

République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère De L'enseignement Supérieur et de La Recherche Scientifique



Université Mohammed Seddik Ben Yahia _ Jijel Faculté Des Sciences et de La Technologie Département De Génie Des Procédés Filière de Sciences et Génie de L'Environnement **Mémoire de fin d'études**

Pour l'obtention du diplôme Master Spécialité : Génie des Procédés de L'Environnement

Thème :

Etude De La Régénération De Charbon Actif Préparé à Partir De La Biomasse

Réalisé par :

Nihed ChoualebKenza Bouaziz

Soutenue à Jijel, le 14/07/2021 devant le jury composé de :

Encadreur : Pr, K, Rida

Président : Pr, F. Bouremmad

Examinatrice : Dr, K, Rouibah

Année Universitaire 2020/2021

REMERCIEMENT

Nos remerciements vont tout premièrement à Dieu tout puissant pour la volonté, la santé et la patience, qu'il nous a données durant toutes ces longues années.

Nous remercions profondément notre encadreur **Monsieur Rida Kamel** professeur au département de génie des procédés, université de Jijel, pour avoir accepté notre encadrement, pour ses orientations, ses conseils, encouragement et amabilité dont il a fait preuve tout au long de notre travail.

Nous tenons également à exprimer nos vifs remerciements à **Monsieur Bouider Badis** doctorant au département de génie des procédés, université de Jijel, pour sa disponibilité permanente, pour son suivi continu tout le long de la réalisation de ce mémoire et qui n'a pas cessé de nous donner ses conseils, ses encouragements, ses remarques et ses aides.

Nous remercions **Madame F. Bouremmad** et **Madame K. Rouibah**, les membres de jury d'examen pour l'honneur qu'elles nous font en participant au jugement de ce travail.

Nous remercions tous les enseignants du département de génie des procédés qui ont contribué efficacement à notre formation.

Nous remercions : **Monsieur Rahal Badis**, **Monsieur Larbah Youssef**, des chercheurs principaux, Centre de Recherche Nucléaire d'Alger (CRNA), pour leurs aides et **Monsieur Boubekeur Boudine**, professeur, université Frères Mentouri Constantine 1 qui nous a accepté dans son laboratoire.

Bref, un grand merci à tous.



Dédicace

J'ai le grand honneur de dédier ce modeste travail à : Ma très chère mère, Mon très cher père, qui m'ont élevée et donnée le courage nécessaire pour surmonter les obstacles rencontrés tout au long de ma vie. Ma très chère et ma seule sœur Maroua. Mes très chers frères : Khaled et Mounir. Toute ma famille Bouaziz et Bouanani sans exception. Mes chères amies : Souaad, Ranya, Imane. Mon binôme Nihed et votre famille.

Tous ceux qui me sont proches et chères.



Kenza Bouaziz





A l'aide de Dieu tout puissant, qui m'a tracé le chemin de ma vie, j'ai pu réaliser ce travail que Je dédie, le fruit de nous efforts à :

Mon cher père « Saïd Choualeb », ma chère mère « Hadda Ben Yarbeh », pour leur amour, leur soutien.

Et que Dieu leur procure bonne santé et longue vie.

Mes très chères sœurs : Assia, Soumia et leurs enfants (Roaya, Ayhem, Amine, Djawad).

Mes très chers frères : Halim et ses enfants (Issam, Layen), Djamel, Aymen, Oussama.

Mon fiancé Wassim et sa famille Blada.

Toute ma famille Choualeb et Ben Yarbeh

Sans exception.

Mes chères amies et mon binôme Kenza.

Tous ceux que j'ai oublié de citer.



Nihed Choualeb

Sommaire

SommaireI
Liste des figuresv
Liste des tableaux
Liste des abréviationsVI
Introduction générale1
Chapitre I : Synthèse bibliographique
I.1. La pollution des eaux
I.2. Les colorants
I.2.1. Définition
I.2.2. Types des colorants
I.2.3. Aperçu sur la Rhodamine B
I.2.3.1. Définition
I.2.3.2. Caractéristiques physico-chimiques
I.2.3.3. Toxicité
I.3. Les techniques de dépollution
I.4. Procédé d'adsorption
I.4.1. Définition
I.4.2. Types d'adsorption
I.4.3. Mécanisme d'adsorption5
I.4.4. Paramètres influant sur l'adsorption
I.4.5. Cinétique d'adsorption
I.4.5.1. Modélisation de la cinétique d'adsorption
a. Modèle basé sur la composition des milieux7
a.1. Modèle du pseudo-premier ordre (Lagergren)7
a.2. Modèle du pseudo-second (Hol et al)7
b. Modèle basé sur la diffusion moléculaire7
b.1. Modèle de diffusion externe7
b.2. Modèle de diffusion intra-particulaire
I.4.6. Isotherme d'adsorption
I.4.6.1. Modélisation de l'isotherme d'adsorption
a. Modèle de Langmuir

b. Modèle de Freundlich	. 10
I.4.7. Applications	. 11
I.4.8. Quelques travaux des différents chercheurs sur l'adsorption de Rh B en batch	. 11
I.5. Le charbon actif comme adsorbant	. 12
I.5.1. Définition de CA	. 12
I.5.2. Méthodes de préparation	. 13
I.5.2.1. Carbonisation (pyrolyse)	. 13
I.5.2.2. Activation	. 13
a. Activation physique	. 14
b. Activation chimique	. 14
I.5.3. Quelques travaux des différents chercheurs pour la préparation de charbon actif	. 14
I.6. Méthodes de régénération	. 15
I.6.1. Régénération thermique	. 18
I.6.2. Régénération à vapeur d'eau	. 18
I.6.3. Régénération chimique	. 18
I.6.4. Régénération par oxydation (pseudo-Fenton, photo-Fenton)	. 18
I.6.5. Régénération biologique	. 19
I.6.6. Régénération par micro-ondes	. 19
I.6.7. Régénération par extraction dans des fluides supercritiques	. 19
I.7. Quelques travaux des différents chercheurs pour la régénération de charbon actif	. 20
Chapitre II : Matériels et méthodes.	
II.1. Matériels et produits	21
II.2. Méthodes	. 22
II.2.1. Préparation de charbon actif	. 22
II.2.2. Caractérisation de charbon actif	. 24
II.2.2.1. Détermination de la perte de masse	. 24
II.2.2.2. Détermination de point de charge nulle	. 24
II.2.2.3. Détermination de l'indice d'iode	. 24
II.2.2.4. Détermination de l'indice de bleu de méthylène	. 25
II.2.2.5. Détermination de la surface spécifique	. 25
II.2.2.6. Microscopie Electronique à Balayage et Energie dispersive de rayons X	. 26
II.2.3. Etude de l'adsorption de la Rhodamine B sur charbon actif	. 26
II.2.3.1. Préparation de la solution mère de Rh B	. 26
II.2.3.2. Spectrophotomètre UV-Visible	. 27

II.2.3.3. Détermination de λ_{max}	
II.2.3.4. Courbe d'étalonnage	28
II.2.3.5. Etude de la cinétique de l'adsorption du Rhodamine B sur CAC et CAP	29
II.2.3.6. Etude de l'isotherme d'adsorption de Rhodamine B sur CAC et CAP	29
II.2.4. Etude de la régénération du charbon actif	30
II.2.4.1. Régénération par lavage avec l'eau distillée	30
II.2.4.2. Régénération par photolyse	30
II.2.4.3. Régénération par la réaction de Fenton	30
II.2.4.4. Régénération par H ₂ O ₂	30
Chapitre III : Résultats et discussion	
III.1. Caractérisation de charbon actif	31
III.1.1. Les pertes de masse	31
III.1.2. Point de charge nulle	31
III.1.3. Caractérisation de l'indice d'iode et l'indice de Bleu de Méthylène	32
III.1.4. La surface spécifique	33
III.1.5. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	35
III.1.6. Energie dispersive de rayons X (EDX)	36
III.2. Adsorption de la Rhodamine B sur les charbons actifs	36
III.2.1. Etude de la cinétique d'adsorption de Rhodamine B sur CAC et CAP	36
III.2.2.1. Modélisation da la cinétique d'adsorption de CAC et CAP	37
III.2.2. Etude de l'isotherme d'adsorption de Rhodamine B sur CAC et CAP	40
III.2.2.1. Modélisation des isothermes d'adsorption	41
III.3. Etude de la régénération de charbon actif	43
III.3.1. Régénération de CAC et CAP par lavage avec l'eau distillée	43
III.3.2. Régénération de CAP par photolyse	44
III.3.3. Régénération de CAP par procédé de Fenton	45
III.3.4. Régénération de CAP par procédé de H ₂ O ₂	46
III.3.5. Conclusion	47
Conclusion générale	48
Références	49

Liste des figures

CHAPITRE I

Figure I. 1 : Mécanisme de transport de l'adsorbat au sein d'un grain	. 5
Figure I. 2 : Classification des isothermes d'adsorption selon Giles et al.	. 8
Figure I. 3 : La structure des pores d'un charbon actif obtenu par activation chimique	13
Figure I. 4 : Schéma explicatif de la régénération d'un adsorbant saturé par un polluant	16
Figure I. 5 : Les voies de régénération des charbons actifs.	17

CHAPITRE II

Figure II.1: Brachychiton Populneus.	
Figure II.2: Organigramme représentant la préparation du charbon actif	
Figure II.3: Charbon actif préparé.	
Figure II.4 : Microscope électronique à balayage de type ESEM XL 30 FEG Philips	s de CRNA. 26
Figure II.5: Le spectrophotomètre UV-Visible.	
Figure II.6: Spectre UV-Visible de la Rh B à pH libre	
Figure II.7 : Courbe d'étalonnage du Rhodamine B	

CHAPITRE III

Figure III.1: Représentation du pH _{PNC} de CAC et CAP	\$2
Figure III.2: Isotherme de bleu de méthylène sur CAP et leur modélisation	\$4
Figure III.3: Images MEB du CAP 3	\$5
Figure III.4: Analyse élémentaire du CAP	6
Figure III.5: Cinétique d'adsorption de Rh B sur le CAC et le CAP	6
Figure III.6: Modèle de pseudo deuxième ordre	57
Figure III.7: Modèle de diffusion intra-particulaire	8
Figure III.8: Isotherme de l'adsorption de Rh B sur le CAC et le CAP 4	1
Figure III.9: Linéarisation selon le modèle de Langmuir II	2
Figure III.10: Linéarisation selon le modèle de Freundlich4	2
Figure III.11: Tests multi-cycliques pour régénération de CAC et CAP par lavage avec l'eau	
distillée4	4

Figure III.12: Tests multi-cycliques pour régénération de CAP photolyse	45
Figure III.13 : Tests multi-cycliques pour régénération de CAP par procédé de Fenton	45
Figure III.14 : La variation de l'absorbance en fonction de nombre de cycle	46
Figure III.15 : Tests multi-cycliques pour régénération de CAP par procédé de H ₂ O ₂	47

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE I

Tableau I.1 : Principaux groupement chromophores et auxochromes.	2
Tableau I.2 : Classification des colorants.	3
Tableau I.3 : Propriétés physico-chimique de la Rhodamine B.	3
Tableau I. 4 : Comparaison entre la physisorption et la Chimisorption.	5
Tableau I .5 : Les modèles mathématiques des isothermes d'adsorption.	. 10
Tableau I.6 : Quelques travaux des différents chercheurs sur Adsorption de Rh B en batch.	. 11
Tableau I.7 : Quelques travaux sur la préparation de charbon actif.	. 14
Tableau I.8 : Quelques travaux sur la régénération de charbon actif.	. 20

CHAPITRE II

bleau II.1 : Matériels et produits

CHAPITRE III

Tableau III.1: Perte de masse de carbonisation et d'activation physique.	31
Tableau III.2: Caractérisation par L'indice d'iode et L'indice de Bleu de Méthylène	33
Tableau III.3 : Surface spécifique de CAC et CAP	34
Tableau III.4 : Paramètres caractérisant la cinétique d'adsorption de la Rh B sur le CAC et	sur le
CAP	39
Tableau III.5 : Paramètres caractérisant l'isotherme d'adsorption de la Rh B sur le CAC et	sur le
CAP	43

LISTE DES ABREVIATION ET SYMBOLES

Symboles latins

q: Quantité de soluté adsorbé à un instant t (mg/g).

q_e: Quantité de soluté adsorbé à l'équilibre (mg/g).

q_m: Capacité maximale de l'adsorbant (mg/g).

 q_{exp} : Quantité de soluté adsorbé expérimentale (mg/g).

 C_0 : Concentration initiale du substrat (mg/L) à t = 0.

Ct: Concentration du substrat à l'instant t (mg/L).

Ce: Concentration en adsorbat dans la solution à l'équilibre (mg/L).

m : Masse du support (g).

