

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE DE JIJEL

FACULTE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCEDÉS



*Mémoire De Fin D'études Pour L'obtention Du Diplôme
De Master En Génie Des Procédés*

Option : Génie de l'Environnement

Thème

*Préparation et Caractérisation d'un charbon
actif à partir du bois*

Réalisé par :

- Goutas Warda
- Hammoud Assia

Proposé par :

Mr.N.Djamaa

2014/2015



Remerciements

Avant tout nous remercions le bon dieu, tout puissant, pour le courage, la volonté et la force qui nous a donné tout le long de notre chemin

Nous exprimons notre gratitude à Mr. Djamaa Noureddine; notre encadreur, qui nous a proposé ce sujet, pour ses conseils et ses encouragements.

Nous remercions les membres du jury pour avoir accepté de juger ce travail.

Nous remercions toute personne qui nous a aidé.

Un grand merci à nos familles pour leurs présences, leurs préoccupations et le souci qu'ils se sont fait pour nous, leurs encouragements et leurs suivies avec patience du déroulement de notre projet.

Sommaire

Introduction générale.....	01
----------------------------	----

Chapitre I: Recherche bibliographique

I. Les adsorbants.....	02
I.1 Les principaux adsorbants.....	03
I.1.1 La silice.....	04
I.1.2 L'Alumine.....	03
I. 1.3 Les zéolites.....	04
I .1.4.1 Définition du charbon actif.....	07
I. 1.4.2 Différents types du charbon actif.....	08
a) Charbon actif en poudre (CAP)	10
b) Charbon actif en granulé (CAG).....	10
c) Charbon actif extrudé (CAE).....	10
I. 1.4.3 Les caractéristiques physicochimiques du CA.....	10
I. 1.4.4 Les caractéristiques de qualité et de performances du CA	10
1) Le taux d'humidité	10
2) L'indice d'iode.....	10
3) L'indice de bleu de méthylène.....	10
4) L'indice de tanin.....	10
5) L'indice de mélasses.....	10
6) Le taux de cendre.....	11
I.1.4.5 Préparation des CA.....	11
1. La pyrolyse.....	11
2. L'activation.....	12
A. Activation physique.....	13
B. Activation chimique.....	13
I .1.4.6 Utilisations des charbons actifs.....	14
I.2 Travaux de recherches.....	
I.2 Travaux de recherches relatifs à la préparation du CA à partir de différents déchets végétaux.....	15
I.2 Travaux de recherches relatifs à la préparation du CA à partir du bois.....	16

Chapitre II: Méthodes de caractérisation

II.1 Spectroscopie infrarouge.....	17
II.1.1 Spectromètre à transformée de Fourier (FT-IR).....	18
II.1.2 Fonctionnement du spectromètre FT-IR	18
II.1.3 Avantages de la spectroscopie (FT-IR).....	18
II.2 Ultra-Violet.....	19
II.2.1 Généralités sur le domaine d' U.V.....	20
II.2.2 Les lois de l'absorptiométrie.....	20
II.2.3 La mesure de l'absorbance.....	21
II.2.4 Appareillage.....	21
II.3 La caractérisation texturale.....	21
II.3.1 Indice de bleu de méthylène.....	21
II.3.2 L'Indice d'iode.....	22
II.3.3 La teneur en eau.....	22
II.3.4 Le taux de cendre.....	23

Chapitre III: Résultats et discussions

III.1 Préparation du CA.....	25
a) Calcination	25
b) L'activation physique.....	25
III.2 Caractérisation du CA.....	26
III.2.1 Caractérisation texturale du CA.....	26
a) Détermination de l'indice d'iode.....	26
b) Détermination de l'indice du BM.....	27
III.2.2 Caractérisation par spectroscopie IR.....	30
Conclusion générale.....	35

Liste des Figures

Chapitre I

Figure I.1 : gel de silice

Figure I.2 : l'alumine

Figure I.3 : Zéolites synthétiques extrudées (billes, cylindres)

Figure I.4 : structure poreuse du charbon

Figure I.5 : le charbon actif

Figure I.6 : le charbon actif en poudre

Figure I.7 : le charbon actif en granule

Figure I.8 : le charbon actif en extrude

Figure I.9 : Exemple de la distribution des pores en fonction des applications visées

Figure I.10 : Représentation schématique de la microstructure du charbon activé

Figure I.11 : structures possibles des fonctions de surface dans le charbon actif, d'après Boehm.

Figure I.12 : Modèle de l'USB

Figure I.13 : Domaines d'utilisation des charbons actifs dans des applications en phase liquide.

Chapitre II

Figure II.1 : Spectrometer IRTF SHIMADZU

Figure II.2: Longueur d'onde des différentes radiations

Chapitre III

Figure III.1 : Four (fabriqué localement par notre encadreur Mr. Djamaa)

Figure III.2 : CA après l'activation thermique (physique).

Figure III.3: Dispositif expérimental pour l'indice d'Iode

Figure III.4: Dispositif expérimental pour BM

Figure III.5: La courbe d'étalonnage du BM

Figure III.6 : Spectre FTIR du CA (2 heures)

Figure III.7: Spectre FTIR du CA (4 heures)

Figure III.8: Spectre FTIR du CA (6 heures)

Figure III.9: Spectre FTIR du CA de référence

Figure III.10: Spectre FTIR du CA de référence et des CA préparés

Liste des abréviations

CA: Charbon actif

CAP : Charbon actif en poudre

CAG : Charbon actif en granulé

CAE : Charbon actif en extrudé

UV: ultra violet

IR: infrarouge

FT-IR: infrarouge à transformée de Fourier

BM: Bleu de méthylène

CEFI : Conseil Européen des Fédérations de l'Industrie Chimique

Introduction générale

Introduction générale

L'intérêt mondial croissant porté à la préservation de l'environnement des déchets solides induits par les différentes activités et transformations humaines, a suscité l'attention des industriels à trouver les moyens techniques pour réduire sinon valoriser ces déchets ^[1].

Dans le cadre de la valorisation de ces déchets et en particulier les déchets d'origine végétale, les chercheurs ont trouvé des applications dans la production des charbons actifs. Ces charbons actifs sont utilisés dans les filières de traitement des eaux, la purification de l'air, et l'adsorption de gaz etc.

L'emploi de ses supports filtrants ou adsorbants dans les domaines cités précédemment, nécessite cependant une connaissance de la structure et de la texture du matériau fabriqué, à savoir son humidité, taux de cendre, pH, surface spécifique, volume poreux etc. La connaissance de ces paramètres de caractérisation aide à l'explication des phénomènes qui régissent l'efficacité et la durabilité du charbon utilisé ^[2].

Dans le but de valoriser les matériaux locaux en charbon actif, nous avons utilisé comme précurseur les chutes de bois non broyées provenant des menuiseries.

Ce mémoire est constitué de trois chapitres :

- ❖ Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique sur les charbons actifs ;
- ❖ Dans le deuxième chapitre on a traité les méthodes analytiques utilisées ;
- ❖ Le dernier chapitre regroupe tous les résultats expérimentaux ainsi que leur discussion ;

Enfin nous terminons avec une conclusion générale qui résume les résultats de notre contribution et des recommandations pour la suite de ce travail.

Chapitre I

Recherche bibliographique

I. Les adsorbants :

Les produits adsorbants présentent une structure extrêmement poreuse. Leurs propriétés physiques leur permettent de capter et de stocker l'eau et l'humidité dans leurs orifices microscopiques, lesquels sont agencés en couches, pores et canaux. Les adsorbants sont insolubles dans l'eau. Sous l'effet de la chaleur, ils restituent l'humidité emmagasinée, en effet, beaucoup de substances chimiques de nature très différentes peuvent être utilisées comme adsorbant à condition de présenter certaines propriétés [3].

- **Surface spécifique importante :**

La surface spécifique des adsorbants est leur surface par unité de masse. Elle est liée à leur granulométrie et à leur porosité.

- Une grande surface spécifique est en général souhaitable, elle permet d'obtenir de meilleures adsorptions. Elle dépend de la nature de l'adsorbant et de sa préparation.

- **Activité :**

L'activité des adsorbants est très variable, elle dépend de leur nature, de leur préparation mais surtout de leur teneur en eau.

- **Insolubilité :**

Elle est pratiquement totale dans les solvants et éluants utilisés; inertie chimique vis-à-vis d'eux et des substances à adsorber.

I.1 Les principaux adsorbants :

I.1.1 La silice SiO_2 :

Souvent plus ou moins hydratée elle est également désignée sous le terme de gel de silice. Elle est obtenue par précipitation acide de silicates métalliques. Elle se présente sous forme d'une poudre blanche et de très fines granulométries [3].



Figure I.1 : Gel de silice [4]

Le gel de silice est d'un emploi très général et convient bien à la fixation des substances polaires, mais retient fortement les composés à caractère basique [12].

I.1.2 L'Alumine :

L'Alumine $\text{Al}_2\text{O}_3, n\text{H}_2\text{O}$ est un adsorbant sous forme de poudres blanches très fines et légères, il est très utilisée car il présente de très bonnes propriétés d'adsorption, il renferme un certain nombre de molécules d'eau liée, mais s'hydrate très facilement au contact de l'air, ce qui implique que son activation doit être ménagée (la meilleure T se situant vers $200\text{ }^\circ\text{C}$). Obtenue par réaction en solution aqueuse de sel d'aluminium et de base forte [5].

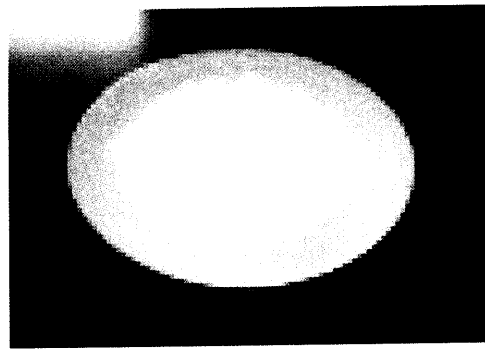


Figure I.2 : l'Alumine [4]

➤ Les types de l'Alumine:

- Alumine ou oxyde d'Aluminium, Al_2O_3 :

Cet oxyde existe sous plusieurs formes:

Alpha- Al_2O_3 , la forme pure obtenue par calcination à température élevée, avec une surface spécifique comprise entre $10\text{ m}^2/\text{g}$ et $30\text{ m}^2/\text{g}$.

Beta- Al_2O_3 , ayant une grande surface spécifique égale à $100\text{ m}^2/\text{g}$.

