2-1- Adsorption physique :

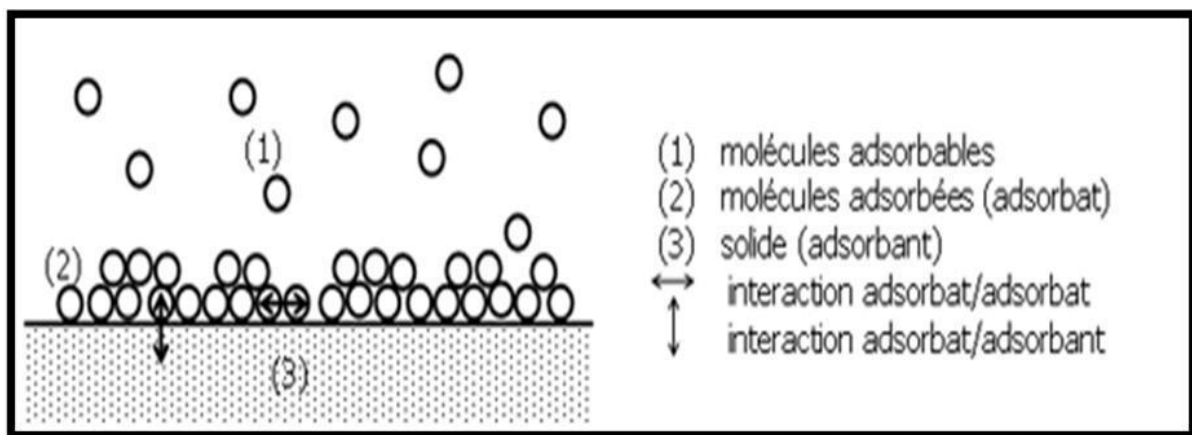
L'adsorption est dite adsorption physique lorsqu'elle est due à des forces d'interaction physiques entre les atomes, ou groupements d'atomes du solide et les molécules de fluide.

Ces interactions sont aussi appelées forces de Van Der Waals. Elles sont dues au mouvement des électrons à l'intérieur des molécules qui peuvent engendrer de petits moments dipolaires

instantanés. Des interactions électrostatiques peuvent aussi se combiner aux forces de Van Der Waals.

La physisorption présente un intérêt particulier car elle permet de mesurer la surface spécifique du solide adsorbant et la taille moyenne des pores grâce à des critères :

- La chaleur d'adsorption dégagée est de l'ordre de 20 kJ / mole.
 - La vitesse du processus d'adsorption est très rapide.
 - La quantité adsorbée décroît avec l'élévation de la température
 - L'adsorption Physique est complètement réversible. Le temps de résidence est de 1 ns à température 293°K
- L'adsorption se fait en plusieurs couches possibles



FigureI-6: Schéma de l'adsorption physique

I-5-2-2- Adsorption chimique :

L'adsorption de type chimique appelée aussi adsorption activée ou chimisorption se distingue nettement de l'adsorption physique. Elle met en jeu la formation des liaisons chimiques de forte énergie (25 à 400 kcal/mole) entre des composés ionisables et les groupements fonctionnels présents en bordure des adsorbants. A ce type de liaison correspond une chaleur d'adsorption environ dix fois plus élevée que dans le cas de la physisorption

La chimisorption est généralement irréversible, et la distance entre la surface et la molécule adsorbée est plus courte que celle de la physisorption.

I-6-Description du mécanisme d'adsorption

Le phénomène d'adsorption, contrôlé par la diffusion des molécules, atteint son équilibre relativement rapidement (quelques secondes à quelques minutes). Mais, peut se prolonger sur des temps très longs pour les adsorbants microporeux en raison du ralentissement de la

diffusion des molécules dans ces structures de dimensions voisines du diamètre des molécules du fluide.

Le transfert d'une phase liquide contenant l'adsorbat vers une phase solide avec rétention de soluté à la surface de l'adsorbant se fait en plusieurs étapes .

1-Transfert de masse externe (diffusion externe) qui correspond au transfert du soluté (molécules de la phase liquide) du sein de la solution à la surface externe des particules.

2-Transfert de masse interne dans les pores (diffusion interne) qui a lieu dans le fluide remplissant les pores ; les molécules se propagent de la surface des grains vers leur centre à travers les pores.

3- Diffusion de surface Pour certains adsorbants, il peut exister également une contribution de la diffusion des molécules adsorbées le long des surfaces des pores à l'échelle d'un grain d'adsorbant

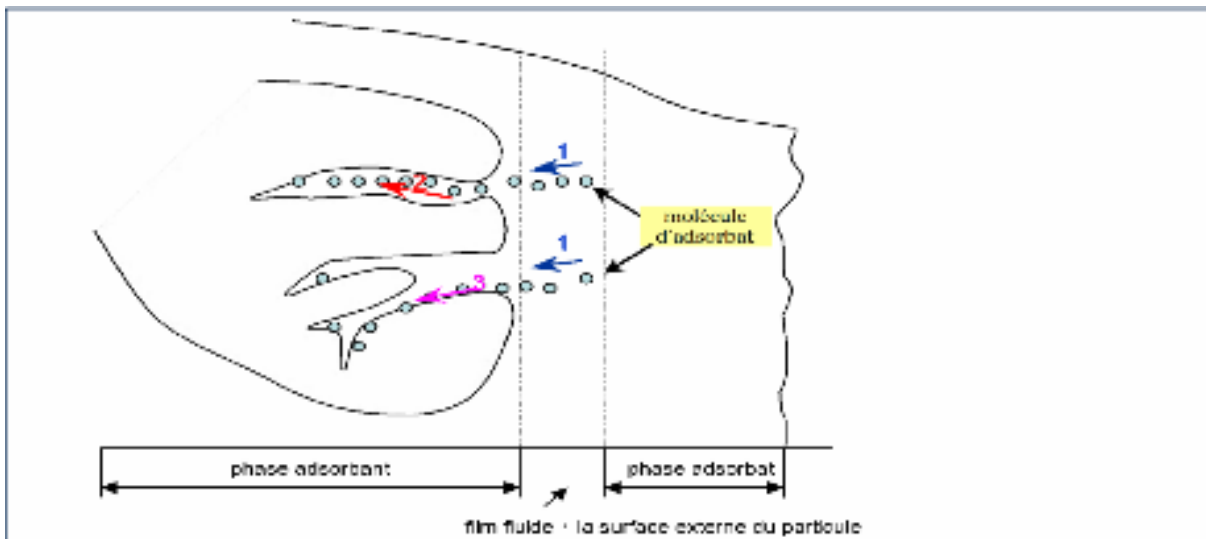


Figure I-7-Schéma de mécanisme de transport de l'adsorbat au sein d'un grain.

I-8-Isothermes d'adsorption

On appelle isotherme d'adsorption la loi de variation de la quantité adsorbée en fonction de la concentration en phase fluide à température constante. On mesure la concentration résiduelle d'impuretés adsorbées à l'aide de l'équation suivante :

$$q_e = \frac{C_0 - C_e}{1000 \times m} \times V \dots\dots\dots(1)$$

Où

q_e : La quantité de soluté adsorbée (mg/g)

V : Volume de solution (L)

C₀ : Concentration massique de soluté (mg/L)

m : masse d'adsorbant utilisé (g).

I-8-2-Modèles d'isothermes :

De nombreux modèles théoriques mathématiques ont été développés pour décrire l'allure de l'isothermes d'adsorption et mis en place pour quantifier la relation entre q_{eq} et C_{eq} [29] dont les largement utilisées sont les modèles de Langmuir et de Freundlich.

I-8-2-1-Modèle de Langmuir :

C'est le modèle le plus utilisé pour commenter les résultats trouvés au cours de l'adsorption des composés organiques en solution aqueuse. L'isotherme de Langmuir est appliqué pour l'adsorption sur des surfaces complètement homogènes [29]. Elle repose sur les hypothèses suivantes [30] :

- 1 -La réaction est réversible (c'est-à-dire qu'il y a équilibre entre l'adsorption et la désorption)
- 2-l'adsorption se produit en monocouche
- 3-le nombre de sites d'adsorption sur la surface est limité
- 4-Il n'y a pas d'interaction latérale entre les molécules adsorbées à la surface .

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{C_e}{q_{max}} + \frac{1}{q_{max} \times K_L} \dots \dots \dots 2$$

- C_e : Concentration à l'équilibre en mg/l ;
- q_e : Quantité de substance adsorbée par une unité de masse d'adsorbant en mg/g ;
- K_L : Constante ;
- B : Capacité maximale d'adsorption en mg/g.

I.8.3 Isotherme de Freundlich

Le modèle de Freundlich est une approche empirique largement utilisée pour décrire l'adsorption sur des surfaces hétérogènes, contrairement au modèle de Langmuir qui suppose une surface homogène. Développé par Herbert Freundlich en 1906, ce modèle s'applique particulièrement aux systèmes où l'adsorption se produit en multicouche ou lorsque les sites d'adsorption ont des énergies différentes

L'isotherme de Freundlich est exprimée par l'équation :

$$\log q_e = \frac{1}{n} \log C_e + \log K_F \dots \dots \dots 3$$

- C_e : Concentration à l'équilibre en mg/l ;
- q_e : Quantité de substance adsorbée par une unité de masse d'adsorbant en mg/g ;
- K_f : Constante qui est un indicateur de la capacité d'adsorption ;

- $1/n$: l'intensité de l'adsorption.

I.5.3 Isotherme de Temkin

L'isotherme de Temkin suppose que la décroissance de la chaleur de l'adsorption avec le taux de recouvrement est linéaire plutôt que logarithmique (comme l'isotherme de Freundlich), Ce modèle considère une non uniformité de surface et une occupation préférentielle des sites les plus adsorbants. (36)

Le modèle d'isotherme de Temkin est exprimé par l'équation :

$$q_e = B_T \ln C_e + B_T \ln K_T \dots \dots \dots 4$$

- Ordonnée à l'origine = $B \ln AT$.
- q_e (mg.g⁻¹) et C_e (mg.L⁻¹) sont respectivement la quantité adsorbée à l'équilibre et la concentration d'équilibre.
- T : est la température (K),
- R : est la constante des gaz (8,314 J mol⁻¹. K⁻¹).
- K_t : La constante est liée à la chaleur d'adsorption.

I.9 La thermodynamique d'adsorption

L'adsorption s'accompagne toujours d'un échange thermique, qu'il soit exothermique ou endothermique. La mesure de la chaleur d'adsorption constitue le critère principal pour distinguer la chimisorption de la physisorption. Les paramètres thermodynamiques, qui dépendent fortement de la température, représentent également des indicateurs précieux pour prédire le comportement d'adsorption.

Ces paramètres qui sont la chaleur d'adsorption, l'énergie d'activation, la variation de l'énergie libre Gibbs (ΔG), l'enthalpie (ΔH) et l'entropie (ΔS). Leurs calcul est indispensable pour la détermination de la nature du processus de rétention.

