

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère De L'Enseignement Supérieur Et De La Recherche Scientifique



UNIVERSITE ECHAHID HAMMA LAKHDAR
D' EL OUED
FACULTE DE TECHNOLOGIE
Département de génie des procédés et la pétrochimie



MEMOIRE DE FIN D'ETUDE
Présenté pour l'obtention du Diplôme de
MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et Technologies
Filière: Génie des Procédés
Spécialité : Génie Chimique

Thème

*Étude des paramètres influençant sur la
préparation de charbon actif à base de
résidus agricoles*

Présenté par :

- Madani Nour El Wiam
- Blouzi Djouchna Badr El Beidaa
 - Omane Chahinaz
 - Azzouz Imane
 - Said Sondes

Soutenu publiquement : 05/06/2023

Devant le jury composé de:

| | | |
|-------------|----------------------------|-------------|
| Président : | Dr. Boughzal Abd Esselam | UNIV ELOUED |
| Examineur : | Dr. Guerrame Abd El Madjid | UNIV ELOUED |
| Encadreur : | Dr. Lami Nassima | UNIV ELOUED |

Promotion: 2022/2023

Remerciements

Nous remercions Dieu Tout-Puissant qui nous a permis de mener à bien cette recherche scientifique et qui l'a inspiré avec santé, bien-être et détermination. Dieu merci, merci beaucoup.

Nous adressons nos sincères remerciements et notre reconnaissance à notre encadreur M^{me}. Lami Nassima pour tous les précieux conseils et informations qu'elle nous a fournis et qui ont contribué à accomplir le sujet de notre étude dans ses différents aspects.

Nous souhaitons exprimer notre profonde gratitude aux membres du jury pour m'avoir permis de soutenir et pour l'honneur qu'ils m'ont fait de juger notre travail : M^r A. BOUGHZEL qui a accepté d'être président du jury, M^r A. GUERRAM en tant qu'examinateur

Nous remercions aussi nos enseignants de département de génie des procédés de l'université d'Eloued ainsi que tous nos collègues de promotion, nous vous disons merci beaucoup pour tous vos efforts.

الإهداء

(وَآخِرُ دَعْوَاهُمْ أَنِ الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ)

كان أمسي ميعاد اليوم و أصبح عنائي اليوم للعين قرّة

.....الهي لا يطيب الليل إلا بشكرك ولا يطيب النهار إلا بطاعتك

ولا تطيب الجنة إلا برويتك

الله ﷻ

إلى نبي الرحمة و نور العين... ونصح الأمة... إلى من بلغ الرسالة و أدى الأمانة

سيدنا محمد حل الله عليه وسلم

إلى من ... إلى بسمة الحياة و سر الوجود... والى معنى الحنان والتفاني ... إلى معنى الحب ... إلى ملاكي في الحياة
...كان دعائها سر نجاحي و حنانها بلسم جراحي إلى اعلي من في الوجود

إلى أمي الحبيبة

... و أشعرتني بالسعادة... و كان الداعم الأول لي لتحقيق طموحاتي... إلى من مهد لي طريق العلم

... إلى من لا أجد كلمات تعبر عن قيمته... إلى من لا ينساني بالدعاء في ليله و نهاره

إلى والدي الغالي

إلى من رسمولي خطوط المستقبل بكل حب إلى الأيدي الطاهرة التي أزالنت من طريقي أشواك الفشل

إلى إخوتي حفظهم الله و ربهم

... إلى من شاركتني الدموع والضحكات والأحلام إلى صديقة مشواري

أحلام

... إلى من ساندني بكل حب عند فشلي و أول من انتظر هذه اللحظات ليفتخر بي

إلىكم عائلتي

مدني نور الوئام

الإهداء

الحمد لله و الصلاة والسلام على اشرف خلق الله صلى الله عليه وسلم اما بعد :

الحمد لله الذي وفقنا لتتبع هذه الخطوة في مسيرتنا الدراسية بمذكرتنا
عنه ثمرة الجهد و المثابرة بفضلته تعالى مهداة للوالدين الكريمين

اهدي تخرجي إلى أبي الذي بذل جهد السنين من أجل أن احتلي سلم النجاح

والى من اخص الله الجنة تحت قدميها وتمرتني بالحج والحنان أشعرتني
بالسعادة والأمان هي حياتي وكل عمري أمي العزيزة

و إلى أخي الغالي دؤيبج جوهرة حياتي و سند ظهري الوحيد و خاليتي
الصغيرة بروحمة البيت متابع التي رزقني بها الله تعالى كالنخلة التي تنير
حياتي بابتسامتها البريئة ،

وإلى أستاذتي المؤطرة و إلى صديقاتي جميعا

نسأل الله التوفيق و ان يجعل هذه المذكرة نبراسا لكل طالب علم

بلوزي جشنة بدر البيداء

الإهداء

من عظيم فضل الله علينا ان يهيئ لنا الاسباب ويسر وييسر علينا الصعوبات, ويسلك علينا عوائق الدروب والخطوات, فالحمد لله حبا والحمد لله شكرا الذي وهبني هذه المكرمة العظيمة من النجاح

اهدي ثمرة جهدي المتواضع

الى ابي العطوفقدوتي ,ومثلي الاعلى في الحياة ,فهو من علمني كيف اعيش بكرامة وشموخ.

الى امي الحنونةلا اجد كلمات يمكن ان تمنحها حقها ,فهي ملحمة الحب و فرحة العمر, ومثال التفاني والعطاء .

والى اخوتي من كانوا عوننا لي في رحلة بحثي

طارق-ابتهال-ايوب-ابرار

الى جدتي الغالية حفظها الله ورعاها.

والى عمي الغالي مبروك وخالتي نجوى واولادهم

محمد الطاهر-مودة-يقين-ميّار-روان

اهديه لكل من سكن قلبي اعمامي واخوالي .خالاتي .عماتي

لكل شخص ساندني في مسيرة دراسية .

اهديها لنفسي وادعوا ان تكون بداية جديدة في حياتي المستقبلية واسأل الله ان يبارك في علمي ورزقي ويهبني الراحة وطمأنينة تسكن فؤادي.

عمان شهيناز

الإهداء

.. و آخراً دعواهم أن الحمد لله رب العالمين ..

أهدي تخرجي إلى من رحلو قبل أن يروني في المكان الذي تمنوه .. إلى من اشتعل رأسهم بالشيب في سبيل دلالنا إلى جدي الغالي وجدتي الغالية رحمهم الله ..

إلى ملاكي في الحياة إلى من علمتني العطاء بدون انتظار أهدي نجاحي إلى "أمي الغالية" أدين لك بكل ما وصلت إليه و ما سأصل إليه ..

إلى من كلله الله بالهبة و الوقار إلى من سأحمل إسمه بكل افتخار إلى "والدي و سندي" دمت عزي و عزيزي بعد الله العادل ..

و إلى اخوتي دمت لي الكتف و السند ..

إلى عائلتي من الطرفين ..

وفي الاخير اهدي نجاحي إلى صديقات العمر رفيقات دربي ..

و ثم أشكر زملائي الذين برقتهم أتمننا مشروع التخرج ..

إيمان عزوز

Dédicace

"Leur dernière prière était que louange soit à Allah, le Seigneur de l'univers. Louange à Allah pour nous avoir aidés à achever cette recherche de manière complète.

À ceux qui ont une expérience inestimable dans la formulation des sujets de recherche et leur méthodologie, aux superviseurs

À ceux qui ont été les premiers supporteurs à réaliser mes ambitions, dont les prières m'ont enveloppé et les bénédictions ont eu un impact sur la finalisation de ce travail, à ma mère bien-aimée , à ceux qui m'ont honoré de leur grâce, à mon cher père et soutien , aux piliers solides qui ont éliminé les épines de l'échec de mon chemin, à ceux qui m'ont soutenu et nourri avec amour, à mes frères, mes amis, à tous ceux qui étaient près ou loin de moi.

Nous dédions ce travail à nos enseignants qui nous ont inondés d'estime et de conseils, et nous demandons à Allah le Tout-Puissant de nous en faire bénéficier et de nous accorder le succès

Par : **Said Sondes**

Résumé :

L'objectif de ce travail est de faire une étude bibliographique relative au charbon actif, notamment celui préparé à base de résidus agricoles afin de les valoriser. Ainsi que les différentes techniques de caractérisations utilisées pour déterminer leur structure et enfin étudier quelques paramètres influençant sur la structure des biocharbons en s'appuyant sur des résultats expérimentaux publiés.

Mots clés :

Le charbon actif, les déchets agricoles, la surface spécifique, caractérisation.

Abstract :

The aim of this work is to do a bibliographic study on activated carbon, particular aryl that prepared from agricultural residues in order to valorize them. It also studies the different characterization techniques used to determine their structure and studies some parameters that influence the structure of biocharbons based on published experimental results.

Keywords :

Activated carbon, agricultural waste, specific surface, characterization.

المخلص:

الهدف من هذا العمل هو إجراء دراسة نظرية تتعلق بالكربون النشط، و لاسيما تلك المعدة باستخدام المخلفات الزراعية من أجل تسمينها. وكذلك تقنيات التوصيف المختلفة المستخدمة لتحديد هيكلها وأخيرا لدراسة بعض العوامل التي تؤثر على بنية الكربون الحيوي بناءً على النتائج التجريبية المنشورة.

الكلمات المفتاحية :

الكربون المنشط، النفايات الزراعية، مساحة السطح، التوصيف

Remerciement

Dédicaces

Résumé

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

INTRODUCTION GENERALE 01

I. GÉNÉRALITÉS SUR LE CHARBON ACTIF

I.1. Introduction 03

I.2. Le charbon actif 03

I.3. Les types de charbon actif 03

I.3.1. Charbon actif en poudre (CAP) 03

I.3.2. Charbon actif en grain (CAG) 04

I.3.3. Charbon actif extrudé 04

I.4. Précurseurs utilisés pour la fabrication du charbon actif 05

I.4.1. Carbonisation 05

I.4.2. Activation 05

I.5. Applications du charbon actif 06

I.6. Structure et forme du charbon active 06

I.6.1. Structure poreuse d'un charbon actif 06

I.6.2. Structure cristalline 08

I.6.3. Structure chimique d'un charbon actif 09

I.7. Régénération du charbon actif 10

I.7.1 Régénération à la vapeur 10

I.7.2 Régénération thermique 10

I.7.3 Régénération chimique 11

I.7.4 Régénération biologique 11

I.7.5 Régénération électrochimique 11

Références bibliographiques du 1^{er} chapitre

II. LES RESIDUS AGRICOLES

| | |
|---|----|
| II.1. Définition | 12 |
| II.2. Compositions d'un matériau végétal | 12 |
| II.2.1. la cellulose | 12 |
| II.2.2. L'Hémicelluloses | 13 |
| II.2.3. La lignine | 14 |
| II.2.4. La pectine | 15 |
| II.3. Les étapes de préparations du charbon a base végétale | 16 |
| II.3.1. Préparation de charbon actif à partir de coquilles des noix et le noyaux dattes | 16 |
| II.3.2. Préparation de charbon actif à partir de Brachychiton populneus | 17 |
| II.4 les paramètres influençant sur le préparation du charbon a base végétaux | 17 |
| II.4 .1. PH | 17 |
| II.4.2. Surface spécifique | 18 |
| II.4.3. Taille des particules | 18 |
| II.4.4. Taux d'humidité | 18 |

Références bibliographiques du 2^{ème} chapitre

III. CARACTÉRISATION DU CHARBON ACTIF

| | |
|--|----|
| III.1. Détermination analyses thermogravimétriques atg | 19 |
| III.2. Détermination la microscopie électronique à balayage (MEB) | 20 |
| III.3. Détermination des surfaces spécifiques BET « Brunauer – Emmett – Teller » | 20 |
| III.4. Détermination de l'indice du bleu de méthylène | 21 |
| III.5. Caractérisation par spectroscopie infrarouge | 22 |

Références bibliographiques du 3^{ème} chapitre

**IV. METHODE DE PREPARTION DE CHARBON ACTIF A PARTIR DE
RESIDUS AGRICOLES.**

| | |
|--|----|
| IV.1. Synthèse verte de nanoparticules de charbon actif utilisant les déchets du palmier à huile grappes vides et agent de bio-bouchage | 23 |
| IV.1.1. Préparation de charbon actif | 23 |
| IV.1.2. Résultats de caractérisation | 24 |
| a) Analyse par DRX | 24 |

| | |
|---|----|
| b) Analyse par FTIR | 24 |
| c) Analyse par MEB | 25 |
| d) Analyse BET | 25 |
| IV.2. Préparation et caractérisation de carbone active imprégné à partir de coque de noix de palme et de coquille de noix de coco pour la capture de CO ₂ | 26 |
| IV.2.1. Préparation du charbon actif | 26 |
| IV.2.2. Résultats de caractérisation | 27 |
| a) Analyse FTIR | 27 |
| b) Analyse BET | 27 |
| c) Analyse thermogravimétrique | 28 |
| d) Analyse par diffraction des rayons X | 29 |
| IV.3. L'adsorption de Tenofovir en solution aqueuse sur du carbone activé produit à partir de tiges de maïs : aperçus à partir d'expériences, de simulations de dynamique moléculaire et de calculs DFT | 29 |
| IV.3.1. Préparation du charbon actif | 29 |
| IV.3.2. Résultats de caractérisation | 30 |
| a) Propriétés physico-chimiques | 30 |
| b) Analyse thermogravimétrique | 30 |
| c) Analyse FTIR | 31 |
| d) Analyse par MEB | 32 |
| e) Analyse DRX | 33 |
| IV.4. Caractérisation physico-chimique de la coque de noyau d'abricot carbonisée en tant que précurseur pour la préparation de charbon actif dans l'utilisation de technologies propres | 34 |
| IV.4.1. préparation de charbon | 34 |
| IV.4.2. Résultats de caractérisation | 35 |
| a) Analyse ATG | 35 |
| b) Les résultats FTIR | 36 |
| c) Analyse DRX | 37 |
| d) adsorption-désorption de N ₂ & distribution de la taille des pores | 38 |
| e) Analyse MEB | 40 |
| IV.5. synthèse verte de nanoparticules de charbon actif utilisant le café vert avec adsorption | 41 |

SOMMAIRE

| | |
|--|-----------|
| IV.5.1. Préparation de charbon actif à partir de café vert | 41 |
| IV.5.2. Caractérisations des charbons préparés | 42 |
| a) Analyse par DRX | 42 |
| b) Analyse par FTIR | 42 |
| c) Analyse par MEB | 43 |
| d) Analyse BET | 44 |
| IV.6. Adsorption du colorant textile Jaune 11 sur du charbon actif issu de la coque d'arachide | 44 |
| IV.6.1. Préparation de charbon actif | 44 |
| IV.6.2. Résultat de caractérisation | 45 |
| a) Analyse par MEB | 45 |
| b) Analyses par l'indice d'iode | 46 |
| Références bibliographiques du 4 ^{ème} chapitre | |
| CONCLUSION GENERALE | 47 |

| N° de figures | Titre | Page |
|----------------------|--|-------------|
| Figure I.1 | Le charbon actif | 03 |
| Figure I.2 | Le charbon actif en poudre | 04 |
| Figure I.3 | Charbon actif en grain | 04 |
| Figure I.4 | Charbon actif extrudé | 05 |
| Figure I.5 | Représentation des pores de charbon actif | 07 |
| Figure I.6 | Représentation de la structure poreuse de charbon actif | 08 |
| Figure I.7 | (a) : comparaison entre les structure de charbon graphitique (b) : et du charbon non graphitique | 09 09 |
| Figure I.8 | Principales fonctions oxygénées présentes dans les charbons actifs il convient d'ajouter les oxydes basiques chromées et prônes proposés par boehm et coll | 10 |
| Figure II.1 | La structure de la cellulose | 12 |
| Figure II.2 | Représentation des liaisons d'hydrogène intra et intermoléculaire dans la cellulose | 13 |
| Figure II.3 | Structures principales des constituants des hémicelluloses | 14 |
| Figure II.4 | Structures chimique de la lignine | 15 |
| Figure II.5 | Pectine hautement méthyle (DM60%) | 15 |
| Figure II.6 | Pectine faiblement méthyle (DN40%) | 15 |
| Figure II.7 | (a) Coquille des noix (b) Les noyaux de dattes | 16 |
| Figure II.8 | Brachychitonpopulneus | 17 |
| Figure III.1 | Analyse thermogravimétriques ATG | 19 |
| Figure III.2 | La microscopie électronique à balayage MEB | 20 |
| Figure III.3 | Appareil BET | 21 |
| Figure III.4 | Le bleu de méthylène | 21 |
| Figure III.5 | Appareil de spectroscopie infrarouge (FTIR) | 22 |
| Figure IV.1 | Préparation de charbon actif à partir vides d'hutle de palme | 24 |
| Figure IV.2 | Diffraction des rayons X (XDR) de l'échantillon charbon actif (AC) et des échantillons composites | 24 |
| Figure IV.3 | Spectres FTIR des échantillons de $CuFe_2O_4$, AC et composites | 25 |
| Figure IV.4 | Micrographie MEB de charbon activé | 25 |
| Figure IV.5 | Isothermes d'adsorption –désorption d'azote en utilisant la méthode BET | 26 |
| Figure IV.6 | Spectres FTB- IR du charbon actif physique et chimique (a) courbe de perte de poids par analyse thermogravimétrique | 27 |
| Figure IV.7 | (b) courbe d'analyse thermique différentielle par analyse thermogravimétrique DTA | 28 |

LISTE DES FIGURES

| | | |
|--------------|---|----|
| Figure IV.8 | (a) DRX pour le charbon activé physiquement de la coquille de noix de coco (CS) (b) DRX pour le charbon activé chimiquement de la coquille de noix de palme (PKS) | 29 |
| Figure IV.9 | TG/DTG des épis de maïs | 31 |
| Figure IV.10 | Spectres FT-IR d'épis de maïs , de charbon actif | 32 |
| Figure IV.11 | (a) image MEB (b) épis de maïs carbonés(c) charbon actif | 33 |
| Figure IV.12 | (a) Analyse EDS (b) épis de maïs carbonés(c) charbon | 33 |
| Figure IV.13 | DRX pour le charbon actif | 34 |
| Figure IV.14 | Courbes TG-DTG du processus de pyrolyse des coques de noyaux d'abricot | 36 |
| Figure IV.15 | (a)Spectres FTIR des échantillons de coques de noyaux d'abricot brutes (b) carbonisées (à 850° C pendant l'heure) | 37 |
| Figure IV.16 | Diffractogramme de coque de noyau carbonisé à 850° C (1h) | 38 |
| Figure IV.17 | (a) isothermes d'adsorption du charbon actif(b) méthode BET (c) méthode t-plot (d) distribution de la taille des pores (PSD) | 39 |
| Figure IV.18 | Images MEB de charbon actif avec différentes échelles de grandeur (a) x250 ; b) x500 ; c) x1000 | 41 |
| Figure IV.19 | Résultat d'analyse DRX du troisième ensemble pour un échantillon optimal | 42 |
| Figure IV.20 | Résultat d'analyse FTIR du troisième ensemble pour l'échantillon optimal | 43 |
| Figure IV.21 | Images MEB du troisième ensemble pour un échantillon optimal (x250;x10000) | 44 |
| Figure IV.22 | Images MEB de charbon actif | 45 |

LISTE DES TABLEAUX

| N° du tableau | Titre | Page |
|--------------------------|--|-------------|
| TableauII .1 | Degré de Polymérisation de la cellulose selon la structure des matériaux | 13 |

Introduction Générale

*L*e charbon actif est un matériau d'une grande importance dans de nombreux domaines, notamment dans le traitement de l'eau, la purification des gaz, la médecine et l'industrie chimique. Sa structure poreuse unique lui confère des propriétés d'adsorption exceptionnelles, ce qui en fait un matériau largement utilisé pour éliminer les impuretés et les contaminants présents dans diverses matrices. Traditionnellement, le charbon actif est produit à partir de sources de carbone telles que le bois, le charbon de terre ou les coques de noix de coco. Cependant, cette approche pose des défis en termes de disponibilité limitée de ces ressources et de préoccupations environnementales liées à leur exploitation. [1]

Dans cette optique, la valorisation des résidus agricoles comme matière première pour la préparation du charbon actif offre une solution prometteuse. Les résidus agricoles, tels que les tiges de maïs, les coques de riz, la paille de blé et d'autres déchets végétaux, sont abondants et nécessitent une élimination appropriée [4]. En les transformant en charbon actif, non seulement nous pouvons résoudre le problème de gestion des déchets agricoles, mais nous pouvons également exploiter une ressource renouvelable et réduire la dépendance vis-à-vis des sources de carbone non renouvelables. [2]

Cette étude a pour objectif d'étudier les paramètres influençant la préparation du charbon actif à base de résidus agricoles. Pour atteindre cet objectif, une approche méthodique sera suivie, en commençant par une revue bibliographique approfondie sur le charbon actif, mettant l'accent sur les travaux antérieurs portant spécifiquement sur la préparation à base de résidus agricoles. Cette revue permettra de comprendre les avancées réalisées jusqu'à présent dans ce domaine et d'identifier les lacunes et les opportunités de recherche.