Gamma- Al_2O_3 , stable jusqu'à $1000\text{ }^\circ\text{C}$ et contient des traces d'eau ou d'ions hydroxyle.

- Hydroxyde d'aluminium (Hydrate d'aluminium, aluminium tri hydraté, Alumine hydratée), $\text{Al}(\text{OH})_3$ ou Al HO_3 [5].

➤ Les propriétés de l'alumine :

- Les propriétés chimiques [6]:

La formule brute : Al_2O_3 .

La masse molaire : $101.9613\text{ g/mol}^{-1}$.

- Les propriétés physiques [6]:

$T_{\text{fusions}} = 2054\text{ }^\circ\text{C}$

$T_{\text{ébullitions}} = 3000^{\circ}\text{C}$.

Solubilité dans l'eau est nulle.

Masse volumique = 3.57 g/cm^3

➤ **Les applications de l'Alumine:**

Parmi les applications de l'Alumine on peut trouver :

- Pétrochimie et raffinerie
- Traitement des eaux.
- Support de catalyse et réfractaire
- Chimie minérale industrielle
- L'alumine joue un rôle important dans la fabrication de biocéramiques [7].

I.1.3 Les Zéolithes (Tamis moléculaires) :

Les zéolithes (naturels ou de synthèse) sont des aluminosilicates hydratés dont la structure est formée par un empilement tridimensionnel de tétraèdres $[\text{SiO}_4]^{4-}$ et $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Les atomes centraux de ces tétraèdres sont des atomes de silicium Si ou d'aluminium Al et les atomes périphériques (sommets) sont des atomes d'oxygène.

La formule structurale générale des zéolithes est la suivante : $M_n (\text{AlO}_2)_x (\text{SiO}_2)_y \cdot w\text{H}_2\text{O}$.

Où M est le cation échangeable de valence n, w est le nombre de molécules d'eau structurales et $(x + y)$ le nombre total de tétraèdres par maille élémentaire.

L'assemblage ordonné de ces unités dans l'espace conduit à un système poreux caractérisé par une taille de pores qui varie de 4 à 10 Å environ [8].

Les zéolithes ont une structure cristallisée dans laquelle il y a plusieurs pores (trous) comme dans une éponge. Grâce à cette porosité, des zéolithes sont capables de fixer à leurs surfaces des molécules de gaz ou de liquide (l'adsorption).



Figure I.3 : Zéolithes synthétiques extrudées (billes, cylindres) [9].

I.1.4 Le Charbon actif (CA):

Le charbon actif est une dénomination généralement utilisée pour caractériser des matériaux inertes à structure carbonée possédant une surface spécifique très développée et un haut degré de porosité [10].

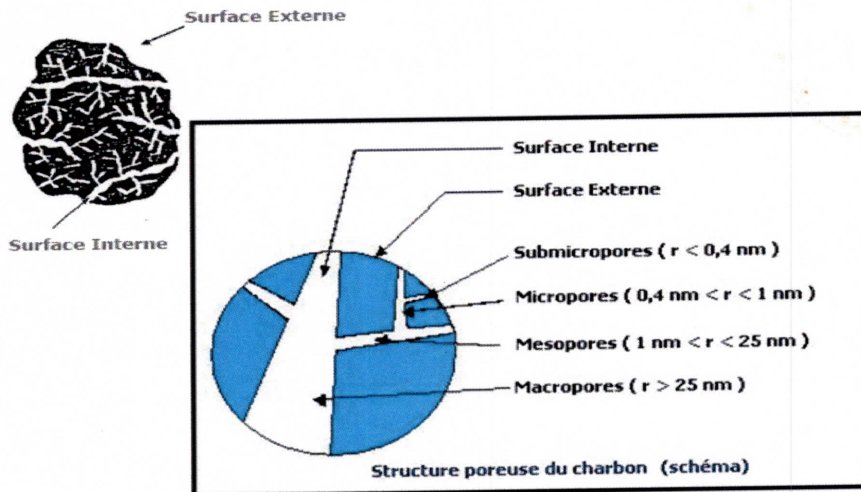


Figure I.4 : Structure poreuse du charbon [11].

I.1.4. 1 Définition du charbon actif :

Le charbon actif est constitué d'un carbone microporeux inerte qui a subi un traitement afin d'augmenter sa surface interne, il possède ainsi une très grande surface spécifique pouvant aller de 500 à 1500 m² par gramme de charbon actif [12].

Cela lui permet d'avoir une grande capacité d'adsorption et faciliter les réactions chimiques, sa structure est proche de celle du graphite, ordonné sous la forme d'un empilement de couche successives planes d'atomes de carbone disposés en hexagones réguliers [13].



Figure I.5 : le charbon actif [14]

I.1.4. 2 Différents types de charbon actif :

Il existe différents types de charbons actifs, selon le matériau source et selon leur forme physique. Le charbon actif peut être produit de toute matière organique végétale riche en carbone : bois, écorces, coques de noix de coco, coques de cacahuètes, noyaux d'olives, ou bien de houille, tourbe, lignite, résidus pétroliers, déchets végétaux (poudre de liège).

On peut le trouver sous forme de [13] :

a) Charbon actif en poudre (CAP) :

Le charbon actif en poudre prend la forme de grains de taille comprise 10 et 50 μ m et il est généralement utilisé dans les traitements clarificateur. Le CAP est ajouté continuellement avec l'eau à traiter avec des agents flocculants. Il est recommandé d'utiliser des clarificateurs pour augmenter le temps de contact entre le charbon actif et l'eau [13].

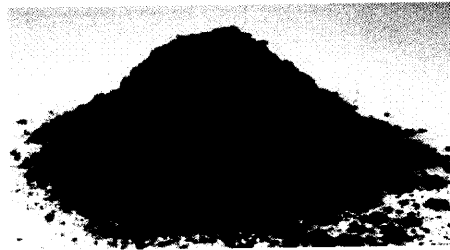


Figure I.6 : Charbon actif en poudre (CAP) [38]

- Les avantages :

- Le charbon actif en poudre est 2 à 3 fois moins cher que le charbon en granulé.
- Des quantités supplémentaires peuvent être rajoutées en cas de pointes de pollution accidentelles ou temporaires.
- L'adsorption est rapide dans la mesure où une grande partie de la surface de contact est directement disponible.

- Les inconvénients :

- Le charbon actif ne peut pas être régénéré quand il est mélangé avec des boues d'hydroxydes.
- Il est difficile d'enlever les dernières traces d'impuretés sans ajouter une quantité très importante de charbon actif en poudre.

- La détection des pointes de pollution est problématique et sa concentration applicable est limitée à 80 mg.L^{-1} .

b) Charbon actif en granulé (CAG) :

L'élimination des micropolluants organiques et de la matière organique est l'enjeu majeur de l'emploi du CAG [13].



Figure I.7 : Charbon actif en granulé (CAG) [38]

c) Charbon actif extrudé (CAE) :

Le charbon actif extrudé est obtenu en combinant le charbon actif en poudre avec un liant, qui sont fusionnés ensemble et extrudés en un bloc cylindrique de carbone en forme activée d'un diamètre de 0,8 à 130 mm. Il est principalement utilisé pour des applications en phase gazeuse en raison de sa faible chute de pression, résistance mécanique élevée et faible teneur en poussière. CAE est également utilisé dans les bassins de mélange rapide et dans le traitement des eaux usées en général [13].

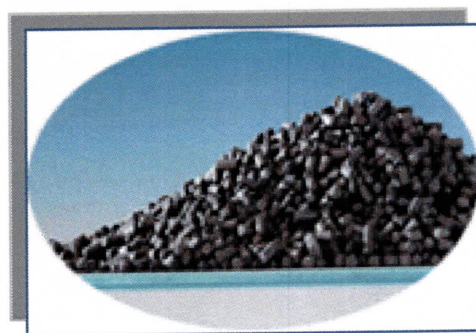


Figure I.8 : Charbon actif extrudé (CAE) [38]

I.1.4.3 Les caractéristiques physicochimiques du CA :

Elles permettent de déterminer les conditions d'utilisations du charbon actif [24].

- ❖ **Le degré d'activation (ou burn-off)** : si inférieur à 50%, il y a production de micro et mésopores. Une activation supérieure conduit à la formation de macropores au détriment d'une microporosité.
 - Il est important de connaître la distribution de la taille des pores, pour pouvoir définir l'utilisation du matériau.

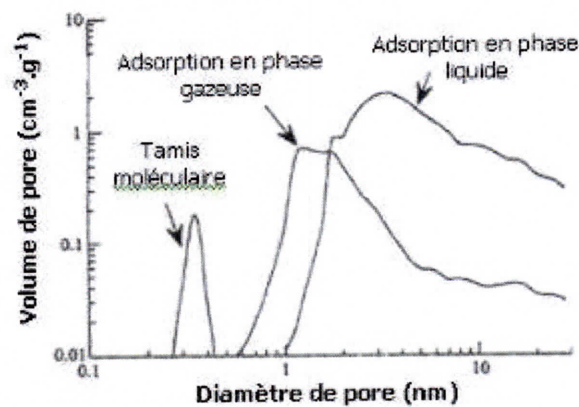


Figure I-9 : Exemple de la distribution des pores en fonction des applications visées [12].

- ❖ **La surface spécifique (BET)** : par définition, la surface spécifique d'un adsorbant est une surface par unité de masse [m²/g]. Pour un charbon actif, elle est comprise entre 500 et 1500 m²/g. Cette surface est essentiellement créée par les micro- et mésopores. Plus la surface est grande plus la quantité de matière adsorbée est importante [24].
 - Ce paramètre est obtenu en appliquant la théorie de Brunauer, Emmet et Teller, d'où l'appellation surface BET.
 - Selon Yu et al. (2009), qui ont évalué deux charbons en grain, la surface spécifique (BET) ne serait pas un bon indicateur de l'efficacité d'adsorption de micropolluants. En effet la surface BET ne spécifie pas la répartition de la taille des pores qui est un critère important pour l'adsorption de molécules de tailles différentes.
- ❖ **La surface externe** : elle comprend les macro-, mésopores et feuillets aromatiques. Il est donc intéressant de comparer la valeur de la surface spécifique BET à celle de l'aire externe.

En effet, une adsorption multicouche peut se produire sur la surface externe du Matériau poreux. En général, la surface externe varie entre 10 et 200 m²/g pour un charbon actif [24].

