Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Larbi Tébessi - Tébessa

Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

# MEMOIRE DE MASTER

**Domaine : Sciences de la Matière**

Filière : Chimie

Option : Chimie des Produits Naturels

Thème :

# Préparation et caractérisation d'un charbon à partir de coquilles de biomasse

Présenté par :

**Touati Sameh**

Devant le jury :

| | | | |
|---|---|---|---|
| LAID Mesvar | M.C. A | Université de Tébessa | Président |
| BENREGGA Fatima Zohra | M.C. A | Université de Tébessa | Rapporteur |
| HAOUAM Chahrazed | M.C. B | Université de Tébessa | Examinateur |

Date de soutenance : 11/06/2025

Scanned with OKEN Scanner

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**Université Larbi Tébessi - Tébessa**

**Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie**

# MEMOIRE DE MASTER

**Domaine : Sciences de la Matière**

Filière : Chimie

Option : Chimie des Produits Naturels

Thème :

# Préparation et caractérisation d'un charbon à partir de coquilles de biomasse

Présenté par :

**Touati Sameh**

Devant le jury :

| | | | |
|---|---|---|---|
| LAID Messai | M.C. B | Université de Tébessa | Président |
| BENREGGA Fatima Zohra | M.C. A | Université de Tébessa | Rapporteur |
| HAOUAM Chahrazed | M.A. A | Université de Tébessa | Examinateur |

Date de soutenance : 11/06/2025

# ملخص


تُعد قشور ثمار الجوز (*Juglans regia*) من المخلفات الزراعية الغنية بالكربون، مما يجعلها مادة أولية مناسبة لإنتاج الكربون المنشط. وفي إطار السعي لتعزيز استغلال الموارد الطبيعية والحد من التلوث، تم استخدام هذه القشور كمادة خام لتحضيرالفحم المنشط.

تمت عملية التحضير في المختبر من خلال التنشيط الكيميائي بحمض الفوسفوريك، تلتها خطوة الكربنة. ولتوصيف المادة الناتجة، تم دراسة عدد من الخصائص الفيزيائية والكيميائية، مثل: الرقم الهيدروجيني، محتوى الرطوبة، نسبة الرماد، ومؤشر اليود.

كما أجريت مقارنة مع الكربون التجاري C.Merck من حيث كفاءة إزالة صبغة الميثيلين الزرقاء باستخدام تقنية الامتصاص الطيفي بالأشعة فوق البنفسجية-المرئية UV-vis . وأظهرت النتائج أن الفحم المحضَّر من قشور الجوز يتمتع بخصائص مماثلة للفحم الصناعي، مما يؤهله لاستخدامه في معالجة المياه .



**الكلمات المفتاحية:** الكربون المنشط ، قشور الجوز، *Juglans regia* ، الكربنة، التنشيط الكيميائي ،الامتزاز.

# Abstract

Walnut shells (*Juglans regia*) are an agricultural waste rich in carbon, making them a suitable raw material for the production of activated carbon. In an effort to valorize natural resources and reduce pollution, these shells were used to prepare activated carbon.

The preparation method involved chemical activation using phosphoric acid followed by a carbonization step. To characterize the resulting material, several properties were studied: pH, moisture content, ash content, and iodine number.

A comparison with commercial activated carbon (C. Merck) was carried out regarding the removal of methylene blue using UV-Vis spectroscopy. The results showed that the carbon derived from walnut shells exhibits properties similar to industrial carbon, making it suitable for water treatment applications.

**Keywords:** activated carbon, walnut shells, *Juglans regia*, carbonization, chemical activation, adsorption.

# Résumé

Les coquilles de noix (*Juglans regia*) représentent un déchet agricole riche en carbone, ce qui en fait une matière première adéquate pour la production de charbon actif. Dans le but de valoriser les ressources naturelles et de réduire la pollution, ces coquilles ont été utilisées pour la préparation de charbon activé.

La méthode adoptée comprend une activation chimique à l'acide phosphorique suivie d'une étape de carbonisation. Afin de caractériser le matériau obtenu, plusieurs propriétés ont été étudiées : le pH, l'humidité, la teneur en cendres et l'indice d'iode.

Une comparaison avec le charbon actif commercial C. Merck a été effectuée en ce qui concerne l'élimination du bleu de méthylène, en utilisant la spectroscopie UV-Vis. Les résultats obtenus montrent que le charbon issu des coquilles de noix présente des caractéristiques similaires au charbon industriel, ce qui le rend adapté au traitement des eaux.

**Mots-clés :** charbon actif, coquilles de noix, *Juglans regia*, carbonisation, activation chimique, adsorption.

# Remerciements

Au nom de Dieu, le Tout Miséricordieux, le Très Miséricordieux. Louange à Dieu, Seigneur des mondes, grâce à Lui cette étape scientifique a pu être accomplie. Je Lui demande de rendre ce travail sincère pour Sa Face et qu'il profite aux générations futures.

J'adresse mes sincères remerciements et ma profonde gratitude à mon encadrante estimée, **Mme Benregga Fatima Zohra**, qui a été pour moi une précieuse conseillère et un soutien constant. Elle n'a ménagé aucun effort pour me guider avec sagesse tout au long des différentes étapes de la réalisation de ce mémoire. Je lui exprime toute ma reconnaissance pour son accompagnement patient et ses conseils avisés.

Je remercie également **M. Messai Laid**, président, pour son intérêt et son suivi attentif de ce travail ainsi que pour les conseils et l'aide précieuse qu'il m'a apportés, ce qui a eu un impact très positif sur la réussite de cette recherche.

Je tiens aussi à exprimer ma profonde gratitude à Mme la discutante, **Mme Houam Chahrazed**, pour ses observations pertinentes et ses interventions constructives qui ont enrichi et approfondi le contenu de ce travail.

Enfin, je remercie tous ceux qui m'ont soutenu et accompagné dans ce parcours scientifique, en priant Dieu Tout-Puissant de nous accorder le succès dans ce qui est bénéfique pour la science et notre pays.

# Dédicace

*À mes parents*

*(Sassi. Arrem)*

*À mes chers frères*

*(Taher.Aymen)*

*À ma chère sœur*

*(khouloud)*

*À mes amis et mes proches*

# Table des matières


| | |
|---|---|
| **Liste de figure** | **I** |
| **Liste de tableau** | **IV** |
| **Liste d'abréviations & symboles** | **VI** |
| **Introduction générale** | **1** |
| **Références** | **3** |
| **CHAPITRE I : Charbon Actif** | **4** |
| **I.1. Le charbon actif** | **5** |
| **I.1.1 Définition** | **5** |
| **I.2. Structure interne du charbon actif** | **5** |
| **I.3. Les différentes formes du charbon actif** | **6** |
| **I. 3.1. Le charbon actif extrude** | **6** |
| **I.3.2 Le charbon actif en poudre** | **6** |
| **I.3.3. Le charbon actif engrain** | **7** |
| **I.4. Caractéristiques du charbon actif** | **7** |
| **I.4.1. La surface spécifique** | **7** |
| **I.4.2. La porosité** | **8** |
| **I.4.3 Le taux du cendre** | **9** |

| | |
|---|---|
| **I.4.4. Les fonctions de surface** | **9** |
| **I.5.Précurseurs et Procédés de préparation du charbon actif** | **9** |
| **I.5.1. Procédés de carbonisation** | **10** |
| **I.5.2. Procédés d'activation** | **10** |
| **I.6.Applications du charbon actif** | **11** |
| **Références** | **13** |
| **CHAPITRE II : LA NOIX** | **16** |
| **II.1 La biomasse** | **17** |
| **II.2 L'utilisation de la biomasse** | **17** |
| **II.3 Les fruits à coque** | **17** |
| **II.4 Avantages des fruits à coques pour la santé** | **18** |
| **II.5 Les diverses utilisations des noix** | **18** |
| **II.5.1 Utilisation de la Coque** | **19** |
| **II.5.2 Utilisation du Brou** | **19** |
| **II.5.3 Utilisation de la noix proprement dite** | **19** |
| **II.5.4 Utilisation de l'huile** | **19** |
| **II.6 Caractéristiques chimiques et nutritionnelles des noix** | **20** |
| **II.7 Structure de la noix et de la coquille** | **22** |
| **II.8 La coque de noix dans l'environnement et l'industrie** | **23** |
| **Références** | **26** |

| | |
|---|---|
| **CHAPITRE III : Adsorption** | **29** |
| **III.1. Introduction** | **30** |
| **III.2. Définition de l'adsorption** | **30** |
| **III.3. Les différents types d'adsorption** | **31** |
| **III.3. 1.Adsorption physique ou physisorption** | **31** |
| **III.3.2. Adsorption chimique ou chimisorption** | **31** |
| **III.4. Mécanisme d'adsorption** | **32** |
| **III.5. Capacité d'adsorption** | **33** |
| **III.6. Isothermes d'adsorption** | **33** |
| **III.6.1. Différents types d'isothermes** | **34** |
| **III.6.2. Modélisation mathématique des isothermes d'adsorption** | **35** |
| **III.7. Applications de l'adsorption** | **36** |
| **III.8. Principaux facteurs influençant sur l'adsorption** | **37** |
| **III.8.1. Facteurs caractérisant l'adsorbant** | **37** |
| **Références** | **39** |
| **CHAPITRE IV : Partie expérimentale** | **42** |
| **IV.1. Introduction** | **43** |
| **IV.2. Objectif de cette étude** | **43** |
| **IV.3. Réactifs** | **43** |
| **IV.3.1. Adsorbant** | **43** |

| | |
|---|---|
| **IV.4. Matériels** | **44** |
| **IV.5. Préparation de la matière première (coquilles de noix)** | **44** |
| **IV.5.1. Préparation des échantillons** | **44** |
| **IV.5.1.1. Lavage et séchage** | **45** |
| **IV.5.1.2. Broyage** | **46** |
| **IV.5.1.3. Tamisage** | **46** |
| **IV.6. Carbonisation** | **47** |
| **IV.6.1. Charbon carbonisé CAC** | **47** |
| **IV.7. Traitement du charbon en grain (Merck)** | **47** |
| **IV.8. Activation par l'$H_3PO_4$** | **48** |
| **IV.9. Caractérisation des charbons** | **51** |
| **IV.10. Méthode de caractérisation des différents charbons actifs préparés** | **51** |
| **IV.10.1. Détermination du caractère acido-basique** | **51** |
| **IV.10.2. Taux d'humidité H%** | **52** |
| **IV.10.3. Taux de cendre Cd%** | **52** |
| **IV.10.4. Indice d'iode Id%** | **53** |
| **IV.11. Adsorption du bleu de méthylène sur les charbons** | **55** |
| **IV.11.2. Préparation de la solution du polluant BM** | **56** |
| **IV.11.3. Protocole d'adsorption du colorant BM** | **56** |
| **IV.12. Spectroscopie UV-visible** | **57** |

| | |
|---|---|
| **Reference** | **58** |
| **CHAPITRE V : Résultats et discussions** | **61** |
| **V.1. Carbonisation** | **62** |
| **V.1.1. Les étapes de la carbonisation** | **62** |
| **V.2. Activation chimique par $H_3PO_4$** | **62** |
| **V.3.Résultats des caractéristiques physico-chimiques du charbon actif** | **63** |
| **V.3.1. Détermination du caractère acido-basique des charbons** | **63** |
| **V.3.2. Taux de cendre** | **63** |
| **V.3.3. Taux d'humidité** | **64** |
| **V.3.4. Indice d'iode** | **65** |
| **V.4. Etude de la cinétique d'adsorption du colorant BM par UV** | **65** |
| **V.5.Discussion des résultats de la cinétique d'adsorption du BM** | **68** |
| **V.6.Etude comparative entre les charbons au niveau de l'adsorption du BM** | **68** |
| **V.6-1. Comparaison entre le CAA et C Merck** | **68** |
| **V.6.2 Comparaison entre le CAA et CABr** | **69** |
| **Références** | **71** |
| **Conclusion générale** | **73** |

# Liste des Figures

## CHAPITRE I


| Figure | Titre | Page |
|---|---|---|
| Figure I.1 | Une feuille de graphène. | 5 |
| Figure I.2 | Représentation schématique des microstructures du charbon actif. | 6 |
| Figure I.3 | Charbon actif en extrude | 6 |
| Figure I.4 | Charbon actif en poudre | 7 |
| Figure I.5 | Charbon actif en grain | 7 |
| Figure I.6 | Structure de pores d'un charbon actif | 8 |


## CHAPITRE II


| Figure | Titre | Page |
|---|---|---|
| Figure II.1 | Fruits à coque (noix) | 18 |
| Figure II.2 | Photographie des différentes parties de la noix | 19 |
| Figure II.3 | Composition chimique de la noix) | 20 |
| Figure II.4 | Images des noix avec la brou et coquille. | 23 |
| Figure II.5 | Paillage de jardine | 23 |
| Figure II.6 | Poudre de coque de noix | 24 |
| Figure II.7 | Les coquilles des noix | 25 |

## CHAPITRE III


| Figure | Titre | Page |
|---|---|---|
| Figure III.1 | Phénomène d'adsorption | 31 |
| Figure III.2 | Phénomène et étape de transfert de soluté vers le charbon actif | 33 |
| Figure III.3 | Types d'isothermes selon la classification de l'IUPAC | 34 |


## CHAPITRE IV


| Figure | Titre | Page |
|---|---|---|
| Figure IV.1 | Les fruits et les coquilles de noix | 45 |
| Figure IV.2 | Les coquilles de noix lavés et séchés | 45 |
| Figure IV.3 | Coquilles Broyées | 46 |
| Figure IV.4 | Charbon brut CABr | 46 |
| Figure IV.5 | A) Broyat avant la carbonisation, (B) Broyat pendant la carbonisation, | 47 |
| Figure IV.6 | Charbon en grain Merck | 48 |
| Figure IV.7 | Les différentes étapes de l'activation chimique phosphorique par l'acide | 49 |
| Figure IV.8 | Les étapes de préparation du charbon de coquille de noix (CAA). | 50 |
| Figure IV.9 | Différentes méthodes utilisées pour la caractérisation des coquilles de noix | 51 |

| | | |
|---|---|---|
| **Figure IV.10** | **Détermination du taux de cendre** | **53** |
| **Figure IV.11** | **Les solutions préparées** | **54** |
| **Figure IV.12** | **Détermination de l'indice d'iode par titrage avec la solution de thiosulfate de sodium.** | **55** |
| **Figure IV.13** | **La solution mère de bleu de méthylène** | **56** |
| **Figure IV.14** | **Adsorption de BM par les charbons CABr, CAA et CM.** | **57** |
| **Figure IV.15** | **Spectrophotomètre UVmini-1240.** | **57** |


## CHAPITRE V


| Figure | Titre | Page |
|---|---|---|
| **Figure V.1** | **Variation de l'absorbance en fonction du temps pour le charbon de Merck** | **66** |
| **Figure V.2** | **Variation de l'absorbance en fonction du temps pour le CAA** | **67** |
| **Figure V.3** | **Variation de l'absorbance en fonction du temps pour le CABr** | **67** |
| **Figure V.4** | **Variation de l'absorbance en fonction du temps du CAA comparativement à CM** | **69** |
| **Figure V.5** | **Variation de l'absorbance en fonction du temps du CAA comparativement à CABr** | **70** |

# Liste des tableaux

## CHAPITRE I


| Tableau | Désignation | Page |
|---|---|---|
| Tableau I.1 | Classification des pores d'un charbon actif | 8 |
| Tableau I.2 | Les avantages et les inconvénients de l'activation chimique et physique | 11 |


