

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**Université LARBI TEBESSI - Tébessa**  
**Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie**  
**Département des Sciences de la Matière**



## **MEMOIRE DE MASTER**

**Domaine : Sciences de la Matière**

**Filière : Chimie**

**Option : Chimie Organique et Matériaux Organiques**

**Thème :**

**Etude comparative de la capacité  
absorbante de noyaux d'olive et un  
charbon actif commercial**

**Présenté Par :**

**BOUTARFIF Widad**

**Devant le jury**

<b>HOUAM Chahrazed</b>	<b>M.A.A</b>	<b>Université de Tébessa</b>	<b>Présidente</b>
<b>LAKHAL Fatima Zohra</b>	<b>M.A.A</b>	<b>Université de Tébessa</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>TOUAHRIA Souraya</b>	<b>M.A.A</b>	<b>Université de Tébessa</b>	<b>Examinatrice</b>

**Date de soutenance : 23/05/2017**



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université LARBI TEBESSI - Tébessa

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

Département des Sciences de la Matière



## MEMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences de la Matière

Filière : Chimie

Option : Chimie Organique et Matériaux Organiques

Thème :

# Etude comparative de la capacité absorbante de noyaux d'olive et un charbon actif commercial

Présenté Par :

BOUTARFIF Widad

Devant le jury

HOUAM Chahrazed	M.A.A	Université de Tébessa	Présidente
LAKHAL Fatima Zohra	M.A.A	Université de Tébessa	Rapporteur
TOUAHRIA Souraya	M.A.A	Université de Tébessa	Examinatrice

Date de soutenance : 23/05/2017

Note...18,00 Mention... Excellent



## Déclaration sur l'honneur de non-plagiat

(à joindre obligatoirement au mémoire, remplie et signée)

Je soussigné(e),

Nom, Prénom : Boutouf Widad

Régulièrement inscrit(e) en **Master** au département : Sciences de la matière

N° de carte d'étudiant : 2012/4021705/12

Année universitaire : 2016 - 2017

Domaine : Sciences de la matière

Filière : chimie

Spécialité : chimie organique et Matériaux Organique

Intitulé du mémoire :

Etude comparative de la capacité absorbante de noyaux d'olives et un charbon actif commercial.

Atteste que mon mémoire est un travail original et que toutes les sources utilisées ont été indiquées dans leur totalité. Je certifie également que je n'ai ni recopié ni utilisé des idées ou des formulations tirées d'un ouvrage, article ou mémoire, en version imprimée ou électronique, sans mentionner précisément leur origine et que les citations intégrales sont signalées entre guillemets.

### Sanctions en cas de plagiat prouvé :

L'étudiant sera convoqué devant le conseil de discipline, les sanctions prévues selon la gravité du plagiat sont :

- L'annulation du mémoire avec possibilité de le refaire sur un sujet différent ;
- L'exclusion d'une année du master ;
- L'exclusion définitive.

Fait à Tébessa, le : 06 - 2017

Signature de l'étudiant(e) :



## *Résumé*

La présente étude porte sur la valorisation d'un déchet agro-alimentaire « le grignon d'olive », sachant qu'il est produit en centaines de milliers de tonnes chaque année.

Notre travail possédant un double aspect, la valorisation des déchets de la biomasse. Et d'autre part, l'étude de l'efficacité absorbante du charbon actif issu de ces grignons.

Les grignons sont d'abord transformés en charbon actif par carbonisation à 700°C puis activé chimiquement par ( $\text{ZnCl}_2$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{NaOH}$ ).

Une étude comparative avec un charbon commercial (Merck) était réalisée.

Les différents résultats de caractérisation (taux d'humidité, taux de cendre, indice diode, UV-Visible, IR, etc...). Ont montré que les charbons obtenus sont plus efficaces que ceux fabriqués industriellement et pourraient alors être essayés par exemple dans les filières de traitement des eaux.

**Mots clés :** Charbon actif, grignons d'olive, carbonisation, adsorption.

## *Abstract*

The goal of the present study is the valorisation of farm food industry wastes (olive wastes), whereas hundred thousand's tonnes are produced every year.

Our work has a dual aspect, the valorisation of waste biomass. And on the other hand, the study of the absorbing efficiency of activated carbon from these wastes.

The olives are first transformed into activated carbon by carbonization at 700°C. and then chemically activated by (ZnCl<sub>2</sub>, H<sub>3</sub> PO<sub>4</sub>, NaOH).

A comparative study with a commercial coal (Merck) was carried out.

The different characterization results (moisture content, ash rate, diode index, UV-Visible, IR, etc.) have shown that the coals obtained are more efficient than those manufactured industrially and could then be tested, for example, in Water treatment systems.

**Keywords:** Activated carbon, olive wastes, carbonization, adsorption

## ملخص

يتمثل مضمون هذه الدراسة في إعادة الاعتبار لإحدى نفايات الصناعات الغذائية المتمثلة في " نواة الزيتون " علما أن هذه الأخيرة منتجة بكميات معتبرة سنويا في بلادنا. نتناول في هذا البحث محورين أساسيين. يهدف إلى تثمين المواد الطبيعية و على وجه الخصوص نوى الزيتون ومن الجانب الثاني، دراسة سعة الامتزاز للفحم المنشط و المحضر أساسا من هذه النوى هذه النفايات يتم تحويلها إلى فحم منشط عن طريق الكربنة في درجة  $700^{\circ}\text{C}$  بالإضافة إلى معالجتها عن طريق ( $\text{ZnCl}_2$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{NaOH}$ )

تم إجراء دراسة مقارنة مع الكربون التجاري

النتائج المختلفة لتحديد الخصائص (الرطوبة والرماد، الأشعة تحت الحمراء، الأشعة فوق البنفسجية المرئية وما إلى ذلك) قد أظهرت أن الكربون الذي تم الحصول عليه هو أكثر فعالية من تلك المنتجة صناعيا، ويمكن بعد ذلك اختباره على سبيل المثال في عمليات معالجة المياه.

**الكلمات المفتاحية:** الفحم المنشط، نوى الزيتون، الامتزاز، الكربنة.

*Dédicace*

*Je dédie le fruit de mon modeste travail :*

*A ma très chère mère*

*A mon père*

*A mes chers frères Hassen, Sief-eddine et Madjed et mes sœurs Djihad et*

*Ahlam*

*A toute ma famille*

*Et à tout la promotion de chimie organique 2016/2017*

*A tous mes chers Amis :*

*Rima, Asma, Amina, Chams, Wafa, Noug, Sara, Balouta Asia, Amina*

*P, Sara D, Warda, Radia, Tarak, Mohamed,*

*A tous ceux que j'aime et que je respecte*

*A madame K, SOUDANI et K, HANINE*

*Et une spéciale dédicace pour Merieum, Mouayed et Mohamed.*

*B, Wided*

## *Remerciements*

Avant tout, je remercie **Dieu** pour tout le courage et l'honneur qu'il m'a donné pour réaliser ce travail jusqu'à la fin.

Mes plus chaleureux remerciements spéciaux vont à madame **LAKHAL Fatima Zohra** mon encadreuse de mémoire pour sa gentillesse, pour ses conseils et de m'avoir guidé pas à pas dans mon travail.

Je remercie madame **HOUAM Chahrazed** maître-assistant à l'université de Tébessa pour m'avoir fait l'honneur d'avoir accepté de présider le jury de ma soutenance de mémoire.

Mes sincères remerciements à madame **TOUAHRIA Souraya** maître assistant à l'université de Tébessa d'avoir accepté la participation à l'évaluation de ce travail.

Mes plus chaleureux remerciements à **mes parents** qui ont joué évidemment un très grand rôle dans la réalisation de ce mémoire.

Je tiens à exprimer tous mes remerciements à Madame **BOUMEDJOUT Meriem** qui m'a fait l'honneur d'accepter de juger mon travail.

Mes sincères remerciements à Monsieur **B. Smaali** de m'avoir accueillie dans le laboratoire de département de génie civil.

Sans oublier **MAALEM Rabah** qui ont joué un très grand rôle dans la réalisation de ce mémoire.



Sans oublier les membres du laboratoire pédagogique que je remercie de leurs aides et de leur compréhension au cours de ces mois de travail.

Enfin, je remercie tout particulièrement ceux que j'ai oubliés, en les priant de bien vouloir m'excuser.

<b>Liste des tableaux</b>		
<b>Tableau N°</b>	<b>Titre</b>	<b>page</b>
<b>I-1</b>	Compositions chimiques des différents types de grignons	6
<b>II.1</b>	Classification de la taille des différents pores selon l'IUPAC	16
<b>IV-1</b>	caractéristique physico-chimique du Bleu de Méthylène	38
<b>V.1</b>	taux d'humidité du charbon de grignon d'olive et du charbon commercial	43
<b>V.2</b>	taux de cendre des différents charbons préparés et du charbon C,Merck	43
<b>V.3</b>	l'indice d'iode du charbon de grignon d'olive et du charbon C,Merck	44
<b>V.4</b>	taux d'humidité, taux de cendre et indice d'iode des charbons préparés et du charbon (C,Merck).	44
<b>V.5</b>	Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le C.Merck	45
<b>V.6</b>	Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le NOA	45
<b>V.7</b>	Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le NOB	46
<b>V.8</b>	Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur NOS	46
<b>V.9</b>	Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le NOC	47
<b>V.10</b>	Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le NOBr	47

## Liste des figures

N° de figure	Désignation	Page
<b>Chapitre I</b>		
<b>I-1</b>	coupe schématique du fruit de l'olive	5
<b>Chapitre II</b>		
<b>II.1</b>	Structure du charbon actif vu sous un microscope électronique	10
<b>II.2</b>	charbon actif en Poudre	13
<b>II.3</b>	charbon actif en grain	13
<b>II.4</b>	charbon actif en fibre	14
<b>II.5</b>	Représentation schématique des microstructures du charbon actif	14
<b>II.6</b>	Une feuille de graphène	15
<b>II.7</b>	Représentation schématique de la surface interne et externe du charbon Actif	137
<b>Chapitre III</b>		
<b>III.1</b>	Etape de transfert de masse pour l'adsorption sur charbon actif	24
<b>III.2</b>	les quatre types d'isothermes	25
<b>Chapitre IV</b>		
<b>IV.1</b>	spectroscopie UV-Visible	31
<b>IV.2</b>	Grignons d'olives avant lavage	32
<b>IV.3</b>	Grignons d'olives après lavage et séchage	33
<b>IV.4</b>	Etapes de fabrication du charbon des grignons d'olives	34
<b>IV.5</b>	Etapes d'activation chimique des grignons d'olives par	35

	$H_3PO_4$	
<b>IV.6</b>	Etapes d'activation chimique des grignons d'olives par $ZnCl_2$	36
<b>IV.7</b>	Etapes d'activation chimique des grignons d'olives par $NaOH$	37
<b>Chapitre V</b>		
<b>V.1</b>	Variation de l'absorbance du BM en fonction de temps pour le charbon de Merck	45
<b>V.2</b>	Variation de l'absorbance du BM en fonction de temps pour le charbon de grignons d'olives activé par l'acide	46
<b>V.3</b>	Variation de l'absorbance du BM en fonction de temps pour le charbon de grignons d'olives activé par la base	46
<b>V.4</b>	Variation de l'absorbance du BM en fonction de temps pour le charbon de grignons d'olives activé par le sel	47
<b>V.5</b>	Variation de l'absorbance du BM en fonction de temps pour le charbon de grignons 32d'olives calciné	47
<b>V.6</b>	Variation de l'absorbance du BM en fonction de temps pour le charbon de grignons d'olives brute	48
<b>V.7</b>	Spectre I.R du C,Merck	49
<b>V.8</b>	Spectre I.R du NOBr	50
<b>V.9</b>	Spectre I.R du NOA	50
<b>V.10</b>	Spectre I.R du NOB	50
<b>V.11</b>	Spectre I.R du NOS	50
<b>V.12</b>	Spectre I.R du NOC	51

<b>Liste des abréviations et symboles</b>	
<b>IUPAC</b>	International Union of Pure and Applied Chemistry
<b>Cl<sub>2</sub></b>	Dichlore
<b>Zn</b>	Zinc
<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>	Acidesulfurique
<b>CO<sub>2</sub></b>	Dioxyde de carbone
<b>H<sub>2</sub>O</b>	Eau
<b>H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub></b>	L'acide phosphorique
<b>KOH</b>	L'hydroxyde de potassium
<b>NaOH</b>	Hydroxyde de sodium
<b>HCl</b>	Acide chlorehydrique
<b>CA</b>	Charbon actif
<b>CAP</b>	Charbon actif en poudre
<b>CAG</b>	Charbon actif en grain
<b>Qe</b>	La quantité de soluté adsorbée
<b>V</b>	Volume de solution
<b>Co</b>	Concentration massique de soluté
<b>Ce</b>	Concentration massique de soluté à l'équilibre d'adsorption
<b>M</b>	Masse d'adsorbant utilisé
<b>CNO</b>	Charbon des noyaux olive
<b>NOBr</b>	Noyaux d'olive brute
<b>NOC</b>	Noyaux d'olive calciné
<b>NOA</b>	Noyaux d'olive activé par l'acide
<b>NOB</b>	Noyaux d'olive activé par la base
<b>NOS</b>	Noyaux d'olive activé par le sel
<b>Bm</b>	Bleu de méthylène
<b>ml</b>	Millilitre
<b>g</b>	Gramme
<b>Kg</b>	Kilogramme
<b>%</b>	Pourcentage

<b>°C</b>	Degré Celsius
<b>mm</b>	Millimètre
<b>µm</b>	Micromètre
<b>M<sub>1</sub></b>	La masse initiale du CA utilisée
<b>M<sub>2</sub></b>	La masse du creuset rempli après séchage
<b>M<sub>3</sub></b>	La masse du creuset rempli avant séchage
<b>MO%</b>	Pourcentage en Matière organique
<b>P</b>	Masse de la pris d'essai
<b>V<sub>b</sub></b>	Volume à blanc de thiosulfate
<b>V<sub>s</sub></b>	Volume à blanc de thiosulfate avec la présence de l'adsorbant
<b>N</b>	Normalité de la solution
<b>h</b>	Heure

# *Sommaire*

<b>Liste des tableaux</b>	<b>I</b>
<b>Liste de figures</b>	<b>II</b>
<b>Liste des symboles et abréviations</b>	<b>IV</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I : Grignons d'olives</b>	
I-1-Introduction	3
I-2-Définition	3
I-3-Les différents types de grignons d'olive	4
I-3-1-Le grignon brut:	4
I-3-2-Le grignon épuisé	4
I-3-3-Le grignon partiellement dénoyauté	4
I-3-4-La pulpe d'olive	4
I-3-5-Les margines	4
I-4-Caractéristique physique	4
I-5-Caractéristique chimique	5
I-6- Composition chimique des grignons	6
I-6-1 la cellulose brute	6
I-6-2- Les lignines	7
I-6-3-Les matières azotées totales	7
I-6-4-Les lipides	7
I-6-5-Matières minérales (cendres)	7
I-7-Perspectives d'utilisation des grignons d'olive	7
I-8-Utilisation des grignons d'olive dans l'alimentation des animaux	8

I-9-Le grignon comme charbon actif	8
Références bibliographique	9

## **Chapitre II : charbon actif**

II-1-Introduction	10
II-2-Définition	10
II-3-Elaboration de charbon actif	11
II-3-1-Origine végétale	11
II-3-2-Origine animale	11
II-3-3-Origine minérale	11
II-4-Carbonisation (pyrolyse)	11
II-5--Activation	12
II-5-1-Activation physique	12
II-5-2-Activation chimique	12
II-6-Les différentes formes du charbon actif	12
II-6-1-Charbon actif en poudre (CAP)	12
II-6-2-Charbon actif en grain (CAG)	13
II-6-3-Charbon actif texture (Fibre)	13
II-7-Structure chimique à la surface du charbon actif	14
II-7-1- Microstructures du charbon actif	14
II-7-2-Les fonctions de surfaces	15
II-7-3-Structure du charbon actif	15
II-8-Caractéristique du charbon actif	16
II-8-1-Le volume poreux et la taille des pores	16
II-8-2- Surface spécifique	16
II-8-3-Granulométrie	17



II-8-4-Humidité et teneur en cendres	17
II-8-4- Densité apparente	17
II-9-Adsorption sur charbon actif	17
II-10-Domains d'utilisation des charbons actifs	18
II-10-1- Filtration	18
II-10-2- Chimie	18
II-10-3-Industrie	18
II-10-4-Médecine	18
Références bibliographique	19

### **Chapitre III : L'adsorption**

III-1-Introduction	22
III-2-Définition	22
III-3-Types d'adsorption	22
III-3-1-Adsorption physique	22
III-3-2-Adsorption chimique	23
III-4-Facteurs influençant sur le phénomène d'adsorption	23
III-5-Mécanisme d'adsorption	23
III-6-Isothermes d'adsorption	24
III-6-1-Capacité d'adsorption	24
III-6-2- Concept d'isotherme d'adsorption	25
III-7-Différents types d'isothermes d'adsorption	25
III-8-Généralité sur les adsorbants	26
III-8-1-Définition d'un adsorbant	26
III-8-2-Les principaux adsorbants industriels	26
III-8-3-Critères du choix d'un adsorbant	26

III-8-4-Les propriétés physiques des adsorbants	26
Conclusion	27
Références bibliographique	28

### **Chapitre IV : partie expérimentale**

IV-1 Introduction	30
IV-2 Réactifs et produits	30
IV-2-1 Les adsorbants	30
IV-2-2 Les produits	30
IV-3 Méthodes d'analyses	30
VI-3-1 Spectroscopie infrarouge	31
VI-3-2 PH-métrie	31
VI-3-3 Spectroscopie UV-VISIBLE	31
IV-4 Matériels utilisés	32
IV-5 Méthodologie expérimentale	32
IV-5-1 Préparation de la matière première	32
IV-5-2 Traitement des grignons	33
IV-5-2-1 Carbonisation	33
IV-6 Activation chimique	34
IV-6-1 Activation chimique par l'acide phosphorique $H_3PO_4$	35
IV-6-2 Activation avec chlorure de zinc $ZnCl_2$	35
IV-6-3 Activation avec l'hydroxyde de sodium $NaOH$	37
IV-6-4 Traitement du charbon en grain (Merck)	38
IV-7 Adsorption du colorant Bleu de Méthylène sur les charbons des N.O et le charbon commercial	38
IV-7-1 Introduction	38

IV-7-2 Caractéristique du colorant Bleu de Méthylène	38
IV-7-2-1-Bleu de méthylène	38
IV-8-Adsorption du colorant BM sur le charbon valorisé et le charbon commercial	39
IV-9 La teneur en humidité	39
IV-10 Le taux de cendre	39
IV-11 Indice d'iode	40
Références bibliographique	41
<b>Chapitre V : Résultats et Discussion</b>	
V-1-Caractérisation des charbons issus de grignons d'olives et du charbon commercial	43
V-2-Analyses physico-chimique	43
V-2-1 Taux d'humidité	43
V-2-2 Taux de cendre	43
V-2-3 L'indice d'iode	43
V-3 Résultats des analyses physico-chimiques	44
V-4-Comparaison de la cinétique d'adsorption entre le charbon valorisé des NO et le charbon commercial	45
V-5-Discussion des résultats de la cinétique d'adsorption du BM	48
V-6- Analyse structurale par spectroscopie IR	49
V-7- Résultats des analyse structurale par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	51
Références bibliographique	53
Conclusion générale	54
Annexe	

## Introduction générale

Les besoins technologiques actuels nécessitent des matériaux adsorbants, communément appelés charbon actif. Ce sont des composés carbonés que l'on a traités (activés), afin d'accroître leur pouvoir adsorbant. L'activation a pour but de développer la surface interne et la porosité de la substance carbonée; la structure poreuse est par conséquent la caractéristique primordiale de ce type des matériaux [1].