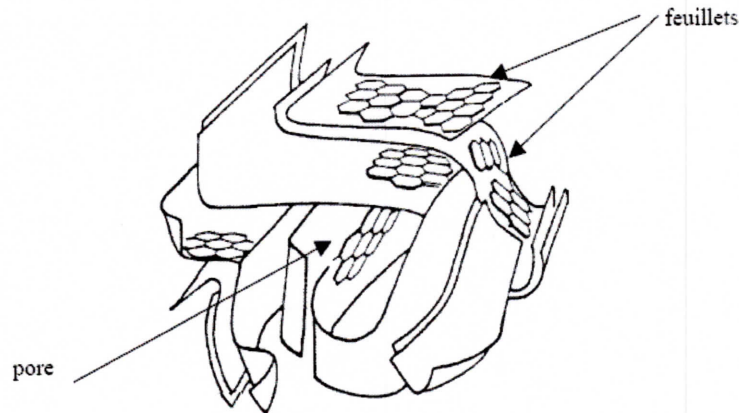


Figure I-10 : Représentation schématique de la microstructure du charbon activé [25].

- ❖ **La granulométrie :** elle conditionne la vitesse d'adsorption, plus le grain est petit, plus le transfert vers le centre est rapide [32].
- ❖ **La dureté :** elle informe sur la résistance du matériau. C'est un facteur important pour le dimensionnement du système de traitement et sa durée de vie. Il permet d'évaluer la formation de poussières fines nuisibles au fonctionnement des installations (colmatage du lit, dépôts dans les vannes et tuyaux,...). Il dépend de la matière première et du niveau d'activation [24].
- ❖ **Chimie de surface des charbons actifs :**

Les propriétés d'adsorption des charbons actifs, comme tous les matériaux poreux, sont gouvernées par la porosité et la chimie de surface. Cette dernière influence la capacité d'adsorption et le pouvoir catalytique des charbons actifs [32]. En effet, l'adsorption dans les solutions aqueuse étant un phénomène de surface, les anions seront plus favorables aux charbons actifs dont la chimie de surface est plus basique [32], et que les cations seront plutôt favorisés par les charbons actifs dont la chimie de surface est plus acide [32].

- Les groupements acides :

Selon Boehm, les principaux groupements oxygénés rencontrés à la surface d'un charbon actif (carboxyle, carbonyle, quinone, phénol, éther, lactone, anhydride carboxylique), se situent en périphérie des plans graphitiques [33].

- Les groupements basiques

L'origine de la basicité des charbons actifs est mal connue actuellement. Néanmoins, certains auteurs [32], supposent que, cela pourrait être dû à la délocalisation des électrons π situés dans les plans fondamentaux. Mais dans ce cas, la basicité est relativement faible.

Voll et Boehm [34] montrèrent que des groupements de type γ -pyrone étaient plus probables. Ces fonctions résulteraient des groupements carbonyles et éthers.

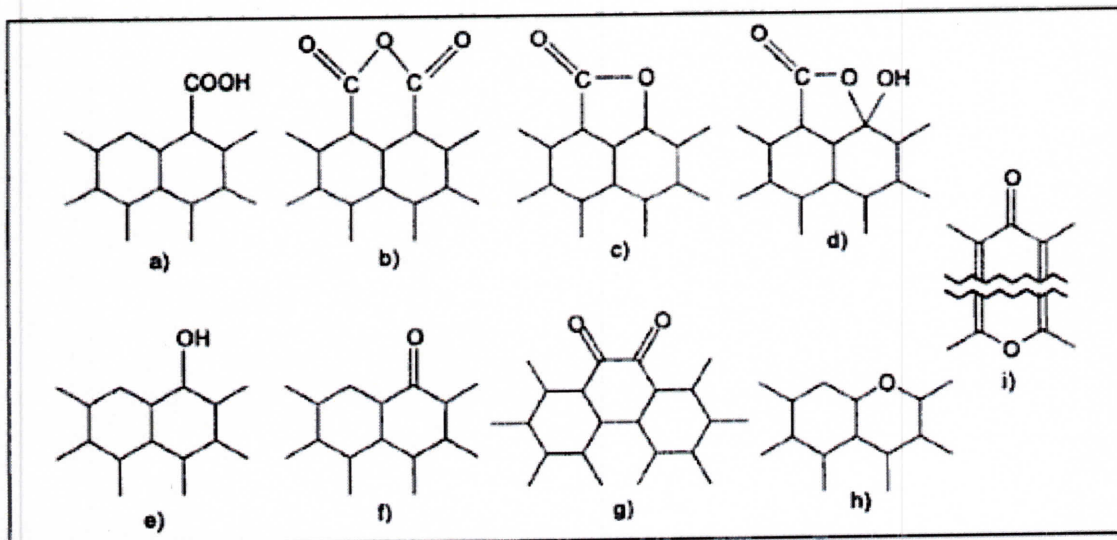


Figure I-11 : Structures possibles des fonctions de surface dans le charbon actif, d'après Boehm [24] .

I.1.4.4 Les caractéristiques de qualité et de performances :

Outre les informations ci-dessus, plusieurs autres caractéristiques sont primordiales pour la définition de la qualité d'un charbon actif et de ses performances.

1. **Le taux d'humidité** : représente la quantité d'eau physiquement liée au charbon actif. La valeur classique de la teneur en eau varie entre 1 à 5 % en masse [24].
2. **L'indice d'iode** : permet de mesurer la microporosité d'un charbon actif jusqu'à 2 nm, grâce à une solution d'iode, mesuré en [mg Iode/g CAP]. Cette valeur est à corrélérer avec la surface spécifique BET. Plus sa valeur est élevée plus l'affinité d'adsorption du matériau pour les petites molécules est grande. Les valeurs varient entre 500 et 1200 mg/g. Ce paramètre permet également de connaître le degré d'épuisement d'un CAP en cours d'utilisation [24].
3. **L'indice de bleu de méthylène** : peut être mesuré pour chiffrer les mésopores de 2 à 5 nm, il est mesuré en [mg bleu de méthylène/g CAP]. Il quantifie la capacité d'adsorption pour des molécules de taille moyenne [24].
4. **L'indice de tannin** : Les charbons possédants une combinaison de méso- et macropores adsorbent bien les tannins qui sont des molécules de taille moyenne à élevée. L'indice de Tannin exprime donc la capacité d'adsorption de grosses molécules [24].
5. **L'indice de mélasse** : mesure le contenu en mésopores, plus grand que 2 nm. L'indice de mélasse représente la quantité de pore volume disponible pour l'adsorption d'espèce plus grande. Un indice élevé indique une grande adsorption des grandes molécules. L'indice

varie généralement entre 95 et 600 [mg mélasse/g CAP]. Comme tous les pores volumes ne pourraient pas être utilisés pour l'adsorption dans une application particulière et que certains adsorbats pourraient entrer dans des pores plus petits, ce n'est pas une bonne mesure de l'efficacité d'un CAP pour une application spécifique [24].

6. Le taux de cendre : il s'agit de la partie inorganique, inerte, amorphe et inutilisable présente dans le charbon actif. Ces cendres sont généralement constituées de sels de calcium et d'oxydes métalliques. Plus le taux de cendre est faible, meilleur est le charbon actif [24].

I.1.4.5 Préparation des charbons actifs :

Les charbons actifs (CA) sont des matériaux de carbone poreux produits à partir de matières premières végétales ou minérales par activation chimique ou physique .

N'importe quel produit bon marché ayant un taux élevé de carbone et de faibles taux en composés inorganiques peut être utilisé comme source de matière première. Cependant, l'utilisation des CA en traitement des eaux fait appel à plusieurs qualités de produits pour répondre aux différentes applications. Ces qualités varient selon la matière première.

Le matériau brut doit être traité afin d'être qualifié de charbon actif. Le traitement se déroule en trois étapes [13] :

1. L'eau est enlevée (déshydratation) ;
2. La matière organique est transformée en carbone élémentaire (carbonisation ou pyrolyse) et les éléments non carbonés sont éliminés ;
3. Le goudron est brûlé et les pores agrandis (activation).

1. La pyrolyse :

La pyrolyse est le processus dans lequel un échantillon est soumis à des températures élevées entre 400 et 1000°C, sous atmosphère inerte, de manière à obtenir un produit carboné solide, ainsi que des composés volatils (liquides et gazeux).

Le but de la pyrolyse est d'obtenir un produit fortement carboné, avec une microporosité rudimentaire qui pourra ensuite être développée dans le processus d'activation. Cette étape sert à éliminer, par pyrolyse, les espèces autres que le carbone, notamment l'hydrogène, l'oxygène, des traces de sulfure ou d'azote sous forme de produit volatil.

Le produit obtenu par pyrolyse ne possède qu'une porosité rudimentaire et ne peut pas être employé comme adsorbant sans une activation supplémentaire. Les atomes (oxygène et hydrogène) sont éliminés sous l'effet de la chaleur et le matériau devient plus riche en carbone.

Les atomes de carbone restants se regroupent en feuillets aromatiques possédant une certaine structure planaire. Ces feuillets s'arrangent ensuite d'une manière irrégulière laissant ainsi des interstices entre eux. Ces derniers donnent naissance à une porosité primaire de produit carbonisé [35].

Les différents paramètres déterminant la qualité, les propriétés et le rendement du pyrolysât sont :

- La vitesse du chauffage du four ;
- La température finale de pyrolyse ;
- Le temps de résidence dans le four (le temps de séjour) ;
- La nature du matériau du départ ;
- La taille des particules ;
- La décomposition thermique des composants chimiques ;
- Le traitement préalable réalisé dans les matériaux originaux.

Il existe une température de pyrolyse pour chaque matériau à partir de laquelle le rendement reste constant.

$$\text{Rendement}(\%) = (\text{masse initiale} - \text{masse finale}) / \text{masse initiale} \times 100$$

2. L'activation :

Le but du processus d'activation est d'augmenter le volume poreux et en élargissant le diamètre des pores créent lors de la carbonisation. L'activation sert à accroître de nombre de sites actifs nécessaires à l'adsorption [19], elle supprime les structures carbonées désorganisées, exposant ainsi les feuillets aromatiques aux agents d'activation.

La structure interne du composé ainsi obtenu est constituée d'un assemblage aléatoire de cristallites de type graphitique, appelés par la suite Unité Structurales de Base (USB). L'espace entre ces unités constitue la microporosité de charbon actif présente le modèle proposé par Stoeckli [19].

En général, la réaction d'activation est un procédé qui fait intervenir un agent oxydant à une température élevée, de manière à produire un produit poreux de masse inférieure. Cette perte de masse indique le degré d'activation (taux d'activation) appelé « burn-off ».

$$\text{burn-off}(\%) = (\text{masse initiale} - \text{masse finale}) / \text{masse initiale} \times 100$$

Le taux de « Burn-off » augmente avec la durée de la réaction d'activation. La température finale détermine la perte de masse [19]. Il existe deux modes d'activation, l'activation physique et l'activation chimique.

