



**- Université Larbi Tebessi de TEBESSA -**

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

*Département: Sciences de la matière*

***Mémoire de Master***

*Domaine: Sciences de la matière*

*Filière: Chimie*

*Option: Chimie des produits naturels*

***Thème***

***Valorisation des grains du café vert et  
transformation en charbon actif***

**Présenté par:**

***Triki Bouthaina et Mesli Sara***

**Devant le jury:**

<b>Hanini Karima</b>	<b>M.C.B</b>	<b>Université de Tébessa</b>	<b>Présidente</b>
<b>Benregga F.Z (Lakhal)</b>	<b>M.C.B</b>	<b>Université de Tébessa</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>Lifa Said</b>	<b>M.A.A</b>	<b>Université de Tébessa</b>	<b>Examineur</b>

**Date de soutenance:**

**23/06/2021**



Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche  
scientifique



**- Université Larbi Tebessi de TEBESSA -**

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

*Département: Sciences de la matière*

***Mémoire de Master***

*Domaine: Sciences de la matière*

*Filière: Chimie*

*Option: Chimie des produits naturels*

***Thème***

***Valorisation des grains du café vert et  
transformation en charbon actif***

**Présenté par:**

***Triki Bouthaina et Mesli Sara***

**Devant le jury:**

<b>Hanini Karima</b>	<b>M.C.B</b>	<b>Université de Tébessa</b>	<b>Présidente</b>
<b>Benregga F.Z (Lakhal)</b>	<b>M.C.B</b>	<b>Université de Tébessa</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>Lifa Said</b>	<b>M.A.A</b>	<b>Université de Tébessa</b>	<b>Examineur</b>

**Date de soutenance:**

**23/06/2021**



# Remerciements

*Au nom de Dieu le tout puissant et miséricordieux toute la louange à Dieu, à Dieu seul qui nous donné le courage pour arriver au bout de notre travail.*

*En préambule à ce mémoire, nous adressons ces quelques mots pour remercier notre grand dieu ALLAH tout puissant pour exprimer notre reconnaissance envers sa grande générosité.*

*Dieu nous donné la volonté, la patience, la santé et la confiance durant toutes nos années d'étude Nous remercions nos parents d'être si patients, si généreux et tellement merveilleux, merci pour leurs soutien moral et matériel nous a été*

*indispensable tout au long de ces années. ils ont toujours été une source de motivation d'encouragements et de beaucoup de bonheur.*

*Nos remerciements spéciaux vont au Madame Benregga Fatima Zahra notre encadreur de mémoire pour sa gentillesse, pour ses conseils, ,tout au long de la réalisation de ce mémoire, ainsi que pour son aide et le temps qu'elle a bien voulu me consacrer, merci de ta confiance et de nous voir guidé pas à pas dans notre travail.*

*Nos sincères remerciements s'adressent à Madame Hanini Karima maître de conférence à l'université de Tébessa, qui nous fait l'honneur de présider ce jury de mémoire.*

*Nous remercions vivement Monsieur Lifa Said maître assistant à l'université de Tébessa, d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

*Ils nous ont fait le grand honneur pour la lecture de ce mémoire et aussi d'avoir accepté de juger notre travail, qu'ils trouvent ici l'expression de nos plus vifs sentiments de très hautes considération et nos remerciements les plus sincères en guise de notre humble reconnaissance pour la tension qu'ils ont prêtée à notre travail.*

*Nos pensées vont également vers toutes les personnes du laboratoire, Professeurs (surtout Monsieur Chraeit), Maîtres de conférences et personnels techniques pour leur sympathie et leur gentillesse.*

# Dédicace

- *J'ai le plaisir de dédier le fruit de mes années d'études et de sérieux travail à Madame Nawassa la personne qui m'a soutenu et de m'a encouragé, je dis merci bien pour votre aide, votre soutien merci pour tous ce que m'avez donné. Puisse dieu, le tout puissant vous préservez et vous accordez santé, longue vie et bonheur.*
- *A la lumière de ma vie: mes parents ( El-hafssi et Sir-Elhouda )  
Merci pour votre aide et merci pour votre patience qui ma poussé vers le succès vous êtes toujours les plus important dans ma vie. Toutes les lettres ne sauraient trouver les mots qu'il faut... Tous les mots ne sauraient exprimer ma gratitude, mon amour, mon respect, mon reconnaissance pour vous.*
- *A mon chère oncle Ammar qui m'a donné tout le respect et l'amour.*
- *A mes chères frères Haithem et Abdou, aussi Hamza, Lokman qui m'ont encouragés toujours, Taher, Seyf Eddine et mon petit frère Mouaadh.*
- *A ma belle Soeur Akila, toute l'appréciation et le respect pour elle.*
  - *A ma binôme Sara Mesli*
    - *À mes chers petits  
Taha, Hiba, Adam, Raoul et Fahed: que Dieu vous protège*
  - *A toute la famille Triki et mes amis.*
- *A toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin à la réalisation de ce travail.  
Je leur dis « Merci »*

*Bouthaina*



# Dédicace

*Quoi que de plus que de pouvoir partager les meilleurs moments de ma vie avec les êtres qu'on aime. Arrivé au terme de mes études, j'ai le grand plaisir de Dédier ce modeste travail*

:

*A mes chers parents (Ibrahim ; Mebarka) Aucun mot ne saurait exprimer mon hommage pour tout le soutien, L'amour, la volonté, que vous m'avez donné.*

*A mes chères sœurs : Khadija, Atra, Farida, Aicha, karima, Ouassila, Nadjla et Naima.*

*A mes chers frères: Ismail et Nour Eddine.*

*A tous mes amies surtout Ines et Mayssa.*

*A tous les membres de ma famille en particulier mes diamants SIWAR et chahinaze.*

*A tous mes enseignants*

*Je dédie très chaleureusement ce mémoire à mon amie du Binôme d'étude Triki Bouthaina.*

*Je dédie Monsieur Faysal qui m'encourager, merci pour votre aide*

*Et pour toute la promotion de master2 chimie des produits naturels*

Sara



## ملخص

الفحم المنشط من أقدم الممتزات المصنعة صناعيا من عدد كبير من المواد الكربونية ذات أصل عضوي أو معدني. يجذب تحضير الفحم المنشط بخصائصه اهتمام الباحثين. خلال هذا العمل، لدينا جانبان من ناحية تحضير فحم انطلاقا من حبوب القهوة الخضراء ، و من ناحية أخرى دراسة مقارنة لكفاءة امتصاص الفحم من هذه المادة و الفحم التجاري. في المختبر خضعت حبوب القهوة الخضراء أرابيكا لتفعيل كيميائي، بإستخدام مادة مساعدة حمض الفوسفوريك  $H_3PO_4$  ، وهو الحمض الأكثر إستخداما لتنشيط الفحم. تم إجراء دراسة مقارنة لكفاءة الإمتصاص لنوعين من الفحم ( كربون محضر و كربون تجاري ) لإزالة حمض الاستيك الموجود في الماء . للوصول إلى نتائجنا، قمنا بدراسة بعض الخصائص مثل : درجة الحموضة، الرطوبة، محتوى الرماد وعدد البيود .

**الكلمات المفتاحية :** الكربون المنشط، حبوب القهوة ، الكربنة، التنشيط الكيميائي، الإمتزاز.

# Résumé

Les charbons actifs sont les plus anciens adsorbants fabriqués industriellement à partir d'un grand nombre de matières carbonées d'origine organique ou minérale. La préparation des charbons activés possédant des propriétés spécifiques attirent de plus en plus l'attention des chercheurs. Au cours de ce travail, on a deux aspects, d'une part la préparation du charbon des grains du café vert Arabica, d'autre part, l'étude comparative de l'efficacité adsorbante du charbon issu de cette matière première et le charbon commercial. Au laboratoire, les grains du café vert Arabica ont subi une activation chimique, en utilisant un adjuvant l'acide phosphorique  $H_3PO_4$  qui est l'acide le plus utilisé pour l'activation des charbons. Une étude comparative de l'efficacité adsorbante de deux charbons (charbon préparé et le charbon commercial) pour l'élimination de l'acide acétique contenu dans l'eau a été effectuée. Pour arriver à nos résultats, nous avons étudié quelques caractéristiques comme: le pH, le taux d'humidité, le taux de cendre et l'indice d'iode.

**Mots clés :** Charbon actif, grains de café, carbonisation, activation chimique, adsorption.



# *Abstract*

Activated carbons are the oldest adsorbents industrially manufactured from a large number of carbonaceous materials of organic or mineral origin. The preparation of activated carbons with specific properties is attracting more and more attention from researchers. In the course of this work, there are two aspects, on the one hand the preparation of carbon from green Arabica coffee beans, and on the other hand the comparative study of the adsorption efficiency of charcoal from this raw material and commercial carbon. In the laboratory, Arabica green coffee beans were chemically activated, using a phosphoric acid adjuvant  $H_3PO_4$  which is the most commonly used acid for carbon activation. A comparative study of the adsorption efficiency of two carbons (prepared carbon and commercial carbon) for the removal of acetic acid from water was conducted. To arrive at our results, we studied some characteristics such as: pH, moisture content, ash content and iodine value.

**Key words:** Activated carbon, coffee beans, carbonisation, chemical activation, adsorption.

# Table des matières

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale ..... 1

Références bibliographiques ..... 3

## Etude bibliographique

### Chapiter I: Charbon actif

I-1- Introduction .....4

I-2- Charbon actif .....4

I-2-1- Généralité ..... 4

I-2-2- Définition ..... 5

I-2-3- Composition élémentaire d'un charbon actif ..... 5

I-2-4- Sources du charbon actif ..... 6

I-3- Différentes types du charbon actif .....6

I-3-1- Charbon actif en poudre (CAP) .....6

I-3-1-1- Utilisation du CAP .....6

I-3-1-2- Avantages du CAP .....7

I-3-2- Charbon actif en grain (CAG) .....7

<b>I-3-2-1- Utilisation du CAG .....</b>	<b>7</b>
<b>I-3-2-2- Avantages du charbon actif granulé .....</b>	<b>8</b>
<b>I-3-3- Charbon actif extrudé .....</b>	<b>8</b>
<b>I-4- Origine du charbon actif .....</b>	<b>8</b>
<b>I-4-1- Origine végétale .....</b>	<b>8</b>
<b>I-4-2- Origine animale .....</b>	<b>9</b>
<b>I-4-3- Origine minérale .....</b>	<b>9</b>
<b>I-5- Caractéristiques du charbon actif .....</b>	<b>9</b>
<b>I-5-1- Le volume poreux et la taille des pores .....</b>	<b>9</b>
<b>I-5-2- Surface spécifique .....</b>	<b>10</b>
<b>I-5-3- Granulométrie .....</b>	<b>10</b>
<b>I-5-4- Humidité et teneur de cendre .....</b>	<b>10</b>
<b>I-6- Structure du charbon actif .....</b>	<b>11</b>
<b>I-7- Fabrication du charbon actif .....</b>	<b>12</b>
<b>I-7-1- L'activation .....</b>	<b>12</b>
<b>I-7-2- La carbonisation .....</b>	<b>12</b>
<b>I-8- Chimie de surface d'un charbon actif .....</b>	<b>13</b>
<b>I-9- Applications du charbon actif .....</b>	<b>14</b>
<b>I-10- La régénération du charbon actif .....</b>	<b>14</b>
<b>I-11- Conclusion .....</b>	<b>14</b>

Références bibliographiques .....	16
-----------------------------------	----

## **Chapiter II: Grains du café vert**

<b>II-1-</b> Introduction .....	<b>20</b>
<b>II-2-</b> Histoire du café .....	<b>20</b>
<b>II-3-</b> Définition .....	<b>20</b>
<b>II-4-</b> Classification botanique .....	<b>21</b>
<b>II-5-</b> Composition du café vert .....	<b>22</b>
<b>II-5-1-</b> Eau .....	<b>23</b>
<b>II-5-2-</b> la caféine .....	<b>23</b>
<b>II-5-3-</b> Les acides .....	<b>23</b>
<b>II-5-4-</b> Les fibres .....	<b>23</b>
<b>II-5-5-</b> Les glucides .....	<b>23</b>
<b>II-5-6-</b> Les minéraux .....	<b>24</b>
<b>II-5-7-</b> Les lipides .....	<b>24</b>
<b>II-5-8-</b> Les vitamines .....	<b>24</b>
<b>II-6-</b> La torréfaction des grains de café vert .....	<b>24</b>
<b>II-7-</b> Importance économique du café .....	<b>26</b>
<b>II-8-</b> Types du café vert .....	<b>26</b>
<b>II-8-1-</b> Coffea Arabica .....	<b>27</b>
<b>II-8-1-1-</b> Définition .....	<b>27</b>