La relation thermodynamique de Gibbs-Helmholtz :

$$\Delta G^\circ = -R \times T \times \ln (K_d) \dots \dots \dots (1)$$

La relation obtenue par intégration de Van't Hoff :

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

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

$$R \times T \times \ln(K_d) = -\Delta H^\circ + T \times \Delta S^\circ \dots \dots \dots 5$$

$$\ln K_d = -\left(\frac{\Delta H^\circ}{R \times T}\right) + \left(\frac{1}{R}\right) \Delta S^\circ \dots \dots \dots 6$$

I.10 La cinétique d'adsorption

Plusieurs modèles cinétiques ont été employés pour analyser les données expérimentales, offrant des informations clés pour l'application de l'adsorbant en adsorption, nous avons appliqué deux modèles (pseudo-premier ordre, pseudo-second ordre) en utilisant des différents temps de contact, avec les doses optimales et le pH préalablement déterminés

I.10.1 Modèle cinétique pseudo-premier ordre

C'est le plus ancien des modèles cinétiques, il a été proposé par Lagergren en 1898. Le modèle du premier ordre est utile pour une analyse simplifiée, mais doit être complété par d'autres modèles (second ordre, Elovich) pour une description complète. Son application nécessite une validation expérimentale rigoureuse, Il suppose que la vitesse d'adsorption est proportionnelle à la concentration résiduelle du polluant en solution. (40)

Le modèle cinétique du pseudo premier ordre peut être exprimé par l'équation suivante :

$$\log(q_e - q_t) = -k_1 \times t + \log q_e \dots \dots \dots 7$$

- q_t = quantité adsorbée à l'instant t (mg/g),
- q_e = capacité d'adsorption à l'équilibre (mg/g),
- k_1 = constante de vitesse du premier ordre (min^{-1} ou h^{-1}).

I.10.2 Modèle cinétique pseudo-deuxième ordre

Le modèle de pseudo-second ordre est largement utilisé pour décrire la cinétique d'adsorption des polluants (métaux lourds, colorants, etc.) sur des adsorbants. Contrairement au modèle du premier ordre, il suppose que la vitesse d'adsorption dépend des sites actifs disponibles à la surface du matériau, et non seulement de la concentration en solution. Ce modèle peut être exprimé par l'équation de la forme suivante : (40)

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{q_e} t + \frac{1}{k_2 \times q_e^2} \dots \dots \dots 8$$

- q_t = quantité adsorbée au temps t (mg/g),
- q_e = capacité d'adsorption à l'équilibre (mg/g),
- k_2 = constante de vitesse de pseudo-second ordre ($\text{g} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$)



Chapitre **II**

II.1.2 Caractérisation de l'adsorbant**II.1.2.1 Indice d'iode**

L'indice d'iode quantifie la capacité d'un matériau à adsorber l'iode (en mg par gramme), révélant ainsi sa microporosité. La mesure est standardisée à une concentration résiduelle de 0,02 N, L'iodométrie est une méthode analytique basée sur l'utilisation d'une solution titrée d'iode pour doser des espèces chimiques. Son principe repose sur les réactions d'oxydoréduction impliquant l'iode

a) Protocole de préparation d'une solution d'iode 0,1 N

- Peser précisément 12,69 g d'iode sublimé (I₂). et 19,10 g d'iodure de potassium (KI).
- Dans une fiole jaugée de 1 L, dissoudre d'abord le KI dans 50-100 ml d'eau distillée.
- Ajouter progressivement l'iode solide et agiter jusqu'à dissolution complète (la solution prendra une couleur brun foncé).
- Ensuite, peser précisément 24,82 g de thiosulfate de sodium penta hydraté (Na₂S₂O₃, 5H₂O) à l'aide d'une balance analytique.
- Introduire le sel dans une fiole jaugée propre de 1 litre.
- Agiter doucement jusqu'à dissolution complète des cristaux.

b) Protocole de détermination de l'indice d'iode

On pèse une masse de 0,2 g d'adsorbant préparé qui a été séché à 150 °C dans l'étuve pendant 3 heures, on le transpose dans un flacon, ajouter 10 ml de HCl (5%) et remue doucement jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement mouillé, on porte à ébullition pendant 30 secondes, ensuite laisse refroidir à température ambiante, verser 100 ml de la solution d'iode dans le flacon, le bouche immédiatement et agite pendant 30 secondes, on filtre un mélange pour éliminer les particules solides et obtenir un filtrat (liquide clair), On écarte (jette) les 20–30 ml initiaux du filtrat, probablement pour éviter des impuretés ou des résidus de filtration, le reste du filtrat est récupéré dans un bécher. On ajoute goutte à goutte une solution de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃) dans l'erlenmeyer, La solution change de couleur (par exemple, du jaune/brun à incolore si on dose de l'iode I₂), On note le volume V de thiosulfate versé pour atteindre la décoloration (point équivalent).

Calcule l'indice d'iode comme suit :

$$\text{Indice d'iode} \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}} \right) = \frac{((v' - v) \times N \times 126,93)}{m} \dots \dots \dots 9$$

m : La masse d'adsorbant (g).

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

V : Volume de thiosulfate pour le titrage après adsorption.

N : La normalité de la solution de thiosulfate utilisée.

II.1.2.2 L'indice de bleu de méthylène

La détermination de l'indice de Bleu de Méthylène a été réalisée selon la méthode TM-11 de Chemviron Carbon. Cette méthode consiste à :

Pour déterminer l'indice de BM il faut :

1- Une solution d'acide acétique (0,25 %), on prend 2.5ml d'acide acétique fumant dans une fiole de 1l puis en rempli avec l'eau distillée jusqu'à trait de jauge.

2- Une solution d'acide acétique (50 %), ou on verse un volume de V=253.11ml d'acide acétique fumant dans une fiole de 500ml.

3- Une solution de BM de concentration (1200 mg /L), on pèse une masse de m=1.2g de BM et on dissoudre dans 100ml d'acide acétique (50%) et diluer avec l'acide acétique (0.25%) jusqu'à trait de jauge dans une fiole de 1l.

$$\text{Indice du Bleu Méthylène } \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}} \right) = \frac{(C_0 - C_e)V}{m} \dots \dots \dots 10$$

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

C_e : concentration à l'équilibre de l'adsorbat (mg/L).
 m : masse d'adsorbant (g).

V : volume d'adsorbat (L).

II.1.2.3 Détermination du pH_{pzc}

Un volume de 50 mL d'une solution de NaCl (0.01M) est placé dans des flacons à bouchons, le pH est ajusté de 2 à 12 en ajoutant l'hydroxyde de sodium ou l'acide chlorhydrique concentré ; une masse de 0.15 g de charbon actif est ensuite ajouté aux solutions de NaCl de différents pH. Après 48 heures d'agitation le pH final est mesuré. On trace le pH final en fonction du pH initial. Le pH qui correspond au point d'intersection avec la ligne pH (final) = pH (initial) est le pH_{pzc} du charbon.

II.1.2.4 L'analyse de BET

L'analyse de la surface spécifique des charbons actifs par la méthode BET (Brunauer, Emmett et Teller) est une procédure standardisée pour évaluer leur capacité d'adsorption. Voici les étapes clés du protocole généralement suivi, synthétisé à partir des informations disponibles dans les résultats de recherche :

Protocole d'analyse BET pour les charbons actifs

➤ 1. Préparation de l'échantillon

- Le charbon actif est broyé et tamisé pour obtenir une granulométrie homogène (par exemple, des particules de diamètre $\leq 80 \mu\text{m}$).
- Il est ensuite séché à $110 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 24 heures pour éliminer l'humidité résiduelle et les contaminants volatils, puis conservé dans un dessiccateur pour éviter toute réabsorption d'humidité avant l'analyse .

➤ . Dégazage

- L'échantillon est placé dans une cellule d'analyse et soumis à un dégazage sous vide ou sous flux gazeux inerte (azote ou hélium) à une température élevée (généralement entre $150 \text{ }^\circ\text{C}$ et $300 \text{ }^\circ\text{C}$) pendant plusieurs heures. Cette étape permet de nettoyer la surface des pores en éliminant les molécules adsorbées (eau, CO_2 , etc.)

➤ 3. Adsorption de gaz (généralement N_2 à 77 K)

- Le charbon est refroidi à la température de l'azote liquide (77 K).
- On mesure la quantité d'azote adsorbée à différentes pressions relatives (P/P_0), en augmentant progressivement la pression. Les données recueillies permettent de tracer l'isotherme d'adsorption.

➤ 4. Analyse des isothermes et calcul de la surface spécifique

- L'isotherme est analysée selon le modèle BET (valide pour des pressions relatives entre 0,05 et 0,3 P/P_0). La surface spécifique est calculée à partir de la pente de la droite BET, en utilisant la section transversale de la molécule d'azote ($0,162 \text{ nm}^2$).
- Les charbons actifs présentent typiquement des surfaces spécifiques comprises entre 400 et 2 500 m^2/g , avec des valeurs courantes autour de 1 000 m^2/g pour les produits hautement performants.

II.1.2.5 L'analyse de IRTF

L'analyse par spectroscopie infrarouge (IR) du charbon actif commercialisé permet d'identifier les groupes fonctionnels à sa surface et de caractériser sa composition chimique. Voici un protocole détaillé, synthétisé à partir des résultats de recherche :

Protocole d'analyse infrarouge (FT-IR) pour le charbon actif

1. Préparation de l'échantillon

Les méthodes varient selon la technique IR choisie :

- Pastille de KBr (transmission) :
- Broyer finement le charbon actif et le mélanger avec du bromure de potassium (KBr) pur (ratio typique 1:100).
- Comprimer le mélange sous haute pression (5–10 tonnes) pour former une pastille translucide.
- ATR (Réflexion Totale Atténuée) :
- Déposer directement l'échantillon pulvérulent sur le cristal ATR (diamant ou ZnSe) et appliquer une pression uniforme pour un bon contact.
- Dépôt de film (pour échantillons polymères) :
- Dissoudre le charbon dans un solvant adapté (si possible), déposer une goutte sur une plaque de KBr, puis évaporer le solvant pour former un film mince.

2. Paramétrage du spectromètre FT-IR

- Gamme de mesure : 400–4000 cm^{-1} (spectre moyen infrarouge) pour couvrir les vibrations des liaisons C=O, C-H, O-H, etc..
- Résolution : 2–4 cm^{-1} pour une détection précise des pics.
- Nombre de scans : 16–32 pour améliorer le rapport signal/bruit.

3. Acquisition du spectre

- Réaliser un blanc (spectre de référence) avec le KBr seul ou le cristal ATR propre.
- Mesurer l'échantillon et soustraire le fond spectral pour éliminer les interférences.

II.2 le polluant L'acide indole-3-acétique

II.2.1 Définition

L'acide indole-3-acétique (AIA) représente une molécule d'intérêt majeur tant en biologie végétale qu'en génie des procédés et en sciences environnementales. Cette auxine naturelle, de formule chimique $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_2$, joue un rôle central dans la régulation de la croissance et du développement des plantes, mais son influence s'étend bien au-delà du règne végétal.

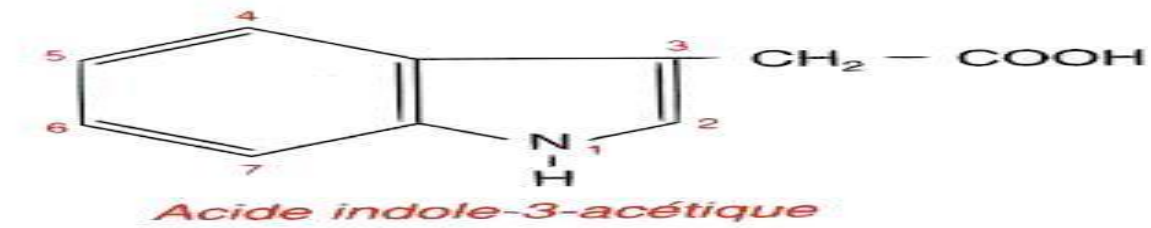


Figure II.2 Structure chimique semi développé du polluant Acide indole -3- acétique

II.2 Propriétés Physico-Chimiques de l'AIA

1. Utilisation du L'AIA

L'acide indol-3-acétique (AIA) est une auxine naturelle essentielle en physiologie végétale, principalement utilisée pour stimuler la croissance des plantes en favorisant l'élongation cellulaire, la division cellulaire et la différenciation tissulaire. Il joue un rôle clé dans le développement des racines (notamment en horticulture pour le bouturage), la régulation de la dominance apicale, la fructification et la prévention de la chute prématurée des fruits. En agriculture, des formulations synthétiques d'AIA sont employées pour améliorer les rendements, accélérer l'enracinement des boutures et optimiser la morphogenèse végétale *in vitro*. De plus, l'AIA intervient dans les réponses aux stimuli environnementaux, comme le phototropisme et le gravitropisme. Bien que non classé comme polluant majeur, son utilisation excessive peut perturber les écosystèmes en modifiant les cycles de croissance naturels.