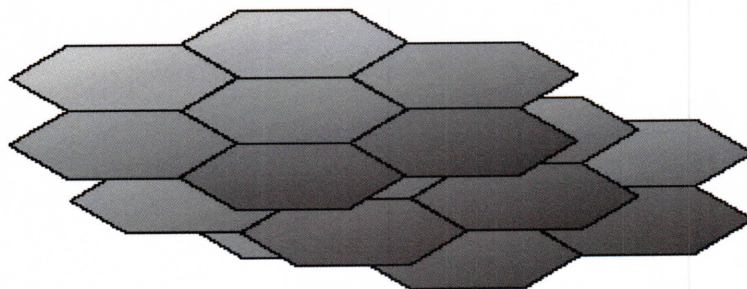


Figure I.12 : Modèle de l'USB [19].

A. L'activation physique :

L'activation physique permet grâce à l'action d'un oxydant (eau, oxygène, air, dioxyde de carbone,...) à haute température (750°C-1000°C) de développer la structure microporeuse en éliminant les résidus de la carbonisation contenus dans les micropores. Cette réaction consomme un nouveau plan de carbone et augmente la microporosité. Elle est effectuée, entre 650 et 900°C ou entre 800 et 1000°C (le choix de la plage de température dépend de plusieurs facteurs : type de substrat utilisé, type d'agent oxydant utilisé, type du four etc.) sous atmosphère inerte, par des agents oxydants tels que la vapeur d'eau, le CO₂, l'air ou un mélange de gaz. L'agent activant oxyde les parties les plus réactives de carbone sous forme de CO ou CO₂, cette seconde phase conduit à l'ouverture des pores et à une très grande surface spécifique (entre 500 et 3000 m²/g). Le niveau de température joue un rôle important dans le processus d'activation. En effet, à basse température, la cinétique d'oxydation est faible et l'activation conduit à une distribution de taille de pore homogène dans tout le volume du matériau.

Quand la température augmente, la vitesse de réaction croît plus rapidement que la diffusion du gaz oxydant. Le procédé est donc limité par le transport du gaz oxydant au sein du matériau, ce qui conduit à une perte d'homogénéité de la porosité.

- 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 [19].

B. L'activation chimique :

L'activation chimique est un autre procédé d'obtention des charbons actifs. Elle consiste à imprégner le matériau de départ à partir d'une solution concentrée d'agent très oxydant et/ou déshydratant (acide phosphorique, chlorure de zinc, hydroxyde de potassium,...). Le matériau est ensuite pyrolysé entre 400°C et 800°C, lavé et séché.

Le charbon actif est ainsi obtenu en une seule étape. L'activation chimique s'effectue en même temps que la carbonisation sous atmosphère inerte entre 400 et 600°C, après

impregnation du précurseur par un agent activant. Ces agents activants sont en général des acides de Lewis (chlorures de zinc, aluminium, fer, ...), des sels d'acides (acides sulfurique, phosphorique, borique,...) ou des carbonates des métaux alcalins. Ces agents sont ajoutés en grandes quantités, puis éliminés par lavage.

La taille des pores dans le charbon actif final est déterminée par le degré d'impregnation. Plus celui-ci est élevé, plus le diamètre des pores est grand. En effet, avec l'acide phosphorique, la microporosité de la fibre du charbon actif sera prédominante, surtout pour de fortes concentrations en agent activant [19].

I.1.4.6 Utilisations des charbons actifs :

Aujourd'hui, le charbon actif est utilisé dans un grand nombre de domaines différents, chaque application nécessite un type particulier de charbon (matériau de départ, forme physique, type de traitement).

Dans le domaine de l'environnement, on l'utilise dans différentes contextes comme pour [24] :

- Le traitement de l'air afin d'enlever les vapeurs d'huiles,
- Les odeurs et autres hydrocarbures,
- Le traitement de l'eau potable,
- La purification de l'eau au niveau domestique ou municipal,
- La remédiation des eaux souterraines, etc.
- D'autres secteurs utilisent le charbon actif comme pour l'industrie alimentaire, la médecine, l'industrie chimique etc. Il est particulièrement utilisé pour ses propriétés de forte porosité et de grande adsorption.

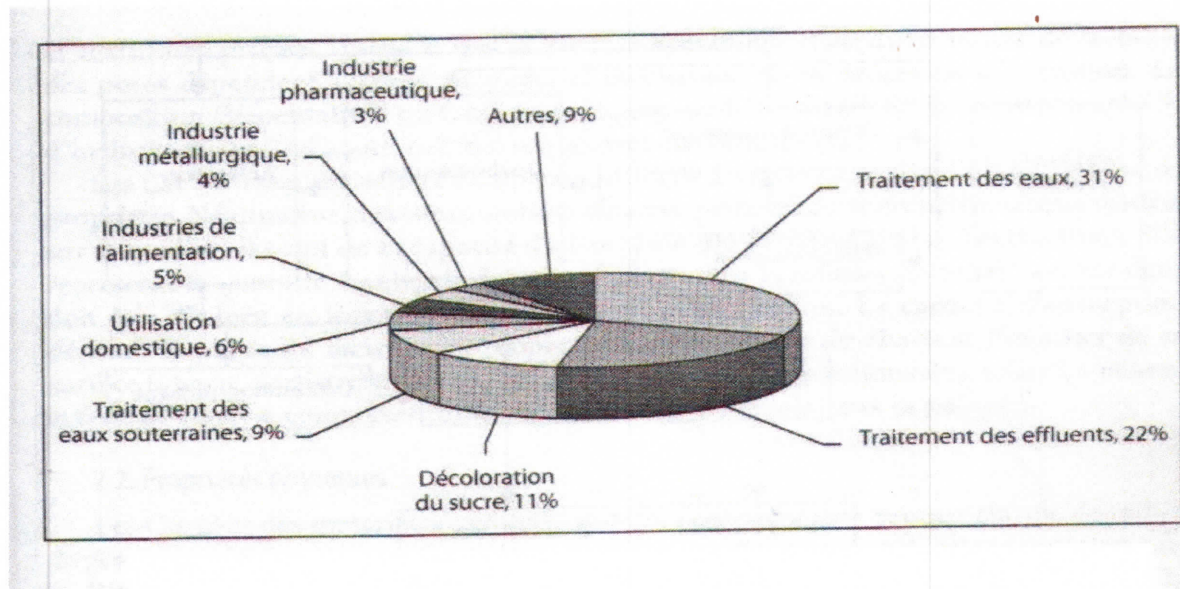


Figure I.13 : Domaines d'utilisation des charbons actifs dans des applications en phase liquide [24].

I.2 Travaux de recherches :

I.2.1 Travaux de recherches relatifs à la préparation du CA à partir de différents déchets végétaux :

Différentes études ont montré que la production de CA provient d'une vaste sorte de matériaux de différentes origines végétales. Ces études ont fait l'objet d'un nombre important de publications nationales et internationales et ont montré l'efficacité de ces charbons utilisés comme adsorbants vis-à-vis des polluants de l'eau (Exemples indiqués dans le tableau ci-dessous).

Tableau I.1 : Fabrication des CA à partir de précurseurs végétaux et leurs applications.

Matière végétale	Méthode d'activation	Polluants étudiés	Références
Le bois d'eucalyptus	Physique	Phénol	[26]
Ecorce en bois de Gelam (cajuputi de Melaleuca)	Chimique au $ZnCl_2$ suivie d'une carbonisation en azote à 500 °C	/	[29]
Sciure de bois	Chimique au KOH suivie d'une activation physique	BM et 4-Chlorophénol	[27,28]
Noyaux d'olive	Chimique à l'acide $H_3 PO_4$ suivie d'une activation physique	Cyanures	[31]
Noyaux d'abricot et coquilles d'amandes	Chimique à l'acide H_2SO_4	Cr (VI)	[30]

I.2.2 Travaux de recherches relatifs à la préparation du CA à partir du bois :

A titre d'exemple d'application :

- N.Tancredi et Al, ont évalué la capacité adsorbante du charbon activé physiquement (poudre et granulé) préparé à partir du bois d'Eucalyptus afin d'éliminer les Phénols. Dans ce travail un charbon actif granulé (GAC) a été préparé en faisant mélanger PAC + Carboxyméthyl de cellulose + Kaolin (comme renforceur), l'adsorption du phénol a été employée comme méthode comparative caractérisant les différentes préparations de PAC et de GAC. Les résultats ont prouvé que le phénol physiquement adsorbé préférentiellement sur le charbon granulé, et aucune adsorption n'a été enregistrée dans le mélange kaolin-carboxyméthyl de cellulose – kaolin [24].
- Abdul Halim Abdullah, Anuar Kassim, Zulkarnain Zainal, Mohd Zobir Hussien, Dzulkefly Kuang, Faujan Ahmad and Ong Sim Wooi, ont employé l'écorce en bois de Gelam (cajuputi de Melaleuca) comme précurseur pour préparer le charbon actif. Le processus de préparation a commencé une activation chimique au $ZnCl_2$ suivie d'une carbonisation (en présence d'azote à 500 °C) pendant 3 heures et anhydride carbonique pendant 1 heure. La superficie optimale a été obtenue à 25 % de $ZnCl_2$, qui est 1213 et 1443 m^2/g pour le PARI et le Langmuir, respectivement [26].
- B.H. Hammed, L.H. Chin, S Rengaraj, ont évalué la capacité adsorbante d'un charbon activé (chimiquement par KOH puis physiquement) préparé à partir de la sciure de bois pour l'élimination du 4-Chlorophénol [25].
- B.H. Hammed, A.L. Ahmad, K.N.A. Lattif, ont évalué la capacité adsorbante d'un charbon activé (chimiquement par KOH puis physiquement) préparé à partir de la sciure de bois dans la décoloration des solutions aqueuses de bleu de méthylène [26].

Chapitre II

Méthodes de caractérisation

Ce chapitre a été consacré à la présentation des techniques analytiques utilisées pour la préparation et la caractérisation de notre charbon actif (CA).

II.1 Spectroscopie infrarouge :

La radiation infrarouge constitue la partie du spectre électromagnétique dont les longueurs d'onde sont supérieures à celles du visible et inférieures à celle des ondes radio ultra courtes $400 < \lambda < 4000 \text{ Cm}^{-1}$ [15].