<b>II-8-1-2-</b> Différentes variétés du café arabica .....	<b>28</b>
<b>II-8-1-3-</b> Les étapes de torréfaction des grains dufé Arabica .....	<b>28</b>
<b>II-9-</b> Préparation des charbons actifs à partir de biomasse par activation chimique .....	<b>29</b>
<b>II-10-</b> Conclusion .....	<b>29</b>
Références bibliographiques .....	<b>30</b>

## **Chapiter III: L'adsorption**

<b>III-1-</b> Introduction .....	<b>34</b>
<b>III-2-</b> Généralité .....	<b>34</b>
<b>III-3-</b> Définition .....	<b>34</b>
<b>III-4-</b> Types d'adsorption .....	<b>35</b>
<b>III-4-1-</b> Adsorption physique .....	<b>35</b>
<b>III-4-1-1-</b> Caractérisation de l'adsorption physique .....	<b>35</b>
<b>III-4-2-</b> Adsorption chimique .....	<b>36</b>
<b>III-4-2-1-</b> Caractérisation de l'adsorption chimique .....	<b>36</b>
<b>III-5-</b> Comparaison entre les deux types d'adsorption .....	<b>37</b>
<b>III-6-</b> Cinétique d'adsorption .....	<b>37</b>
<b>III-7-</b> Le mécanisme d'adsorption .....	<b>38</b>
<b>III-8-</b> La capacité d'adsorption .....	<b>39</b>
<b>III-8-1-</b> Adsorption à faible capacité .....	<b>39</b>

III-8-2_ Adsorption à haute capacité .....	39
III-9- Surface spécifique .....	40
III-10- Différents types d'adsorbants .....	40
III-10-1- Charbon actif .....	40
III-10-2- Les zéolites .....	41
III-10-3- Les gels de silice .....	41
III-10-4- Les alumines activées .....	42
III-10-5- Les argiles .....	42
III-11- Facteurs influençant le phénomène d'adsorption .....	42
III-12- Application de l'adsorption .....	42
III-13- Conclusion .....	43
Références bibliographiques .....	44

## **Chapiter IV: Partie expérimentale**

IV-1- Introduction .....	49
IV-2- Objectif de cette étude .....	49
IV-3- Réactifs .....	49
IV-3-1- Adsorbants .....	49
IV-3-2- Adsorbat .....	50
IV-4- Matériels .....	50

<b>IV-5- Préparation du charbon à base de grain du café vert .....</b>	<b>51</b>
<b>IV-5-1- Charbon brute CBr .....</b>	<b>51</b>
<b>IV-5-2- Carbonisation .....</b>	<b>52</b>
<b>IV-5-2-1- Charbon carbonisé CCC .....</b>	<b>52</b>
<b>IV-5-3- Activation par l'H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> .....</b>	<b>53</b>
<b>IV-5-3-1- Charbon activé et le protocole d'activation .....</b>	<b>54</b>
<b>IV-6- Traitement du charbon en grain (Merck) .....</b>	<b>57</b>
<b>IV-7- Caractérisations des charbons .....</b>	<b>57</b>
<b>IV-7-1- Détermination des caractères acido-basique .....</b>	<b>58</b>
<b>IV-7-2- Taux d'humidité H% .....</b>	<b>58</b>
<b>IV-7-2-1- Définition du H% .....</b>	<b>58</b>
<b>IV-7-2-2- Principe de détermination du H% .....</b>	<b>59</b>
<b>IV-7-3- Détermination de la matière sèche .....</b>	<b>60</b>
<b>IV-7-4- Taux de cendre Cd% .....</b>	<b>60</b>
<b>IV-7-4-1- Définition du Cd% .....</b>	<b>60</b>
<b>IV-7-4-2- Principe de détermination du Cd% .....</b>	<b>60</b>
<b>IV-7-5- Indice d'iode Id .....</b>	<b>62</b>
<b>IV-7-5-1- Définition du l'Id .....</b>	<b>62</b>
<b>IV-7-5-2- Principe de détermination de l'Id .....</b>	<b>62</b>
<b>IV-8- Adsorption d'un polluant acide sur le charbon commercial et le charbon du café Arabica .....</b>	<b>63</b>

IV-8-1- Protocole d'adsorption .....	63
IV-8-2- Cinétique d'adsorption .....	63
IV-9- Rendement d'adsorption .....	64
Références bibliographiques .....	65

## **Chapiter V: Résultats et discussions**

V-1- Carbonisation .....	68
V-1-1- Les étapes de la carbonisation .....	68
V-2- Activation chimique par H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> .....	68
V-3- Caractérisation physico-chimique des charbons .....	69
V-3-1- Détermination des caractères acido-basiques des charbons .....	69
V-3-2- Taus d'humidité .....	70
V-3-3- Taux de matière sèche .....	70
V-3-4- Taux de cendre .....	71
V-3-5- Indice d'iode .....	72
V-4- Adsorption du polluant acide acétique par les charbons d'Arabica active et charbon Merck .....	73
V-5- Cinétique d'adsorption des polluants acides sur les différents charbons.....	74
V-6- Discussion des résultats de la cinétique d'adsorption .....	75
V-7- Rendement d'adsorption .....	76
Conclusion générale .....	79



# Liste d'abréviations

**CA:** Charbon actif.

**CAP:** Charbon actif en poudre.

**CAG:** Charbon actif en grain.

**CAE:** Charbon actif extrudé.

**IUPAC:** International Union of Pure and Applied Chemistry.

**Å:** Ångström.

**C.Ara:** Café Arabica.

**CM:** Charbon de Merck.

**CCC:** Charbon du café carbonisé.

**CCA:** Charbon du café activé.

**CBr:** Café brute.

**H%:** Taux d'humidité.

**MS%:** Matière sèche.

**Cd%:** Taux de cendre.

**Id%:** Indice d'iode.

**BET:**

# Liste des figures

<b>Figure I.1:</b> Charbon actif .....	<b>5</b>
<b>Figure I.2:</b> Charbon actif en poudre.....	<b>6</b>
<b>Figure I.3:</b> Charbon actif granulé .....	<b>7</b>
<b>Figure I.4:</b> Charbon actif extrudé .....	<b>8</b>
<b>Figure I.5:</b> Structure des pores d'un charbon actif .....	<b>10</b>
<b>Figure I.6:</b> Structure cristalline: (a) graphite; (b) charbon actif .....	<b>11</b>
<b>Figure I.7:</b> Représentation schématique des microstructures du charbon actif .....	<b>11</b>
<b>Figure I.8:</b> Un schéma détaillant le phénomène de carbonisation .....	<b>13</b>
.....	
<b>Figure II.1:</b> Plantation du café .....	<b>21</b>
<b>Figure II.2:</b> Coupe de la cerise du café .....	<b>21</b>
<b>Figure II.3:</b> Le caféier .....	<b>22</b>
<b>Figure II.4:</b> Evolution de la couleur du grain de café au cours de la torréfaction .....	<b>26</b>
<b>Figure II.5:</b> Photos des graines des deux principales variétés du café, Arabica et Robusta .....	<b>27</b>
.....	
<b>Figure II.6:</b> Photographie du café vert Arabica .....	<b>27</b>

<b>Figure II.7: (a) Un exemple de caféier (Coffea Arabica), (b) les fruits de caféier (Coffea Arabica) .....</b>	<b>28</b>
.....	
<b>Figure III.1: Phénomène d'adsorption .....</b>	<b>35</b>
<b>Figure III.2: Schéma de l'adsorption physique .....</b>	<b>36</b>
<b>Figure III.3: Les étapes de la capacité d'adsorption .....</b>	<b>38</b>
<b>Figure III.4: Schéma du mécanisme de transport d'un adsorbat au sein d'un grain .....</b>	<b>39</b>
<b>Figure III.5: Schéma d'adsorption sur une particule de charbon actif .....</b>	<b>41</b>
.....	
<b>Figure IV.1: Grains du café vert .....</b>	<b>51</b>
<b>Figure IV.2: (A) Grains du café Arabica après séchage 24 h à 110 °C; (B) Grains du café broyés et tamisés .....</b>	<b>52</b>
<b>Figure IV.3: (A) Broyat de grain après la carbonisation, (B) le charbon carbonisé .....</b>	<b>53</b>
<b>Figure IV.4: Les différentes étapes de l'activation chimique par l'acide phosphorique .....</b>	<b>54</b>
<b>Figure IV.5: Protocole de préparation du charbon actif .....</b>	<b>56</b>
<b>Figure IV.6: Les différents échantillons utilisés .....</b>	<b>57</b>
<b>Figure IV.7: Détermination de taux d'humidité H% .....</b>	<b>59</b>
<b>Figure IV.8: Détermination de taux de cendre .....</b>	<b>61</b>
<b>Figure IV.9: Détermination de l'indice d'iode par titrage avec la solution de thiosulfate de sodium .....</b>	<b>62</b>

# Liste des tableaux

<i>N° de tableau</i>	<i>Designation</i>	<i>Page</i>
Tableau I.1	Les composants élémentaires d'un charbon actif.	
Tableau II.1	Classification botanique du café Arabica.	
Tableau II.2	Principales caractéristiques des deux espèces du café Arabica et Robusta.	
Tableau III.1	Comparaison entre l'adsorption physique et chimique.	
Tableau III.2	Caractéristique des principaux adsorbants industriels.	
Tableau IV.1	Les caractères de l'acide acétique.	
Tableau IV.2	Les produits chimiques utilisés.	
Tableau IV.3	Matériels utilisés.	
Tableau IV.4	Propriétés de l'acide phosphorique.	
Tableau V.1	Les valeurs du pH de chaque échantillon.	
Tableau V.2	Les valeurs de taux d'humidité des différents échantillons.	
Tableau V.3	Taux de matière sèche des différents charbons préparés et du charbon Merck.	
Tableau V.4	les valeurs du Taux de cendre des différents échantillons.	
Tableau V.5	les valeurs de l'indice d'iode des différents échantillons.	
Tableau V.6	Valeurs du pH en fonction du temps des charbons CM et CCA à 21,3 °C.	
Tableau V.7	Valeurs de la concentration en fonction du temps des charbons CM et CCA à 21,3 °C.	
Tableau V.8	Pourcentage d'adsorption du polluant par les charbons.	

*Introduction*

*Générale*

### *Introduction générale*

Ces dernières années les recherches sont axées sur l'utilisation des charbons biodégradable, fabriqué à partir des sources naturelles. Les charbons actifs synthétisés, à partir des grains de la biomasse ont été largement utilisés afin de préserver l'environnement.

Le café est produit dans le monde entier, les grains de café présentent plusieurs propriétés physiques et chimiques avec une teneur élevée en carbone, de ces propriétés découlent des possibilités de préparation du charbon de cette matière.

L'adsorption est l'un des deux traitements, avec la biodégradation, les plus répandus dans la dépollution des eaux, il est largement reconnu que l'adsorption de polluants sur charbon actif commercial est devenue une méthode analytique de choix, très efficace et simple dans son utilisation [1]. Le charbon actif est classiquement utilisé comme combustible, dernièrement il est employé pour son haut contenu en carbone et ses propriétés spécifiques [2]. Ce dernier est un carbone microporeux inerte qui a subi un traitement afin d'augmenter sa surface interne [3].

Les propriétés d'adsorption des charbons actifs sont liées à leurs porosités et à leurs surfaces spécifiques [4]. La caractérisation du charbon actif obtenu par activation chimique permet d'évaluer leurs capacités d'adsorption [5].

Les charbons actifs sont des adsorbants leurs procédés de fabrication se regroupent en deux catégories:

- L'activation physique consiste en une carbonisation suivie d'une oxydation à haute température.
- L'activation chimique met en jeu un agent chimique favorisant la déshydratation, puis une réorganisation structurale à des températures plus faibles.