 \mathbf{m}_{CA} : Masse de charbon actif (g).

m_i: Masse initiale du charbon actif préparé (g).

mf: Masse finale du charbon actif préparé (g).

t: Temps (min).

V: Volume de la solution (ml).

Vt: Volume totale (ml).

Ve: Volume à l'équilibre (ml).

 I_I : Indice d'iode (mg/g).

I_{BM} : Indice de bleu de méthylène (mg/g).

 $\mathbf{k_1}$: Constante de vitesse de premier ordre (*min*⁻¹).

k₂: Constante de vitesse de pseudo-deuxième ordre (g/mg.min).

 $\mathbf{k_{fd}}$: Coefficient de diffusion externe (cm/s).

 $\mathbf{k_{int}}$: Constante de vitesse de diffusion intra-particulaire (mg/g⁻¹.min^{-0.5}).

K_L : Coefficient d'adsorption de Langmuir (L/mg).

 $\mathbf{K}_{\mathbf{f}}$: Constante de Freundlich (mg^{1-(1/n)}.L^(1/n)/g).

F : Fraction partielle à l'équilibre ($\mathbf{F}=\mathbf{q}_t/\mathbf{q}_e$).

I: Constante liée à l'épaisseur de la couche limite (mg/g).

n_f: Constante de Freundlich.

T: Température absolue (Kelvin).

SBET: Surface spécifique BET.

S_{BM}: Surface spécifique (m^2/g) .

S : Surface occupée par une molécule de bleu méthylène (119 Å²).

R : Rendement (%).

r : Rapport masse sur volume (g/L).

P: Puissance (w).

b: Capacité maximale d'adsorption (mg/g) déterminée à partir de l'isotherme de Langmuir.

N : Nombre d'Avogadro $(6.023*10^{23})$.

L : Largeur de la cuve en cm (1cm).

Sigles

Rh B : Rhodamine B.

BM: Bleu de Méthylène.

CA : Charbon actif.

CAP: Charbon actif préparé.

CAC: Charbon actif commercial.

UV: Ultra-violet.

Abs: Absorbance ou densité optique.

MEB : Microscope électronique à balayage.

EDX : Energie dispersive de rayons X.

FTIR : Infrarouge à Transformée de Fourier.

pH: Potentiel d'Hydrogène.

pH_i: Potentiel d'Hydrogène initiale.

pHf: Potentiel d'Hydrogène finale.

pH_{pzc}: Potentiel d'Hydrogène point de charge nulle.

IUPAC: International Union of Pure and Appleid Chemistry.

Symboles grecs

 λ : Longueur d'onde (nm).

 λ_{max} : Longueur d'onde maximale (nm).

E : Coefficient d'extinction molaire (L/cm.mol).

Introduction Générale

Introduction Générale

L'eau est un élément essentiel dans notre vie, à ce fait sa pollution constitue le danger le plus redoutable pour les êtres vivants. Cela veut dire la qualité de l'eau qu'elle soit destinée à la consommation humaine, à l'irrigation ou qu'elle soit rejetée dans la nature, vers les rivières, les océans ou le sol, est un souci majeur pour les pouvoirs publics, les instances et organisations nationaux et internationaux.

La mise au point de procédés de dépollution efficaces vise à réduire le pouvoir toxique des polluants. Parmi les nombreux procédés développés, l'adsorption sur charbon actif est reconnue comme l'une des meilleures techniques de traitement des eaux. Cependant, l'utilisation des charbons actifs présente de nombreux inconvénients généralement liés à leurs coûts relativement élevés. Les recherches sont axées sur l'utilisation des adsorbants de faible coût, disponible localement, adsorbant biodégradable, fabriqué à partir de la biomasse.

L'objectif de notre étude est :

La préparation d'un charbon actif à partir d'une biomasse pour l'élimination d'un colorant anionique (Rhodamine B) en phase aqueuse.

Étudier les différentes méthodes de régénération du charbon actif préparé.

Ce travail est structuré en trois chapitres :

Le premier chapitre est une synthèse bibliographique consacrée à la pollution par les colorants et leurs effets sur l'environnement, aux différents procédés d'élimination des ces polluants présents dans les effluents industriels, à la description de l'adsorption et les facteurs influents sur les cinétiques et les isothermes d'adsorption et à l'examination des différentes méthodes de régénération.

Dans le deuxième chapitre, nous allons présenter le mode de synthèse de notre charbon actif, les protocoles de caractérisation des charbons actifs et les démarches expérimentales des procédés de l'adsorption et de la régénération.

Le but du troisième chapitre est la discussion des résultats de la caractérisation et adsorption/désorption de la Rhodamine B.

Enfin, ce travail est achevé par une conclusion générale.

CHAPITRE I Synthèse bibliographique

« ...On ne peut, je crois, rien connaître par la simple science. C'est un instrument trop exact et trop dur. Le monde a mille tendresses dans lesquelles il faut se plier pour les comprendre avant de savoir ce que représente leur somme... »

J. Giono - L'eau vive.

I.1. La pollution d'eau

La pollution de l'eau est une altération de sa qualité et de sa nature qui rend son utilisation dangereuse et/ou perturbe l'écosystème aquatique. Elle a pour origines principales, l'activité humaine, les industries, l'agriculture et les décharges de déchets domestiques et industriels **[1,2]**.

I.2. Les colorants

I.2.1. Définition

Les colorants sont des composés généralement organiques, naturels ou synthétiques, qui ont la propriété de colorer durablement le support sur lequel ils sont appliqués [3]. Ils sont caractérisés par leur capacité à absorber les rayonnements lumineux dans le spectre visible (380 à 750 nm) [4]. En général, les colorants consistent en un assemblage de groupes chromophores, auxochromes et de structures aromatiques (**Tableau I. 1**). Ils sont utilisés pour colorer les textiles, les encres, les peintures, les vernis, les produits alimentaires... etc.

Tableau I. 1 : Principaux groupement chromophores et auxochromes [5].

Groupes chromophores	Groupes auxochromes
Azo (–N=N–)	Amino (–NH ₂)
Nitroso (-NO ou -N-OH)	Méthylamino (-NHCH ₃)
Carbonyl (=C=O)	Diméthylamino (-N(CH ₃) ₂)
Vinyl (–C=C–)	Hydroxyl (–HO)
Nitro (–NO ₂ ou =NO-OH)	Alkoxyl (–OR)
Sulfure (>C=S)	Groupes donneurs d'électrons

I.2.2. Types des colorants

Généralement il existe deux modes de classification des colorants. Une classification chimique qui se base sur la constitution chimique des colorants et une classification tinctoriale (**Tableau I.2**) qui repose sur la méthode d'application des colorants sur les substrats (textile, papier, cuir...) [6].

Classification chimique	Classification tinctoriale
Les colorants azoïques	Les colorants acides ou anioniques.
Les colorants anthraquinoniques	Les colorants basiques ou cationiques
Les colorants indigoïdes	Les colorants de cuve
Les colorants xanthènes	Les colorants réactifs
Les phtalocyanines	Les colorants développés ou azoïques
Les colorants nitrés et nitrosés	insolubles
Les colorants triphénylméthanes	Les colorants au soufre

Tableau I. 2 : Classification des colorants [7].

I.2.3. Aperçu sur la Rhodamine B

I.2.3.1. Définition

La Rhodamine B (Rh B), le composé modèle de cette étude, est un colorant basique de la classe des Xanthène qui est très soluble dans l'eau, méthanol, éthanol. Elle se présente sous forme de cristaux d'un vert sombre. Elle est largement utilisée comme colorant dans l'industrie textile, et comme traceur fluorescent dans l'eau pour déterminer la vitesse et la direction des écoulements des rivières souterraines [**8**,**9**].

I.2.3.2. Caractéristiques physico-chimiques

Les propriétés physico-chimiques de la Rhodamine B sont présentées dans le tableau I.3 :

Tableau I. 3 : Les propriétés physico-chimiques de la Rhodamine B [11,12].



I.2.3.3. Toxicité :

La Rhodamine B est nocive en cas d'ingestion par les êtres humains et les animaux, et provoque une irritation de la peau, des yeux et voies respiratoires, en raison d'effets multiples sur la santé humaine, certains pays ont légiféré et interdit son application. Aux Etats-Unis les «couleurs dans les règlements alimentaires» ont classé la Rhodamine B comme un colorant illégal. Quand ces substances ,

s'accumulent dans le corps au fil du temps, il peut même causer le cancer. L'administration des aliments et des médicaments FDA, a maintenant réglementé l'utilisation de Rhodamine B des industries cosmétiques, en raison de sa carcinogenèse **[8]**.

I.3. Les techniques de dépollution

Elles intervenant le plus couramment dans les industries textiles et se divisent et trois types : Biologique (Traitement aérobie, Traitement anaérobie), Chimique (Oxydation, Résine échangeuse d'ions) et Physique (Méthodes de précipitation, Incinération, Adsorption sur charbon actif) [13].

Parmi les procédés de traitement des rejets liquides, l'adsorption reste une technique relativement utilisée et facile à mettre en œuvre.

I.4. Procédé d'adsorption

I.4.1. Définition

L'adsorption est définie comme étant la fixation des molécules de solutés (contenu dans une phase liquide ou gazeuse) à la surface d'un solide par l'intermédiaire de liaisons de type de Van Der Waals ou chimique. Le processus d'adsorption se produit jusqu'à l'obtention d'un état d'équilibre auquel correspond une concentration bien déterminée du soluté [14].

I.4.2. Types d'adsorption

Le phénomène d'adsorption résulte de l'existence, des forces à la surface du solide, qui sont de nature physique ou chimique. Ces forces conduisent respectivement à deux types d'adsorption : la chimisorption et la physisorption [15].

Propriétés	Physisorption	Chimisorption
Liaisons	Van Der Waals	Chimique
Température du processus	Relativement basse	Plus élevée
Chaleur d'adsorption	1 à 10 Kcal/mol	>10 Kcal/mol
Processus de désorption	Facile	Difficile
Cinétique	Très rapide	Lente
Formation des couches	Multicouches ou Monocouche	Monocouche
Réversibilité	Réversible	Irréversible

Tableau I.4 : Comparaison entre la physisorption et de la Chimisorption [16, 17].

I.4.3. Mécanisme d'adsorption

Le mécanisme d'adsorption est schématisé dans la figure suivante :



Figure I.1 : Mécanisme de transport de l'adsorbat au sein d'un grain.

Il est possible de segmenter ce phénomène en quatre étapes :

1- La diffusion de la molécule de la phase fluide vers la couche limite de diffusion ;

2- Le transfert de la molécule dans le film vers la surface de l'adsorbant : diffusion de film ou diffusion externe ;

3- La diffusion interne : de la surface externe vers l'intérieur de la porosité ;

4- La fixation de la molécule sur le site final d'adsorption [18].

I.4.4. Paramètres influant sur l'adsorption

Plusieurs paramètres sont à prendre en compte pour favoriser le processus d'adsorption. Il faut que le diamètre des pores soit supérieur à la taille de la molécule pour que celle-ci puisse diffuser rapidement et atteindre le site d'adsorption. L'adsorption est fortement influencée par la structure du composé à piéger : surface, volume, groupements fonctionnels induisant des effets de polarisabilité, solubilité... **[19].**

I.4.5. Cinétique d'adsorption

La cinétique d'adsorption est l'évolution de la quantité adsorbée en fonction du temps de contact adsorbant/adsorbat.

La vitesse d'adsorption d'un soluté à partir d'une solution dépend de nombreux facteurs, notamment la nature de l'adsorbant, l'adsorbat, ainsi que de la vitesse d'agitation du milieu ... [20].

La capacité d'adsorption d'un adsorbant est définie comme étant la quantité de substrat (masse ou volume) adsorbée par unité de poids d'adsorbant pour une température donnée. Elle est exprimée par la relation suivante **[21]** :

$$\mathbf{q}_{t} = (\mathbf{C}_{0} - \mathbf{C}_{t}) \cdot \frac{V}{m}$$
(I.1)

Avec :

qt : Capacité d'adsorption (mg/g).

 C_t : La concentration de la solution à l'instant t (mg/L).

 C_0 : La concentration initiale de la solution (mg/L).

V : Le volume de la solution (L).

m : La masse du support (g).