Malgré son efficacité, le charbon actif reste un matériau onéreux et pour la plupart du temps importé, la recherche de nouveaux produits qui proviennent d'une source bon marché et disponible, s'avère utile. Il se trouve que l'industrie oléicole engendre des quantités importantes de sous-produits (grignons d'olive) mal exploités jusqu'à nos jours et représentent une source de pollution. Mais ils offrent des possibilités de valorisation en charbon actif.

Nous nous sommes intéressés à la valorisation du grignon d'olive pour le transformé en charbon actif afin de décolorer une eau polluée par le bleu de méthylène. Ce qui nous permettra d'atteindre un triple objectif, diminuer la pollution, valoriser un déchet et recycler les eaux. Ce type de déchet possède toutes les caractéristiques propices pour qu'il bénéficie, en subissant au préalable des traitements chimiques et thermiques, d'un très important pouvoir adsorbant vis-à-vis des matières organiques [2,3].

Pour la préparation du charbon à base de biomasse on a choisi trois types d'activation chimique par un acide, par un sel et par une base l'imprégnation et suivit d'une carbonisation. Le charbon actif obtenu, ainsi qu'un charbon actif commercial (C.Merck), ont fait l'objet d'une application eu milieu aqueux pour des tests d'élimination d'un colorant utilisé dans l'industrie.

Cette étude débutera tout d'abords par une présentation bibliographique des charbons actifs des grignons d'olive et du phénomène d'adsorption.

Dans la deuxième partie de ce travail, nous présenterons tout d'abord la description du mode de synthèse des charbons actifs par la méthode d'activation chimique avec différents agents chimiques puis la caractérisation physico-chimique en déterminants le taux de cendre, le taux d'humidité, l'indice d'iode, analyse UV visible et spectroscopie IR.

On terminera par une discussion des résultats et en fin conclusion

### Références Bibliographique

- [1] Z. Marzougui. Préparation de matériaux à grand pouvoir adsorbant par activation de dérivés lignocellulosiques; Thèse de magister, Université USTHB Alger 2002
- [2] H. Gharib., A. Ouderni, Transformation du grignon d'olive Tunisien en charbon actif par voie chimique à l'acide phosphorique, Récent progrès en génie civil, n° 92, Ed SFGP, Paris, France, 2005.
- [3] Z. Belkbir, valorisation des déchets agro-alimentaires, cas des grignons d'olive, Mémoire de Magister, Université M'Hamed Bougara, Boumerdes, 2007.

**CHAPITRE I**  
**GRIGNON D'OLIVE**

## I-1-Introduction

Parmi les matières végétales, le tourteau ou grignon d'olive est une biomasse qui peut constituer un précurseur pour la fabrication de charbon actif [1]. Son utilisation systématique n'est devenue possible qu'après les années 50 et ce pour deux raisons essentielles [2].

- La création d'une technologie performante d'activation du charbon.
- L'abaissement du coût de traitement de l'eau par réutilisation du charbon après régénération.

Le grignon d'olive possède toutes les caractéristiques propices pour qu'ils deviennent, en subissant au préalable des traitements chimiques et thermiques, un matériau adsorbant utilisable dans divers domaines en raison de sa structure physique, de sa richesse en constituants carbonés et des propriétés tant polaires qu'apolaires des molécules qui le composent [3].

## I-2-Définition

Actuellement, les grignons d'olive sont considérés comme des produits de récupération. Ces grignons ou tourteaux avaient peu de valeur économique. En effet, une certaine quantité sert à alimenter les chaudières ou à chauffer les maisons, mais la majorité des grignons sont rejetés et sont source de pollution [4].

Le grignon d'olive renferme la plus grande partie de la matière sèche de l'olive (peau, pulpe, petits morceaux de noyau) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive, proportion qui dépend du système d'extraction utilisé. Le grignon est séché, broyé et dégraissé par solvant [5].

## I-3-Les différents types de grignons d'olive : [6]

**I-3-1-Le grignon brut:** c'est le résidu de la première extraction de l'huile par pression de l'olive entière, ses teneurs relativement élevées en eau (24%) et en huile (9%) favorisent son altération rapide lorsqu'il est laissé à l'air libre.

**I-3-2-Le grignon épuisé:** c'est le résidu obtenu après déshuilage du grignon brut par un solvant, généralement l'hexane.

**I-3-3-Le grignon partiellement dénoyauté:** résulte de la séparation partielle du noyau de la pulpe par tamisage ou ventilation

- ♣ Il est dit “gras” si son huile n'est pas extraite par solvant.
- ♣ Il est dit “dégraissé ou épuisé” si son huile est extraite par solvant.

**I-3-4-La pulpe d'olive :** C'est la pâte obtenue lorsque le noyau a été séparé de la pulpe, préalablement à l'extraction de l'huile. Elle est riche en eau (60 %) et de conservation très difficile.

**I-3-5-Les margines :** C'est le résidu liquide aqueux brun qui s'est séparé de l'huile par centrifugation ou sédimentation après le pressage [6].

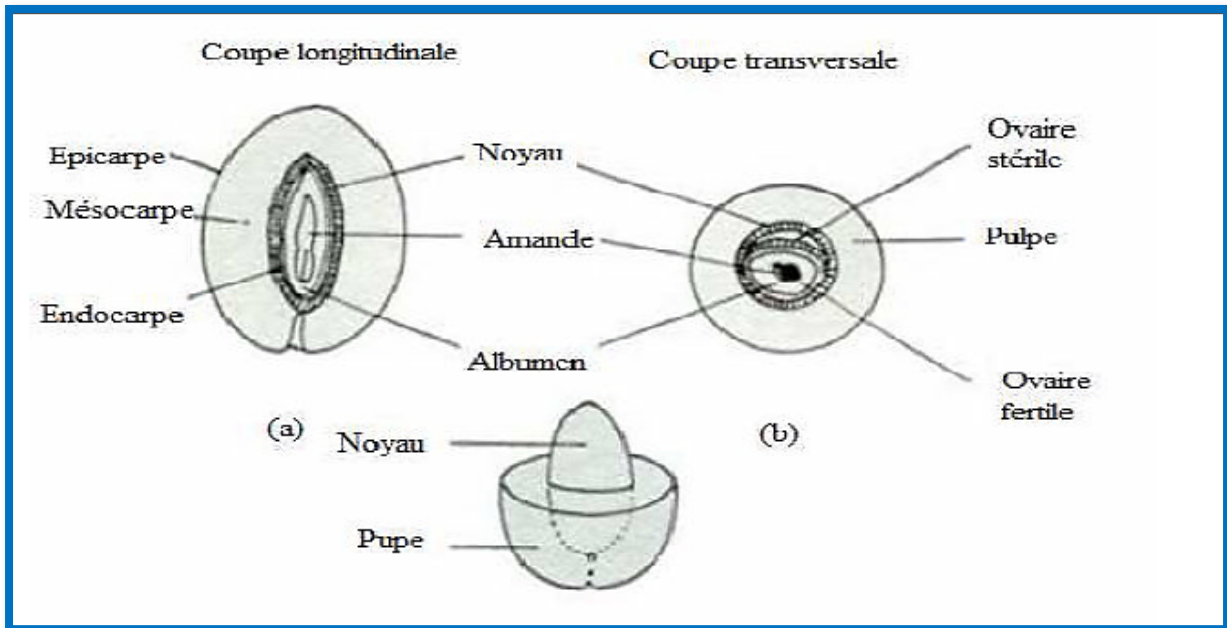
#### **I-4-Caractéristique physique**

Les grignons bruts renferment la coque du noyau, réduite en morceaux, la peau et la pulpe broyée de l'olive, environ 25% d'eau et encore une certaine quantité d'huile qui favorisent leur altération rapide.

Les grignons épuisés diffèrent essentiellement par une plus faible teneur en huile et une teneur en eau réduite du fait qu'ils ont été déshydratés au cours du processus de l'extraction.

Les grignons épuisés partiellement dénoyautés sont constitués essentiellement par la pulpe (mésocarpe) et contiennent encore une petite proportion de coques qui ne peuvent être séparées complètement par les procédés de tamisage ou de ventilation utilisés[6].





**Figure I-1** Coupe schématique du fruit de l'olive [7]

### I-5- Caractéristique chimique

Contrairement aux autres tourteaux oléagineux, les grignons bruts sont pauvres en matières azotées et riches en cellulose brute. Ils restent relativement riches en matières grasses.

L'épuisement par les solvants diminue les teneurs en matières grasses et augmente relativement les autres teneurs. Le dénoyautage partiel par tamisage ou ventilation réduit les teneurs en cellulose brute, (Tableau I-1).

Les pulpes, du fait de la séparation totale du noyau avant pression, ont la valeur la plus faible en cellulose brute.

**Tableau I-1:** Compositions chimiques des différents types de grignons [4].

<b>Types de grignon</b>	<b>Matière sèche (%)</b>	<b>Matières minérales (%)</b>	<b>Matières Azotées Totales (%)</b>	<b>Cellulose Brute (%)</b>	<b>Matières Grasses (%)</b>
<b>Grignon brut</b>	<b>75-80</b>	<b>3-5</b>	<b>5-10</b>	<b>35-50</b>	<b>8-15</b>
<b>Grignon gras partiellement Dénoyauté</b>	<b>80-95</b>	<b>6-7</b>	<b>9-12</b>	<b>20-30</b>	<b>15-30</b>
<b>Grignon épuisé</b>	<b>85-90</b>	<b>7-10</b>	<b>8-10</b>	<b>35-40</b>	<b>4-6</b>
<b>Grignon épuisé partiellement Dénoyauté</b>	<b>85-90</b>	<b>6-8</b>	<b>9-14</b>	<b>15-35</b>	<b>4-6</b>
<b>Pulpe grasse</b>	<b>35-40</b>	<b>5-8</b>	<b>9-13</b>	<b>16-25</b>	<b>26-33</b>

Les valeurs indiquées ci-dessus sont très variables principalement pour les grignons bruts et les grignons gras partiellement dénoyautés et ne peuvent être considérées que comme indicatives.

## **I-6- Composition chimique des grignons**

### **I-6-1 La cellulose brute :**

Comme mentionné ci-dessus, le taux de cellulose brute est élevé pour les grignons nondénoyautés. Le dénoyautage partiel réduit considérablement cette teneur. Il faut également signaler que même la pulpe pure peut contenir jusqu'à 20% de cette cellulose.

Le tamisage paradoxalement réduit donc surtout la cellulose et très peu la lignine. Cette composition en constituants pariétaux des grignons d'olives est comparable à celle des pailles de céréales avec un degré de lignification apparemment plus élevé [8].

**I-6-2- Les lignines :**

La lignine, l'une des matières qui n'appartient pas aux éléments cellulosiques de la cellulose brute, est un dérivé aromatique polymérisé qui constitue la majeure partie de la fraction ligneuse des végétaux, provenant de la copolymérisation de trois alcools spécifiques [9].

**I-6-3-Les matières azotées totales:**

Leurs teneurs varient selon le type de grignon (voir Tableau I-1) mais restent relativement modestes. L'azote protidique constitue plus de 95% de l'azote total et sa solubilité est particulièrement faible (1,5% de l'azote total selon Zelter 1968, 3% selon Nefzaoui, 1983) [8].

**I-6-4-Les lipides:**

La matière grasse des grignons est très riche en acides gras en C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras. Les grignons sont très vulnérables à l'oxygène atmosphérique responsable en grande partie de l'altération des propriétés organoleptiques. Les matières grasses du grignon brut peuvent constituer un apport d'énergie important mais dans le cas des grignons épuisés cet apport est limité [8].

**I-6-5-Matières minérales (cendres) :**

Les grignons en plus des matières grasses, azotées, comprennent aussi des matières minérales dites Cendres brutes qui sont, normalement, faibles (3 à 5 %). Les teneurs élevées qu'on peut rencontrer sont dues à l'absence de lavage et aux contaminations provenant du sol [10].

**I-7-Perspectives d'utilisation des grignons d'olive :**

La valorisation des sous-produits de l'olivier constitue bien une source potentielle de revenus complémentaires. Elle permet de résoudre en grande partie les problèmes posés par les effluents qui ont un pouvoir polluant très élevé. Actuellement, les sous-produits de l'oléiculture sont partiellement ou totalement perdus pour beaucoup de pays, alors que leurs possibilités d'emploi sont nombreuses. Ils constituent une source d'approvisionnement [4]:

- D'huiles supplémentaires : (huiles de grignons) utilisables pour la consommation humaine ou dans l'industrie.

- D'énergie : combustible de coques, de grignons.
- De fertilisants : margines et grignons.
- D'aliments de bétail : feuilles de brindilles, grignons, concentré de margines.
- De produits chimiques : à nombreuses applications industrielles ou agro-alimentaires (furfural, conservant naturel et protéines unicellulaires des margines).

#### **I -8-Utilisation des grignons d'olive dans l'alimentation des animaux :**

Les grignons d'olive, sous leurs différentes formes sont utilisés traditionnellement dans la plupart des pays producteurs. Curieusement peu d'études approfondies ont été effectuées pour apprécier l'effet de leur incorporation à divers degrés dans les rations des animaux [4].

Cependant, les grignons bruts sont utilisés en Tunisie en mélange à du son ou même du cactus pour alimenter les dromadaires sur une bonne partie de l'année ou les ovins pendant les périodes difficiles. Mais très peu d'essais ont été effectués avec ce type de grignons [4].

Pour ce qui est des grignons gras partiellement dénoyautés, des grignons partiellement dénoyautés épuisés et des grignons partiellement dénoyautés épuisés traités aux alcalis, des expériences sur ovins et bovins ont révélés des améliorations significatives en termes de :

- ♣ Gains de poids.
- ♣ Meilleure ingestion et meilleure croissance.
- ♣ Bonne qualité de carcasse.
- ♣ Effet positif sur la teneur en matières grasses du lait de vaches.
- ♣ Amélioration de l'indice de consommation.

#### **I-9-Le grignon comme charbon actif :**

La préparation du charbon actif à partir de grignon d'olive a fait l'objet de plusieurs recherches.

L'utilisation de ce charbon a été étudiée pour l'adsorption du phénol ainsi que pour l'adsorption des métaux lourds [11.12.13]. Selon Spahis [14] le charbon actif produit à partir de grignon d'olive est un excellent décontaminant des eaux polluées.