La spectroscopie infrarouge est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le composé analysé, elle permet la mise en évidence des vibrations caractéristiques

des liaisons chimiques et ainsi d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le composé. Chaque absorption (pic) est donc caractéristique d'un certain type de liaison. Il existe différents types de vibration :

- Les vibrations d'élongation, généralement intenses ;

- Les vibrations de déformation, où l'on distingue les déformations dans le plan, hors

dans le cas de l'adsorption sur un solide, cette méthode est aussi très recommandée pour la caractérisation [15].

II.1.1 Spectromètres à transformée de Fourier (FT-IR) (non dispersifs) :

Les spectromètres FT-IR ont été développés pour apporter une réponse aux limitations des spectromètres dispersifs. La difficulté principale à résoudre était celle de la lenteur de l'acquisition. Il était donc indispensable d'imaginer un dispositif mesurant toutes les fréquences simultanément, ce dispositif est l'interféromètre.



Figure II-1: Spectromètre IRTF SHIMADZU [38].

II.1.2 Fonctionnement du spectromètre FT-IR : un spectromètre FT-IR comporte essentiellement cinq parties:

- Une source lumineuse ;
- Un dispositif permettant de générer les interférences : l'interféromètre ;
- Un compartiment échantillon qui permet d'accueillir plusieurs types d'accessoires (porte-échantillon) dépendant du mode de mesures utilisé (réflexion ou transmission) ;
- Un détecteur ou capteur photosensible : le spectromètre FT-IR peut comporter un ou plusieurs détecteurs, pouvant être de type - pyroélectrique (générant un courant proportionnel au différentiel de température entre les 2 faces du détecteur) comme les détecteurs DTGS (Deuterated Tri-glycine Sulfate), - photoélectrique (générant une différence de potentiel par l'absorption de photons) comme les détecteurs MCT (Mercure Cadmium Tellure) qui sont constitués d'un monocristal en alliage de mercure-cadmium-tellure déposé sur un support inerte ;

• Enfin, le convertisseur analogique numérique qui interroge le détecteur à des intervalles réguliers et transforme le signal analogique en un signal numérique manipulable par le système informatique [16].

II.1.3 Avantages de la spectroscopie FT-IR :

➤ **Rapidité** : du fait d'une mesure simultanée de toutes les fréquences, la mesure dure quelques secondes. Un spectre de 800-8000 cm^{-1} de résolution de 2 cm^{-1} , mesuré en 30 minutes sur un spectromètre dispersif, sera collecté en 1 seconde au même rapport signal/bruit.

➤ **Reproductibilité et fiabilité** - Haute résolution spectrale

➤ **Simplicité mécanique** : la seule partie mobile de l'instrument est le miroir mobile.

➤ **Calibration interne** : ces spectromètres sont auto-calibrés et ne nécessitent jamais de calibration par l'utilisateur. Un laser He-Ne permet de repérer avec précision la position du miroir mobile.

➤ **Sensibilité** : la sensibilité est très largement améliorée par rapport aux systèmes dispersifs. La possibilité de réaliser plusieurs acquisitions permet d'améliorer considérablement le rapport signal/bruit.

- La très bonne sensibilité permet d'envisager des applications en contrôle qualité (identification de contaminants par exemple). Il est en outre possible d'effectuer des analyses quantitatives de grande précision avec ce type de spectromètre [16].

II.2 Ultra –violet :

La spectroscopie moléculaire dans l'ultra-violet est largement utilisée pour l'identification et le dosage d'espèces inorganiques ou organiques. Elle est surtout employée en analyse quantitative et probablement plus utilisée que tout autre méthodes dans les laboratoires d'analyses chimiques ou médicales du monde entier.

II.2.1 Généralités sur le domaine d'UV :

Un électron sous l'influence d'une radiation lumineuse passe d'une orbite à une autre plus énergétique (il y a une absorption d'énergie, donc de la lumière), les énergies mises en jeu varient en fonction de la longueur d'onde et généralement on distingue :

- L'ultra violet lointain : pour les longueurs d'ondes comprises entre 100 et 190 ou 200 nm (énergie 1200-600 KJ / mol), dans cette région le verre et le quartz absorbent les radiations.
- L'ultra violet proche : pour les longueurs comprises entre 200 et 400 nm (énergies 600 à 300 KJ / mol), à ces longueurs d'onde le verre absorbe mais le quartz est transparent.
- Le visible : pour les longueurs d'ondes comprises entre 350 – 800 nm (énergie 300-150 KJ/mol), à ces longueurs d'onde le verre n'absorbe plus.

En pratique courante, on opère dans l'ultra violet proche et le visible (les longueurs d'ondes comprises entre 190 et 800 nm).

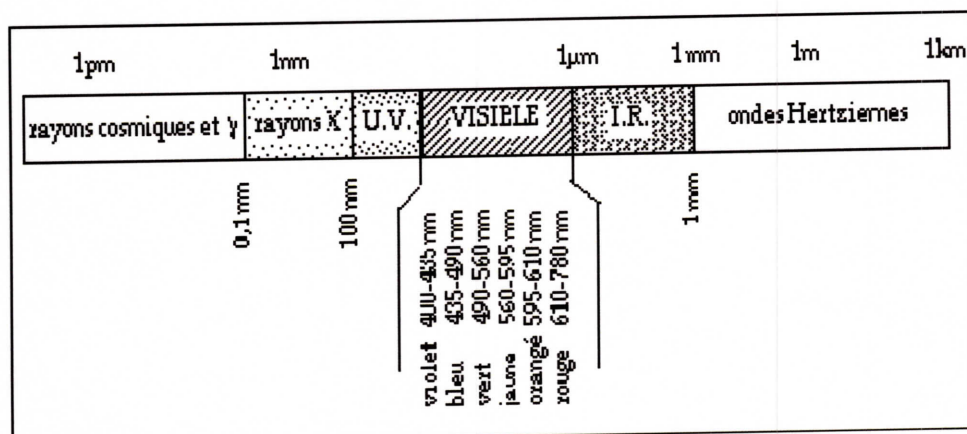


Figure II.3: Longueur d'onde des différentes radiations [23].

II.2.2 Les lois de l'absorptiométrie :

- **La loi de Beer et Lambert :**

L'UV-visible est largement exploité en analyse quantitative, de puis fort longtemps dans le domaine du visible, les mesures reposent sur la loi de Beer et Lambert qui relie dans certaines conditions l'absorption de la lumière à la concentration d'un composé en solution. L'origine de cette loi remonte aux travaux du mathématicien Français Lambert qui avait défini les bases de la photométrie. Par suite Beer, physicien Allemand, a posé

une loi qui permet de calculer la quantité de lumière transmise après passage à travers une épaisseur donnée d'un composé en solution dans une matrice non absorbante.

Il en résulte la loi de Beer et Lambert présentée sous la forme suivante :

$$A = \epsilon_{\lambda} \cdot L \cdot C$$

L : l'épaisseur (en Cm) de la solution traversée.

C : la concentration molaire.

ϵ_{λ} : le coefficient d'absorption molaire ($l \cdot mol^{-1} \cdot Cm^{-1}$) à la longueur d'onde λ à la quelle on fait la mesure [22].

II.2.3 La mesure de l'absorbance :

La lumière arrivant sur un échantillon peut être transmise, réfractée, réfléchie, diffusée ou absorbée. La loi de Beer et Lambert, qui ne concerne que la fraction absorbée. Expérimentalement, on commence généralement par construire une courbe d'étalonnage $A = f(C)$ à partir des solutions connues du composé à doser soumises au même traitement que l'échantillon. Cette courbe est le plus souvent assimilable à une droite pour les solutions diluées. Elle permet de déterminer la concentration C_A de la solution inconnue.

II.2.4 Appareillage :

Dans cette étude nous avons utilisé un spectrophotomètre de type UV-1601 Shimadzu.

II.3 La caractérisation texturale :

La caractérisation de la texture poreuse du CA a été effectuée par adsorption d'iode et du bleu de méthylène BM. Le principe est simple, il consiste à immerger l'adsorbant à une concentration donnée dans une quantité connue de solution. En mesurant la différence entre les concentrations initiales et finales, on peut déduire la quantité adsorbée.

II.3.1 Indice de bleu de méthylène :

L'indice de bleu de méthylène est défini comme étant le volume, en millilitre, de solution de bleu de méthylène décoloré par 0,1 g de charbon anhydre. C'est un indicateur

de pouvoir adsorbant vis-à-vis du pigment (décoloration). Il s'agit ici de caractériser les micropores moyens. En pratique, on l'exprime en mg/100g de charbon. La procédure utilisée est celle de la méthode CEFIC [18].

L'indice de BM peut être calculé par la formule

suivante :

$$\text{Indice de BM} = (C_0 - C_e) V .M / m$$

C_0 : la concentration initiale du BM (mol/l)

C_e : la concentration du BM à l'équilibre (mol/l)

V : le volume de la solution (l)

m : la masse du CA (g)

M : la masse molaire du BM (g/mol)

II.3.2 L'Indice d'iode :

L'indice d'iode (en mg /g) est la quantité en milligramme d'iode adsorbée par gramme de charbon dans solution aqueuse. Il permet de mesurer le contenu des micropores d'un charbon [21]. La procédure utilisée est celle de la méthode CEFIC [18].

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

$$I_n = (X / M) A$$

Où :

X = mg d'iode adsorbé par le charbon actif

$$X = (12,693 N_1) - (279,246 N_2 V)$$

N_1 : normalité de la solution d'iode

N_2 : normalité de la solution de thiosulfate de sodium.

V : le volume de thiosulfate de sodium en ml.

M : la masse de l'adsorbant CA en (g).

A : le facteur de correction dépendant de la normalité résiduelle du filtrat (N_r)

Ce facteur A peut être appliqué si $0,008 < N_r < 0,0334N$

II.3.3 La teneur en humidité :

Le taux d'humidité est un rapport exprimé en pourcentage, il est déterminé par le séchage de l'adsorbant dans une étuve [21]. On met 0,5 g de charbon actif dans un creuset en céramique et on le pèse. Ensuite on le sèche dans une étuve à 110°C jusqu'à ce que son poids reste constant. A sa sortie de l'étuve, on le refroidit à température ambiante puis on le repese [19].

Le taux d'humidité (% H) peut être calculé par la formule suivante :

$$\%H = [(M_3 - M_2) / M_1] * 100$$

Où :

M_1 : La masse initiale du CA utilisée en (g).

M_2 : La masse du creuset rempli après séchage en (g).

M_3 : La masse du creuset rempli avant séchage en (g).