## CHAPITRE II


| Tableau | Désignation | Page |
|---|---|---|
| Tableau II.1 | La table de composition nutritionnelle Ciqual | 21 |


## CHAPITRE III


| Tableau | Désignation | Page |
|---|---|---|
| Tableau IV.1 | Différences principales entre les deux types d'adsorption | 32 |

## CHAPITRE IV


| Tableau | Désignation | Page |
|---|---|---|
| Tableau IV.1 | Les produits chimiques utilisés | 44 |
| Tableau IV.2 | Matériels et verreries utilisés | 44 |
| Tableau I..3 | Propriétés de l'acide phosphorique. | 48 |
| Tableau IV.4 | Caractéristiques physico-chimiques du bleu de méthylène | 56 |


## CHAPITRE V


| Tableau | Désignation | Page |
|---|---|---|
| Tableau V.1 | Les valeurs du pH des charbons (CM, CABr, CAC et CAA) | 63 |
| Tableau V.2 | Les valeurs du taux du cendre des différents échantillons | 64 |
| Tableau V.3 | Les valeurs du taux d'humidité des différents échantillons | 64 |
| Tableau V.4 | Les valeurs de l'indice d'iode de chaque échantillon | 65 |
| Tableau V.5 | Valeurs des absorbances est du temps d'adsorption du BM sur le C, Merck | 66 |
| Tableau V.6 | Valeurs de l'absorbance et du temps d'adsorption du BM sur le charbon activé par $H_3PO_4$ | 66 |
| Tableau V.7 | Valeurs des absorbances est du temps d'adsorption du BM sur le charbon brut | 67 |

# Liste d'abréviations & symboles

| | |
|---|---|
| **CA** | Charbon Actif |
| **CAP** | Charbon Actif en Poudre |
| **CAG** | Charbon Actif en Grain |
| **CAE** | Charbon Actif Extrudé |
| **CM** | Charbon de Merck |
| **CAC** | Charbon de coquille de noix Carbonisé |
| **CAA** | Charbon de coquille de noix Activé |
| **CABr** | Charbon de coquille de noix Brute |
| **BM** | Bleu de Méthylène |
| **H%** | Taux D'humidité |
| **Cd%** | Taux de Cendre |
| **Id** | Indice D'iode |
| **%** | Pourcentage |
| **C** | Crataegus |
| **Ab** | Absorbance |

# Introduction générale

La protection de l'environnement est devenue une préoccupation majeure de notre société, encourageant donc le développement de procédés pour l'amélioration des méthodes de dépollution **[1].**

La pollution de l'eau est l'un des principales menaces pour la santé humaine et l'écosystème. Les polluants organiques et inorganiques sont rejetés dans le milieu aquatique, sous forme solubles ou insolubles dans l'eau **[02,03].** Les colorants font partie des polluants organiques **[04].** Plusieurs colorants ne sont pas biodégradables et sont de nature hautement toxique et cancérogène **[05].**

Parmi les différents polluants, le colorant bleu de méthylène (BM) cationiques et hydrosolubles et qui est utilisé dans des industries telles que le textile, le cuir, le papier, etc. Outre les effets néfastes et dangereux de ce colorant sur la santé humaine, la présence de ce colorant dans l'environnement est considérée comme une menace pour la vie des organismes vivants. Par conséquent, ce polluant doit être entièrement éliminé avant d'être rejetés dans les sources d'eau et dans l'environnement **[06].**

La technologie de l'adsorption a été utilisée comme la méthode la plus intéressante pour éliminer les composés colorants des ressources en eau, en raison de son fonctionnement relativement simple, de son faible coût, de son efficacité d'élimination élevée **[06].**

Le charbon actif est le produit final obtenu par un processus d'activation physique ou chimique, de tout matériau contenant un fort pourcentage de carbone **[7].** Le charbon actif comme matériau poreux, est couramment utilisé depuis des siècles, dans de nombreuses applications domestiques et industrielles **[8].**

La synthèse des charbons actifs à partir de biomasses locales par la méthode d'activation chimique a fait l'objet de nombreuses études. L'avantage de l'activation chimique est d'opérer à de faibles températures et un coût d'activation moindre. Des charbons actifs de bonne qualité avec une structure poreuse très importante et d'une grande surface spécifique sont préparés par des biomasses végétales en utilisant comme agent activant chimiques l'acide orthophosphorique **[9].**

Le travail présenté dans ce document s'appuie sur la fabrication du charbon actif par activation chimique en utilisant comme précurseur une biomasse lignocellulosique les coquilles des noix.

Le charbon actif obtenu, ainsi qu'un charbon actif commercial, ont fait l'objet d'une application en milieu aqueux pour des tests d'élimination d'un colorant ionique BM. L'analyse a était réalisée par mesure de l'absorbance à l'aide de la spectroscopie UV/visible.

Pour les caractéristiques physico-chimiques des différents charbons bruts, carbonisés, activés et commercial on a déterminé le pH, le taux d'humidité, le taux de cendre et l'indice d'iode.

Ce manuscrit est organisé de la manière suivante :

- ✓ La première partie présente une étude bibliographique sur les charbons actifs, les phénomènes d'adsorption et la biomasse coquille des noix.
- ✓ Le deuxième partie présente le matériel et les produits employé, les détails pratiques de la technique expérimentale, la description du mode d'activation des coquille de noix, la caractérisation texturale et chimique des produits obtenus ainsi que les méthodes d'analyse et de calculs utilisés.
- ✓ La troisième partie est consacrée à la discussion des résultats obtenus. Il inclut les résultats de la caractérisation des différents bioadsorbants et de l'adsorption du BM sur les charbons synthétisés et commerciale obtenue dans les conditions optimales. L'étude comparative des performances des différents charbons a permis de conclure à la possibilité de produire, à partir de la coque de noix un charbon actif efficace destiné à l'élimination des colorants en l'occurrence le Bleu de méthylène.
- ✓ Le manuscrit est achevée par une conclusion générale qui retrace les différentes étapes réalisées, résume les résultats obtenus et souligne les perspectives envisagées.

# Références

**[1]** E. Koller. Traitement de pollutions industrielles Collection Technique et ingénierie, Environnement et sécurité, Edition Dunod **(2004).**

**[2]** Z.A.Alothman , A.Y. Badjah, A. Imran, Facile synthesis and characterization of multi walled carbon nanotubes for fast and effective removal of 4-tert-octylphenol endocrine disruptor in water Journal of Molecular liquids, Volume 275 ,1 February Page41-48, (**2019).**

**[3]** I.Ali, O.M.L. Alharbi , Z.A. Alothman , A.Alwarthan , Facile and eco-friendly synthesis of functionalized iron nanoparticles for cyanazine removal in water**,** Colloids and Surfaces B: Biointerfaces,Volume 171, 1 November, Pages 606-613, (**2018).**

**[4]** S. Mandal, J. Calderon, S.B. Marpu, M.A. Omary, S.Q. Shi, Mesoporous activated carbon as a green adsorbent for the removal of heavy metals and Congo red: Characterization, adsorption kinetics, and isotherm studies, Journal of Contaminant Hydrology, Volume 243, Decembre,103869, (**2021).**

**[5]**Y.Xianqiang, Y.Jiang , Y.Tan, M.Xiangmin, S.Huimin, N.Wang, Co-transport of graphene oxide and heavy metal ions in surface-modified porous media Chemosphere Volume 218, March, Pages 1-13, (**2019).**

**[6]** S. Eynigavabari, A. Goudarzi, M. Shahrousvand, A. Asfaram, Preparation of novel polyurethane/activated carbon/cellulose nano-whisker nanocomposite film as an efficient adsorbent for the removal of methylene blue and basic violet 16 dyes from wastewater, Separation and Purification Technology, Volume 330, Part C, 125285, **(2024).**

**[7]** A. Houas, I. Bakir, M. Ksibi, E. Elaloui. Etude de l'élimination du bleu de méthylène dans l'eau par le charbon actif commercial CECA40, J. Chim. Phys, vol (96) : pp.479-486 **(1999).**

**[8]** B.T. Fouazi, B.C. Ridha, F. B Jean. Décoloration des eaux usées de levurière par adsorption sur charbon, Journal of Environmental Engineering and Science, vol3, no 4 : pp.269-277 **(2004).**

**[9]** M. Gueye, J. Blin, C. Brunschwig, Etude de la synthèse des charbons actifs à partir de biomasses locales par activation chimique avec $H_3PO_4$, $6^{ème}$ journnèe scientifique du 2IE Ouagadougou **(2011).**

# CHAPITRE I :

## CHARBON ACTIF

## I.1 Le charbon actif

### I.1.1 Définition

Le conseil européen des fédérations de l'industrie chimique (C.E.F.I.C) **[1]** définit les charbons actifs comme étant des produits carbonés dotés d'une structure poreuse pré sentant une très grande surface de contact interne. Ces matériaux sont capables d'adsorber une large variété de substances sur leurs surfaces internes, ils sont en conséquence appelés adsorbants.

Le charbon actif dans son sens le plus large est un terme qui englobe un large éventail de matières carbonées amorphes qui présentent une très grande porosité et une aire de surface étendue inter-articulaire importante **[2,3].**

Ces qualités confèrent au charbon actif un grand pouvoir d'adsorption. Ce processus physico chimique est utilisé dans les filières d'eau pour fixer les substances difficiles à éliminer par un traitement classique et pour éliminer les substances humiques (responsable de la couleur), les goûts, les odeurs, les phénols, et les crésols, ainsi que plusieurs substances toxiques non biodégradables. Les composés retenus sont les adsorbats et le charbon actif est l'adsorbant **[4,6,5].**

## I.2. Structure interne du charbon actif

La structure des charbons actifs est constituée d'une association aléatoire de plans d'atomes de carbone. Ces atomes sont organisés sous forme de cycles aromatiques qui forment des feuillets de carbone appelés graphène. Le graphène a une structure bidimensionnelle d'atomes de carbone rappelant celle d'un nid d'abeille **(Figure I.1).** Le nuage d'électrons π délocalisés sur ces cycles donne au charbon son excellente qualité d'agent adsorbant. L'arrangement des plans de cycles aromatiques se fait d'une manière irrégulière créant entre les feuilles des interstices nommés pores, qui sont à l'origine de la grande surface spécifique des charbons actifs **(Figure I.2) [7].**

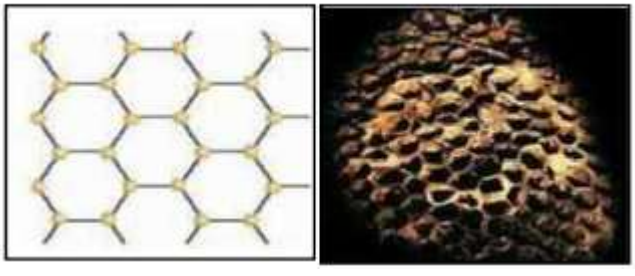


**Figure I.1** : Une feuille de graphène.

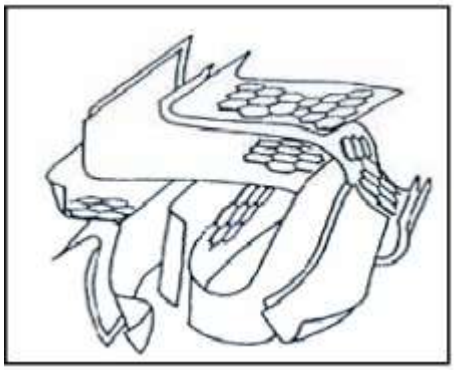


**Figure I.2** : Représentation schématique des microstructures du charbon actif.

## I .3. Les différentes formes du charbon actif

Les formes du charbon actif les plus utilisés sont :

- **I.3.1 Le charbon actif extrude**

Le charbon actif extrudé est de forme cylindrique avec des diamètres allant de 0.8 mm à 5 mm il est principalement utilisé pour des applications en phase gazeuse à cause de sa faible perte de charge, de sa grande résistance mécanique et de sa faible teneur en poussières **[8].**



**Figure I.3** : Charbon actif en extrude

- **I.3.2 Le charbon actif en poudre**

Les charbons actifs en poudre présentent une granulométrie inférieure à 100 µm avec un diamètre moyen situé entre 15 et 25 µm. Ils ont une large surface externe et une faible profondeur de diffusion, ce qui engendre une vitesse d'adsorption très rapide **[8].**



**Figure I.4** : Charbon actif en poudre

- **I.3.3 Le charbon actif engrain**

La forme granulaire du charbon est caractérisée par une taille des particules supérieure à1mm, un faible diamètre des pores, une grande surface interne et une notre externe relativement faible. Il en résulte que les phénomènes de diffusion à l'intérieur des pores prennent une grande importance dans le processus d'adsorption **[8].**



**Figure I.5** : Charbon actif en grain

## I.4. Caractéristiques du charbon actif

La capacité d'adsorption des charbons est évaluée à partir de certains paramètres :

### I.4.1. La surface spécifique

La surface spécifique d'un adsorbant est définie comme une surface par unité de masse, généralement exprimée en ($m^2$.g-1), représentant l'aire disponible pour adsorber une monocouche de molécules. Pour un charbon actif, cette aire spécifique est comprise entre (500 et1500 $m^2$.g-1). Ce sont essentiellement les micro- et méso- pores qui créent de la surface. Plus la surface d'adsorption est grande, plus la quantité de matière adsorbée est importante **[9].**

### I.4.2. La porosité

Les charbons actifs sont des matériaux très poreux pouvant posséder trois types de pores selon leur dimension. Selon les définitions de l'IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry), la gamme de porosité est souvent divisée en trois catégories distinctes en fonction de la taille des pores **[9].**

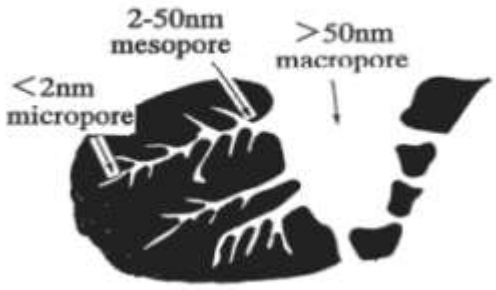



**Figure I.6** : Structure de pores d'un charbon actif

Chaque type de pore joue un rôle particulier dans le phénomène d'adsorption **[9] :**

- **Les micropores** : représentent généralement 90 à 95 % de la surface spécifique totale et sont responsable de la grande capacité d'adsorption des molécules de faibles poids moléculaire.
- **Les mésopores** : (les pores de transition) représentent environ 5 % de l'aire massique totale du charbon. Ils sont le siège de tous les phénomènes de condensation capillaire.
- **Les macrospores** : jouent le rôle de couloir de passage vers les mesopores. Leur faible aire massique indique que leur rôle sur les capacités d'adsorption est limité

Le tableau suivant résume les classifications des pores d'un charbon actif :

**Tableau I.1** : Classification des pores d'un charbon actif

| Type de pores | Rayon (nm) | Surface spécifique $m^2$/g |
|---|---|---|
| Micropores | < 2 | 600 – 1500 |
| Mésopores | 2 – 50 | 20 – 70 |
| Macropores | > 50 | 0.5 – 2 |

### I.4.3. Taux de cendre

La cendre est le résidu issu de la combustion complète du charbon. Elle est constituée principalement de matières minérales comme la silice, l'aluminium, le fer, le magnésium et le calcium. La présence de cendre dans le charbon actif n'est pas désirable pour sa qualité et est considérée comme une impureté. Le taux de cendre est obtenu par combustion à des températures allant de 650°C à 1000°C, correspondant à l'oxydation totale de la matière organique en $CO_2$et $H_2O$(jusqu'à ce que la masse n'évolue plus) il ne reste donc plus que des composés inorganiques **[10].**