Le travail se poursuivra ensuite par une étude des résultats agricoles, qui fournira une base solide pour la sélection des résidus agricoles appropriés pour la préparation du charbon actif. Différents types de résidus agricoles seront évalués en termes de composition chimique, de disponibilité et de propriétés physiques, afin de déterminer les matériaux les plus prometteurs pour la préparation du charbon actif. [3]

Le troisième chapitre de cette étude sera consacré à la caractérisation du charbon actif. Différentes techniques de caractérisation seront utilisées pour évaluer la structure, la morphologie, la surface spécifique et la composition chimique du charbon actif obtenu à partir

des résidus agricoles sélectionnés. Ces caractérisations permettront de déterminer les propriétés clés du charbon actif et de comprendre comment elles sont influencées par les paramètres de préparation.

Enfin, le quatrième chapitre se concentrera sur la synthèse du charbon actif à base de résidus agricoles. Ce chapitre décrira les différentes méthodes de préparation du charbon actif à partir des résidus agricoles sélectionnés, en mettant l'accent sur les paramètres de prétraitement, les conditions de pyrolyse et les températures de carbonisation. Les résultats expérimentaux publiés seront examinés pour évaluer l'impact de ces paramètres sur la structure et les propriétés du charbon actif obtenu.

Références Bibliographiques de l'introduction

- [1] L. Zhou et al., "Recent advances in the preparation, properties, and applications of activated carbon from agricultural wastes: A review," *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, vol. 94, no. 3, pp. 675-686, 2019.
- [2] M. Ahmad et al., "A review on the utilization of biochar for the removal of contaminants from wastewater," *Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 5, no. 1, pp. 478-499, 2017.
- [3] S. Kundu et al., "Agricultural waste-based activated carbon for water and wastewater treatment: Present scenario, challenges, and future perspectives," *Journal of Environmental Management*, vol. 250, 109415, 2019.
- [4] K. Parshetti et al., "Activated carbon from agricultural by-products for the removal of pesticides from water: A review," *Journal of Environmental Management*, vol. 228, pp. 429-438, 2018.

C *Chapitre I*

GENERALITES SUR LE CHARBON ACTIF

I.1. INTRODUCTION

Le charbon actif a d'abord gagné sa popularité grâce à son utilisation comme adsorbant dans les masques à gaz pendant la première guerre mondiale, mais la connaissance que le carbone produit par la décomposition du bois peut éliminer la matière colorante des solutions remonte à des siècles le quinzième mai cette fonctionnalité été utilisée commercialement qu'en 1794, lorsque des filtres à charbon ont été utilisés dans les raffineries de sucre Bretagne.

Le charbon osseux a été découvert en 1812, les charbons actifs peuvent être divisés en deux grandes catégories ; ceux qui servent à adsorber les gaz et les vapeurs ; pour les quels un matériau granulaire est utilisé et ceux qui servent à purifier les liquides ; pour les quels un matériau en poudre est utilisé. [1]

I.2. LE CHARBON ACTIF

Le charbon actif est une poudre noire insoluble, sans odeur ni saveur obtenue par pyrolyse de substrats organique et lavé ne à l'acide pour éviter tout relargage de produits toxiques. [2]



Figure I.1 : Le charbon actif

I.3. LES TYPES DE CHARBON ACTIF

I.3.1. Charbon actif en poudre (CAP) :

La taille des particules de charbon actif en poudre est inférieure à 100 μm après pulvérisation Le diamètre moyen est compris entre 15 et 25 microns. Les particules ont une surface extérieure plus grande et Faible profondeur de diffusion : L'adsorption est très rapide. Ils

sont utilisés pour L'adsorption de la solution discontinue est préférée. Poudre fine pour produits pharmaceutiques Également utilisé pour blanchir les huiles, les graisses, les sucres et de nombreux autres liquides BIO. En revanche, il est difficile à traiter et à restaurer, ce qui pose problème régénération. [3]



Figure I.2 : Charbon actif en poudre

I.3.2. Charbon actif en grain (CAG) :

Le charbon actif granulaire (CAG) est caractérisé par la taille des particules Plus de 1 mm, petite taille de pores, grande surface intérieure, surface L'extérieur est relativement bas. De ce fait, le phénomène de diffusion au sein La porosité est très importante dans le processus d'adsorption. Ces charbons sont Idéalement utilisés dans les lits fixes pour l'adsorption des gaz et des vapeurs. Ils sont Couramment utilisés dans le traitement de l'eau. [4]



Figure I.3 : Charbon actif en grain

I.3.3. Charbon actif extrudé :

Le carbone extrudé est cylindrique et son diamètre varie de 0,8 mm à 5 mm. Il est principalement utilisé dans les applications en phase gazeuse en raison de sa faible perte de charge, de sa résistance mécanique élevée et de sa faible teneur en poussière.[5]



Figure I.4 : Charbon actif extrudé

I.4. RECARSEURS UTILISE POUR LA FABRICATION DU CHARBON ACTIF

I.4.1. Carbonisation :

La carbonisation est la décomposition thermique des matières carbonées où les espèces autres que le carbone sont éliminées. Cette étape s'effectue à des températures comprises entre 600 et 800°C en présence d'un courant continu de gaz inerte (absence d'oxygène). La carbonisation est généralement effectuée à une vitesse de montée en température suffisamment grande pour minimiser le contact entre les produits carbonisés et les produits volatils. Elle fournit des matériaux ayant une structure poreuse limitée (surface spécifique d'environ 10 m². G⁻¹) et qui n'ont donc pas une forte capacité d'adsorption. La structure poreuse est ensuite étendue durant le processus d'activation.

I.4.2. Activation :

L'activation consiste à développer la structure poreuse en éliminant les goudrons qui obstruent les pores, et à créer des fonctions de surface (généralement oxydées) qui sont à l'origine des interactions entre le solide et les molécules adsorbées. Elle peut être physique ou chimique.

L'activation physique permet de développer les pores existants et d'en créer d'autres. Elle est réalisée entre 800 °C et 1000 °C en présence d'un gaz faiblement oxydant (air), de vapeur d'eau, de CO₂, ou encore d'un mélange de ces gaz.

L'activation chimique est consisté 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 60°C et 800°C à l'abri de l'air, puis est

lavé et séché. Le charbon actif est ainsi obtenu en une seule étape, C'est le degré d'imprégnation du matériau en matière oxydante qui définit la structure poreuse finale.

Suite à l'activation, le charbon actif acquiert une structure poreuse poly disperse : les pores ont différentes formes et dimensions. La répartition poreuse dépend de la nature de la matière première, mais aussi des conditions de l'activation. Les propriétés physicochimiques d'un charbon actif peuvent donc varier pour un même précurseur. [6]

I.5. APPLICATION DU CHARBON ACTIF

Le charbon actif est un matériau unique en raison de sa grande surface, de sa structure poreuse, de ses propriétés d'adsorption et de sa grande réactivité de surface. L'une des applications les plus importantes est le charbon actif :

- Purification de l'air dans les zones surpeuplées telles que les parcs et les écoles.
- Élimination de l'odeur, de la couleur et du goût, en plus d'éliminer les impuretés organiques indésirables du traitement de l'eau traitée résultant du traitement de l'eau domestique et industrielle.
- Il est utilisé comme catalyseur direct pour des réactions telles que l'hydrogénation, l'oxydation, l'halogénéation, l'hydratation et l'isomérisation.
- Contrôler la pollution de l'air en éliminant les gaz et vapeurs nocifs et en éliminant certains polluants complexes tels que les pesticides, le phénol et les huiles minérales.
- Il est également utilisé pour éliminer les composés organiques volatils.
- Dans l'industrie sucrière, purification des impuretés et des colorants dans les solutions sucrées et obtention de cristaux purs. [6.7]

I.6. STRUCTURE ET FORME DU CHARBON ACTIF

I.6.1. Structure poreuse d'un charbon actif :

Le charbon actif est une forme non structurée de graphite pur, le cristal de graphite est constitué de couches hexagonales fusionnées par de faibles forces de van der Waals, ces couches sont liées par du carbone-carbone ; la structure du charbon actif contient de multiples feuillets aromatique appelé niveaux de base qui contiennent différents groupes fonctionnels. La capacité d'adsorption du charbon actif est due à la présence de groupes poreux à sa surface. [8]

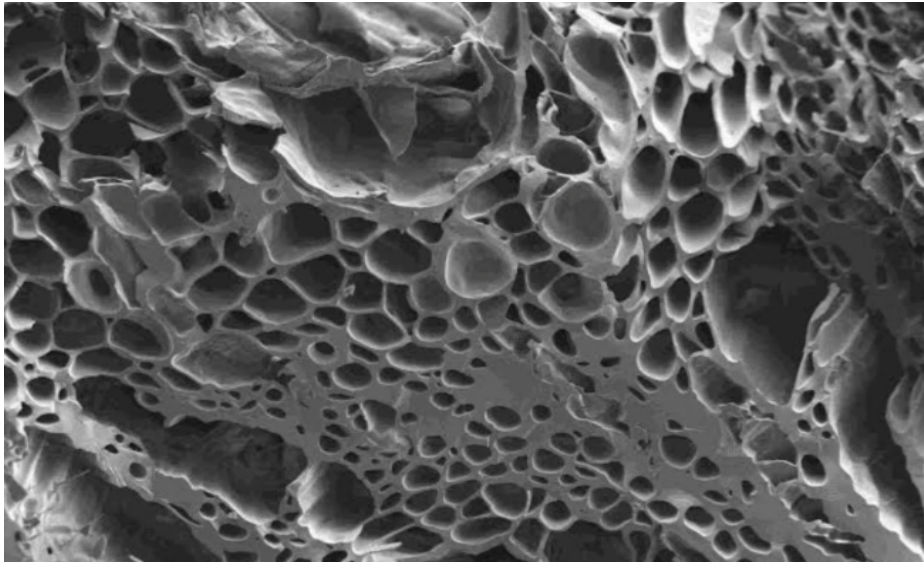


Figure I.5 : Représentation des pores de charbon actif

Le charbon actif est très poreux, et possède de nombreuses tailles de pores avec des fissures allant de la taille visible à la taille moléculaire, les pores de charbon actif peuvent être classés selon leur taille, mais aussi selon leur fonction (8) en raison des différents types de charbon actif :

- **Micropores** : son volume microporeux est d'environ 0.15-0.9 ml/mg (largeur inférieure à 2 nm [9]) ce qui représente plus de 95% de la surface totale de charbon actif par unité de poids de cette forme.
- **Macropores** : des pores de transition est généralement de 0.02 -0.1 ml/mg (largeur supérieure à 50 nm [9]) et la surface spécifique ne dépasse pas 5% de la surface totale pour prendre une méthode d'activation spéciale dans les conditions d'activation spéciales (prolonger le temps d'activation , ralentir la vitesse de chauffage : et l'utilisation de l'activation de médicament , telle que l'activation de zinc ou l'activation d'acide phosphoriques) le charbon actif peut atteindre 0.3-0.9 ml/mg , Ets surface peut atteindre ou dépasse 200 m²/ g.
- **Méso pores** : le volume des gros pores est de 0.2-0.5 ml/mg surface (largeur entre 2nm et 50nm [9]) ; sa surface est petite généralement pas plus de 0.5-2 m²/g.

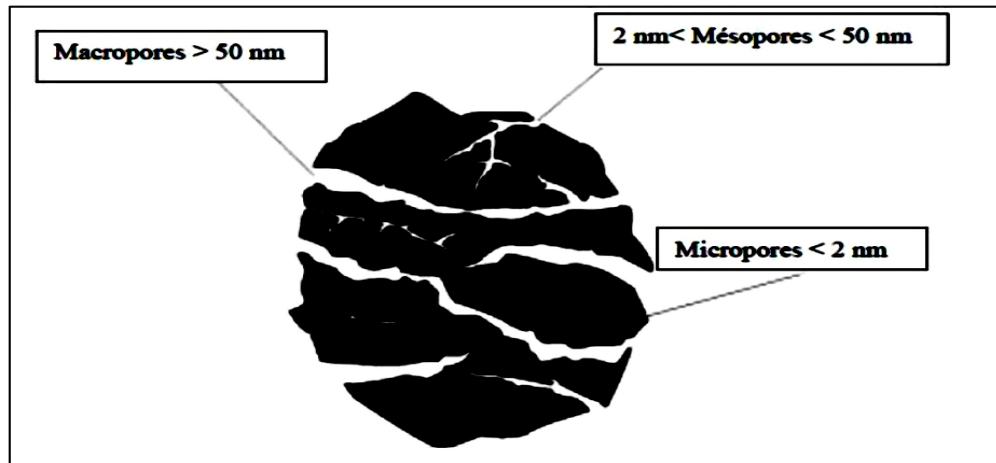


Figure I.6 : Représentation de la structure poreuse de charbon actif

I.6.2. Structure cristallines

Au cours de la carbonisation, la structure microcristalline du charbon actif se développe. La Structure du charbon actif est différente de celle du graphite en ce qui concerne l'espacement Entre les couches. Dans le graphite, l'espacement entre les couches est de 0,335 nm et dans le Charbon actif, elle est comprise entre 0,34 et 0,35 nm. Les charbons actifs sont classés en deux Types, en fonction de leur capacité à former des graphites, à savoir les charbons graphitiques et Non graphitiques. Le charbon graphitique un certain nombre de couches de Graphene orientées parallèles les unes aux Autres. Le charbon obtenu est fragile en raison du fait de la faible liaison transversale entre les Micro cristallites voisins et a une structure poreuse moins développée. Les charbons non Graphitiques sont durs en raison de la forte réticulation entre les cristallites et Présentent des micropores bien développés. La formation d'une structure non graphitée avec De fortes liaisons transversales est favorisée par la présence d'oxygène associé ou par une Insuffisance d'hydrogène dans la matière première. [10]

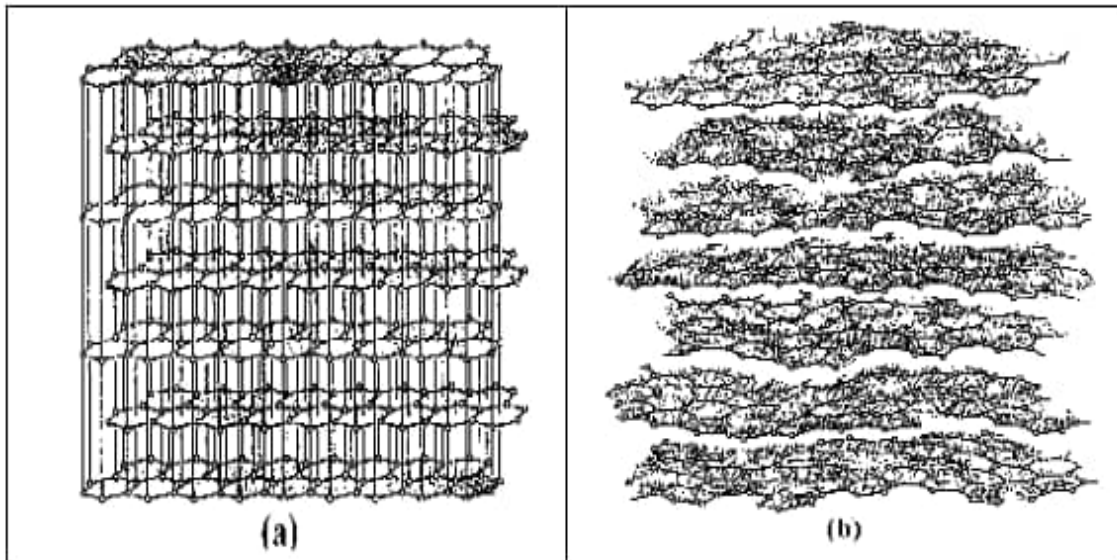


Figure I.7 : Comparaison entre les structures du charbon (a) graphitique et (b) non graphitique

I.6.2. Structure chimique d'un charbon actif :

Les performances d'un charbon actif ne sont pas liées à la seule étendue de sa surface poreuse et de la nature des pores mais aussi à la nature et à la concentration des groupements fonctionnels présents à sa surface qui influent sur les propriétés adsorptives et catalytiques de surface de ces matériaux. Les fonctions oxygénées de surface (sites actifs) peuvent être introduites pendant le processus d'activation du charbon actif et, spontanément, lors de son exposition à l'air ambiant. Si le charbon a reçu un traitement chimique, d'autres groupes fonctionnels peuvent être introduits spécifiquement. Ces fonctions peuvent être de trois types : acides, basiques, ou neutres. Suite à la fixation de ces groupements fonctionnels de surface, les charbons actifs peuvent présenter, en solution aqueuse, des valeurs de pH basique ou acide. Les charbons possédant des groupements acides de surface ont des propriétés d'échange de cations, tandis que ceux possédant un caractère basique ont un pouvoir d'échange anionique.

Plusieurs tentatives d'identification et d'estimation de ces groupements fonctionnels ont été faites en utilisant diverses techniques d'analyse physiques et chimiques comme la neutralisation, la désorption des groupes fonctionnels de surfaces, le potentiomètre, la spectrométrie photo-électronique X (XPS), la spectroscopie aux rayons-X, la spectroscopie infrarouge. Les résultats de ces investigations ont révélé l'existence de plusieurs structures de groupes fonctionnels oxygénés. Néanmoins, il y a une majorité de groupes acides qui prédominent à la surface de ces adsorbants : ce sont surtout des fonctions acides carboxyliques, phénoliques, lactones, et carbonyles. [11]

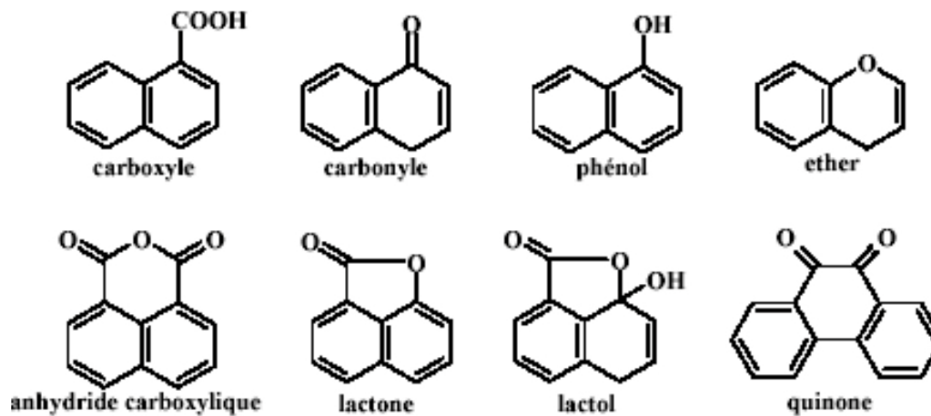


Figure I.8 : Principales fonctions oxygénées présentes dans les charbons actifs. Il convient d'ajouter les oxydes basiques chromées et prônes proposés par Boehm et coll.