2. Toxicité

Toxicité L'AIA est considéré comme une substance ****peu toxique**** pour les mammifères (faible toxicité aiguë, $LD_{50} > 5\ 000$ mg/kg chez le rat), mais une exposition excessive peut provoquer des irritations oculaires, cutanées ou respiratoires. Chez les plantes, bien qu'il s'agisse d'une hormone naturelle, des concentrations élevées peuvent inhiber la croissance au lieu de la stimuler, entraînant des malformations racinaires ou foliaires.

Masse molaire	175,184 g/mol
Point de fusio	Entre 168 et 170°C
Solubilité	Faible solubilité dans l'eau (1 500 mg·L ⁻¹ à 20°C), mais bonne solubilité dans les solvants organiques polaires comme l'éthanol

L'AIA est un acide faible avec un pKa de (4,75), ce qui influence son comportement en solution et sa disponibilité selon les conditions environnementales.

II.3. Etablissement de la courbe d'étalonnage

Pour préparer la solution mère « 1 » mélanger une quantité de (m=0.250 g) de polluant AIA dans une fiole de V=500 ml et remplir avec l'eau distillée jusqu'à trait de jauge et donc la concentration de cette solution et de C= 500 mg/l

On a fait une dilution de la solution mère « 1 » dans une fiole de V=200 ml, pour récupérer une solution mère « 2 » avec une concentration de C=50mg/l, ensuite dans une série de fioles jaugée de V=25 ml, on a fait 7 diluants de solution mère « 2 », avec des concentrations de [1-4] pour tracer la courbe d'étalonnage.

II.4 paramètres influençant sur l'adsorption**II.4.1 Effet de temps**

L'adsorption de l'AIA par notre matériau (adsorbant) en fonction du temps permet de déterminer le temps de contact adsorbant-adsorbat nécessaire pour établir un équilibre d'adsorption, dans le but de déterminer le temps d'équilibre d'adsorption, des volumes de 25 mL prélevés de la solution concernée de concentration connue (1000mg/L) et (800mg/L) à une température ambiante constante (20°C) ont été préparés, avec 5 échantillons de chaque concentrations, on a ajouté dans chaque solution une masse d'adsorbant de $m=0.1g$. L'ensemble est agité avec des agitateurs magnétiques à des temps d'agitation allant de 30 à 120 min, la séparation a été effectuée par centrifugation à l'aide d'une centrifugeuse pendant 15 min, l'absorbance finale a été déterminée à l'aide d'un spectrophotomètre Zuzi 4255/50.

II.4.2 Effet de dose

Nous avons appliqué la procédure suivante : un volume de 25ml de solution de colorant Rhodamine B avec des concentrations connues (1000 mg/l) et (800mg/l) ont été mélangés et agités respectivement avec 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 ; 0,4 g de masse d'adsorbant, avec 5 échantillons de chaque concentrations, pendant un temps (le temps d'équilibre adsorbat-adsorbant déterminé auparavant). Après centrifugation, les résultats sont analysés et calculés pour déterminer la dose nécessaire pour l'adsorption.

II.4.3 Effet du pH

On a appliqué le protocole suivant dans une série de 5 flacons qui contiennent $V= 25$ ml de solution de colorant de concentration (1000mg/l) et (800mg/l), et contiennent une masse de $m=0.1g$ (déterminé auparavant) ont été introduites afin de leur imposer des pH [2 ;4 ;6 ;8 ;10] appropriés pour des milieux acide ou basique, et on a utilisé des solutions de NaOH de 1N et 0.1N pour augmenter la valeur du pH, et aussi des solutions de HCl de 1N et 0.1N pour diminuer la valeur de pH, après centrifugation, les résultats obtenus sont analysés et calculés pour déterminer le pH nécessaire pour l'adsorption. L'isotherme d'adsorption sera établie avec une solution de pH=2.

II.4.4 Isothermes d'adsorption

Dans une série de béchers contenant 25 ml de solution à pH optimum avec une concentration qui varient entre 300 mg/L à 400 mg/L et une masse optimale du charbon actif, l'ensemble est agité pendant un temps un temps déterminé précédemment, puis centrifuger et analyser pour établir l'isotherme d'adsorption

II. 4.5 Thermodynamique d'adsorption

Dans des flacons contenant 25 ml de solution de L'AIA à une concentration de 300 mg/L et 400mg/L sont ajustés à un pH optimum , puis des masses définis g de l'adsorbant sont ajoutés dans chaque échantillon, ces flacons sont ensuite placés successivement à des températures de 25 °C, 30 °C, 35 °C et 40°C dans un bain-thermostatique équipé d'un thermostat pour contrôler la température. Le mélange est agité pendant un temps optimal, puis centrifugé et analysé par spectrophotométrie, pour déterminer les paramètres thermodynamique nécessaire.

II.4.6 Cinétique d'adsorption du l,AIA

Dans une série des béchers nous avons introduit 25 ml de solutions à concentration 300 mg/L et 400 mg/l, ensuite on a ajusté au pH optimal et nous avons ajouté une masse d'adsorbant, l'ensemble est agité à des temps de 5 à 60 minutes puis centrifuger et analyser par spectrophotométrie.



Chapitre III

III.1 Résultats de la caractérisation

III.1.1 Détermination de l'indice d'iode

Calcule l'indice d'iode comme suit :

$$i\text{indice d'iode}(\text{mg/g}) = \frac{((50 - 36,95) \times 0.1 \times 126,93)}{0.2}$$

$$i\text{ndice d'iode} = 828,2(\text{mg/g})$$

III.1.2 Détermination de l'indice de bleu de méthylène

L'équation de la droite donnant l'absorbance en fonction de la concentration du bleu de méthylène est [Abs= 0.1098×C]. Cette équation est utilisée pour calculer la concentration résiduelle inconnue, on a obtenu une absorbance égale à 0.283.

$$\text{IBM}(\text{mg/g}) = \frac{(1200 - 509) * 0.025}{0.1}$$

$$\text{IBM} = 172,75 \text{ mg/g}$$

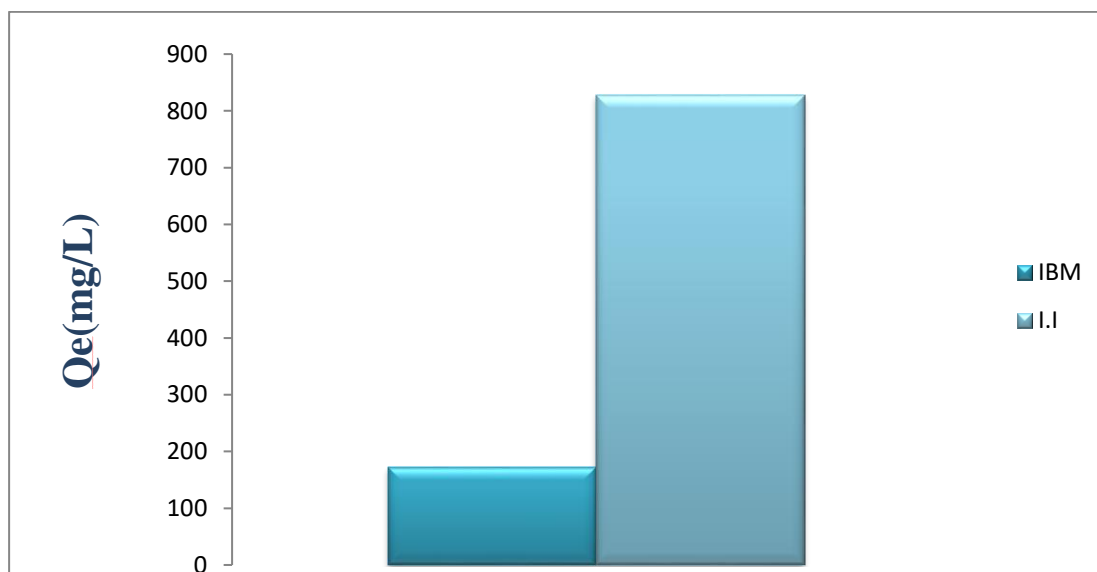


Figure III. 1 L'indice d'iode et L'indice de Bleu de Méthylène

Selon l'histogramme, on observe que l'adsorbant préparé possède une surface microporeuse très importante, avec un indice d'iode de 828,1 mg/g, et un indice de Bleu de Méthylène de 172,75 mg/g.