### I.4.4. Les fonctions de surface

Les fonctions de surface sont introduites lors de l'étape d'activation, mais ils dépendent de la composition du précurseur et du mode d'activation. Lors de l'activation, des fonctions oxydées, appelées également sites actifs, se forment à la surface du charbon.
Une charge négative en surface du charbon résulte de la présence des groupements carboxyliques (Ar- COOH), phénoliques (Ar-OH) et carbonyles (Ar-C=O). Ces fonctions donnent au charbon un caractère acide et des propriétés hydrophiles [**10].**

## I.5.Précurseurs et Procédés de préparation du charbon actif

Les charbons actifs sont les plus anciens adsorbants fabriqués industriellement à partir d'un grand nombre de matières carbonées d'origine organique ou minérale **[11].**

Les charbons actifs peuvent être produits à partir de n'importe quel matériau de bon marché, ayant un taux élevé de carbone et un faible pourcentage en matière inorganique. Les principales sources sont le bois, la noix de coco, le lignite et la tourbe. Une grande partie des efforts de recherche actuels portent sur la possibilité d'utiliser de nouveaux précurseurs de charbon actif comme des co-produits agricoles (noyaux d'olives, coquilles d'amandes, les coquilles de noix, etc.) ou des déchets industriels (pneus usées). La valorisation de différents déchets, tels que ceux issus de l'industrie du pétrole et des huiles lubrifiantes, connaît actuellement un essor important. Deux étapes sont nécessaires lors de leur préparation : la carbonisation et l'activation [**12].**

### I.5.1. Procédés de carbonisation

La carbonisation (ou pyrolyse) est le processus dans lequel un échantillon est soumis à des températures élevées (entre 400 et 800 °C) sous atmosphère inerte. Cette étape permet l'élimination d'une partie des hétéro-éléments (oxygène, hydrogène, azote) sous forme de gaz ainsi que la formation d'un produit carboné solide de structure poreuse **[12].**

### I.1.5.2. Procédés d'activation

L'activation est un procédé qui fait intervenir un agent oxydant. L'étape d'activation a pour but de développer et de moduler la structure poreuse du charbon. Elle conduit à une très forte augmentation de sa surface spécifique ainsi qu'une réorganisation structurale du substrat **[12].**

- **Activation physique**

Elle concerne la gazéification partielle du carbonisât par oxydation avec de la vapeur d'eau ($H_2O$) ou du dioxyde de carbone ($CO_2$) à des températures entre 850 et 1100 °C. La porosité est développée par réarrangement structural et oxydation du carbone (création, ouverture, élargissement de pores) **[12].**

- **Activation chimique**

Dans ce cas la carbonisation et l'activation sont réalisées à des températures plus basses, à travers la décomposition thermique de la matière première imprégnée d'agents chimiques activant comme l'acide phosphorique, le chlorure de zinc ou l'acide sulfurique, etc. Ces agents activant agissent en même temps comme agents déshydratants et oxydants. La réorganisation structurale développe des micro et mésopores, tout en gardant partiellement la porosité initiale du précurseur. La nature de l'atmosphère gazeuse (vapeur d'eau, $CO_2$, $CO$ gaz inertes) peut également jouer un rôle important dans les mécanismes d'activation **[12].**

- **Les avantages et les inconvénients de l'activation chimique et physique**

Les avantages et les inconvénients de deux types d'activations de préparations de charbon actif a été résumé dans le tableau suivant **[13] :**

**Tableau I.2 : Les avantages et les inconvénients de l'activation chimique et physique**

| | Avantages | Inconvénients |
|---|---|---|
| Activation chimique | - Temps d'activation plus courts<br>-Températures de pyrolyse Plus basses (400 ◦C à 800 ◦C)<br>- Un meilleur contrôle des propriétés texturales<br>-Haut rendement<br>- Grande surface spécifique<br>-Distributionsde taille des micropores étroites<br>-Réduction de la teneur en matières minérales | - Processus corrosif<br>- Exige d'étape de lavage<br>- Les impuretés inorganiques<br>- Plus cher |
| Activation physique | - Absences des impuretés<br>- Processus non corrosif<br>- Moins cher | -Deux étapes de préparation<br>-Températures d'activation plus élevées de (800 ◦C-1000◦C)<br>-Mauvais contrôle de la porosité |

## I.6.Applications du charbon actif

L'utilisation du charbon pour un usage autre que celui de combustible est très ancienne : un papyrus daté de 1550 av J.C. signale une application médicale du charbon actif. Pendant la 2eme guerre mondiale, le charbon actif a été utilisé dans les cartouches de masques à gaz **[14]**.

Son emploi s'est ensuite diversifié à différents domaines comme :

- ✓ traitement des eaux potables et résiduaires

- ✓ purification de produits industriels : le charbon actif élimine les couleurs et les impuretés de produits bruts, il est employé par exemple pour la décoloration du sucre de canne ou de betterave.
- ✓ conditionnement d'air : le charbon actif est employé dans l'équipement d'air conditionné ainsi que pour l'élimination des odeurs d'égouts et d'émanations chimiques.

- ✓ Filtres à cigarette : les charbons à base de noix de coco sont utilisés dans la fabrication du filtre à cigarette ; ces derniers éliminent une partie des gazes toxiques contenus dans la fumée des cigarettes.
- ✓ Récupération des vapeurs d'essence : les filtres à charbon actif contenus dans certaines voitures, fixent les émanations d'hydrocarbures imbrûlés qui s'échappent des véhicules à l'arrêt.
- ✓ Synthèse chimique et craquage catalytique : le charbon actif peut agir comme catalyseur ou comme support des catalyseurs à base de métaux précieux.
- ✓ Support bactérien : ces dernières années, l'utilisation du charbon actif s'est élargie aux traitements des eaux usées en raison non seulement de ses qualités d'adsorbant mais aussi du rôle épurateur joué par les bactéries qui y sont fixées **[14].**

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

**[1]** European Council of ChemicalManufacturesrs' Federation (CEFIC). Test methods for activated carbon. European Council of Chemical Manufacturesrs' Federation (CEFIC), pages 1–43, **1986.**

**[2]** Eduardo J Bottani and Juan MD Tascón. Adsorption by carbons: novel carbon adsorbents. Elsevier, **2011.**

**[3]** Roop Chand Bansal and Meenakshi Goyal. Activated carbon adsorption. CRC press, **2005.**

**[4]** Harry Marsh and Francisco Rodríguez Reinoso. Activated carbon. Elsevier, **2006**.

**[5]** Ma del Rosario Moreno-Virgen, Rigoberto Tovar-Gomez, Didilia I Mendoza Castillo, and Adrian Bonilla-Petriciolet. Applications of activated carbons obtained from lignocellulosic materials for the wastewater treatment. lignocellulosic precursors used in the synthesis of Activated carbon, page 57, **2012.**

**[6]** Richard I Masel. Principles of adsorption and reaction on solid surfaces, volume 3. John Wiley & Sons, **1996.**

**[7]** Benamraoui, F. **(2018).** Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture, Mémoire de Magistère, Université de Ferhat Abbas Setif-1 UFAS.

**[8]** Benarima, A. E. H., & Kouadri, M. R. **(2017)**. Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de coquilles d'œufs, Mémoire de Master, Université de Kasdi Merbah – Ouargla.

**[9]** Sifoune, I., Boufellouh, C., & Krika, F. E. (**2023**). Etude du pouvoir adsorbant du charbon actif préparé à partir d'un sous-produit d'origine végétal en vue son utilisation dans le traitement des eaux, Thèse de doctorat, Université de Jijel.

**[10]** Mexent, Z. M. (**2012)**. Élimination des ions Mn (II) des solutions aqueuses par adsorption sur des charbons actifs préparés à partir des coques de noix de noisette. Mémoire de Master, Ecole Normale Supérieure de Libreville Gaban.

**[11]** Chaouch, N. **(2014)**. Utilisation des sous- produits du palmier dattier dans le traitement physico- chimique des eaux polluées, Thèse de doctorat, Université Hadj Lakhdar – Batna.

**[12]** Khelifi, O. **(2018).** Etude de l'adsorption du nickel et du cuivre sur un charbon actif préparé à partir des boues de station d'épuration, Thèse de doctorat, Université de 8 Mai 1945 Guelma.

**[13]** Belaid, O. **(2017).** Utilisation d'un charbon actif préparé a partir des noyaux de dattes locales dans l'épuration des eaux usées urbaines. Influence de la variete de dattes, Thèse de doctorat, Université de Kasdi Merbah – Ouargla.

**[14]** Mounir, Z. I. A. T. I. **(2012)**. *A*dsorption et électrosorption de l'arsenic (III) sur charbon à base de noyaux de dattes activés thermiquement et chimiquement, Thèse de doctorat, Université de Annaba.

# CHAPITRE II :

## LE NOIX

## II.1 LA biomasse

« Biomasse » est le terme employé pour désigner toute la matière organique présente à la surface de la Terre produite par la photosynthèse. La source de toute l'énergie présente dans la biomasse est le soleil, la biomasse agissant comme une sorte de réserve d'énergie **[1].**

Selon la Directive européenne sur les énergies renouvelables (UE 2018/2001), la biomasse est « la fraction biodégradable des produits, des déchets et des résidus d'origine biologique provenant de l'agriculture, y compris les substances végétales et animales, de la sylviculture et des industries connexes, y compris la pêche et l'aquaculture, ainsi que la fraction biodégradable des déchets **[2].**

## II.2 L'utilisation de la biomasse

La biomasse solide est très répandue dans les pays en développement, principalement pour cuisiner, chauffer l'eau et chauffer l'espace domestique. La biomasse est disponible en des quantités diverses dans l'ensemble du monde en développement, des zones à forte densité forestière des régions tempérées et tropicales du monde aux régions arides où la végétation est rare et où la collecte de bois pour les besoins du ménage est une tâche prenante et ardue **[3].**

## II.3 Les fruits à coque

Les fruits à coque (communément appelés noix) font partie de l'alimentation humaine depuis la préhistoire. Ils constituent un groupe alimentaire indépendant. Selon la définition botanique, une noix est simplement un fruit séché avec une graine (rarement deux) dans laquelle les parois de l'ovaire sont très dures (pierreuses ou ligneuses) à maturité, et la graine est libre ou libre dans la paroi ovarienne. Cependant, le mot « noix » est communément utilisé pour désigner n'importe quel gros noyau huileux dans une coquille qui peut être consommé comme nourriture tels que ; les amandes, les noix du Brésil, les noix de cajou, les noisettes, les macadamia, les arachides, les noix de pécan, les pignons, les pistaches et les noix. Bien que les arachides soient classées en tant que légumineuses, en raison de leur composition nutritive similaire et de leurs avantages prouvés pour la santé cardiovasculaire, elles sont généralement considérées comme une noix (**Figure II.1**) **[4].**



**Figure II.1 :** Fruits à coque (noix)

## II.4 Avantages des fruits à coques pour la santé

Les études épidémiologiques et/ou cliniques ont suggéré que la consommation régulière de noix avait un impact bénéfique sur la santé, comme l'obésité, l'hypertension, le diabète et les maladies cardiovasculaires, avec diminution des médiateurs de maladies chroniques telles que le stress oxydatif, l'inflammation, l'adiposité viscérale, l'hyperglycémie, la résistance à l'insuline, la dysfonction endothéliale et le syndrome métabolique.

En effet, quatre études prospectives menées aux États-Unis ont rapporté un effet bénéfique de la consommation de noix sur l'incidence des maladies coronariennes (cardio-vasculaire) après un suivi allant de six à 18 ans de sujets précédemment en bonne santé. Les études ont montré que comparativement aux individus qui consommaient rarement ou jamais de noix, ceux qui consommaient des noix deux fois ou plus par semaine avaient 47% moins de risque de mort cardiaque subite **[5].**

## II.5 Les diverses utilisations des noix

Les parties de noix sont utilisées à différentes fins :

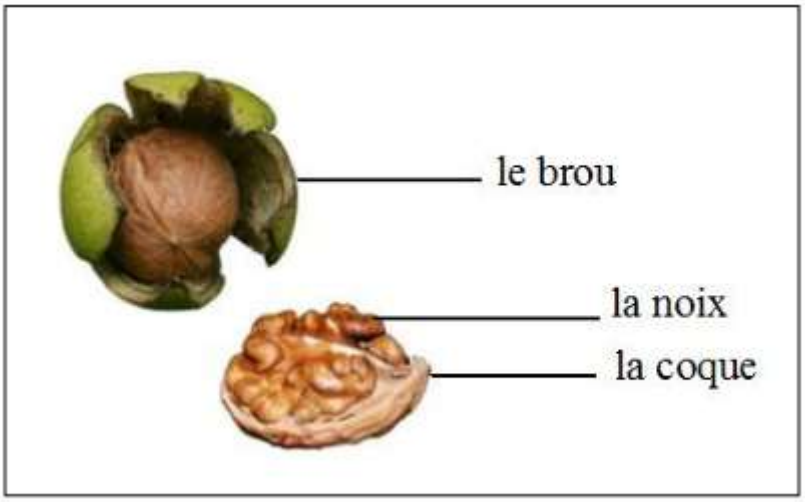



**Figure II.2 :** Photographie des différentes parties de la noix

- **II.5.1 Utilisation de La Coque :** les coques de noix furent, à une époque, utilisées comme combustible. De plus, elles étaient autrefois utilisées en boulangerie, réduites en poudre et étalée sur la sole des fours à bois pour éviter que le pain n'attache à la cuisson [**6].**

  Dans la pharmacopée chinoise, les cloisons des noix sont prescrites pour traiter les problèmes urinaires [**6].**
- **II.5.2 Utilisation de Brou :** En ébénisterie, le brou de noix est utilisé pour colorer les bois blancs. En effet, les coques vertes, une fois séchées, prennent une couleur marron foncé. Dans l'Antiquité, le brou de noix servait également à colorer les laines, les tissus, le cuir et les cheveux.

  En Chine, le brou est utilisé depuis longtemps dans le cancer de l'estomac, du foie et du poumon [**6].**
- **II.5.3 Utilisation de la noix proprement dite :** Les noix sont également très utilisées dans l'alimentation que ce soit dans des desserts, que dans des plats salés. Dans la médecine traditionnelle iranienne, le noyau était utilisé pour traiter les maladies inflammatoires intestinales [**6].**
- **II.5.4 Utilisation de l'huile :** L'huile de noix, outre son utilisation pour l'alimentation, Elle est également employée dans la fabrication des peintures, en parfumerie, en cosmétologie et dans la fabrication de savons. **[6].**

## II.6 Caractéristiques chimiques et nutritionnelles des noix

La noix est un fruit a coque comme les amandes et les noisettes, elle est dotée d'un profil nutritionnel très différent de celui de la plupart des fruits frais, caractérisé par une proportion élevée de lipides. La noix se distingue toutefois des autres fruits à coque par la nature de ses acides gras. Ces derniers comptent une majorité d'acides gras polyinsaturés oméga 3 notamment.