I.7. REGENERATION DU CHARBON ACTIF

Le charbon actif est largement utilisé dans l'industrie, mais son coût est un obstacle principalement pour une application plus large. Par conséquent, la régénération du charbon actif saturé d'espèces adsorbantes est la solution pour minimiser les coûts d'exploitation et frapper des déchets. Mécanismes potentiels de régénération Les charbons actifs chargés de substances physiques ont été établis selon cinq méthodes régénération.

I.7.1. Régénération à la vapeur :

Cette méthode n'est utilisée que pour la régénération des charbons actifs qui n'adsorbent que des produits très volatils. Cependant, le traitement à la vapeur peut être utilisé pour stériliser le charbon de bois et déboucher la surface du grain. [12]

I.7.2. Régénération thermique :

La technique de régénération la plus couramment utilisée est thermique. Au cours de ce processus, les adsorbats sont résorbés par volatilisation et oxydation à haute température (entre et 1000°C, environ 800°C) dans une atmosphère contrôlée. Cependant, 5 à 10 % du carbone est généralement perdu par attrition, brûlage excessif et lavage au cours de chaque cycle) Guy mont, 1980). Le procédé est très coûteux car il nécessite l'achat d'un four et son rendement massique est faible. L'utilisation de fours électriques permet de réduire les pertes. [12]

I.7.3 Régénération chimique :

Ce procédé fait appel à un solvant utilisé à une température de 100°C et à pH important. L'avantage de cette méthode réside dans la minimisation des pertes de charbon actif (environ 1 %). Les polluants sont ensuite détruits par incinération. L'inconvénient principal de l'incinération est qu'elle transforme des pollutions liquides en pollutions atmosphériques souvent plus dangereuses. [10]

I.7.4. Régénération biologique :

Elle consiste à utiliser des bactéries. Qui sont uniquement aptes à réaliser les fonctions pour lesquelles elles ont été génétiquement programmées. Elles ne peuvent donc dégrader qu'un seul type de polluants. De plus, les conditions environnementales doivent être satisfaisantes pour que les réactions de catalyse enzymatique aient lieu à une vitesse significative. De plus, la dégradation d'un mélange d'hydrocarbures peut faire apparaître des phénomènes de compétition ou de Co-métabolisme entre les différents composés. [10]

I.7.5. Régénération électrochimique :

Les mécanismes de régénération électrochimique du charbon actif comprennent l'électro oxydation, l'électro-réduction et l'électro adsorption. La régénération électrochimique du charbon actif est effectuée à des températures modérées. Au cours de ce processus, les polluants organiques adsorbés sur le charbon actif sont craqués, tandis que l'intégrité structurelle et les propriétés du charbon ne sont pas affectées. L'électrolyte est généralement du NaCl ou du NaOH. L'avantage de cette méthode est qu'elle fonctionne à température ambiante et ne produit ni n'utilise de produits chimiques toxiques. [12]

Références bibliographiques du 1^{er} chapitre

- [1] www.Almerja.com (10/03/2023)
- [2] www.Sfmu.org/toxin/traite.com (11/03/2023)
- [3] Z.Hadjer, Etude de l'adsorption des colorants sur un matériau poreux «charbon actif», diplôme doctorat, université Larbi Ben M'hidi Oum-El-Bouaghi
- [4] Dabrowski, A., Podkoscielny, P., Hubicki, Z., Barczak, M., 2005. Adsorption Of Phenolic Compounds By Activated Carbon – A Critical Review, Chemosphere, 58, pp. 1049-1070;
- [5] Dubinin, M.M., 1966. Chem. Phys. Carbon, 2, 51
C. Ayral ; Elimination de polluants aromatiques par oxydation catalytique sur charbon actif ; Thèse doctorat de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, France, présentée le 23 avril 2009.
- [7] B.Djamel, D.Jury; Préparation d'un charbon actif à partir d'un bitume routier issu du raffinage du pétrole par activation acide; du diplôme de magister en génie des procédés; université Larbi ben M'hidi Oum-elbouaghi .
- [8] www.desotec.com ((2023/03/20)
- [9] M. Elena Fernandez Ibanez, étude de la carbonisation et l'activation de précurseurs végétaux durs et mous , université de Neuchâtel, faculté des sciences , chimiste diplômée, décembre 2002
- [10] M.B Naima, PREPARATION ET CARACTERISATION DE CHARBONS ACTIFS ET LEURS UTILISATIONS DANS LA DEPOLLUTION DE L'EAU ET COMME SUPPORT EN CHROMATOGRAPHIE , THESE Présentée pour l'obtention du grade de Docteur , UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE HOUARI BOUMEDIENE FACULTE DE CHIMIE
- [11] D. FRAH ,Adsorption d'un polluant pharmaceutique (Spiramycine) Sur charbon actif , Mémoire de Projet de Fin d'Etudes Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie Chimique Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Ecole Nationale Polytechnique
- [12] S.Rayane Khaldoun, thème valorisation des déchets agroalimentaires (noyaux des dattes-phoenix dactylifera) pour l'élimination des pesticides organochlorés des eaux contaminées, pour obtenir le grade de docteur, l'université libanaise

C *Chapitre II*

LES RESIDUS AGRICOLES

Dans ce chapitre, nous fournirons un résumé des déchets agricoles et de leur composition, ainsi que la façon dont le charbon de bois est préparé et les facteurs affectant sa préparation.

II.1. DEFINITION

Nous pouvons définir un déchet agricole comme celui provient de l'agriculture, de la sylviculture et de l'élevage ,constitue de déchets organiques (résidus de récolte, déjections animales).Nous pouvons également le mentionner, comme un déchet végétal qui provient de l'entretien des espaces vert comme les tontes de gazons, les déchets de taille de haies et arbustes, d'élagage d'arbres, les feuilles mortes, par exemple (noyau de datte; coques de noix de coco; coques d'arachides et autres déchets agricoles). [1]

II.2. COMPOSITION D'UN MATERIAU VEGETAL

Les déchets végétaux sont constitués de polysaccharides tels que: cellulose, hémicellulose, pectine, tanins et de faibles proportions de composés minéraux, terpènes, flavonoïdes.

II.2.1. La cellulose :

La cellulose est le polymère biologique le plus abondant, naturel et renouvelable obtenu à partir de résidus de biomasse agricole et forestière. En fait, la cellulose est une partie importante de la paroi cellulaire de la plante, qui joue un rôle important dans le maintien de la rigidité et de l'intensité de la plante. Compte tenu de sa biocompatibilité et de sa main inhérente, la cellulose a trouvé de nouvelles applications dans la fixation des peptides et des protéines (y compris les enzymes et les anticorps et la séparation des molécules percoparium. [2]

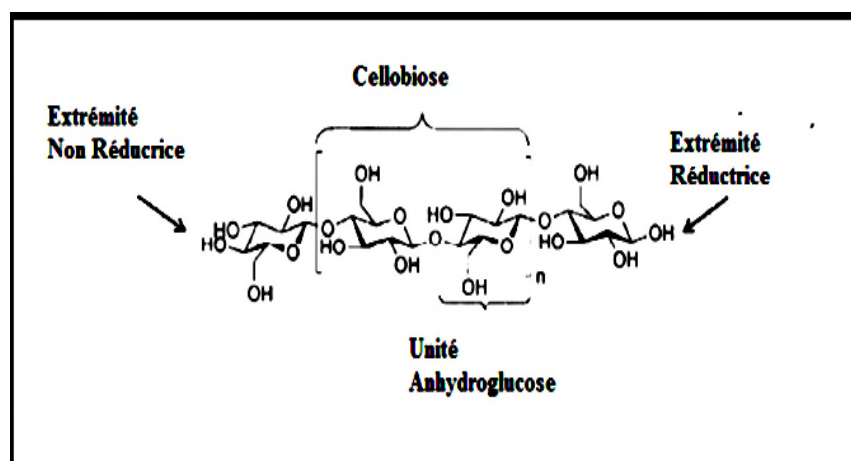


Figure II.1 : La structure de la cellulose.

Des liaisons hydrogène moléculaires et inter-molécules peuvent être formées entre les fonctions Cycle d'alcool ou de pyralène des atomes d'alcool et d'oxygène, afin de créer un réseau macromolécules de cellulose de molécules rigides à trois dimensions. [1]

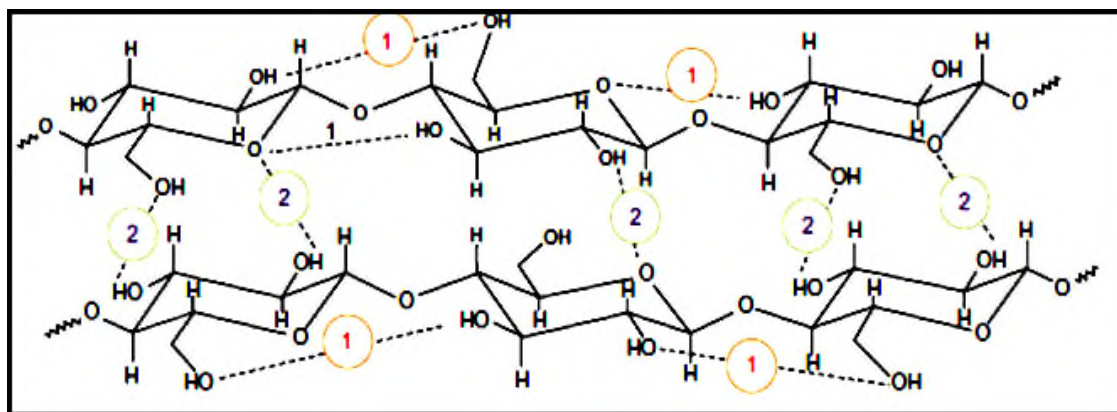


Figure II. 2 : Représentation des liaisons d'hydrogène intra et intermoléculaire dans la cellulose

La cellulose est un composé de glucose des unités de glucose (n) ou des niveaux de La polymérisation (DP), détermine la durée de vie des chaînes, et dépend de la source végétale se compare entre 150 et 2500 Lobe pariétal (tableau II .1).

Tableau II.1 : Degré de Polymérisation de la cellulose selon la structure des matériaux

| Source de cellulose | Degré de polymérisation (DP) |
|-----------------------|------------------------------|
| Alguevalonia | 20000-26000 |
| Coton | 10000-12000 |
| Cellulose bactérienne | 2000-2700 |
| Bois | 600-1200 |
| Cellulose régénérée | 250-500 |
| Poudre cellulose | 100-250 |

II.2.2. Hémicelluloses :

Les hémicelluloses sont des polysaccharides des omniprésents dans tous les végétaux caractérisés par des masses moléculaires plus faibles que celle de la cellulose et par des structures moins régulières à la fois par la présence de différentes unités dans leurs chaînes. Les molécules de l'hémicellulose sont très hydrophiles et adhésives. Ces molécules sont facilement dissoutes dans substances alcalines et basiques. L'épine dorsale de l'hémicellulose est similaire à celle de la cellulose mais peut avoir des liaisons croisées d'hexoses, (glucoses, mannoses, galactoses)

et/ou de pentoses (xyloses et arabinoses) et également d'acide aromatique. [3]

L'hémicellulose se distingue de la cellulose par trois aspects :

La molécule d'hémicellulose contient plusieurs unités de sucres différentes, alors que la Cellulose contient seulement 1,4- β -D-glucopyranose unité La molécule d'hémicellulose contient un degré considérable de ramifications de la chaîne. Responsable de sa nature non cristalline, alors que la cellulose est un polymère linéaire.

Le degré de polymérisation de la cellulose native est 10 à 100 fois plus élevé que celui de L'hémicellulose. [1]

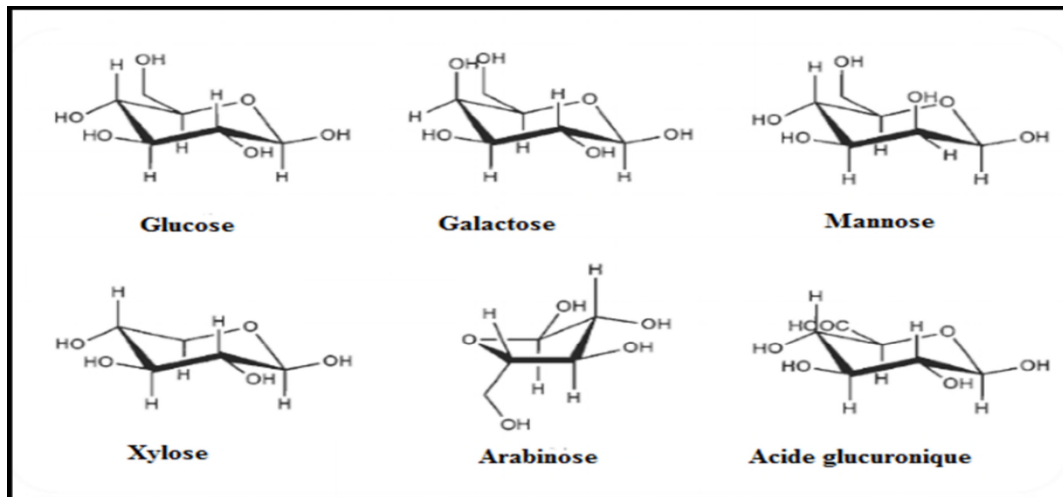


Figure II.3 : Structures principales des constituants des hémicelluloses

II.2.3. La lignine :

La lignine est le principal constituant du bois. Elle représente environ 20 à 30 % du carbone de la biomasse végétale. C'est le deuxième composé organique de la biosphère après la cellulose et donc, représente une ressource naturelle renouvelable et abondante. Peu sensible à la dégradation biologique, elle crée une barrière morphologique à la pénétration et à la progression des agents pathogènes, et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaire Le mot lignine est en fait un nom générique pour un ensemble de polymères poly-phénoliques Le mot lignine est en fait un nom générique pour un ensemble de polymères poly-phénoliques de masses moléculaires élevées, de composition et de structure variables et complexes [3]

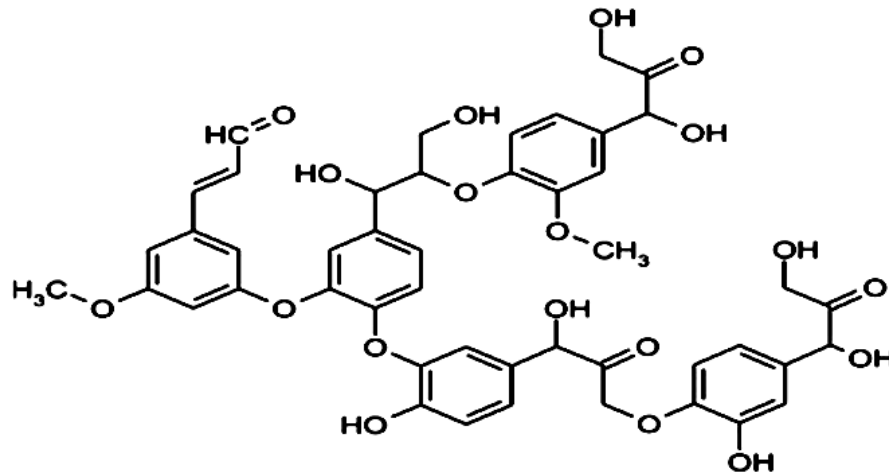


Figure II.4 : Structure chimique de la lignine

II.2.4. La pectine :

Les pectines viennent du mot grec « pektos » qui veut dire « prise en gelée », ont été isolées par le chimiste français, Henri Braconnot, en 1825, à partir d’extraits de végétaux et sont très largement utilisées dans divers domaines d’industries, pharmaceutiques, agro-alimentaire..., pour leur propriétés gélifiantes, stabilisantes ou viscosifiantes. Elles sont utilisées aussi comme renfort dans le domaine des biomatériaux. Les pectines sont une classe complexe et hétérogène de polysaccharides, elles sont composées majoritairement d’unités d’acide D-galacturonique reliées en α -(1→4) par des liaisons glycosidiques et de faibles quantités de α -L-rhamnus plus ou moins ramifiés (figure). [1]

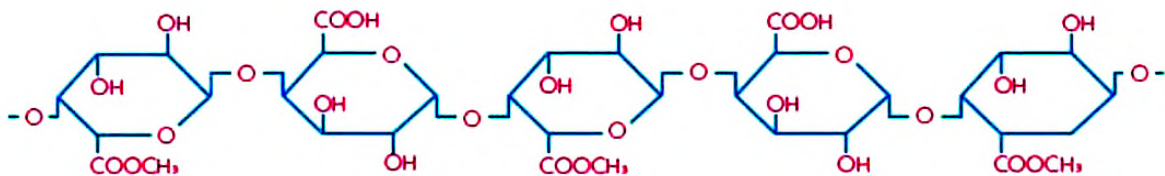


Figure II.5 : Pectine hautement méthyle (DM 60%)

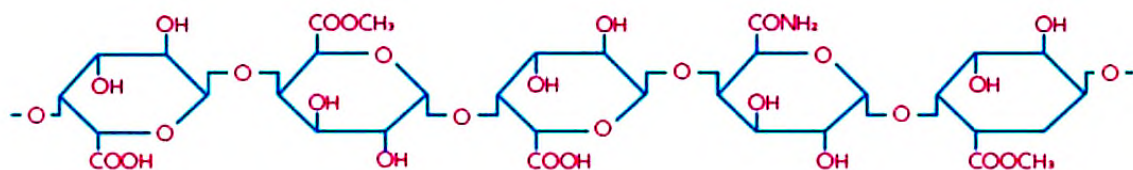


Figure II.6 : Pectine faiblement méthyle (DM 40%)

II.3. LES ETAPES DE PREPARATIONS DU CHARBON A BASE VEGETALE

Le charbon actif peut être préparé à partir de diverses matières riches en carbone, telles que les enveloppes de coco, les dates et les fruits de la brachichitone, dépend de la nature de l'absorption et des pores de carbone activés sur le type de matières premières utilisées dans la fabrication, dans Ajout à la méthode utilisée pour l'activer.

II.3.1. Préparation de charbon actif à partir de coquilles des noix et les noyaux dattes :

Les noyaux de dattes ont été abondamment lavés à l'eau distillée puis séchés à l'étuve à 105°C pendant 24 heures. Ils sont ensuite broyés et tamisés pour ne retenir que la fraction comprise entre 0,5 et 2 mm. Les grains retenus sont prétraités chimiquement avant carbonisation. Cette activation chimique peut se faire aussi après carbonisation.



Figure II.7 : (a) coquilles des noix (b) les noyaux de dattes

La technique consiste à introduire dans un réacteur, un mélange contenant une masse déterminée de la fraction choisie de noyaux de dattes avec l'oxydant acide nitrique à 10% ou phosphorique concentré dans un rapport volumique eau-acide de 1/1.