II.3.4 Le taux de cendre :

Il s'agit de la partie inorganique, inerte, amorphe et inutilisable, présente dans le charbon actif, le taux de cendre est déterminé par la méthode décrite en littérature [21].

Un échantillon de 0,5g de charbon actif est séché dans une étuve à 80°C pendant 24 heures puis placé dans un creuset en céramique. Ce creuset est introduit dans un four réglé à 650°C est maintenu pendant 3 heures à cette température. Après refroidissement à température ambiante on pèse à nouveau le creuset [19].

Le taux de cendre (% C) est calculé comme suit :

$$\%C = [(M_3 - M_2) / M_1] * 100$$

Où :

M_1 : la masse initiale du CA utilisée en (g).

M_2 : La masse du creuset avant carbonisation en (g).

M_3 : La masse du creuset rempli après carbonisation en (g).

Chapitre III

Résultats et Discussions

Ce chapitre a été consacré à la présentation de l'étude expérimentale, nous présentons le procédé de fabrication de notre charbon actif et les méthodes utilisées pour sa caractérisation.

III-1. Préparation du charbon actif :

Le précurseur utilisé pour la préparation du charbon actif dans notre étude était les chutes de bois de menuiserie non broyées.

a) Calcination :

La calcination a été effectuée sur le matériau dans un four (fabriqué localement par notre encadreur Mr. Djamaa) à 575°C mesurée à l'aide d'un thermocouple de type k (HANNA.HI757 K. thermocouple thermometer autoranging) pendant 1 heure.



Figure III-1: Four (fabriqué localement par notre encadreur Mr. Djamaa)

b) Activation thermique (physique) :

L'activation physique a été effectuée à l'aide d'un four (fabriqué localement par notre encadreur Mr. Djamaa) à atmosphère contrôlée (vapeur d'eau) pendant différents temps d'activation (2h, 4h, 6h et 8h).

- Après activation les échantillons sont séchés dans l'étuve à 105 °C pendant 1 heure, ensuite placés dans un dessiccateur afin d'éviter la saturation des pores (humidité).



Figure III-2: CA après L'activation thermique (physique)

III-2.Caractérisation du charbon actif :

III-2.1.Caractérisation texturale :

La caractérisation de la texture du CA peut être également réalisée par adsorption d'iode et du BM comme nous l'avons déjà mentionné.

a-Détermination de l'indice d'Iode (selon la norme CEFIC):

➤ **Appareillage et matériels**

- Flacons en verre avec bouchon ;
- Pipettes, burette ;
- Papier filtre « Whatman (2V), 18cm Φ », on a utilisé un papier filtre de type 1 FC STA 15 Filtre à plat, standard Φ : 150 mm (Sophyc – SOCOLAB) ;
- Plaque chauffante ;
- Hcl, 5% (w/w) ;
- Solution de Thiosulfate (0,1N) ;
- Solution d'Iode (0,1N) ;
- Solution d'amidon ;

➤ **Procédure :**

- En fonction de l'activité du charbon, peser 0,700-2,000 g de charbon séché ;
- Placer la quantité pesée dans un erlenmeyer avec bouchon de 250 ml ;
 - Pipeter 10ml de Hcl (5%) dans le flacon et agiter jusqu'à ce que la quantité de CA soit entièrement mouillée ;
 - Porter le flacon sur une plaque chauffante, laisser bouillir exactement 30 secondes ;
 - Laisser refroidir et ajouter à la pipette 100ml de solution d'Iode (0,1 N) ;
 - Boucher le flacon immédiatement et agiter vigoureusement pendant 30 secondes ;
 - Filtrer par gravité juste après les 30 secondes d'agitation ;
 - Jeter le premier filtrat (20-30ml), et garder le reste dans un bécher ;
 - Agiter le filtrat réservé avec une tige en verre et pipeter 50ml dans un erlenmeyer de 250ml ;
 - Titrer les 50ml avec une solution de Thiosulfate (0,1N) jusqu'à ce que la couleur jaune soit disparu (Décoloration) ;
 - Ajouter 1ml de solution d'amidon et continuer le titrage jusqu'à disparition de la couleur bleu.



Figure III-3: Détermination de l'indice d'Iode

b -Détermination de l'indice de bleu de méthylène (selon la norme CEFIC) :**➤ Appareillage et matériels:**

- Balance (au 1/10000 près) ;
- Bécher (1000 ml) ;
- Erlenmeyer (250 ml) avec bouchon ;
- Colorimètre à filtre (longueur d'onde=620 nm) ;
- Burette de 25 ml (au 1/20 de ml) ;
- 2 pipettes : 0,5 ml + 25 ml ;
- Bleu de Méthylène ;
- Solution d'acide acétique à 0,25% ;
- Préparation de la solution test :
- Dissoudre l'équivalent de 1,2 g de BM pur dans 1 dm³ d'eau distillée ;
- Laisser la solution reposer pendant une nuit environ ;
- Tester la solution en y ajoutant l'acide acétique à 0,25% (5,0 ml pour 1 l de solution) et en effectuant une colorimétrie à 620 nm sur couche d'1 cm (spectrophotométrie) ;
- Le résultat doit être de : $0,840 \pm 0,01$;
- Si l'absorption est trop élevée, corriger avec une quantité requise (par calcul) d'eau distillée ;
- Si elle trop faible, jeter la solution et reprendre la préparation.

➤ Procédure :

- Mettre en contact exactement 0,1 g de C.A (granulométrie < 0,1 mm) séché préalablement à 105 C° avec 25 ml de solution de Bleu de Méthylène (0,100 N), fermer le flacon et agiter jusqu'à décoloration (mettre 5ml +agitation + 5ml +agitation, jusqu'à 25 ml , en respectant 5 min d'agitation entre les deux ajouts).
- Ajouter à la burette 5ml de la solution de BM et agiter jusqu'à décoloration ;

- Reprendre l'étape précédente jusqu'à ce qu'on n'observe pas de décoloration après 5 min d'agitation, puis relever le volume total de solution test qui a été ajouté ;
- Analyser par UV –Visible pour déterminer la quantité du BM ;

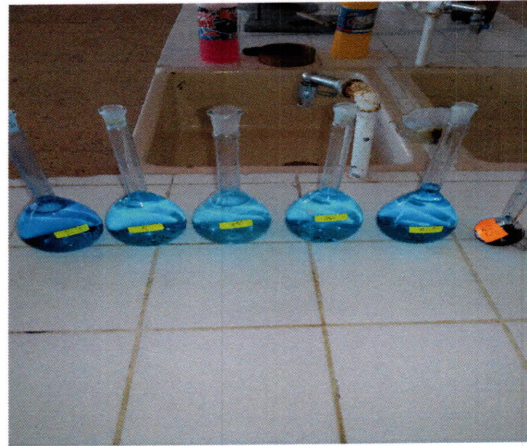


Figure III-4: Détermination de l'indice du BM

➤ **Etablissement de la courbe d'étalonnage du BM:**

Nous avons réalisé une courbe d'étalonnage qui exprime la variation de l'absorbance en fonction de la concentration du BM :

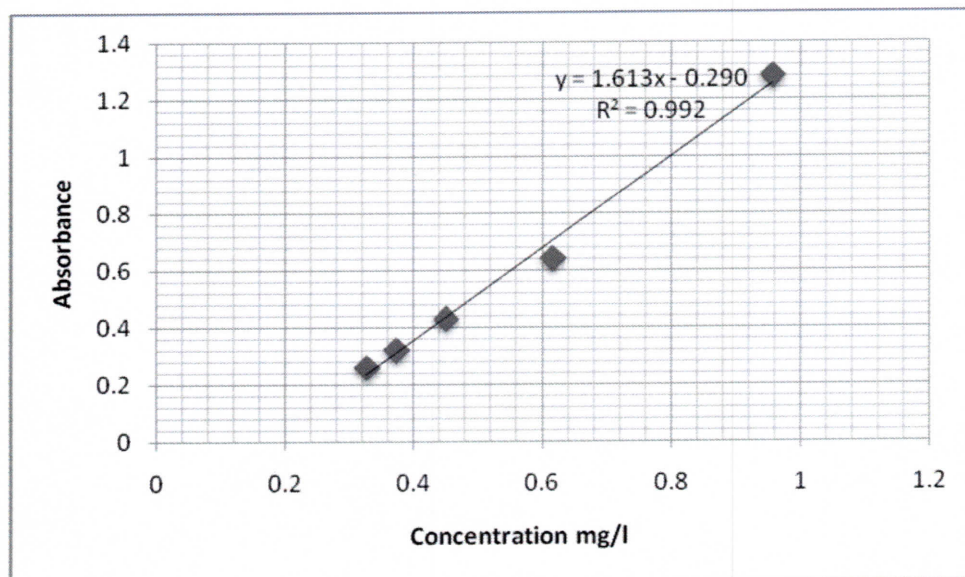


Figure III-5: La courbe d'étalonnage du BM

c - Détermination du taux de cendres :

- Un échantillon de 0.5g (2 heures)de charbon actif est séché dans une étuve à 120 °C pendant 3 heures puis placé dans un creuset en céramique.

- Ce creuset est introduit dans un four à moufle (CARBOLITE- LWF1300) réglé à 650°C est maintenu pendant 3 heures à cette température. Après refroidissement à température ambiante on pèse à nouveau le creuset.

Les résultats d'analyses des taux d'humidité, des taux de cendre, des indices d'iode Et des indices du BM des charbons actifs étudiés sont indiqués dans les **tableaux (III-1)** et **(III-2)** .

Tableau III-1 :Résultats obtenus (Indice d'Iode et BM) du charbon actif préparé

Echantillon	2 heures	4heures	6heures	8heures	Charbon actif de référence (commercial) [39]
L'indice d'iode mg/g	529,92	590,7	620,67	690,5	942
L'indice du BM mg/g	280,72	289,3	301,4	301,54	302,1

Tableau III-2 : Résultats obtenus (2h) : humidité, et taux de cendre du charbon actif préparé

Propriété	Valeur	Charbon actif de référence (commercial) [39]
Humidité %	23,83	0,23
Taux de cendre %	5,6	3,12

A partir des résultats représentés dans le **tableau (III-1)**, on remarque que:

- Pour l'indice d'iode : on a trouvé que les résultats varient en fonction du temps d'activation , et par comparaison avec le charbon de référence [39], on a trouvé également que les meilleurs résultats sont obtenus pour les échantillons activés pendant 8 heures.
- Notre CA présente un indice d'iode élevé et supérieur à celui du BM , ce résultat affirme la formation des micropores au cours de l'étape d'activation.