La noix est un fruit très énergétique, plus de 50% de son apport calorique est assuré par les lipides, acides gras polyinsaturés essentiellement (plus de 70% de ses lipides totaux). Sa teneur en eau est modérée de 20 à 40% contre plus de 80% pour la plupart des fruits frais. Elle constitue également une bonne source de protéines, tandis que beaucoup de fruits n'en contiennent qu'à l'état de traces **[7].**

La noix est particulièrement riche en vitamine E et vitamine du groupe B, ainsi qu'en minéraux et oligo-élément : potassium, phosphore, magnésium, calcium, fer. Elle contient différents composés antioxydants, parmi lesquels la vitamine E, mais aussi l'acide gallique et de l'acide ellagique. Enfin, elle fournit une quantité importante de fibres et de phytostérols **[8].** La composition chimique des noix est signalé dans, la (**Figure II.3**) **[9].**




**Figure II.3 :** Composition chimique de la noix

La table de composition nutritionnelle Ciqual (Centre d'information sur la qualité des aliments) **(Tableau II.1)**, donnes des valeurs moyennes, mais la composition est influencée par le génotype (la variété), les conditions environnementales et le taux d'irrigation **[10].**

**Tableau II.1 :** La table de composition nutritionnelle Ciqual

| **Composants** | **Quantité** |
|---|---|
| **Eau** | **4g** |
| **Protéines** | **13.3 g** |
| **Lipides** | **67.3 g** |
| **Acides gras saturés** | **6.45 g** |
| **Glucides** | **6.88 g** |
| **Sucre** | **3 g** |
| **Fibre** | **6.7 g** |
| **Vitamines** | **Quantité** |
| **Provitamine A** | **0.0207 mg** |
| **Equivalent vitamine A** | **3.45 µg** |
| **Vitamine B1** | **0.3 mg** |
| **Vitamine B2** | **0.05 mg** |
| **Vitamine B3** | **0.4 mg** |
| **Vitamine B5** | **0.67 mg** |
| **Vitamine B6** | **0.19 mg** |
| **Vitamine B9** | **0.120 mg** |
| **Vitamine C** | **0.77 mg** |
| **Vitamine E** | **1.67 mg** |
| **Minéraux et oligo-élément** | **Quantité** |
| **Calcium** | **75 mg** |

| | |
|---|---|
| **Cuivre** | **1.2 mg** |
| **Fer** | **2.2 mg** |
| **Magnésium** | **140 mg** |
| **Manganèse** | **2.9 mg** |
| **Phosphore** | **360 mg** |
| **Potassium** | **430 mg** |
| **Zinc** | **2.7 mg** |
| **Polyphénol** | **Quantité** |
| **Acides phénoliques** | **28.5 mg** |
| **Polyphénols totaux** | **28.5 mg** |

## II.7 Structure de la noix et de la coquille

La noix est un fruit comestible à coque. Elle est produite par les noyers, arbres du genre Juglans L, de la famille des juglandacées. Ces arbres sont présents à l'origine en milieu tempéré sur le continent eurasiatique et en Afrique **[11].**

La partie charnue qui l'enveloppe s'appelle la brou et ne se consomme pas. La brou est utilisée comme teinture pour le bois, les vêtements... etc. La coque mesure 4 à 5 cm de long, sur 3 à 4 cm de large. Elle renferme deux cerneaux qui, par leurs circonvolutions, font penser aux lobes du cerveau humain. En plus d'être cultivé pour ses noix, le noyer l'est également pour son bois de qualité. De plus, les coques de noix peuvent être utilisées comme combustible. En général, les noix arrivent à maturité entre la fin septembre et la fin octobre. Elles sont cueillies lorsque la brou s'ouvre, se fissure sur l'arbre et laisse apparaître la coque **[12].**

La **(Figure II.4)** représente des images de noix avec la brou et la coquille.



**Figure II.4 :** Images des noix avec la brou et coquille.

## II.8 La coque de noix dans l'environnement et l'industrie

On ne sait pas toujours quoi faire des coquilles vides. Je vous propose donc une petite liste non exhaustive de leurs utilisations possibles **[13].**

- **En drainage :** au fond des pots de fleurs, elles remplacent les cailloux.
- **En paillage** : dans ces mêmes pots, cassés en morceaux, elles font de jolis paillages.




**Figure II.5 :** Paillage de jardine

- **Peinture et décoration** : la partie charnue autour de la coquille émet un jus qui tache, utilisé en teinturerie : le brou de noix.
- **Menuiserie :** le bois de noyer est un bois de qualité pour la menuiserie et l'ébénisterie (ronce de noyer).
- **Filtrage et séparation de liquides**

- Travaux de forage, c'est-à-dire dans des liquides/boues de forage et pour le nettoyage de conduites de tuyauterie.
- Matière de remplissage pour les revêtements, en particulier lorsqu'un effet antidérapant durable est souhaité.
- Matière de remplissage pour les matières plastiques renforcées par des fibres dans les procédés d'extrusion ou de moulage par injection.
- Céramique : afin de renforcer la porosité et pour la cautérisation.
- Engrais : en tant que poudre de base et liant.

- **Les applications cosmétiques**

- La poudre de coquilles de noix se combine parfaitement avec les parfums et les colorants. Elle constitue donc un ingrédient polyvalent pour des biens de consommation biodégradables attractifs de tous types.




**Figure II.6 :** Poudre de coque de noix

## ➢ Écologie et environnement

- Le noyer est un arbre extrêmement utile qui a, en outre, l'avantage de vivre jusqu'à 250 ans. Son port majestueux en fait un arbre ornemental apprécié **[14].**



**Figure II.7 :** Les coquilles des noix

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

**[1]** Bates, E. **(2012)**. La Biomasse Comme Combustible Solide.

**[2]** Robert, N. **(2021).** Énergie issue de la biomasse : un véritable outil pour la transition énergétique. Hors les murs, 50(6), 34-37

**[3]** Bates, E. **(2012)**. La Biomasse Comme Combustible Solide.

**[4]** Dir, K., Boumaza, K., & Benslama, O. **(2018)**. Etude mycologique et mycotoxicologique des fruits secs (à coque) commercialisés au niveau de la région D'oum El -Boua hi.

**[5]** Mejia, S. B., Kendall, C. W., Viguiliouk, E., Augustin, L. S., Ha, V., Cozma, A. I., ... & Sievenpiper, J. L**. (2014).** Effect of tree nuts on metabolic syndrome criteria: a systematic review and meta-analysis of randomised controlled trials. BMJ open, 4(7), e004660.

**[6]** Khaoula, M. A. H. R. O. U. C. H. E., & Siham, N. E. K. H. I. L. I**. (2020)**. Evaluation de l'activité de l'huile essentielle d'Azadirachta indica vis-à-vis d'Aspergillus flavus des noix du Juglans regia (Mémoire de Master Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A).

**[7]** Feillet, P. **(2000).** Le grain de noix : composition et utilisation. EditionQuae. INRA, Paris : 308 pp.

**[8]** Boudreau, A., Ménard, G**. (1992).** La noix : Elément fondamentaux et transformation. Presses de l'université Laval, Paris : 439 pp.

**[9]** Ahmedi, Y., Yahiaoui, A., & Boukhelkhal, D. **(2021)**. Valorisation des coques de noix dans la fabrication des matériaux cimentaires.

**[10]** Khaoul**a**, M. A. H. R. O. U. C. H. E., & Siham, N. E. K. H. I. L. I. **(2020).** Evaluation de l'activité de l'huile essentielle d'Azadirachta indica vis-à-vis d'Aspergillus flavus des noix du Juglans regia (Mémoire de Master Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A).

**[11]** Mohammed Khaled Bechki, "Préparation et caracterisation du charbon actif à partir des noyaux du palmier dattier et des coquilles des noix" thèse en vue de l'obtention d'un Diplome de Doctorat en science, Faculté des mathématiques et des sciences de la matière, Département de chimie, Université Kasdi Merbah-Ouargla-, **2018.**

**[12]** Noix : cuiellette, conservation, consomation et idées recettes ! http://www.de-la fourchette-aux-papilles-estomaquees.fr/article-36611597.html.

**[13]** Ahmedi, Y., Yahiaoui, A., & Boukhelkhal, D. **(2021)**. Valorisation des coques de noix dans la fabrication des matériaux cimentaires.

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

# CHAPITRE III :

## L'ADSORPTION

## III.1. Introduction

L'adsorption est un procédé de transfert de matière entre une phase liquide (ou gazeuse) chargée en composés organiques ou inorganiques et une phase solide, l'adsorbant. Pendant des décennies, les charbons actifs commerciaux ont été les principaux, voire les seuls adsorbants utilisés dans les filières de traitement d'eaux. En effet, l'adsorption sur charbons actifs présente de nombreux avantages : elle permet l'élimination d'une large gamme de polluants, dont différents types de colorants, mais aussi d'autres polluants organiques et inorganiques, tels que les phénols, les ions métalliques, les pesticides, les substances humiques, les détergents, ainsi que les composés responsables du gout et de l'odeur. A l'inverse de la précipitation, l'adsorption est plutôt efficace dans le domaine des faibles concentrations **[1].**

## III.2. Définition de L'adsorption

L'adsorption est une technique de séparation de molécules d'un gaz ou d'un liquide par attraction sur un solide poreux. C'est un phénomène de surface qui fait intervenir des interactions physiques et chimiques. La rétention des molécules a lieu essentiellement sur la surface interne de l'adsorbant **[2].**

En effet, le terme surface correspond à la totalité de la surface du solide, surface géométrique pour un solide non poreux, à laquelle s'ajoute pour un solide poreux, la surface interne des pores, accessible aux molécules du fluide. Elle est traduite par une augmentation de la densité du fluide à l'interface des deux phases. Elle peut donc aller de quelques molécules sur la surface, puis une monocouche et jusqu'à plusieurs couches formant une véritable phase liquide, surtout dans les micropores **(Figure III.1)** [**3].**

La molécule qui s'adsorbe c'est l'adsorbat, le solide sur lequel s'adsorbe la molécule c'est l'adsorbant. Le phénomène inverse par lequel les molécules se détachent est la désorption **[4, 5,6].**

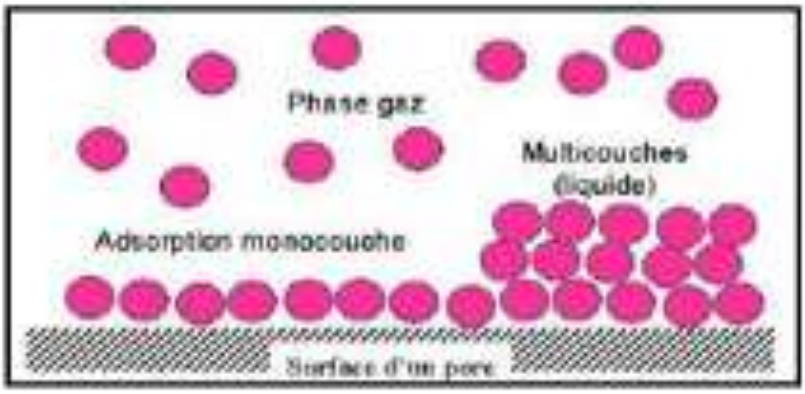



**Figure III.1** : Phénomène d'adsorption

La nature des liaisons formées ainsi que la quantité d'énergie lors de la rétention d'une molécule à la surface d'un solide permettent de distinguer deux types d'adsorption : adsorption physique et adsorption chimique **[7, 5 8, 9].**

## III.3. Les différents types d'adsorption

On distingue deux types d'adsorption selon la nature des interactions en jeu : la physisorption et la chimisorption.

### III.3. 1.Adsorption physique ou physisorption

La physisorption est un phénomène dans lequel la fixation des molécules d'adsorbât sur la surface d'adsorbant se fait essentiellement par les forces de Van Der Waals (liaison de type électrostatique). Il se produit sans modification de la structure moléculaire et est parfaitement réversible (c 'est-adire que les molécules adsorbées peuvent être facilement désorbées en diminuant la pression ou en augmentant la température). L 'adsorption physique est rapide et fait intervenir des forces intermoléculaires relativement faibles qui agissent entre deux particules voisines. Contrairement à la chimisorption, la physisorption est un phénomène non spécifique donnant lieu à la formation de multicouches : la première couche est due aux interactions adsorbat/adsorbant alors que les suivantes concernent les interactions adsorbat/adsorbat **[10].**

### III.3.2. Adsorption chimique ou chimisorption

Elle résulte d'une interaction chimique entre les molécules d'adsorbant composant la surface du solide et les molécules de soluté. Ces forces attractives de nature chimique provoque

un transfert ou mise en commun d'électrons et en conséquence, destruction de l 'individualité des molécules et formation d'un composé chimique à la surface de l 'adsorbant. Ce type d'adsorption se développe à haute température et met en jeu une énergie de transformation élevée **[10].**

**Tableau III.1 :** Différences principales entre les deux types d'adsorption

| **Propriétés** | **Adsorption physique** | **Adsorption chimique** |
|---|---|---|
| Type de liaison | Liaison de Van Der Waals | Liaison chimique |
| Chaleur d'adsorption | ≤ 84 KJ/mole | > 84 KJ/mole |
| Individualité des Molécules | L'individualité des molécules est conservée | Destruction de l'individualité des molécules |
| Désorption | Facile | Difficile |
| Cinétique | Rapide | Lente |
| Type de formation | Formation en multicouche et monocouche | Formation en monocouche |

## III.4. Mécanisme d'adsorption [11].

Le mécanisme d'adsorption se déroule selon les étapes suivantes :

- Diffusion des molécules de l'adsorbat au travers du film liquide entourant les particules de charbon actif.
- Transfert des molécules de l'adsorbat de la phase liquide à la phase solide.
- Diffusion le long des parois des macropores.
- Diffusion lente du soluté des macropores vers les micropores.
- Fixation sur les sites actifs.

Les trois premières étapes se déroulent pratiquement vite, contrairement aux deux dernières qui sont beaucoup plus lentes.

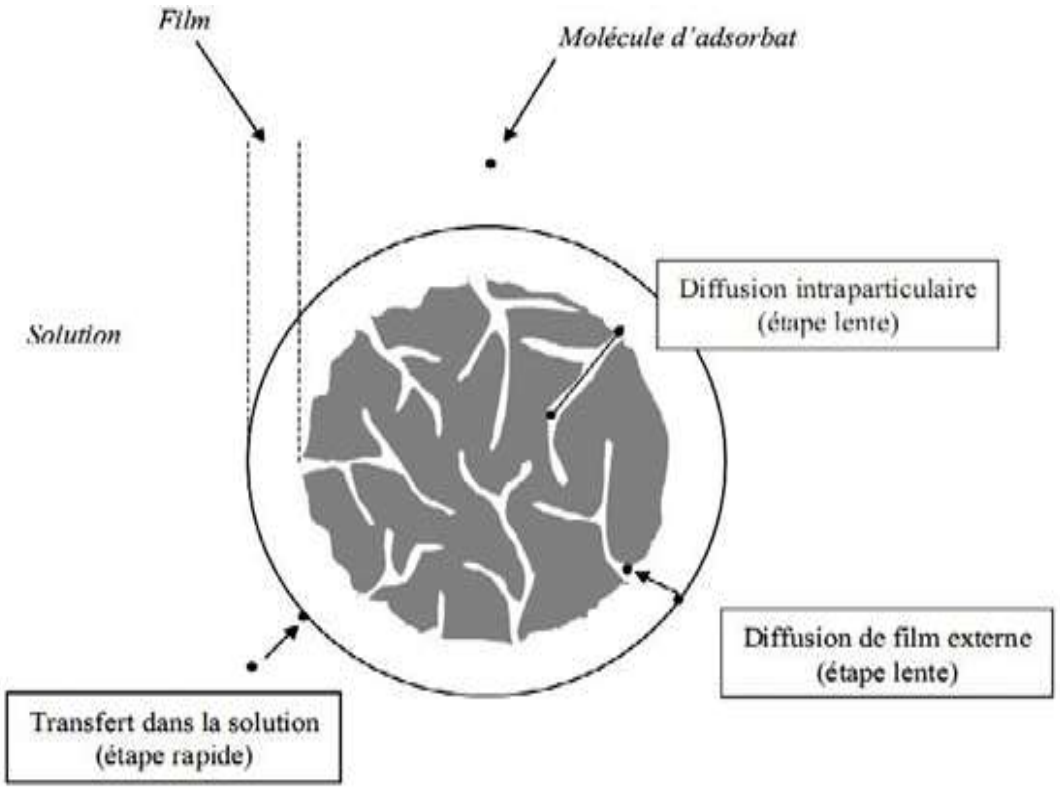



**Figure III.2 :** Phénomène et étape de transfert de soluté vers le charbon actif

## III.5. Capacité d'adsorption

La capacité d'adsorption d'un adsorbant est définie comme étant la quantité de substrat (masse ou volume) adsorbée par unité de poids d'adsorbant pour une température donnée. Elle nécessite la prise en compte de nombreux paramètres aussi bien pour l'adsorbat (taille des molécules, solubilité dans l'eau, etc.) que pour l'adsorbant (surface spécifique, structure et type de particules, le constituant etc.) **[12].**

## III.6. Isothermes d'adsorption

Les isothermes d'adsorption sont des courbes expérimentales qui représentent les variations (masse ou volume) du substrat adsorbé (gaz ou liquide) par poids d'adsorbant en fonction de la concentration (en phase liquide) ou de la pression (en phase gazeuse). Elles sont exprimées généralement sous formes d'équations mathématiques, non cinétiques, lesquelles sont obtenues à partir d'expériences réalisées en réacteur statique **[13].** Elles permettent essentiellement :

- ✓ De déterminer le taux de recouvrement de la surface d'un support par un substrat.
- ✓ D'identifier le type d'adsorption pouvant se produire.
- ✓ De choisir l'adsorbant qui conviendrait le mieux à la rétention de l'adsorbat.