III.1.3 Détermination du pH_{pcz}

Les résultats de pH_{pcz} sont représentés graphiquement dans la figure III.1

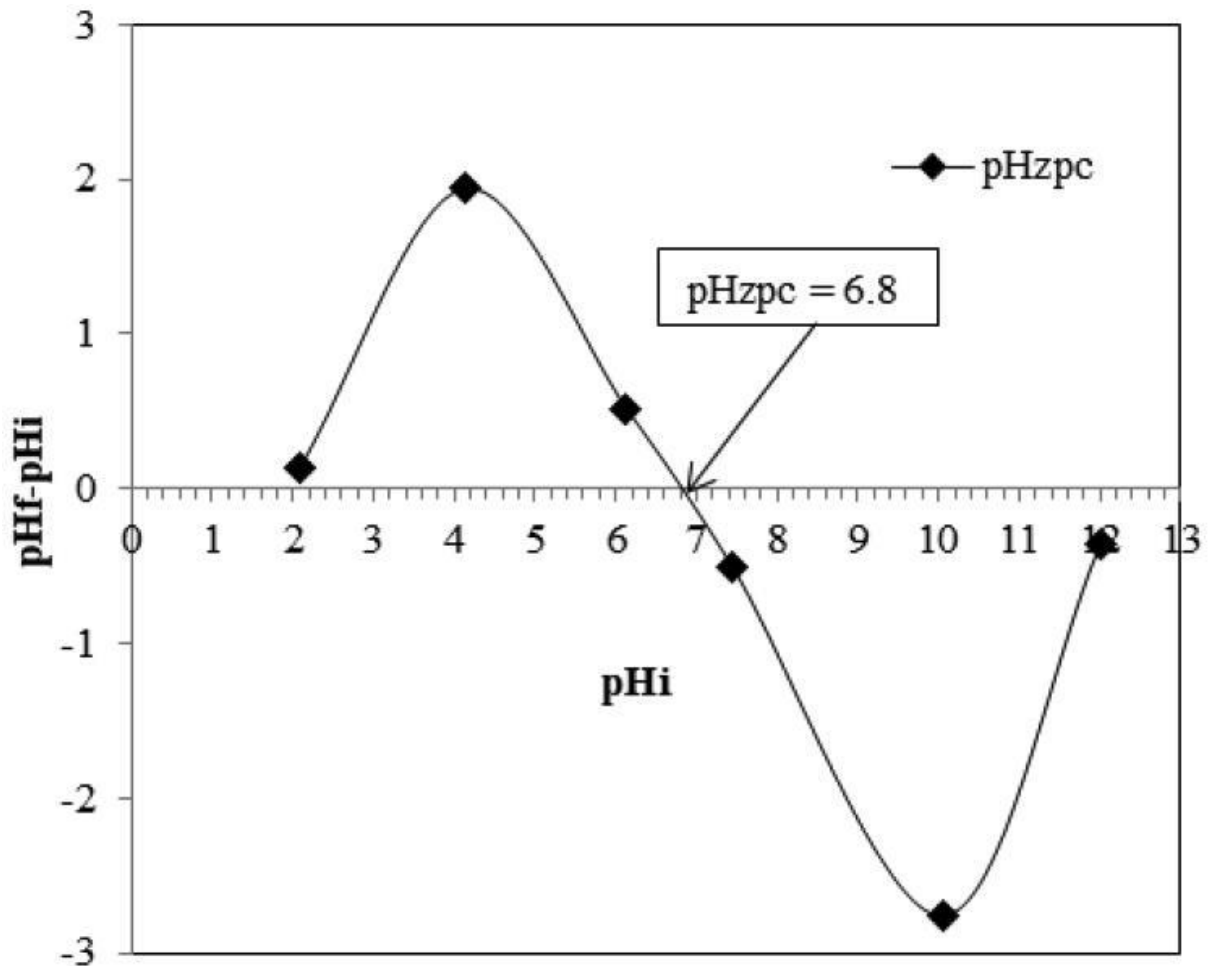


Figure III.2 la détermination du pH_{pcz} de charbon actif

Le pH_{pzc} est déterminé est égal à 6,8. Lorsque le pH de la solution est supérieur au pH_{pzc} (6,8), la surface de l'adsorbant, en perdant des protons s'est chargée plus négativement et a favorisé donc l'adsorption du polluant AIA chargé positivement à cause de l'augmentation de la force électrostatique d'attraction. Pour des $pH < pH_{pzc}$ (6,8), il y a diminution de la Capacité d'adsorption en raison de la répulsion entre la surface du charbon actif et le polluant AIA chargés tous les deux positivement.

III.1.4 L'analyse de BET

Cette surface spécifique peut être obtenue graphiquement en traçant $P/(V \cdot (P_0 - P))$ en fonction de P/P_0 donnant ainsi une droite de pente a et d'ordonnée à l'origine b permettant de déterminer les constantes V_m et C .

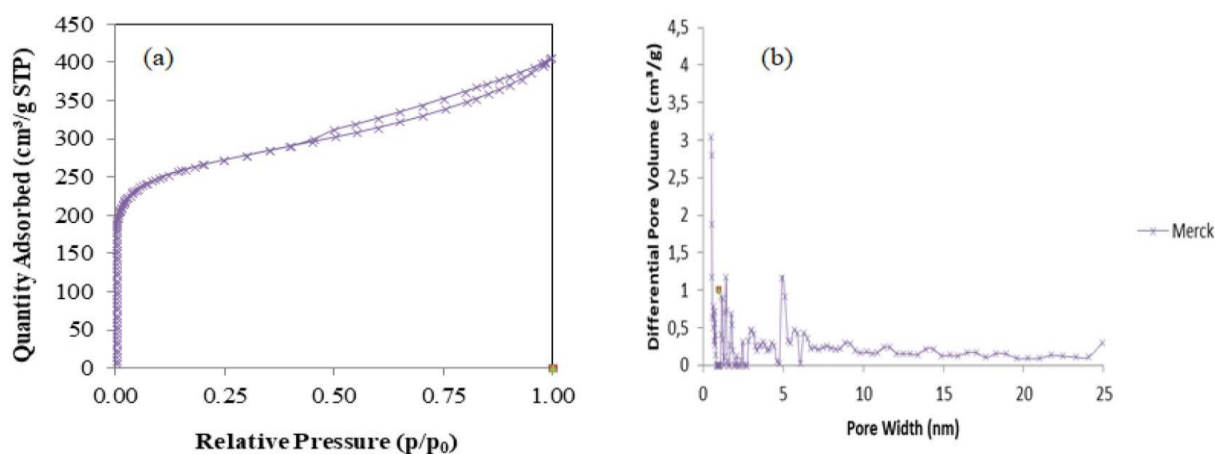


Figure III.3 : Représente les isothermes de BET obtenues pour le charbon actif

L'analyse de l'isotherme (Figure III.3) révèle une adsorption rapide de N_2 dans la zone de faible pression relative ($P/P < 0,30$), caractéristique d'un remplissage préférentiel des micropores [20]. Au-delà ($P/P > 0,30$), la courbe évolue progressivement vers un comportement typique d'adsorption multicouche, suivi d'une légère condensation capillaire dans les pores les plus larges. La présence d'une boucle d'hystérésis marquée ($0,45 < P/P < 1$) confirme la coexistence de mésopores avec une distribution de tailles.

Une surface BET de $1017 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$, favorable aux applications nécessitant une grande Interface (adsorption, catalyse).

- Un volume poreux total de $0,626 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$, dont 13% attribuables aux mésopores (diamètre moyen $\approx 6 \text{ nm}$). Cette hiérarchie poreuse (micro/mésopores) suggère un potentiel pour des processus combinant sélectivité (micropores) et transport moléculaire efficace (mésopores).

III.1.4 L'analyse de IRTF

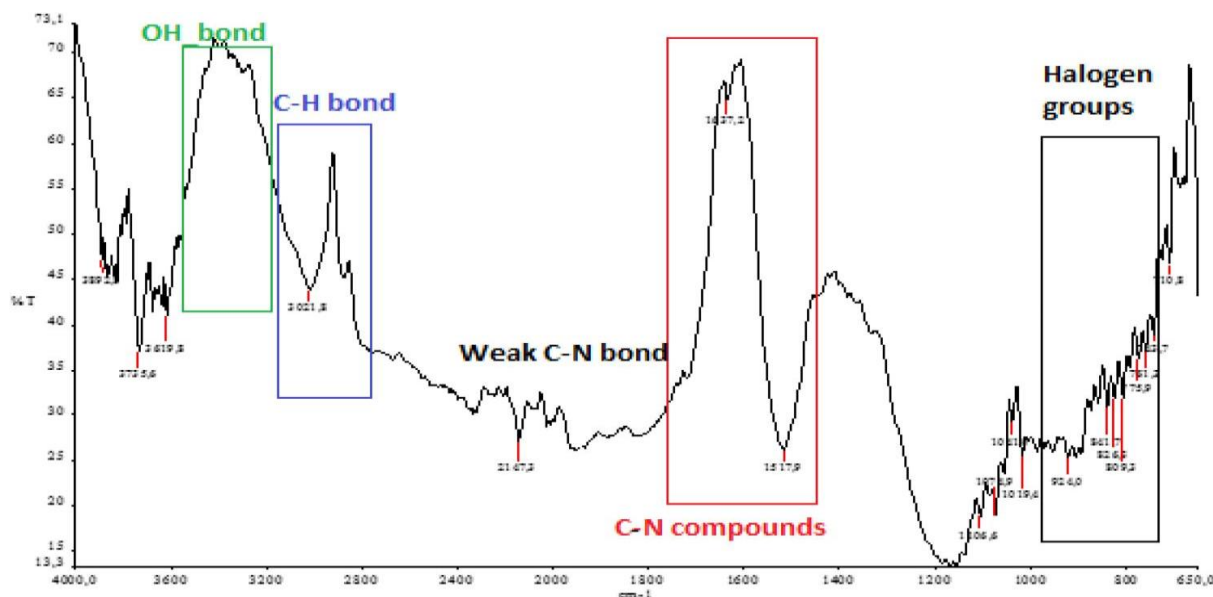


Figure. III.4 Spectre infra rouge du charbon actif

Pour le charbon actif, une assignation des bandes IR selon la littérature :

- 3619,8 ; 3735,6 ; 3892,8 cm⁻¹ : ces bandes peuvent être attribuées aux vibrations d'élongation des groupements O-H dans les alcools ou éventuellement les phénols ;
- 3021,0 cm⁻¹ : groupements –O-H, –NH₃⁺ ;
- 2147,3 cm⁻¹ : groupements –C= CH, -N=C=H- et –N=C=S ;
- 1517,9 cm⁻¹ : groupements amide de NH et –NH₃⁺, C=N- cycles conjugués, et soufrés ;
- 1106,6 cm⁻¹ : vibration d'élongation de C-O, groupement amide I, éthers C-O-C et esters ;
- 1074,9 cm⁻¹ : vibration d'élongation de C-O, groupements de toute classe, vibration d'élongation asymétrique de C-Cl, groupements esters C-O-C ainsi que C-O-C ;
- 1041,0 cm⁻¹ : vibration d'élongation C-O (-C-OH) de groupements alcooliques ou éventuellement phénoliques, groupements soufrés S=O ;
- 1019,4 cm⁻¹ : groupements alcools C-OH primaire ou éventuellement tertiaires ;
- 809,3, 826,3, et 841,7 cm⁻¹ : groupements alcènes, liaisons 1(C-H) aromatiques isolés, vibration d'élongation N=O de NO₃,

Cycles benzéniques de deux atomes de H voisins (1,4- disubstitution et 1,3, 4-trisubstitution, vibration d'élongation asymétrique(C-Cl) à 809,3 et 826,3 cm⁻¹ ;

- 743,7 cm⁻¹ : groupements alcènes, Cycle aromatique monosubstituée (cinq atomes de H voisins), Cycles benzéniques 1,2-disubstitution. Vibration d'élongation asymétrique (C-Cl) ;

III.2 Résultats de l'application

III.2.1 Etablissement de la courbe d'étalonnage

Chaque étalon a été analysé dans le domaine de l'UV par le spectrophotomètre à la longueur d'onde de 273.5 nm, qui a été déterminée par balayage.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau. III.1 :

Tableau. III.1 : Résultats de l'établissement de la courbe d'étalonnage

C(mg/L)	0	5	10	15	20	25	30	35	40
Abs	0	0,142	0,283	0,445	0,56	0,646	0,876	0,998	1,094

Et cette dernière représentée graphiquement sur la Figure. III.4

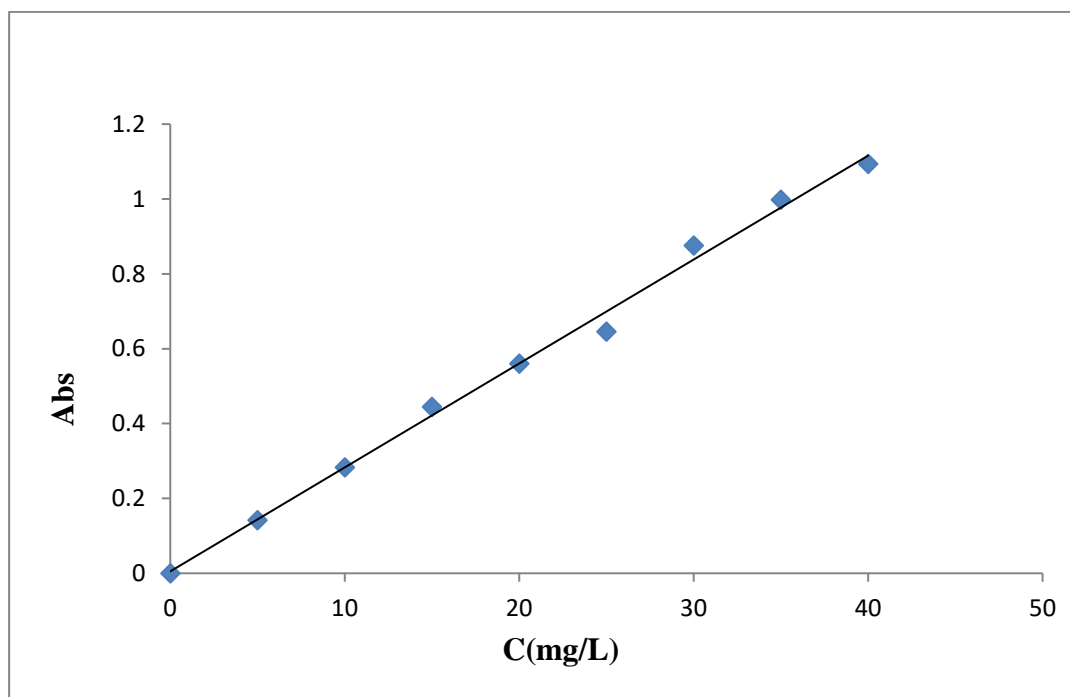


Figure. III.5 Courbe d'étalonnage du L'AIA

On observe que la courbe obtenue est une droite, avec un coefficient de corrélation de 0,995, donc on a un bon ajustement linéaire. L'équation de cette droite, qui relie l'absorbance à la concentration du AIA est : $[A = 0,0279 \times C]$. Cette équation permet de déterminer la concentration d'une solution inconnue du AIA.