**Références Bibliographique**

- [1] H. gharib, a. ohederni, Transformation du grignon d'olive Tunisien en charbon actif par voie chimique à l'acide phosphorique. Récents progrès en Génie des procédés, N°92, Paris (France), 2005.
- [2] A. namane, Contribution à l'étude de l'adsorption dynamique du système phénol charbon actif. Thèse de Magister, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, 1991.
- [3] K.benrachedi, A.mekarzia et A.GASET, Etude de l'adsorption du phénol sur marc de café transformé en charbon actif en poudre . Journal de la société algérienne de chimie JSAC, volume 11 n° 1, p 25-35, 2001.
- [4] www.fao.org (Nombreux auteurs), Utilisation des sous-produits dans l'olivier en alimentation animale dans le bassin méditerranéen 2005-2006 .
- [5] R.LOUSSERT et G.BROUSSE, L'olivier Ed.Moissonneuve et la rose paris 1978.
- [6] archives des documents de la FAO.2004.
- [7] L'olivier <http://www.maison-huile.com/fr/news.php>
- [8] Djadounsadia, Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro-ondes. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou thèse de magister P 26-27.
- [9] J.rodier, L'analyse de l'eau 8ème Edition Dumond, Paris, France, 1996.
- [10] A. nefzaoui. Valorisation des grignons d'olives en alimentation animale . Laboratoire Nutrition Animale (INRA), Tunisie, 1996.
- [11] S, Hemsas, Contribution à l'étude de la décoloration des eaux sur grignons d'olives valorisés. Etude dynamique. Mémoire de Magister, 2007-2008.
- [12] Charbon actif à partir des grignons d'olive.<http://lettre.imist.ma/spip.php?article133>.
- [13] H, Gharib. A, Ouederni ; Transformation du grignon d'olive Tunisien en charbon actif par voie chimique à l'acide phosphorique. Récents Progrès en Génie des Procédés, Numéro 92 – 2005. ISBN 2-910239-66-7, Ed. SFGP, Paris, France, 2005.
- [14] N, Spahis. A, Addoun. H, Mmahmoudi. N, Ghaffour; Purification of water by activated carbon prepared from olive stones. Desalination 222, p 519-527, 2008.

**CHAPITRE II**

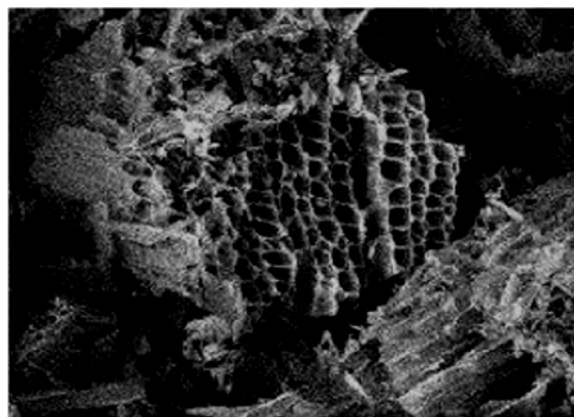
**CHARBON ACTIF**

## II-1-Introduction

Les adsorbants microporeux sont abondamment utilisés dans l'extraction d'espèces chimiques en phase aqueuse ou en phase gazeuse à cause de leur excellente capacité d'adsorption, capacité liée à leur grande surface spécifique et au développement de leur porosité. A cet effet, les charbons ont toujours joué un rôle prépondérant aussi bien dans l'activité domestique que dans l'activité industrielle de l'homme. Parmi ceux-ci, les charbons actifs, « carbonés » à pouvoir adsorbant très élevé, ont une place privilégiée dans la purification de l'eau, la décoloration des sucres, la récupération de solvants volatiles, la fixation de colorants et le traitement des gaz [1,2]

## II-2-Définition

Le charbon actif est un produit adsorbant [3,4] obtenu à partir de matières premières riches en carbone (le bois la tourbe, le charbon, le lignite, l'écorce de coco...). Toutes matières premières organique qui contient du carbone, est a priori susceptible de convenir pour l'obtention de charbon actif. Le choix de la matière première sera essentiellement dépendant des possibilités d'approvisionnement locales permettant des prix de revient compétitifs. Néanmoins, les matières premières utilisées conditionneront en grande partie la qualité finale du charbon actif [5]. Une fois ces matières premières sélectionnées, elles sont activées physiquement ou chimiquement dans des fours d'activation. Par cette activation on obtient, une structure de carbone hautement poreuse et très active.



**Figure II.1** : Structure du charbon actif vu sous un microscope électronique [6].

### II-3-Elaboration de charbon actif

Le procédé de préparation de charbon actif nécessite en premier lieu une étape de carbonisation de matériau précurseur à des températures élevées en absence d'oxygène suivi par une étape d'activation; cette étape permet de développer le pouvoir adsorbant du charbon [7].

#### II-3-1-Originine végétale

Il existe une multitude de produits d'origine végétale qui peuvent intervenir dans la synthèse des charbons actifs et sous différentes formes variés :

-Déchets agricoles non utilisables exemple: Noyaux de fruit, coque de noix de coco[8,9]  
bagasse de canne à Sucre[10,11]

-Paille et enveloppes de céréales exemple : blé et riz[12]

-Arbre sous forme de copeaux ou de sciure de bois exemple : Bouleau, chêne, eucalyptus, [11,13] lignite [14].

#### II-3-2-Originine animale

Les charbons activés sont essentiellement obtenus à partir d'ossements d'animaux, mais aussi à partir de leur sang et de leur chair.[15]

#### II-3-3-Originine minérale

Les charbons actifs sont obtenus en grande majorité. partir de matériaux combustibles comme le charbon minéral (houille, coke) ou la tourbe.[15]

### II-4-Carbonisation (pyrolyse)

La pyrolyse est le processus par lequel un matériau précurseur est soumis à des températures élevées sous un courant de gaz inerte (atmosphère inerte), la carbonisation permet d'obtenir un produit riche en carbone, d'une structure arrangée d'une manière irrégulière; ce qui entraîne la formation des pores entre les feuillets arrangés [16]. Cette porosité est rudimentaire. Il y a plusieurs facteurs qui influent sur le processus de pyrolyse

on peut citer [17]:

- Vitesse de chauffage
- Température finale
- Temps de résidence



## II-5--Activation

Le but du processus d'activation est d'augmenter le volume. Dans une certaine mesure, d'élargir les pores créés durant le processus de pyrolyse. La nature du matériau de départ ainsi que les conditions de pyrolyse prédéterminent la structure et la largeur des pores[18].

L'activation supprime les structures carbonées désorganisées, exposant ainsi les feuillets aromatiques aux agents activant.

### II-5-1-Activation physique

L'activation physique consiste en une oxydation à haute température (750-1000°C) par un agent oxydant gazeux. Les gaz principalement utilisés, seuls ou en mélanges, dans ce procédé sont : l'air, la vapeur d'eau ainsi que le dioxyde de carbone.

Le niveau de température joue un rôle important dans le processus d'activation. En effet, à basse température, la cinétique d'oxydation est faible et l'activation conduit à une distribution homogène de la taille des pores dans tout le volume du matériau. Quand la température augmente, la vitesse de la réaction croît plus rapidement que la diffusion du gaz oxydant. Le procédé est donc limité par le transport du gaz oxydant au sein du matériau. Ceci conduit à une perte d'homogénéité de la porosité[18].

### II-5-2-Activation chimique

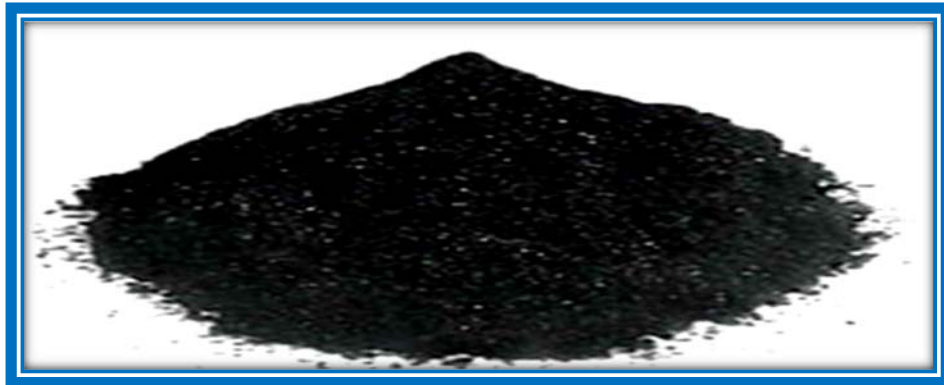
L'activation chimique se pratique directement sur la matière brute c'est un procédé qui met en jeu des agents très oxydants, tels que : l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ), le chlorure de Zinc ( $ZnCl_2$ ), l'hydroxyde de potassium (KOH), l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ )... favorisant la déshydratation, puis une réorganisation structurale à des températures plus faibles que dans l'activation physique [19]. On constate que par cette méthode, la formation de goudrons est réduite au maximum [20].

Après réaction, le matériau est lavé abondamment à l'eau afin d'éliminer toute trace d'agent chimique restant. Le traitement des précurseurs par cet agent activant améliore le développement de la structure poreuse [21].

## II-6-Les différentes formes du charbon actif

Le charbon actif est disponible en trois formes principaux soit en Grain, Poudre ou fibre

**II-6-1-Charbon actif en poudre (CAP) :** Le charbon actif est pulvérisé en fines particules de taille comprise entre 1 et 100  $\mu m$ . Il est généralement issu du procédé. De fabrication chimique et est fréquemment utilisé pour le traitement d'effluents liquides [15].



**Figure II.2** Charbon actif en Poudre

**II-6-2-Charbon actif en grain (CAG):** Le charbon actif en grain ou en granulé CAG est formé de particules de 0,5 à 10 mm. Les caractéristiques physiques des granulés de charbon actifs varient considérablement selon les produits. Les granulés utilisés pour le traitement des gaz proviennent essentiellement d'une activation physique [15].



**Figure II.3** Charbon actif en grain

**II-6-3-Charbon actif texture (Fibre) :** Il est fabriqué différemment des charbons actifs en grain ou en poudre, c'est-à-dire que la matière première carbonée est finement broyée puis soumise à une oxydation partielle sous air. Un liant est ajouté à cette poudre afin d'obtenir une pâte qui par un dispositif d'extrusion produit des extrudés cylindriques de diamètre et longueur déterminés (0,8 à 5 mm de diamètre jusqu'à 10 mm de longueur). Ces extrudés sont ensuite carbonisés à 900°C dans un four rotatif puis activés sous flux gazeux. Ces matériaux sont surtout employés pour les applications en phase gazeuse [15].

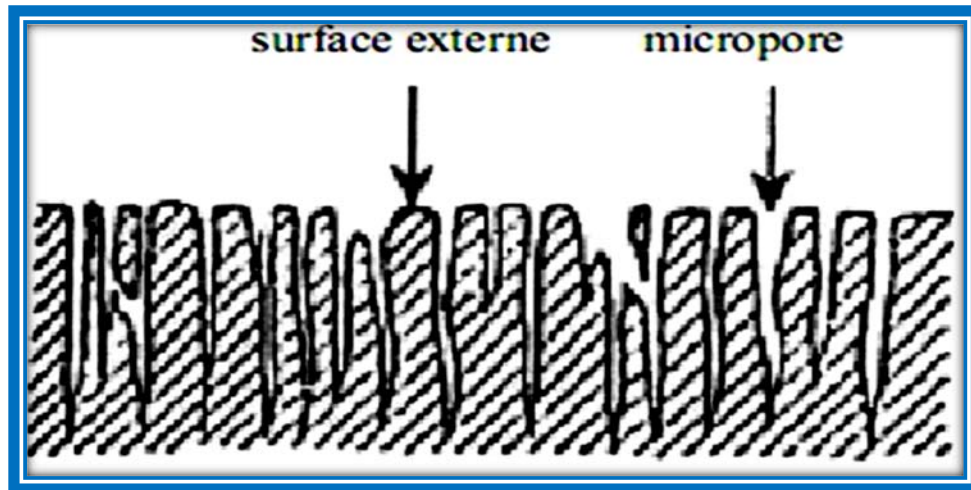


Figure II.4 Charbon actif en fibre

## II-7-Structure chimique à la surface du charbon actif

### II-7-1- Microstructures du charbon actif

Suite à la carbonisation, 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. 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 [22] (Figure II.5).

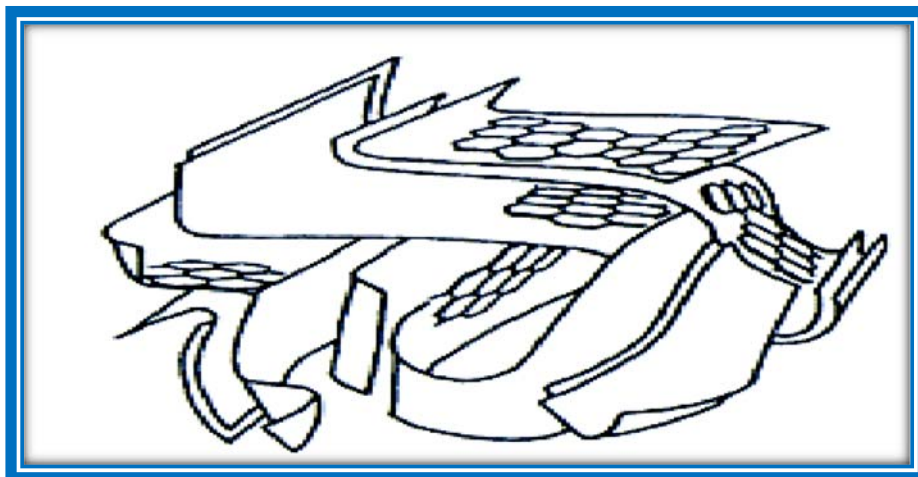


Figure II.5 Représentation schématisée des microstructures du charbon actif [22]

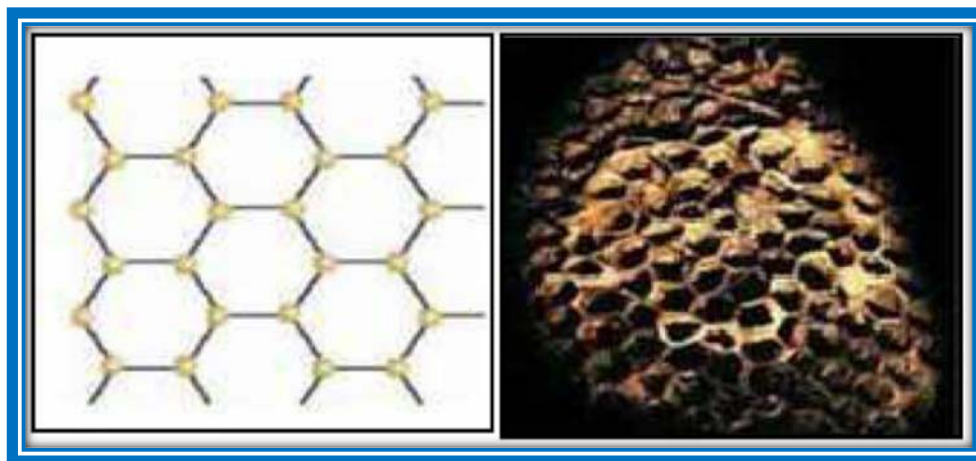
### II-7-2-Les fonctions de surfaces

Les couches de graphène constituent la structure de base du charbon actif. L'activité du charbon actif est due à la présence d'autres groupements cycliques ou fonctions de surface générées au cours de l'activation en présence d'air ou d'agent oxydant.

Ces fonctions sont principalement des groupements oxygénés, mais l'activation peut aussi former des groupements azotés, soufrés ou halogénés. Elles se situent en général en périphérie des molécules de graphène. Dans l'eau, un charbon actif va alors développer en surface une charge qui va dépendre de ces fonctions de surface, mais aussi des molécules présentes dans la solution [23].

### II-7-3-Structure du charbon actif

La structure du charbon actif est semblable à celle du graphite. En effet la structure cristalline de ce dernier consiste en un ensemble de couches planes d'atomes de carbone, ordonnés en hexagone réguliers, comparables aux cycles aromatiques. L'analyse de diffraction aux rayons X, révèle que sa structure est graphitique, mais avec quelques différences, notamment par la disposition des ces couches planes d'atomes de carbone en un agencement désordonné et par la formation de groupements fonctionnels, dus à la présence d'hétéroatomes (oxygène, métaux, hydrogène...) dans le réseau cristallin [24]. Modifications de structure pourront engendrer des interactions spécifiques (groupements fonctionnels) et des interactions non spécifiques (hétérogénéité du réseau) pour cet adsorbant [25].



**Figure II.6** : Une feuille de graphène [26]

## II-8-Caractéristique du charbon actif

### II-8-1-Le volume poreux et la taille des pores

Un solide poreux peut être défini à partir du volume de substance adsorbée, nécessaire pour saturer tous les pores ouverts d'un gramme de solide, habituellement exprimé en  $[\text{cm}^3/\text{g}]$ .