Le réacteur est muni d'un thermostat, d'un réfrigérant, d'un thermomètre de contrôle et d'une agitation en continu. Le mélange réactionnel est maintenu à 100°C pendant un temps de contact de 1 heure. Le début du temps de contact est fixé à partir de l'instant où la température atteint 100°C. Une fois activé, les noyaux de dattes sont récupérés du réacteur pour être séchés à l'étuve à 105°C pendant 24 heures, puis conservés à l'abri de l'air dans des flacons fermés hermétiquement jusqu'aux essais de carbonisation.

La carbonisation est réalisée dans l'enceinte d'un four tubulaire (Cyl) préchauffé à 600°C sous courant de vapeur d'eau. Cette température est maintenue pendant une durée de 3 heures pour obtenir un résidu sec exempt de résines ou autres composés non carboné. Il est à noter que la capacité oxydante du gaz carbonique peut être utilisée aussi, avec beaucoup de succès. Les résidus éventuels de carbonisation sont éliminés par un lavage abondant à l'acide chlorhydrique (10%) et l'eau distillée sous reflux jusqu'à neutralisation de l'eau de rinçage par vérification régulière du pH. Ce protocole utilisé par AnundoPolania, a permis de nettoyer la microporosité d'un charbon actif à base de noix de coco. Avant d'entreprendre les essais d'adsorption, le charbon ainsi traité est séché à l'étuve à 105 °C pendant au moins 8 heures. [5]

II.3.2. Préparation de charbon actif à partir de *Brachychiton populneuse* :

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

Après un lavage à l'eau, nous avons effectué un découpage du déchet puis un séchage 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 a été réalisée par le $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 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. (6)



Figure II.8 : *Brachychiton populneus*

II.4. LES PARAMETRE INFLUENÇANT SUR LA PREPARATION DU CHARBON A BASE VEGETAUX

II.4.1. pH :

La mesure du pH du charbon actif a été faite selon la norme NF ISO 10390 (2005). Une masse de 5g de charbon actif a été mise en contact avec 50 ml d'eau distillée et sous agitation continue (500tr/min) pendant 30 min. Après une décantation de 3h, le pH du surnageant a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre muni d'un électrode combinée verre, Ag, AgCl. Le pH du charbon actif est de 6,47. [6]

II.4.2. Surface spécifique :

La valeur de la surface spécifique du charbon actif, mesurée par la méthode BET, a été donnée par le fournisseur (BIOCHEM). La surface spécifique du charbon actif est de 720 m²/g. [6]

II.4.3. Taille des particules :

L'analyse granulométrique a été réalisée, sur un échantillon de charbon sec (100g), à l'aide d'une série de tamis ayant des mailles allant de 63 à 250 µm. La taille des particules de charbon est inférieure ou égale à 150 µm. [6]

II.4.4. Taux d'humidité :

Le taux d'humidité a été déterminé par pesée différentielle d'une masse connue de charbon qui a été mise à sécher dans une étuve à 105°C jusqu'à poids constant. Le taux d'humidité se détermine selon la relation [6]

$$100 H = \frac{m_i - m_f}{m_i}$$

Références bibliographiques du 2^{er} chapitre

- [1] G. Hocine, purification d'une eau usée industrielle par des matériaux naturels et valorisation de la boue résultante, thèse doctorat LMD université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou.
- [2] Faris M.Al-oqla, SM sapuane, composites polymères renforcés de fibres naturelles dans les applications industrielles : faisabilité des fibres de palmier dattier pour une industrie, journal de la production plus propre, 1 mars 2014
- [3] L.Karima, Préparation et caractérisation de carbones activés à partir de mélange de précurseurs lignocellulosiques, diplôme doctorat en science université Abedellhamid ibn badis Mostaganem
- [4] B. Khaled bechki, préparation et caractérisation du charbon actif à partir des noyaux du palmier dattier et des coquilles des noix.
- [5] Ch. Nihed, B. Kenza, Etude de régénération de charbon actif préparé à partir de la biomasse, diplôme master, université Mohammed seddik ben Yahia Jijel
- [6] D.Farah, Adsorption d'un polluant pharmaceutique (spiramycine) sur charbon actif, diplôme d'ingénieur d'état en génie chimique, école nationale polytechnique

C *Chapitre III*

CARACTERISATION DU CHARBON ACTIF

La caractérisation de nanoparticules synthétisées nécessite différents techniques de caractérisation généralement sont : L'indice d'iode, L'indice d'acide, le bleu de méthylène, la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier (FTIR), ces techniques sont décrites dans les paragraphes ci – dessous, la théorie BET à la mesure des surfaces (isotherme BET “ Brunauer – Emet – Teller”), Analyses thermogravimétriques (ATG), ces techniques sont décrites dans les paragraphes ci-dessous

III.1. ANALYSES THERMOGRAVIMÉTRIQUES ATG

L'analyse thermogravimétrique (ATG) consiste en la mesure de la variation de masse d'un Echantillon en fonction de la température. Elle a été effectuée sur une thermo balance SDT Q600 (TA Instruments) sous atmosphère contrôlée (azote) pour éviter la combustion du charbon Dans le cas des charbons neufs, l'ATG permet d'évaluer grossièrement la quantité de fonctions de Surface et leurs proportions (d'après les températures caractéristiques de décomposition). Dans le cas des charbons usagés, elle permet de mettre en évidence (par comparaison avec les Charbons neufs) la quantité de produits lourds déposés dans les pores du CA par couplage oxydant. Le CA à analyser (10 à 15 mg) est placé dans le creuset échantillon alors qu'un creuset vide est Placé sur le bras référence de la balance. Le four commence à chauffer, l'élévation de température Peut s'effectuer de la température ambiante jusqu'à 1500°C suivant une rampe de 10°C par minute. [1]



Figure III.1 : Analyses thermogravimétriques ATG

III.2. DETERMINATION LA MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en Anglais) est une technique de microscopie électronique basée sur le principe Des interactions Electrons-matière, capable de produire des images de la surface d'un échantillon. Fondé sur les travaux de Max Knoll et Manfred Von Ardenne dans les années 1930, le principe du MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en Réponse, réémet certaines particules. Ces particules sont analysées par différents détecteurs qui Permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface. Suite à l'excitation des atomes présents dans le matériau par interaction avec les électrons Incidents, des photons X sont émis (processus de désexcitation). Le volume d'émission des photons X, de l'ordre du μm^3 , dépend de l'énergie des électrons incidents, du numéro atomique moyen de L'échantillon cible et de l'énergie du niveau initialement ionisé. [1]

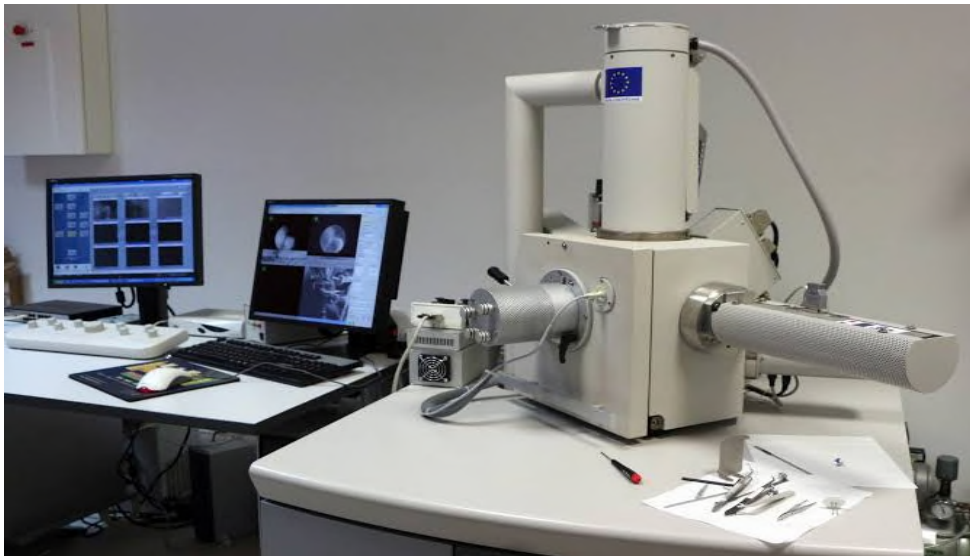


Figure III.2 : La microscopie électronique à balayage (MEB)

III.3. DETERMINATION DES SURFACES SPECIFIQUES BET « Brunauer – Emmett – Teller »

Les surfaces spécifiques BET, les volumes microporeux et méso poreux des carbones ont été Déterminés par adsorption-désorption de N_2 à 77K et adsorption de CO_2 à 273K à l'aide d'un Sorptomètre (ASAP 2020, Micromeritics). Les échantillons ont été préalablement séchés mis dans un dessiccateur contenant du gel de Silice puis dégazés à 250°C pendant un temps de

12 heures et sous vide à 2×10^{-2} mm Hg. La surface BET a été déterminée sur une plage de P/P° allant de 0,01 à 0,05. La distribution De tailles de pores est obtenue grâce à un modèle de pores en (modèle $N_2@77$ -Carb Finité Pores, $A_s=12$, 2D-NLDFT, Régularisation = 0,0316, simulé par NLDFT (Non LinearDensity) [1]



Figure III.3 : Appareil BET

III.4. DETERMINATION DE L'INDICE DU BLEU DE METHYLENE

La capacité d'adsorption du charbon actif dépend de sa structure poreuse ; les Charbons actifs de structure méso poreuse permettent d'adsorber des molécules de la taille Moyenne, comme le colorant bleu de méthylène. L'adsorption du bleu de méthylène est Exprimée en g/100g (intervalle de 11 à 28 g/100 g). L'indice de bleu de méthylène (BM) Est généralement utilisé pour mesurer la macroporosité du charbon actif donc de son Pouvoir adsorbant vis-à-vis des grosses molécules de diamètre $\geq 1,5$ nm. Sur le plan Pratique, cet indice est déterminé en mettant 0,3 g de charbon actif en contact avec 100 ml. [3]



Figure III. 4 : le bleu de méthylène

III.5. CARACTERISATION PAR SPECTROSCOPIE INFRAROUGE

La technique infrarouge peut être utilisée pour l'identification de la structure Chimique et les groupements fonctionnels du sa préparé (Fig. 16). Pour cette Caractérisation, le charbon actif finement broyé est d'abord dispersé dans du KBr. L'ensemble échantillon-KBr, parfaitement broyé, est conditionné sous forme d'une pastille Mince et transparente. Le spectre IR est enregistré à l'aide d'un spectromètre à transformée De Fourier dans le domaine de nombres d'ondes comprises entre 400 et 4000 cm^{-1} En Utilisant 32 scans, et une résolution de 4 cm^{-1} Rosita ni et al, (1987) ont pu montrer une relation entre l'aire des bandes d'absorption des Fonctions de surface et les caractéristiques acido-basiques du charbon actif. [3]



Figure III. 5 : Appareil de spectroscopie infrarouge (FTIR)

Références bibliographiques du 3^{ème} chapitre

- [1] A.catherine, Elimination de polluants aromatiques par oxydation catalytique sur charbon actif , doctorat de l'université de Toulouse
- [2] L.karima , préparation et caractérisation de carbones activés à partir de mélanges de précurseurs lignocellulosiques
- [3] KS. Rayane, valorisation des déchets agroalimentaires (noyaux des dattes – Phoenix dactylifera) pour l'élimination des pesticides organochlorés des eaux contaminées , doctorat l'université libanaise

Chapitre IV

METHODES DE PREPARATION DE CHARBON ACTIF Á PARTIR DES RESIDUS AGRICOLE

Dans ce chapitre, nous examinerons les principales méthodes de synthèse utilisées pour produire du charbon actif à base de résidus agricoles. Ces méthodes comprennent généralement des étapes clés telles que la préparation du matériau carboné, l'activation et le traitement post-synthèse. Chaque méthode a ses propres avantages et peut être adaptée en fonction des caractéristiques.

IV.1. SYNTHÈSE VERTE DE NANOPARTICULES DE CHARBON ACTIF UTILISANT LES DÉCHETS DU PALMIER À HUILE GRAPPES VIDES ET AGENT DE BIO-BOUCHAGE

Cette étude visait à préparer des nanoparticules de charbon actif à l'aide de déchets du palmier à huile grappe vides et agent de bio-bouchage.

IV.1.1. Préparation de charbon actif :

Les sacs vides de fruits de palme ont été coupés en petits morceaux, lavés à l'eau distillée, séchés pendant 14 jours à température ambiante, puis écrasés et brûlés à l'aide d'un four avec un flux d'oxygène à 300°C pendant 2 heures. Ensuite, le charbon de bois a été pulvérisé avec un tamis à mailles numéro 120, puis stocké dans un contenant sec. La procédure d'activation chimique a été réalisée en utilisant NaOH comme agent d'activation avec un rapport de masse de charbon de bois et de NaOH égal à 1:2. Le charbon de bois a été trempé dans une solution de NaOH sous agitation jusqu'à ce que la solution devienne homogène. Ensuite, il a été conservé pendant 24 heures. Le mélange a été filtré et séché pendant 24 heures supplémentaires avant d'être physiquement activé. L'activation physique a été effectuée en brûlant le charbon de bois dans un flux de gaz azote (débit de 150 cm³/min) pendant 1 heure à une température de 600 °C. L'échantillon de charbon activé a ensuite été refroidi et lavé avec une solution de HCl à 0,05 M et de l'eau distillée chaude. Ensuite, il a été séché dans un four pendant 2 heures à 110 °C. Enfin, les échantillons ont été broyés, stockés et étiquetés comme AC. Le schéma de préparation du charbon activé à partir des sacs vides d'huile de palm .[22]

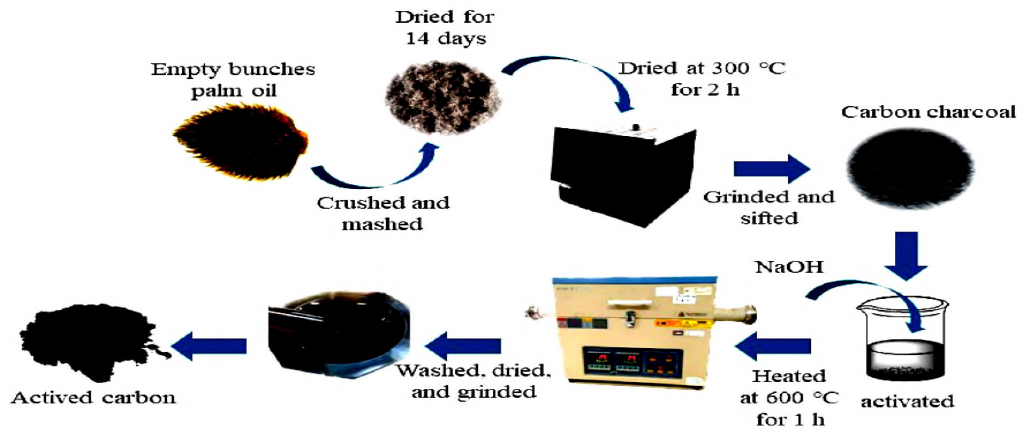


Figure IV. 1 : préparation de charbon actif à partir des sacs vides d'huile de palme

IV.1.2. Résultats de caractérisation :

a) Analyse par DRX:

Le diffractogramme de charbon actif préparé présenté dans la figure (IV.2) montre un large pic autour de $2\theta = 24.1^\circ$ avec un plan (002) qui indique la formation d'une structure amorphe. [23,24].

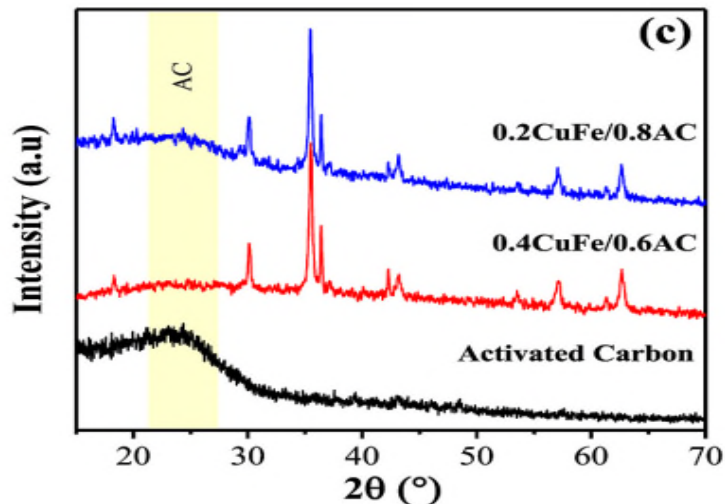


Figure IV.2 : Diffraction des rayons X (XRD) de l'échantillon charbon actif (AC) et des échantillons composites.

b) Analyse par FTIR :

Le spectre FTIR de charbon actif présenté dans la figure ci-après montre une faible absorption aux nombres d'onde de 753 cm^{-1} et 874 cm^{-1} , ce qui confirme la présence de vibrations C-H. La vibration de la liaison C-O des alcools, phénols et éthers est également observée aux nombres d'onde de 1015 cm^{-1} [25]. Le nombre d'onde de 1575 cm^{-1} montre la présence de vibrations C-C de groupes aromatiques dans l'échantillon AC. [25]

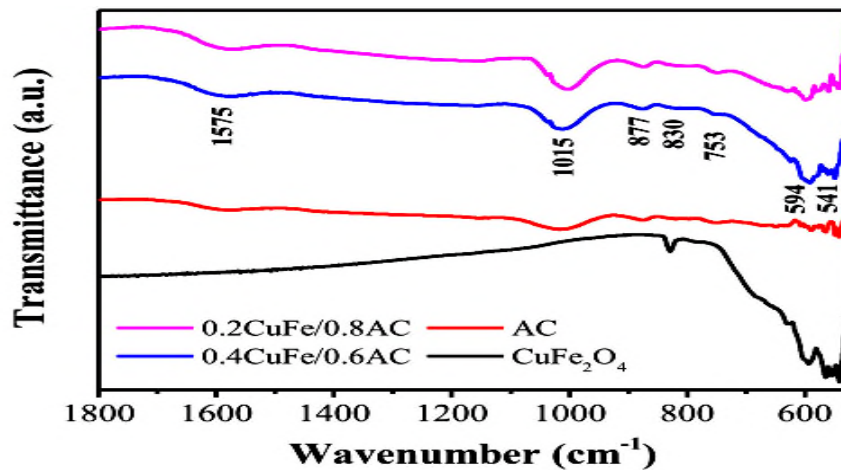


Figure IV.3 : Spectres FTIR des échantillons de CuFe_2O_4 , AC et composites.

c) Analyse par MEB :

La morphologie de surface et la composition élémentaire des échantillons de charbon actif préparé a été étudiée à l'aide de la microscopie électronique à balayage (MEB). Les micrographes MEB sont présentés dans la figure suivante, qui montre la morphologie du carbone activé obtenu à partir des résidus de fruits vides de palmiers à huile. Les pores de surface du carbone activé jouent un rôle important en tant que sites actifs dans le processus d'adsorption et la diffusion des molécules à adsorber. [25]

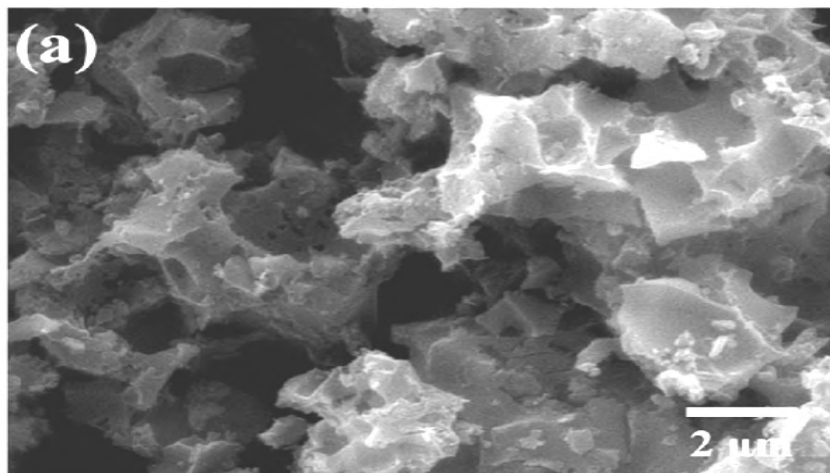


Figure IV.4 : Micrographie MEB de charbon activé

d) Analyse BET:

Pour évaluer la valeur de la surface spécifique en particulier ainsi que la structure poreuse, les isothermes d'adsorption-désorption d'azote ont été identifiées par la méthode de Brunauer-

Emmett-Teller (BET) et la taille et le volume des pores ont été analysés en utilisant la méthode Barrett-Joyner-Halenda (BJH).