I.4.5.1. Modélisation de la cinétique d'adsorption

La littérature fournit plusieurs modèles qui permettent d'examiner le /les mécanismes qui contrôlent le processus d'adsorption, ceux qu'on a testé dans notre étude sont les suivants :

a. Modèle basé sur la composition des milieux

a.1. Modèle du pseudo-premier ordre (Lagergren)

Le modèle cinétique de pseudo-premier ordre exprimé par la relation suivante [22] :

$$\frac{\mathrm{d}\mathbf{q}_{\mathrm{t}}}{\mathrm{d}\mathbf{t}} = \mathbf{k}_{1}.\left(\mathbf{q}_{\mathrm{e}} - \mathbf{q}_{\mathrm{t}}\right) \tag{I.2}$$

Où :

 q_e : Quantité de soluté adsorbé à l'équilibre (mg/g).

 q_t : Quantité de soluté adsorbé à un instant t (mg/g).

k₁: Constante de vitesse de premier ordre (min^{-1})

L'intégration de cette équation entre 0 et t pour les durées de contact adsorbât-adsorbant :

$$\ln(\mathbf{q}_{e} - \mathbf{q}_{t}) = \ln \mathbf{q}_{e} - \mathbf{k}_{1} \cdot \mathbf{t}$$
 (I.3)

a.2. Modèle du pseudo-second (Hol et al) :

La cinétique d'adsorption peut également dans certains cas suivre un modèle de pseudosecond ordre et son équation différentielle s'écrit [23] :

$$\frac{\mathrm{d}\mathbf{q}_{\mathrm{t}}}{\mathrm{d}\mathbf{t}} = \mathbf{k}_{2}.\,(\mathbf{q}_{\mathrm{e}} - \mathbf{q}_{\mathrm{t}})^{2} \tag{I.4}$$

k₂: est la constante de vitesse de pseudo-deuxième ordre (g/mg.min).

L'intégration de cette équation entre 0 et t pour le temps de contact adsorbat-adsorbant, la quantité adsorbée conduit à une droite permettant d'accéder à la constante de vitesse k_2 ainsi qu'à q_e théorique [24].

Sa linéarisation est de cette forme :

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t$$
 (I.5)

b. Modèle basé sur la diffusion moléculaire

b.1. Modèle de diffusion externe

Lorsque la diffusion externe des espèces est l'étape limitant, les résultats de l'adsorption peuvent être présentés par l'équation suivante [25].

$$\ln(1-F) = -k_{fd} \cdot t \tag{I.6}$$

Avec :

F : Fraction partielle à l'équilibre ($\mathbf{F}=\mathbf{q}_t/\mathbf{q}_e$).

 $\mathbf{k_{fd}}$: Coefficient de diffusion externe (*cm/s*) Notons que $\mathbf{K_{fd}}$ est déterminé en traçant ln(1 - F) = f(t)

b.2. Modèle de diffusion intra-particulaire

La diffusion intra-particulaire est fréquemment l'étape limitant dans beaucoup de processus d'adsorption, particulièrement dans un réacteur agité fermé. La possibilité de la diffusion intra-particulaire peut être explorée en utilisant le modèle de diffusion intra-particulaire proposé par Weber et Morris **[26]**.

$$\mathbf{q}_{\mathbf{t}} = \mathbf{k}_{\mathbf{int}} \sqrt{\mathbf{t}} + \mathbf{I} \tag{I.7}$$

 \mathbf{K}_{int} : Constante de vitesse de diffusion intra-particulaire ($mg. g^{-1}.min^{-0.5}$). I: Constante liée à l'épaisseur de la couche limite (mg/g).

La représentation de \mathbf{q}_t en fonction $\sqrt{\mathbf{t}}$ de permet de calculer la constante de vitesse (\mathbf{K}_{int}) et de mettre en évidence les différentes étapes du processus.

I.4.6. Isotherme d'adsorption

Selon la classification de Giles et al, on distingue quatre classes principales nommées : S (Sigmoïde), L(Langmuir), H (haute affinité) et C (Partition constante), la **figure I. 4** illustre la forme de chaque type d'isothermes :



concentration à l'équilibre



Classe L : Les isothermes de type « L » présentent à faibles concentrations en solution, une concavité tournée vers le bas qui traduit une diminution des sites libres au fur et à mesure de la progression de l'adsorption.

Classe S : Les isothermes de cette classe présentent à faibles concentrations, une concavité tournée vers le haut.

Classe H : La partie initiale de l'isotherme est presque verticale, la quantité adsorbée apparait important à concentration quasiment nulle du soluté dans la solution

Classe C : Les isothermes de cette classe se caractérisent par une partition constante entre la solution et le substrat jusqu'à un palier **[28]**.

I.4.6.1. Modélisation de l'isotherme d'adsorption

La description des isothermes d'adsorption peut se faire au moyen de plusieurs modèles. Chacun de ces modèles est donné sous forme d'une équation paramétrée pouvant comporter de deux à cinq paramètres. Les modèles les plus utilisés sont ceux de Langmuir et Freundlich.

a. Modèle de Langmuir

Le modèle Langmuir exprimé par la relation suivante :

$$\frac{q_e}{q_m} = \frac{K_L C_e}{1 + C_e K_L} \tag{I.8}$$

La théorie proposée par Langmuir (1918) a permis l'étude de l'adsorption de molécules de gaz sur une surface métallique. Elle est basée sur les hypothèses suivantes :

- L'adsorption se produit en monocouche ;
- Il n'y pas d'interaction entre les molécules adsorbées ;
- Le nombre de sites d'adsorption est limité ;
- La réaction est réversible (c'est-à-dire qu'il y a équilibre entre l'adsorption et la désorption);
- Chacun de ces sites à la même affinité pour un certains soluté (surface d'adsorption énergétiquement homogène) [29,30].

L'affinité entre l'adsorbant et l'adsorbat est déterminée en calculant le rapport R_L en fonction de la constante de Langmuir comme est présenté ci-dessous :

$$\mathbf{R}_{\mathrm{L}} = \frac{1}{1 + \mathrm{K}_{\mathrm{L}}.\mathrm{C}_{0}} \tag{I.10}$$

Si:

- $0 < R_L < 1$ adsorption favorable.
- $R_L > 1$ adsorption défavorable.
- $R_L = 1$ adsorption linéaire.
- R_L = 0 adsorption irréversible [13].

b. Modèle de Freundlich

Le modèle Freundlich exprimé par la relation suivante :

$$q_e = K_{f.} C_e^{1/n}$$
 (I.9)

Le modèle d'adsorption de Freundlich est utilisé dans le cas de formation possible de plus d'une monocouche d'adsorption sur la surface. Il repose sur les hypothèses suivantes :

- Les sites actifs sont hétérogènes avec des énergies de fixation différentes ;
- Chaque site actif peut fixer plusieurs molécules ;
- Le nombre de sites actifs n'est pas déterminé [31,32].

La linéarisation des modèles mathématiques des isothermes d'adsorption précédente sont résumé dans le tableau suivant :

Isotherme	Expression linéaire	Tracé
Langmuir	$\frac{1}{1} = \frac{1}{1} + \frac{1}{1}$	$\frac{1}{-}=\mathbf{f}(\frac{1}{-})$
1	$\mathbf{q}_{\mathbf{e}} = \mathbf{C}_{\mathbf{e}} \mathbf{q}_{\mathbf{m}} \mathbf{K}_{\mathbf{L}} = \mathbf{q}_{\mathbf{m}}$	$\mathbf{q}_{\mathbf{e}} = \mathbf{C}_{\mathbf{e}}$
Langmuir 2	$\frac{C_e}{q_e} = C_e \frac{1}{q_m} + \frac{1}{q_m K_L}$	$\frac{C_e}{q_e} = f(C_e)$
Langmuir 3	$\mathbf{q_e} = -\frac{1}{K_L}\frac{\mathbf{q_e}}{\mathbf{C_e}} + \mathbf{q_m}$	$\mathbf{q}_{\mathbf{e}} = \mathbf{f}(\frac{\mathbf{q}_{\mathbf{e}}}{C_{\mathbf{e}}})$
Langmuir 4	$\frac{\mathbf{q}_{\mathbf{e}}}{\mathbf{C}_{\mathbf{e}}} = -\mathbf{K}_{\mathbf{L}}\mathbf{q}_{\mathbf{e}} + \mathbf{K}_{\mathbf{L}}\mathbf{q}_{\mathbf{m}}$	$\frac{\mathbf{q}_{\mathbf{e}}}{C_{\mathbf{e}}} = \mathbf{f}(\mathbf{q}_{\mathbf{e}})$
Langmuir 5	$\frac{1}{C_e} = K_L q_m \frac{1}{q_e} - K_L$	$\frac{1}{C_e} = f(\frac{1}{q_e})$
Freundlich	$\ln q_e = \ln K_f + \frac{1}{n_f} \ln C_e$	$\ln q_e = f(\ln C_e)$

 Tableau I .5 : Les modèles mathématiques des isothermes d'adsorption [22].

I.4.7. Applications

Les nombreuses applications techniques de l'adsorption résultent de trois caractéristiques qui la différencie des autres procédés de séparation, à savoir [33]:

- La rétention des très petites particules.
- La rétention des composants à très faible concentration.
- La sélectivité de l'adsorbant par rapport à certains constituants du mélange.

Parmi les applications, on cite :

- Le séchage, purification et désodorisation des gaz.
- Le raffinage des produits pétroliers.
- La catalyse de contact.
- La déshumidification et la désodorisation de l'air.
- La récupération des solvants volatils et de l'alcool dans le processus de fermentation.
- La décoloration des liquides.
- La chromatographie gazeuse [34].

I.4.8. Quelques travaux des différents chercheurs sur l'adsorption de Rh B en batch

Dans le **tableau I.6**, nous avons résumé certains travaux de différents chercheurs sur l'adsorption de la Rh B en batch sur différents types d'absorbants mettant l'accent sur les conditions expérimentales et la quantité adsorbé.

Tableau I.6 : Quelques travaux des différents chercheurs sur Adsorption de Rh B en batch.

Adsorbant	Conditions expérimentales	qt (mg/g) R(%)
Charbon actif(les feuilles de	[Rh B]=80mg/L, T=25°C; pH=7	
palmier carnouba) [35]	r=2g/L	$q_t = 36.2 mg/g$
Charbon actif (déchets de	[Rh B]=100mg/L, T=25°C ; pH libre	
gombo) [36]	r=0.8g/L	R=99.6%
Argile marocaine	[Rh B]= 20 mg/L, T= 25 °C; pH libre	$q_t = 265 mg/g$
[37]	r=0.2g/L, t=3h	R=90.10%
Charbon actif (écorce de	[Rh B]=30mg/L, T=25°C ; pH=7	R=74%
banane) [38]	r=1g/L, T=1h	
Charbon actif (péricarpe de	[Rh B]=300mg/L, m _{CA} =0.09g	R=67%
fruit en caoutchouc)[39]	T=30°C; pH=4	

Charbon actif (balle de riz)	[Rh B] =100mg/L, T=25°C ; pH libre $q_t=95.3$ mg/g	
[40]	r=1g/L	
Billes composites	[Rh B] =100mg/L, m _{CA} =0.15g	
gélatine/CA [41]	T=30°C; pH=4	qt=80mg/g
La baryte	[Rh B] =250mg/L, T=30°C ; pH libre	
[42]	r=1g/L, T=1h	$q_t = 86.035 mg/g$
Charbon actif (noyaux des	[Rh B]=50 mg/L, r=1g/L	q_t =40.39 mg/g
dattes) [43]	$T = 25^{\circ}C$	
Charbon actif (noyaux	[Rh B]= 100 mg/L, r=1g/L	$q_t = 90 \text{ mg/g}$
d'abricote) [44]	pH = 4.5	
Charbon actif commercial	[Rh B] = 50 mg/L, m = 0.05g	$q_t = 44.59 \text{ mg/g}$
[45]	$T = 25^{\circ}C$	
Charbon actif (noyaux de	[Rh B] = 50 mg/L, r = 1g/L	$q_t = \!$
cerise) [46]	$pH = 4.26$; $T = 24^{\circ}C$	
Charbon actif (les pommes	[Rh B] = 50 mg/L, r = 1g/L	$q_t = 4 mg/g$
de cèdres) [47]	T=25°C	

Actuellement les recherches s'orientent vers des procédés à faible coût, ce qui nous mène dans ce mémoire vers le procédé d'adsorption sur les charbons actifs préparés à partir de la biomasse et sa valorisation.

I.5. Le charbon actif comme adsorbant

I.5.1. Définition de CA

Le charbon actif est un terme général qui décrit une large gamme de substance carbonée présentant un très haut degré de porosité associé à une grande surface développée qui peut aller de 500 m²/g jusqu'à 2000 m²/g .Il n'est pas vraiment amorphe mais possède une structure microcristalline, très poreuse, présentant un large éventail de tailles de pores, de fissures visibles, de crevasses et des fentes de dimensions moléculaires[**33**].

Les pores sont classés selon leur diamètre, en trois types de porosité, selon la définition de l'IUPAC **[48]**, la porosité est classifiée de la manière suivante (**Figure I.3**) :



Figure I.3 : La structure des pores d'un charbon actif obtenu par activation chimique [1].