Selon la classification IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry), les tailles de pores sont réparties en 3 groupes [27]:

- a) Les pores de largeur excédant 50 nm appelés macropores
- b) Les pores de largeur comprise entre 2 et 50 nm appelés mésopores
- c) Les pores de largeur inférieure à 2 nm appelés micropores (ou nanopores)[28]

**Tableau II.1** : Classification de la taille des différents pores selon l'IUPAC[27]

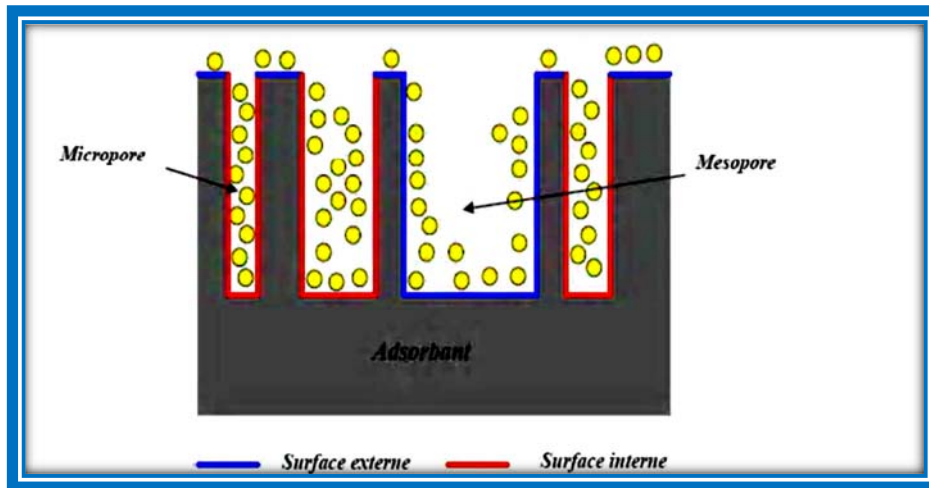
Pores	Diamètre (nm)	Volume poreux ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )
Macropores	Supérieur à 50	0,2 - 0,8
Mésopores	Comprise entre 2-50	0,02 - 0,1
micropores	Inférieur à 2	0,2 - 0,6

### II-8-2-Surface spécifique

La surface spécifique ou aire massique ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) est la surface totale par unité de masse d'adsorbant accessible aux molécules. Toute la surface des particules de l'adsorbant est considérée, porosité ouverte comprise, pour le calcul de la surface spécifique qui cumule donc la surface intérieure de tous les pores constituant le grain d'adsorbant. La surface spécifique comprend la surface externe et la surface interne d'un adsorbant (**Figure II.6**).

La surface interne est la surface microporeuse représentée par les parois des micropores. La surface externe est la surface non microporeuse qui comprend les parois des mésopores et des macropores, ainsi que la surface non poreuse de l'échantillon. Pour les charbons actifs, cette surface varie entre 10 et 200 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) environ [29].

D'un point de vue physique, la différence entre la surface interne et la surface externe est que la valeur de l'énergie d'adsorption peut être jusqu'à deux fois plus grande sur les parois des micropores que sur la surface externe.



**Figure II.7 :** Représentation schématique de la surface interne et externe du charbon Actif [30]

### II-8-3-Granulométrie

Elle conditionne la vitesse d'adsorption, plus le grain est petit, plus le transfert vers le centre est rapide [31].

### II-8-4-Humidité et teneur en cendres

Ces deux paramètres sont également importants lorsqu'il s'agit de sélectionner un charbon actif. À la livraison, l'humidité doit être inférieure à 5% tandis que la teneur en cendres ne doit pas dépasser 10% sinon le pH risque d'atteindre des valeurs élevées et de causer la précipitation des carbonates de l'eau sur le charbon. Ceci entraîne évidemment une baisse de la capacité d'adsorption [32].

### II-8-5-Densité apparente

Elle rend compte de la masse de matériau contenue dans un volume donné, comprenant le volume d'air interstitiel. Une valeur élevée de densité apparente indique une meilleure qualité de charbon actif. Elle est exprimée en  $\text{kg.m}^{-3}$  [31].

### II-9-Adsorption sur charbon actif

L'adsorption sur charbon actif ne peut être interprétée sur la base de la superficie et la distribution de la taille des pores seuls, elle doit prendre en considération aussi bien la structure chimique et la structure poreuse du charbon, qui comprend la nature et concentration des groupes fonctionnels superficiels, la polarité de la surface, l'aire de surface et la distribution de la taille des pores, ainsi que les caractéristiques physiques et chimiques de l'adsorbant, telles que sa structure chimique, la polarité, et les dimensions moléculaires.

Dans le cas de l'adsorption en solutions, la concentration de la solution et son pH sont aussi d'importants facteurs supplémentaires [33, 34,35].

## **II-10-Domains d'utilisation des charbons actifs**

### **II-10-1- Filtration**

- Décontamination de l'eau potable : le charbon actif retient un grand nombre de composés organiques, tels les pesticides. Cet usage représente 20 % du marché mondiale.
- Masques à gaz.
- Filtres à cigarettes.
- Filtres utilisés dans les installations de ventilation en circuit fermé (hotte de cuisine par exemple).
- Egalement utilisé pour filtre les polluants organiques.

### **II-10-2- Chimie**

- Décoloration des eaux : eau potable et autres liquides alimentaires (boissons gazeuses, etc).
- Décoloration du sucre.
- Décaféinassions du café.
- Support pour métaux catalytiques ultra divisés, par exemple, platine sur le charbon actif,
- Elimination des hydrocarbures dans l'eau.

### **II-10-3-Industrie**

- Extraction de l'or de ses minerais.
- Stockage de l'hydrogène (nano fibre de charbon actif).

### **II-10-4-Médecine**

- Traitement de l'intoxication alimentaire.
- Antidote en cas d'intoxication par médicaments, produits chimiques, métaux lourds, détergents, solvants organiques [36].



## Références Bibliographiques

- [1] AVOM, Préparation et étude physicochimique de charbons de rafles de régimes de palmes, Thèse de Doctorat de 3<sup>e</sup> Cycle, Faculté des Sciences, Université de Yaoundé-Cameroun, 1982.
- [2] A. HOUAS, I. BAKIR., M. KSIBI et E. ELALOUI, Étude de l'élimination du bleu de méthylène dans l'eau par le charbon actif commercial CECA 40 ,J.Chim.Phys. 96, p 479-486 ,1999.
- [3] J.A.Macia, A, et al ,activation of coal tar pitch carbon fibres: Physical activation vs. chemical activation, carbon, 42(7): p 1367-1370, 2004.
- [4] Zhang, K, W.H. Cheung, and M. Valix, Roles of physical and chemical properties of activated carbon in the adsorption of lead ions, Chemosphere, 60(8): p 11-29- 40. 2005.
- [5] Valix, M., W.H. Cheung, and G. McKay, Roles of the textural and surface chemical properties of activated carbon in the adsorption of acid blue dye. Langmuir, 22(10): p. 4574-82. 2006.
- [6] J. Omlin, L. Chesaux, Evaluation de charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2010.
- [7] S.M.Manocha, Sadhana, Porous carbons; vol (28), partd 1&2, p 335-348, Feb/ April 2003,
- [8] H.Bosh, the production and characterization of activated carbon of from conut shell catalized by potassium carbon, 29: p 949-953. 1994.
- [9] DIANA C.S.Azevedo, et al. Microporous activated carbon prepared from coconut shell using chemical activation with zinc chlorie. Microporous and Mesoporous Materiels, 23 March. 100(1-3). 2007.
- [10] VALIX, M., W.H. Cheung, and G. Mckay, "Preparation of activated carbon using low temperature carbonization and physical activation of high ash raw bagasse for acid dye adsorption". August. 56(5): p 493-501. 2004.
- [11] Mukana.al, Preparation des charbons actifs. partir des sciures de Bagasse de canne sucre, des bois de Ntola et Lifaki impr.gn.es dans des solutions de soude caustique; Rev. Cong.Sci.Nul, 16(1): p 84-92, 2000.
- [12] SATONAKA, S, T. ISOBE, and T. KAYAMA, Preparation of activated carbon with phosphoric acid from waste liquors, waste sludges and waste from deinking



- Research Bulletins of the college Experiments Forests. 2, 41: p 551-560, 2000.
- [13] Rodriguez j, preparation and caractérisation of actived carbon from eucalyptus fraft lignin. Carbon, 31(1): p 87-95, 1993.
- [14] Reinoso, F.R. and M.M. SABIO, Activated carbons from lignocelulosic materials by chemical and physical activation an overview, Carbon, 30(7): p 1111-1118, 1992.
- [15] Mbaye Gueye, synthèse et étude des charbons actifs pour le traitement des eaux usées d'une tannerie, p 4-8 2008,2009.
- [16] J.Bergans, J. Cornet (faculté de Gembloux). chimie verte, "étude réalisée à la demande de monsieur guylutgen, Belgique, 185 ,1993.
- [17] E.J. Soltes, T.J. Elder, Pyrolysis, in Organic Chemicals from Biomass, Editeur Dr. I. S.Goldstein, CRC press Inc, Boca Raton, Florida, p 63-95, 1981.
- [18] M.A. SLASLI, Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux, approche théorique et expérimentale. Thèse de Doctorat, Université de NEUCHÂTEL, Décembre, 2002.
- [19] G. COUDERC, Contribution à l'état de l'adsorption binaire par les charbons non poreux et poreux. Thèse de Doctorat des sciences chimie physique. Université du NEUCHÂTEL, Décembre, 2002.
- [20] N.GHALMI et A. SIFER, Essais d'adsorption du phénol et du cuivre sur charbon actif valorisé à base de grignon d'olives. Mémoire d'Ingéniorat, Boumerdès, 2006.
- [21] S. LOTRETTE, Utilisation des fibres de carbone active comme catalyseur de O-et N Glycosylation. Application à la synthèse des Saponines et de Nucléosides Thèse de doctorat, 2004.
- [22] Wang R.C., Kuo C.C., Shyu C.C, Adsorption of phenols onto granular active carbon in liquid-solid fluidized bed, J. Chem. Tech. Biotech., 68, p 187-194. 1997.
- [23] BOULKRAH Hafida, étude comparative de l'adsorption des ions plomb sur des différents adsorbants, l'université du 20 août 1955 SKIKDA, p76 ,2008.
- [24] Smisek, 1970 ; De Laat 1988 ; Cookson, 1978.
- [25] Snoyink, 1967 ; Matson, 1971.
- [26] R.C. Bansal, J.B. Donnet, F. Stoeckli. Active Carbon, New York, 1988.
- [27] Internation, Union of Pure and applied Chemistry, Pure. Chem ,57: p 603, 1987.

- 
- [28] Proceeding of the International Symposium on Surface Area Determination, School of Chemistry, University of Bristol, U.K, 1969.
- [29] Gregg, S.J, Sing, K.S. Adsorption, surface area and porosity, Academic Press, London 1982.
- [30] Suzuki, M, Adsorption engineering. New York, NY: Elsevier Science Publishing Company, 1991.
- [31] J. Omlin, L. Chesaux, Evaluation de charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne ,2010.
- [32] Degremont , Mémento. Technique de l'eau 10 ème édition copyright, 2005.
- [33] L.M Sun, F Meunier, Adsorption, Aspects théoriques, techniques de l'ingénieur p16 ,2003.
- [34] S.E Chitour, physico-chimie des surfaces, Tome 2: physico-chimie des surface, les interfaces gaz-solide et liquides-solide, OPU, p 468, 1992.
- [35] B. Roop Chand, G. Meenakshi, Activated Carbon Adsorption, Published in by CRC Press Taylor & Francis Group, p 487. 2005
- [36] Vipasiri Vimonsesa,b, Shaomin Lei c, Bo Jin a,b,d,, Chris W.K. Chow d, Chris Saint b,d Adsorption of congo red by three Australian kaolins Science Applied Clay Science 43 , p 465-472, 2009.

# **CHAPITRE III**

## **L'ADSORPTION**

### III-1 Introduction

L'adsorption peut être définie comme une opération fondamentale de Génie Chimique qui exploite l'aptitude de certains solides à concentrer spécifiquement à leur surface les constituants d'une solution permettant ainsi leur séparation.

C'est un processus complexe au cours duquel des molécules viennent se fixer sur la surface de l'adsorbant. Les forces mises en jeu, sont des interactions physique ou chimique selon la nature du système.

Le solide est appelé adsorbant et la substance qui s'adsorbe, adsorbat [1].

### III-2-Définition

L'adsorption est un phénomène interfacial. C'est un passage d'une espèce chimique d'une phase liquide ou gazeuse vers une surface solide. Elle implique dans tous les cas de l'existence d'attractions plus ou moins fortes des solutés par les surfaces, avec des énergies mises en jeu, très variables selon la nature de ces interactions.

De manière générale, l'adsorption est un phénomène exothermique qui se produit avec un dégagement de chaleur ce qui peut conduire à un échauffement du solide [2,3].

L'équilibre d'adsorption, dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont décrits ci-après : Surface spécifique, Porosité, Nature de l'adsorbat, Polarité, pH, Température [4].

### III-3-Types d'adsorption

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

#### III-3-1-Adsorption physique

L'adsorption physique ou physisorption est un phénomène physique met en jeu de faibles interactions entre entités moléculaires comme les forces d'attraction de Van der Waals et des forces dues aux interactions électrostatiques de polarisation. Ces forces attractives sont de nature physique.

Ce phénomène est réversible et peu spécifique. L'adsorption physique est rapide et généralement limitée par les phénomènes de diffusion. La force des interactions mises en jeu peut être estimée par l'énergie d'adsorption physique qui est comprise entre 5 et 40 kJmol<sup>-1</sup> est considérée comme faible. L'adsorption physique est donc favorisée par une baisse de la température et peut se faire en monocouche ou multicouches [5,3].

### III-3-2-Adsorption chimique

L'adsorption chimique ou chimisorption est l'adsorption met en jeu des énergies de liaison importantes. Elle résulte d'une interaction chimique entre les molécules d'adsorbant composant la surface du solide et les molécules de soluté. Ces forces attractives mises en jeu sont du même type que celles qui sont impliquées lors de la formation des liaisons chimiques.

Elle est souvent irréversible (ou difficilement réversible) et lente. L'adsorption chimique est uniquement monomoléculaire car la présence des liaisons de valence entre l'adsorbat et l'adsorbant exclut la possibilité de couches multimoléculaires. L'énergie d'adsorption chimique est supérieure à  $80\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  [5,4].

### III-4-Facteurs influençant sur le phénomène d'adsorption

L'équilibre d'adsorption, entre un adsorbant et un adsorbat dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont [6, 7,8]:

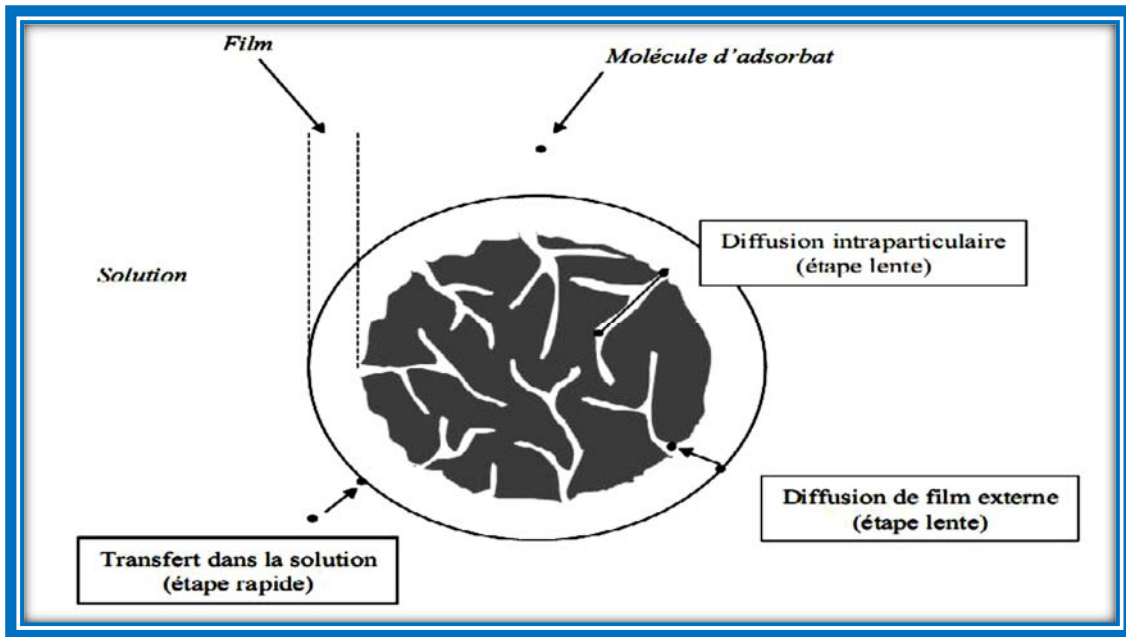
- ♣ Les caractéristiques de d'adsorbant : polarité, volume poreux, surface spécifique, fonctions superficielles.... etc.
- ♣ Les caractéristiques de l'absorbat : polarité, solubilité, poids et saturation moléculaire...
- ♣ Les paramètres physiques : température, pH.

### III-5-Mécanisme d'adsorption

Il s'agit d'un transfert d'une phase liquide ou gazeuse contenant l'adsorbat vers une phase solide avec rétention des solutés à la surface du gypse appelé adsorbant.

L'adsorption peut être décomposée en quatre étapes (Figure III.1) :

- ✓ **Étape 1** : diffusion de l'adsorbat de la phase liquide externe vers celle située au voisinage de la surface de l'adsorbant.
- ✓ **Étape 2** : diffusion extra granulaire de la matière (transfert du soluté à travers le film liquide vers la surface des grains).
- ✓ **Étape 3** : transfert intra granulaire de la matière (transfert de la matière dans la structure poreuse de la surface extérieure des grains vers les sites actifs).
- ✓ **Étape 4** : réaction d'adsorption au contact des sites actifs, une fois adsorbée, la molécule est considérée comme immobile [9].



**Figure III-1** : Etape de transfert de masse pour l'adsorption sur charbon actif [10]

### III-6-Isothermes d'adsorption

#### III-6-1-Capacité d'adsorption :

La capacité d'adsorption est définie comme étant la quantité adsorbée en fonction de la concentration en phase fluide à température constante. On mesure la concentration résiduelle d'impuretés adsorbées à l'aide de l'équation suivante[11].

$$Q_e = \frac{(C_o - C_e)}{m} V$$

Où :

$Q_e$  : La quantité de soluté adsorbée (mg/g).