### III.6.1. Différents types d'isothermes

La forme des isothermes d'équilibre d'adsorption fournit des informations sur les mécanismes mis en jeu lors du processus d'adsorption. Les isothermes d'adsorption observées peuvent être classées en six types (**Figure III.3**) selon l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC) **[14].**

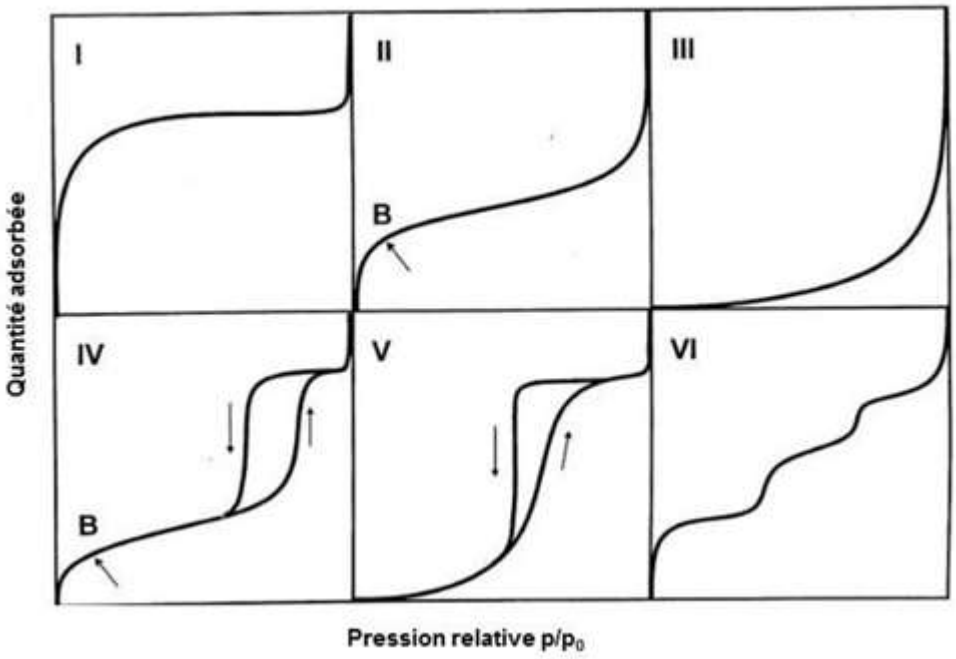



**Figure III.3 :** Types d'isothermes selon la classification de l'IUPAC

- **Isothermes de type I :** Ces types d'isotherme sont généralement obtenues dans le cas des adsorbants microporeux. Le milieu ne contient que des micropores saturés pour de faibles valeurs de p/p0, il ne se produit ensuite aucune adsorption pour les valeurs plus élevées qui permettraient de remplir des mésopores. Ces isothermes se caractérisent par un plateau indiquant l'absence de formation de multicouches.
- **Isothermes de Type II :** Le milieu est non poreux ou macroporeux. Cette isotherme est caractéristique d'une adsorption multimoléculaire : épaississement progressif de la couche adsorbée.

- **Isothermes de Type III :** Le milieu est du même type que pour les isothermes de type II mais les interactions adsorbat/adsorbant sont faibles. Ce type d'isotherme est rarement rencontré.
- **Isothermes de type IV :** Elles peuvent résulter de la formation de deux couches successives d'adsorbat à la surface du solide. Dans ce cas, les sites d'adsorption de la seconde couche ne commencent à se remplir que quand la première couche est à peu près complète.

  Elles correspondent donc à un milieu mésoporeux dans lequel se produit une condensation capillaire. Le phénomène n'est pas réversible, on observe en général un hystérésis entre les courbes d'adsorption et de désorption.
- **Isothermes de type V :** Le milieu est du même type que pour les isothermes de type IV mais les interactions adsorbat/adsorbant sont faibles. Ce type d'isotherme est rarement rencontré.
- **Isothermes de Type VI :** Ces isothermes correspondent à un milieu poreux dans lequel les couches adsorbées se forment les unes après les autres.

### III.6.2. Modélisation mathématique des isothermes d'adsorption

Plusieurs modèles ont été proposés pour décrire les isothermes d'adsorption dont les plus utilisées sont les modèles de Langmuir, de Freundlich et de BET (Brunauer, Emmett et Teller).

❖ **Modèle de Langmuir**

Mise en place par Langmuir, (1916), ce modèle décrit les isothermes d'adsorption dans le cas des surfaces homogènes **[14].** Il est basé sur les hypothèses suivantes :

- Il existe plusieurs sites d'adsorption à la surface du support ;

-Chacun de ces sites peut adsorber une seule molécule et par conséquent, une seule couche de molécule peut être adsorbée.

- L'activité à un site donné n'affecte pas l'activité aux sites adjacents (énergie d'adsorption constante).

❖ **Modèle de Freundlich**

Le modèle de Freundlich, (1906) ne repose sur aucune base théorique. Ce modèle décrit bien les résultats d'adsorption des polluants par les solides tels que les charbons actifs, les sols et les argiles. Il permet de prendre en compte l'hétérogénéité de la surface de l'adsorbant.

❖ **Modèle de Brunauer, Emmet et Teller (BET)**

Cette théorie a été développée en 1938 par Brunauer, Emmett, et Teller (Brunauer et al. 1938). Elle envisage l'adsorption en multicouches et rend compte des types II et III des isothermes d'adsorption. Le point de départ est la généralisation des hypothèses admises pour le modèle BET en multicouches et dont les principales sont les suivantes :

- L'adsorption se produit sur des sites d'adsorption déterminés, dont on ne connaît pas la nature physique. On considère que chaque site d'adsorption peut fixer seulement une molécule de gaz. De plus, on suppose que la surface ne contient qu'un type de site d'adsorption caractérisée par une chaleur d'adsorption uniforme. Les sites d'adsorption sont identiques et la chaleur d'adsorption est indépendante du degré de recouvrement.
- Les molécules adsorbées n'interagissent pas entre elles. La solidité du lien d'une molécule donnée avec un site donné n'est conditionnée que par la nature de la molécule, et la nature du site. Elle ne dépend pas de la présence ou de l'absence de molécules sur les sites voisins.

L'isotherme de BET a peu d'application, surtout en phase aqueuse, comparativement à celles plus utilisables de Langmuir et de Freundlich. Par contre, elle est très utilisée pour caractériser les matériaux adsorbants car elle permet de mesurer la surface spécifique appelée alors surface BET.

## III.7. Applications de l'adsorption

1. **Application en phase liquide :** les applications de l'adsorption en phase liquide sont classées en deux domaines de séparation des composés chimiques à savoire : le domaine de traitement des solutions diluées et celui de fractionnement des mélanges **[15].**

- **Traitement des solutions diluées :** dans ce type de traitement, il faut distinguer entre l'élimination des solutés qui sont considérées comme des impuretés et c'est le domaine

de purification des solvants par adsorption (cas de notre étude) ou la récupération des solutés et c'est le domaine de l'extraction par adsorption. A cet effet les applications industrielles sont très nombreuses, les plus importantes en tonnage concernent : le traitement des eaux, la décoloration des jus sucrés, la purification des produits pétroliers et des matières grasses animales et végétales

- **Le fractionnement des mélanges liquides :** il existe peu de procédés industriels permettant des fractionnements à grande échelle par adsorption à partir des mélanges économiquement importants tels que les produits pétroliers. Cependant à l'échelle purement préparative et /ou analytique, la chromatographie liquide à haute pression se classe au premier rang pour son efficacité et ses performances.

2. **Application en phase gazeuse :** les principales applications en phase gazeuse concernent le séchage et la purification des gaz **[15].**

## III.8. Principaux facteurs influençant sur l'adsorption

Quand un solide est mis en contact avec une solution, chaque constituant de cette dernière, le solvant et le soluté, manifeste une tendance à l'adsorption à la surface du solide. Il y'a donc une compétition en surface entre deux adsorptions qui sont Concurrentielles.

Le cas le plus intéressant est celui où l'adsorption du soluté est de loin plus importante que celle du solvant. Donc la quantité adsorbée, dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont **[16].**

### III.8.1. Facteurs caractérisant l'adsorbant

- **La surface spécifique**

La surface spécifique d'un solide est définie comme étant sa surface par unité de masse. Elle est exprimée en ($m^2/g$) En général, la capacité d'adsorption d'un adsorbant est proportionnelle à sa surface spécifique, plus la surface est importante, plus grande sera la quantité de molécules adsorbées **[16].**

- **La structure de l'adsorbant**

D'une substance croit avec la diminution de la taille des particules et les dimensions des pores de l'adsorbant. Mais si le diamètre des pores est inférieur au diamètre des molécules,

l’adsorption de ce composé sera négative, même si la surface de l’adsorbant a une grande affinité pour le composé.

La distribution des tailles des pores joue un rôle important dans la cinétique globale du processus d’adsorption **[16].**

- **Porosité**

La porosité est liée à la répartition de la taille des pores. Elle reflète la structure interne des adsorbants microporeux **[16].**

- **La polarité**

Les solides polaires adsorbent préférentiellement les corps polaires, et les solides apolaires adsorbent les corps apolaires. L’affinité pour les substrats croit avec la masse moléculaire de l’adsorbat **[16].**

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

**[1]** Benamraoui, F. **(2018).** Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture Mémoire de Magistère, Université Ferhat Abbas Setif-1 UFAS.

**[1]** http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro th2/operations-unitaires-extractions-fluides-fluide-et-fluide-solide42332210/adsorption (19/02/2016).

**[3]** Laurette. **(2004**), Utilisation des fibres de carbone activé comme catalyseurs d'O-et Nglycosylation Application à la synthèse d'analogue de saponines et de nucléosides. Thèse de Doctorat ; de l'université de Limoge.

**[4]** Desjardins, R. (**1990**), Le traitement des eaux 2éme édition revue. Edition de l'école polytechnique de Montréal.

**[5]** El Azzouzi, M. **(1999),** Persistance, mobilité et photodégradation de l'imazapyr dans dans le sol et l'eau, Thèse d'état.

**[6]** Arias, M. Barral, M.T &Mejuto, J.C.J. **(2002)**, Enhancement of copper and cadmium adsorption on kaolin by the presence of humic acids. Chemosphere, 48, 1081-1088.

**[7]** Rachidi, M. H. **(1994)**, Etude de l'adsorption de l'Octaéthylporphyrine de Nickel sur les apatites phosphocalciques. Mémoire de CEA.

**[8]** Mechrafi, E. **(2002)**, Adsorption, désorption et mobilité des herbicides au contact des adsorbants organiques et minéraux. Thèse de Doctorat.

**[9]** Atheba, G.P. **(2009)**, Traitement des eaux par action combinée de la Photocatalyse solaire et de l'adsorption sur charbon actif : conception et réalisation du procède. Thèse de Doctorat l'université Paul Verlaine, Metz.

**[10]** Zeghache Hadjer, Etude de l'adsorption des colorants sur un matériau poreux ‹‹ charbon actif › ›, Thèse de doctorat en Chimie, Université Larbi Ben M'hidi Oum-El-Bouaghi ,**2019**.

**[11]** Mounir, Z. I. A. T. I. **(2012)**. Adsorption et électrosorption de l'arsenic (III) sur charbon à base de noyaux de dattes activés thermiquement et chimiquement, Thèse de doctorat, Université de Annaba.

**[12]** B. Benguella, Valorisation des argiles Algériennes application à l9adsorption des colorants textiles en solution, Thèse de Doctorat, Tlemcen, **(2009).**

**[13]** Zeghache Hadjer, Etude de l’adsorption des colorants sur un matériau poreux ‹‹ charbon actif › ›, Thèse de doctorat en Chimie, Université Larbi Ben M’hidi Oum-El-Bouaghi, **(2019).**

**[14]** Loukou, A. (2019). Couplage adsorption-procédés d'oxydation avancée pour l'élimination de polluants biorécalcitrants en milieu aqueux, Thèse de doctorat Institut National Polytechnique de Toulouse-INPT ; Institut National Polytechnique Félix Houphouët-Boigny (Yamoussoukro, Côte d'Ivoire)).

**[15]** Chaouch, N**. (2014).** Utilisation des sous-produits du palmier dattier dans le traitement physico-chimique des eaux polluées, Thèse de doctorat, Université Hadj Lakhdar – Batna.

**[16]** Benarima, A. E. H., & Kouadri, M. R. **(2017)**. Préparation et caractérisation d’un charbon actif à partir de coquilles d’œufs, Mémoire de Master, Université de Kasdi Merbah – Ouargla.

# CHAPITRE IV :

## PARTIE EXPÉRIMENTALE

## IV.1. Introduction

La noix est un fruit à écale (qui a une coque solide), produit par *Juglans regia* ou le noyer**[1].**

Parmi ses différentes formes, La noix commune est un fruit à coque oléagineux très énergétique. Par rapport aux autres l'apport graines oléagineuses, elle se caractérise par sa richesse en acides gras polyinsaturés, comportant le plus élevé en oméga-3. La noix est aussi riche en tocophérol et composés phénoliques lui donnant une activité antioxydant puissante **[2].**

## IV.2. Objectif de cette étude

Dans cette étude, nous avons choisi de valoriser un déchet végétal issu des coquilles de noix comme matière première pour la production de charbon actif. L'acide phosphorique ($H_3PO_4$) a été utilisé comme agent d'activation chimique.

La caractérisation du matériau préparé a été réalisée en déterminant le pH, le taux d'humidité, le taux de cendre ainsi que l'indice d'iode. Une comparaison a également été effectuée entre le charbon obtenu et un charbon commercial en ce qui concerne l'élimination d'un polluant représenté par le bleu de méthylène (BM) présent dans l'eau.