L'objectif de notre étude:

1. Préparer un charbon actif à partir d'un produit agro-alimentaire qui est les grains du café vert de variété Arabica. Ces derniers ont été activés chimiquement en présence de l'acide phosphorique comme agent activant.
2. Caractériser ce charbon actif par détermination du pH, taux d'humidité et de cendre et l'indice d'iode aussi le rendement d'adsorption.

## *Introduction générale*

---

3. Réaliser une étude comparative basée sur l'adsorption d'un polluant acide sur le charbon activé et le charbon commercial.

Ce mémoire comprend deux parties qui sont:

La première partie va présenter une étude bibliographique qui est divisée en 3 chapitres, cette partie introductive va donc nous permettre d'exposer le cadre général de notre travail de recherche.

La deuxième partie sera une application pratique qui est divisé en 2 chapitres.

- ✓ Le premier chapitre contenant une recherche bibliographique détaillé sur le charbon actif, généralité, définition, leurs compositions les types .....etc.
- ✓ Le deuxième chapitre est consacré à la présentation de notre matière première qui est les grains du café vert de type Arabica.
- ✓ Le troisième chapitre contenant les principes de base concernant l'adsorption.
- ✓ Le quatrième chapitre constitue la partie expérimentale, dans laquelle on a étudié: la préparation du charbon actif, les caractérisations physico-chimiques ainsi que l'étude comparative de l'efficacité adsorbante de deux charbons (charbon préparé et le charbon commercial) pour l'élimination de l'acide acétique contenu dans l'eau.
- ✓ Le cinquième chapitre présente tous les résultats expérimentaux obtenus ainsi que leurs discussions,

Enfin, conclusion générale.

## *Références*

[1] A. Reffas, Étude de l'adsorption de colorants organiques (Rouge nylosan et bleu de méthylène) sur des charbons actifs préparés à partir du marc de café, thèse de Doctorat, Univ Mentouri de Constatine **2010**.

[2] G. Mechri, Préparation et caractérisation des charbons actifs à partir d'un bitume pétrolière. Activation par les hydroxydes, mémoire de Magister, Univ de L'Arbi Ben M'hidi **2011**.

[3] 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**.

[4] M. A. Slasli, Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux: Approches théorique et expérimentale, thèse de Doctorat, Univ de Neuchatel **2002**.

[5] K. Boutadara, L. Ben Ali, Valorisation des déchets ligno-cellulosiques, issus du palmier dattier, en charbon actif, mémoire de Master, Univ d'Adrar **2017**.



*Etude*  
*bibliographique*

# *Chapitre I*

## *Charbon actif*



**I-1-Introduction**

Le charbon actif (CA) historiquement parlant est le premier adsorbant utilisé. De par ses propriétés médicinales, il était déjà employé en Egypte antique [1]. Il est utilisé dans l'industrie pour les applications environnementales. Les CA sont des carbones de structure hautement microporeuse avec à la fois une surface interne et porosité élevées, et commercialement les adsorbants les plus couramment utilisés pour l'élimination des matières organiques et inorganiques polluants provenant des cours d'air et d'eau [2].

Le charbon actif peut être obtenu à partir d'un grand nombre de matériaux contenant du carbone organique d'origine animale, végétal ou minéral [1].

**I-2- Charbon actif****I-2-1- Généralités**

De nos jours, les innovations dans la fabrication et l'utilisation du CA sont conduites par la nécessité de réutiliser des ressources naturelles et d'empêcher la pollution environnementale. Ainsi, de nombreux progrès ont été obtenus sur l'optimisation de ces matériaux carbonés, aussi bien au niveau de leur fabrication (origine, contrôle de la taille des pores et mise en forme) que de leur régénération [3].

C'est un composé obtenu par calcination de bois, noix de coco, charbon, lignite, tourbe, et en général tout composé organique. Il est souvent caractérisé par une surface quasi non polaire, qui lui permet d'adsorber préférentiellement les composés organiques ou non polaires par rapport aux composés polaires tels que l'eau [4].

Le CA est constitué des atomes de carbone organisés en feuillets. Ces feuillets sont plus ou moins organisés sous forme d'empilements de quelques dizaines (ou moins) de feuillets en une structure de type papier froissé, traversée de pores allant de quelques Angströms à quelques dizaines de nanomètre [5].

### I-2-2-Définition

L'expression «**charbon actif**» désigne tout matériau carboné d'origine animale ou végétale ayant subi des traitements spéciaux (carbonisation, activation) dans le but de lui faire acquérir la propriété d'adsorber des gaz, des vapeurs, des liquides ou des solutés [6].

Brièvement un charbon activé est un matériel solide résistant aux hautes températures avec une capacité d'adsorption qui est définie par le volume poreux et les groupes fonctionnels, principalement oxygénés, qui se trouvent à la surface [7].



Figure I.1: Charbon actif [8].

### I-2-3-Composition élémentaire d'un charbon actif

Tableau I.1: Les composants élémentaires d'un charbon actif [9].

<i>Composants</i>	<i>Pourcentages(%)</i>
Carbone (C)	88
Hydrogène (H)	0,5
Azote (N)	0,5
Soufre (S)	1
Oxygène (O)	6 à 7
Matières minérale	3 à 4

Grâce à sa surface spécifique, le CA peut adsorber des molécules organiques se trouvant dans les substances liquides et les gaz. Il existe plusieurs centaines de qualités de CA, suivant le précurseur et les conditions de traitement [9].

**I-2-4-Sources du charbon actif**

Le charbon actif obtenu à partir de biomasses ou de sous-produits agricoles qui coûtent moins cher que les charbons actifs issus de matières fossiles, peut être fabriqué à partir de beaucoup des substances ayant une grande teneur en carbone comme les coques des grains, les déchets de maïs et les coques de noix.

Parmi les matières de base (précurseurs) utilisées aujourd'hui pour fabriquer le CA, figurent la sciure de bois, la tourbe, le lignite, la houille, la cellulose, les boues et le marc de café. Le CA préparé à partir des déchets végétaux est aussi très intéressant du point de vue économique, comme l'ont montré différentes études.

Les matériaux les plus effectifs et commercialement viables sont les coques de noix, les noyaux de fruits, les coques d'amande, les noyaux d'olives, les noyaux de pêches et la coque de pécan. Le CA peut être préparé à partir d'une diversité de matrices carbonées [6].

**I-3- Différents types du charbon actif:**

Il existe différents types du CA, selon le matériau source et selon leur forme physique.

**I-3-1- Charbon actif en poudre (CAP)**

Le CAP prend la forme de grains de taille comprise entre 10 et 50  $\mu\text{m}$  [10].



**Figure I.2:** Charbon actif en poudre [11].

**I-3-1-1-Utilisation du CAP**

- Il est généralement utilisé en combinaison avec un traitement clarificateur.
- Le CAP est ajouté continuellement avec l'eau à traiter avec des agents flocculants.
- Il est recommandé d'utiliser des clarificateurs pour augmenter le temps de contact entre le charbon et l'eau [8].

**I-3-1-2-Avantages du CAP**

- Le CAP est 2 à 3 fois moins cher que le charbon en granulé [8].
- Des quantités supplémentaires peuvent être rajoutées en cas de pointes de pollution accidentelles ou temporaires.
- L'adsorption est rapide dans la mesure où une grande partie de la surface de contact est directement disponible [12].

**I-3-2-Charbon actif en grain (CAG)**

Le charbon actif en grain ou en granulé (CAG) est forme de particules de 0,5 à 10 mm. Les caractéristiques physiques des granulés de charbon actif varient considérablement selon les produits [11].



**Figure I.3:** Charbon actif granulé [12].

**I-3-2-1-Utilisation du CAG**

Le charbon actif granulé est utilisé dans des différents types ainsi que:

- Dans le système de traitement des eaux pour la réduction des oxydants chlorés résiduels et une très faible élimination de certains sous-produits de désinfection tels que les bromates et les chlorates.
- Enlever la turbidité et pour dissoudre des composés organiques, l'odeur, les taches et les colorants.
- Elimination des micropolluants organiques et de la matière organique sous forme de carbone dissous [12].

### **I-3-2-2-Avantages du CAG**

- Le CAG a une capacité d'adsorber une partie de presque toutes les vapeurs.
- Il a une grande capacité d'adsorption pour les substances organiques en particulier les solvants.
- Il retient un grand nombre des substances chimiques en même temps.
- Il fonctionne bien dans un domaine large de température et d'humidité [12].

### **I-3-3- Charbon actif extrudé (CAE)**

Il existe un troisième type de CA appelé charbon actif extrudé. Il prend la forme de cylindre et sa taille est comprise entre 0.8 et 5 mm. Le CAE est principalement utilisé pour des applications en phase gazeuse à cause de sa faible perte de charge, de sa grande résistance mécanique et de sa faible teneur en poussières [13].



**Figure I.4:** Charbon actif extrudé [14].

## **I-4-Origine du charbon actif**

### **I-4-1-Origine végétale**

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

-Déchets agricoles non utilisables exemple: Noyaux de fruit, coque de noix de coco, Bagasse de canne à sucre .

-Paille et enveloppes de céréales exemple: blé et riz.

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

#### **I-4-2-Origine animale**

Les charbons activés sont essentiellement obtenus à partir d'ossements d'animaux, mais aussi à partir de leur sang voire de leur chair [11].

#### **I-4-3-Origine minérale**

Les charbons actives sont obtenus en grandes majorité à partir de matériaux combustibles comme le charbon minéral (houille, les résidus de pétrole, coke) ou la tourbe [15].

### **I-5-Caractéristiques du charbon actif**

Un CA est un matériau poreux, c'est-à-dire qu'il possède des cavités ou des canaux, appelés pores, dont les parois sont responsables d'une augmentation de l'aire spécifique. plusieurs paramètres permettent de caractériser un charbon actif.

#### **I-5-1- 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 ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) [16].

Selon la classification IUPAC, les tailles de pores sont réparties en 3 groupes:

**A-) Les macropores:** ils possèdent un rayon moyen compris entre 500 et 1000 Å et peut atteindre jusqu'à 20000 Å. L'ordre de grandeur de leurs aires massiques ( $0,5$  à  $2 \text{ m}^2/\text{g}$ ) montre qu'ils influencent faiblement la capacité d'adsorption [17].

**B-) Les micropores:** constituent la plus grande part de la surface intérieure et, de ce fait, la plupart de l'adsorption y est aise. On considère qu'au moins 90% de la surface active d'un charbon est microporeuse [11].

**C-) Les mésopores:** qui découlent des macropores, agissent comme intermédiaire entre ceux-ci et les pores de petite taille [11].



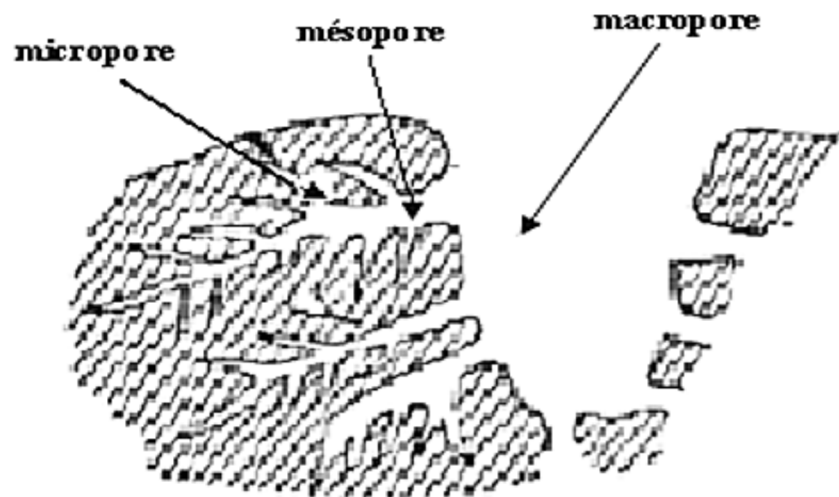


Figure I.5: Structure des pores de charbon actif [12].

### I-5-2- Surface spécifique

La surface spécifique au l'air 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 [18]. L'estimation de la surface est conventionnellement fondée sur les mesures de la capacité d'adsorption de l'arsorbant en question correspondant à un adsorbat donné [19].