La figure (IV.5) présente les isothermes d'adsorption-désorption. Selon la classification de l'IUPAC, tous les échantillons montrent des isothermes de type IV, ce qui est une caractérisation de leur disposition méso poreuse. La branche avant la boucle d'hystérésis correspond à l'adsorption en monocouche. En revanche, la boucle d'hystérésis est associée à la condensation capillaire dans des pores plus grossiers ou dans les interstices entre les particules de l'échantillon. Comme le montre la figure ci-dessous, la surface BET de l'échantillon de carbone présente une grande surface spécifique qui est de l'ordre de 395.7 m²/g tandis que le diamètre des pore est environ 19.23 Å avec un volume de 0.714 cm³/g. [22]

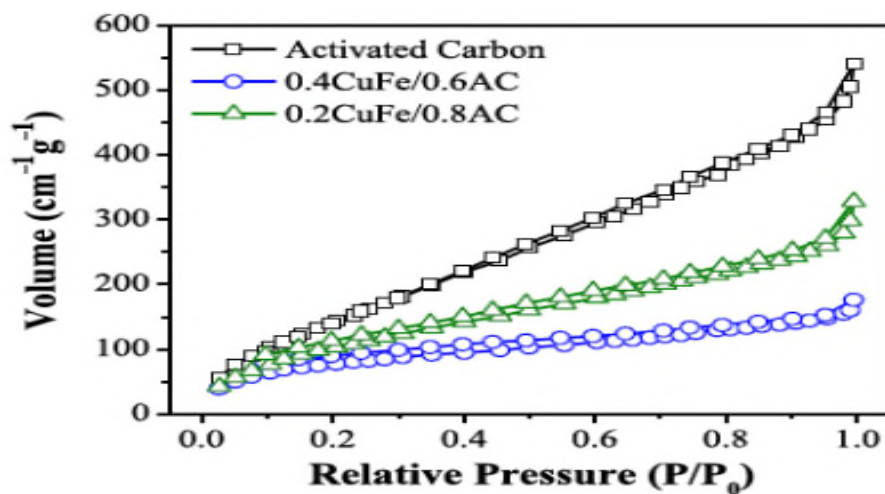


Figure IV.5 : Isothermes d'adsorption - désorption d'azote en utilisant la méthode BET.

IV.2. PREPARATION ET CARACTERISATION DE CARBONE ACTIVE IMPREGNE A PARTIR DE COQUE DE NOIX DE PALME ET DE COUILLE DE NOIX DE COCO POUR LA CAPTURE DE CO₂

Le charbon actif est produit à partir de coque de palmiste (PKS) et de coque de noix de coco (CS) par activation physique et chimique à la vapeur.

IV.2.1. Préparation du charbon actif :

➤ *Activation physique:*

La coque de palmiste (PKS) et la coque de noix de coco (CS) ont été chargées dans un réacteur qui a été chauffé par un four tubulaire électrique. Dans la phase initiale, le réacteur a été chauffé jusqu'à 300°C et a été maintenu à cette température pendant 30 minutes.

La température a ensuite été augmentée jusqu'à environ 800°C. À ce rythme, les PK et CS ont été complètement pyrolysés. L'eau était alors injecté au débit de 120 ml/h dans le réacteur pour

activer les échantillons. La réaction entre la vapeur d'eau et le carbone a été prise en place et les pores ont été générés. Après avoir terminé le processus d'activation, le réacteur a été refroidi, les échantillons ont été retirés et lavés à l'eau distillée.

➤ **Activation chimique :**

PKS et CS ont été mélangés avec une solution de $ZnCl_2$ avec le rapport 1: 1 (base massique) et conservés pendant environ 24h à température ambiante. Les échantillons ont ensuite été transférés dans un réacteur, un débit d'azote gazeux de 200 ml/min a été utilisé pour la création d'un environnement inerte à l'intérieur du réacteur et transport des composés volatils. Le réacteur a été chauffé à $550^\circ C$ et a été maintenu à cette température pendant environ 1 h. Une fois le processus d'activation terminé, le réacteur a été refroidi et les échantillon sont été retirés et lavés à plusieurs reprises pendant environ 5 fois avec de l'eau distillée pour éliminer le produit chimique d'excès des adsorbants. [12]

IV.2.2. Résultats de caractérisation

a) Analyse FTIR :

Les spectres FT-IR de charbon activé physiquement et chimiquement sont présentés dans la figure (IV.) Pour le carbone activé physiquement, la plupart des groupes fonctionnels ont clairement diminué car il a été produit à haute température ($800^\circ C$). Les groupes fonctionnels issus de la matière première ont été libérés sous forme de matières volatiles lorsque la chaleur a été appliquée à l'échantillon pendant le processus de carbonisation et d'activation.[12]

Cela prouve que le processus d'activation a réussi. Cependant, le charbon activé chimiquement a conservé certains groupes fonctionnels sensibles à l'IR, notamment le groupe fonctionnel C-O.

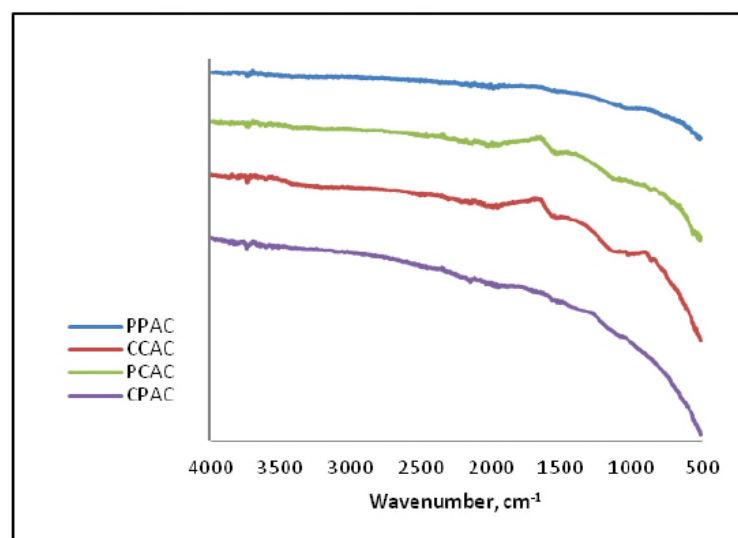


Figure IV.6 : Spectres FT-IR du charbon actif physique et chimique

b) Analyse BET :

La surface BET de charbon actif obtenue, pour tous les échantillons, était significativement élevée et se situe dans la plage acceptable de charbon actif commercial (500-1500 m²/g). En général, une surface BET élevée permet une capacité d'adsorption plus élevée car il est capable d'adsorber plusieurs gaz dans des conditions différentes. [13]

On peut observer que pour l'activation physique, CS a donné la plus grande surface BET (1011 m²/g) par rapport à PKS (584 m²/g) car le rendement de CS est plus élevé que celui de PKS. Cependant, pour l'échantillon activé chimiquement, le PKS a fourni une surface plus grande, 1223 m²/g, par rapport à CS, 953 m²/g. Cela est dû au fait que le ZnCl₂ en tant qu'agent d'activation a contribué à créer plus de nouveaux pores et à élargir les pores existants. Le charbon activé chimiquement de CS a donné une surface plus faible que le carbone activé physiquement de CS. Le carbone activé chimiquement de PKS a également présenté le plus grand volume de pores (0,70 cm³/g), suivi du carbone activé physiquement de CS (0,45 cm³/g), ce qui indique une adsorption de gaz plus élevée.

c) Analyse thermogravimétrique :

La figure (29 a) et (29 b) présentent les propriétés de décomposition thermique de charbon actif. À partir de la figure (IV.7a), on peut voir que la perte de poids significative s'est produite en dessous de 100°C, ce qui peut être lié à l'absorption d'humidité par le charbon actif. La perte de poids au-dessus de 600°C peut être liée à la phase de décomposition du carbone. La courbe d'analyse thermique différentielle (ATD) dans la figure (IV.7b) représente l'événement thermique dans la particule solide pendant le processus de chauffage de l'échantillon. L'événement thermique signifie que la chaleur est soit libérée, soit absorbée pendant le chauffage. Ainsi, une courbe d'ATD fournit des données sur les transformations qui se sont produites, telles que les transitions de verre, la cristallisation, la fusion et la sublimation.

La zone sous un pic d'ATD est le changement d'enthalpie et n'est pas affectée par la capacité thermique de l'échantillon. Lorsque la chaleur est absorbée (endothermique), la direction du pic est négative, tandis qu'elle est positive lorsque la chaleur est libérée. Cependant, la zone du pic est directement liée à la quantité de chaleur absorbée ou libérée. Dans cette étude, l'intensité du pic en dessous de 100°C est liée à la vaporisation de l'humidité absorbée par l'adsorbant. La zone de pic plus grande indique une adsorption plus élevée d'humidité par l'adsorbant respectif.

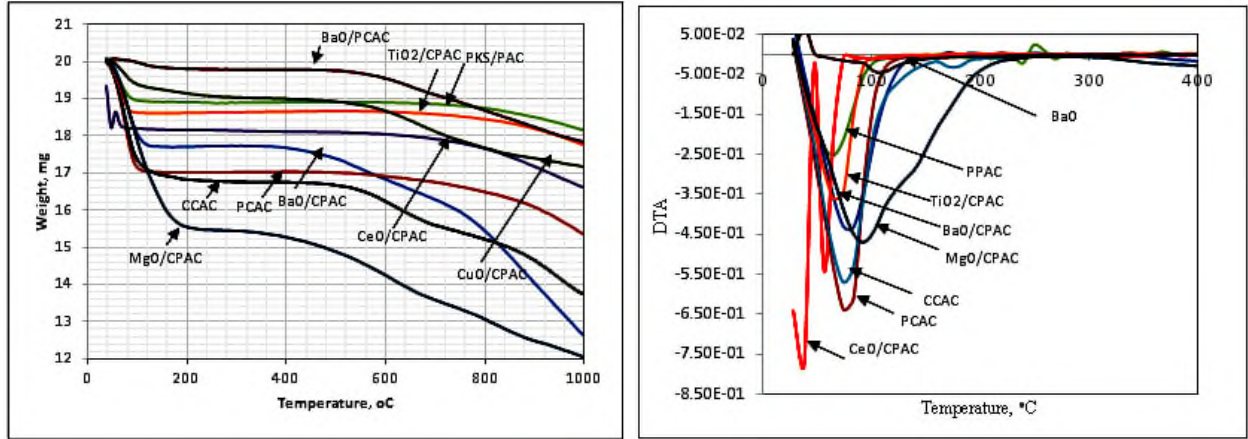


Figure IV.7: (a) Courbe de perte de poids par analyse thermogravimétrique (b) Courbe d'analyse thermique différentielle par analyse thermogravimétrique (DTA)

d) Analyse par diffraction des rayons X:

Le modèle XRD pour le charbon actif physique CS est illustré à la Figure IV.30 Pendant ce temps, la figure (b) représente le spectre du charbon actif chimique PKS et du PKS imprégné charbon actif chimique. A partir de ces chiffres, on peut observer que le charbon actif physique et chimique avant la processus d'imprégnation (CPAC, PPAC, CCAC, PCAC)présentent deux larges pics de diffraction situés à $2\theta = 20-30^\circ$ et $40-50^\circ$ qui a révélé la présence d'une structure amorphe qui est empilée de manière désordonnée par des anneaux de carbone et utile pour produire des adsorbant.Pour le charbon actif chimique non chargé (Fig.(b)), les pics pointus qui ont été observés à 31.3° , 33.8° et 36.1° pourraient être dus à la présence d'espèces de Zn qui ont été utilisées lors du processus d'activation chimique.

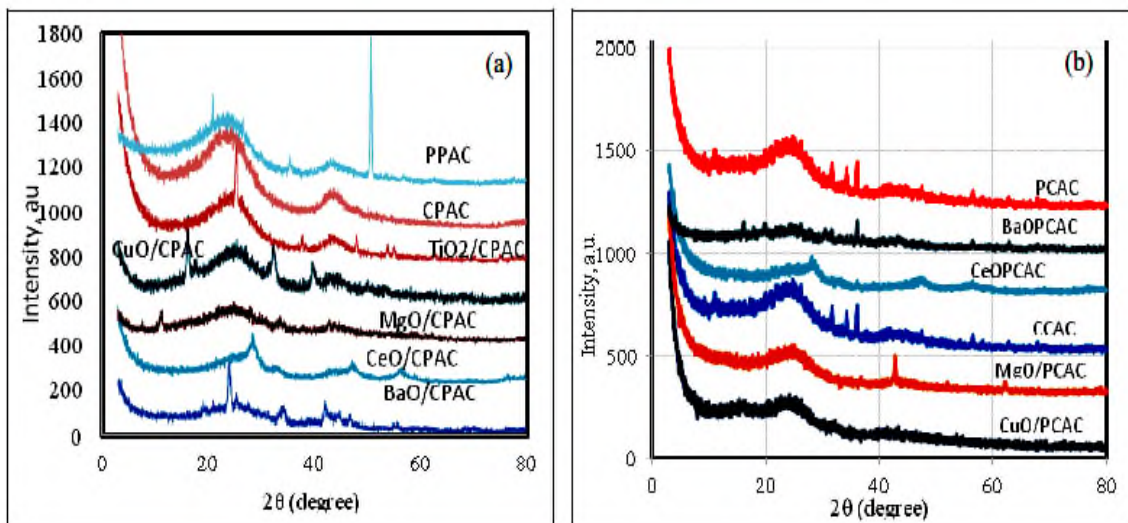


Figure IV.8 : (a) DRX pour le charbon activé physiquement de la coquille de noix de coco (CS) ; (b) DRX pour le charbon activé chimiquement de la coquille de noix de palme (PKS)

IV.3. L'ADSORPTION DE TENOFOVIR EN SOLUTION AQUEUSE SUR DU CARBONE ACTIVE PRODUIT A PARTIR DE TIGES DE MAÏS : APERÇUS A PARTIR D'EXPERIENCES DE SIMULATIONS DE DYNAMIQUE MOLECULAIRE ET DE CALCULS DFT.

L'objectif du procédé est d'évaluer l'adsorption, en utilisant du charbon actif produit à partir d'épis de maïs par activation thermochimique avec de l'acide phosphorique.

IV.3.1. Préparation du charbon actif :

Les tiges de maïs ont été rincées avec de l'eau distillée plusieurs fois. Ensuite, elles ont été séchées dans un four à 100 °C pendant 24 heures avant d'être broyées et tamisées jusqu'à obtenir une taille de particule finale de 200 µm. Le produit obtenu a été activé chimiquement en étant imprégné pendant une heure dans une solution de H₃PO₄ (85%) avec un rapport de masse de 1:1. Le mélange est ensuite soumis à une activation thermique à différentes températures de 300, 400, 500, 600 et 700 °C dans un four pendant une heure. Cependant, l'activation à 500 °C donne les meilleurs résultats d'adsorption. Après refroidissement, les produits chimiques en excès ont été éliminés de l'ACc produite en ajoutant du NaOH pour neutraliser l'acidité. L'ACc produite est ensuite lavé plusieurs fois avec de l'eau distillée jusqu'à atteindre un pH neutre pour éliminer le reste de l'agent d'activation, puis séchée dans un four à 100 °C pendant 24 heures.

IV.3.2. Résultats de caractérisation :

a) Propriétés physico-chimiques :

Les propriétés physico-chimiques des tiges de maïs montrent que la teneur en humidité dans les tiges de maïs est d'environ 7%, ce qui présente un avantage considérable pour l'obtention de charbon actif avec une haute valeur calorifique. De plus, la teneur en cendres est d'environ 6,67%. Ce paramètre a une influence importante sur la qualité de charbon actif. Cependant, une quantité élevée de cendres réduit la surface spécifique. En effet, la nature inorganique des cendres rend le processus d'activation difficile car elles bloquent les pores de la structure carbonée. Dans ce travail, les valeurs obtenues pour la perte au feu ou la matière volatile sont élevées. Elle est de 50% en poids, ce qui démontre que le matériau contient une forte teneur en matière organique et peut être approprié pour une production élevée de charbon actif. De plus, la détermination de l'indice d'iode est un test facile et rapide indiquant la microporosité de charbon actif. La valeur de l'indice d'iode obtenue lors de cette étude est de 1013,46 mg g⁻¹. Par conséquent, le charbon actif synthétisé serait capable d'éliminer les

molécules contaminantes de grande, moyenne et petite taille dans l'eau. [6]

b) Analyse thermogravimétrique :

Les résultats d'analyse TG et DTG présentée dans la Figure IV.9 montrent que la pyrolyse des tiges de maïs effectue trois étapes de décomposition thermique. La première perte de masse de 6% autour de 70°C est liée à l'élimination de l'humidité librement liée, tandis que la deuxième perte de 8% autour de 250°C est liée à l'élimination de l'eau liée. [15] La troisième perte de masse dans la plage de 250°C à 500°C est corrélée à la vaporisation de substances organiques volatiles telles que la dégradation de la cellulose et de l'hémicellulose et une partie de la lignine. L'échantillon atteint un taux de pyrolyse maximal de 28,57% à 500°C. Dans ce contexte, les tiges de maïs sont révélées comme un précurseur parfait pour la production de charbon actif, car 60% de leur masse sont une combinaison de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. En raison de la faible perte de masse après 500°C, les températures au-dessus de cette valeur sont désignées pour la carbonisation des tiges de maïs.[16] Par conséquent, des études expérimentales ont été menées à différentes températures dans la plage de 300 à 700°C pour déterminer la température optimale pour la synthèse de CA avec un rendement élevé et les caractéristiques désirées.