Et d'après les résultats du **tableau (III-2)** :

- Le taux de cendre du charbon actif préparé présente une faible teneur en matière minérale (cendre) et d'après le mémoire de magister de Mme. Benamraoui Faouzia, Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture [19], un faible taux de cendre indique que notre CA est un bon adsorbant.

III.2.2 Caractérisation par Spectroscopie Infrarouge :

La connaissance des fonctions de surface par IR permet d'émettre des hypothèses aux types de liaisons susceptibles de s'établir lors des phénomènes d'adsorption.

Pour cela, une analyse par spectroscopie IR a été réalisée à l'aide d'un appareil de modèle FTIR-84005 - SHIMADZU, sur une gamme de 400 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} avec une résolution de 2 cm^{-1} , afin d'identifier les principales fonctions chimiques présentes à la surface du CA.

Les échantillons ont été conditionnés sous forme de dispersion dans une pastille de KBr (un rapport massique environ 2%).

Le Spectre FTIR du CA (2 heures) est représenté sur la figure III.6 :

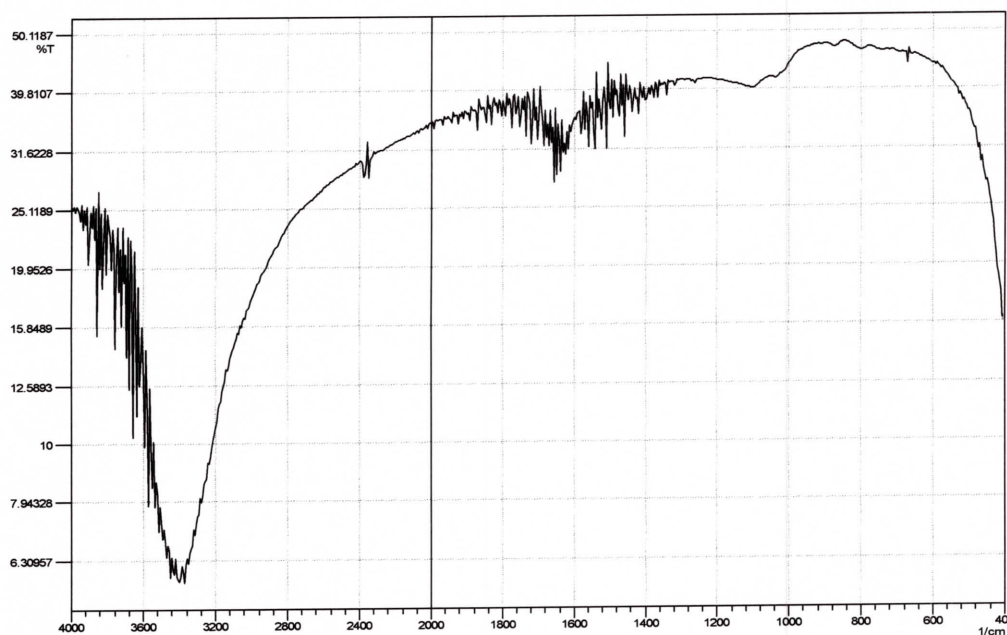


Figure III.6: Spectre FTIR du CA (2 heures)

Le Spectre FTIR du CA (4 heures) est représenté sur la figure III.7.

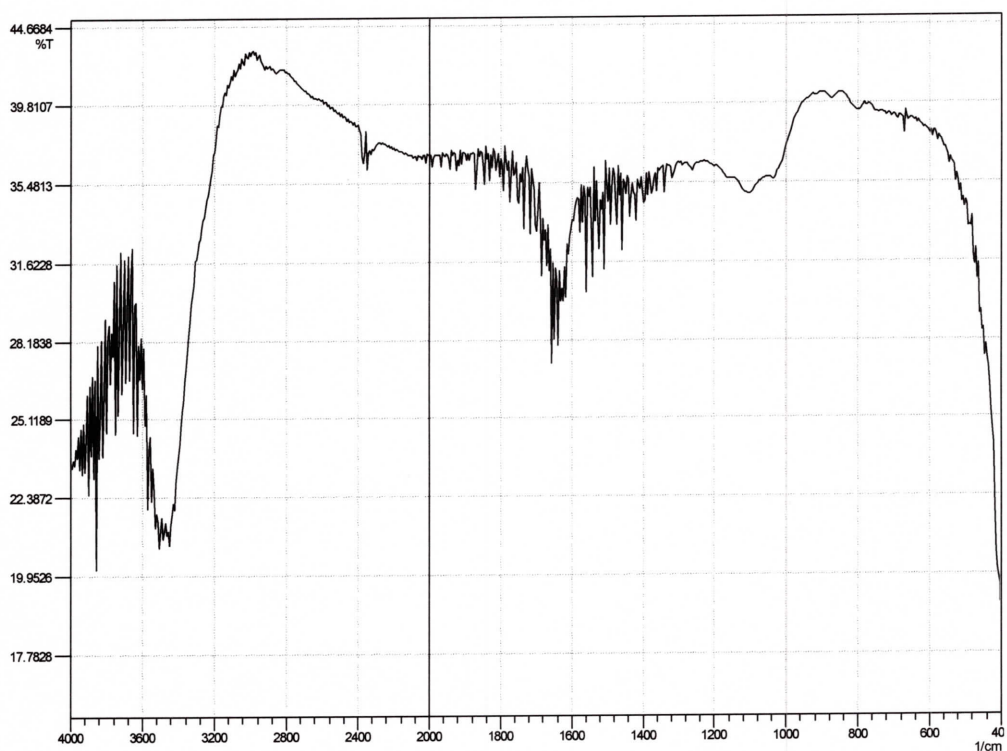


Figure III.7: Spectre FTIR du CA (4 heures)

Le Spectre FTIR du CA (6 heures) est représenté sur la figure III.8 :

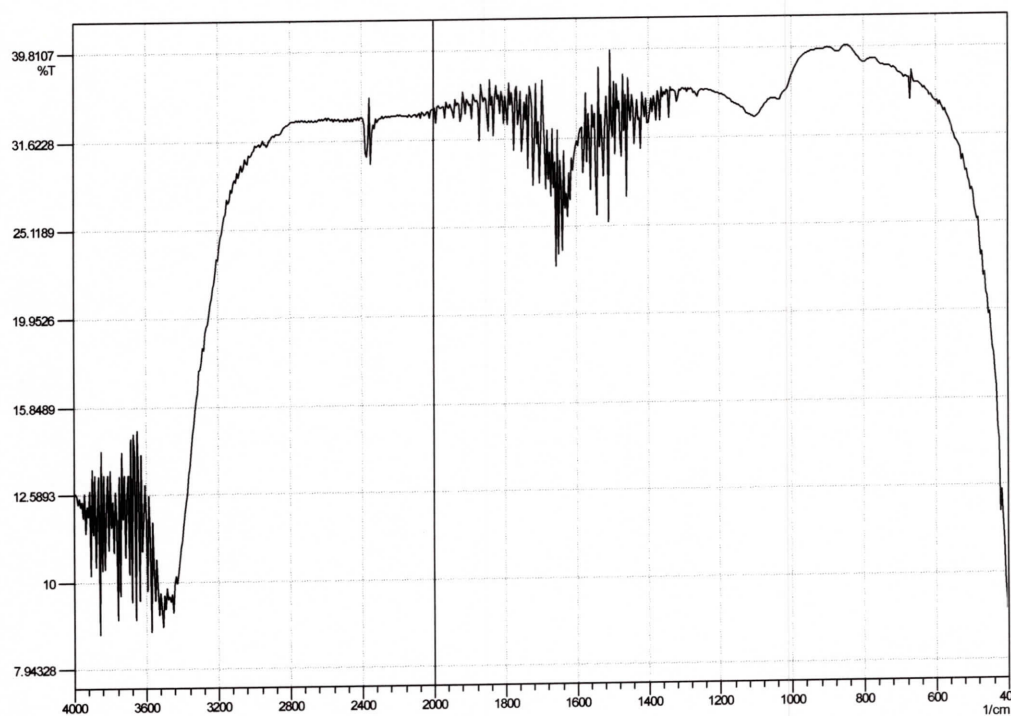


Figure III.8: Spectre FTIR du CA (6 heures)

Le Spectre FTIR du CA de référence est représenté sur la figure III.9 :

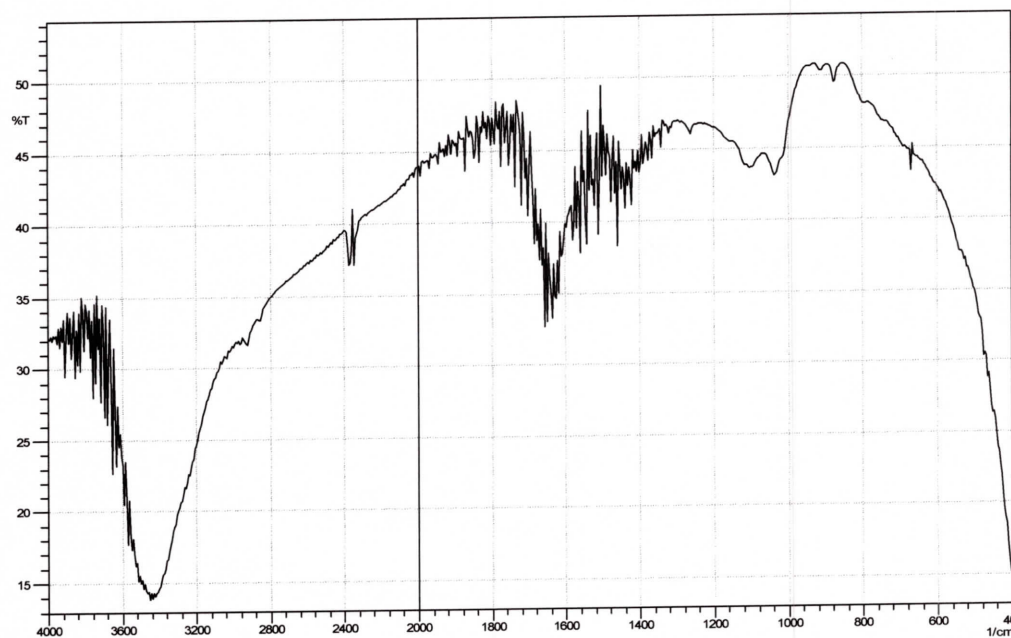


Figure III.9: Spectre FTIR du CA de référence

Les spectres IR du CA de référence et des CA préparés sont illustrés sur la figure III.10 :