### I-5-3- Granulométrie

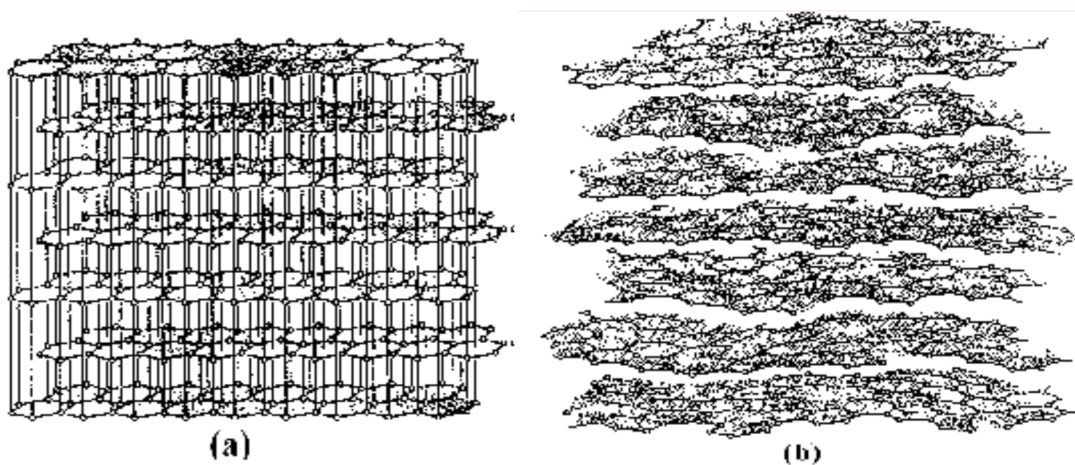
Elle conditonne la vitesse d'adsorption, plus le grain est petit, plus le transfère vers le centre est rapide [20].

### I-5-4- Humidité et teneur en cendres

Ces deux paramètres sont également important lorsqu'il s'agit de sélectionner un CA. A la livraison, l'humidité doit être inférieur à 5% tandis que la teneur en cendres ne doit pas dépasser 10% [20].

### I-6-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 (**Figure I.6**). 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. Ces modifications de structure pourront engendrer des interactions spécifiques (groupements fonctionnels) et des interactions non spécifiques (hétérogénéité du réseau) pour cet adsorbant [17].



**Figure I.6:** Structure cristalline: (a) graphite; (b) charbon actif [17].



**Figure I.7:** Représentation schématique des microstructures du charbon actif [21].

## **I-7-Fabrication du charbon actif**

Le charbon est un matériau peu coûteux, il peut être fabriqué à partir de tout matériau contenant un fort pourcentage de carbone et un faible pourcentage en matière inorganique. Il est obtenu par pyrolyse de différents composés organiques.

Les matières premières sont transformées en charbon actif au moyen de deux étapes: la carbonisation et l'activation [13].

### **I-7-1-L'activation**

L'activation obtenue par une oxydation ménagée à une température de 400°C environ. Elle peut être également obtenue avec le gaz carbonique (CO<sub>2</sub>) et la vapeur d'eau (H<sub>2</sub>O) à des températures élevées. Le produit final possédera un ensemble de paramètres, au niveau de sa texture (surface spécifique et porosité) et également au niveau des groupements fonctionnels types de fonctions organiques présents à la surface, essentiels dans le processus d'adsorption [17].

### **I-7-2-La carbonisation**

La carbonisation est la décomposition thermique des matières carbonées: les espèces autres que le carbone sont éliminées. Lors de la carbonisation, la teneur en carbone du précurseur croît, l'oxygène et l'hydrogène étant éliminés sous l'effet de la chaleur. La carbonisation entraîne également une évolution de la structure du précurseur vers l'état cristallin du graphite, selon les conditions de traitement du matériau [22].

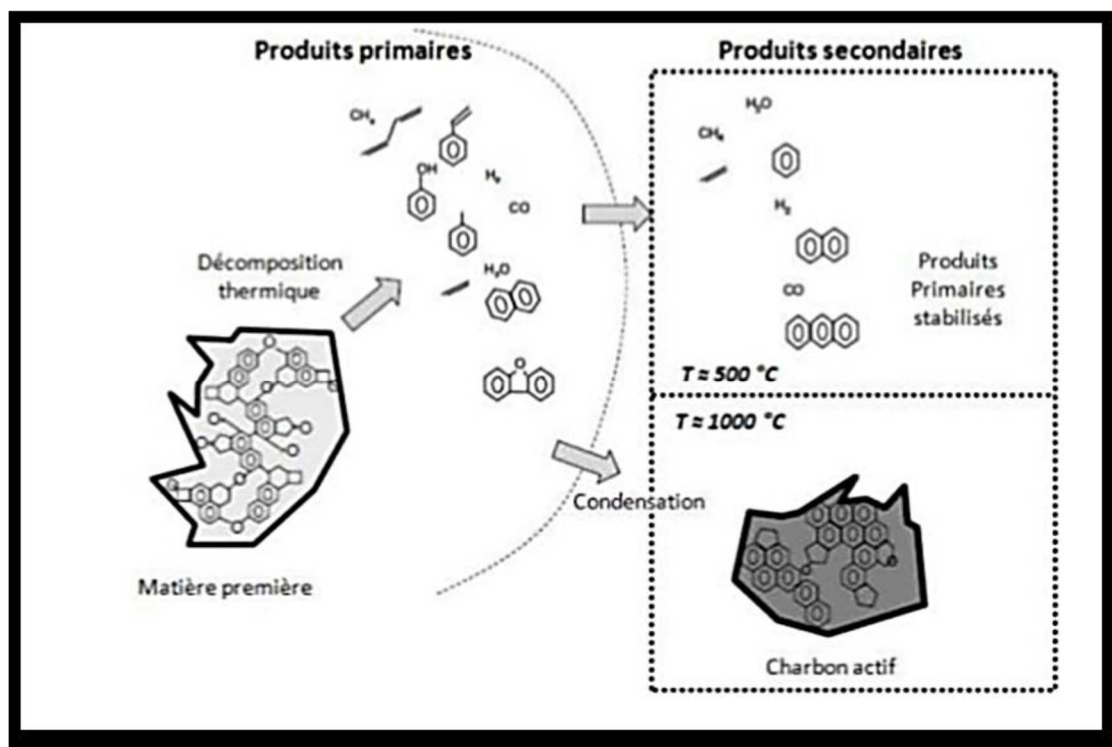


Figure I.8: Un schéma détaillant le phénomène de carbonisation [23].

### I-8-Chimie de surface d'un charbon actif

La surface d'un charbon peut être soit hydrophobe (la surface propre), soit hydrophile quand la quantité de groupes de surface oxygénés augmente (surface modifiée), ceci dépend du mode de préparation. Le matériau pourra ainsi présenter un caractère acido-basique. En effet, les CA peuvent avoir des quantités considérables d'oxygène (O) et d'hydrogène (H), et également des atomes de chlore (Cl), de soufre (S) et d'azote (N), mais en quantités plus petites. Ces éléments sont normalement présents dans le matériau précurseur et deviennent partie intégrante de la structure chimique des charbons pendant les processus de carbonisation.

La chimie de surface va donc jouer un rôle fondamental dans la sélectivité du CA dans les processus d'adsorption. Il est donc nécessaire de caractériser les propriétés de surface des charbons.

Les premiers travaux portant sur l'identification et la quantification des fonctions de surface ont été réalisés par les groupes de Boehm et de Donnet dans les années 60 [22].

**I-9-Applications du charbon actif**

Leurs applications actuelles sont de plus en plus nombreuses et variées. Elles font appel au caractère adsorbant des charbons actifs, soit directement dans la séparation ou l'élimination d'espèces chimiques, Soit indirectement lorsqu'ils sont employés comme catalyseurs (catalyse hétérogène pour laquelle il est établi que l'adsorption de réactifs à la surface du catalyseur joue un rôle fondamental).

Mise à part la catalyse, on peut citer parmi les applications les plus courantes:

- Traitement des eaux résiduaires des industries organiques (Déphénolage par exemple).
- Production d'eau de haute pureté pour certains industries.
- Elimination du goût et des odeurs des eaux d'alimentation urbaine.
- Filtres pour cigarettes et masques à gaz.
- Récupération des solvants volatils (en teinturerie par exemple).
- Séparation du butane et du propane dans les gaz naturels.
- Purification des produits pharmaceutiques, chimiques et des gaz [24].

**I-10-La régénération du charbon actif**

Le charbon actif est un produit relativement couteux. Une fois tous les sites d'adsorptions saturés, le CA est dit saturé ou sursaturé, c'est pourquoi il est très souvent régénéré. La régénération appelée aussi réactivation consiste à désorber les molécules captées par le charbon actif. Le CA saturé est considéré comme un déchet dangereux et doit être traité par des services spécialisés en interne ou en faisant appel à des entreprises compétentes [9].

**I-11- Conclusion**

Dans ce chapitre, on a parlé du charbon, de ses compositions, de ses méthodes de fabrication, ces applications et sa régénération.

Les charbons actifs ont un pouvoir adsorbant très élevé et ont une place privilégiée dans la purification de l'eau, traitement des gaz.....ect [25]. Ils sont les plus anciens adsorbants fabriqués industriellement à partir d'un grand nombre de matières carbonées [26].

Le type de charbon actif commerciale étudié est une substance efficace dans l'adsorption dans la lutte contre la pollution de l'eau [25].

## *Références*

[1] I.Azzi, Etude de l'adsorption de certains colorants par spectrophotométrie UV-visible et spectroscopie IR, mémoire de Master, Univ Abdelhamid Ibn Badis Mastaganem **2014**.

[2] R. Gottipati, Preparation and Characterization of Microporous Activated Carbon from Biomass and its Application in the Removal of Chromium(VI) from Aqueous Phase, Department of Chemical Engineering National Institute of Technology Rourkela, Odisha **2012**

[3] N. Kania, Utilisations des charbons actifs dans des procédés d'adsorption de Composés Organiques Volatils et des procédés de catalyse dans l'eau, thèse de Doctorat, Univ d'Artois **2010**.

[4] I. Kraizia, Elimination d'un colorant anionique par adsorption, mémoire de Master, Univ Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem **2014**.

[5] H. Guedidi, Préparation et modification de carbons actives pour l'adsorption de polluants organiques émergents: molécules pharmaceutiques et liquides ioniques, thèse pour obtenir le grade de docteur de l'université de Grenoble préparée dans le cadre d'une cotutelle entre l'université de Grenoble et l'Université de Tunis El Manar, Univ Grenoble **2015**.

[6] L. Laidi, Etude de la régénération d'un charbon actif par la spectroscopie Infra-Rouge à transformée de Fourier (FITR), mémoire de Master, Univ Abdelhamid ben Badis de Mostaganem **2017**.

[7] E. Fernandez Ibañez, Etude de la carbonisation et l'activation de précurseurs végétaux durs et mous, thèse de Doctorat, Univ de Neuchatel **2002**.

[8] N. Sedira, Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes, mémoire de Magister, Univ Mohamed Chérif Massaadia Souk-Ahras **2013**.

[9] G. Mecheri, Préparation et caractérisation des charbons actifs à partir d'un butime d'origine pétrolière. Activation par les hydroxydes, Univ Larbi Ben L'mhidi Om El Bouaghi **2011**.

[10] L. Jinyan, Etude comparative sur les charbons actifs, synthèse technique **2005**.

[11] K. Mokedemi, Etude spectroscopique d'un charbon actif par  $H_3PO_4$ , Activation, mémoire de Master, Univ Abdelhamid ben Badis de Mostaganem **2017**.

[12] M S. Abdelkarim, Synthèse d'un charbon actif à base de grignons d'abricot pour la dépollution des eaux usées **2010**.

[13] J. N'guessan, Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques, thèse de Doctorat, Univ Toulouse **2010**.

[14] N. Yahiaoui, Etude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium hydroxyapatite et charbon actif **2012**.

[15] S. S. Marou, Préparation et caractérisation de charbons fer romagnétiques appliqués à l'élimination de la sulfaméthazine par adsorption en milieu aqueux, mémoire de Master, Univ Mira Béjaia **2018**.

[16] J. Omlin, L. Chesaux, Evaluation des charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dan les eaux résiduaires urbaines, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne **2010**.



[17] N. Bouziane, Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie phytochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre, mémoire de Magister, Univ Mentouri de Constantine **2007**.

[18] Gregg, S.J, Sing, K.S, Adsorption, surface area porosity, Academic Press London **1982**.