- Micropores : largeur inférieure à 2 nm.
- Mésopores : largeur entre 2nm et 50 nm.
- Macropores : largeur supérieure à 50 nm [49].

I.5.2. Méthodes de préparation

Le charbon actif (CA) peut être fabriqué à partir de tout matériau contenant un fort pourcentage de carbone et un faible pourcentage en matière inorganique **[50]**. Ces matières premières peuvent être du bois, du charbon de bois, la noix de coco, du lignite, de la tourbe ainsi que des polymères synthétiques ou résidus de procédés pétroliers. Ces matières premières sont transformées en CA au moyen de deux étapes : la carbonisation et l'activation.

I.5.2.1. Carbonisation (pyrolyse)

La pyrolyse est la décomposition thermique de matières organiques en l'absence d'oxygène ou en atmosphère pauvre en oxygène. Cette étape de carbonisation s'effectue à des températures inférieures à 800°C (en présence de sels métalliques) et sous un courant continu d'un gaz inerte (absence d'oxygène). La carbonisation est généralement effectuée à une vitesse suffisamment grande pour minimiser le contact entre les produits carbonisés et les produits volatils. La structure poreuse est étendue durant le processus d'activation [51].

I.5.2.2. Activation

L'activation consiste à développer la structure poreuse et créer les fonctions de surfaces généralement oxydées qui sont à l'origine des interactions entre le solide et les molécules adsorbées. Il existe deux modes d'activation : l'activation physique (voie I) et l'activation chimique (voie II).

a. Activation physique

Concerne la gazéification partielle du carbonisât par oxydation avec de la vapeur d'eau ou du dioxyde de carbone CO_2 à des températures entre 850 °C et 1100 °C. La porosité est développée par réarrangement structural et oxydation du carbone (création, ouverture, élargissement de pores). Par exemple, l'utilisation du dioxyde de carbone comme agent oxydant favorise le développement de la microporosité alors que la vapeur d'eau favorise une porosité aux dimensions plus larges [52].

b. Activation chimique

Dans l'activation chimique la carbonisation et l'activation sont normalement réalisées simultanément à des températures plus basses [53]. L'activation chimique consiste à imprégner le matériau de départ avec une solution concentrée d'agent très oxydant et/ou déshydratant (acide phosphorique, chlorure de zinc...). Le matériau subit ensuite une pyrolyse entre 400°C et 800 °C sous une atmosphère puis est lavé et séché. Le temps d'activation, la température de carbonisation et le taux de chauffage sont des variables importantes pour la préparation de charbon ayant de texture poreuse spécifique [54].

I.5.3. Quelques travaux des différents chercheurs pour la préparation de charbon actif

Le tableau suivant représente quelques travaux sur la préparation de charbon actif à partir de différents biomasse et quelques caractéristiques de ces charbons actifs.

Etapes de préparation de CA			
Matière première			Caractéristiques de
		A . A . A	CA
	Activation	Activation	
	Chimique	physique	
	Imprégnation par ZnCl ₂	Pyrolyse sous	$S_{BET} = 691.50 m^2/g$
Noyaux d'olive	[rapport : 1/2]	atmosphère	$pH_{PCZ}=5.32$
[55]	T=85°C, t=7h	T=600°C, t=1h	
	Imprégnation par	Pyrolyse dans un	
	FeCl ₃ .6H ₂ O	four à moufle :	$S_{BET}=372m^2/g$
Coques de noix	[rapport : 1/1]	T=700°C	$V_t = 0.21 \text{ cm}^3/\text{g}$
de coco [56]	T=120°C	t=1h30min	$V_{mic}=0.156 \text{cm}^3/\text{g}$
	t=2h	V=20°C/min	$V_{m\acute{e}s}$ =0.054cm ³ /g
		V _{N2} =100cm ³ /min	

Tableau I.7 : Quelques travaux sur la préparation de charbon actif.

Les coquilles de plamiste brute [57]	Imprégnation par H ₃ PO ₄ [50%] T=ambiante t=24h	Pyrolyse dans un four à moufle : T=500°C t=2h	S _{BET} =1225m ² /g
La gomme de tarra [58]	Imprégnation par FeCl ₃ .6H ₂ O [rapport : 1/2]	Pyrolyse dans un four tubulaire horizontale : T=400°C t=2h V _{N2} =150cm ³ /min V=10°C/min	S _{BET} =379m ² /g
Bois de jatropha [59]	Imprégnation par KOH [rapport : 1/1] T=ambiante t=24h	Pyrolyse : T=700°C t=2h V=2°C/min	S _{BET} =1305m ² /g

L'élimination des composés organiques et de certains métaux par adsorption sur charbon actif est largement utilisée pour la purification de l'eau. Si ce procédé permet d'éliminer le composé de l'eau, il ne permet pas de le dégrader. Après saturation, les adsorbants ayant servi au traitement doivent être entreposés dans un endroit conçu à ces effets, brulés dans une installation spécifique avec purification des gaz obtenus ou bien régénérés pour une réutilisation.

La synthèse de CA ayant un cout élevé, d'un point de vue économique et environnemental, il est préférable d'avoir recours à la régénération.

I.6. Méthodes de régénération

Pour des raisons économiques, il est plus intéressant de régénérer le charbon actif plutôt que de le remplacer dans la mesure où le procédé de régénération coûte moins cher à la préparation et que la régénération n'altère pas les performances du CA. La régénération a pour but d'éliminer les composés adsorbés dans la porosité des adsorbants (**Figure I.6**). La régénération peut s'effectuer de différentes façons (décomposition/désorption) (**Figure I.7**) : traitement thermique, extraction à la vapeur ou par solvant, régénération acide ou basique ou encore par oxydation chimique [**60**].



Figure I.4 : Schéma explicatif de la régénération d'un adsorbant saturé par un polluant [18].



Figure I.5 : Les voies de régénération des charbons actifs [61].

I.6.1. Régénération thermique

Cette opération est réalisée par pyrolyse ou en brulant les matières organiques adsorbées par les charbons actifs dans le but d'éviter d'enflammer les charbons, ils sont chauffés aux alentours de 800°C au sein d'une atmosphère contrôlée. Ce type de régénération efficace à 100%, reste le procédé le plus appliqué actuellement, il y a une perte de charbon de l'ordre de 7 à 10%. La régénération thermique est certainement le procédé qui donne la meilleure qualité de charbon, mais elle est grosse consommatrice d'énergie, c'est pourquoi d'autres procédés plus économiques sont également utilisé [62, 63,64].

I.6.2. Régénération à vapeur d'eau

Cette méthode est réservée à la régénération des charbons actifs qui ont seulement adsorbé des produits très volatils. Cependant, le traitement à la vapeur d'eau peut être utile pour déboucher la surface des grains charbons et désinfecter le charbon [1]. Par cette méthode, le chauffage du charbon actif est très rapide. Les molécules d'eau s'adsorbant et chassent les molécules préalablement présentes. Un refroidissement à température ambiante du flux sortant provoque la condensation de la vapeur et des composés seront désorbées [65].

I.6.3. Régénération chimique

Elle est basée sur l'emploi d'un solvant spécifique de la substance polluante adsorbée sur la surface du charbon actif. L'efficacité de la régénération est donc liée aux choix du réactif d'extraction en plus de tous les paramètres influençant l'adsorption ou la désorption. Les solvants organiques les plus utilisés sont : l'acétone (CH₃COCH₃), l'éthanol (CH₃CH₂OH), le (CH₃OH), l'acide formique (HCOOH), le dichlorométhane (CH₂Cl₂), le chloroforme (CHCl₃), etc. On peut aussi citer les oxydants tels que le chlore, le permanganate de potassium et l'eau oxygénée [**66**]. Dans certains cas, la régénération chimique est plus économique que la régénération thermique, les pertes de masse de charbon étant de l'ordre de 1% de la masse traitée [**65**].

I.6.4. Régénération par oxydation avancées (Fenton, photo-Fenton)

Le fer (surtout à l'état d'oxydation II) est en effet un excellent catalyseur de décomposition de H_2O_2 en radicaux HO•, permettant donc d'accélérer significativement les vitesses d'oxydation des polluants organiques par rapport à H_2O_2 seul ont utilisé le réactif de Fenton pour le traitement des charbons saturés par des organochlorés (chlorobenzène, tétrachloroéthylène, chloroforme, 1,2-dichloropropane). L'oxydation est effectuée au pH acide pour éviter la précipitation du fer et à température ambiante [67].

I.6.5. Régénération biologique

Elle utilise la capacité épuratoire de la vie microbienne installée à l'intérieur du charbon. Il faut noter que les microorganismes ne peuvent réaliser que les fonctions pour lesquelles ils ont été génétiquement programmés et ne sont généralement aptes à dégrader qu'un seul type de polluant. De plus, l'activité de ces organismes vivants est fortement dépendante des conditions opératoires (température, pH, présence d'oxygène dissous, de minéraux ...) et est limitée en présence de polluants peu biodégradables [67]. Cette méthode de régénération n'a pas encore été appliquée à l'échelle industrielle.

I.6.6. Régénération par micro-ondes

Cette technique est basée sur la capacité à pouvoir chauffer ou plus exactement exciter les liaisons sur le plan moléculaire. La méthode conduit à des réactions thermiques rapides et homogènes à l'interface molécule/adsorbat permettant la désorption des composés [68]. L'emploi des micro-ondes est très efficace notamment sur les molécules d'eau qui par leur excitation et leur entraînement, vont permettre la désorption de la molécule adsorbée [69].

I.6.7. Régénération par extraction dans des fluides supercritiques

Il est également possible d'utiliser une régénération par extraction dans des fluides supercritiques (souvent le CO₂) pour la désorption de composés adsorbés. Dans ce processus, un gaz est chauffé à une pression donnée pour atteindre son point critique. La masse volumique du fluide est à un intermédiaire entre le gaz et le liquide permettant la dissolution des composés organiques. Cette méthode s'est avérée efficace pour la désorption de molécules organiques dans des charbons actifs **[70]**.

I.7. Quelques travaux des différents chercheurs pour la régénération de charbon actif

Le **tableau I.8** représente quelques travaux sur la régénération de charbon actif et leurs conditions et le rendement de chaque méthode.

Composé	Technique	Conditions	R (%)
Phénol [71]	micro-ondes	$q_e = 0,130 \text{ g/g}, P=850W,$ F = 2450 mHz	70-80
Cyclohexane [70]	CO ₂ supercritique	$q_m = 0,536 \text{ g/g}, \text{ T} = 55^{\circ}\text{C},$ P = 140 bar.	68
Chlorobenzène [72]	Fenton	q_m = 0,4mg/g, m _{CA} = 50 mg, [H ₂ O ₂] = 10mM, [Fe ²⁺]= 0,027mM, pH = 3	100
Méthyl tert- butyl éther (MTBE) [73]	Fenton	$q_m = 0.21 \text{mg/g}, [H_2O_2] = 0.03 \text{ M}$ [Fe ²⁺] = 3 g/L, $pH = 2.5$	91
Rhodamine B [74]	Photo-Fenton	$q_m = 92mg/g, m = 0.04 mg,$ [H ₂ O ₂] = 30mM, pH = 3	91

Tableau I.8 : Quelques travaux sur la régénération de charbon actif.

CHAPITRE II Matériels et méthodes

« Travaillez comme si vous ne devriez pas mourir et prier dieu comme si vous de vie mourir demain. » Cheikh Ahmadou Bamba Mbacké.
Ce chapitre a été divisé en trois parties :

- La première partie, présente la procédure expérimentale suivie pour la préparation de charbon actif et la préparation de solution de polluant organique (Rhodamine B).
- La seconde partie a été consacrée à l'étude comparative de l'adsorption de la Rhodamine B sur le charbon actif commercial (CAC) et sur le charbon actif préparé (CAP).
- La dernière partie concerne l'étude de la régénération de charbon actif préparé.

II.1. Matériels et produits

Le tableau suivant présente les produits et les matériels utilisé :

Produits	Matériels
Rhodamine B (λ =554nm).	Une plaque à multiposte.
Charbon actif commercial (CAC).	pH-mètre.
Brachychiton Populneus	Spectrophotomètre UV.
Chlorure de fer FeCl ₃ .6H ₂ O	Plaque chauffante.
Bleu de méthylène (≥95%).	Microscope électronique à balayage.
Thiosulfate de sodium Na ₂ S ₂ O ₃ .	
Acide chlorhydrique HCl (37%).	
Solution d'amidon.	
Hydroxyde de sodium NaOH (30-33%).	
Peroxyde d'hydrogène $H_2O_2(30\%)$.	
Iode de Potassium KI (99.5%).	
Sulfate de fer FeSO ₄ .7H ₂ O (hydraté).	

Tableau II.1 : Matériels et produits.