$V$  : Volume de solution (l).

$C_o$  : Concentration massique de soluté (mg/l).

$C_e$  : Concentration massique de soluté à l'équilibre d'adsorption (mg/l).

$m$  : masse d'adsorbant utilisé (g).

### III-6-2- Concept d'isotherme d'adsorption

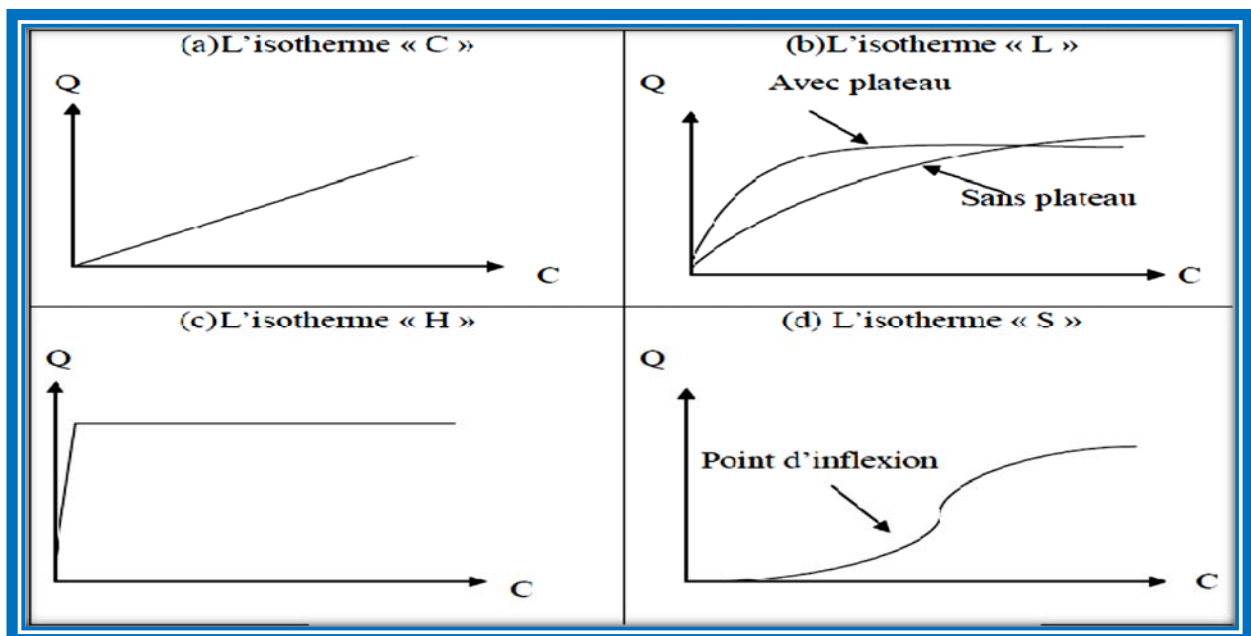
Les isothermes d'adsorption sont des courbes expérimentales qui représentent les variations (masse ou volume) du substrat adsorbent (gaz ou liquide) par poids d'adsorbant en fonction de la concentration (en phase liquide) ou de la pression (en phase gazeuse). Elles sont exprimées généralement sous formes d'équations mathématiques, non cinétiques, lesquelles sont obtenues à partir d'expériences réalisées en réacteur statique [12] 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'adsorbant.

Cependant, les isothermes d'adsorption n'expliquent pas les mécanismes d'adsorption. Ils conduisent seulement à une comparaison de différents systèmes entre eux [12].

### III-7-Différents types d'isothermes d'adsorption

Gilles et Coll ont proposé les modèles d'adsorption, dont quatre types particuliers sont maintenant considérées comme les quatre formes principales d'isothermes généralement observées (Figure III-2)[4].



**Figure III-2** Les quatre types d'isothermes[13.14]

Les isothermes de type C : Les courbes sont sous formes de ligne droite avec le zéro comme origine.

- Les isothermes de type L: Le modèle de Langmuir « standard », indique une adsorption à plat de molécules bi-fonctionnelles.
- Les isothermes de type H: C'est un cas particulier de l'isotherme de type L. Ce cas est distingué des autres parce que le soluté montre parfois une affinité si élevée pour le solide que la pente initiale ne peut pas être distinguée de l'infini, même si cela n'a pas de sens du point de vue thermodynamique.
- Les isothermes de type S: La courbe est sigmoïdale et elle présente un point d'inflexion. Ce type d'isotherme est toujours le résultat d'au moins deux mécanismes opposés [4].

### **III-8-Généralité sur les adsorbants**

#### **III-8-1-Définition d'un adsorbant**

Au sens strict, tous les solides sont des adsorbants. Cependant, seuls les adsorbants ayant une surface spécifique. Les adsorbants industriels ont généralement des surfaces spécifiques au-delà de 100 m<sup>2</sup>/g, atteignant même quelques milliers de m<sup>2</sup>/g. Ces adsorbants sont nécessairement microporeux avec des tailles de pores inférieures à 2 nm ou mésoporeux avec des tailles de pores comprises entre 2 nm et 50 nm (selon la classification de l'IUPAC)[15].

#### **III-8-2-Les principaux adsorbants industriels [16]**

- Les Charbon actifs.
- Les Zéolithes.
- Les Argiles et terre décolorantes.
- Les Gels de silice.
- Les Tamis moléculaires.

#### **III-8-3-Critères du choix d'un adsorbant**

La caractérisation complète d'un adsorbant pourrait se concevoir comme la connaissance de quatre entités.

- La surface spécifique.
- La distribution de tailles des grains.
- Le facteur de forme ou de rugosité.
- La distribution des tailles de pores.

#### **III-8-4-Les propriétés physiques des adsorbants**

Tous les adsorbants précédents sont caractérisés par un certain nombre de propriétés physiques telle que : la porosité interne ; masse volumique de la particule ; surface spécifique des pores ; rayon moyen des pores et finalement la capacité théorique d'adsorption



correspondant à la quantité maximale de soluté qui peut être adsorbée dans les conditions opératoires par unité de masse d'adsorbant frais[16].

### **Conclusion**

Le phénomène d'adsorption présente l'avantage de pouvoir être appliqué aux traitements de divers effluents. La modélisation des isothermes d'adsorption permet d'apporter des informations thermodynamique sur la surface spécifique et la structure poreuse du solide, qui sont deux paramètres qui influent sur l'adsorption.

## Références Bibliographiques

- [1] H. Maiza, Modélisation des cinétiques d'adsorption dans le cas du phénol et du bleu de méthyle sur le charbon actif en grain , Ingénieur d'état, Ecole Nationale Supérieure Polytechnique, p 3- 4, 2009.
- [2] [http : www.Sciences et Technologies des Poudres.com/](http://www.Sciences et Technologies des Poudres.com/) - Introduction.htm. 20 février 2012.
- [3] C.CREANGĂ, Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique), mémoire de doctorat, Institut de Toulouse, p 8, 2007.
- [4] E. ERRAIS, Réactivité de surface d'argiles naturelles, étude de l'adsorption de colorants anioniques, mémoire de doctorat, Université de Strasbourg, 2011.
- [5] N.Gherbi, Etude expérimentale et identification du processus de rétention des cations métalliques par des matériaux naturels, Mémoire de doctorat, Université de Constantine, 2008.
- [6] A. Boucif, Etude de la co-adsorption de deux pesticides (Diuron et Metribuzine) sur un charbon actif en poudre, Mémoire de magister, Ecole Nationale Supérieure Polytechnique, p10, 2009.
- [7] M.O. Benabderrahmane, Biosorption du plomb sur une biomasse (Pleurotus Mutilus), Ingénieur d'état, Ecole Nationale Supérieure Polytechnique, p 2, 2006.
- [8] I. Bounour, Modélisation des isothermes d'adsorption dans le cas de : phénol et de bleu de méthyle sur le charbon actif en grain, Ingénieur d'Etat, Ecole Nationale Supérieure Polytechnique, p 6, 2009.
- [9] [http ://step.ipgp.fr/images/0/08/adsorption-sur-charbon-actif.pdf](http://step.ipgp.fr/images/0/08/adsorption-sur-charbon-actif.pdf)
- [10] F. Al Mardini. Etude de l'adsorption du pesticide Bromacil sur charbon actif en poudre en milieu aqueux Effet compétiteur des matières organiques naturelles. Thèse de Doctorat, Université de Poitiers p 245, 2008.
- [11] D.LEINEKUGEL-LE-COCQ, Contribution à la modélisation dynamique simplifiée d'un procédé d'adsorption modulée en pression (P.S.A.), mémoire de doctorat, Université Claude Bernard-Lyon, pp ,2004.
- [12] E. L. Slejko and M Dekker, Adsorption Technology; A step by step approach to

process avaluation and application, 1985.

- [13] C.H.Giles, D.Smith, A.Huitson, A general treatment and classification of the solute adsorption isotherm I Theoretical, *Colloid Interface Science*, 47, p 755-765,1974.
  
- [14] G.Limousin, J.P.Gaudet, L.Charlet, S.Szenknect, V.Barthes, M.Krimissa, Sorption isothermes: A Review on physical bases, modeling and measurement- *Applied Geochemistry*, 22, p 249-275. 2007.
  
- [15] Lian-Ming SUN et Francis MEUNIER, *Technique de l'ingénieur, traité Génie des procédés, Adsorption Aspects théoriques*, centre français, P J2730-3.
  
- [16] CHENINE Mouad, *Préparation et caractérisation d'un charbon actif issu d'un déchet de café par voie chimique (effet de taux d'adjuvant)*, master académique, p 13-14,2012.

**CHAPITRE IV**  
**PARTIE**  
**EXPERIMENTALE**

## IV-1 Introduction

La synthèse des charbons actifs à partir de biomasses locales par la méthode d'activation chimique a fait l'objet de nombreuses études. L'objectif de cette étude consiste en la préparation des charbons actifs à partir des grignons d'olives dont le but est de valoriser un résidu de l'agriculture dans notre pays. En second lieu, d'utiliser ces charbons dans le traitement des eaux et en fin une étude comparative avec un charbon industriel (Merck).

## IV-2 Réactifs et produits

Dans cette recherche, les expériences menées dans diverses conditions ont nécessité les produits suivants :

### IV-2-1 Les adsorbants

- **Charbon actifs** : Les charbons actifs utilisés au cours de cette étude sont les suivants :

- **Charbon commercial en grain (Merck)** : (CAG) avec des particules d'un diamètre de 2.5 mm
- **Charbon de grignon d'olives** : (CGD) avec des particules de différents diamètres (1mm, 0,5mm).

### IV-2-2 Les produits

#### ➤ **L'acide phosphorique**

L'acide phosphorique est un composé chimique de formule  $H_3PO_4$ . C'est un triacide important en chimie inorganique et fondamental en biochimie. Il s'agit d'un acide minéral [1].

#### ➤ **L'hydroxyde de sodium**

L'hydroxyde de sodium (NaOH), également appelé soude caustique, est une base forte qui se présente, à température ambiante, sous forme solide. Il est constitué de cations sodium ( $Na^+$ ) et d'anions hydroxyde ( $OH^-$ ). Il est très soluble dans l'eau, sa solution aqueuse est transparente et souvent appelée soude [2].

#### ➤ **Le chlorure de zinc**

Le chlorure de zinc ( $ZnCl_2$ ) est un sel solide blanc, il est très soluble dans l'eau, il absorbe l'humidité.

## IV-3 Méthodes d'analyses

Les méthodes d'analyses utilisées PH-métrie et spectroscopie UV ont permis de suivre la diminution de la concentration du colorant après l'adsorption sur le charbon.

La spectroscopie infrarouge (IR) est une technique très utilisée pour identifier les espèces et les fonctions présentes à la surface de solides.

### **VI-3-1 Spectroscopie infrarouge**

L'analyse infrarouge a été effectuée au laboratoire de céramique université Mentourisur un spectromètre (JASCO) FTIR-6800 dont la gamme de fréquences est comprise entre 400 et 4000  $\text{cm}^{-1}$ . L'échantillon est une poudre finement broyée et tamisée [3].

### **VI-3-2 PH-mètre**

Quand on mesure le pH, c'est le nombre d'ion hydrogène ( $\text{H}^+$ ) se trouvant dans la solution à mesurer, que l'on évalue plus ou moins précisément.

Le pH des solutions a été mesurée à l'aide d'un pH-mètre de type inolab Ph 720 WTW séries. L'étalonnage de l'appareil a été effectué avec des tampons commerciaux de pH 4, 7 et 9.

### **VI-3-3 Spectroscopie UV-VISIBLE**

La technique de spectrophotométrie ou d'absorptiométrie est basée sur la propriété de la matière, et plus particulièrement de certaines molécules, d'absorber certaines longueurs d'ondes du spectre UV-visible. L'analyse UV a été effectuée sur un spectrophotomètre (uv-1700 pharmaspecshimadzu) **figure IV-1**. D'autres analyses uv ont été effectuées sur un spectromètre (shimadzu 1650 pc)



**Figure IV.1 : Spectroscopie UV-Visible**

#### IV-4 Matériels utilisés

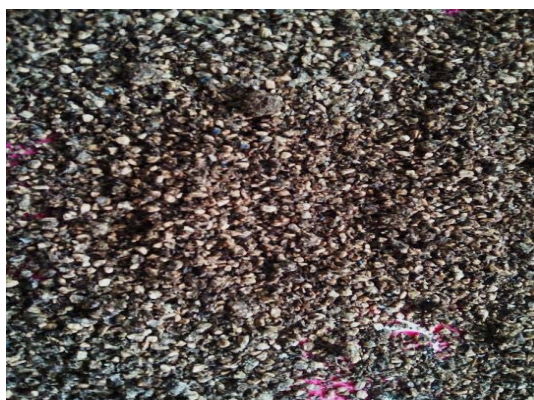
- Etuve (**annexe 1**)
- Creusets(**annexe 2**)
- Tamis (**annexe 3**)
- Broyeur électrique ce broyeur a été fourni par le laboratoire du département de génie civil (**annexe 4**)
- Bécher
- Four électrique (Four HERAEUS ELECTRIC) (**annexe 5**)
- Dessiccateur
- PH mètre
- Mortier

#### IV-5 Méthodologie expérimentale

##### IV-5-1 Préparation de la matière première

##### Grignon d'olive

Les grignons d'olive utilisés dans notre étude ont été obtenus d'une huilerie de la région de **Bir-El Ater** (Tébessa), l'échantillon est constitué de pulpes de fragment de noyaux et de grains broyés à la cour du procédé de production de l'huile d'olive (**Figure IV.2**).



**Figure IV.2:** Grignons d'olives avant lavage

##### Matière première

Les grignons d'olive sont d'abord lavés plusieurs fois à l'eau courant afin d'éliminer tout sorte de poussières et d'impuretés, ainsi que les substances hydrosolubles jusqu'à obtention d'une eau de lavage claire, puis on procède au rinçage avec de l'eau distillée (**Figure IV. 3**) Enfin on leur fait subir un séchage à 110°C pendant 24 h .



**Figure IV.3:** Grignons d'olives après lavage et séchage

- Une partie de ces grignons est carbonisée directement dans un four électrique (HERAEUS ELECTRIC)
- L'autre partie est concassée à l'aide d'un concasseur électrique (Retsch)

#### **IV-5-2 Traitement des grignons**

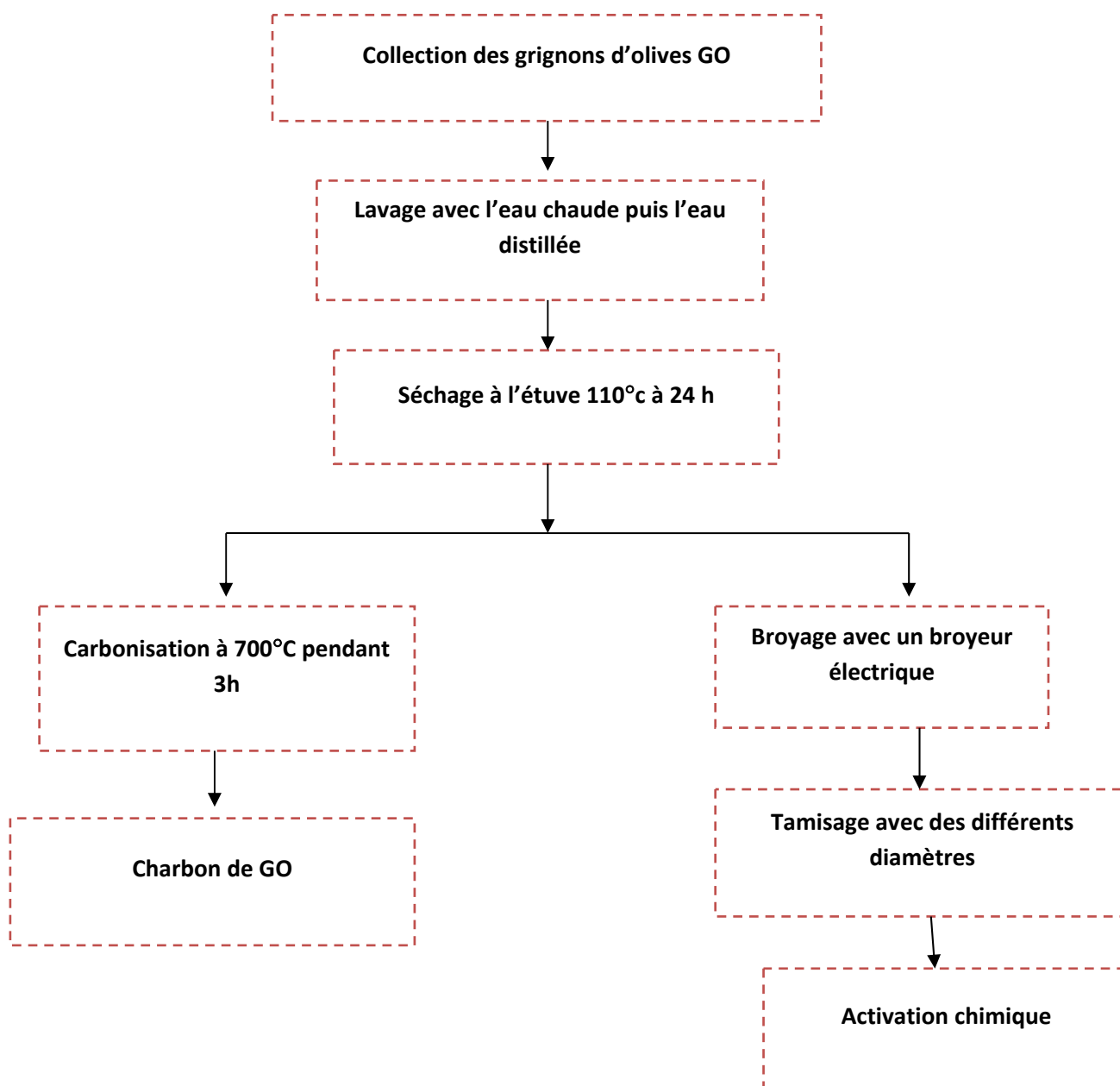
##### **IV-5-2-1 Carbonisation**

La carbonisation est la décomposition thermique des matières carbonées : les espèces autres que le carbone sont éliminées. Cette étape s'effectue à des températures inférieures à 700° [4].