[19] M. Slasli, Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux: Approches théorique et expérimentale, thèse de Doctorat, Univ de Neuchatel **2002**.

[20] F.Z. Benregga, Les matériaux composites échangeurs d'ions obtention et application industrielle, thèse de Doctorat, Univ Montouri de Constantine **2018**.

[21] M-L. Sekirifa, Etude des propriétés adsorbantes des charbons actives issus des noyaux de dattes. Application au traitement d'influent aqueux, thèse de Doctorat, Univ Badji Mokhtar Annaba **2013**.

[22] F. Benamraoui, Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture, mémoire de Magister, Univ Farhat Abbas Sétif **2014**.

[23] A. Habibi, Z. Hamidi, Elaboration de charbons actifs modifiés par des liquides ioniques, Etude des propriétés structurales, spectroscopiques et thermiques **2018**.

[24] J.-M- Winter, Les charbons actifs en hydrométallurgie étude bibliographique des applications et possibilités d'application, Ministère de l'Industrie et de la Recherche **1977**.

[25] A. Medekhel, Adsorption du bleu de méthylène par charbon actif, mémoire de Master, Echahid Hamma Lakhdar -El Oued **2018**.

[26] N. Chaouch, Utilisation des sous-produits du palmier dattier dans le traitement physico-chimique des eaux polluées, thèse de Doctorat, Univ de Batna **2014**.

*Chapitre II:*  
*Grains du café*  
*vert*



**II-1- Introduction**

Aujourd'hui le café est devenu une richesse économique majeure et présente la première denrée agricole échangée en volume, et la deuxième matière première commercialisée dans le monde après le pétrole. Sa production mondiale annuelle est en augmentation continue et elle dépasse 8,5 millions de tonnes par an [1].

Il est une boisson très populaire, connu dans les pays occidentaux seulement depuis environ 400 ans et se consomme aujourd'hui sous des formes très variées [2].

**II-2- Histoire du café**

Historiquement, le caféier est d'origine d'Yemen et de la province Ethiopienne de Kaffa d'où aurait germé le mot «café». Le café tire son nom du mot arabe "kahwah" dénomination d'une boisson fermentée réalisée à partir de feuilles de café, de miel et d'eau. Par la suite, cette plante a été introduite dans d'autres pays tels que l'Inde et l'Indonésie [3]. Du point de vue économique, dans les échanges mondiaux [4]. Il joue un grand rôle dans les échanges monétaires entre les pays développés et les pays en voie de développement [4].

Les principaux pays producteurs du café au niveau mondial pris globalement sont entre autres [5]: Le Brésil est le plus grand producteur au monde (35%) [2,4], la Colombie (19%), l'Afrique (13%), l'Asie, hors le Viêtnam (12%) [4]. Il est cultivé et exporté par plus de 70 pays dans les zones tropicales et subtropicales [6].

**II-3- Définition**

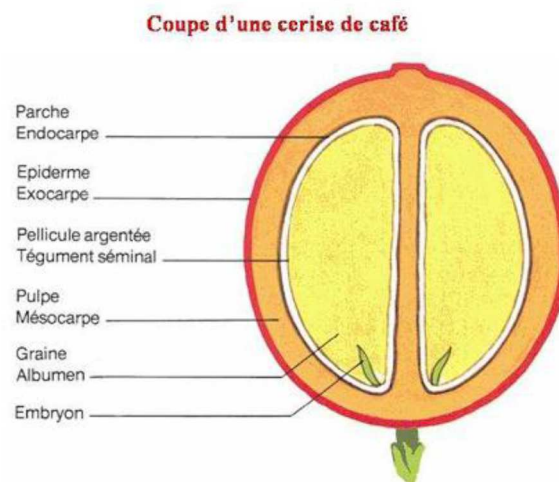
Le mot « café » désigne le grain et la cerise du caféier, qu'il s'agisse de café en perche, de café vert ou de café torréfié, et comprend le café moulu, le café décaféiné, le café liquide et le café soluble [7]. Comme tout le monde le sait le café est une boisson psycho-active obtenue à partir des grains du caféier [8].

Le café se classe parmi les boissons dites "stimulantes" au même titre que le thé. Il est de moins en moins considéré [5].



**Figure II.1:** Plantation de café [9].

Un schéma d'une coupe de la cerise de café est donné sur la (**figure II.2**).



**Figure II.2:** Coupe de la cerise du café [10].

#### **II-4- Classification botanique**

On connaît aujourd'hui environ 80 espèces différentes dans le genre *Coffea*. Seules deux espèces sont vraiment intéressantes pour la production de café. Il s'agit de *Coffea Arabica* (Linné) qui donne du café arabica et de *Coffea Canephora* (Pierre) qui donne du café Robusta [7].

**Tableau II.1:** Classification botanique du café Arabica (C. Ara) [7].

<b>Règne :</b> Plantae
<b>Division :</b> Angiospermae
<b>Classe :</b> Dicotyledonae
<b>Sous-classe :</b> Euasterids
<b>Ordre :</b> Gentianales
<b>Famille :</b> Rubiaceae
<b>Sous_famille :</b> Ixoroideae
<b>Genre :</b> Coffea L.
<b>Espèce :</b> Coffea Arabica

**Figure II.3:** Le caféier [4].

## II-5- Composition du café vert

Le café contient un certain nombre de bioactifs, de composition très variable [3], la plupart se forme durant le processus de torréfaction (Rôtissage) du grain [11]. Les principaux constituants du café vert sont [12] :



**II-5-1-Eau**

La proportion d'eau du café vert est très variable suivant les échantillons, il a évidemment un rôle déterminant sur la conservation et la torréfaction [12].

**II-5-2- la caféine**

La caféine est le constituant bioactif majeur du café, stimulant métabolique et utilisée en cosmétologie, celle-ci est rapidement et presque complètement (99%) absorbée par la voie gastro-intestinale et dirigée vers le flux sanguin. Le sommet de la concentration plasmatique est atteint entre 30 et 60 minutes après la consommation [3].

**II-5-3- Les acides**

L'acidité constitue l'une des caractéristiques les plus importantes du café [3]. Le pH moyen des grains de café vert est de l'ordre de 5,5. Plusieurs types d'acides contribuent à cette acidité: aliphatiques, chlorogéniques (composés majoritaires), alicycliques et phénoliques [13].

**II-5-4-Les fibres**

Ce sont des polysaccharides de poids moléculaire élevé. Elles jouent un rôle important dans la viscosité du café, la stabilité de la crème dans l'espresso [3].

Dans les grains de café, il y a trois types de polysaccharides prédominant:

- ✓ La cellulose.
- ✓ L'arabinogalactane de type 2: polymère de rabinose et de galactose.
- ✓ Le galactomannane.

Les glucides sont majoritaires dans le café vert. Les protéines, peptides et acides aminés contribuent également au goût et à l'odeur du café [3].

**II-5-5- Les glucides**

Les glucides représentent environ 48 à 60 % de la matière sèche du café vert. Le C.Ara est généralement un peu plus riche que le café Robusta. Les glucides sont constitués de

glucides solubles (monosaccharides, oligosacchrides et polysaccharides) et de glucides insolubles constitutifs des parois végétales (hémicellulose, helocellulose) [3].

### **II-5-6- Les minéraux**

Les principaux minéraux composant une tasse de café de 100 ml sont:

✓Du potassium (55mg).

✓Du magnésium (7mg).

✓Du calcium (7mg).

✓Du sodium (0,7mg).

✓De faibles quantités de fer (0,1mg).

✓De zinc (0,01mg) et de cuivre (0,001mg) [3,14].

### **II-5-7- Les lipides**

Le café contient de la matière grasse riche en substances insaponifiables, non éliminées par les procédés courants de raffinage [12].

Plusieurs constituants lipidiques sont présents: les triglycérides (très largement majoritaires), les acides gras libres, les esters de diterpènes, les diterpènes libres, les triterpènes, les stérols.... [13].

### **II-5-8- Les vitamines**

Le café vert contient plusieurs vitamines, à savoir les vitamines de type: B1 (thianine), B2 (riboflavine), B3 (acide nicotinique), B5 (acide pantothénique) et B12 (cyanocobalamine) et la vitamine C (acide ascorbique) [3,14].

## **II-6- La torréfaction des grains du café vert**

La torréfaction est une opération unitaire. Elle consiste à amener avec rigueur le grain de café vert au juste degré de grillage souhaité par la chaleur sèche et élevée, soulignant ainsi les qualités principales du café : arôme, goût et couleur.



Au cours de cette transformation du café, des réactions chimiques se développent et s'accompagnent d'importantes modifications morphologiques (forme, volume, couleur, perte de poids). Les réactions génèrent du dioxyde de carbone, dont une partie s'échappe tandis qu'une autre est retenue dans les cellules du grain [7].

C'est au cours de la torréfaction que le café subit des changements importants au niveau de sa structure, de sa composition chimique et développe toutes ses propriétés organoleptiques:

✓ **Physiquement**, le grain change de couleur, il passe du vert au marron. En moyenne, le grain double de volume, perd jusqu'à 20% en poids et sa densité peut diminuer jusqu'à 300 kg/m<sup>3</sup>. Les températures de torréfaction influencent aussi bien le volume que la taille des micropores du café grillé [15].

✓ **Chimiquement**, la torréfaction est le siège de réactions de brunissement non enzymatiques. Les réactions de dégradation d'origine thermique sont à l'origine de ce brunissement. Elle conduit essentiellement à la formation des hétérocycles et de composés volatils mais participe aussi à la formation de composés non volatils tels que les mélanoidines [15].

✓ **Traditionnellement**, la torréfaction dure entre 8 et 15 minutes avec une plage de température allant de 150 à 250°C et le processus de torréfaction se divise en trois phases:

- **une phase de séchage**: pendant cette première phase, la température de l'air du torréfacteur est absorbée par le grain. A la fin de cette phase, l'humidité du grain diminue considérablement passant de 12,5% à environ 5% et le grain est de couleur jaunâtre [15].

- **une phase de grillage** : pendant cette deuxième phase, les constituants du café subissent diverses réactions chimiques. La libération du gaz carbonique issu de la pyrolyse. Entraîne une augmentation du volume (entre 50-100%) des grains de café. A la fin de cette phase, le grain de café est de couleur marron clair [15].

- **une phase de refroidissement**: pendant cette troisième phase, la température du grain de café doit être refroidie rapidement par jet d'eau pour éviter la poursuite de la torréfaction et la carbonisation des grains. Après cette dernière étape, il est de couleur marron et renferme toute sa richesse aromatique [15].



**Figure II.4:** Evolution de la couleur du grain de café au cours de la torréfaction [9].

## II-7- Importance économique du café

La culture du café se converge dans toute la zone intertropicale humide du globe mais dispersée selon les exigences écologiques de chaque plante. Le C.Ara est essentiellement produit en Amérique (représente jusqu'à 70% de la production mondiale) tandis que le robusta se rencontre majoritairement en Afrique [16].

## II-8- Types du café vert

Il existe deux grandes variétés de caféier : le café Arabica et le café Canephora (plus connu sous le nom de Robusta) [1].

Les principales différences entre les deux espèces sont résumées dans le tableau II.2:

**Tableau II.2:** Principales caractéristiques des deux espèces du café Arabica et Robusta [1].

Paramètres	Variété Arabica	Variété Robusta
Date de description de l'espèce	1753	1895
Nombre de chromosomes (2n)	44	22
T°C moyenne annuelle optimale	15-24	24-30
Précipitations optimales	1500-2000 mm	2000-3000
Altitudes optimales	500-2000 m	0-700
Type de transformation post-récolte (le plus souvent utilisée)	Par voie humide	Par voie sèche
Arome	Doux, parfumé, fruité.	Intense, corsé
Acidité	Acide	Peu acide
Corps	Moyen	Puissant
Couleur	Claire	Foncé



Figure II.5: Photos des grains des deux principales variétés du café, Arabica et Robusta [10].

## II-8-1-Café Arabica

### II-8-1-1- Définition

Café Arabica, qui produit un café fin et aromatique, nécessite un climat plus frais que café Canephora (Robusta), qui donne une boisson riche en caféine. La culture du C.Ara plus délicate et moins productive est donc plutôt réservée à des terres de montagne [17].