II.2. Méthodes

II.2.1. Préparation de charbon actif

Le charbon actif a été préparé à partir d'une biomasse collectée au sein de notre université, C'est la croute du fruit d'un arbre appelé « Brachychiton Populneus », C'est un déchet solide de couleur marron foncé et de forme ovale.



Figure II.1: Brachychiton Populneus.

Après un lavage à l'eau, nous avons effectué un découpage du déchet puis un séchage à l'air libre. Le produit obtenu a été carbonisé à une température de 300°C dans un four à moufle pendant 2h une fois carbonisé, le matériau obtenu a été bien broyé dans un mortier en agate. L'activation chimique a été réalisée par le FeCl₃.6H₂O sous une température de 60-80 °C pendant 4h. Après un lavage avec l'eau distillée et un séchage dans l'étuve à 105°C, nous avons effectué un traitement thermique du matériau dans un four tubulaire à 800°C pendant 1h 30min afin de développé sa surface spécifique. L'organigramme suivant représentant les quatre étapes de la préparation du charbon actif :



Figure II.2: Organigramme représentant la préparation du charbon actif.



Figure II.3: Charbon actif préparé.

II.2.2. Caractérisation de charbon actif

II.2.2.1. Détermination de la perte de masse

La perte de masse a été calculée par l'équation suivante :

$$\Delta \mathbf{m} = \frac{(\mathbf{m}_i - \mathbf{m}_f)}{\mathbf{m}_i} \cdot 100 \, (\%)$$
 (II.1)

Où :

m_i: La masse initiale du charbon actif préparé (g).m_f: La masse finale du charbon actif préparé (g).

II.2.2.2. Détermination de point de charge nulle

Le volume de 50ml de KCl à 0.1M a été préparé dans plusieurs béchers à différente pH_i leur pH est ajusté avec des solutions de NaOH ou/et HCl (0.1M.) une masse de 0.05g de CAC est ajoutée dans chaque bécher, les béchers sont agités pendant 12h. Pour chaque bécher on a mesuré le pH_f . Refaire la même chose pour le CAP.

II.2.2.3. Détermination de l'indice d'iode

Dans un erlenmeyer de 250 ml, on met 1g d'adsorbant. On ajoute 10 ml de HCl à 5% en agitant et chauffant jusqu'à ébullition pendant une minute, puis on laisse refroidir. Ce traitement augmente la mouillabilité de l'adsorbant.

Dans un second temps, 100 ml d'une solution d'iode 0,1 N sont mis dans l'erlenmeyer avec agitation pendant 30 min. Après, on filtre immédiatement et on dose l'iode dans le filtrat par le thiosulfate jusqu'à la coloration jaune ensuite en ajoute 2ml de la solution d'amidon comme indicateur puis en continue par le thiosulfate jusqu'à la disparition de la coloration jaune.

L'indice d'iode peut être calculé par la formule suivante :

$I_I = (V_t - V_e)$. 0,0127 × 1000/m en (mg/g) (II.2)

 (V_t-V_e) : différence des résultats du titrage à l'essai à blanc et à l'essai avec l'adsorbant (en ml de thiosulfate 0,1 N).

m: masse d'adsorbant (exprimé en g).0,0127 : nombre de grammes d'iode correspondant à 1 ml de thiosulfate à 0.1 N.

1000 : correspond à la conversion de grammes en milligrammes.

L'indice d'iode renseigne sur la capacité adsorptive d'adsorbant (sa microporosité) [1].

II.2.2.4. Détermination de l'indice de bleu de méthylène

L'indice de bleu de méthylène (mg/g) est un indicateur de la capacité du charbon actif à adsorber les moyennes et grandes molécules organiques. Ce colorant est considéré comme un indicateur de mésoprosité et l'étude de son adsorption sur un support poreux traduit la capacité de ce matériau à adsorber les molécules de poids moléculaire moyen.

Les tests d'adsorption de bleu de méthylène ont été réalisés en utilisant le protocole de suivante : La poudre de charbon a été séchée à l'étuve à 105°C jusqu'à stabilisation de la masse. Une masse de 300 mg de charbon actif a été mélangée avec 100 ml prêt de 1000 mg/l solution de bleu de méthylène. Après agitation pendant 4 h, la suspension a été filtrée et la concentration résiduelle de bleu de méthylène a été mesurée à 664 nm, en utilisant un spectrophotomètre UV. La quantité de bleu de méthylène adsorbée est déterminée par la formule suivante :

Indice de BM =
$$\frac{(C_i - C_f) * V}{m_{CA}}$$
 en (mg/g) (II.3)

Avec :

V : Le volume de la solution de BM utilisé à l'équilibre (L).

 m_{CA} : La masse de CA utilisé (g).

Ci et Cf : Les concentrations calculées initiales et finales de BM (mg/L) [2].

II.2.2.5. Détermination de la surface spécifique

Le Bleu de Méthylène est un colorant type qui sert à calculer la surface accessible aux molécules assez grandes. Une masse 0,1 g de charbon actif étudié est agité avec 100mL de solution de Bleu de Méthylène à des concentrations différentes, le mélange est agité pendant 2heures puis filtré et analysé. On détermine la surface disponible au Bleu de Méthylène par l'équation suivante :

S_{BM}=S.N.b/ M en
$$(m^2/g)$$
 (II.4)

S_{BM}: surface spécifique (m^2/g) .

b: capacité maximale d'adsorption (mg/g) déterminée à partir de l'isotherme de Langmuir.

- N : nombre d'Avogadro (6.023*10²³).
- M : masse molaire de Bleu de méthylène (319.852g/mol).

S : surface occupée par une molécule de bleu méthylène (119 Å²) [3].

II.2.2.6. Microscopie Electronique à Balayage et Energie dispersive de rayons X

Le microscope électronique à balayage (MEB) est un appareil d'analyse, pouvant fournir rapidement des informations sur la morphologie de la surface et la composition chimique d'un objet solide.

Les échantillons ont été analysés par un microscope électronique à balayage environnemental (permet de travailler sur des échantillons non conducteurs sans traitement de métallisation) de type ESEM XL 30 FEG Philips (**figure II.4**) du Département Spectrométrie (DS), Division des Techniques Nucléaires (DTN) Centre de Recherche Nucléaire d'Alger (CRNA). Le microscope électronique à balayage est équipé par des détecteurs d'électrons secondaires et rétrodiffusés pour l'imagerie et d'un détecteur Si(Li) 10 mm² pour l'analyse EDX.



Figure II.4 : Microscope électronique à balayage de type ESEM XL 30 FEG Philips de CRNA.

II.2.3. Etude de l'adsorption de la Rhodamine B sur charbon actif

II.2.3.1. Préparation de la solution mère de Rh B

La solution mère du Rh B de concentration 100mg/L a été préparé par la dissolution de 0.05g de Rh B dans un volume de 500ml de l'eau distillée. Les concentrations inférieures ont été obtenues par la dilution.

II.2.3.2. Spectrophotomètre UV-Visible

La spectroscopie UV-Visible utilisée est **UV_1601 SHIMADZU** au laboratoire de MPCA de l'université de Jijel.



Figure II.5: Le spectrophotomètre UV-Visible.

La technique mesure l'absorption de la lumière sur la plage optique souhaitée. Un échantillon est distribué dans une cuvette et placé sur le trajet entre la source de lumière optique et un détecteur.

Selon la loi de Beer-lambert :

$$A=E.C.L$$
 (II.5)

- A: Absorbance.
- **C** : Concentration de la solution absorbante en (mg/L).
- **L** : Largeur de la cuve en cm (1cm).
- **E** : Coefficient d'extinction spécifique de la substance en (L/mg.cm) ou (L/mol.cm).

Avec une longueur de trajet lumineuse constante et un coefficient d'absorption connu (dépendant de la longueur d'onde), la concentration d'un composé en question peut être déterminée à partir de la lumière absorbée à cette longueur d'onde.

II.2.3.3. Détermination de λ_{max}

Choisir la longueur d'onde maximale : on prend une concentration de 10 mg/L d'une solution de Rhodamine B, et on calcule l'absorbance à différentes longueurs d'ondes entre (300-700) nm.

Les résultats sont illustrés dans la courbe suivante :



Figure II.6: Spectre UV-Visible de la Rh B à pH libre.

L'extrapolation des résultats obtenus donne une bande d'absorption à 554nm, ce dernier est λ_{max} pour laquelle l'absorbance est maximale.

II.2.3.4. Courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage a été réalisée aux conditions suivantes : C= 5mg/L à 20mg/L ; V=50ml ; pH libre ; température ambiante =20°C ; λ =554nm.

Les résultats sont illustrés dans la courbe suivante :



Figure II.7 : Courbe d'étalonnage du Rhodamine B.

La courbe obtenue c'est une droite passe à l'origine, avec un coefficient de régression élevé R²=0.9998, L'équation de la droite est : A=0.19365*C, cette équation a été utilisé pour déterminer la concentration en Rh B inconnue.

II.2.3.5. Etude de la cinétique de l'adsorption du Rhodamine B sur CAC et CAP

Pour démontrer l'effet de la concentration en colorant sur l'adsorption, deux expériences ont été effectuées à la concentration en colorant de 30mg/L et de 50mg/L. Des masses de 0.4g de CAC et CAP sont mise en contact avec 400 ml de la solution de colorant (pH=4.5), pendant 120 minutes. Des volumes de la solution sont prélevés et centrifugés, et la concentration en adsorbat est suivie par spectrophotométrie UV-Visible à la longueur d'onde max (λ_{max} =554nm).

Pour chaque mélange on calcule la quantité adsorbée (q_t) , et on trace la courbe $q_t = f(t)$.

II.2.3.6. Etude de l'isotherme d'adsorption de Rhodamine B sur CAC et CAP

Les isothermes d'adsorption ont été étudiées en agitant une masse de l'adsorbant (0,04 g) dans différentes solutions de la Rh B de volume 50 ml et de concentrations initiales C₀ (5, 10,15, 20, 30, 40,50, 80 et 90 mg/L) et (pH=4.5). Après le temps d'équilibre les volumes prélevés sont centrifugés et analysé par UV-visible aux λ_{max} .

II.2.4. Etude de la régénération du charbon actif

On appelle cycle un enchaînement d'étape adsorption-régénération. L'étape d'adsorption est au même principe.

II.2.4.1. Régénération par lavage avec l'eau distillée

L'échantillon a été lavé à la température ambiante par simple contact entre l'adsorption de charbon actif saturé et l'eau distillée avec un rapport 1g/L.

II.2.4.2. Régénération par photolyse

La régénération par photolyse a été effectuée en agitant une masse 0.2gde CAP saturé de Rh B dans un volume 200ml exprimé au rayonnement d'une source naturelle qui est le soleil avec une agitation de 400tr/min pendant 2-8h.

II.2.4.3. Régénération par H₂O₂

Mettre 0.2 g de CA saturée de Rh B en contact avec une solution de $[H_2O_2] = 500 \text{mM}$; le pH de la solution était naturel avec une agitation de 400tr/min pendant 2h à T=30°C et le temps été évalué [4].

II.2.4.4. Régénération par la réaction de Fenton

L'expérience pour le procédé de Fenton est déroulée d'une manière similaire à celle indiquée dans la régénération par H_2O_2 . Dans ce cas l'étape initiale d'ajustement le pH =4.5 à été ajoutée avec une concentration de $[Fe^{2+}] = 0.5$ mM et $[H_2O_2] = 500$ mM et l'influence du temps ont été évaluées avec une agitation de 400tr/min

CHAPITRE III Résultats et Discussion

« La vie, c'est comme une bicyclette, il faut avancer pour ne pas perdre l'équilibre. »

Albert Einstein.

Ce chapitre est consacré à la discussion des résultats obtenus ; Il est divisé en trois parties :

- La première partie : la discussion des résultats de la caractérisation des deux charbons actifs.
- La seconde partie : Représente des résultats obtenus de l'étude de l'adsorption de la Rhodamine B sur charbon actif commercial et sur charbon actif préparé.
- La dernière partie : la présentation et la discussion des résultats obtenus de l'étude de la régénération de charbon actif.

III.1. Caractérisation de charbon actif

III.1.1. Les pertes de masse

Les résultats des pertes de masse pendant la carbonisation (300C°; 2h) et pendant l'activation physique qui est s'effectuée à température de 800°C pendant 1h30min sont illustrés dans le **tableau III.1** :

	m i (g)	m f (g)	Perte de masse (%)
Carbonisation	112.9	50.1	55.6
Activation physique	10	2.93	70.7

Tableau III.1: Pertes de masse de carbonisation d'activation physique.

D'après ces données nous constatons que la perte de masse de carbonisation est de 55% et la perte de masse d'activation physique est de 70%. Nous concluons que la perte de masse augmente avec l'augmentation de la température.

III.1.2. Point de charge nulle.