Les grignons sont mis dans des capsules en porcelaine ou dans des creusets. La carbonisation est réalisée dans un four électrique (Four HERAEUS ELECTRIC) Le four est préchauffé à la température désirée pendant au moins 2 heures avant le début de l'essai pour obtenir une température en régime permanent. Puis on augmente la température (100 degré/30min). La carbonisation se fait à 700 °C avec un palier de 3 heures [5].

Les étapes suivies pendant la fabrication du noir de carbone à partir des grignons d'olives sont détaillées dans le schéma ci-dessous (**Figure IV.4**).





**Figure IV.4:** Etapes de fabrication du charbon des grignons d'olives

#### IV-6 Activation chimique

##### But de l'activation

L'activation assure un meilleur développement de la surface spécifique et de la structure poreuse obtenue à l'étape de carbonisation [6]. Elle est réalisée à l'aide d'agents oxydants physiques ou chimiques.

#### IV-6-1 Activation chimique par l'acide phosphorique $H_3PO_4$

Les échantillons sont traités chimiquement avec de l'acide phosphorique  $H_3PO_4$  (40%) : une masse de broyat  $m = 10g$  (1 mm), est déposée dans un bécher contenant 15 ml d'acide phosphorique. Le pH (pH=0.9 à 24.4°C) est maintenu sous agitation pendant 10 h. Les mélanges sont mis à l'étuve pendant 24 h à 110°C.

a) Les produits sont ensuite mis dans un four à calcination, à une température de 450°C pendant une heure (1 h).

b) Le charbon actif obtenu est mis au dessiccateur, puis lavé avec de l'eau bi-distillée plusieurs fois jusqu'à l'obtention de pH= 6.34.

c) La masse de charbon activé est séchée dans une étuve à 110°C pendant 24 heures. La masse finale est de 2.0302g.

La méthode d'activation du charbon est résumée dans l'organigramme représenté par la (Figure IV.5)

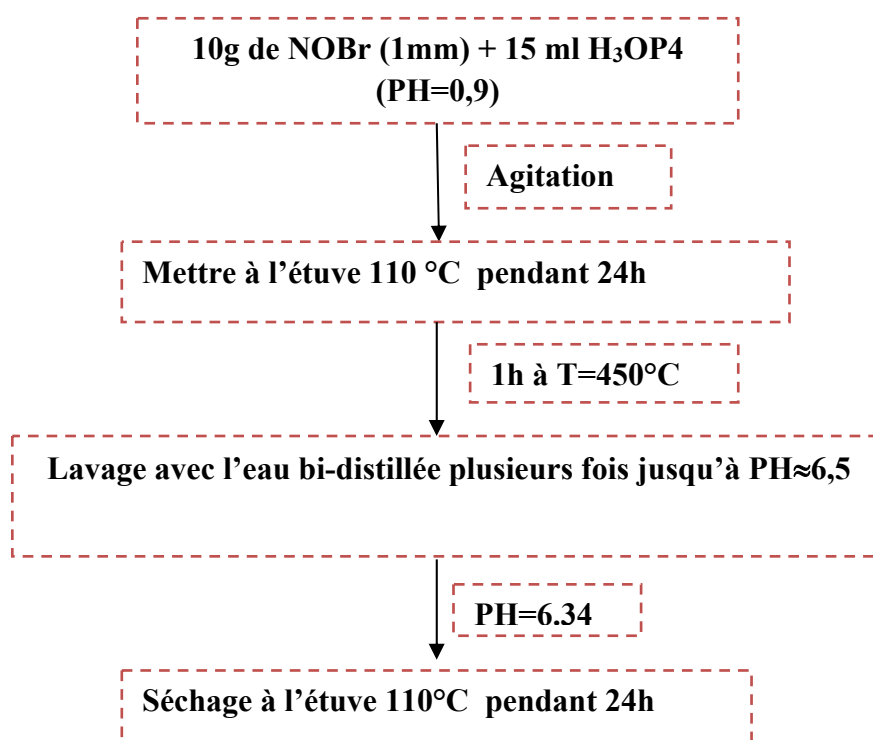


Figure IV.5: Etapes d'activation chimique des grignons d'olives par  $H_3PO_4$

#### IV-6-2 Activation avec chlorure de zinc $ZnCl_2$

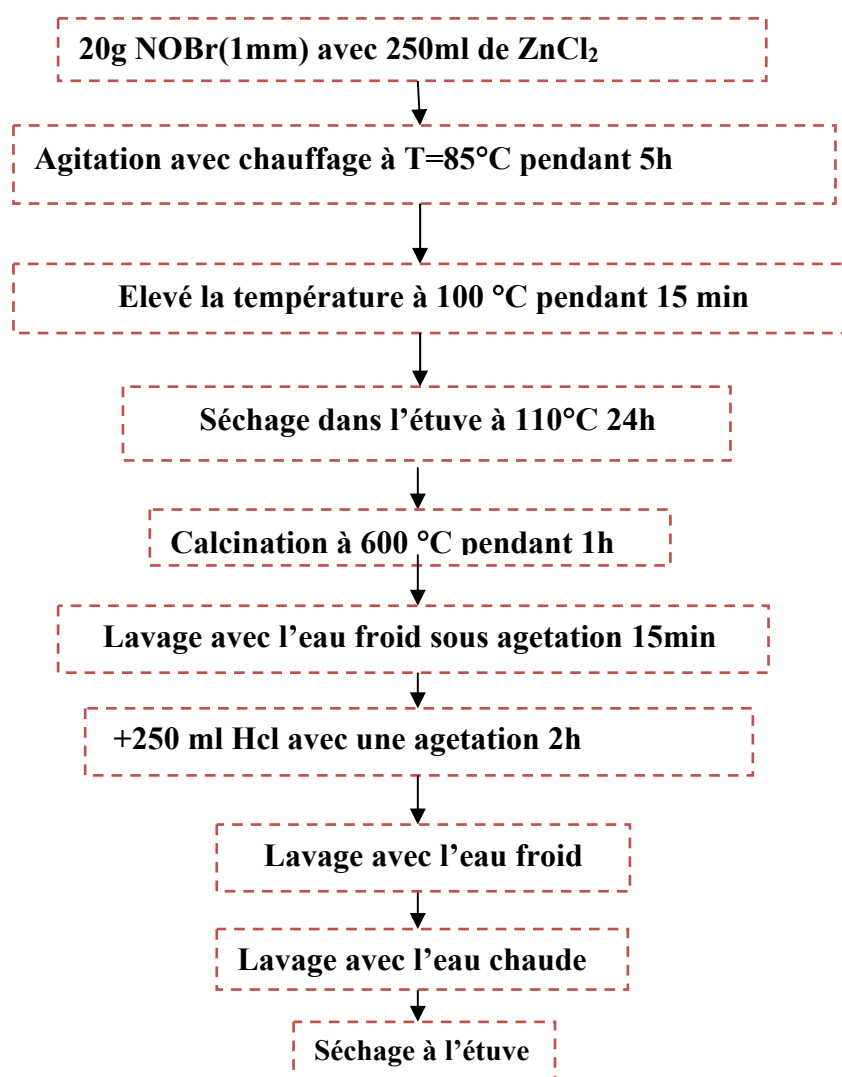
Le chlorure de zinc a été cité plusieurs fois en littérature pour l'activation des charbons [7, 8, 9]. Pour l'activation avec  $ZnCl_2$ , 20 g de chaque échantillon brut ont été dispersés dans

250 ml d'une solution de chlorure de zinc une fois molaire (1M) (le PH=4.74). Le temps de contact initialement fixé à 5 heures est déterminé à partir de l'instant où la température de la suspension atteint 85°C. On augmente la température du mélange jusqu'à 100 °C pendant un quart d'heure. Le mélange est mis à l'étuve pendant 24 h à 110°C.

20 g de chaque échantillon activé par ZnCl<sub>2</sub> sont mis dans un four à calcination, à 600°C pendant une heure (1 h). Le produit obtenu est lavé avec de l'eau froide plusieurs fois sous agitation pendant 15 minutes. Il est ensuite mélangé avec 250mL d'une solution d'acide chlorhydrique trois fois molaire (3 M) et mis sous agitation pendant 2 h.

Ce temps écoulé, le produit est lavé avec de l'eau chaude sous agitation pendant un quart d'heure (15 min), puis avec de l'eau froide 15 min également jusqu'à (PH=7). Les produits sont ensuite séchés à l'étuve pendant 24h à 110°C, la masse finale est m=5.20g.

Le protocole d'activation est résumé dans l'organigramme (**Figure IV.6**)

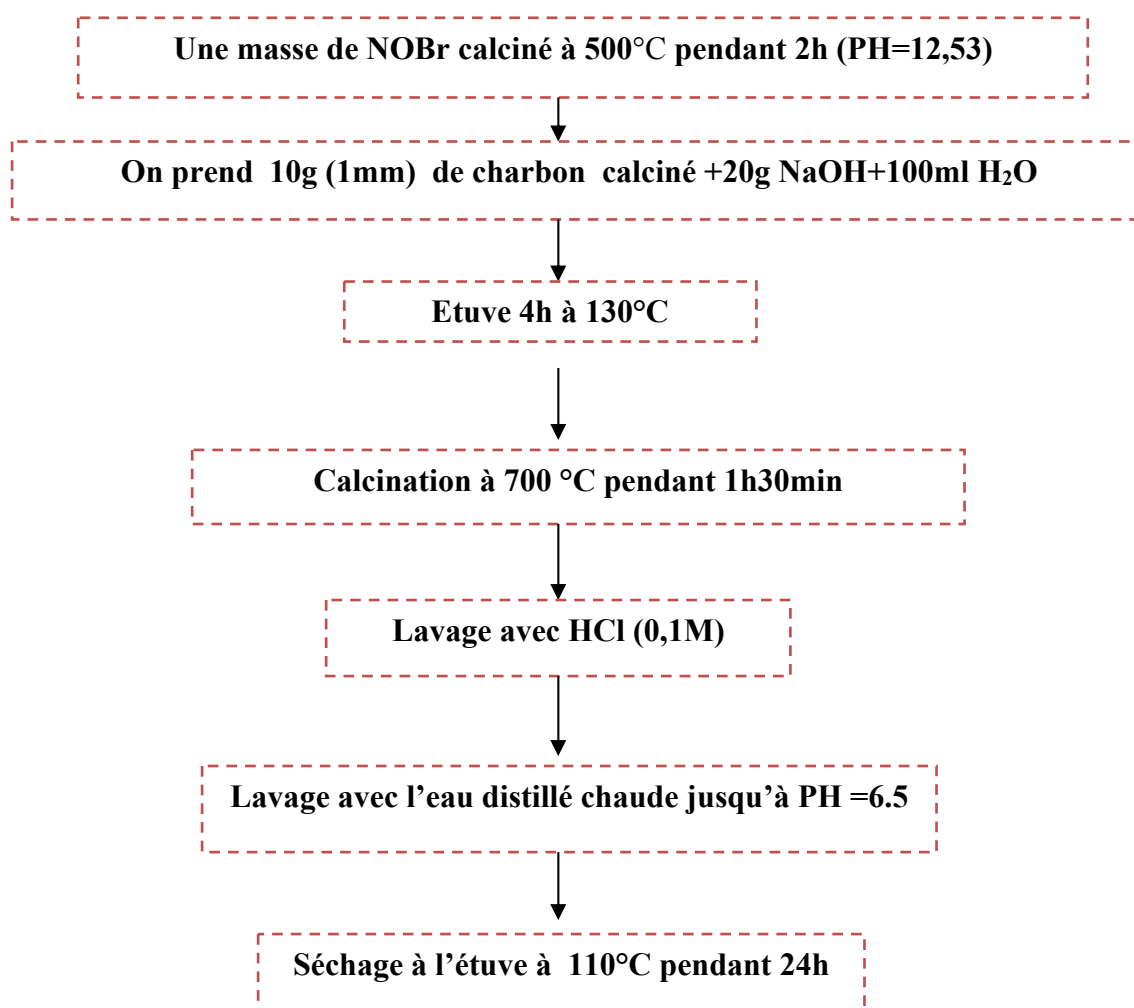


**Figure IV.6:**Etapes d'activation chimique des grignons d'olives par ZnCl<sub>2</sub>

### IV-6-3 Activation avec l'hydroxyde de sodium NaOH

L'hydroxyde de sodium a été aussi cité en littérature pour l'activation des charbons [10,11]. Cette fois on prend une quantité de la matière premières (NOBr1mm) à été placée dans un four à calcination jusqu'à 500°C pendant 2h. 10 g du charbon obtenu par carbonisation ont été mélangés avec 20 g de NaOH et 100mL d'eau distillé et maintenus sous agitation pendant 2 h. Le mélange est mis à l'étuve pendant 4 h à 130 °C. Le produit est ensuite mis dans le même four à calcination, jusqu'à 700 °C et maintenu à cette température pendant une heure et demi (1h, 30min). Le produit obtenu est lavé avec une solution d'acide chlorhydrique (0.1 M), puis avec de l'eau distillée chaude jusqu'à le pH de surnageant devient 6,5, le produit est ensuite séché à 110 °C pendant 24 h (m= 3,9270g) [10].

Le protocole d'activation est résumé dans l'organigramme (Figure IV.7)



**Figure IV.7:**Etapes d'activation chimiques des grignons d'olives par NaOH

#### IV-6-4 Traitement du charbon en grain (Merck)

Dans un bécher, on met 100g de charbon en grain, on ajoute 300ml H<sub>2</sub>O distillée, la solution est mise sous agitation 30 min (annexe). Après filtration sur papier filtre, le charbon est activé à 110°C pendant 24 h. Le charbon activé est broyé avec un mortier puis tamisé avec différentes diamètres (1 mm, 500 µm).

#### IV-7 Adsorption du colorant Bleu de Méthylène sur les charbons des N.O et le charbon commercial

##### IV-7-1 Introduction

Pour déterminer la capacité d'absorption du charbon des N.O et du charbon commercial vis-à-vis d'un polluant organique nous avons choisis d'utiliser le bleu de méthylène polluant cationique que l'on trouve habituellement dans les eaux industrielles.

##### IV-7-2 Caractéristique du colorant Bleu de Méthylène

###### IV-7-2-1-Bleu de méthylène

Le bleu de méthylène est un colorant cationique, il est utilisé dans plusieurs applications. En raison de sa taille, le célèbre colorant cationique bleu de méthylène est couramment utilisé pour sonder le volume mésoporeux des charbons actifs par des expériences d'adsorption. Plusieurs recherches ont été publiées sur la possibilité d'élimination du bleu de méthylène par différents adsorbants [12, 13, 14, 15].

**Tableau IV-1** : Caractéristique physico-chimique du Bleu de Méthylène

<b>Nom Usuel</b>	Bleu de méthylène
<b>Formule chimique</b>	C <sub>16</sub> H <sub>18</sub> ClN <sub>3</sub> S
<b>Masse moléculaire</b>	319.86 g.mol <sup>-1</sup>
<b>λ<sub>max</sub> (nm)</b>	663

##### ➤ Préparation des solutions de colorants BM

La solution mère du BM a été préparée en mélangeant une quantité appropriée (0,05g/l) de BM avec l'eau distillée sous agitation 30 min. La solution a été convenablement diluée

#### IV-8-Adsorption du colorant BM sur le charbon valorisé et le charbon commercial

L'adsorption du BM sur les différents adsorbants ont été effectuée en présence de 0.5g des échantillons de différents charbons, la quantité de charbon est mis en suspension dans 100 ml du BM sous agitation en fonction du temps des quantités de 10 ml sont prélevées de la solution filtré sur des papiers filtre puis mesure par spectroscopie UV.