Il est originaire de l’Ethiopie et longtemps cultivé en Arabie. Cette plante donne un café doux, acide, peu corcé, moins riche en caféine que le Robusta et d’une excellent qualité [18].



Figure II.6: Photographie du café vert Arabica [18].

### II-8-1-2-Différentes variétés du café Arabica

C. Ara, compte environ 70 à 75% de la production mondiale de café. Ce type de café compte environ 200 espèces. Parmi ces variétés nous citons :

✓Variété typica: originaire du Yemen et qui a été exportée dans le monde entier.

✓Variété bourbon: produit 25% de café de plus que variétés typica.

✓Variété maragotype : nommée d'après une ville du Brésil (Maragogique).

✓Variété amarello: le fruit de cette variété est jaune à maturité.

Le C. Ara est le premier café cultivé, à des altitudes oscillent entre 800 et 2000 mètres, à des températures variant entre 17 et 20°C [3].

(A)



(B)



**Figure II.7:** (a) Un exemple de caféier (*Coffea Arabica*), (b) les fruits de caféier (*Coffea Arabica*) [10].

### II-8-1-3- Les étapes de torréfaction des grains du café Arabica

Lors de la torréfaction, les grains du café changent de couleur, deviennent plus légers prennent du volume et acquièrent plus d'arômes, c'est cette expression à des températures élevées qui permet aux grains de développer leurs qualités aromatiques [18].

-À 100 °C les grains prennent une teinte dorée, c'est à partir de cet instant que les arômes commencent à se former.

-À plus de 150 – 180 °C les grains deviennent gros et prennent un couleur marron.

-Entre 200 – 230 °C, la torréfaction atteint son niveau optimal et le café prend son gout caractéristique [18].

## **II-9- Préparation des charbons de biomasse par activation chimique**

Les grains du café vert constituent une biomasse riche en carbone qui peut être transformé en charbon par activation chimique.

L'activation chimique est une activation en phase liquide: le matériau traité préalablement est imprégné dans l'agent activant. Les agents utilisés sont:  $\text{H}_3\text{PO}_4$  [19, 20],  $\text{ZnCl}_2$  [21], KOH,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  .... etc [22,23].

La carbonisation et l'activation proprement dite sont réunies en une seule étape. Elle ne nécessite qu'un seul traitement thermique à des températures comprises entre 400 et 800 °C, valeurs inférieures aux températures usuelles d'activation physique.

L'acide phosphorique, le chlorure de zinc et l'acide sulfurique [24], comptent parmi les agents d'activation chimique les plus utilisés.

## **II-10- Conclusion**

Dans ce chapitre, on a parlé des variétés de café, leurs compositions chimiques et la différence entre les deux types de café. Puis nous avons mentionné spécialement le café Arabica, et la méthode de préparation du charbon actif de ce café.



## *Références*

- [1] D. Benmeddour, Enquête sur la récupération spécifique et la valorisation du marc de café, mémoire de Master, Univ l'Arbi Ben M'heddi Oum El Bouaghi **2020**.
- [2] N. Pol, Le café: les effets bénéfiques et néfastes sur la santé, mémoire pour l'obtention le diplôme d'état de docteur en pharmacie, Univ de Lorraine **2013**.
- [3] I. Bouhenniche, A. Zergui, Contribution à la valorisation des déchets de cafés commercialisés dans la région d'Ain Defla, mémoire de Master, Univ Djilali Bounaâma de Khemis Miliana **2018**.
- [4] H. Bouden, A. Kadri, Contrôle de qualité du café et du safran, mémoire de Master, Univ Blida 1 **2019**.
- [5] Conférence des nations unies sur le commerce et le développement (Café), Un profil de produit de base par infocomm Fonds de la Cnuced pour l'information sur les marchés des produits de base agricoles.
- [6] G. Ca-Madeberi, Ya-Bititi, la structuration du monde paysan au Rwanda: cas des cooperatives et des stations de lavages de café maraba et de karaba, District de HUYE, Dissertation originale présentée en vue de l'obtention du grade de Docteur en sciences agronomiques et ingénierie biologique, Univ de Liège-Gembloux agro-bio Tech **2013**.
- [7] F. Chetioui, M. Louachai, Contribution à l'étude qualitative des cafés de consommation commercialisés dans la région d'El Oued, mémoire de Master, Univ Echahid Hamma Lakhdar D'El-oued **2020**.

[8] F. Z. Trad, Marqueurs du stress oxydatif chez les homes consommateurs de café, mémoire de Master, Univ Abou Bekr Belkaïd **2016**.

[9] A. L. Bonnin, Autour du café, thèse de Doctorat, Univ Angers **2016**.

[10] B. Benbabouche, Contribution à l'étude qualitative des cafés de consommation commercialisés dans la région de Tlemcen, mémoire de Master, Univ Abou Bekr Belkaïd-Tlemcen **2013**.

[11] S. Ouargui, Encapsulation du charbon actif préparé à partir des déchets de café: Etude et caractérisation, mémoire de Master, Univ Saad Dahlab Blida 1 **2016**.

[12] B. Christèle, Extraction concentration et caractérisation des composés polyphénoliques du café vert **2006**.

[13] I. Mouhammedi, Corrélation entre la consommation du café et les marqueurs oxydants chez les femmes, mémoire de Master, Univ Abou Bekr Belkaid Tlemcen **2016**.

[14] H. Azzizi, G. Elouedjedi Talet, Effets de la consommation du café sur le statutoxydant/antioxydant des étudiants de l'Université de Tlemcen, mémoire de Master, Univ de Abou Bekr Belkaid **2017**.

[15] S. Piccin, Rôle des constituants chimiques du café vert, du terroir et des traitements post-récolte sur la qualité aromatique du « Bourbon Pointu », thèse de Doctorat, Univ de la Réunion **2011**.



[16] Gisou Eliora Rakotomahefason, Optimisation du processus de la torrefaction du café (coffea Canephora de la variété du robusta) au niveau d'une Chaîne de fabrication de café torréfié moulu pour l'amélioration de la qualité Sensorielle de la boisson, mémoire de Master, Univ d'Antananarivo **2017**.

[17] N. Djemaoun, Contrôle de la qualité physico-chimique et analyse sensorielle d'un mélange de café (Robusta et Arabica), mémoire de Master, Univ Abou Bekr Belkaid Tlemcen **2017**.

[18] N. Boudjellal, A. Mellouk, Réalisation d'une préparation alimentaire à base de café et de graines de lupinus Albus, mémoire de Master, Univ de Djillali Bounama de Khemis- Miliana **2018**.

[19] S. Satonaka, T. Isobe, T. Kayama, Preparation of activated carbon with phosphoric acid from waste liquors, waste sludges and waste from deinking, Research of the college Experiments Forests **2002**.

[20] Y. Diao, W.P. Walawender, L. T. Fan, Activated carbons prepared from phosphoric acid activation of grain sorghum, Bioresource technologie 81 (1) **2002**.

[21] Y. Onal, Textural development of sugar beet bagasse activated with ZnCl, J. Hazard Mater 142 (1-2) **2007**.

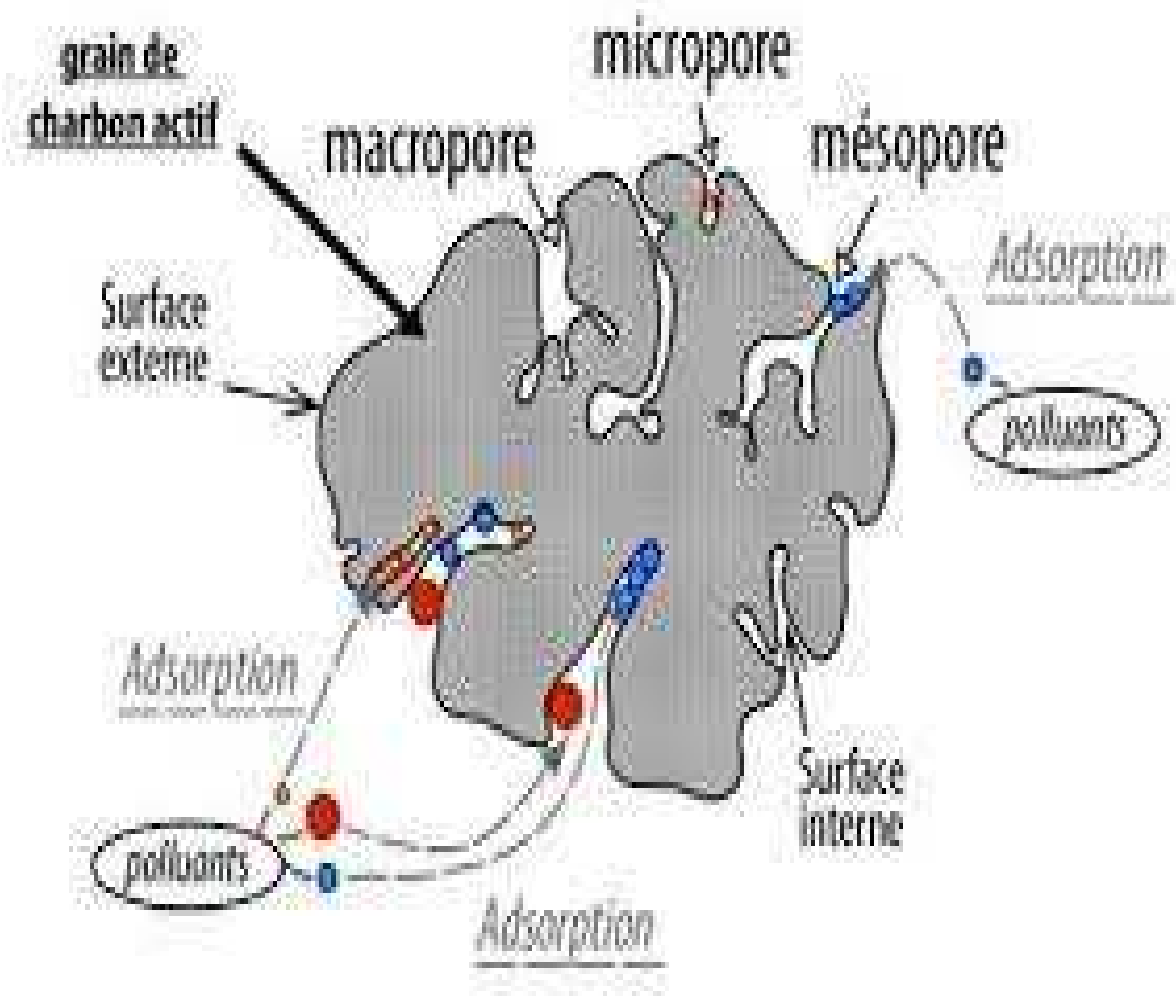
[22] R. L. Tseng, S. K. Tsng, Pore structure performance of the KOH –activated carbons prepared from corncob, J. Colloid interface Sci, 15 July, 287 (2) **2005**.

[23] A.C. Lua, T. Yang, Effect of activation temperature on the textural and chemical properties of potassium hydroxide activated carbon prepared from pistachio-nut shell, J colloid Interface Sci 274 (2) **2004**.

[24] M. Valix, W. H, Cheung, G. McKay, Preparation of activated carbon using low temperature carbonisation and physical activation of high ash raw bagasse for acid dye adsorption, Chemosphere 56 (5) **2004**.

# Chapitre III

## L'adsorption



**III-1- Introduction**

Malgré les récents développements dans le domaine des traitements des eaux usées et malgré les nouvelles technologies qui sont apparues dans ce domaine [1]. Elle peut être considérée comme l'opération fondamentale de l'analyse de la surface de l'adsorbant [2]. La technologie de séparation par adsorption constitue aujourd'hui une des technologies de séparation les plus importantes, en particulier parmi les technologies qui ne sont pas basées sur l'équilibre vapeur-liquide. Elle est largement utilisée pour la séparation et la purification des gaz et des liquides dans des domaines très variés, allant des industries pétrolières, pétrochimiques et chimiques, aux applications environnementales et pharmaceutiques [3].

**III-2- Généralités**

Depuis longtemps, les solides poreux sont connus pour leur capacité à retenir des quantités plus ou moins importantes de gaz condensables. En 1777 FONTANA avait remarqué que du charbon fraîchement calciné puis refroidi était capable d'adsorber plusieurs fois son propre volume de différents gaz [4].