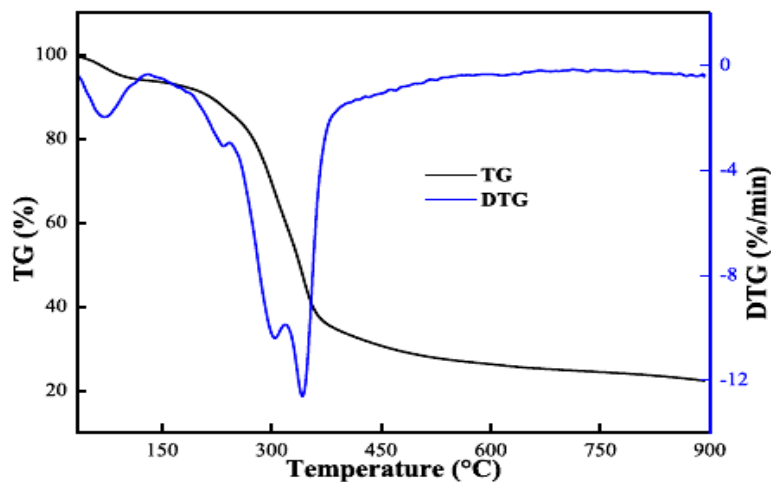


Figure IV.9 : TG/DTG des épis de maïs

c) Analyse FTIR :

Les spectres FTIR des tiges de maïs et de charbon préparé sont présentés dans la figure (32). Avant calcination, le spectre des tiges de maïs présente des bandes à 1635, 1037 et 897 cm^{-1} caractéristiques des pics d'absorption de la cellulose et de l'hémicellulose. Une structure moyenne standard des tiges de maïs est composée de 40 à 45 % de cellulose, de 31 à 39 % d'hémicellulose et de 14 à 18 % de lignine [17]. De plus, les bandes à 1508 cm^{-1} , 1419 cm^{-1} et

825 cm^{-1} sont liées au squelette aromatique des macromolécules de lignine. La zone entre 900 et 1300 cm^{-1} contient diverses bandes liées aux groupes de surface carbone-oxygène C-O-C et/ou C-O dans les acides, les phénols, les alcools, les éthers et/ou les groupes esters. Le pic à 1419 cm^{-1} correspond aux vibrations du squelette aromatique impliquant la déformation axiale des liaisons C-C. De plus, les bandes à 1579 et 1635 cm^{-1} indiquent les vibrations d'élongation du groupe C = C et C = O respectivement, tandis que la bande entre 2779 cm^{-1} et 2998 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation asymétrique et symétrique C-H des chaînes alkyles littérales. Les larges bandes entre 3670 cm^{-1} et 3000 cm^{-1} correspondent à l'élongation des hydroxyles liés par liaison hydrogène, des alcools ou de l'eau liée à la surface. Après calcination, l'intensité de certaines bandes diminue et d'autres disparaissent.

Ces résultats sont dus à la pyrolyse des tiges de maïs lors du processus de carbonisation et également à l'activation. L'apparition de nouvelles bandes pendant l'activation du carbone est observée. Comme la bande à 1055 cm^{-1} correspondant à C-O-C, la bande à 1155 cm^{-1} liée à la surface par des anhydrides contient des vibrations d'élongation C-O. La bande à 1577 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation des liaisons C=C de l'anneau aromatique existant en plus de celles des anneaux aromatiques ou de l'absorption de l'eau. À 1923 cm^{-1} , la présence d'une bande caractéristique des vibrations d'élongation harmonique de déformations C-H de l'anneau aromatique est observée, tandis que la bande à 2093 cm^{-1} est attribuée à l'élongation des liaisons C≡C(18). Le résultat de la spectroscopie FT-IR indique que le charbon actif produit à partir des tiges de maïs est riche en groupes fonctionnels de surface.

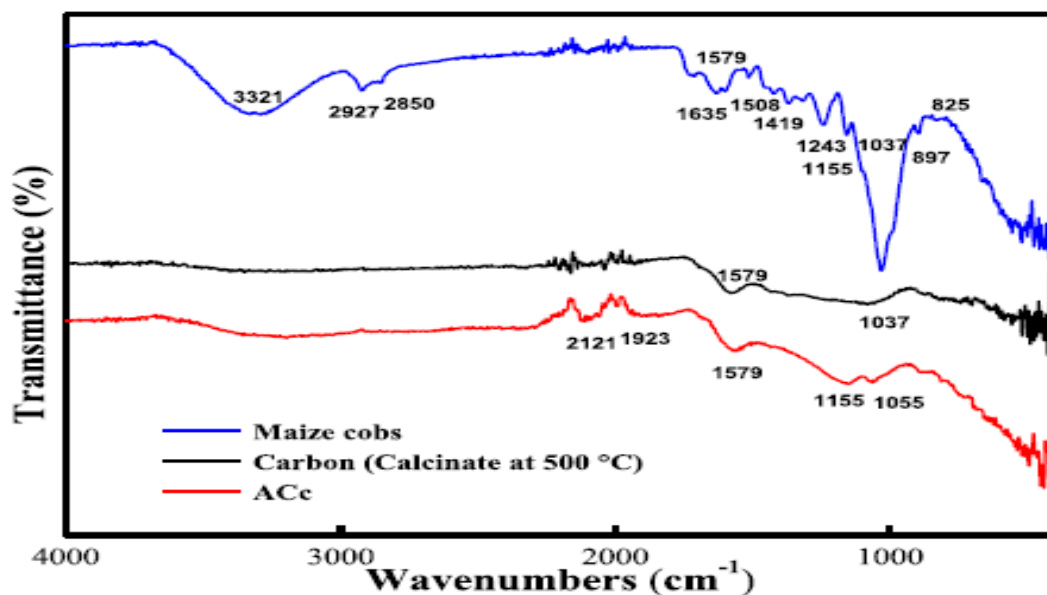


Figure IV.10 : Spectres FT-IR d'épis de maïs, de charbon actif

d) Analyse par MEB :

La morphologie de surface des épis de maïs et de charbon actif a été évaluée par analyse MEB **Figure IV.11** Les images MEB montrent que la surface des épis de maïs (Figure a) est plane, contient des fibres et a une structure compacte sans porosité visible. Cependant, la surface carbonée est présentée sous forme de plusieurs feuilles et montre plus de dommages en raison de la libération de composés volatils pendant le processus de carbonisation (Figure b). En revanche, la surface de charbon actif produite montre de nombreux pores (Figure c).

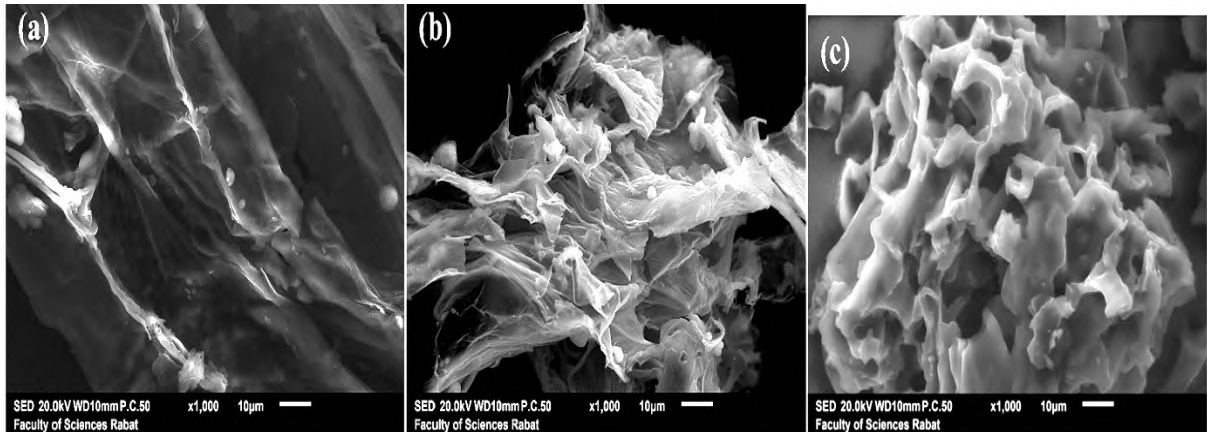


Figure IV.11 : Images MEB de (a) épis de maïs (b) carbone (c) charbon actif

Dans les spectres EDS de la Figure IV.12; la teneur en carbone (C) dans les épis de maïs est de 50,78% et celle en oxygène (O) est de 47,65%. Après carbonisation, une augmentation de la teneur en C (72,61%) et une diminution de la teneur en O (24,49%) ont été observées. En comparant les teneurs en C et O dans les différents échantillons, on a constaté que la variation de la teneur en différents éléments est plus importante dans le charbon actif que dans le carbone. La teneur en C augmente à 75,53% et la teneur en O diminue à 20,67%. Ces phénomènes indiquent que la présence de H₃PO₄ favorise la libération de composants contenant de l'oxygène tout en facilitant la carbonisation et en améliorant finalement la création de pores.

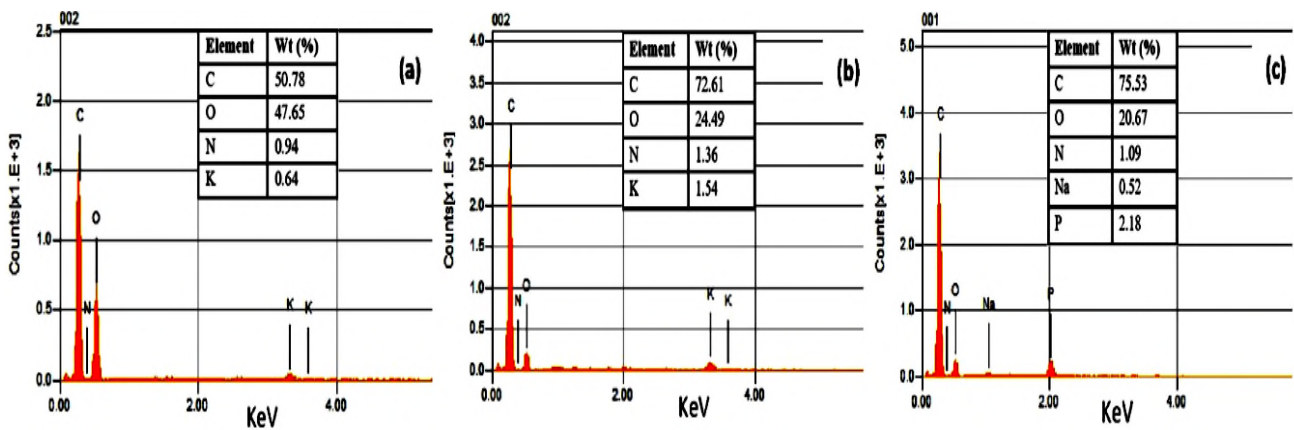


Figure IV.12 : Analyse EDS de (a) épis de maïs (b) carbone (c) charbon actif

e) Analyse DRX :

La nature amorphe ou cristalline de charbon actif a été déterminée par des études de DRX. Le profil DRX de charbon actif préparé est illustré dans la Figure IV.13. L'existence d'une large bande indique que le charbon actif produit a une structure amorphe formée de fragments de carbone microcristallin. En général, il y a trois parties dans le charbon actif : le carbone non structuré, le carbone de plan réticulaire unique et le microcristallin graphite-like. Les pics importants dans la plage de $2\theta = 20-30^\circ$ et $2\theta = 40-50^\circ$ étaient dus respectivement à la réflexion des plans (002) et (100). Le grand pic entre 20 et 30° peut être lié à une réflexion de type graphite, montrant l'apparition de certaines ordres de type graphite dans les plans moléculaire.

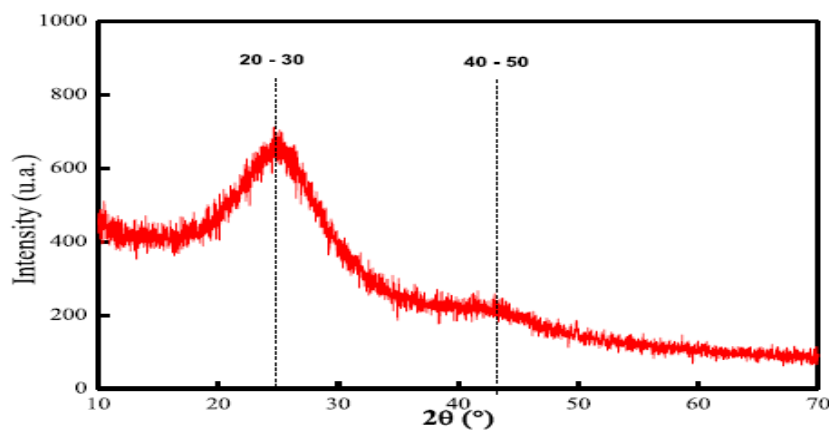


Figure IV.13 : DRX pour le charbon actif

IV.4. CARACTERISATION PHYSICO-CHEMIE DE LA COQUE DE NOYAU D'ABRICOT CARBONISEE EN TANT QUE PRECURSEUR POUR LA PREPARATION DE CHARBON ACTIF DANS L'UTILISATION DE TECHNOLOGIES PROPRES

IV.4.1. préparation de charbon :

Les propriétés de charbon actif ont été étudiées à partir de coques de noyaux d'abricots en tant que résidus de biomasse lignocellulosique provenant d'une usine de transformation locale de fruits. Après un lavage à l'eau et un séchage naturel de 24 heures, les échantillons de coques de noyaux d'abricots ont été placés dans un four à 105°C pendant 2 heures afin d'éliminer l'humidité résiduelle qui peut être absorbée sur les surfaces extérieures. Ensuite, ils ont été placés sur une plaque et laissés atteindre l'équilibre d'humidité avec les conditions atmosphériques du laboratoire pendant 24 heures. Par la suite, les échantillons testés ont été réduits par broyage. Après le broyage, l'échantillon est passé à travers un tamis avec une taille

de trou de $d_p \sim 1\text{mm}$ ($\sim 1000\ \mu\text{m}$). Les tailles de particules réelles ont été sélectionnées afin d'obtenir un développement d'une plus grande surface, avec des possibilités de création de micropores dans le biocharbon résultant.

Environ 20 g de matériau de départ ont été placés dans un réacteur. Pendant le processus de carbonisation, de l'azote purifié (N_2) a été utilisé comme gaz de purge afin d'éviter l'attaque de l'oxygène atmosphérique, la préparation de charbon actif est favorisée sans la présence d'oxygène et donc, la purge d'azote est nécessaire pour maintenir une atmosphère inerte à l'intérieur du réacteur). La température à l'intérieur du réacteur augmente progressivement jusqu'à $T = 850^\circ\text{C}$. Lorsque la température opérationnelle a atteint la valeur souhaitée, elle a été maintenue pendant 1 heure. [8]

IV.4.2. Résultats de caractérisation :

Les résultats d'analyses élémentaires des coques de noyaux d'abricots montrent une contribution dominante du carbone (46,88 %) et de l'oxygène (45,45 %), ce qui est en bon accord avec les plages typiques de ces éléments dans la plupart des précurseurs de biomasse (40-60 % pour le carbone et environ 45 % pour l'oxygène). Les teneurs élevées en carbone et en oxygène sont caractéristiques des résidus ligneux et agricoles. Par conséquent, la présence de ces éléments dans le précurseur lignocellulosique conduit à une formation de biocharbon plus importante, ainsi qu'à une valeur de VCS élevée du matériau carboné estimé. La concentration d'azote (N) est très faible, tandis que la concentration de soufre (S) tombe à zéro, ce qui est important pour les problèmes liés aux émissions négligeables de gaz nocifs attachés aux oxydes d'azote et de soufre. En considérant ces résultats, on peut conclure que le précurseur de biomasse représente un système qui peut contribuer de manière significative à la formation de biocharbon avec des caractéristiques physiques et chimiques beaucoup plus avantageuses.

a) Analyse ATG :

Les résultats TGA-DTG du processus de pyrolyse des coques de noyaux d'abricot ont été présentés dans la Figure IV.14. Les résultats ont montré trois principales étapes de décomposition : *étape I* (jusqu'à environ 155°C , perte de masse d'environ 3,41%) est attribuée à l'élimination de l'humidité, ce qui a entraîné une légère perte de masse dans la courbe TG.

étape II (de 259 à 630°C , pertes de masse d'environ 19,96% + 34,81% + 11,28%, respectivement) est la partie principale du processus de pyrolyse, connue sous le nom de zone pyrolytique active, au cours de laquelle la majorité de la perte de masse s'est produite (cumul d'environ 66,05% de la perte de masse de l'échantillon). Cette étape est caractérisée par deux

pics significatifs de DTG à 285,7 et 355,9°C, respectivement, qui correspondent à la décomposition thermique des molécules d'hémicellulose et de cellulose.

étape III (de 630 à 850°C, perte de masse d'environ 5,77%) qui a entraîné une perte de masse de 5,77%, correspond à la décomposition de la matière carbonée dans le résidu solide.

Il est important de noter que pendant la carbonisation des matériaux lignocellulosiques, de nombreux groupes fonctionnels sont éliminés et que des composants sont polymérisés en composants polyaromatiques de poids moléculaire plus élevé, qui sont plus difficiles à décomposer. La perte de masse résiduelle à 850°C est de 24,77%, ce qui représente le rendement en charbon actif formé. [10]

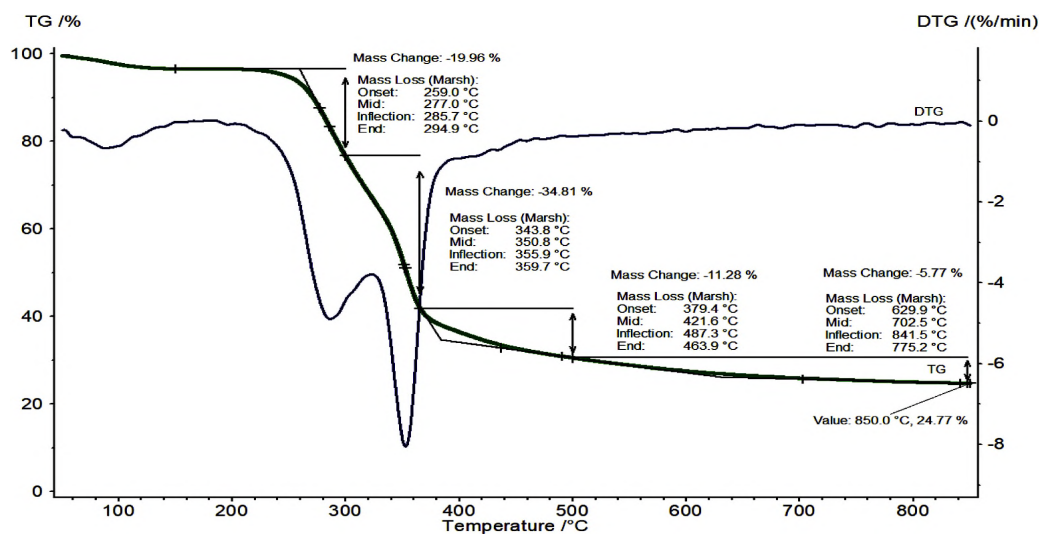


Figure IV.14 : Courbes TG-DTG du processus de pyrolyse des coques de noyaux d'abricot

b) Les résultats FTIR

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a été utilisée pour l'analyse de la composition des coques de noyaux d'abricot brutes et carbonisées à 850 °C. Les spectres FTIR correspondants sont présentés dans la figure (37) La coque de noyau d'abricot carbonisée montre un faible pic à 3455 cm^{-1} qui correspond aux groupes -OH, qui est probablement la conséquence de la décomposition des groupes phénoliques-hydroxyle. Le groupe carbonyle ester à 1734 cm^{-1} qui existait dans le spectre de l'échantillon brut a complètement disparu dans l'échantillon carbonisé, probablement en raison de la décomposition à haute température opérationnelle. En raison de la transformation des chaînes phényle, les vibrations squelettiques aromatiques de la lignine observées dans le spectre de l'échantillon brut à 1585 et 1505 cm^{-1} ont complètement disparu dans l'échantillon carbonisé. L'absence d'une bande à 1102 cm^{-1} indique une perte de -OCH_3 due à des réactions de désoxygénation. Le pic à environ 1026 cm^{-1} a presque complètement disparu, suggérant la décomposition des

hémicelluloses et de la cellulose. La réorganisation des macromolécules à haute température opérationnelle a provoqué la perte de la faible bande de flexion en plan aromatique C-H à 833 cm^{-1} .