#### IV-9-La teneur en humidité

**Principe :** Le taux d'humidité est un rapport exprimé en pourcentage, il est déterminé par le séchage de l'adsorbant dans une étuve [16]

**Mode opératoire :** On met 0.5 g de charbon actif dans un creuset en céramique et on le pèse. Ensuite on le sèche dans une étuve à 110°C jusqu'à ce que son poids reste constant. A sa sortie de l'étuve, on le refroidit à température ambiante puis on le repèse.

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

$$\% \text{ H} = \frac{M3 - M2}{M1} \times 100$$

Où :

*M1*: la masse initiale du CA utilisée en (g).

*M2*: La masse du creuset rempli après séchage en (g).

*M3*: La masse du creuset rempli avant séchage en (g).

#### IV-10 Le taux de cendre

**Principe :** Il s'agit de la partie inorganique, inerte, amorphe et inutilisable, présente dans le charbon actif, le taux de cendre est déterminé par la méthode décrite en littérature [16].

**Mode opératoire :** Un échantillon de 0.5g de charbon actif est séché dans une étuve à 80°C pendant 24 heures puis placé dans un creuset en céramique. Ce creuset est introduit dans un four réglé à 600°C est maintenu pendant 3 heures à cette température. Puis placée dans un dessiccateur, Après refroidissement à température ambiante on pèse à nouveau le creuset.

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

$$\text{Cd}\% = 100 - \text{Mo}\%$$

$$\text{Mo}\% = 100 \times (M1 - M2) / p$$

Sont :

Mo% : matière organique

M1 : masse de creuset + prise d'essai (g)

M2 : masse du creuset + cendre (g)

P : masse de la pris d'essai (g)

#### IV-11 L'indice d'iode

**Principe** L'indice d'iode (iodinenumber) permet de mesurer le contenu des micropores d'un charbon actif. Selon cette méthode [16]

#### Mode opératoire

On met 10 ml d'une 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 jusqu'à la disparition de la couleur.

Ensuite on ajoute 0.05g du charbon actif à un erlenmeyer qui contient 15ml d'une solution d'iode 0.1N avec agitation pendant 4 min. Après, on filtre et on dose l'iode de 10ml de filtrat par la solution de thiosulfate de sodium 0.1N en présence de deux gouttes d'une solution d'amidon.

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

$$I_d = \frac{(V_b - V_s) \cdot N \cdot (126.9) \cdot \left(\frac{15}{10}\right)}{M}$$

Où :

(V<sub>b</sub>-V<sub>s</sub>) : 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).

## Références Bibliographiques

- [1] Association Robin des bois Radioactivité naturelle technologiquement renforcée [archive], décembre 2005.
- [2] Document en ligne, disponible sur <[http://www.futurasciences.com/magazines / matière /infos/dico/d/chimie-hydroxyde sodium-15036/](http://www.futurasciences.com/magazines/matière/infos/dico/d/chimie-hydroxyde-sodium-15036/)>.
- [3] M.L.Sekrifia ,Etude des propriétés adsorbantes des charbons activés issus des noyaux de dattes application au traitement d’effluent aqueux,UnivBadjiMokhtar ,Annaba p66 ,2012 /2013
- [4] M.P. Tavlieva, S. D. Genieva, V.G. Georgieva, L.T. Vlaev. Kinetic study of brilliant green adsorption from aqueous solution onto white rice husk ash. *Journal of Colloid and Interface Science* 409 112–122,2013.
- [5] M.L.Sekirifa, M.Hadj-Mahammed, Etude Comparative De La Capacité Adsorbante D’un Charbon Actif Issu De Noyaux De Dattes Et Un Charbon Actif Commercial, Univ de Ouargla,Algérie., p56, 2005.
- [6] O. Joseph. Etude du potentiel d’utilisation de résidus agricoles haïtiens pour le traitement par biosorption d’effluents pollués. École doctorale Chimie de Lyon 2009.
- [7] V. Boonamnuyvitaya, S. Sae-ung, W. Tanthapanichakoon. Preparation of activated carbons from coffee residue for the adsorption of formaldehyde. *Separation and Purification Technology* 42 159-168,2005.
- [8] Tzong-HorngLiou. Development of mesoporous structure and high adsorption capacity of biomass-based activated carbon by phosphoric acid and zinc chloride activation. *Chem. Eng. J.* 158, 129–142. 2010
- [9] Lei Yu, Yong-mingLuo. The adsorption mechanism of anionic and cationic dyes by Jerusalem artichoke stalk-based mesoporous activated carbon. *J. of Envi. Chem. Eng.* 2 220-229. 2014
- [10] A. L. Cazetta, A. M.M. Vargas, E. M. Nogami, M. H. Kunita M. R. Guilherme, A. C. Martins, T. L. Silva, J. C. G. Moraes, V. C. Almeida. NaOH-activated carbon of high surface area produced from coconut shell: kinetics and equilibrium studies from the methylene blue adsorption. *Chem. Eng. J.* 174 117-125. 2011
- [11] N. Nasuha, B. H. Hameed. Adsorption of methylen blue from aqueous solution



- onto NaOH -modified rejected tea. Chem. Eng. J. 166 783-786. 2011
- [12] M. Auta, B.H. Hameed .Chitosan–clay composite as highly effective and low-cost adsorbent for batch and fixed-bed adsorption of methylene blue. Chemical Engineerin Journal 237 352–361. 2014
- [13] Lei Yu, Yong-mingluo. The adsorption mechanism of anionic and cationic dyes by Jerusalem artichoke stalk-based mesoporous activated carbon. J. Environ. Chem. Eng. 2, 220-229. 2014
- [14] A.K. Kushwaha, N. Gupta, M.C. Chattopadhyaya. Removal of cationic methylene blue and malachite green dyes from aqueous solution by waste materials of Daucuscarota. Journal of Saudi Chemical Society 2011
- [15] M. J. Ahmed, S. K. Dhedan. Equilibrium isotherms and kinetics modeling of methylene blue adsorption on agricultural wastes-based activated carbons. Fluid Phase Equilibria 317 9-14-2012
- [16] M. J. Ahmed, S. K. Dhedan. Equilibrium isotherms and kinetic modeling of methylene blue adsorption on agricultural wastes-based activated carbons. Fluid Phase Equilibria. 317 9-14-2012

**CHAPITRE V**  
**RESULTATS ET**  
**DISCUSSIONS**

## V-1-Caractérisation des charbons issus de grignons d'olives et du charbon commercial

### V-2-Analyses physico-chimique

#### V-2-1 Taux d'humidité

Le taux d'humidité rend compte de l'eau physiquement liée au charbon une valeur classique de la teneur en eau est  $H\% < 5$ .

Les résultats du taux d'humidité sont donnés dans le tableau V-1 :

**Tableau V-1** : taux d'humidité du charbon de grignon d'olive et du charbon commercial

Adsorbants	NOBr	NOC	NOA	NOS	NOB	C.Merck
M1(g)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
M2(g)	23.97	23.90	22.62	22.65	22.62	23.94
M3(g)	24	23.93	22.64	22.67	22.63	23.97
H%	6	6	4	4	2	6

#### V-2-2 Taux de cendre

Les grignons en plus des matières grasses et azotés comprennent des matières dites cendre qui sont faible  $\leq 10\%$ .

Les résultats du taux de cendre des charbons (NOBr, NOC, NOA, NOB, NOS) et du charbon commercial sont consignés dans le tableau V-2.

**Tableau V-2** : taux de cendre des différents charbons préparés et du charbon C,Merck

Adsorbants	NOBr	NOC	NOA	NOS	NOB	C.Merck
M1(g)	22.48	23.78	22.65	23.78	23.92	22.48
M2(g)	22	23.30	22.19	23.31	23.46	22.02
P(g)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
MO %	96	96	92	94	92	92
Cd %	4	4	8	6	8	8

#### V-2-3 L'indice d'iode

L'indice d'iode nous renseigne sur la capacité adsorptive du matériaux adsorbant (sa microporosité) l'indice d'iode des adsorbants est donné dans le tableau V-3 avec comparaison à un charbon industriel

**Tableau V-3** : l'indice d'iode du charbon de grignon d'olive et du charbon C,Merck

Adsorbants	NOBr	NOC	NOA	NOS	NOB	C.Merck
Vb (ml)	-	-	8	8	8	8
Vs (ml)	-	-	2.5	3.3	6.5	5.8
Id	-	-	2039.85	1789.29	571.05	837.54

### V-3 Résultats des analyses physico-chimiques

Les résultats d'analyses d'humidité, des taux de cendres et des indices d'iodes du matériau brute NOBr, carbonisé NOC, et des charbons des grignons d'olives (NOA, NOB, NOS) et du charbon commercial sont indiqués dans le tableau V-4.

**Tableau V-4** : taux d'humidité, taux de cendre et indice d'iode des charbons préparés et du charbon (C,Merck).

Echantillons	NOBr	NOC	NOA	NOS	NOB	C,Merck
Humidité %	6	6	4	4	2	6
Cendre %	4	4	8	6	8	8
Indice d'iode	-	-	2093,85	1789,29	571,05	837,54

- Le taux d'humidité des charbons NOA(4%) , NOS (4%) , et NOB (2%) , sont faibles ne dépassent pas 5% ces valeurs sont dans les normes .
- Les taux de cendre des charbons NOA (8%), NOS (6%), NOB (8%) ces valeurs sont en accord avec les résultats de la bibliographie.
- Plus le taux de cendre est bas ( $\leq 10$  ) meilleur est le charbon.
- L'indice d'iode du charbon NOB (571,05 mg/g) est comparable à la valeur du charbon commercial C, Merck (837,54 mg/g) les valeurs trouvées pour NOA et NOS sont des grandes valeurs.

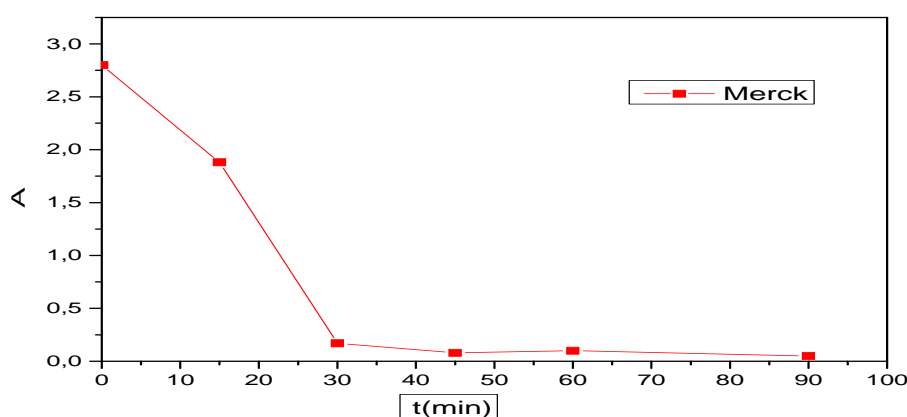
En conclusion on peut dire que d'après les taux d'humidité, taux de cendre et indice d'iode le charbon activé par la base NaOH est le meilleur comparativement au charbon activé par l'acide H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> et le sel ZnCl<sub>2</sub>.

### V-4-Comparaison de la cinétique d'adsorption entre le charbon valorisé des NO et le charbon commercial

L'étude de la cinétique de l'élimination du colorant bleu de méthylène BM par adsorption sur les charbons issus de grignon d'olive et le charbon commercial C.Merck était suivit par UV visible on donne dans les tableaux V-5, V-6, V-7, V-8, V-9 et V-10 les valeurs de l'absorbance et du temps et dans les figures V-1, V-2, V-3, V-4, V -5 et V-6 la variation de l'absorbance en fonction du temps pour les différents absorbants.

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

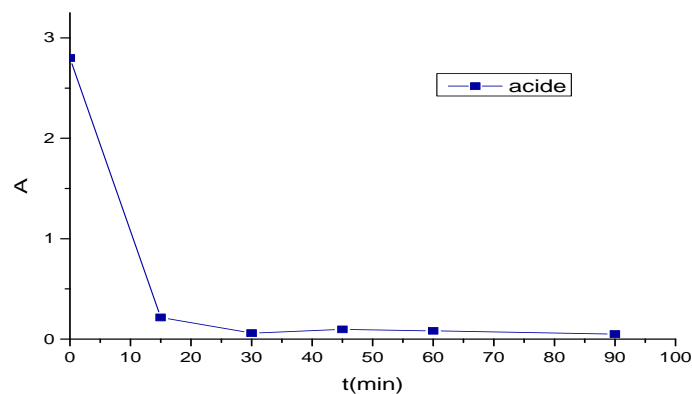
t (min)	0	15	30	45	60	90
Absorbance	2.799	1.88	0.17	0.08	0.10	0.05



**Figure V-1** : Variation de l'absorption de BM en fonction de temps pour le charbon de Merck

**Tableau V-6 :** Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le NOA

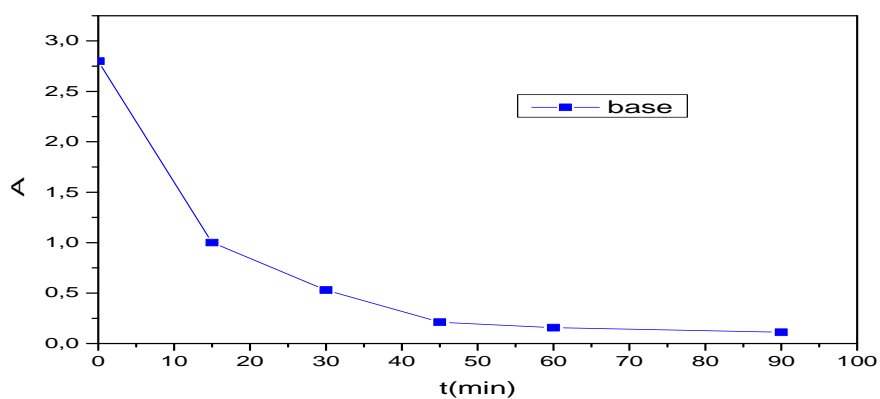
t (min)	0	15	30	45	60	90
Absorbance	2.799	0.216	0.060	0.097	0.083	0.050

**Figure V-2 :** Variation de l'absorption de BM en fonction de temps pour le charbonde grignons d'olives activé par l'acide

:

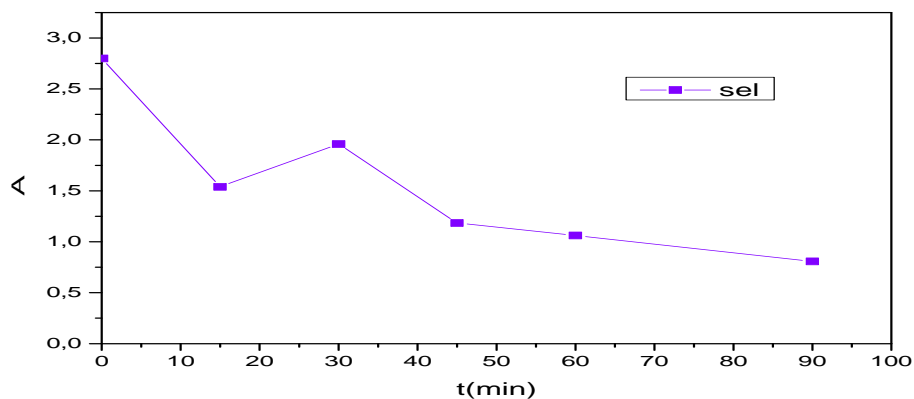
**Tableau V-7 :** Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le NOB

t (min)	0	15	30	45	60	90
Absorbance	2.799	1.001	0.531	0.212	0.158	0.112

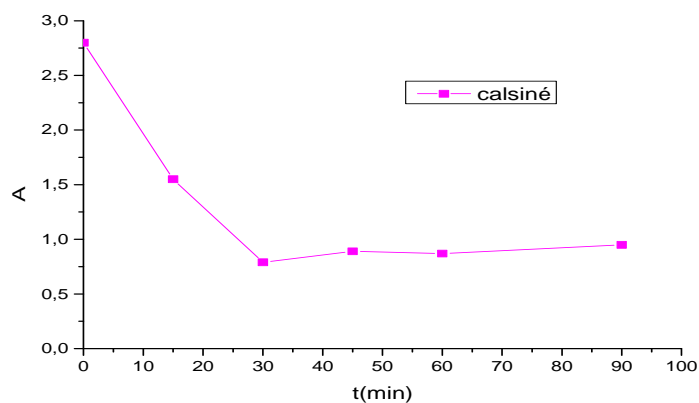
**Figure V-3 :** Variation de l'absorption de BM en fonction de temps pour le charbonde grignons d'olives activé par la base

**Tableau V-8 :** Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur NOS

t (min)	0	15	30	45	60	90
Absorbance	2.799	1.540	1.959	1.184	1.062	0.807

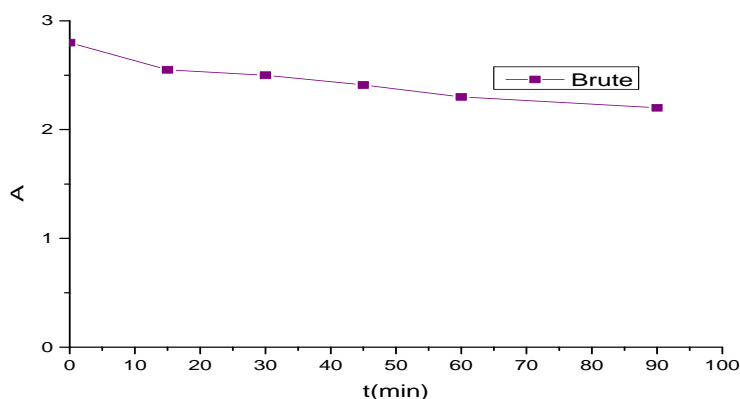
**Figure V-4 :** Variation de l'absorption de BM en fonction de temps pour le charbon de grignons d'olives activé par le sel**Tableau V-9 :** Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le NOC

t (min)	0	15	30	45	60	90
Absorbance	2.799	1.55	0.79	0.89	0.87	0.95

**Figure V-5 :** Variation de l'absorption de BM en fonction de temps pour le charbon de grignons d'olives calciné

**Tableau V-10 :** Valeurs des absorbances et du temps d'adsorption du BM sur le NOBr

t (min)	0	15	30	45	60	90
Absorbance	2.799	2.55	2.50	2.41	2.30	2.20

**Figure V-6 :** Variation de l'absorption de BM en fonction de temps pour le charbon de grignons d'olives brute

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

Les résultats expérimentaux obtenus par les courbes de l'absorbance en fonction de temps  $A = f(t)$  montrent la présence d'une première étape d'adsorption de colorant sur des sites facilement accessibles (chute rapide de A) suivie d'une diffusion moléculaire de celui-ci vers des sites d'adsorption moins accessibles avant d'atteindre un équilibre d'adsorption ou tous les sites deviennent occupés (A devient stable) (figures V-1 , V-2 et V-3).