Le terme d'adsorption est apparu en 1881, utilisé par KAYZER pour décrire le phénomène de condensation d'un gaz sur une surface.

Alors tout atome ou molécule qui s'approche d'une surface subit une attraction qui peut conduire à la formation d'une liaison entre la particule et la surface ce phénomène constitue «l'adsorption» [4,5].

**III-3- Définition**

L'adsorption est un processus [6,7,8] physico-chimique de transfert de matière dans lequel une ou plusieurs composantes d'un fluide désignée(s) par adsorbat(s) se fixent sur la surface d'un solide nommé adsorbant d'une manière plus ou moins réversible par des interactions physiques et/ou chimiques [6,9]. Elle est essentiellement utilisée pour le traitement de l'eau et de l'air [7,10,11].

L'étude de l'adsorption est basée sur la mesure de la corrélation entre la concentration d'adsorbat dans la phase fluide et la quantité d'adsorbat qui est piégée par la surface à une température donnée: c'est la mesure des isothermes d'adsorption [12].

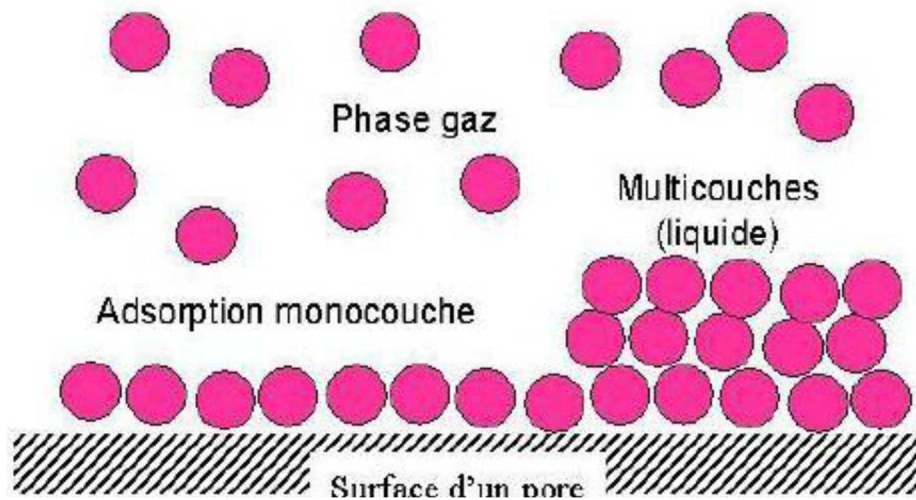


Figure III.1: Phénomène d'adsorption [9,13].

### III-4- Types d'adsorption

Les interactions entre l'adsorbant et l'adsorbant permettent de définir deux types d'adsorption, à savoir l'adsorption physique (physisorption) et l'adsorption chimique (chimisorption) qui se distinguent par la chaleur d'adsorption, la vitesse, la réversibilité et la spécificité du processus [6].

#### III-4-1- Adsorption physique

Appelée aussi physisorption [4] ce type d'adsorption résulte de l'établissement d'un échange de faible énergie entre la surface d'un solide et des molécules à proximité de cette surface [7]. Elle est une adsorption non spécifique, qui ne modifie pas la structure chimique de la molécule [8,13].

##### III-4-1-1- Caractérisation de l'adsorption physique

Ce type d'adsorption est caractérisé par:

- Ce produit aux basses températures avec des énergies de l'ordre  $10 \text{ Kcal.mol}^{-1}$  [7].

- La liaison physique et plus faible, on parle de force de Van der Waals [8,13].
- Le phénomène d'adsorption, contrôlé par la diffusion des molécules [14].
- Elle correspond à un processus réversible [7,15].
- La vitesse du processus d'adsorption est très rapide [7,14,15].

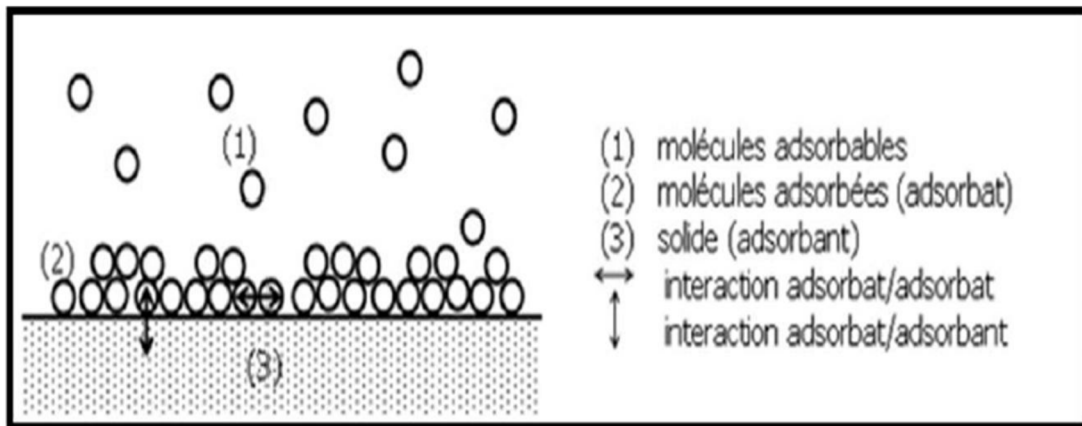


Figure III.2: Schéma de l'adsorption physique [16,17].

### III-4-2- L'adsorption chimique

L'adsorption chimique, [12] ou la chimisorption [18] ou adsorption active résulte d'une interaction chimique qui se traduit par un transfert d'électrons entre le solide et l'adsorbat. Il y a alors formation d'un composé chimique à la surface de l'adsorbant. Ce type d'adsorption se développe à haute température et met en jeu une enthalpie de transformation élevée [12].

#### III-4-2-1- Caractérisation de l'adsorption chimique

La chimisorption se caractérise par:

- Un équilibre long à atteindre entre la phase adsorbée et le milieu fluide.
- Une augmentation de la quantité de matière adsorbée avec la température.
- Une chaleur dégagée durant l'adsorption comparable aux chaleurs de réaction (de 40 à 100 KJ/mol), environ 10 fois supérieure à l'adsorption physique.
- Une spécificité marquée dans le sens que sur un adsorbant déterminé se fixe certains adsorbats [17].

## III-5- Comparaison entre les deux types d'adsorption

Tableau III.1: Comparaison entre l'adsorption physique et chimique [1].

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Type de liaison	Liaison de Van Der Waals	Liaison chimique
Température du processus	Relativement faible comparé à l'adsorption chimique.	Plus élevée que l'adsorption physique.
Individualité des molécules	Individualité des molécules est conservée	Destruction de l'individualité des molécules
Désorption	Facile	Difficile
Cinétique	Rapide, indépendante de la température	Très lente
Chaleur d'adsorption	Inférieur à 40 Kj/mol	Supérieur à 40 Kj/mol
Energie mise en jeu	Faible	Elevée
Type des couches formées	Formation de multicouches et monocouches	Formation de monocouche

## III-6- Cinétique de l'adsorption

La connaissance des paramètres de l'équilibre d'adsorption permet de déduire les capacités d'adsorption d'un support [19], Etude cinétique des processus d'adsorption fournit des informations relatives au mécanisme d'adsorption et sur le mode de transfert des solutés de la phase liquide à la phase solide [20], représenté par la figure (III.3), fait intervenir les étapes suivantes [19]:

**1<sup>ère</sup> étape:** Transfert de l'adsorbat de la phase liquide vers la couche limite du film liquide liée à la particule solide. Etape très rapide.

**2<sup>ème</sup> étape:** Transfert de l'adsorbat à travers le film liquide vers la surface externe de l'adsorbant. Etape rapide.

**3<sup>ème</sup> étape:** Diffusion à l'intérieur de la particule d'adsorbant selon deux voies. Etape lente.

**3a :** Sous l'état adsorbé, par diffusion de surface.

**3b :** A l'état libre, par diffusion de pore.

**4<sup>ème</sup> étape:** adsorption dans un micropore. Etape très rapide.

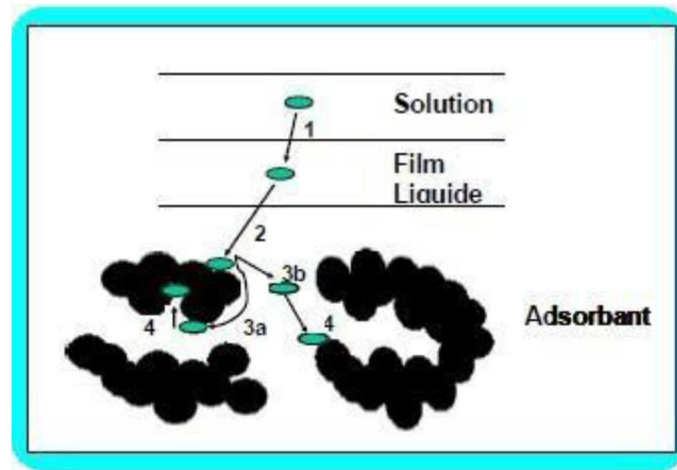


Figure III.3: Les étapes de la cinétique d'adsorption [19].

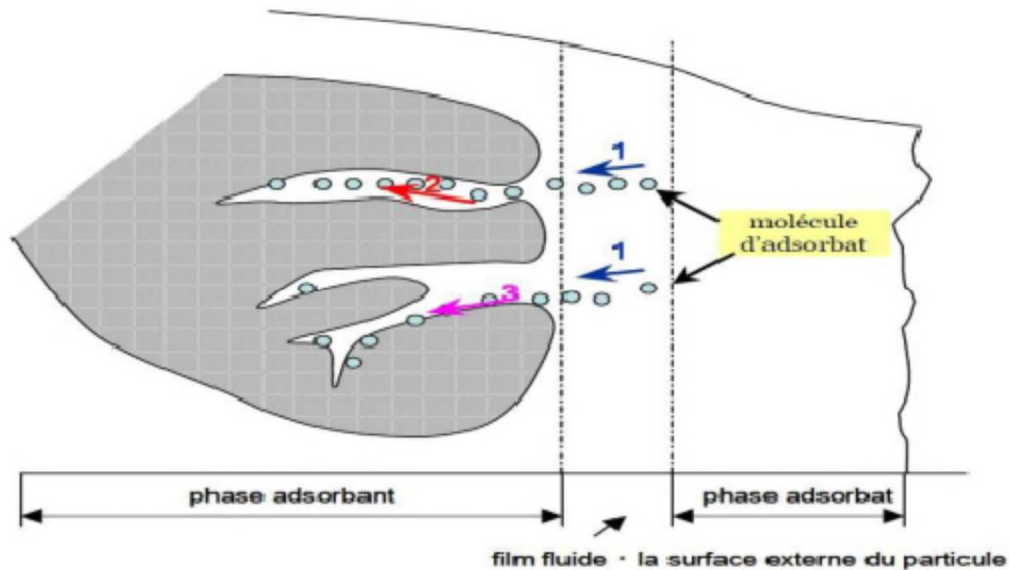
### III-7- Le mécanisme d'adsorption

La séparation par adsorption est basée sur une adsorption sélective (thermodynamique et /ou cinétique) des polluants (appelés adsorbats) par un adsorbant, grâce à des interactions spécifiques entre la surface du matériau et les produits adsorbés :c'est un simple transfert de masse à partir de la phase liquide vers la surface du solide[18].

Ce processus s'opère en plusieurs étapes qui sont:

- 1-** Le transport de l'adsorbant de la phase liquide [21], ou gazeuse à la surface de la particule d'adsorbant [22].
- 2-** Transfert du soluté à travers le film liquid vers la surface des grains.
- 3-** Transfert de la matière dans la structure poreuse de la surface extérieure des grains vers les sites actifs.
- 4-** Réaction d'adsorption au contact des sites actifs, une fois adsorbée, la molécule est considérée comme immobile [23].





**Figure III.3:** Schéma du mécanisme de transport d'un adsorbant au sein d'un grain [24].

### III-8- La capacité d'adsorption

La capacité d'adsorption est reliée avec plusieurs facteurs tels que les facteurs d'adsorbant (surface spécifique, granulométrie, fonctions de surface, porosité...), ainsi les facteurs de l'adsorbant (concentration, solubilité, taille des molécules, fonctions chimiques présentes, compétition entre les différentes molécules...) et d'autres comme le temps de contacts entre l'adsorbant et l'adsorbant, température du milieu, pH de solution, vitesse d'agitation... [25].