Dans notre étude, nous avons opté pour l'activation chimique plutôt que physique, pour des raisons de disponibilité.

## IV.3. Réactifs

Toutes les expériences au cours de notre étude ont été réalisées dans différentes conditions en utilisant les produits suivants :

### IV.3.1. Adsorbants

Les adsorbants sont des solides poreux qui possèdent une surface interne très élevée, ils ont une place privilégiée dans la purification de l'eau.

## Charbons actifs

Les charbons actifs sont de loin les adsorbants les plus fabriqués et utilisés dans de nombreuses applications domestiques et industrielles **[3].**

Dans notre étude deux charbons sont utilisés comme matériaux adsorbants :

- Charbon commercial Merck (CM) : avec des particules d'un diamètre de 2,5 mm

- Charbon de coquille de noix avec des particules de diamètres 0.5 mm

Les produits utilisés dans notre étude sont donnés dans **le tableau IV.1** suivant

**Tableau IV.1:** Les produits chimiques utilisés.

| **Produits chimiques** |
|---|
| Acide phosphorique $H_3PO_4$, thiosulfate de sodium $Na_2S_3O_2$, empois d'amidon, iodure de potassium KI, diode $I_2$, eau distillée, Bleu de méthylène |

## IV.4. Matériels

Les matériels utilisés dans ce travail sont dans **le tableau IV.2**

**Tableau IV.2:** Matériels et verreries utilisés.

| **Matériel** | **Verreries** |
|---|---|
| Etuve (HERAEUS), balance électrique, agitateur magnétique, pH mètre (inoLab), four (HERAEUS ELECTRIC température max 1000°C), tamis (RETSCH).<br>Spectrophotomètre UV –Visible-1240 | Creuset en céramique, burette, béchers, erlenmeyer, éprouvettes graduées, entonnoir, fioles jaugées, mortier, papier filtre, spatule, verre de montre, pince, dessiccateur |

## IV.5. Préparation de la matière première (coquilles de noix)

### IV.5.1. Préparation des échantillons

Le charbon brut est préparé à partir de la noix (Juglans regia), après élimination de la partie supérieure on obtient les écales. Les fruits et les coquilles de notre biomasse sont représentés dans **la figure IV.1**



**Figure IV.1** : Les fruits et les coquilles de noix

### IV.5.1.1. Lavage et séchage

Les coquilles ont été lavés avec de l'eau distillée, puis séchés dans l'étuve à 110 °C pendant 24 heures. Finalement on obtient des coquilles sèches, d'un couleur marron.

**La figure IV.2** représente notre échantillon.



**Figure IV.2 :** Les coquilles de noix lavés et séchés.

### IV.5.1.2. Broyage

Les coquilles ont été broyés à l'aide d'un broyeur électrique f**igure IV.3**



**Figure IV.3 :** Coquilles Broyées

### IV.5.1.3. Tamisage

Le broyat était tamisé pour ne retenir que la fraction comprise entre 0.5 et 1.0 mm. Le matériau sec CABr est stocké à l'abri de l'humidité dans des bouteilles placées dans un dessiccateur en attendant son utilisation dans la préparation du charbon actif.



**Figure IV.4 :** Charbon brut CABr.

## IV.6. Carbonisation

La carbonisation est la décomposition thermique des matières carbonées : les espèces autres que le carbone sont éliminées **[4,5]** la carbonisation se fait à 700 °C avec un palier de 3 heures **[4].**

### IV.6.1. Charbon carbonisé CAC

La carbonisation des échantillons de diamètre 0,5<d< 1 mm dans des creusets en porcelaine est réalisée dans un four électrique (HERAEUS ELECTRIC) le four est préchauffé à une température de 700 °C pendant au moins 1 heures avant le début de l'essai pour obtenir une température en régime permanant on augmente la température (100 degrés / 30 min).

Dans **la figure IV.5** on a l'échantillon carbonisé de couleur Noire et le broyat avant et pendant la carbonisation.


(A)

(B)

(C)

**Figure IV.5 : (A)** Broyat avant la carbonisation, **(B**) Broyat pendant la carbonisation,

**(C)** Le charbon Carbonisé CAC**.**

## IV.7. Traitement du charbon en grain (Merck)

Le charbon de bois commercial en granulés produit à partir de bois par activation est séché à110 °C 24 heures, broyer dans un mortier et un pilon, puis tamiser.



**Figure IV.6:** Charbon en grain Merck

## IV.8. Activation par l'$H_3PO_4$

L'activation chimique est souvent utilisée pour préparer le charbon actif à partir de déchets de biomasse. Les activateurs utilisés sont principalement $H_3PO_4$, $ZnCl_2$, KOH…etc. **[6,7]**. Parmi les acides, l'acide phosphorique **tableau IV.3** a été très largement utilisé pour l'activation du charbon **[8,9].** De plus, il est considéré comme l'un des meilleurs oxydants **[10].** L'utilisation de l'acide phosphorique permet de valoriser le charbon microporeux et ou mésoporeux **[6].**

**Tableau IV.3**: Propriétés de l'acide phosphorique.

| **Nom** | **Acide phosphorique** |
|---|---|
| **Formule chimique** | **$H_3PO_4$** |
| **Masse molaire g/mol** | **97,9952** |
| **Masse volumique g/cm$^3$** | **1,834 à 18 °C** |

Le charbon préparé au laboratoire en utilisant les coquilles de noix tamisée de diamètre 0, 5<d<1 mm été activé chimiquement, selon les étapes suivantes :

- Un échantillon de 30g est mélangé avec 45 ml de la solution $H_3PO_4$ (40%) et maintenu sous agitation pendant 10 h.
- Le mélange est mis à l'étuve pendant 24 heures à 110°C.

- Dans un four on met l'échantillon dans un creuset en porcelaine pendant 1 heure à 450 °C pour faire la carbonisation (le four est réglé à 450 °C une heure de temps avant de mettre l'échantillon).
- Pour l'opération de lavage on a utilisé l'eau distillé jusqu'a (PH=6,88).
- L'échantillon est ensuite séché dans une étuve pendant 24 heures à 110°C. La masse finale de CAA est 10,0708 g.

Les étapes de l'activation chimique des coquilles de noix CBr par l'acide phosphorique et le protocole de préparation du charbon actif sont donnés dans le figure **IV.7**

L'organigramme **IV.8.**




**Figure IV.7:** Les différentes étapes de l'activation chimique phosphorique par l'acide

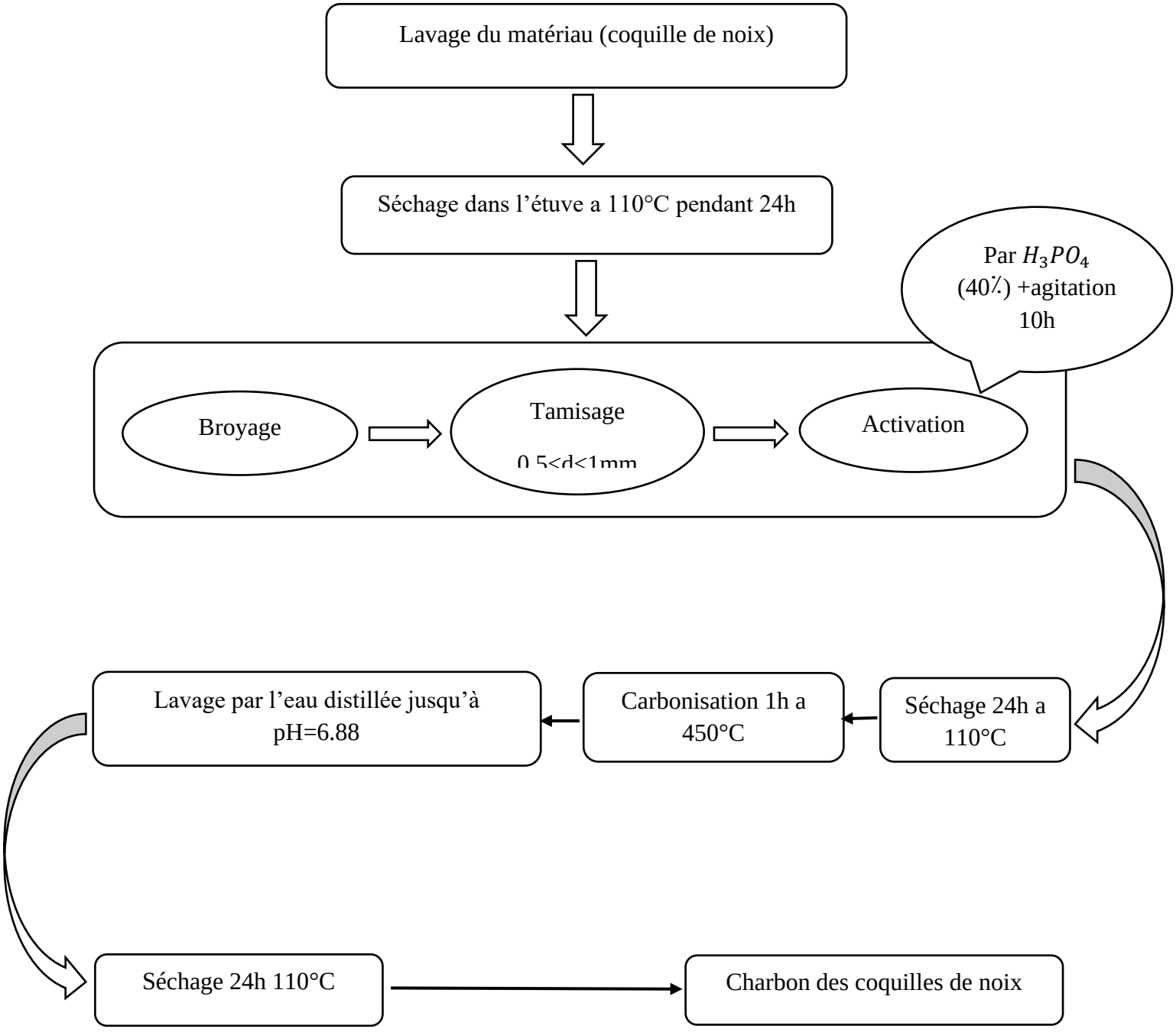



**Figure IV.8:** Les étapes de préparation du charbon de coquille de noix (CAA).

## IV.9. Caractérisation des charbons

Pour la caractérisation des charbons de coquille noix activé chimiquement CAA, en utilisant diverses méthodes illustrées par le diagramme suivant :

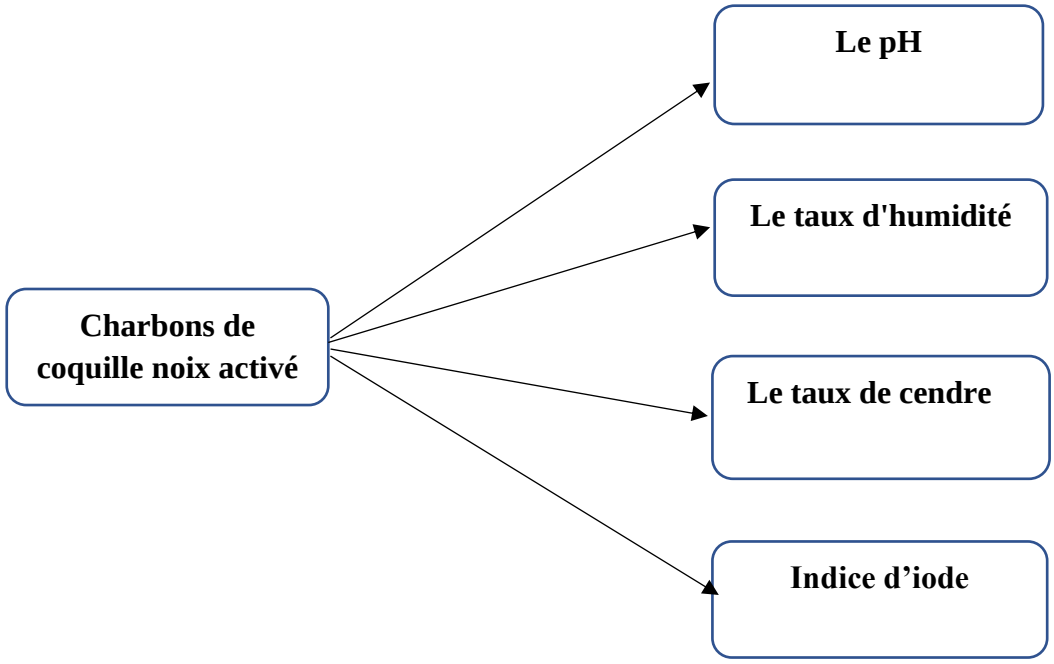



**Figure IV.9:** Différentes méthodes utilisées pour la caractérisation des coquilles de noix.

## IV.10. Méthode de caractérisation des différents charbons actifs préparés

Afin de connaitre les différentes caractéristiques physico-chimiques des charbons actifs étudiés, nous avons procédé à leur analyse par différentes techniques.

### IV.10.1. Détermination du caractère acido-basique

Le pH est une notion qui permet de façon commode et précise de désigner le caractère acide, basique ou neutre **[11].**

Le pH des solutions a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre de type inoLab Ph 720 WTW. L'étalonnage de l'appareil a été effectué avec des tampons commerciaux de pH 4, 7et 10.

Le pH de chaque charbon a été mesuré par le protocole suivant

- On pèse 0,5g de chaque échantillon
- Dans un bécher on introduit la quantité de charbon avec 50 ml d'eau distillée.
- La solution est agitée à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 1 heure
- On mesure le pH du filtrat.

### IV.10.2. Taux d'humidité H%

Le taux d'humidité est un rapport exprimé en pourcentage, il est déterminé par le séchage de l'adsorbant dans une étuve **[12].**

**Principe de détermination du H%**

- On met 0.5 g de charbon actif dans un creuset en céramique et on le pèse (échantillon +creuset).
- Ensuite on le sèche dans une étuve à 110°C jusqu'à ce que son poids reste constant

(1 heure de temps à l'étuve).

- A sa sortie de l'étuve, on le refroidit à température ambiante puis on le repese.

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

$$\textbf{Taux d'humidité (\%H)} = \frac{M_1 - M_2}{P} \times 100$$

**Où :**

**P** : Masse d'échantillon en (g).

**$M_1$ :** la masse de l'échantillon +creuset avant séchage en (g).

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

### IV.10.3. Taux de cendre Cd%

Le taux de cendre représente la partit inorganique présente dans le matériau de départ (dans notre cas la coque de noix) **[13].**

**Principe de détermination du Cd%**

Un échantillon de 0.5 g de charbon actif est placé dans un creuset en céramique préalablement pesé, puis introduit dans une étuve à 110°C pendant 12heure.aprés séchage, le creuset est introduit dans un four réglé à 550°C pendant 3heure jusqu'à ce que la couleur du charbon devienne blanchâtre. On retire le creuset du four et le laisse refroidir dans un dessiccateur puis on pèse de nouveau le creuset **[13].**

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

$$\textbf{Cd\%} = 100 \times \frac{M_1 - M_2}{M_3}$$

**Où :**

**$M_1$ :** La masse initiale du CA utilisée (la prise d'essai) en (g).

**$M_2$ :** La masse du creuset vide en (g).

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

Les étapes détermination du taux de cendre (Cd%) sont détaillées dans la figure **IV.10**



**Figure IV.10:** Détermination de taux de cendre

### IV.10.4. Indice d'iode Id%

L'indice d'iode (iodine number) permet de mesurer le contenu des micropores d'un charbon actif. **[14].**

**Principe de détermination de Id%**

Pour déterminer l'indice d'iode de chaque charbon actif, ont préparé les solutions suivantes :

1. Une solution d'empois d'amidon.
2. Une solution d'iode 0,1 N.
3. Une solution de thiosulfate de
4. Une quantité de KI



**Figure IV.11:** Les solutions préparées.

On introduit 10ml de la solution d'iode 0,1N dans un erlenmeyer et on dose par une solution de thiosulfate de sodium 0,1N en présence de quelques gouttes d'une solution d'empois d'amidon comme indicateur coloré jusqu'à la disparition de la couleur. Le volume de thiosulfate consommé est noté **Vb** (volume à blanc).