- D'après l'étude comparative de l'adsorption du bleu de méthylène sur le charbon commercial et les charbons des grignons d'olives on remarque que le taux d'adsorption est plus élevé dans le cas des charbons activés chimiquement par la base (NaOH) et par l'acide ( $H_3PO_4$ ) comparativement aux charbons brute, carbonisé et celle activé par le sel ( $ZnCl_2$ ).
- D'après la variation de l'absorbance en fonction du temps on peut dire que le pouvoir d'adsorption du charbon NOB est comparable à celle du charbon (C, Merck).
- La fixation rapide du polluant par la phase adsorbant s'explique par la grande affinité du support à la rétention du polluant.
- On remarque une légère désorption pour CNA et CNS.



- Le charbon CNB est très efficace pour l'élimination du polluant Bleu de méthylène comparativement aux autres charbons CNA, CNS, CNBr, CNC.
- L'adsorption du charbon CNB préparé par les grignons d'olives est comparable au pouvoir d'adsorption du charbon commercial.

## V-6- Analyse structurale par spectroscopie IR

L'infrarouge est une méthode utilisée afin de connaître les fonctions de surfaces. Nous avons reportés les spectres infrarouges des échantillons valorisés (NOC, NOBr, NOA, NOB et NOS) sur les figures (V-8, V-9, V-10, V-11 et V-12) ainsi que celui du charbon commercial à titre comparative sur la figure (V-7).

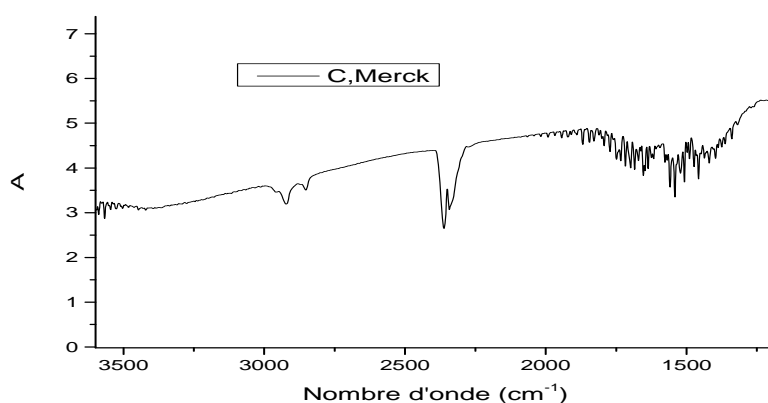


Figure V-7 : Spectre I.R. du C, Merck

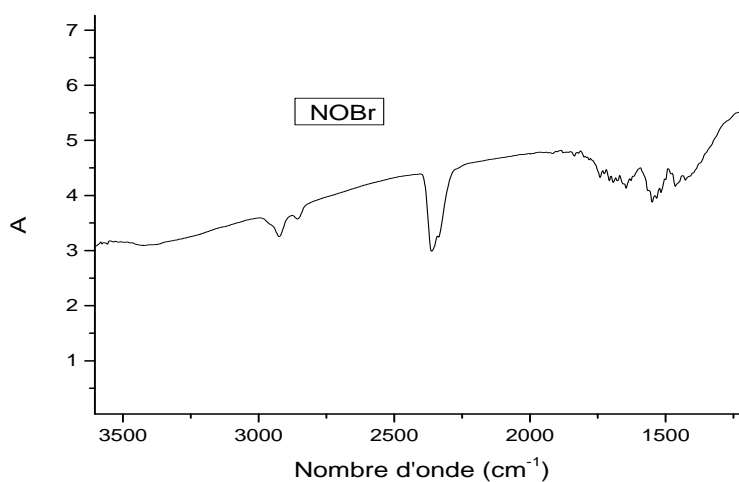
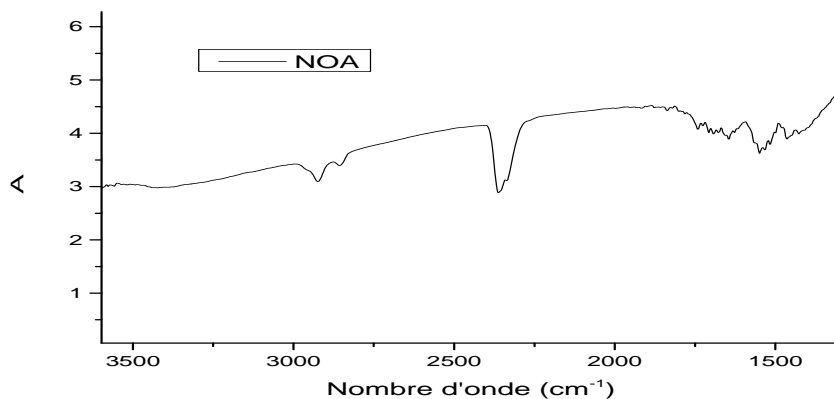
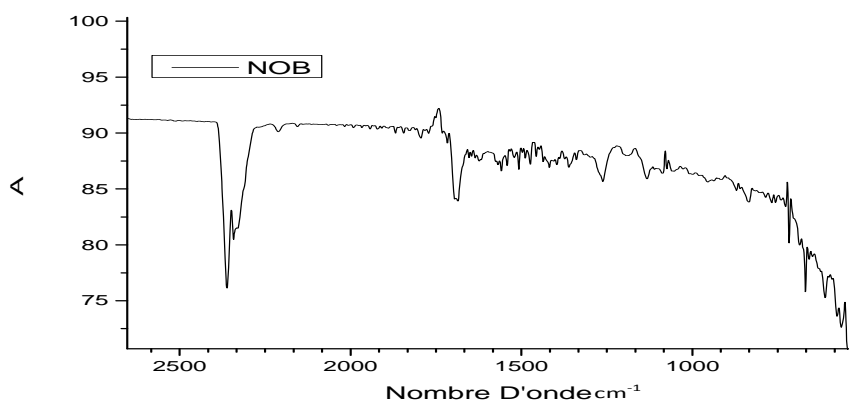


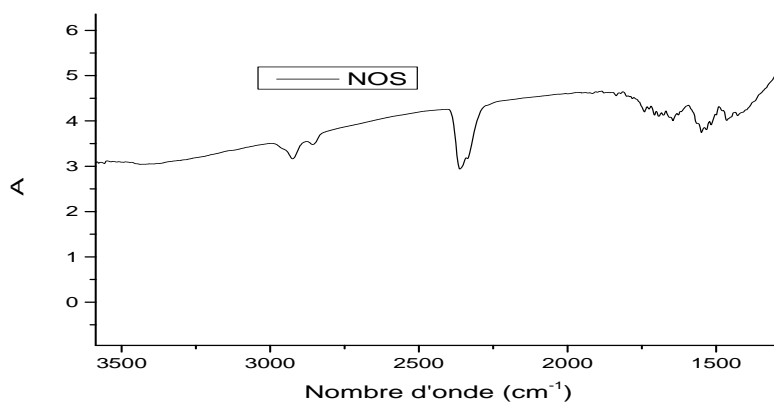
Figure V-8 : Spectre I.R. du NOBr



**Figure V-9** :Spectre I.R du NOA



**Figure V-10** :Spectre I.R du NOB



**Figure V-11** :Spectre I.R du NOS

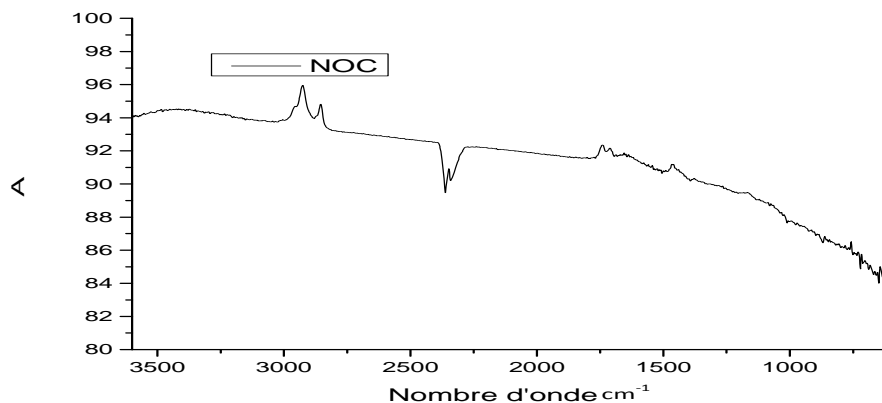


Figure V-12 : Spectre I.R du NOC

### V-7- Résultats des analyse structurale par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Le charbon est un matériau noir qui absorbe la plus grand partie de l'énergie l'interprétation des spectres reste délicate en raison d'une superposition des bandes d'absorption et d'une intensité du signal faible en raison du caractère de corps noir du charbon. Malgré ca la spectroscopie est une technique importante utilisée pour l'identification des groupes Fonctionnels caractéristiques de la surface de l'adsorbant.

Dans la majorité des travaux publiés sur le charbon à base de grignon d'olive, on trouve généralement les bandes trouvés dans notre étude. D'après les spectres ci-dessus on constate que la bande à  $3470\text{ cm}^{-1}$  correspondant au vibration d'élongation de l'hydrogène des groupes hydroxyles O-H carboxyles, phénols ou alcools) et de l'eau adsorbée [1] Elle correspond aussi vibration d'élongation de O-H de cellulose, pectine, lignine et de l'eau [2]. qui existe dans les spectre NOBr est inexistant dans les spectres NOA, NOB et NOS ce qui prouve l'efficacité de l'activation chimique et transformation du grignon d'olive en charbon.

Le groupement C-H des molécules aliphatiques existe dans presque tous les spectres (NOBr à  $2924,5\text{ cm}^{-1}$ ) (NOA à  $2920,6\text{ cm}^{-1}$ ) (NOS à  $2921\text{ cm}^{-1}$ ) et dans le charbon commercial (CM à  $2922,5\text{ cm}^{-1}$ ) cette bande est indétectables pour le NOB.

Les spectres d'IRTF montrent des bandes d'absorption à ( $2362,3\text{ cm}^{-1}$  CM), ( $2360,4\text{ cm}^{-1}$  NOA) ( $2360\text{ cm}^{-1}$  NOB) ( $2362\text{ cm}^{-1}$  NOC), et ( $2360\text{ cm}^{-1}$  NOS) résultant principalement des vibrations d'élongation des nitriles et des alcynes cette bande est plus intense pour le NOB donc on peut conclure que le charbon activé par la base (NOB) est le meilleur comparativement avec les autres charbons préparés et même le charbon commercial (CM).

Le spectre NOB montre également une bande à  $1686,4\text{ cm}^{-1}$  due aux vibrations d'élongation des liaisons C=C. une bande à  $1132\text{ cm}^{-1}$  assignée aux vibrations des liaisons C-O [3] et une bande à  $668\text{ cm}^{-1}$  est attribuée à la vibration d'élongation de liaison N-H ces trois bandes existent que dans le spectre NOB cette phase adsorbante est plus riche en groupements fonctionnels par rapport aux autres charbons préparés.

---

## Références Bibliographie

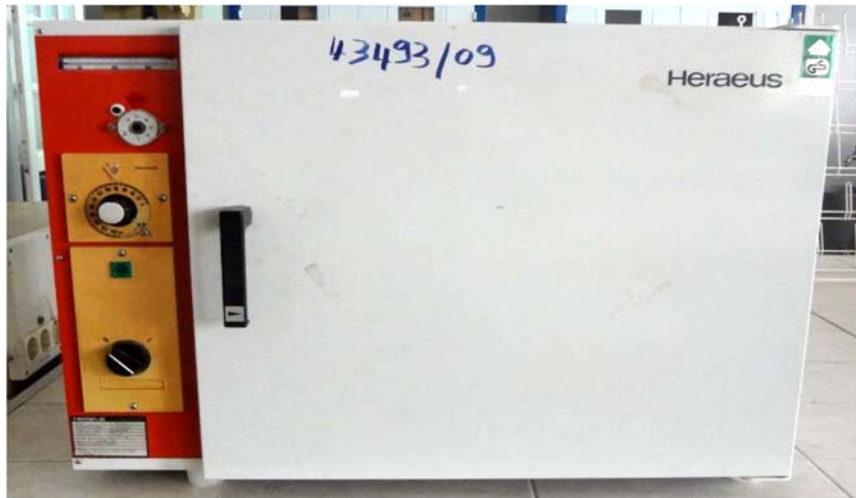
- [1] T,HorngLiou. Development of mesoporous structure and high adsorption capacity of biomass-based activated carbon by phosphoric acid and zinc chloride activation. Chem. Eng.J. 158 , 129–142 (2010)
  
- [2] C. Djilani, R. Zaghoudi, A. Modarressi, M. Rogalski, F. Djazi. Elimination of organic Micropollutants by adsorption on activated carbon prepared from agricultural waste. Chem.Engin. J. 189-190,203-212(2012).
  
- [3] I,Ghouma, M,Jeguirim, S,Dorge , L,Limousy , C,MateiGhimbeu, A,Ouederni Préparation par voie physique de carbones activés obtenus à partir de noyaux d'olives destinés à l'adsorption de NO<sub>2</sub> à température ambiante,elsevier.j C. R. Chimie 18 , 63–74(2015)

### *Conclusion générale*

Dans ce travail on a préparé une nouvelle phase adsorbante par traitement des grignons d'olive par procédé chimique. Nous avons fait appel à trois agents chimiques, un acide ( $H_3PO_4$ ), un sel ( $ZnCl_2$ ) et une base ( $NaOH$ ). Les résultats trouvés montrent que le charbon actif préparé à base de noyaux d'olive, peut s'avérer très utile dans le traitement des eaux contaminées par le colorant BM.

- Les adsorbants obtenus ont des caractéristiques physico-chimiques proches du charbon commercial (C, Merck) notamment le taux d'humidité ( $H\% < 5$ ), le taux de cendre ( $Cd\% \leq 10$ ) et l'indice d'iode.
- Pour valider nos résultats nous avons appliqué ces charbons pour l'élimination d'un polluant BM.
- Les matériaux que nous avons synthétisés par l'activation chimique ont montré des propriétés excellentes pour les phénomènes d'adsorption en particulier le NOB.
- La capacité de rétention du polluant BM est améliorée en présence du charbon valorisé.
- Les adsorbants obtenus ont des caractéristiques physico-chimiques proches de celle du charbon commercial.
- L'étude de l'absorbance en fonction du temps montre que le charbon NOB est comparable au charbon C, Merck ce qui prouve les résultats des analyses physico-chimiques.
- D'après l'indice d'iode, la molécule d'iode vue sa petite taille nous renseignant sur la microporosité des charbons (NOA, NOB) préparés par activation chimique.
- L'analyse infra rouge confirme les résultats de l'analyse élémentaire trouvée dans la littérature concernant la composition chimique (carbone et oxygène) du charbon de grignon d'olive.
- Les spectres obtenus par nos charbons de grignons d'olive montrent la présence de différentes bandes de vibrations correspondant aux groupements C=C, C-H, C-O.
- On remarque que les groupements existants dans les charbons valorisés existent dans le charbon commercial.
- Du point de vue de la chimie de surface et de la texture la spectroscopie IR a prouvé que le charbon activé par la base (NOB) est plus riche en groupements fonctionnels.

*Annexes*



**Figure A-1** : Etuve Thermo Scientific (Heraeus)



**Figure A-2** : Creusets



**Figure A-3 :** Les différents tamis selon les diamètres de pore



**Figure A-4 :** Broyeur électrique (Retsch)





**Figure A-5 :** Four électrique (Four HERAEUS ELECTRIC)



**Figure A-6 :** grignons d'olives broyées