III.2.2 Détermination du temps d'équilibre

- On a étudié le temps de contact nécessaire pour atteindre l'équilibre d'adsorption du AIA, Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau III.2 .

Tableau III.2 : Résultats de l'effet de temps

Temps (Minutes)	Taux (%)	Ceq (mg/L)	Quantité (mg/g)	Concentration (mg/L)
10	96,80	25,58	193,60	500
20	97,50	20	195	
30	98,14	14,81	196,29	
45	97,36	21,07	194,73	
60	97,50	19,96	195,008	
90	97,53	19,69	195,075	
120	97,63	18,95	195,26	
10	99,93	0,63	199,84	800
20	99,864	1,35	199,66	
30	99,869	1,30	199,67	
45	99,891	1,05	199,73	
60	99,897	1,08	199,72	
90	99,89	1,02	199,74	
120	99,88	1,11	199,72	

Ce tableau représenté graphiquement dans la figure III.5

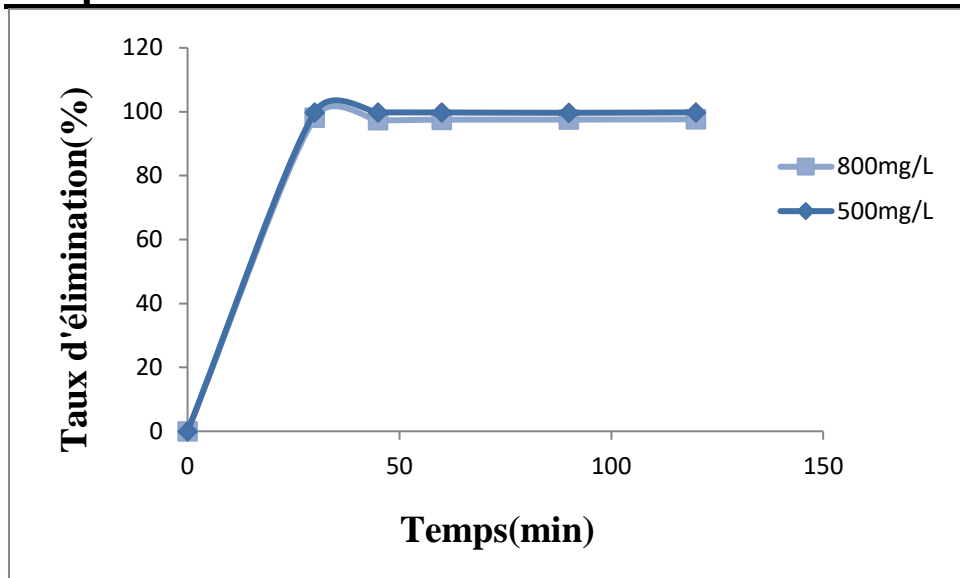


Figure III.6 Effet de temps

On observe une augmentation du taux d'élimination du AIA par notre adsorbant avec le temps, jusqu'à atteindre un plateau de saturation où ce rapport ne change plus, indiquant que l'équilibre de l'interaction adsorbant-adsorbat est atteint, et donc on a choisi un temps d'équilibre de (30min).

III.2.3 Détermination de la dose optimale

Les résultats de mesure de la dose sont représentés dans le tableau. III.3.

Tableau. III.3 : Résultats de l'effet de dose

Dose (g/L)	Masse (mg)	Taux (%)	Ceq (mg/L)	Q (mg/g)	Concentration (mg/L)
0	0	0	0	0	800
0,05	2	95,806	33,548	383,225	
0,1	4	99,789	1,684	199,578	
0,2	8	99,717	2,258	99,717	
0,3	12	99,856	1,146	66,571	
0	0	0	0	0	1000
0,05	2	96,451	35,483	482,258	
0,1	4	99,821	1,784	249,55	
0,2	8	99,820	1,792	124,775	
0,3	12	99,910	0,896	83,258	

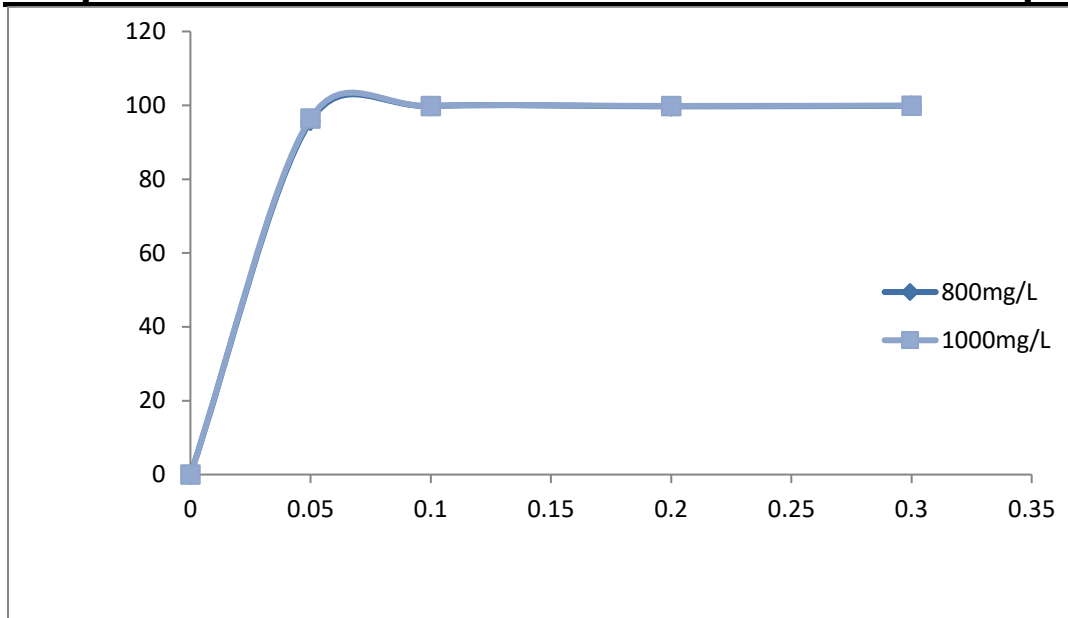


Figure III.7 Effet de dose

La Figure III.6 montre une augmentation de la quantité du AIA adsorbée à l'équilibre en fonction du taux d'élimination de l'adsorbant, avec une adsorption maximale atteinte à une dose d'adsorbant de (0.1g). Par conséquent, nous utiliserons cette dose optimale pour toutes les expériences de l'adsorption

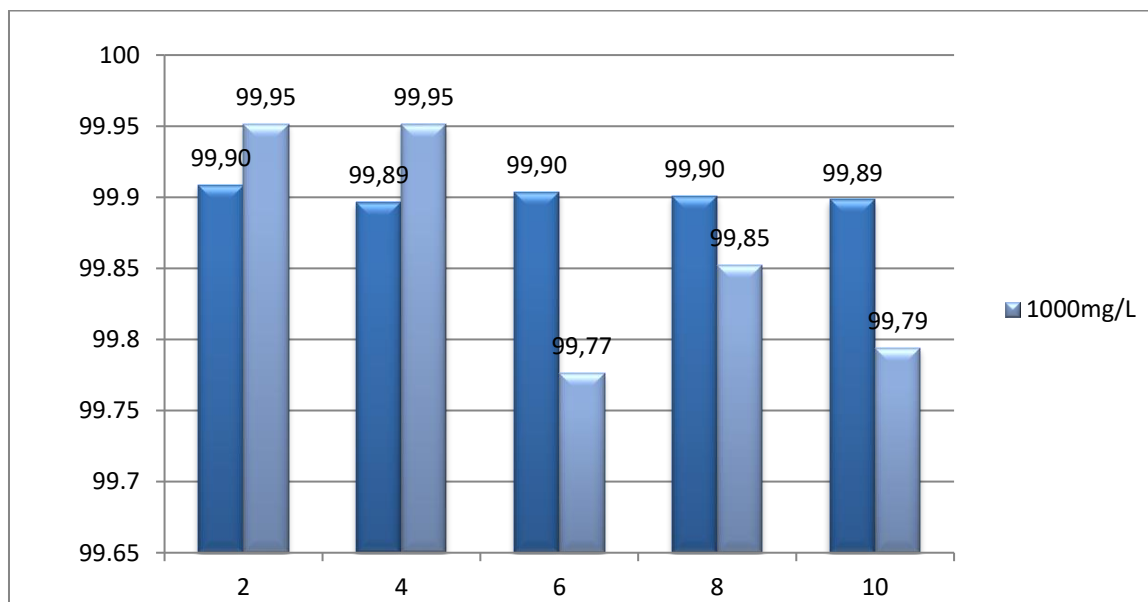
III.2.4 Détermination du pH optimum

Les résultats d'effet de pH sur l'adsorption sont représentés dans le tableau. III.4.

Tableau III.4 : Résultats de l'effet de pH

pH	Taux (%)	Ceq (mg/L)	q (mg/g)	Concentration (mg/L)
2	99,908	0,913	199,771	800
4	99,896	1,035	199,741	
6	99,903	0,964	199,758	
8	99,900	0,992	199,751	
10	99,898	1,017	199,745	
2	99,951	0,387	249,903	1000
4	99,951	0,390	249,902	
6	99,776	1,790	249,552	
8	99,852	1,182	249,704	
10	99,794	1,647	249,588	

Les résultats de ce tableau représenter sur la figure III.8



La figure III.8:l'effet de pH sur l'adsorption de l'AIA

Un pH optimal de 2 confirme que l'adsorption de l'AIA est maximale avec un pourcentage de 99,95% lorsque la molécule est neutre et que les interactions hydrophobes dominant.

Ce résultat est cohérent avec les mécanismes classiques d'adsorption des acides organiques sur charbon actif.

III.2.5 Détermination des isothermes d'adsorption du AIA

Les valeurs de cette étude sont représentées dans le tableau III.5.

C0	Ce	q	Ce/q	Log(Ce)	Log(q)
200	1,111	49,722	0,022	0,045	1,696
400	1,577	99,605	0,015	0,197	1,998
600	3,978	149,005	0,026	0,599	2,173
700	8,602	172,849	0,049	0,934	2,237
800	27,813	193,046	0,144	1,444	2,285
900	55,197	211,200	0,261	1,741	2,324
1000	83,154	229,211	0,362	1,919	2,365

Les résultats obtenus seront représentés graphiquement selon les modèles d'isotherme d'adsorption selon les figures III.9, III.10, III.11, III.12.