Ensuite, dans un bécher de 100 ml, on met une masse de 0.05g de chaque échantillon étuvé pendant 24 heures à 110°C. On ajoute par une pipette 15 ml de la solution d'iode 0,1 N et on agite pendant 30 min. On filtre le mélange sur papier filtre et on prélève 10 ml du filtrat que l'on met dans un erlenmeyer et on ajoute 2 gouttes de la solution d'empois d'amidon. On titre par du thiosulfate de sodium jusqu'au changement de couleur on mesure **Vs** le volume de thiosulfate.

L'indice d'iode est donné par la relation suivante :

$$\mathbf{Id} = \frac{\left[(\mathbf{V_b} - \mathbf{V_S}) \times \mathbf{N}(\mathbf{126.9} \times \frac{\mathbf{15}}{\mathbf{10}})\right]}{\mathbf{M}}$$

**Où :**

**(Vb-Vs)** : différence des résultats du titrage à l'essai à blanc et à l'essai avec adsorbant en

(ml de thiosulfate de sodium 0.1N).

**N :** normalité de la solution de thiosulfate de sodium en (mol/l).

**126.9 :** la masse atomique d'iode.

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



**Figure IV.12:** Détermination de l'indice d'iode par titrage avec la solution de thiosulfate de sodium.

## IV.11. Adsorption du bleu de méthylène sur les charbons

Le bleu de méthylène est un colorant cationique. C'est une molécule organique appartenant à la famille des phénothiazines. Elle est choisie comme modèle représentatif des polluants organiques. L'adsorption du bleu de méthylène a été utilisée depuis longtemps, en vue d'évaluer les performances du charbon actif avant son emploi dans une installation d'épuration des eaux. C'est une molécule qui est utilisée également pour tester les pouvoir adsorbants des solides, et pour déterminer leur surface spécifique **[15].** Les propriétés physico-chimiques de bleu de méthylène sont représentées dans le tableau suivant :

**Tableau IV.4 :** Caractéristiques physico-chimiques du bleu de méthylène**.**

| | |
|---|---|
| **Formule chimique** | $C_{16}H_{18}N_3CSl$ |
| **Masse moléculaire** | 319,85 g.mol-1 |
| **λmax** | 663 nm |
| **Etat** | En poudre |
| **Couleur** | Bleu |
| **Odeur** | Sans odeur |
| **Solubilite dans l'eau** | Élevée |

### IV.11.1. Préparation de la solution du polluant BM

La solution mère du BM est préparée par addition de 1g de poudre de BM dans une fiole de 1L on complète avec de l'eau distillée sous agitation 30 min.



**Figure IV.13:** La solution mère de bleu de méthylène.

### IV.11.2. Protocole d'adsorption du colorant BM

Dans un bécher on met 0,5 g de chaque échantillon étuvé à 110°C pendant 24h, on ajoute 100 ml de la solution de bleu de méthylène1g/l, le mélange est agité pendant 120 min et en fonction du temps précisément chaque 15 min on récupère 10ml de filtrat qui sera analysé par UV- visible pour déterminer l'absorbance.



**Figure IV.14:** Adsorption de BM par les charbons CABr, CAA et CM.

## IV.12. Spectroscopie UV-VISIBLE

La spectrophotométrie d'absorption UV-Visible consiste à mesurer l'atténuation de la lumière traversant un milieu pour pouvoir déterminer les concentrations des substances absorbantes **[16].**

L'analyse UV a été effectuée à une longueur d'onde de 663nm sur un spectrophotomètre (UVmini-1240 UV-VIS SPECTROPHOTOMETER) **figure IV.15**




**Figure IV.15:** Spectrophotomètre UVmini-1240.

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

**[1]** Bellabaci, A.E. **(2016).** Etude de la possibilité d'amélioration de la culture et de la production du noyer commun, Juglansregia Dans la région de Tlemcen. Mémoire master en agronomie. Université de Tlemcen

**[2]** Ahmedi, Y., Yahiaoui, A., & Boukhelkhal, D. **(2021)**. Valorisation des coques de noix dans la fabrication des matériaux cimentaires. Mémoire de Master, Université de Yahia Fares de Medea

**[3]** Bansal, R. C., Donnet, J. B., & Stoeckli, F. (1988). Active carbons.

**[4]** J. N'guessan, Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX

D'élimination de polluants organiques, Thèse de Doctorat, Université Toulouse **(2010).**

**[5]** M.L. Sekirifa, M. Hadj-Mohammed, Etude comparative de la capacité adsorbant d'un Charbon actif issu de noyaux de dattes et un charbon actif commercial, sciences et technologie B-N° (23), **(2005).**

**[6]** A. Reffas, Étude de l'adsorption de colorants organiques (Rouge Nylosan Et Bleu De Méthylène) Sur des charbons actifs préparés à partir du marc de café, Thèse de Doctorat, Université Constantine, **(2010).**

**[7]** F. Benamraoui, Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à Partir des résidus de l'agriculture, Mémoire de Magister, Université de Farhat Abbas Sétif 1 **(2014).**

**[8]** R. Baccar, M. S, Bouzid, M. Feki, P. Blanquez, Removal of pharmaceutical compounds by activated carbon prepared from agricultural by-product. Chem. Eng. J. (211): pp.310-317 **(2012).**

**[9]** Y. Sun, Q. Y, B. Gao, L. Huang.X. Xu, Q.Li, Comparative study on characterization and adsorption properties of activated carbons with $H_3PO_4$and $H_4P_2O_7$ activation employing Cyperusalternifolius as precursor. Chem. Eng. J. (181-182) : pp.790-797, **(2012).**

**[10]** K. Boutadara, L. Ben Ali, Valorisation des déchets lignocellulosiques, issus du palmier dattier, en charbon actif, Mémoire de Master, Université d'Adrar **(2017).**

**[11]** Z. Belkebir, Valorisation des déchets agro-alimentaire cas des grignons d'olives Mémoire de Magister, Université M'Hamed Bougara Boumerdes **(2007).**

**[12]** M. J. Ahmed, S. K. Dhedan. Equilibri um isotherms and kinetic modeling of methylene blue a dsorption on agricultural wastes-based activated carbons. Fluid phase equilibria (317) : pp.9-14 **(2012).**

**[13]** Hamad, T., & Nedjhioui, M. **(2020**). Synthèse, Mise en forme et Caractérisation de Nouveaux Matériaux Pour le Traitement d'Effluents par Différents Procédés, Thèse de Doctorat., Université Yahia Fares de Medea.

**[14]** S.R. Shirsath, A.P. Patil, R. Patil, J.B. Naik, P.R. Gogate, S.H. Sonawane. Removal of Brilliant Green from wastewater using conventional and ultrasonically prepared poly (acrylic acid) hydrogel loaded with kaolin clay: A comparative study, Ultrasonics Sonochemistry, 20, pp. 914-923, **(2013).**

**[15]** Hamad, T., & Nedjhioui, M. **(2020).** Synthèse, Mise en forme et Caractérisation de Nouveaux Matériaux Pour le Traitement d'Effluents par Différents Procédés, Thèse de Doctorat, Université Yahia Fares de Medea.

**[16]** Mlle Yahiaoui Nouara, "Etude de l'adsorption des composes phenoliques des margines d'olives sur carbonate de calcium, hydroxyapatite et charbon actif, Mémoire de Magister, Faculté des sciences, Département de chimie, Université Mouloud Mammeri Tizi Ouazou-, **2012**.

# CHAPITRE V :

## RÉSULTATS & DISCUSSIONS

Dans cette section, nous examinerons les résultats et les discussions.

## V.1. Carbonisation

La carbonisation, ou décomposition thermique, est un procédé appliqué à des matériaux organiques, excluant les solides déjà riches en carbone. Ce processus permet de transformer ces matériaux en charbon, généralement sous atmosphère inerte ou avec un accès limité à l'oxygène.

### V.1.1. Les étapes de la carbonisation

Dans le cadre du traitement thermique des coquilles de noix, le processus de carbonisation se déroule en quatre étapes principales :

- **En dessous de 100 °C** : Séchage du matériau.
- **Entre 100 °C et 450 °C** : Évaporation des substances volatiles, comme l'eau retenue à l'intérieur et des éléments fragiles comme les vitamines et les protéines.
- **Entre 450 °C et 600 °C** : Début de la carbonisation
- **Au-dessus de 600 °C** : Le matériau est presque entièrement carbonisé

Dans cette étude, la température choisie pour la carbonisation est de **700 °C**, car elle permet d'obtenir un charbon riche en carbone, et de bonne qualité.

## V.2.Activation chimique par $H_3PO_4$

À la différence de l'activation physique, l'activation chimique s'effectue en même temps que la carbonisation à température entre 450°C et 600°C, après imprégnation du précurseur par un agent activant l'acide phosphorique **[1 ,2]**. L'activation chimique est suivie par l'étape de traitement thermique, et enfin par une étape de lavage **[3]**. L'activation chimique offre des avantages bien connus **[4]** sur l'activation physique. Ce qui peut être résumé comme suit :

- Elle implique l'utilisation de températures plus basses et de temps de traitement plus courts.
- Elle se compose généralement d'une seule étape et aboutit généralement à des rendements de charbon plus élevés.
- Les résidus d'acide phosphorique sont éliminés du charbon par lavage jusqu''a un pH presque neutre

- $H_3PO_4$ réagit à l'intérieure de la structure de la cellulose pour produire une dépolymérisation conduisant à une augmentation du volume de pore **[5].**

## V.3.Résultats des caractéristiques physico-chimiques du charbon actif

L'utilisation des matériaux adsorbants dans le traitement des eaux requiert une bonne compréhension de leurs propriétés physico-chimiques. La maîtrise de ces paramètres de caractérisation permet d'expliquer les phénomènes responsables de l'efficacité et de la capacité d'adsorption.

### V.3.1. Détermination du caractère acido-basique des charbons

Les pH des différents charbons actifs préparés sont rassemblés dans **le tableau V.1** :

**Tableau V.1:** Les valeurs du pH des charbons (CM, CABr, CAC et CAA).

| | **CM** | **CABr** | **CAC** | **CAA** |
|---|---|---|---|---|
| **PH** | 6,30 | 7 ,20 | 6,82 | 6,20 |

Les valeurs du pH de nos échantillons de charbon commercial (CM), charbon brut de coquille de noix (CABr), charbon activé (CAC) et charbon activé par activation (CAA) sont étalées entre **6,20** et **7,20**, elles sont comparables. On constate que le pH du charbon CAA est légèrement inférieur comparativement à celui du charbon brut, ce qui revient au phénomène d'activation Lors de la carbonisation, on observe un passage du pH de **7,20** pour le CABr à **6,82** pour le CAC. Cela peut s'expliquer par le fait que la dégradation des noyaux de coquille de noix conduit à des produits de nature légèrement acide ou moins basique.

### V.3.2. Taux de cendre

Le taux de cendre représente la partit inorganique présente dans le matériau de départ est déterminé par la méthode décrite en littérature **[6].**

Les résultats relatifs à la détermination de la teneur en cendre sont consignés dans **le tableau V.2** suivant :

**Tableau V.2:** les valeurs du taux de cendre des différents échantillons.

| Les charbons | CM | CABr | CAC | CAA |
|---|---|---|---|---|
| **$M_1$ (g)** | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 |
| **$M_2$ (g)** | 46,38 | 46,38 | 46,38 | 46,38 |
| **$M_3$ (g)** | 46,39 | 46,385 | 46,40 | 46,42 |
| **Cd%** | 2 | 1 | 4 | 8 |

D'après le tableau, on observe que les charbons analysés (CABr, CM et CAC) présentent de faibles teneurs en cendre, respectivement de 1 %, 2 % et 4%. En comparaison, le charbon préparé affiche une teneur légèrement plus élevée, atteignant 8 %. Ces résultats s'expliquent par l'origine végétale des matières premières utilisées, qui sont généralement plus riches en carbone qu'en éléments minéraux.

### V.3.3. Taux d'humidité

Le taux d'humidité correspond au pourcentage du poids de l'eau contenue dans le charbon actif par rapport au poids du même matériau une fois sec.

Les résultats relatifs au taux d'humidité sont présentés dans **le tableau V.3**

**Tableau V.3:** Les valeurs du taux d'humidité des différents échantillons

| Les charbons | CM | CABr | CAC | CAA |
|---|---|---|---|---|
| **P *(g)*** | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 |
| **$M_1$ *(g)*** | 46,46 | 46,46 | 46,46 | 46,46 |
| **$M_2$ *(g)*** | 46,45 | 46,44 | 46,43 | 46,45 |
| **H (%)** | 2 | 4 | 6 | 2 |

Les valeurs typiques de la quantité d'eau physiquement liée au charbon actif ou la teneur en eau varient de 1 à 5 % en masse. Le taux d'humidité des charbons actifs CM, CABr, CAC, et

CAA étaient de 2 ; 4, ; 6 et 2 (%). L'humidité des trois charbons (CM, CABr, et CAA) est dans les normes. La valeur de la teneur en humidité du charbon préparé CAA est légèrement inférieur aux autres échantillons. Une faible teneur en eau indique une bonne qualité de charbon actif.

### V.3.4. Indice d'iode

L'indice d'iode, aussi appelé nombre d'iode, est un paramètre utilisé pour évaluer la présence de micropores dans un charbon actif. Il sert à mesurer la capacité d'adsorption des matériaux poreux, en particulier du charbon actif, et constitue un indicateur de la surface spécifique disponible pour l'adsorption.

Les résultats de la détermination de l'indice d'iode sont présentés dans **le tableau V.4** suivant :

**Tableau V.4:** Les valeurs de l'indice d'iode de chaque échantillon.

| **Les charbons** | **CM** | **CABr** | **CAC** | **CAA** |
|---|---|---|---|---|
| **Vs (ml)** | 11.6 | 13.1 | 12.1 | 1104 |
| **Id** | 970,78 | 399,73 | 780,43 | 1046,92 |

Ces résultats montrent clairement que l'indice d'iode **1046,92** obtenu pour le charbon de coquilles de noix activé chimiquement par $H_3PO_4$ est meilleur comparativement au charbon brute dont la valeur est de **399,73** et carbonisé qui est de **780,43**. Le traitement du charbon avec l'acide phosphorique fait augmenté sa microporosité ce qui implique une augmentation de la surface spécifique, ce résultat est attendu, étant donné que l'acide phosphorique est considéré comme l'un des meilleurs agents activant.

On remarque aussi que l'indice d'iode du CAA est le meilleur par rapport à C Merck commercial car la valeur de ce dernier est **970,78**.

## V.4.Etude de la cinétique d'adsorption du colorant BM par UV

L'évolution de la cinétique d'élimination du colorant bleu de méthylène (BM) par

adsorption sur différents types de charbon a été suivie par spectrophotométrie UV-Visible. Les résultats obtenus sont présentés dans les tableaux et figures ci-après.