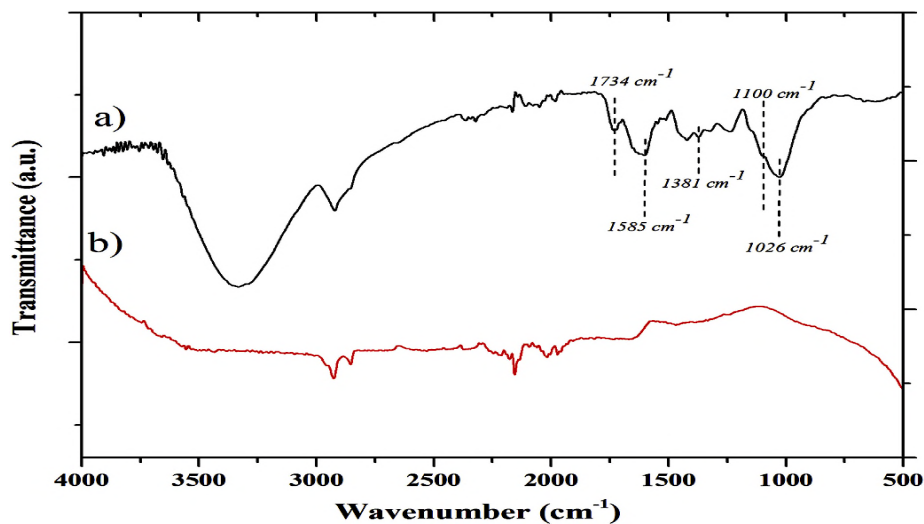


Figure IV.15 : Spectres FTIR des échantillons de coques de noyaux d'abricot brutes (a et b) carbonisées (à 850°C pendant 1 heure)

c) Analyse DRX

Le diagramme DRX de l'échantillon de coque de noyau d'abricot carbonisé à 850°C (1 h) est présenté dans la Figure IV.16

Le premier pic dans le spectre DRX de l'échantillon carbonisé montre un pic à $22,40^{\circ}$ (mais avec une intensité plus faible que celle de l'échantillon brut) qui est attribué au plan de réseau (002) est généralement une indication que le matériau pulvérulent est amorphe, le deuxième pic est situé à $43,75^{\circ}$, ce qui correspond à des cristallites de graphite, tandis que le déplacement vers l'autre, (plan de réseau (100)), indique que l'échantillon réel est hautement désordonné. Cependant, il doit être établi que la "bosse" entre 20 et 25° indique que l'échantillon donne une courte portée d'ordre, c'est-à-dire une indication d'une certaine cristallinité.

L'espace d calculé (à partir de l'équation de Bragg) de l'échantillon carbonisé à 850°C (1 h) est de $0,40\text{ nm}$, ce qui est plus grand que les $0,34\text{ nm}$ du graphite idéal. Étant donné que le microcristallite de carbone obtenu à partir de la biomasse est désordonné et assez instable.

Après le processus de carbonisation, l'intensité des pics de diffraction DRX indiqués est considérablement réduite, en raison de la transformation de la structure des glucides). La couche de carbone a tendance à devenir régulière, ce qui réduit la taille des mésopores et conduit à une augmentation de la microporosité. La structure amorphe peut s'expliquer par la rupture de multiples liaisons C-C (principalement celles des cycles aromatiques) en surface pendant le traitement. Pendant le processus, des processus de déshydratation et de déshydrogénation se produisent, suivis de la décomposition et de la destruction des liaisons

tridimensionnelles entre les différents constituants chimiques, c'est-à-dire les pseudo-composants de la biomasse (cellulose, hémicelluloses et lignine), pour former un squelette de feuilles de graphène entièrement désorganisées. [9]

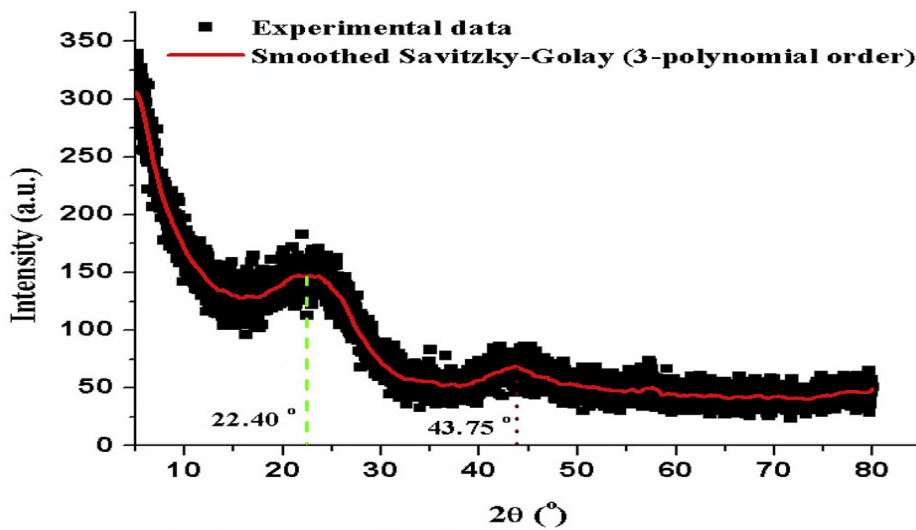


Figure IV.16 : Diffractogramme de coque de noyau d'abricot carbonisé à 850 °C (1 h)

d) adsorption-désorption de N_2 & distribution de la taille des pores :

La figure IV.7 a montre les isothermes d'adsorption-désorption de l'échantillon carbonisé en tant qu'adsorbant de biocharbon dans le cadre de l'analyse BET.

Les isothermes obtenues appartiennent aux isothermes de Type I et de Type II mixtes selon (IUPAC). L'absence d'hystérésis indique l'absence de mésoporosité et suggère que le produit contient principalement des micropores avec une contribution limitée de mésopores. Cependant, la mésoporosité du matériau est présente, car la courbe de désorption est plus élevée que la courbe d'adsorption dans la région de faible pression relative. La température de traitement élevée a influencé l'apparition de mésopores en raison du mécanisme d'élargissement des pores.

Les résultats de linéarisation de l'équation BET obtenue montrent une valeur négative élevée de la constante BET (-46,450), cette valeur négative de C résulte d'une intersection négative sur la courbe BET (la valeur obtenue est : $0,0002852 \pm 7,22126 \times 10^{-5}$) (figure (17 b)). Le modèle de BET prédit la création d'une monocouche entre 0,05 et 0,30). Cela est vrai pour les matériaux mésoporeux. Mais dans le cas des matériaux microporeux, les données d'adsorption indiquent que la monocouche est créée à une pression relative plus basse, de sorte que pour une surface spécifique presque identique, l'intersection peut être négative. Ces résultats confirment fortement que le bio-char obtenu possède une grande tendance vers une structure microporeuse très dominante.

Le matériau carbonisé se caractérise par une surface spécifique très élevée, à savoir $S_{BET} =$

$328,570 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$. En effet, le charbon actif analysé montre très probablement des structures poreuses bien développées. [10]

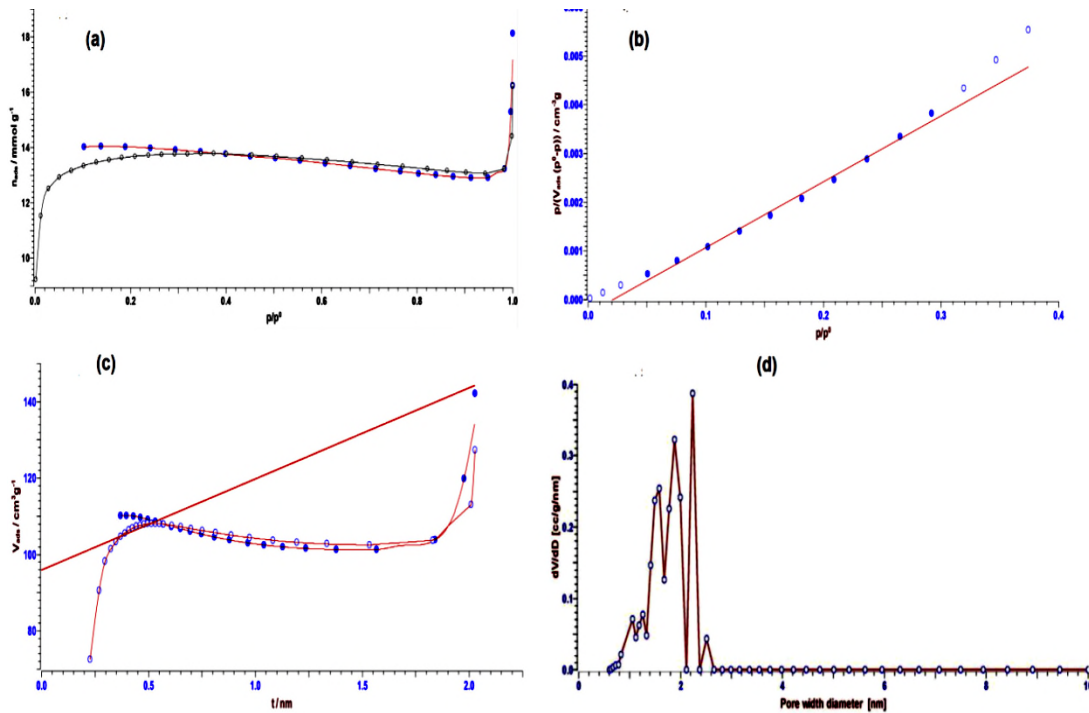


Figure IV.17 : (a) Isothermes d'adsorption du charbon actif, (b) méthode BET, (c) méthode t-plot, (d) distribution de la taille des pores (PSD)

La figure (17 c) présentant le tracé en t-plot montre une région non linéaire, ce qui indique la présence de pores de différentes tailles dans le charbon actif produit. Cette méthode est complémentaire à l'analyse de BET pour caractériser la distribution de taille des pores dans les matériaux poreux.

La valeur de la surface externe (surface des pores plus grands que les micropores) $S_{\text{meso}} = 36,72 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ qui appartient à la mésoporosité est beaucoup plus faible que celle identifiée pour la surface totale ($328,570 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$), il est évident que la microporosité domine puisque les micropores sont déjà présents. En fait, il se compose de la plus forte proportion de micropores avec des volumes plus petits, ce qui est en accord avec les résultats et les isothermes d'adsorption d'azote mesurées ci-dessus.

La distribution de la taille des pores (PSD) a été évaluée pour le charbon actif obtenu, ce qui est une caractéristique physique importante lors de la caractérisation et de la conception du matériau testé pour le stockage de gaz et les applications de séparation. Pour le tracé de la méthode BJH la figure (17 d) montre une distribution hétérogène avec plusieurs maximum de distribution de pores dans la l'intervalle allant des micropores aux mésopores. L'augmentation

rapide de la quantité d'adsorption $dV(D)$ dans la région des micropores, indique que les micropores ont constitué une partie importante du volume total des pores du charbon actif. Les micropores sont abondants avec plusieurs maxima de distribution situés à 1, 1,20, 1,50 et 1,80 nm, respectivement. Le pic de distribution des micropores le plus large et le plus expressif se situe exactement à 1,80 nm (dans l'intervalle des super-micropores selon la classification IUPAC des tailles de pores), suggérant la plus grande contribution de ces pores (inférieurs à 2 nm) dans le système. En revanche, la présence de macropores est manifestée par une distribution beaucoup plus étroite, mais avec une taille de pore maximale située à 2,24 nm à 0,388 de dV/dD .

On peut conclure que le matériau obtenu contient des micropores avec une variété de diamètres de pore, où les micropores de taille de 1,80 nm dominent, tandis que les macropores de taille de 2,24 nm sont représentés par la mésoporosité du matériau, mais avec un effet plutôt réduit. Ces résultats suggèrent que le bio-char obtenu est significativement composé de micropores.

e) Analyse MEB:

La figure IV.18 montre des images SEM de coques de noyaux d'abricots carbonisées avec différentes échelles de grandeur (x 250, x 500 et x 1000), avec des diamètres moyens d'environ 100 μm (a), 50 μm (b) et 10 μm (c), respectivement. On peut observer que l'échantillon de coques de noyaux d'abricots traité par carbonisation montre une morphologie de surface avec l'existence de certaines régions de trous (dans le coin inférieur gauche de la figure (40.a), la formation de certaines cavités et de pores rudimentaires résultant de l'espace créé par la volatilisation des composés organiques et de la teneur en humidité peut être observée sur la figure (40.a et 40.c). Les valeurs BET précédemment établies suggèrent un réseau de pores hautement développé à l'intérieur de l'échantillon de coques de noyaux d'abricots carbonisé. Néanmoins, une grande surface spécifique est également une conséquence de la création de nouveaux micropores, comme cela a été précédemment indiqué par une augmentation de la surface des micropores et de certains volumes de pores après la carbonisation. La morphologie de coques carbonisés est en accord avec les isothermes d'adsorption et cela confirme clairement que l'échantillon carbonisé contient des structures mésoporeuses, avec une multitude de mésopores et de micropores, avec un nombre moins élevé de macropores.

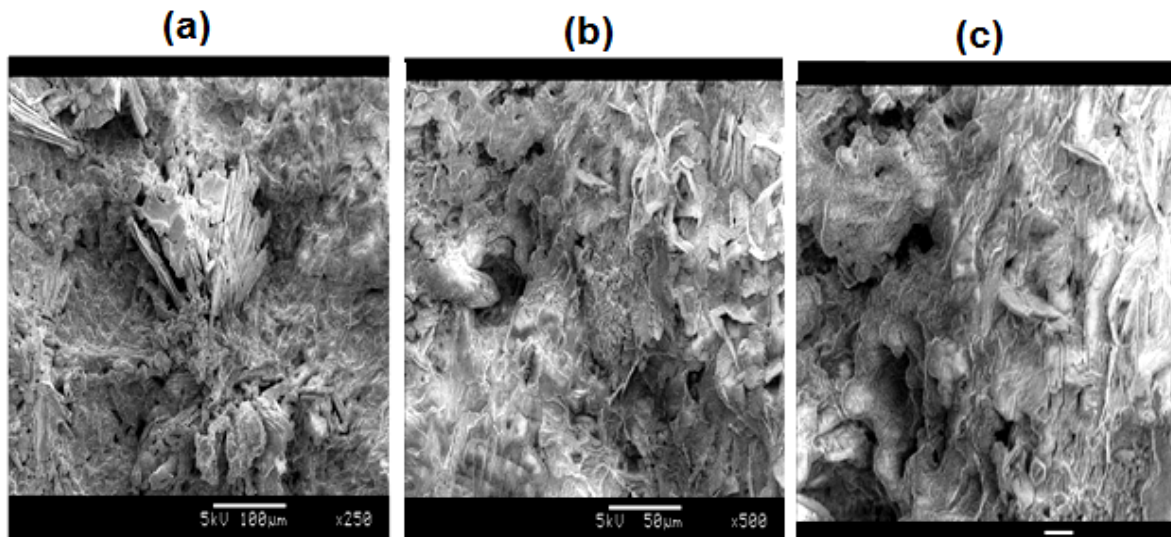


Figure IV.18 : Images MEB de charbon actif avec différentes échelles de grandeur :

(a) x250, (b) x500 et (c) x 1000.

IV.5. SYNTHÈSE VERTE DE NANOPARTICULES DE CHARBON ACTIF UTILISANT LE CAFÉ VERT AVEC ADSORPTION

Cette étude visait à préparer des nanoparticules de charbon actif à l'aide de café vert

IV.5.1. Préparation de charbon actif à partir de café vert :

Le café vert a été mélangé avec de l'eau distillée dans un rapport de 1:5 (p/v). Les échantillons ont été mélangés à une vitesse de brassage de 400 tr/min à une température de 100 °C pendant 20 minutes, puis la vitesse a été arrêtée. La température a été ajustée à 150 °C et maintenue pendant 15 minutes. Ensuite, la température a été portée à 200 °C et mélangée pendant 10 minutes à 400 tr/min. Ainsi, le café bouilli et cuit a été refroidi et décanté pendant 10 minutes. La phase supérieure (partie liquide) a été éliminée, tandis que la phase inférieure (partie solide) a été séchée au four pendant 24 heures à 70 °C.

Pour les expériences, le premier ensemble d'expériences Taguchi a été préparé avec 9 échantillons. Le paramètre P1 représentait la concentration d'acide phosphorique, qui variait selon les paramètres utilisés pour le premier ensemble. P2 représentait la quantité de borate de zinc, tandis que P3 était le temps de séchage utilisant un four à micro-ondes. [26]

Dans le deuxième ensemble d'expériences, l'effet de la température de carbonisation a été examiné, avec des valeurs de température comprises entre 400 et 600 °C. Les paramètres considérés dans cet ensemble étaient le pourcentage d'acide phosphorique (P1), la quantité de borate de zinc (P2) et la température de carbonisation (P3a). [1]

Dans le troisième ensemble d'expériences, les valeurs de durée de carbonisation ont été fixées entre 30 et 90 minutes. Les paramètres analysés dans cet ensemble étaient le pourcentage d'acide phosphorique (P1), la quantité de borate de zinc (P2) et le temps de carbonisation (P3b).

IV.5.2. Caractérisations des charbons préparés :

a) Analyse par DRX:

L'analyse de l'appareil DRX a été effectuée pour obtenir des informations sur la structure des charbons actifs produit. Dans cette analyse, il a été possible d'obtenir des données sur les longueurs de liaison et les angles de liaison dans la structure par diffraction des rayons X. Les pics observés dans la figure IV.19 correspondaient environ à 25, 40 et 45 theta. Les pics principaux de la structure d'échantillon ont été observés à 25°, 40° et 45° pour un échantillon optimal. Les pics obtenus selon l'analyse XRD des échantillons optimaux du troisième ensemble coïncidaient avec les valeurs des pics de charbon actif conformément à la littérature. [26]

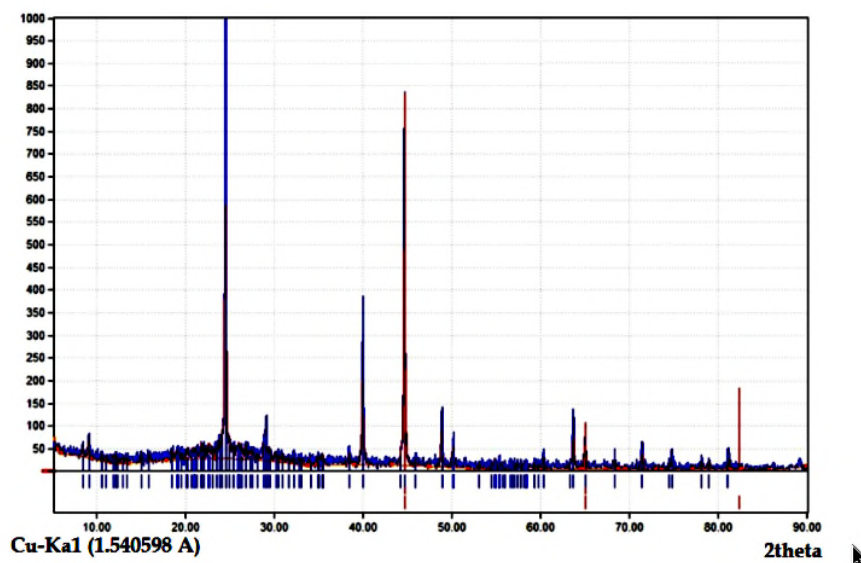


Figure IV.19 : Résultat d'analyse DRX du troisième ensemble pour un échantillon optimal

b) Analyse par FTIR :

Un appareil FT-IR (spectroscopie à transformation infrarouge de Fourier) a été utilisé pour déterminer les groupes fonctionnels du charbon actif produits et de procéder à une analyse des liaisons chimiques. L'appareil a donné les différentes valeurs d'absorbance résultant de l'absorption de la lumière infrarouge par les liaisons chimiques. Le pic obtenu autour de 2800 cm^{-1} était l'un des pics caractéristiques provenant des groupes aliphatiques ($-\text{CH}_3$ et $-\text{CH}_2-$). Les pics obtenus dans l'intervalle de 3200 à 3500 cm^{-1} étaient causés par la vibration OH et

résultaient de la présence d'eau chimiquement adsorbée et de groupes hydroxyle à la surface. La présence du groupe carbonyle formé par la tension des liaisons C=C indiquait le pic obtenu dans la plage de 1600 à 1650 cm^{-1} . Les pics dans l'intervalle de 1400 à 1600 cm^{-1} étaient formés par des vibrations causées par l'anneau aromatique. Les pics autour de 850 cm^{-1} représentaient la vibration CH. En conséquence, les données d'analyse ont montré une compatibilité avec la littérature et du charbon actif a été produit avec succès Figure IV.20.