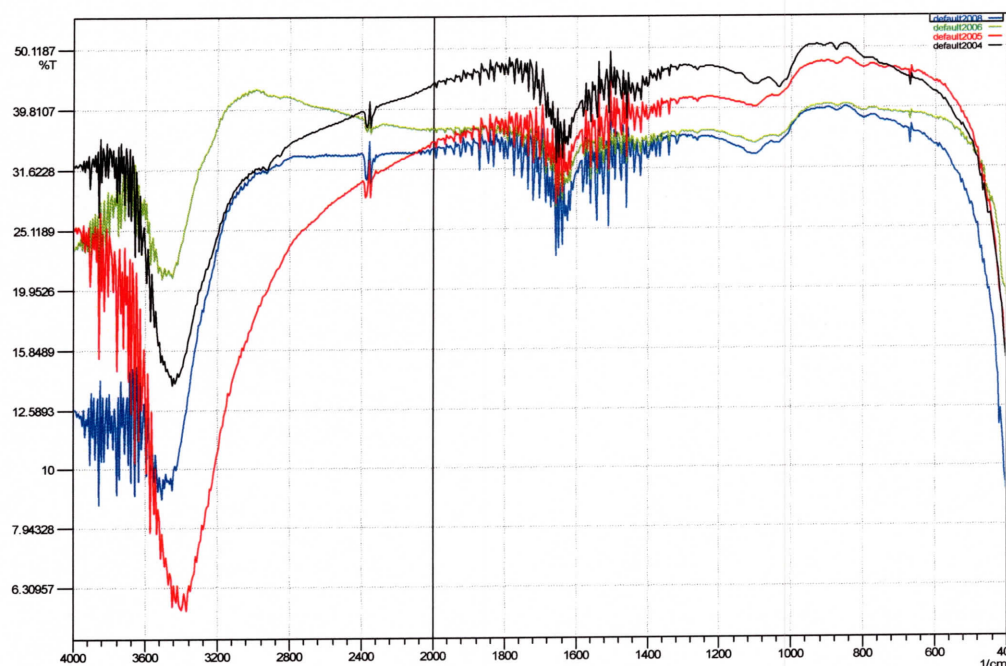


Figure III.10: Spectre FTIR du CA de référence et des CA préparés

- La spectroscopie est une technique importante utilisée pour l'identification des groupes fonctionnels caractéristiques de la surface de l'adsorbant [35]. Ces groupes sont souvent responsables des liaisons adsorbant-adsorbé.
 - Par comparaison entre les spectres des charbons préparés et du charbon actif commercial (de référence), on a trouvé que les spectres d'IRTF montrent :
 - Une large bande d'absorption comprise entre 3400–3200 cm^{-1} qui correspond aux vibrations d'élongation de l'hydrogène des groupes hydroxyles O-H et celles de l'eau [36].
 - Des bandes d'absorption comprises entre 2930 et 2850 cm^{-1} résultant principalement des vibrations d'élongation de C–H des molécules aliphatiques [35].
 - Une forte bande à 1600–1580 cm^{-1} due aux vibrations des liaisons C=C dans les cycles aromatiques.
 - Des bandes superposées entre 1618 et 1681 cm^{-1} peuvent être dues aux vibrations d'élongation de C=C ou C=O ou de l'ion carboxylate [36].
 - D'après une comparaison entre notre CA et le CA référence, on peut dire que notre charbon contient des sites actifs proches de ceux du CA commercial (de référence).

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette présente étude a pour objectif la préparation d'un charbon activé physiquement à partir des chutes de bois de menuiseries non broyées à l'aide d'un four (Avec atmosphère contrôlée) fabriqué par notre encadreur.

Ce travail nous a permis de dégager les conclusions suivantes :

- ✓ D'après les spectres IR ont a remarqué que notre charbon activé contient des sites actifs d'après la comparaison avec le charbon actif commerciale, ce qui confirme que notre charbon préparé est capable d'adsorber ;
- ✓ La texture poreuse du charbon a été étudiée par la détermination des indices d'Iode, Indice du bleu de méthylène, teneur en humidité et taux de cendres , les résultats obtenus montrent que la texture de notre charbon actif est microporeuse.

Comme perspectives, on pourrait envisager pour compléter ce travail :

- La mesure de la surface spécifique (BET) ;
- Caractérisation physicochimique de l'adsorbant par : Diffraction des rayons X , Microscope à balayage électronique (MEB) ;
- Application par adsorption dans le domaine de traitement des eaux

*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

- [1] E.Senturk and M.Ince, 2005 – ‘Adsorption of Heavy Metal Ions from Aqueous Solutions by Activated Carbon Prepared from Apricot Stone, Bioresource Technology, Vol.96.N°13, pp.1518-1521.
- [2] S.Rengaraj,B.Arabindoo and V. Murugesan,1999-‘Preparation and Characterisation of Activated Carbon from Agricultural Waste’,Indian Journal of Chemical Technology,Vol.6, pp.1-4.
- [3] Mahuzier.G, Hanon.M, Ferrier.D, Prognon.P; «Chimie analytique, méthode de séparation», Tome 2, 2^{ème} édition.1990.
- [5] Dégriment: «mémento technique de l’eau», 8^{ème} édition.1978
- [6] O.Ferrandon, H.Bouabane &M..Mazet ; «Contribution à l’étude de la validité de différents modèles, utilisés lors de l’adsorption de solutés sur charbon actif»,1993.
- [8] Jean-Louis Paillaud, Bogdan Harbuzaru, Joël Patarin & Nicolas Bats ; « Extra-large pore zeolites with two-dimensional channels formed by 14 and 12 rings», 2004.
- [9] Abdelkrim Azzouz ; «Physicochimie des tamis moléculaires-office des publications universitaires»,1994.
- [10] Stoeckli H,1990-F,Carbon,28,pp,1-6.
- [12] Caon Link CPL, Properties of Activated Carbon.
- [13] Bansal ,RC, Donnet,J.B, Stoeckli,F,1988,Active Carbon ,New York, Marcel Decker.
- [15] A.Talidi ; « Etude de l’élimination du Chrome et du bleu de méthylène en milieux aqueux par adsorption sur la pyrophyllite traitée et non traitée. », thèse de doctorat université de Rabat, 2006.
- [16] H.Knozinger, S.Hber; «IR spectroscopy of small and weakly interacting molecular probes for acidic basis CA», 1998.
- [17] Guy Ourisson , « Analyse chimique-méthodes et techniques instrumentales modernes, cours et exercices résolus »,5^{ème} éditions.
- [18] Conseil Européen des Fédérations de l’Industrie Chimique, Test Methods for Activated Carbon (1986) 1-47.
- [19] Benamraoui Faouzia, Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l’agriculture. Magister (2014) 33-34.

- [34] H.P Boehm. Some aspects of the surface chemistry of carbon blacks and other carbons, Carbon, 32 (5) (1994) 759-769.
- [35] M. L.LSekirifa, M. Hadj – Mahammad, Etude comparative de la capacité adsorbante d'un charbon actif issu des noyaux de dattes et un charbon actif commercial, Sciences and Technologie B_N°23 (2005) 55-59.
- [36] L.R. Radovic, C. Moreno-Castilla, J. Rivera-Utrilla. Carbon materials as adsorbents in aqueous solutions in: Chemistry and Physics of Carbon. Radovic, L.R, ed. Marcel Dekker New York, 27 (2000) 227.
- [39] Shrestha Rajeshwar M., Yadav Amar P., Pokharel Bhadra P. and Pradhananga Raja Ram Research Journal of Chemical Sciences, October (2012), Vol. 2(10), 80-86.

Sites d'Internet

- [4] <http://www.tropack.de/fr/produkte/adsorbtionsmittel.htm>
- [7] <http://www.specialtyaluminas.alcan.com>
- [11] <http://www.asseau.com>
- [14] <http://www.marocprepas.com>.
- [37] <http://www.alumine.com>
- [38] <http://www.google.com>

- [20] A.R. Yeddou et al, Removal of cyanide in aqueous solutions by oxidation with hydrogen peroxide in presence of activated carbon prepared olive stones, *Minerals Engineering* 23(2010)32-39.
- [21] M. J. Ahmed, S. K. Dhedan. Equilibrium isotherms and kinetic modeling of methylene blue adsorption on agricultural wastes-based activated carbons. *Fluid Phase Equilibria*. 317 (2012) 9-14.
- [22] J. Brault, J. Monod : «Mémento technique de l'eau», 9^{ème} édition, Paris, 1989.
- [23] S.S. Rayalu, J. Sudhoji, S.U. Meshram, R.R. Naidu & S. Devotta; « Estimation of crystallinity in flyash-based zeolite-A using XRD and IR spectroscopy », 2005.
- [24] Julien Omlin, Lydie Chesaux , évaluation de charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines, 2010, 56-79.
- [25] Boehm, H.P, 1994, Some aspects of the surface chemistry of carbon blacks and other carbons, *Carbon*, 32 (5), 759-769.
- [26] N. Tancredi et Al, Phenol adsorption onto powdered and granular activated carbon, prepared from Eucalyptus wood, *Journal of Colloid and Interface Science* 279 (2004) 357-363.
- [27] B.H. Hamed, L.H. Chin, S. Rengaraj, Adsorption of 4-Chlorophenol onto activated carbon prepared from rattan sawdust, *Desalination* 225 (2008) 185-198.
- [28] B.H. Hamed, A.L. Ahmad, K.N.A. Lattif, Adsorption of basic dye (methylene blue) onto activated carbon prepared from rattan sawdust, *Desalination* 225 (2008) 185-198
- [29] Abdul Halim Abdullah, Anuar Kassim, Zulkarnain Zainal, Mohd Zobir Hussien, Dzulkefly Kuang, Faujan Ahmad and Ong Sim Wooi Preparation and Characterization of Activated Carbon from Gelam Wood Bark (*Melaleuca cajuputi*). *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, Vol. 7, No. 1 (2001) 65-68.
- [30] E. Demibras et Al, Adsorption kinetics for the removal of chromim (VI) from aqueous solutions on the activated carbons prepared from agricultural wastes, *Water SA* Vol.30 (2004) 533-540.
- [31] A.R. Yeddou et Al, Removal of cyanide in aqueous solutions by oxidation with hydrogen peroxide in presence of activated carbon carbon prepared from olive stones, *Minerals Engineering* 23 (2010) 32-39.
- [32] H.P. Boehm, E. Diehl, W. Heckk, Proc. 2nd London Carbon and Graphite, Conference (1965).
- [33] J.B. Donnet. The chemical reactivity of carbons, *Carbon*, 6 (2) (1968) 161-176.