**Tableau V.5 :** Valeurs des absorbances est du temps d'adsorption du BM sur le C, Merck

| t (min) | 0 | 30 | 45 | 60 | 75 | 90 | 105 | 120 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Absorbance** | 3,3768 | 2,8475 | 2,8475 | 2,8635 | 2,8635 | 2,575 | 2,8222 | 2,812 |

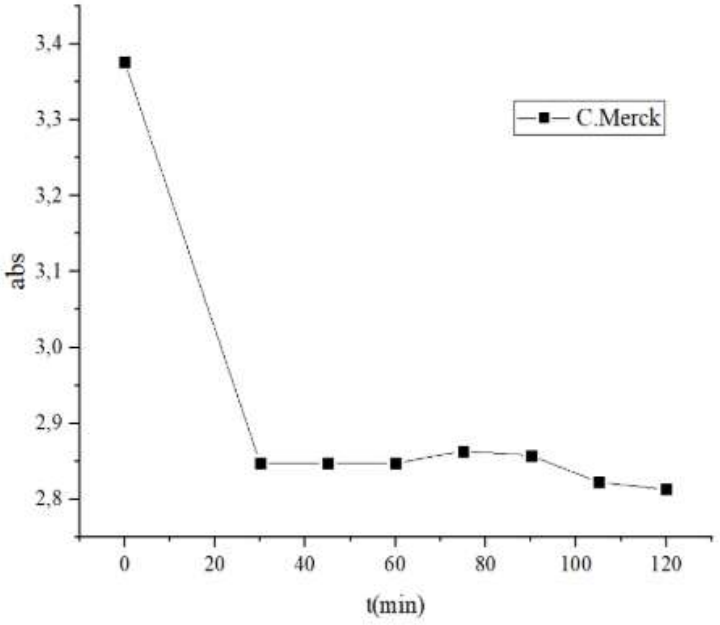



**Figure V.1 :** Variation de l'absorbance en fonction de temps pour le charbon de Merck.

**Tableau V.6 :** Valeurs de l'absorbance et du temps d'adsorption du BM sur le charbon activé par $H_3PO_4$.

| t (min) | 0 | 30 | 45 | 60 | 75 | 90 | 105 | 120 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Absorbance** | 3,3768 | 2,9375 | 2,8650 | 2,8650 | 2,8600 | 2,8650 | 2,8328 | 2,8328 |

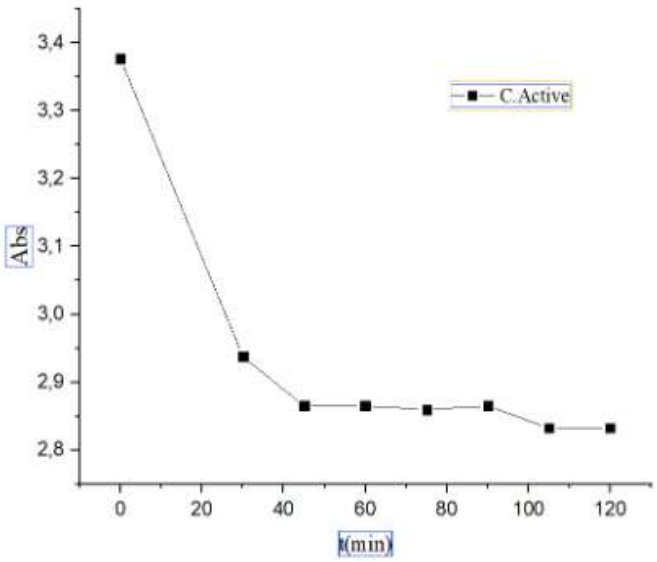



**Figure V.2 :** Variation de l'absorbance en fonction de temps pour le CAA.

**Tableau V.7 :** Valeurs des absorbances est du temps d'adsorption du BM sur le charbon brut

| t (min) | 0 | 30 | 45 | 60 | 75 | 90 | 105 | 120 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Absorbance** | 3,3768 | 2,8998 | 2,8998 | 2,8860 | 2,8760 | 2 ,8998 | 2 ,8998 | 2,8650 |

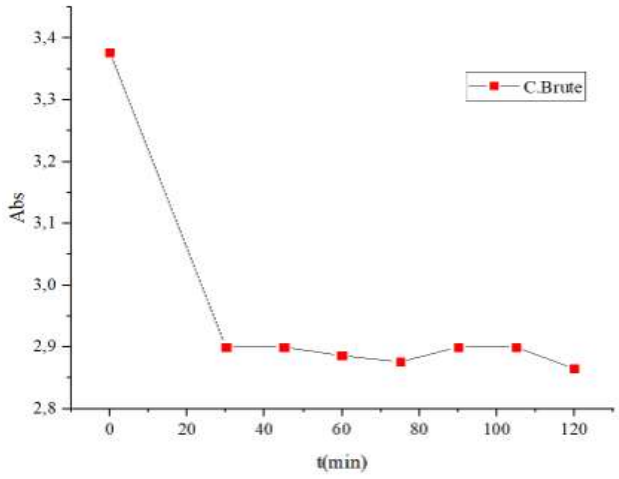



**Figure V.3 :** Variation de l'absorbance en fonction de temps pour le CABr.

## V.5.Discussion des résultats de la cinétique d'adsorption du BM

Les résultats expérimentaux obtenus par les courbes de l'absorbance en fonction du temps Abs=f (t) durant 120 min d'adsorption du BM par le charbon des coquilles des noix et le charbon commercial C Merck montrent la présence d'une première étape d'adsorption de colorant sur des sites facilement accessibles (chute rapide de Abs) suivie d'une diffusion moléculaires de celui-ci vers des sites d'adsorptions moins accessibles avant d'atteindre un équilibre d'adsorption ou tous les sites deviennent occupés (Abs devient stable) (**figures V.1, V.2 et V.3) .**

## V.6.Etude comparative entre les charbons au niveau de l'adsorption du BM

### V.6.1. Comparaison entre le CAA et C Merck

D'après **la Figure V.4** qui présente l'étude comparative entre le charbon préparé par activation chimique et le charbon commercial vis-à-vis de la décoloration, par la variation de l'absorbance on constate que les deux courbes ont presque la même allure. Dans le domaine 0 à 120 min, on remarque une diminution rapide des deux courbes donc une grande affinité des molécules de BM vers le site actif de l'adsorbant cette chute est plus remarquable pour le charbon commercial. Concernant notre charbon de biomasse on remarque une étape de diffusion entre 30 et 45 minute (étape plus lente) avant d'atteindre un équilibre d'adsorption et saturation du matériau adsorbant ou tous les sites deviennent occupés (Ab devient stable). D'après les deux courbes on peut dire que le pouvoir d'adsorption du CAA est comparable au charbon commercial. Pour le CMerk on constate une légère instabilité d'adsorption à partir de 60min.

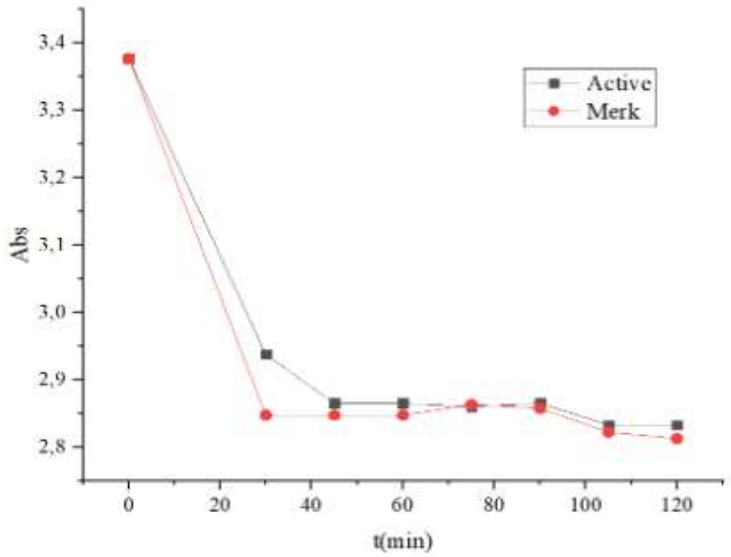



**Figure V.4 :** Variation de l'absorbance en fonction du temps du CAA comparativement à CM.

### V.6.2. Comparaison entre le CAA et CABr

**La Figure V.5** présente l'étude comparative entre le charbon de coquille activé par $H_3PO_4$ et le charbon brut vis-à-vis de l'élimination du polluant bleu de méthylène.

D'après la courbe du CABr comparativement à CAA on remarque une diminution remarquable de la courbe du CAA suivit d'une étape moins rapide, la réaction d'adsorption est remarquée pendant 45 min avant la saturation par contre le CBr cette phase se sature juste après 30 minute avec une étape de désorption à partir de 75min (augmentation de la courbe) Le charbon des coquilles préparé par activation chimique est plus efficace pour l'élimination du polluant bleu de méthylène comparativement au brute et cela est due à l'activation chimique.

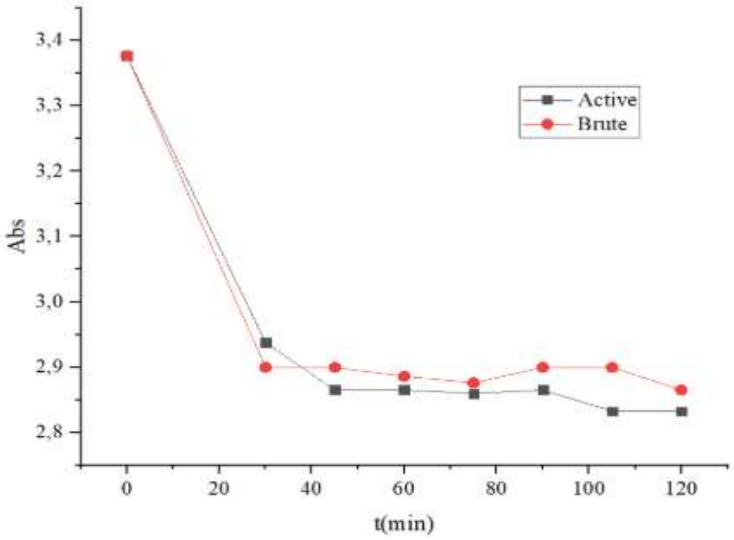



**Figure V.5:** Variation de l'absorbance en fonction du temps du CAA comparativement à CABr.

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

**[1]** H. Benaddi, D. Legras, J.N. Rouzaud, F. Béguin, Carbon36(3) : pp. 306–309, **(1998).**

**[2]** F. Suárez-García, A. Martínez-Alonso, J.M.D. Tascón, Microporous and Mesoporous Materials 75(1–2) : pp.73–80, **(2004).**

**[3]** F. Derbyshire, M. Jagtoyen, R. Andrews, A. Rao, I. Martin-Gullon, and E.A. Grulke, L.R. Obradovic, Ed. Chemistry and Physics of Carbon New York: Marcel, Dekker (27): pp.1–66, **(2001).**

**[4]** J. Juan-Juan, D. Lozano-Castelló, E. Raymundo-Piñero, M.A. Lillo-Ródenas, D. Cazorla-Amorós, A. Linares-Solano, In D. Cazorla, Wirling, J. Eds- Solutions in Dioxin and Mercury Removal. Alicante: Publications Universiade de Alicante pp: pp. 91–112, **(2003).**

**[5]** M. Jagtoyen, Derbyshire, Activated carbon from yellow poplar and white oak by $H_3PO_4$ activation carbon, 36, 1085-1097, **(1998).**

**[6]** J. Juan-Juan, D. Lozano-Castelló, E. Raymundo-Piñero, M.A. Lillo-Ródenas, D. Cazorla-Amorós, A. Linares-Solano, In D. Cazorla, J. Wirling, Eds- Solutions in Dioxin and Mercury Removal. Alicante : Publications Universiade de Alicante : pp. 91–112, **(2003).**

# Conclusion generale

En conclusion, nous pouvons dire que l'objectif de notre travail est atteint en fabriquant du charbon actif à partir des coquilles de noix pour obtenir un produit adapté au traitement de l'eau polluée par un colorant.

Cette étude a été réalisée en deux étapes, la première étape était la fabrication de charbon actif à partir de notre biomasse lignocellulosique et la deuxième étape était la caractérisation des charbons synthétisés et commercial.

La méthode d'activation chimique a fait l'objet de nombreuses études, et le choix de l'activation chimique vient du fait que la préparation du charbon actif s'effectue à basse température et que le coût d'activation est faible. De plus, ce procédé permet d'obtenir du charbon actif de haute qualité avec une structure poreuse très importante et une grande surface spécifique.

Pour la caractérisation des charbons on a déterminé le pH, le taux d'humidité, la teneur en cendres et l'indice d'iode.

La bonne préparation des échantillons par la carbonisation et le traitement chimique avec l'acide phosphorique activateur permet d'obtenir des charbons aux propriétés physico-chimiques et structurales comparables à celles retrouvées dans la littérature.

L'essentiel de ce travail peut se résumer dans les points suivants :

- La préparation de charbons actif, matériau à grande capacité d'adsorption par activation chimique, à était faite avec succès.
- Le matériau activé avec $H_3PO_4$ a une nature acide (pH de 6,2) l'acidité du carbone est liée à la présence de groupements de surfaces acides. Le carbone Merck a un pH de (6,30).
- Les valeurs du taux d'humidité est presque dans les normes (inférieur à 5%) alors que le taux de cendre qui est inférieur à 10% est dans les normes ces deux caractéristiques peuvent être indicatives sur la qualité supérieure de la nouvelle phase.
- Pour l'indice d'iode les résultats varient suivant la nature de la biomasse et la méthode d'activation employée, les valeurs sont (1046,92) pour le charbon préparé CAA et (970,78) pour le charbon commercial CM.

- Les résultats montrent clairement que l'indice d'iode le plus élevé a été obtenu par le charbon activé chimiquement CAA par rapport charbon CM.
- L'indice d'iode nous renseigne sur la microporosité du charbon valorisé
- Activé chimiquement et sur sa surface, cette valeur est à corréler avec la surface spécifique BET.
- La réaction d'adsorption du contaminant BM montre la présence d'une première étape d'adsorption de colorant sur des sites facilement accessibles (chute rapide de l'Ab), suivie d'une diffusion moléculaire de celui-ci vers des sites d'adsorptions moins accessibles pour le CAA avant d'atteindre un équilibre d'adsorption ou tous les sites deviennent occupés. Concernant le charbon commercial le temps d'adsorption est plus long avec une légère étape de désorption.
- L'étude cinétique d'élimination du polluant de 0 à 120 min par UV a révélé que la rapidité de la réaction est due au nombre de sites disponibles au début de l'adsorption qui a un effet sur l'augmentation de la quantité de polluant adsorbée.
- Les tests d'adsorption sur le charbon de biomasse et le charbon commercial Merck nous ont permis de constater que la nouvelle phase préparée par les coquilles de de noix montre une bonne affinité vis-à-vis au polluant BM.
- L'étude de l'absorbance en fonction du temps montre que le charbon CAA est comparable au charbon commercial CM en particulier dans l'intervalle de 0 min à 30 minutes d'adsorption ce qui prouve les résultats des analyses physico chimiques.
- Les résultats montrent que le charbon préparé par activation chimique est très utile dans le traitement des eaux contaminées par le colorant BM.
- En conclusion, on peut dire que le charbon des coquilles de noix est un bon adsorbant, surtout le charbon préparé par activation chimique, et ces résultats sont intéressants. Ces charbons de biomasse peuvent être utilisés pour purifier les eaux usées industrielles et protéger l'environnement.