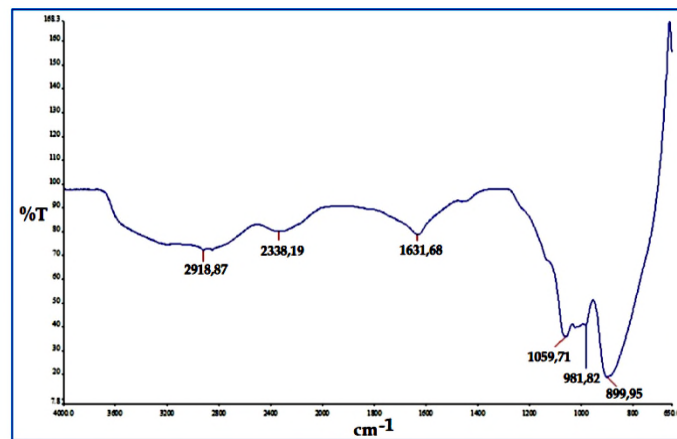


Figure IV.20 : Résultat d'analyse FTIR du troisième ensemble pour l'échantillon optimal

c) Analyse par MEB :

Dans cette étude, une analyse MEB a été effectuée pour examiner la structure de charbon actif après activation. L'analyse a examiné les surfaces des échantillons optimaux appartenant au troisième ensemble. La figure IV.21 de charbon actif optimal du troisième ensemble avec une magnification x250, montre que la porosité était présente à la surface et qu'elle avait une structure micro et mésoporeuse à la magnification x10000. De plus, morphologiquement, il est bien clair que des particules sphériques étaient distribuées en masses à la surface. La taille des particules du troisième ensemble a été modifiée dans l'intervalle de 1 à 2 μm pour l'échantillon optimal. [26]

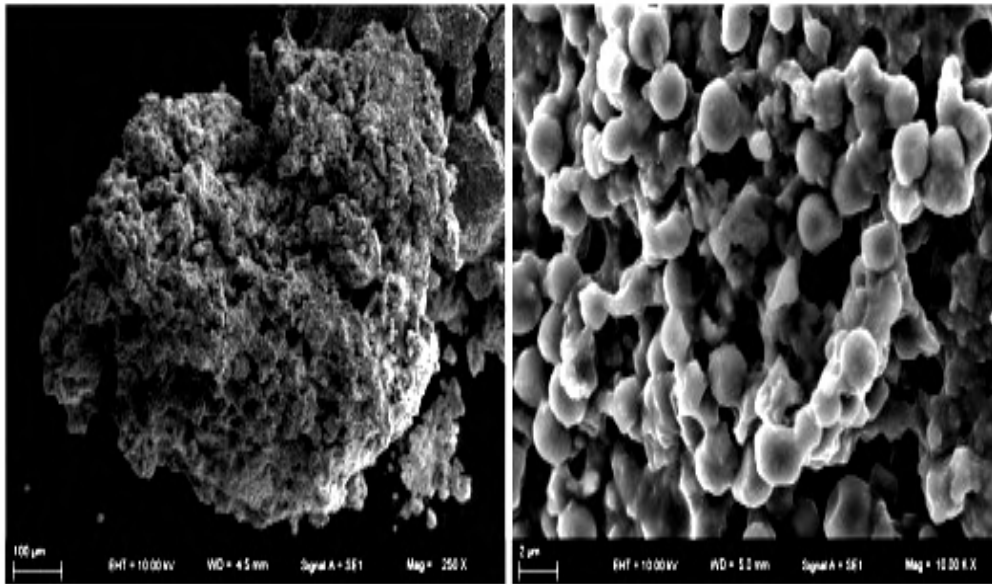


Figure IV.21 : Images MEB du troisième ensemble pour un échantillon optimal (x250 et x10000)

d) Analyse BET :

Une analyse BET a été effectuée pour étudier l'effet du temps de séchage aux micro-ondes, de la température de carbonisation et temps de carbonisation sur la surface du charbon actif.

En résultat de l'analyse BET effectuée sur l'échantillon optimal (échantillon 6) du premier ensemble d'expériences, la surface était de 59.044 m²/g, le volume de pores était de 0,084 cm³/g et le diamètre des pores était de 0,980 nm. En résultat de l'analyse BET du charbon actif commercial obtenu à partir du charbon, il a été déterminé que la surface était de 888.440 m²/g, le volume de pores était de 0,583 cm³/g et le diamètre des pores était de 1,116 nm. Lorsque les résultats de l'analyse BET de cette étude ont été comparés aux exemples de littérature, il a été constaté que les résultats étaient compatibles. [26]

IV.6. ADSORPTION DU COLORANT TEXTILE JAUNE 11 SUR DU CHARBON ACTIF ISSU DE LA COQUE D'ARACHIDE

Cette étude consiste à optimiser la capacité d'adsorption du charbon actif des coques d'arachide utilisé pour éliminer le colorant jaune 11 (CJ 11) de la solution. Charbon des coquilles d'arachide de la sous-espèce hypogaea (*Arachishypogaeassp. hypogaea*) type Virginia de mankono et sous-espèce fastigiata

IV.6.1. Préparation de charbon actif :

Les coques de cacahuètes ont été lavées, puis séchées à 75°C pendant trois jours. Le matériau est d'abord coupé en petits morceaux et plongé dans une solution d'acide ortho phosphorique 10% pendant 24 heures, suivi d'un séchage à l'étuve à 75°C pendant 72 heures. Après séchage, le matériau pyrolyse à 450 degrés 0 contre. 1h30. Après calcination, le charbon résultant a été refroidi et lavé plusieurs fois à l'eau distillée jusqu'à obtenir de l'eau de rinçage avec un pH compris entre 6 et 7, puis sécher à nouveau dans une étuve à 75°C pendant 72 heures. Enfin le charbon est broyer à l'aide d'un mortier, puis tamiser pour homogénéiser la granulométrie. [16,17]

IV.6.2. Résultats de caractérisation :

a) Analyse par MEB:

Une étude morphologique, par observation au microscope électronique à balayage (MEB), a été réalisée afin d'analyser la structure des particules de charbon et leur texture. Les observations du charbon sont présentées sur la figure IV.22

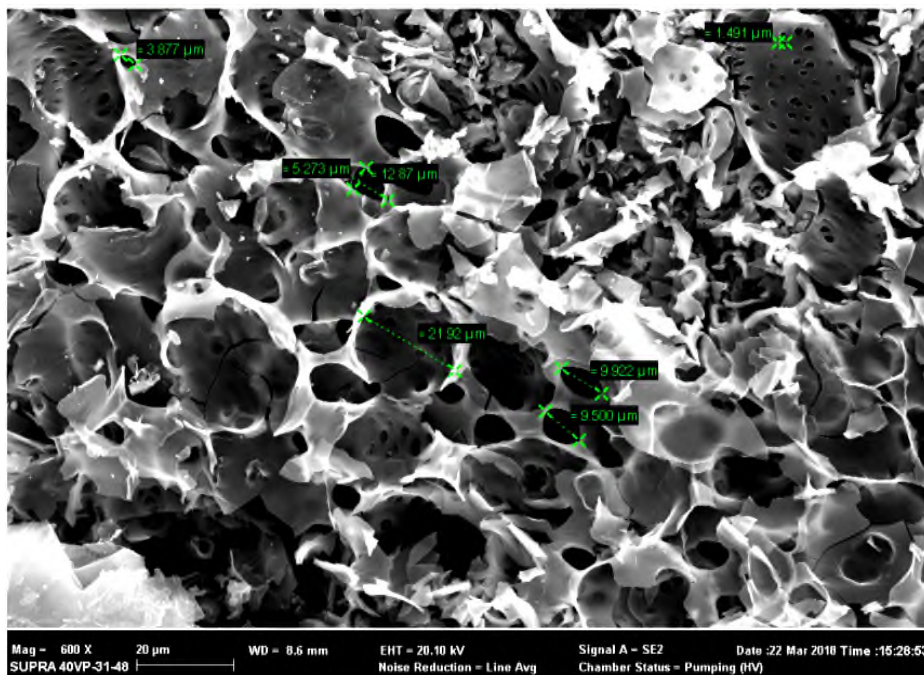


Figure IV.22 : Image MEB de charbon actif.

Les images font apparaitre une distribution hétérogène de pores sur les particules de charbon, avec des tailles allant de 1 à 25 µm. En effet, le but de l'examen par la MEB est d'illustrer la porosité surtout celle créée par l'activation. Une porosité développée permet d'augmenter la surface spécifique de charbon et, en conséquence, le nombre de sites actifs sur lesquels peuvent se fixer éventuellement les molécules. De même, une observation à fort

grossissement révèle la présence d'une porosité interne avec des tailles de pore de l'ordre du μm . Cette porosité interne va contribuer à accroître la surface spécifique et contribuer à augmenter la capacité d'adsorption. [17]

b) Analyses par l'indice d'iode :

L'indice d'iode est mesuré pour évaluer la capacité d'adsorption du charbon actif, notamment la capacité d'adsorption dans les micropores, pores de dimensions comprises entre 1,0 et 1,5 nm. Pour qu'un charbon actif ait la capacité d'adsorber les molécules, son indice d'iode doit être compris entre 600 et 1100 mg/g. La valeur de l'indice d'iode obtenue encours de cette étude est de 955,04 mg/g ; ainsi ce charbon actif serait capable d'éliminer des eaux contaminées par de grosses moyennes et petites molécules. [17]

Références bibliographiques du 4^{ème} chapitre

- [1] M. Trachi, N. Bourfils, S. Benamara, H. Gougam, "Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de la coquille d'amande (*Prunus amygdalus*), " *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 18, pp. 492-502, 2014.
- [2] C. K. Balogoun, M. L. Bawa, S. Ossen et M. Aina, "Préparation des charbons actifs par voie chimique à l'acide phosphorique à base de coques de noix de coco," *Int. J. Biol. Chem. Sci* 9(1), pp. 563-580, Février 2015
- [3] B. Janković, N. Manić, V. Dodevski, I. Radović, M. Pijović, Đ. Katnić, G. Tasić, Physico-chemical characterization of carbonized apricot kernel shell as precursor for activated carbon preparation in clean technology utilization.
- [4] Krumins, J., Klavins, M., Seglins, V., Kaup, E., 2012. Comparative study of peat composition by using FT-IR spectroscopy. *Mater. Sci. Appl. Chem.* 26, 106-114
- [5] Via, B.K., Fasina, O., Pan, H., 2011. Assessment of pine biomass density through midinfrared spectroscopy and multivariate modeling. *Bioresour.* 6, 807-822.
- [6] Nikonenko, N.A., Buslov, D.K., Sushko, N.I., Zhbakov, R.G., 2000. Investigation of stretching vibrations of glycosidic linkages in disaccharides and polysaccharides with use of IR spectra deconvolution. *Biopolymers* 57, 257-262.
- [7] Cao, J., Xiao, G., Xu, X., Shen, D., Jin, B., 2013. Study on carbonization of lignin by TGFTIR and high-temperature carbonization reactor. *Fuel Process. Technol.* 106, 41-47
- [8] Sandford, S.A., Bernstein, M.P., Materese, C.K., 2013. The infrared spectra of polycyclic aromatic hydrocarbons with excess peripheral H atoms (Hn-PAHs) and their relation to the 3.4 and 6.9 mm PAH emission features. *Astrophys. J. Suppl.* 205 (8), 1-30.
- [9] Yang, H., Yan, R., Chen, H., Lee, D.H., Zheng, C., 2007. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel* 86, 1781-1788.
- [10] A.R Hidayu, N. Muda ; Preparation and characterization of impregnated activated carbon from palm kernel shell and coconut shell for CO₂ capture, *Procedia Engineering* 148 (2016) 106 – 113.
- [11] S. Ajebli , G. Kaichouh , M. Khachani , H. Babas , M. El Karbane , I. Warad , Z.S. Safi, . A.Berisha , V. Mehmeti , A. Guenbour , A. Bellaouchou , A. Zarrouk, The adsorption of Tenofovir in aqueous solution on activated carbon produced from maize cobs.
- [12] A. Yacob, Comparison of various sources of high surface area carbon prepared by different types of activation, *The Malaysian Journal of Analytical Sciences.* 12 (2008), 264-271.
- [13] G. Skodras, I. Diamantopoulou, A. Zabaniotou, G. Stavropoulos, and G. P. Sakellariopoulos, Enhanced mercury adsorption in activated carbons from biomass materials and waste tires, *Fuel Processing Technology.* 88 (2007), 749-758.
- [14] Y. Sun, P.A. Webley, Preparation of activated carbons from corncob with large specific surface area by a variety of chemical activators and their application in gas

- [15] J. Zhu, Y. Li, L. Xu, Z. Liu, Removal of toluene from waste gas by adsorption-desorption process using corncob-based activated carbons as adsorbents, *Ecotoxicol. Environ. Saf.* 165 (2018) 115–125,
- [16] A. Arumugam, V.V. Malolan, V. Ponnusami, *Contemporary Pretreatment Strategies for Bioethanol Production from Corncobs: A Comprehensive Review*, Springer, Netherlands 12 (2) (2021) 577–612
- [17] T.C. Egbosiuba, A.S. Abdulkareem, A.S. Kovo, E.A. Afolabi, J.O. Tijani, M. Auta, W. D. Roos, *Chemical Engineering Research and Design* Ultrasonic enhanced adsorption of methylene blue onto the optimized surface area of activated carbon : Adsorption isotherm, kinetics and thermodynamics, *Chem. Eng. Res. Des.* 153(2019) 315–336
- [18] Rahmayeni *, Tio Putra Wendari, Heri Mafiraji Atmoko, Yeni Stiadi, Yulia Eka Putri, Zulhadjri CuFe₂O₄/activated carbon nanocomposite for efficient photocatalytic degradation of dye: Green synthesis approaches using the waste of oil palm empty bunches and bio-capping agent *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering* 7 (2023) 100305
- [19] G̃ozde Bozacı, Nil Acaralı *Chemical production of activated carbon from green coffee with adsorption isotherm support by Taguchi model *Journal of the Indian Chemical Society* 100 (2023) 100864
- [20] Dingzheng Wang, Deqing Zhu ↑, Jian Pan, Zhengqi Guo, Congcong Yang, Hongyu Tian, Yuxiao Xue; Integration of preparation of K, Na-embedded activated carbon and reduction of Zn-bearing dusts *International Journal of Mining Science and Technology* 32 (2022) 627–636
- [21] Simba Biti a, Alan Mccue b, Davide Dionisi a, Inês Graça a, Claudia Fern´andez Mart´ın *,a,c Sustainable microcrystalline cellulose-based activated carbons for a greener carbon capture at post-combustion conditions *International Journal of Greenhouse Gas Control* 125 (2023) 103876
- [22] Rahmayeni , Tio Putra Wendari, Heri Mafiraji Atmoko, Yeni Stiadi, Yulia Eka Putri, Zulhadjri. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering* 7 (2023) 100305
- [23] Gutteridge J.M. « Free radicals in disease processes: a complication of cause and consequence ». *Free Radic. Res. Commun.* 19 (1993), PP 141-158.
- [24] Zhou H, Wu SM, Wang H, Li YH, Liu XQ, Zhou YM. The preparation of porous carbon materials derived from bio-protic ionic liquid with application in flexible solid-state supercapacitors. *J Hazard Mater* 2021;402:124023.
- [25] A.H. Cahyana, A.R. Liandi, M. Maghdalena, R.T. Yunarti, T.P. Wendari, Magnetically separable Fe₃O₄/graphene oxide nanocomposite: an efficient
- [26] S.M. Lee, S.H. Lee, J.S. Roh, Analysis of activation process of carbon black based on structural parameters obtained by XRD analysis, *Crystals* 11 (2) (2021) 153.
- [27] J.M. Ketcha, D.J.D. Dina, H.M. Ngomo, N.J. Ndi, Preparation and characterization of activated carbons obtained from maize cobs by zinc chloride activation, *Am. Chem. Sci. J.* 2 (4) (2012) 136
- [28] S. Shin, J. Jang, S.H. Yoon, I. Mochida, A study on the effect of heat treatment on functional groups of pitch based activated carbon fiber using FTIR, *Carbon* 35 (12)

***C*onclusion Générale**

Cette étude a exploré les paramètres influençant la préparation du charbon actif à base de résidus agricoles, en mettant en évidence l'importance de cette approche pour une utilisation plus durable et efficace des ressources agricoles, ainsi que pour la réduction des impacts environnementaux associés aux déchets agricoles. L'étude a démontré le potentiel prometteur de valoriser les résidus agricoles en tant que matière première pour la production de charbon actif.

La transformation des résidus agricoles en charbon actif offre une solution bénéfique à la fois du point de vue de la gestion des déchets agricoles et de la réduction de la dépendance vis-à-vis des ressources non renouvelables. En utilisant les résidus agricoles, qui sont souvent abondants et nécessitent une élimination appropriée, nous pouvons leur donner une seconde vie en les convertissant en un matériau à haute valeur ajoutée tel que le charbon actif.

De plus, l'utilisation de résidus agricoles pour la préparation de charbon actif contribue à une utilisation plus durable des ressources agricoles. Au lieu de simplement éliminer ces résidus, ils sont transformés en un produit utile qui peut être utilisé dans diverses applications, telles que le traitement de l'eau, la purification des gaz et d'autres procédés industriels. Cela permet de réduire la pression sur les ressources naturelles traditionnelles utilisées pour la production de charbon actif, telles que le bois ou le charbon de terre.

En effet, l'utilisation de résidus agricoles pour la production de charbon actif présente des avantages environnementaux significatifs. En valorisant ces déchets agricoles, nous réduisons leur impact environnemental en évitant leur élimination incorrecte ou leur combustion qui peut entraîner des émissions nocives. Ainsi, la production de charbon actif à partir de résidus agricoles nécessite souvent moins d'énergie et génère moins de gaz à effet de serre par rapport aux méthodes traditionnelles.

En conclusion, cette étude souligne l'importance de la valorisation des résidus agricoles pour la production de charbon actif. En utilisant ces ressources abondantes et renouvelables, nous pouvons promouvoir une utilisation plus durable et efficace des ressources agricoles, tout en réduisant les impacts environnementaux associés aux déchets agricoles. Les résultats obtenus dans cette étude fournissent une base solide pour poursuivre la recherche et le développement dans ce domaine, ouvrant ainsi de nouvelles opportunités pour une utilisation plus responsable des ressources et une protection de l'environnement.