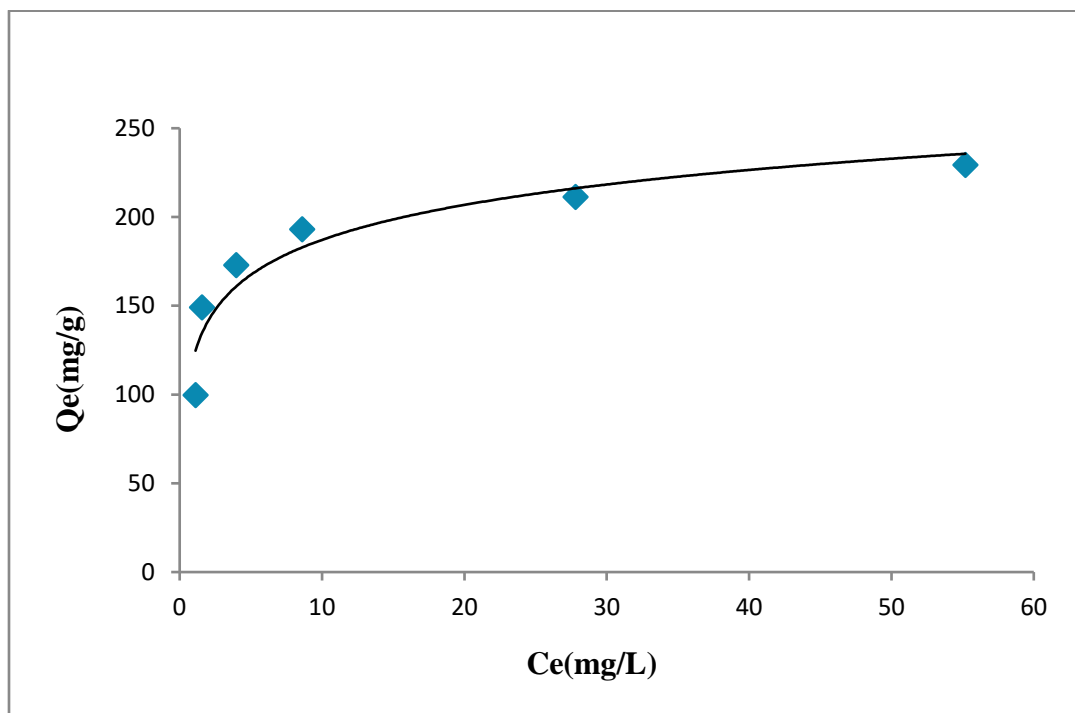


Figure III.9 : Isotherme d'adsorption

Ce diagramme représente une augmentation de la quantité d'AIA absorbé de charbon actif, cela signifie que l'adsorption atteint un plateau (la saturation de charbon actif).

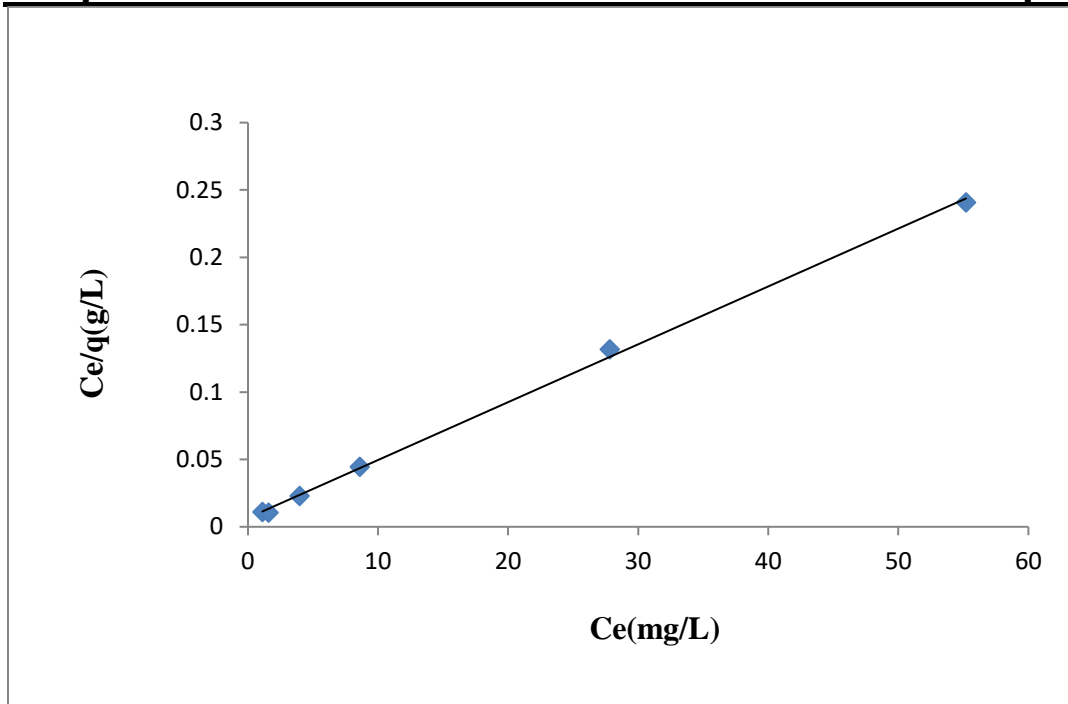


Figure III.10 : Modèle de Langmuir d’adsorption de l’AIA

La courbe est linéaire avec un $R=0,9988$ est une équation de $0,0043x+0,0066$, ce qui confirme que les données suivent bien Ce modèle

Cela signifie :Le processus d’adsorption se fait sur une surface homogène, monocouche avec une forte concentration .

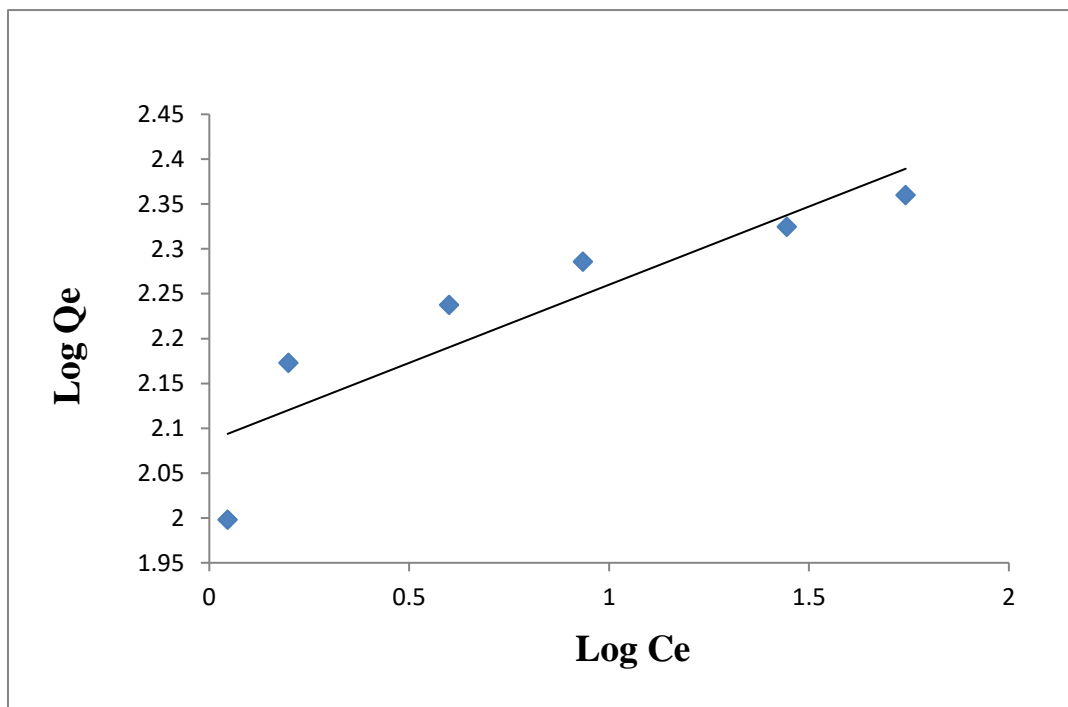


Figure. III.11 : Modèle de Freundlich d’adsorption de l’AIA

Ce diagramme représente le modèle de Freundlich appliqué a l'adsorption de l'AIA sur charbon actif .

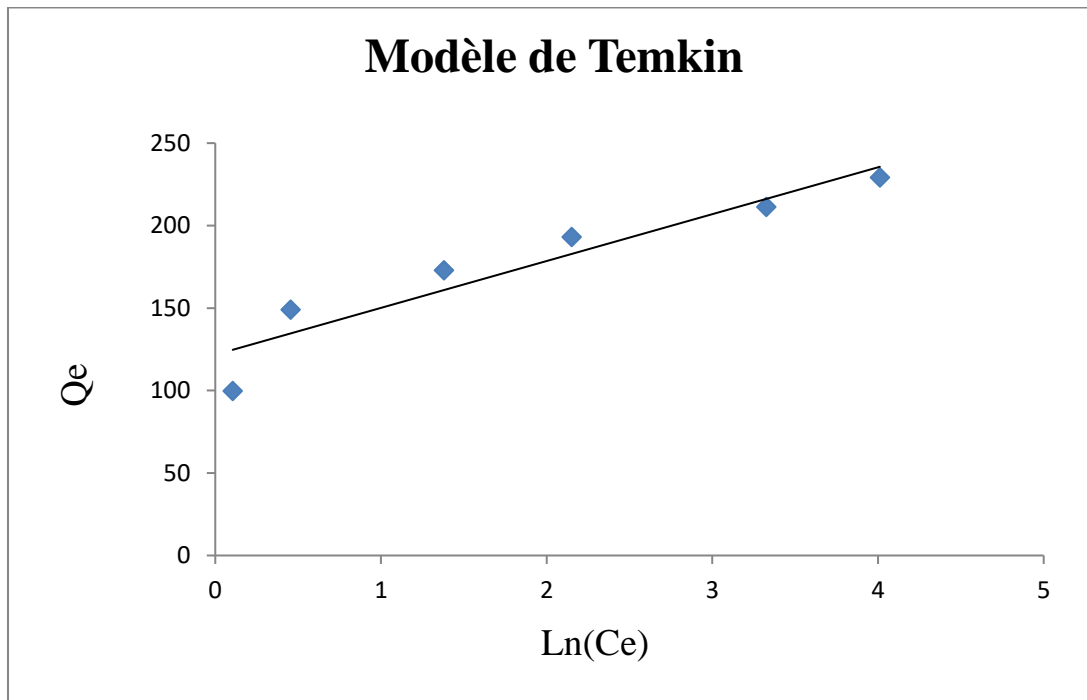


Figure. III.12: Modèle de Temkin d'adsorption de l'AIA

Ce diagramme représente le modèle de Temkin appliqué a l'adsorption de l'AIA sur charbon actif .

Tableau III.6 Paramètres des modèles d'isothermes

Modèle de Langmuir		
Q _{max} (mg/g)	K _L (L/mg)	R ²
232,558	0,651	0,998
Modèle de Freundlich		
n	K _F (L/mg)	R ²
5,737	121,842	0,807

Modèle de Temkin		
B_T (J/mol)	K_T (L/mg)	R²
37,876	6,427	0,895

Au vu des droites obtenues dans les figures (III.9, III.10, III.11) leurs facteurs de corrélation R² qui sont respectivement 0,998 ; 0,809 et 0,895, on peut déduire que le modèle le plus adéquat est celui de Langmuir donc l'adsorption est homogène et limitée à une monocouche, $1/n = 0,174 < 1$ donc l'adsorption est défavorable.