La **figure III.1** montré la variation du (pH_f) en fonction du (pH_i) ajusté pour les deux charbons actifs CAC et CAP.



Figure III.1: Point de charge nulle du charbon actif (commercial et préparé).

La **figure III.1** montre bien que le point d'intersection entre les courbes obtenues et la bissectrice Y = X correspond au pH_{PNC} de charbon actif commercial et le charbon actif préparé presque le même point qui est égal **7.3**.

Ce qui indique :

Le pH de la solution $> pH_{pzc}$, les particules de CAP sont chargées négativement. Le pH de la solution $< pH_{pzc}$, les particules de CAP sont chargées positivement.

III.1.3. Caractérisation de l'indice d'iode et l'indice de Bleu de Méthylène

La détermination de l'indice d'iode est un test simple et rapide, donnant une indication sur la microporosité et mésoprosité des charbons actifs. Les valeurs variants entre 500 et 1200 mg/g, l'indice d'iode est un indicateur de la porosité d'un charbon actif [1].

Afin de comparer le charbon actif préparé avec le charbon actif commercial, nous avons mesuré leurs indices d'iode qui sont regroupés dans le **tableau III.2**.

L'indice de Bleu de méthylène est déterminé suivant le protocole présenté dans le **chapitre** II. Il représente la quantité en mg/g adsorbée par les deux charbons préparé et commercial dans le but de connaître la mésoprosité.

Adsorbant	Iı	$\mathbf{I}_{\mathbf{BM}}$	Micropore		
	(mg/g)	(mg / g)	(mg/g)		
CAC	1053.05	238.84	814.21		
CAP	1054.10	329.24	724.86		

Tableau III.2 : Caractérisation par L'indice d'iode et L'indice de Bleu de Méthylène.

Pour l'indice d'iode les résultats varient suivant la nature de la biomasse et la méthode d'activation employée (agent activant) [2]. Les résultats obtenus sont presque les mêmes pour les deux charbons actifs étudiés. Ces résultats restent comparables avec la littérature :

• $I_1=1143$ mg/g pour le liège activé par $[H_3PO_4] = 0.5$ M [3].

Les résultats obtenus montrent bien que le CAP et le CAC ont des capacités supérieures à 900 mg/g [4], donc on peut dire que leur qualité poreuse est de type micropore et mésopore.

Les résultats obtenus cités dans le **tableau III.2** indiquent que le charbon préparé et le charbon commercial ont une mésoprosité importante **[4]**. Ces résultats restent comparables avec la littérature :

- $I_{BM}=214$ mg/g pour la coque d'arachide activée par [H₃PO₄] =10% à T=400°C.
- I_{BM}=232 mg/g pour la coque d'arachide activée par [KOH]=40% à T=400°C.
- $I_{BM}=343 \text{ mg/g}$ pour la noix de coco activée par $[H_3PO_4] = 2\%$ à T=400°C [5].

De ce qui précède, nous constatons que, les micropores dans le CAC est plus que dans le CAP, tandis que nous avons trouvé les méso-pores dans le CAP étaient plus que dans le CAC.

III.1.4. La surface spécifique

La surface spécifique a été calculée par la méthode de Bleu de Méthylène. Les résultats sont représentés dans la **figure III.2** et le **tableau III.3** :





D'après la **figure III.2** précédente, on remarque que l'isotherme est de type L (selon la classification de Giles et al), il signifie qu'il n'y a pas une forte compétition entre le solvant et l'adsorbat pour occuper les sites d'adsorption.

Nous constatons que le modèle de Langmuir est le modèle le plus crédible qui décrit mieux les données expérimentales, vu le coefficient de corrélation qui est de l'ordre de 0,9843, la valeur de la capacité d'adsorption maximale calculée est de 237.45mg/g est proche de la valeur déterminée expérimentalement q_{exp} (228.15 mg/g).

D'après la valeur de la capacité d'adsorption de Bleu de Méthylène qui extraite à partir du modèle de Langmuir II, on calcule la surface spécifique par la relation mentionnée dans le chapitre II.

Les résultats de la surface spécifique sont représentés dans le tableau III.3 :

Tableau III.3 : Les valeurs de la surface spécifique des CA.

S_{BM} de CAP (m^2/g)	S_{BET} de CAC (m^2/g)
532.7	800

La surface spécifique de CA n'est pas considérée comme la seule responsable de la capacité d'adsorption car la surface spécifique de CAC ($S_{BET} = 800m^2/g$) était supérieure à la

surface spécifique de CAP ($S_{BM} = 532.7 \text{ m}^2/\text{g}$), tandis que les quantités d'adsorption des deux charbons actifs étudies sont presque les mêmes.

III.1.5. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Les images MEB obtenues sont représentées sur la figure III.3 :



Figure III.3: Images MEB du CAP.

Les observations au microscope électronique à balayage (**figure III.3**) montrent que le charbon actif étudié à une porosité très développée sur toute la surface avec une certaine hétérogénéité. On peut remarquer, la présence d'une multitude de fines particules attachées au charbon actif. Elles peuvent être attribuées à des impuretés acquises lors de la préparation (lavage, le creusé utilisé dans l'activation physique...) mais aussi une réminiscence de l'origine végétale du charbon.

III.1.6. Energie dispersive de rayons X (EDX)

L'analyse élémentaire du CA est représentée sur la figure III.4 :



Figure III.4: Analyse élémentaire du CAP.

Nous remarquons, la présence du carbone avec une teneur élevée (49.87%) jouera un rôle important lors de l'arrangement de la structure de charbon actif pendant la préparation, et aussi une teneur de fer élevée qui indique c'est un charbon actif ferromagnétique.

III.2. Adsorption de la Rhodamine B sur les charbons actifs

III.2.1. Etude de la cinétique d'adsorption de Rhodamine B sur CAC et CAP



Nous avons représenté dans la figure III.5 la cinétique d'adsorption de Rh B sur le CAC et

Figure III.5 : Cinétique d'adsorption de Rh B sur le CAC et CAP

Les résultats présentés sur la **figure III.5** montrent que l'augmentation de la concentration initiale entraîne une augmentation de l'adsorption de la Rhodamine B sur les deux adsorbants. Cette étude montre que la quantité adsorbée de la Rh B est meilleure pour la concentration initiale 50mg/l. Nous pouvons constater que pour les deux concentrations utilisées, la quantité adsorbée croît avec l'augmentation du temps de réaction en suivant deux pentes différents :

- Le premier est rapide (Diffusion externe) ceci peut être interprété par la disponibilité des sites actifs à la surface de l'adsorbant au début d'adsorption.
- •La seconde étape (Diffusion interne) est lente, ceci est dû à la saturation des sites actifs de la surface.

L'analyse des cinétiques d'adsorption montre que, la vitesse d'adsorption du colorant sur le CAC et le CAP évolue rapidement au début du processus (entre 5 et 20min).

Les quantités maximums adsorbées à l'équilibre pour le CAC et CAP sont 29.28 mg/g, 49.29 mg/g et 29.47 mg/g 47.95mg/g pour les deux concentrations 30 mg/L et 50 mg/L respectivement.

III.2.2.1. Modélisation da la cinétique d'adsorption de CAC et CAP

Pour étudier la cinétique d'adsorption du Rhothamine B on applique Les modèles de cinétiques : Pseudo premier ordre ; pseudo deuxième ordre ; diffusion intra-particulaire ; diffusion extra-particulaire.

Le modèle qui a vérifié la cinétique d'adsorption de Rh B sur le CAC et le CAP est le modèle de pseudo deuxième ordre, il est présenté dans la figure suivante.



Figure III.6 : Modèle de pseudo deuxième ordre



Figure III.7: Modèle de diffusion intra-particulaire.

Tableau III.4 : Paramètres caractérisant la cinétique d'adsorption de la Rh B sur le CAC et sur le CAP.

Adsorbant	C ₀ (mg/L)	qe, exp (mg/g)	Pseudo premier-ordre		Pseudo deuxième ordre			Diffusion intra-particulaire			Diffusion externe		
			k1 (min-)	qe, cal (mg/g)	R ²	k2 (g/mg.min)	qe, cal (mg/g)	R ²	k ₁ (mg/l.min ^{0.5})	Ι	R ²	k _{fd} (mg/l.min ^{0.5})	R ²
	30	29.277	0.322	4.548	0.809	1.162	29.325	0.999	1.560	17.725	0.225	0.002	0.005
CAC	50	49.289	-	-	-	0.194	49.504	0.999	2.618	29.823	0.224	-	-
САР	30	29.472	-0.607	0.544	0.971	0.009	30.487	0.999	1.620	11.703	0.746	-0.031	0.971
	50	47.975	-0.046	16.253	0.862	0.005	48.780	0.999	3.148	21.569	0.466	0.046	0.862

D'après les résultats mentionnés sur la **figure III.6**, la **figure III.7** et le **tableau III.4**, nous remarquons que :

Le meilleur modèle établi pour l'étude de la cinétique d'adsorption est choisi selon le facteur de corrélation. Plus ce facteur est élevé plus le modèle est favorable pour l'étude du processus d'adsorption [6].

Les valeurs généralement faibles du coefficient de régression (\mathbb{R}^2) du modèle cinétique de premier ordre pour les deux concentrations utilisées suggèrent que ce modèle ne décrit pas leur cinétique d'adsorption. Les capacités d'adsorption confirment cette conclusion, puisque les valeurs calculées ne correspondent pas à celles trouvées expérimentalement.

Les valeurs des coefficients de corrélation du modèle cinétique de pseudo-deuxième ordre calculées sont plus proches de l'unité et aussi les valeurs de la quantité d'adsorption calculée par ce modèle sont proches de celles expérimentales, Ceci affirme que l'adsorption du Rh B sur le CAC et le CAP suit une cinétique de pseudo-deuxième ordre pour les deux concentrations étudiées.

Les vitesses d'adsorption (k_2) diminuent lorsque la concentration de colorant augmente ceci revient à l'augmentation de la compétition sur les sites d'adsorption par contre la compétition diminue sur les sites actifs de l'adsorbant pour les faibles concentrations [7].

D'après la **figure III-7**, on remarque qu'il y a deux étapes différentes. La première partie de la courbe est qui est la première étape représente la diffusion des molécules dans le solide. Généralement, c'est l'étape la plus longue. La deuxième étape représente l'équilibre d'adsorption où a lieu la réaction. Si la diffusion intra-particulaire était l'étape déterminante dans le processus d'adsorption alors la droite correspondante devrait passer par l'origine. Ce n'est pas ce cas-là que nous observons sur la **figure III-7**, alors on peut dire que la diffusion intra-particulaire n'est pas le mécanisme déterminant de l'adsorption du Rh B sur les deux charbons, elle existe, mais elle se fait en même temps que les autres mécanismes de diffusion. L'intersection de la droite correspondant à la diffusion intra-particulaire est proportionnelle à l'épaisseur de la couche limite **[2]**.

III.2.2. Etude de l'isotherme d'adsorption de Rhodamine B sur CAC et CAP

Les isothermes d'adsorption sont très utiles pour la compréhension du mécanisme d'adsorption.

L'isotherme permet de donner des informations sur le mode d'adsorption (adsorption en monocouche ou en multicouches). Ces informations pourront être extraites à partir des modèles d'équilibre décrivant le processus d'adsorption.

Nous avons représentés dans la **figure III.8** l'isotherme d'adsorption de Rh B sur le CAC et sur le CAP :



Figure III.8: Isotherme de l'adsorption de Rh B sur le CAC et le CAP.

D'après la classification de Giles et al, les deux isothermes montrent une allure du **type L** (dite de Langmuir). La forme L des isothermes d'adsorption signifie qu'il n'y a pas une forte compétition entre le solvant et l'adsorbat pour occuper les sites d'adsorption. La quantité maximale adsorbée de CAC et de CAP est 104.41mg/g et 101.32 mg/g respectivement.

III.2.2.1. Modélisation des isothermes d'adsorption

Les modèles mathématiques choisis pour représenter les isothermes d'adsorption de Rh B sur le CAC et le CAP sont les deux modèles à deux paramètres les plus couramment employés : les modèles de Langmuir et Freundlich.

Le modèle qui vérifie les isothermes d'adsorption de Rh B sur le CAC et le CAP est le modèle de Langmuir II, il est présenté dans la **figure III.9** et le modèle de Freundlich est présenté dans la **figure III.10**.



Figure III.9: Linéarisation selon le modèle de Langmuir II.



Figure III.10: Linéarisation selon le modèle de Freundlich.

ant		Modèle o	le Langmuir	Modèle de Freundlich			
orb	գտ	KL	RL	R ²	$\mathbf{K}_{\mathbf{f}}$	nf	R ²
Ads	(mg / g)	(L/mg)			(mg/L)	(L/mg)	
CAC	112.07	1.571	0.007-0.112	0.977	36.441	2.343	0.080
CAP	113.25	1.060	0.010-0.158	0.994	34.733	-14.289	0.656

Tableau III.5: Paramètres caractérisant l'isotherme d'adsorption de la Rh B sur

le CAC et sur le CAP.

Ces résultats (**Tableau III.5**) montrent que le modèle de Langmuir II représente mieux l'adsorption du Rh B sur les deux adsorbants car les valeurs des coefficients de corrélation R^2 =0.9777 et 0.9942respectivement pour CAC et CAP sont plus proche de l'unité. Les valeurs calculées de la capacité maximale d'adsorption q_m =113.64 mg/g pour CAC et CAP sont très proche aux valeurs expérimentales trouvée (q_{exp} = 104.41mg/g pour CAC et 101.32 mg/g pour CAP)

III.3. Etude de la régénération de charbon actif

La régénération de CA est un facteur très important et repose sur sa stabilité. Afin de mieux évaluer l'effet d'adsorption-désorption observé sur le charbon actif préparé plusieurs techniques ont été réalisées.

III.3.1. Régénération de CAC et CAP par lavage avec l'eau distillée

La **figure III.11** présente une régénération en quatre étapes a été effectuée sur les deux échantillons de CA saturé en Rh B par la méthode de lavage avec l'eau distillée avec le rapport 1g/L.



Figure III.11 : Tests multi-cycliques pour régénération de CAC et CAP par lavage avec l'eau distillée.

Comme montre la **figure III.11**, il ressort que le CAC et le CAP maintiennent une stabilité et une performance d'adsorption du Rh B élevée surtout pour les trois premiers cycles (supérieur à 50%). Donc on peut dit que la régénération de la Rh B a été efficace par la méthode de lavage avec l'eau distillée. Dans le quatrième cycle la performance d'adsorption est faible.

III.3.2. Régénération de CAP par photolyse

L'étude de la régénération a été réalisée sur le CAP saturé par le procédé de photolyse avec le rapport 1g/L. La **figure III.12** présente les résultats de cette régénération réalisée en quatre étapes.



Figure III.12 : Tests multi-cycliques pour régénération de CAP photolyse.

Nous remarquons que le CAP régénéré par photolyse reste efficace dans les deux premiers cycles (supérieur à50%) à partir, de troisième cycle une diminution de 40 % jusqu'à 5% pour le quatrième cycle.

III.3.3. Régénération de CAP par procédé de Fenton

Les résultats observés sur la **figure III.13** montrent une meilleure efficacité dans la régénération du charbon actif avec quatre cycles.



Figure III.13 : Tests multi-cycliques pour régénération de CAP par procédé de Fenton.



Figure III.14 : La variation de l'absorbance en fonction de nombre de cycle.

Les résultats de cette expérience sont donnés à la **figure 14** dans l'Annexe, cette dernière montre que la régénération du Rh B est complète même en multipliant les étapes de régénération sans formation des produits intermédiaires.

D'après la **figure III.13** on observe que le taux d'adsorption du Rh B diminue à chaque nouveau cycle de régénération et le CAP garde son capacité d'adsorption pendant six cycles dans le procédé Fenton à l'obscurité et sept cycles pour le photo-Fenton.

Les résultats montrent que l'efficacité d'adsorption après la régénération est supérieure à 50% pour les quarte premier cycle étudies. Ce résultat confirme que la régénération par procédé photo-Fenton conduit à une amélioration de la capacité d'adsorption de CAP.

III.3.4. Régénération de CAP par procédé de H₂O₂

Nous avons réalisé l'adsorption du Rh B sur le CAP dans l'obscurité jusqu'à un temps d'équilibre de 2h. Après l'étape de l'adsorption, nous commençons la régénération en ajoutant 0.5 M de H_2O_2 à l'obscurité et sous l'effet des rayons du soleil. Une fois que la Rh B a été désorbé, le CAP a été lavé plusieurs fois avec de l'eau distillée, séchées à l'air puis réutilisés pour adsorption à nouveau.

Les résultats dans la **figure III.14** présentés une régénération de six cycles pour H_2O_2 sous les radiations solaire et cinq cycles pour H_2O_2 dans obscurité.



Figure III.15 : Tests multi-cycliques pour régénération de CAP par procédé de H₂O₂.

D'après la **figure III.14,** nous constatons que le CAP a conservé sa capacité d'adsorption d'origine après cinq réutilisations répétées avec l'ajout de H_2O_2 à l'obscurité par contre on obtient six cycles lorsque quand nous avons répété la même expérience sous irradiation solaire. Ceci indique que le CAP est stable et réutilisable dans ces conditions expérimentales. A point de vue de l'efficacité d'adsorption, on remarque que l'adsorption est efficace après 3 cycles dans l'obscurité et 4 cycles sous irradiation solaire.

III.3.5. Conclusion

Dans cette partie nous avons étudié la régénération de CAP par différentes méthodes qui sont :

- La régénération par l'eau distillée ;
- La régénération par photolyse ;
- La régénération par H₂O₂ et H₂O₂ sous les radiations solaire ;
- La régénération par le procédé de Fenton et photo-Fenton.

Grâce à ces expériences, nous concluons qu'il existe une convergence entre le procédé Fenton/photo-Fenton et H_2O_2/H_2O_2 -UV

Ces résultats confirment que la régénération de CAP par les procédés d'oxydations avancées est efficace et conduit à une amélioration de la capacité d'adsorption de CAP.

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette étude entre dans le cadre de la valorisation d'une biomasse en vue de son utilisation comme charbon actif dans l'élimination de la Rhodamine B et de chercher le meilleur procédé de régénération.

Au terme de ce travail nous pouvons conclure :

- Caractérisation : Le CAP présente une importante surface spécifique de l'ordre 532.7
 m²/g, une porosité importante et un caractère ferromagnétique.
- Elimination de la Rh B sur CAP et CAC
- Le modèle qui décrit mieux la cinétique d'adsorption est le modèle de pseudo second ordre.
- L'allure de l'isotherme d'adsorption Rh B sur les deux adsorbants rassemble à celle de Type
 L dans la classification établie par Giles et al.
- Le modèle de Langmuir II modélise mieux l'adsorption du Rh B sur les deux adsorbants avec une capacité maximale comparable entre les deux adsorbants : 101.32mg/g pour le CAP et 104.41mg mg/g pour CAC.

• Procédés de régénération

Par conséquent, compte tenu de l'ensemble des résultats fournis par cette étude, le charbon actif préparé à partir de la biomasse d'arbre **Brachychiton Populneus** pourrait être considéré comme un adsorbant prometteur et efficace pour l'élimination de la Rh B présent dans les effluents liquides. D'après les procédés de régénération réaliser, le procédé de photo Fenton présente la meilleure méthode de régénération.

Nous proposons d'approfondir ce travail en étudiant :

- La caractérisation de CAP par d'autres techniques (DRX, FTIR...)
- Etudier l'adsorption en mode dynamique
- Tester l'adsorbant pour d'autre polluants (métaux lourds, produits pharmaceutiques...), et pour le traitement d'effluent réels de l'industrie textile.

Références bibliographiques

Références Bibliographiques

Chapitre I

[1] Bechki, M Kh. *Préparation et caractérisation du charbon actif à partir des noyaux du palmier dattier et des coquilles des noix*. Thèse de doctorat, Université Kasdi Merbah- Ouargla, 2018.

[2] N'guessan, J K. *Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques*. Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2010.

[3] Gültekin, I. Ince, N H. Ultrasonic destruction of bisphenol A: the operating parameters. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2008, 15, 524-529.

[4] Neppolian, B et al. Solar light induced and TiO₂ assisted degradation of textile dye reactive blue 4, *Chemosphere*, 2002, 46, 1173-1181.

[5] Hedi, B M et al. Les colorantes textiles sources de contamination de l'eau: criblage de la toxicité et des méthodes de traitement. *Revue des sciences de l'eau*, 2011, 24, 209-238.

[6] Bousnoubra, I. Contribution à l'élimination de colorants (Vert de méthyle et Bromocrésol pourpre) par procédés photochimiques en phase homogène (séparés et mélangés), en phase hétérogène en milieu aqueux et par adsorption (Vert de méthyle) sur ZnO. Thèse de doctorat, Université des Frères Mentouri-Constantine 1,2017.

[7] Khelfallah, A. Boukrika, H. Dégradation des colorants organique par les procédés d'oxydation avancée en systèmes homogène et hétérogène. Mémoire de master, Université de Jijel, 2019.

[8] Hakima, H. Zineb, G. *Dégradation de Rhodamine B par le persulfate de potassium*. Mémoire de master, Université de Mohamed Boudiaf - M'sila, 2019.

[9] Helttunen, K et al. Interaction of aminomethylated resorcinarenes with rhodamine B. *New Journal of chemistry*, 2009, 33, 1148-1154.

[10] Inyinbor et al. Adsorption of Rhodamine B dye from aqueous solution on Irvingia gabonensis biomass: kinetics and thermodynamics studies. *South African journal of chemistry*, 2015, 68, 115-125.

[11] Bougdah, N. *Etude de l'adsorption de micropolluants organiques sur la bentonite*. Mémoire de magister, Université de Skikda, 2007.

[12] Merouani, S. Dégradation sono -chimique de la Rhothamine B en solution aqueuse : effet des ions hydrogénocarbonates et carbonates et des matrices complexes. Thèse de doctorat, Université d'Annaba, 2010.

[13] Boufenar, K. Litim, A. *Elaboration d'un charbon actif pour l'élimination de la Rhodamine B en phase aqueuse par adsorption*. Mémoire de master, Université de Jijel, 2019.

[14] Bentahar, Y. Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines : application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse. Thèse de doctorat, Université de Nice-Sophia Antipolis, 2016.

[15] Benamraoui, F. *Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture.* Mémoire de magister, Université de Ferhat Abbas Sétif-1 UFAS, 2014.

[16] Ma, J et al. Enhanced adsorption removal of methyl orange and methylene bleu from aqueous solution by alkali-activated multiwalled carbonnanotubes. *Appl mater interfaces*, 2012, 4, 5749.

[17] Machado, F M et al. Adsorption of Reactive Red M-2BE dye from water solutions by multiwalled carbon nanotubes and activated carbon. *Journal of hazardous materials*, 2011, 192, 1122-1131.

[18] Lionel, D. Étude de la régénération d'adsorbants par oxydation indirecte. Thèse de doctorat, Université de Rennes 1 Comue Université Bretagne Loire, 2019.

[19] Saidou, S M. Préparation et caractérisation de charbons ferromagnétiques appliqués à l'élimination de la sulfaméthazine par adsorption en milieu aqueux. Thèse de doctorat, Université A Mira – Bejaia, 2018.

[20] Ayral, C. *Elimination de polluants aromatiques par oxydation catalytique sur charbon actif.*Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2009.

[21] Medjahdi, M. *Préparation d'un monolithe carboné pour l'élimination d'une matière organique polluante*. Thèse de doctorat, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, 2016.

[22] Bouider, B. Aliouane, T. Utilisation des boues de charbons actifs imprégnées par Ni^{2+} et Cr^{3+} pour l'adsorption du phénol en batch et en dynamique. Mémoire de master, Université de Jijel, 2019.

[23] Salam, I I. Bandoz, T J. Roll of surface chemistry in adsorption of phenol on activated carbon. *Journal of colloid and interface Science*, 2005, 264, 37-312.

[24] Bagan, M E. Elimination d'un colorant des effluents de l'industrie textile par adsorption. *Annal de Chimie Science des Matériaux*, 2000, 25, 615-626.

[25] Petit, N. Couplage des procédés d'adsorption sur charbon actif et de photo catalyse TiO_2/UV pour l'élimination de composés organiques volatils. Thèse de doctorat, Université de Rennes1, 2007.

[26] Sun, L M. Meunier, F. Adsorption : aspects théoriques. *Techniques de l'ingénieur*, 2007, 2, 1-20.

[27] Bouaziz, K I. *Traitement de solutions organiques diluées par couplage adsorptionoxydation électrochimique*. Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2014.

[28] Mezerreg, N. *Dépollution de l'eau par adsorption sur le charbon actif*. Mémoire de master, Université de Jijel, 2018.

[29] Benamrui F. *Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture*. Mémoire de magister, Université Ferhat Abbas Sétif, 2014.

[**30**] Zemouri, K. Etude de l'adsorption de colorants organiques (bleu de méthylène et méthyle orange) sur les coquilles de noix de coco. Mémoire de master, Université Mira de Béjaia, 2019.

[**31**] Alioua, M. Messadi, L. *Contribution a l'élimination d'un pollutant organigue par adsorption sur une ardoise local: Etude comparative avec le charbon actif commercial.* Mémoire de master, Université de Jijel, 2015.