III.2.6 Détermination de la thermodynamique d'adsorption

Les résultats de ces mesures sont présentés dans les Figures (III.12, III.13) et dans le tableau III.7

Tableau III.7 : Résultats de la thermodynamique d'adsorption

	Ce (mg/L)	Taux (%)	1/t	Kd	Ln (Kd)	C0 (mg/L)
298	5,412	98,195	0,0034	13,063	2,569	800
303	2,258	99,247	0,0033	31,645	3,454	
308	1,899	99,3667	0,0032	37,661	3,628	
313	1,075	99,641	0,0031	66,720	4,201	
298	4,516	98,494	0,0034	15,702	2,753	1000
303	2,867	99,044	0,0033	24,870	3,213	
308	2,186	99,271	0,0032	32,691	3,487	
313	1,863	99,378	0,0031	38,390	3,647	

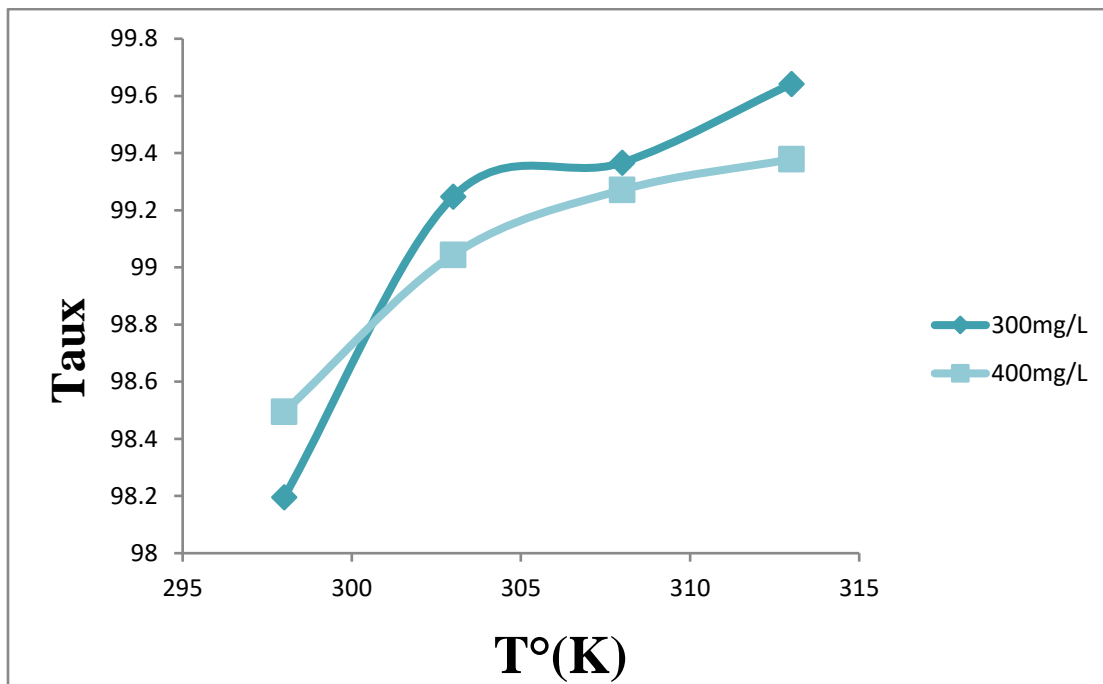


Figure III.13 Taux d'élimination en fonction de la température

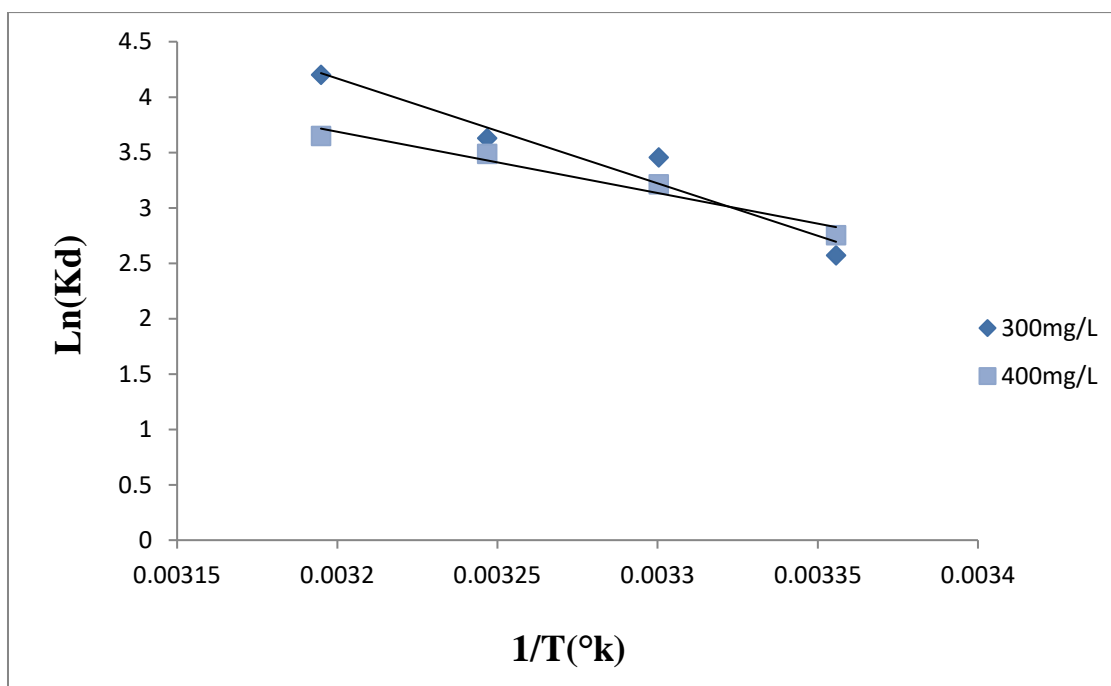


Figure III.14: Thermodynamique d'adsorption

ΔG° (kJ/mol)				ΔH° (kJ/mol)	ΔS° (J/mol.K)	C0 (mg/L)
298 K	303 K	308 K	313 K			
-6366,88	-8702,63	-9291,92	-10930,89	8909,09	32,43	300
-6822,84	-8095,67	-8929,46	-9492,64	5291,67	20,46	400

Tableau III.8 : Paramètres thermodynamiques

D'après les résultats des paramètres thermodynamiques obtenus dans le tableau III.8, on n'observe que l'énergie libre ($\Delta G^\circ < 0$) dans tous les cas. Ceci indique que l'adsorption du AIA sur l'adsorbant est spontanée. L'enthalpie ($\Delta H^\circ > 0$), ce qui implique que le processus de l'adsorption est endothermique ainsi qu'une température plus élevée facilite l'adsorption, ($\Delta S > 0$) est positive cela veut dire que les molécules du AIA restent plus désordonnées sur l'interface solide/ liquide à la cour de processus d'adsorption.

III.2.7 Cinétique d'adsorption du AIA

Les résultats des mesures de la cinétique d'adsorption sont représentés sur les Figures (III.14, III.15) ; et mentionnés dans les Tableaux (III.10 ,III.11)

Tableau III.9 : Résultats de la cinétique d'adsorption

Temps (min)	Taux (%)	Ceq (mg/L)	Q (mg/g)	t/q	Qe-Q	Log (Qe-q)	t ^{1/2}	C0 (mg/L)
5	99,498	1,505	74,623	0,067	0,268	-0,570	2,236	300
10	99,534	1,397	74,650	0,133	0,241	-0,616	3,162	
15	99,581	1,254	74,686	0,200	0,206	-0,685	3,872	
30	99,784	0,645	74,838	0,400	0,053	-1,269	5,477	
45	99,844	0,465	74,883	0,600	0,008	-2,047	6,708	
60	99,856	0,430	74,892	0,801	0	0	7,745	
5	98,736	5,05376	98,736	0,050	1,048	0,020	2,236	400
10	99,112	3,548	99,112	0,100	0,672	-0,172	3,162	
15	99,417	2,329	99,417	0,150	0,367	-0,434	3,872	
30	99,453	2,186	99,453	0,301	0,331	-0,479	5,477	
45	99,650	1,397	99,650	0,451	0,134	-0,871	6,708	
60	99,784	0,860	99,784	0,601	0	0	7,745	