[32] Arami-Niya, A et al. Production of microporous palm shell based activated carbon for methane adsorption: Modeling and optimization using response surface methodology. *Chemical engineering research and design*, 2012, 90, 776–784.

[33] Benhabiles, S. Étude de l'élimination de polluants dans l'eau sur des déchets valorisables par adsorption et catalyse hétérogène. Thèse de doctorat, Université de Jijel, 2020.

[34] Benaouda, L. Bentaiba, Gh. *Optimisation des conditions opératoires pour l'élimination des colorants par la biosorption: Application de la méthode des plans d'expériences*. Mémoire de master, Université Djilali Bounaama Khemis Miliana, 2016.

[35] Mercedes, S et al. Rhodamine B removal with activated carbons obtained from lignocellulosic waste. *Journal of environmental management*, 2015, 155,67-76.1

[**36**] Osman, Ü et al. Adsorptive Removal of Rhodamine B with Activated Carbon Obtained from Okra Wastes. *Chemical Engineering Communications*, 2017, 204,772-783.

[**37**] Damiyine, B. Rhodamine B Adsorption on Natural and Modified Moroccan Clay with Cetyltrimethylammonium Bromide: Kinetics, Equilibrium and Thermodynamics. *Journal of Materials and Environmental Sciences*, 2017, 8, 860-871

[38] Shanmugam, A et al. Adsorption of rhodamine B by acid activated carbon-Kinetic,

thermodynamic and equilibrium studies. *Orbital: The Electronic Journal of Chemistry*, 2009, 1, 138-155.

[**39**] Hayeeye, F. Adsorption of Rhodamine B on activated carbon obtained from pericarp of rubber fruit in comparison with the commercial activated carbon. *Songklanakarin J Sci Technol*, 2014, 36, 177-187.

[40] Ding, L et al. Adsorption of Rhodamine-B from aqueous solution using treated rice huskbased activated carbon. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2014, 446, 1-7.

[41] Hayeeye, F et al. Kinetics and thermodynamics of Rhodamine B adsorption by gelatin/activated carbon composite beads. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2017, 513. 259-266.

[42] Vijayakumar, G et al. Adsorption characteristics of Rhodamine B from aqueous solution onto baryte. *Clean–Soil, Air, Water,* 2010, 38, 202-209.

[43] Chergui, A. Modélisation de l'adsorption de la Rhodamine B et du Méthyle orange sur le charbon actif préparé à partir des noyaux de dattes (CAP) et charbon actif commercial (CAC) : Etude comparative. Mémoire de master, Université de Blida1, 2014.

[44] Belkebir, D. *Elimination d'un colorant cationique par une biomasse activée*. Mémoire de master, Université de Mostaganem, 2015.

[45] Messaoudi, F. *Modélisation de l'adsorption de Rhodamine B et au Méthyle orange sur le charbon actif préparé à partir de déchet synthétique (Pneu) et charbon actif commercial (étude comparative).* Mémoire de master, Université de Blida1, 2014.

[46] Merzoug, A. *Elimination des micropolluants par des adsorbants naturels*. Mémoire de Master, Université de Mostaganem, 2016.

[47] Zamouche, M. Utilisation d'un nouvel adsorbant à faible coût, les pommes de cèdre, pour l'enlèvement d'un colorant cationique à partir de solutions aqueuses. Mémoire de magister, Université d'Annaba, 2010.

[**48**] Manole, C. *Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables: par adsorption puis oxydation catalytique*. Thèse de doctorat, Doctoral dissertation Toulouse INPT ,2007.

[**49**] Medekhel, A. *Adsorption du bleu de méthylène par charbon actif.* Mémoire de master, Université Echahid Hamma Lakhdar -El Oued, 2018.

[50] Rodriguez, R F. Molina, S M. Textural and chemical characterization of micro porous carbons. *Advances in Colloid and Interface Science*, 1998, 76-77, 271-294.

[51] Creanga C M. *Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables* (*par adsorption puis oxydation catalytique*). Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, 2007.

[52] Oya, A et al. Formation of mesopores in phenolic resin-derived carbon fiber by catalytic activation using cobalt. *Carbon*, 1995, 33, 1085-1090.

[53] Jun'ichi, H et al. Activated carbon from chickpeahusk by chemical activation with K₂CO₃: preparation and characterization. *Microporous and Mesoporous Materials*, 2002, 55, 63–68.

[54] Hernández, M. Thermal treatments and activation procedures used in the preparation of activated carbons. *Lignocellulosic precursors used in the synthesis of activated carbon-characterization techniques and applications in the wastewater treatment*, 2012, 19-36.

[55] Boudrahem, F et al. Adsorption of pharmaceutical residues on adsorbents prepared from olive stones using mixture design of experiments model. *Water Science and Technology*, 2019, 80, 998-1009.

[56] Cazetta, A L et al. Magnetic activated carbon derived from biomass waste by concurrent synthesis: efficient adsorbent for toxic dyes. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 2016, 4, 1058-1068.

[57] Anyika, C et al. Synthesis and characterization of magnetic activated carbon developed from palm kernel shells. *Nanotechnology for Environmental Engineering*, 2017, 2, 1-25.

53
[58] Bedia, J et al. Adsorption of antipyrine by activated carbons from FeCl3-activation of Tara gum. *Chemical Engineering Journal*, 2018, 333, 58-65.

[**59**] Gueye, M et al. High efficiency activated carbons from African biomass residues for the removal of chromium (VI) from waste water. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 2014, 2, 273–281

[60] Gueye, M. Développement de charbon actif à partir de biomasses lignocellulosique pour des applications dans le traitement de l'eau. Thèse de doctorat, Institut International de l'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement (2iE), 2015.

[61] Marianne, M. Adsorption de COV issus d'eaux souterraines et régénération des charbons actifs par voie solaire. Thèse de doctorat, Université de Perpignan Via Domitia, 2015.

[62] Ouladslimane, A. Nessil, L. *Evaluation du traitement des rejets de charbon actif.* Mémoire de master, Université de Ghardaïa, 2020.

[63] Krou, N J. Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques. Thèse de doctorat, université de Toulouse, 2010.

[64] Bagreev, A et al. Thermal regeneration of a spent activated carbon previously used as hydrogen sulfide adsorbent. *Carbon*, 2001, 39, 1319-1326.

[65] Bouchemal, N. *Préparation et caractérisation de charbons actifs et leurs utilisations dans la dépollution de l'eau et comme support en chromatographie*. Thèse de doctorat, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, 2012.

[66] Zeghache, H, Etude de l'adsorption des colorants sur un matériau poreux «charbon actif». Thèse de doctorat, Université Larbi Ben M'hidi Oum-El-Bouaghi, 2019.

[67] Benhamed, I. *Amelioration par ajout d'un metal de transition de la regeneration in situ d'un charbon actif par oxydation catalytique*. Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, 2015.

[68] Yang, K et al. Preparation of high surface area activated carbon from coconut shells using microwave heating. *Bioresource technology*, 2010, 101, 6163-6169.

[69] Thiebaut, J-M et al. Dehydration and dielectric permittivity measurements of a porous, inorganic material (13X zeolite) heated with microwave power. *IEEE transactions on instrumentation and measurement*, 1988, 37, 114-120.

[70] Heidaril, A et al. Regeneration of activated carbon loaded with cyclohexane using supercritical carbon dioxide : Experimental results and modeling. *Chemical Engineering & Technology*, 2013, 36, 315-322.

[71] Liu, X et al. Simultaneous pentachlorophenol decomposition and granular activated carbon regeneration assisted by microwave irradiation. *Carbon*, 2004, 42, 415-422.

[72] Toledo, L C et al. Application of Fenton's reagent to regenerate activated carbon saturated with organochloro compounds. *Chemosphere*, 2003, 50, 1049-1054.

[73] Huling, S G et al. Fenton-driven chemical regeneration of MTBE-spent GAC. *Water research*, 2005, 39, 2145-2153.

[74] Qin, Y et al. RhB adsorption performance of magnetic adsorbent Fe₃O₄ /RGO composite and its regeneration through a fenton-like reaction. *Nano-Micro Letters*, 2014, 6, 125-135.

Chapitre II

[1] Aksas, H. Etude cinétique et thermodynamique de l'adsorption des métaux lourds par l'utilisation des adsorbants naturels. Thèse de doctorat, Université de Boumerdès-M'hamed Bougara, 2013.

[2] Telegang, C C. Elaboration de matériaux composites bi fonctionnels charbon actif-TiO2 à partir des ressources végétales tropicales pour des applications de traitement de l'eau par voie solaire. Thèse de doctorat, Université de Perpignan Via Domitia, 2017.

[3] Douara, N. *Adsorption de composés phénoliques par un déchet traité chimiquement*. Thèse de doctorat, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, 2015.

[4] Danilo, H. Santos, S. Saturated Activated Carbon Regeneration by UV-Light, H₂O₂ and Fenton Reaction. *Separation and Purification Technology*, 2020, 250, 112-117.

Chapitre III

[1] Tongpoothorn, W et al. Preparation of activated carbon derived from Jatropha curcas fruit shell by simple thermo-chemical activation and characterization of their physico-chemical properties. *Chemical engineering research and design*, 2011, 89, 335–340.

[2] Benamraoui, F. *Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture*. Mémoire de magister, Université Ferhat Abbas Sétif 1, 2014.

[3] Abdallah, A. Bouguerra, M. *Elimination du chrome hexavalent par adsorption sur le charbon actif obtenu à partir de liège*. Mémoire de master, Université de Jijel, 2019.

[4] Douara, N. *Adsorption de composés phénoliques par un déchet traité chimiquement*. Thèse de doctorat, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, 2015.

[5] Mbaye, G. Développement de charbon actif à partir de biomasses lignocellulosiques pour des applications dans le traitement de l'eau. Thèse de doctorat, Institut International de l'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement (2iE), 2015.

[6] HO,Y S. Removal of copper ions from aqueous solution bay tree fern. *Water Research*, 2003, 37, 2323-2330.

[7] Dawood, S. Sen, T K. Removal of anionicdye congo red from aqueus solution by raw pine and acid- treated pine cone powder as adsorbent: Equilibrium, thermodynamic, kinetics, mechanism and process design. *Water Research*, 2012, 46, 1933-1946.

Résumé

L'objectif de ce travail est d'élaborer, caractériser et d'évaluer les performances d'un charbon actif préparé à partir de la biomasse et le comparer avec le charbon actif commerciale. Les expériences se sont déroulées en mode batch. L'influence de certains paramètres sur l'adsorption du colorant sur nos supports solides a été étudiée. La cinétique d'adsorption pour les deux adsorbants est décrite par le modèle de pseudo-second ordre. Le modèle de Langmuir II semble être le plus adéquat pour décrire les données expérimentales. D'après les procédés de régénération réalisée, le procédé de photo Fenton présente la meilleure méthode de régénération avec 7 cycles. Le charbon actif préparé s'avère efficace dans l'élimination de la Rhodamine B (colorant anionique) et pourrait être un matériau alternatif intéressant.

Mots clés : Adsorption, Rhodamine B, Charbon actif commercial, Charbon actif préparé, Régénération.

Abstract

The objective of this work is to develop, characterize and evaluate the performance of activated carbon prepared from biomass this was compared to commercial activated carbon. The experiments took place in batch mode. The influence of certain parameters on the adsorption of the dye on our solid supports was studied. The adsorption kinetics for the two adsorbents are described by the pseudo-second order model. The Langmuir model seems to be the most adequate to describe the experimental data. Based on the regeneration processes performed, the Photo Fenton process presents the best regeneration method with 7 cycles. Prepared activated carbon is found to be effective in removing Rhodamine B (anionic dye) and could be interesting alternative material.

Keywords Adsorption, Rhodamine B, Commercial activated carbon, Prepared activated carbon, Regeneration.

ملخص:

الهدف من هذا العمل هو تطوير وتوصيف وتقييم أداء الكربون المنشط المحضر من الكتلة الحيوية ومقارنته بالكربون المنشط التجاري. أجريت التجارب بصيغة متقطعة تحت التحريك. كما تم در اسة بعض العوامل على امتصاص الصبغة على دعاماتنا الصلبة. يتم وصف حركية الامتز از للممتزين بنموذج شبه الرتبة الثانية، ويبدو أن نموذج لانجموير الثاني هو الأنسب لوصف البيانات التجريبية. بناءً على عمليات التجديد التي تم إجراؤها، تقدم عملية Photo Fenton الصبغة الذيون ما يكون مادة دورات. تم العثور على الكربون المنشط المحضر ليكون فعالًا في إز الة رودامين ب (الصبغة الأيونية) ويمكن أن يكون مادة بديلية مثيرة للاهتمام.

الكلمات المفتاحية: امتزاز، رودامين ب، كربون منشط تجاري، كربون منشط محضر، تجديد.