III.2.7.1 Modèle cinétique pseudo-premier ordre

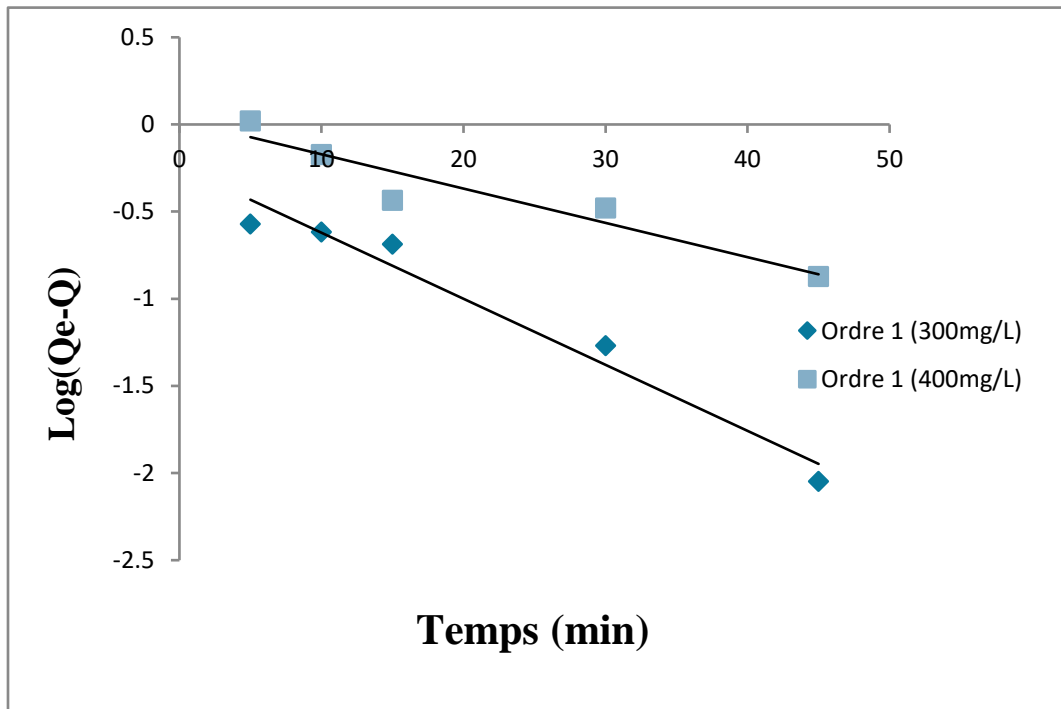


Figure III.15 : Modèle cinétique pseudo-premier ordre

III.2.7.2 Modèle cinétique pseudo-deuxième ordre

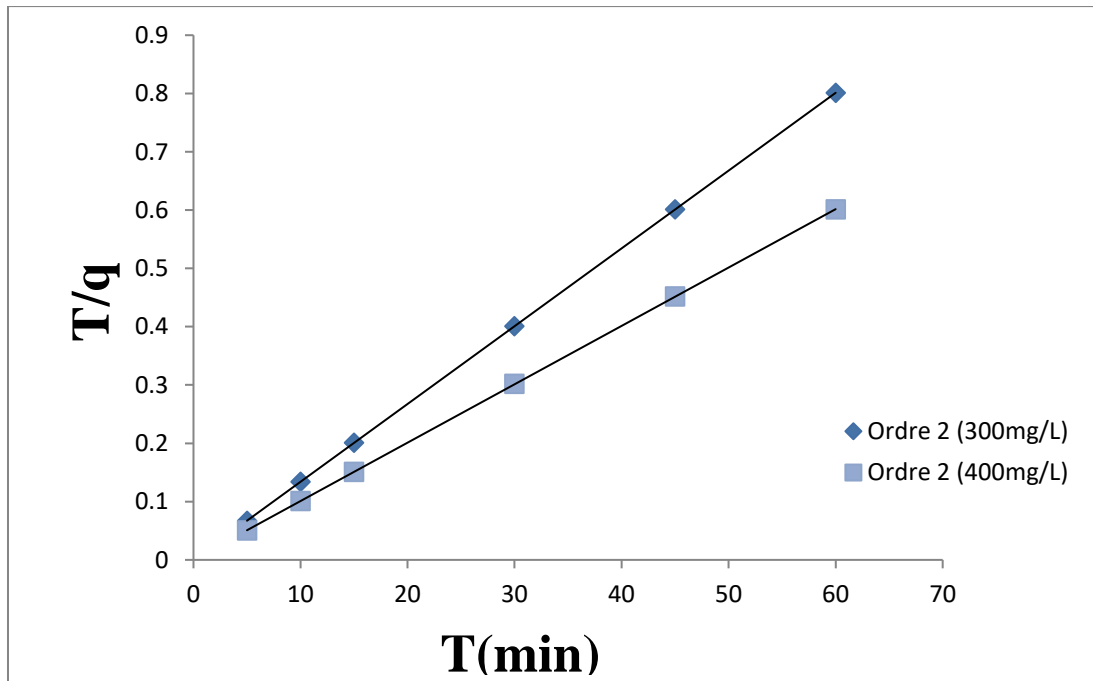


Figure. III.16 Modèle cinétique pseudo-deuxième ordre

Tableau III.10 : Paramètres de la cinétique d'adsorption

Modèle cinétique de pseudo 1 ^{er} ordre				
q _e (exp) (mg/g)	q _e (cal) (mg/g)	k ₁ (min ⁻¹)	R ²	Concentration (mg/l)
74,892	0,57253231	0,0197	0,964	300
99,784	1,06071815	0,0397	0,905	400
Modèle cinétique de pseudo 2 ^{ème} ordre				
q _e (exp) (mg/g)	q _e (cal) (mg/g)	k ₂ (g.mg ⁻¹ . min ⁻¹)	R ²	Concentration (mg/l)
74,892	75,18	0,353	1	300
99,784	100	0,125	1	400

D'après les résultats obtenus présentés sur les figures (fIII.15, III.16) et dans le tableau , on remarque que l'application du modèle de pseudo premier ordre pour l'adsorption du L'AIA donne un coefficient de détermination (R²) bas. Par contre le coefficient de détermination (R²) du pseudo second ordre est élevé.

On peut conclure que le modèle de pseudo second ordre est le plus fiable pour déterminer l'ordre de cinétique d'adsorption du polluant et qui représente un bon coefficient de corrélation R² qui est de l'ordre de 1.

On peut conclure que le modèle de pseudo premier ordre est le plus fiable pour déterminer l'ordre de cinétique d'adsorption du polluant et qui représente un bon coefficient de corrélation R² qui est de l'ordre de 2.

Conclusion générale

Notre étude a été réalisée au niveau de laboratoire en deux étapes essentielles qui sont les étapes suivantes, la première étape est l'application de charbon actif commercialisée dans le processus d'adsorption, la deuxième étape est la caractérisation.

L'objectif de cette étude est d'évaluer la capacité d'adsorption d'une hormone par un charbon actif en examinant l'influence du temps, du pH, de la concentration et de la température. Les données expérimentales seront interprétées via des modèles d'isothermes et une analyse cinétique.

Les résultats obtenus sont :

- ❖ Le temps de contact nécessaire pour atteindre le rendement d'adsorption maximal est de 30min.
- ❖ La dose optimale pour atteindre une adsorption maximale d'adsorbant est de 8 g/L (0.1g).
- ❖ Le pH optimal pour obtenir le meilleur rendement est à pH= 2.

En ce qui concerne les résultats des études cinétiques, la modélisation d'isotherme et la modélisation de la thermodynamique on peut conclure que :

- Dans notre étude, nous avons analysé l'adsorption de l'AIA sur un adsorbant à l'aide de plusieurs modèles d'adsorption. Parmi ceux-ci, le modèle de Langmuir a été choisi pour sa capacité à bien décrire l'isotherme d'adsorption observée. Ce modèle a permis de caractériser précisément la formation d'une monocouche de l'AIA sur la surface de l'adsorbant.
- Les résultats de l'étude thermodynamique ont montré que l'adsorption de l'AIA sur le charbon actif est un processus spontané et endothermique.
- La cinétique d'adsorption de l'AIA sur le charbon actif suit le modèle pseudo-deuxième ordre R^2 est de 1.

L'objectif de l'adsorption de l'AIA par du charbon actif permet de l'éliminer ou réduire sa disponibilité dans le milieu (comme un milieu de culture végétale), pour observer la croissance des plantes en absence d'auxine naturelle.

La caractérisation du phénomène d'élimination de l'acide indole-acétique (AIA) par un charbon actif, à travers différentes techniques analytiques, a permis de mieux comprendre les mécanismes d'adsorption impliqués. L'analyse BET a mis en évidence une surface spécifique élevée et une porosité développée du charbon actif, conditions favorables à une adsorption efficace de l'AIA. Les spectres infrarouges (IR) ont révélé la présence et l'évolution de groupes fonctionnels caractéristiques à la surface du charbon avant et après adsorption, suggérant l'implication de liaisons spécifiques entre l'AIA et les sites actifs du charbon. L'indice de biodéméthylène a permis d'évaluer les capacités adsorbantes en conditions simulées, tandis que l'indice diode a donné des indications sur les modifications électroniques de surface liées à l'adsorption du composé. Ensemble, ces méthodes ont confirmé que l'adsorption de l'AIA est un phénomène physico-chimique complexe, influencé par les propriétés de surface du charbon actif, et que son efficacité peut être optimisée par une caractérisation approfondie de l'adsorbant.

Références

- [1] C.E. Chitour.1992. Physico-chimie des surfaces: Les interfaces gaz-solide et liquide-solide.
- [2] B. Bouhadjar, Synthèse de matériau mésoporeux et composites alumino et gallosilicates application à l'adsorption et à la catalyse, Thèse de Doctorat, Oran, (2014).
- [3] J. Charpin, B. Rasneur. 1982. Mesure des surfaces spécifiques, Techniques de l'ingénieur. Analyse et caractérisation 2.
- [4] M. López-Ramón, C. Moreno-Castilla, J. Rivera-Utrilla, R. Hidalgo-Alvarez.1993. Activated carbons from a subbituminous coal: pore texture and electrokinetic properties, Carbon 31815-819.
- [5] J.Á. Menéndez Díaz, I. Martín-Gullón. 2006. Types of carbon adsorbents and their production.
- [6] T.J. Barton, L.M. Bull, W.G. Klemperer, D.A. Loy, B. McEnaney, M. Misono, P.A. Monson, G. Pez, G.W. Scherer, J.C. Vartuli,. 1999. Tailored porous materials, Chemistry of Materials 11, 2633-2656.
- [7] S.-J. Park, K.-D. Kim, 2001. Influence of activation temperature on adsorption characteristics of activated carbon fiber composites, Carbon 39, 1741-1746.
- [8] M.J. Martin, A. Artola, M.D. Balaguer, M. Rigola,. 2003 Activated carbons developed from surplus sewage sludge for the removal of dyes from dilute aqueous [solutions, Chemical Engineering Journal 94, 231-239.
- [9] J. Tay, X. Chen, S. Jeyaseelan, N. Graham. 2001. Optimising the preparation of activated carbon from digested sewage sludge and coconut husk, Chemosphere 44, 45-51.
- [69] E.F. Mohamed. 2011. Removal of organic compounds from water by adsorption and photocatalytic oxidation, Thèse de Doctorat, Toulouse.
- [10] S. Babel, T.A. Kurniawan.2003. Low-cost adsorbents for heavy metals uptake from contaminated water: a review, Journal of hazardous materials 97, 219-243.
- [11] H. Guedidi. 2015. Préparation et modification de carbones activés pour l'adsorption de polluants organiques émergents: molécules pharmaceutiques et liquides ioniques, Thèse de Doctorat, Grenoble France.

[12] Charbon actif en granulés pour l'adsorption de composés organiques volatils, documents de l'entreprise Chiemivall, disponible sur le site : <https://www.carbonactivo.com/fr/charbon-actif-en-granules/>

[13] C. Manole Creanga. 2007. Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique), Thèse de Doctorat, Toulouse, INPT.

[14] D. Cook, G. Newcombe, P. Sztajn bok. 2001. The application of powdered activated carbon for MIB and geosmin removal: predicting PAC doses in four raw waters, *Water Research* 35, 1325-1333.

[15] M. Ormad, N. Miguel, A. Claver, J. Matesanz, J. Ovelleiro. 2008. Pesticides removal in the process of drinking water production, *Chemosphere* 71, 97-106.

[16] J. Wu, D. Chung. 2002. Increasing the electromagnetic interference shielding effectiveness of carbon fiber polymer–matrix composite by using activated carbon fibers, *Carbon* 40, 445-447.

[17] G. Marbán, R. Antuña, A.B. Fuertes. 2003. Low-temperature SCR of NO_x with NH₃ over activated carbon fiber composite-supported metal oxides, *Applied Catalysis B: Environmental* 41, 323-338.

•[18] R. Gottipati. 2012. Preparation and characterization of microporous activated carbon from biomass and its application in the removal of chromium (VI) from aqueous phase, Thèse de

•Doctorat, L'inde. [SEP]

•[19] E. Ayranci, O. Duman. 2006. Adsorption of aromatic organic acids onto high area activated carbon cloth in relation to wastewater purification, *Journal of hazardous materials* 136, 542-552. [SEP]

•[20] I. Benhamed, Amélioration par ajout d'un métal de transition de la régénération in situ d'un charbon actif par oxydation catalytique, Thèse de Doctorat, Toulouse, (2015). [SEP]

•[21] Bansal. R. C., Donnet. J. B., Stockeli. H. F. 1988. Active carbon, Marcel Dekker. New York and Basel. [SEP]

•[22] S. Brunauer, P.H. Emmett, E. Teller. 1938). Adsorption of gases in multi molecular layers, *Journal of the American chemical society* 60, 309-319. [SEP]

•[23] Rabia, Boudia. 2018. Etude comparative de l'élimination de colorants textiles par deux adsorbants : naturel et activé. Université Djillali Liabes de SBA. Thèse de Doctorat. [SEP]

- [24] Zeghache Hadjer.2019. Etude de l'adsorption des colorants sur un matériau poreux «charbon actif». Université Larbi Ben M'hidi Oum-El-Bouaghi. Thèse de Doctorat [L] [SÉP]
- [25] Bougdah N. 2007.Etude de l'adsorption de micropolluants organiques sur la bentonite, Mémoire de Magister, Université 20 Août 55-Skikda. [L] [SÉP]
- [26] N.K. Cheikh. 2016.Adsorption de Cu (II) par le sable de Martil: Études des paramètres influençant la réaction d'adsorption et modélisation, Thèse de Doctorat, Tanger.
- [27] (2, Rouquerol, F., Rouquerol, J., & Sing, K. (1999). Adsorption by Powders and Porous Solids: Principles, Methodology and Applications. Academic Press.)

[