### III-9- La capacité d'adsorbant

On classe les adsorbants selon leur capacité comme suit:

#### III-9-1- Adsorbant à faible capacité

On peut citer la scorie, les cendres ainsi que les argiles. Ces solides ne sont pas régénérables. L'adsorbant le plus utilisé dans cette classe est l'argile [26].

#### III-9-2- Adsorbant à haute capacité

Dans cette classe, on distingue les différentes marques de charbon actif, les gels de silice, les résines synthétiques macroporeuses et autre solide. Tous ces adsorbants sont régénérables [26].

### III-10- Surface spécifique

La surface spécifique d'un adsorbant, mesurée par adsorption en phase gazeuse, est calculée à partir de la capacité d'adsorption du matériau et représente la surface occupée par une molécule-sonde adsorbée dans une monocouche. Cette méthode repose sur les travaux de Brunauer, Emmett et Teller, qui ont utilisés les résultats de l'adsorption du diazote (N<sub>2</sub>) à 77 K pour décrire la structure poreuse des charbons actifs. D'autres méthodes permettent une caractérisation plus complète de la structure, mais l'ensemble de ces méthodes utilise également les résultats obtenus à partir de l'adsorption du diazote à 77 K [27].

### III-11- Différents types d'adsorbants

Le choix de l'adsorbant adéquat pour effectuer une séparation de gaz dépend de la structure interne des adsorbants. La différence de structure, donc des propriétés adsorbantes est simplement liée à la nature de l'adsorbant et les méthodes de préparation [28].

Les adsorbants industriels les plus courants sont les suivants: les charbons actifs, les zéolites, les gels de silice, les alumines actives et les argiles.

**Tableau III.2:** Caractéristique des principaux adsorbants industriels [24].

Adsorbants	Surface spécifique (m <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	Taille des pores (nm)	Porosité interne
<b>Charbons actifs</b>	400 à 2000	1,0 à 4,0	0,4 à 0,8
<b>Zéolithes</b>	500 à 800	0,3 à 0,8	0,3 à 0,4
<b>Gels de silice</b>	600 à 800	2,0 à 5,0	0,4 à 0,5
<b>Alumines actives</b>	200 à 400	1,0 à 6,0	0,3 à 0,6

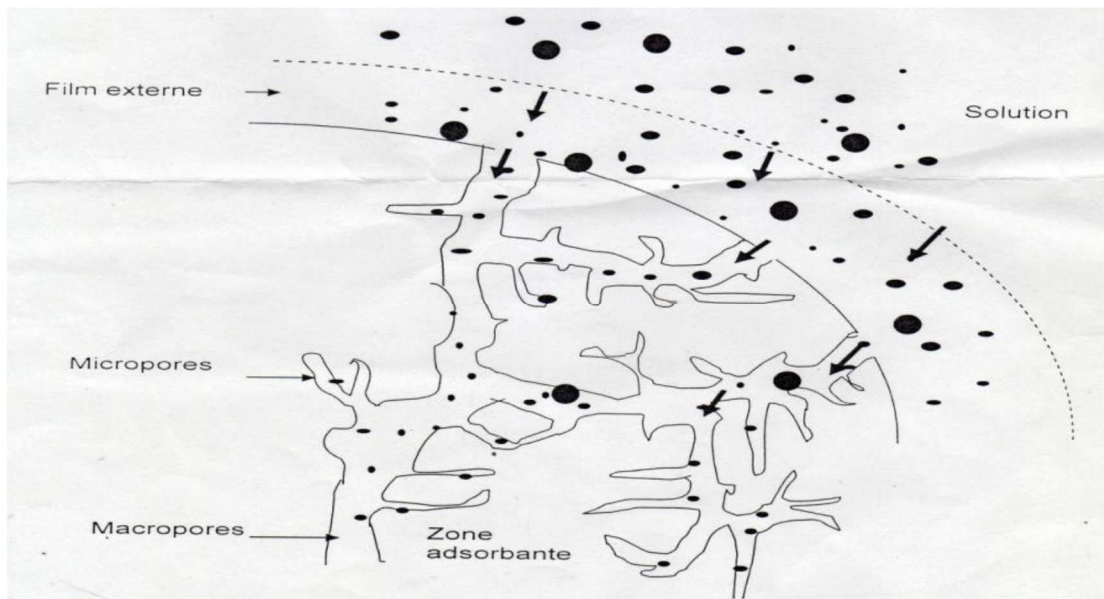
#### III-11-1- Charbons actifs

Le charbon actif, obtenu par décomposition pyrolytique de bois, noix de coco, charbon, lignite, tourbe et généralement tout composé organique est historiquement le premier matériau à avoir été utilisé [28].

On peut aussi trouver des charbons actifs dits « chimiques », car activés à chaud en présence d'agents chimiques déshydratants, acide phosphorique ou chlorure de zinc [24].

Il est un excellent adsorbant, sa capacité d'adsorption des molécules organiques et des gaz est remarquable, d'où son utilisation dans les domaines très variables [7].

Le charbon actif reste l'adsorbant le plus populaire et le plus largement étudié pour adsorber des substances polluantes. Néanmoins, d'un point de vue économique c'est un adsorbant coûteux, et sa régénération nécessite de le porter à haute température ce qui est nuisible sur un plan environnemental. Les chercheurs ont essayé de trouver des matériaux alternatifs, qui peuvent avoir des propriétés d'adsorption qui ressemblent à celles du charbon actif avec un faible coût [29].



**Figure III.4:** Schéma d'adsorption sur une particule de charbon actif [30].

### III-11-2- Les zéolites

Elles sont constituées d'un squelette cristallin aluminosilicaté et se présentent sous la forme de poudre, granules ou extrudés [24], sont des adsorbants constitués de tétraèdres  $\text{SiO}_4$  et  $\text{AlO}_4$  [26].

Ces adsorbants sont hydrophiles ou hydrophobes selon les besoins et moins sensibles à la chaleur que les charbons [24].

### III-11-3- Les gels de silice

Les gels de silice sont préparés à partir de  $\text{Si(OH)}_4$  en phase aqueuse, obtenu par acidification d'un silicate de sodium, ou bien à partir d'un sol de silice. Il existe deux types de

gels de silice: les microporeux, assez hydrophiles et les macroporeux versatiles qui diffèrent par la taille des pores comme le nom l'indique [24,26].

#### **III-11-4- Les alumines activées**

Les alumines activées sont obtenues par thermolyse du tri hydroxide d'alumines  $\text{Al}(\text{OH})_3$  qui conduit à un produit de composition approximative  $\text{Al}_2\text{O}_3, 0.5 \text{ H}_2\text{O}$ . Les alumines actives sont des adsorbants amorphes, moyennement polaires et hydrophiles [26].

#### **III-11-5- Les argiles**

Ce sont des produits naturels, qui sont activées pour avoir de meilleures propriétés adsorbant [26]. Ces derniers, appelés aussi cations compensateurs. Ils confèrent ainsi aux des propriétés hydrophiles [7].

#### **III-12- Facteurs influençant le phénomène d'adsorption**

L'équilibre d'adsorption, entre un adsorbant et un adsorbé dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont:

- ✓ les caractéristiques de l'adsorbant: polarité, volume poreux, surface spécifique, fonctions superficielles ...
- ✓ Les caractéristiques de l'adsorbé: polarité, solubilité, poids et saturation moléculaire...
- ✓ Les paramètres physiques: température, pH.... [13,31].

#### **III-13- Application de l'adsorption :**

L'adsorption s'avère comme un traitement efficace à l'industrie. En pratique, elle est utilisée dans les cas suivants:

- Séchage.
- Traitement des huiles.
- Traitement des gaz.
- Industrie textile.
- Décoloration et traitement des eaux [32].

**III-14- Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons présenté une étude sur l'adsorption, c'est un phénomène qui présente l'avantage de pouvoir être appliqué aux traitements de divers effluents. Les paramètres qui influent sur l'adsorption sont surtout la surface spécifique et la structure poreuse du solide.

## *Références*

- [1] D. Mounir, Valorisation des déchets agricoles: production du charbon actif et de l'énergie renouvelable, thèse de Doctorat, Univ de USTHB **2019**.
- [2] G. Mechri, Préparation et caractérisation des charbons actifs à partir d'un bitume d'origine pétrolière: Activation par les hydroxides, mémoire de Master, Univ Larbi Ben M'hidi **2011**.
- [3] J. N'guessan, Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques, thèse de Doctorat, Univ Toulouse **2010**.
- [4] Z. Belkbir, Valorisation des déchets agro-alimentaire cas de grignons d'olives, mémoire de Magister, Univ M'hmid Bougara Boumardes **2007**.
- [5] A.H. Benamira, M.R. Kouadri, Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de coquilles d'œufs, mémoire de Master, Univ de Ouargla **2017**.
- [6] N. Chaouch, Utilisation des sous-produits du palmier dattier dans le traitement physico-chimique des eaux polluées, thèse de Doctorat, Univ Hadj Lakhdar Batna **2014**.
- [7] N. Bouziane, Elimination du 2-Mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre, mémoire de Magister, Univ Mentouri de Constantine **2007**.

[8] P. Pascaud, Apatites nanocristallines biomimétiques comme modèle de réactivité osseuse: Etude des propriétés d'adsorption et de l'activité cellulaire d'un bisphosphonate, le tiludronate, thèse de Doctorat, Univ Toulouse III Paul Sabatier **2012**.

[9] M.K. Bechki, Préparation et caractérisation du charbon actif à partir des noyaux du palmier dattier et des coquilles des noix, thèse de Doctorat, Univ de Ouargla **2018**.

[10] M. Arias, M.T. Barral, J.C. Mejuto, Enhancement of copper and cadmium adsorption on kaolin by the presence of humic acid, *Chemosphere* 48, **2002**.

[11] C. Sakher Préparation d'une nouvelle phase adsorbante et étude comparative, mémoire de Master, Univ de Tébessa **2016**.

[12] Y. Saghi, S. Hennous, Etude et réalisation d'un four à grignons d'olives, mémoire de Master, Univ Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou **2018**.

[13] K. Boutadara, L. Ben Ali, Valorisation des déchets ligno-cellulosiques, issus du palmier dattier, en charbon actif, mémoire de Master, Univ d'Adrar **2017**.

[14] M. Slasli, Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux: Approches théorique et expérimentale, thèse de Doctorat, Univ de Neuchatel **2002**.

[15] S. Belhamissi, Elimination de colorants synthétique par un charbon actif préparé à partir d'un déchet naturel, mémoire de Master, Univ de Mostaganem **2017**.

[16] I. Rebahi, F. Kheloufi, Recyclage et traitement des rejets d'huilerie, mémoire de Master, Univ de Bouaira **2015**.

[17] N. Sedira, Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dates, mémoire de Magister, Univ de Souk Ahras **2013**.

[18] F. Benamraoui, Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture, mémoire de Magister, Univ Ferhat Abbas Sétif 1 UFAS **2014**.

[19] A. Medekhel, Adsorption du bleu de méthylène par charbon actif, mémoire de Master, Univ Echahid Hamma Lakhdar -El Oued **2018**.

[20] N. Ladjal, Elaboration, caractérisation de charbons actifs fonctionnalisés et étude de leurs propriétés en adsorption de composés organiques, mémoire de Magister, Univ de M'sila **2013**.

[21] M. Didouh, Étude modélisation et optimisation de l'écoulement à travers une membrane de biosorbant nanofibreux pour la séquestration de métaux lourds dans l'eau, mémoire de Master, Univ du Québec à Trois-Rivières **2019**.

[22] I. Azzi, Etude de l'adsorption de certains colorants par spectrophotométrie UV-visible et spectroscopie IR, mémoire de Master, Univ Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem **2014**.



[23] S. Saidou, Préparation et caractérisation de charbons fer romagnétiques appliqués à l'élimination de la sulfaméthazine par adsorption en milieu aqueux, mémoire de Master, Univ Abderrahmane Mira de Béjaia **2018**.

[24] K. Zemouri, D. Zougaghi, Etude de l'adsorption de colorants organiques (Bleu de Méthylène et Méthyle Orange) sur les coquilles de noix de coco, mémoire de Master, Univ Abderrahmane Mira de Bejaia **2019**.

[25] A. Abouzaid, Etude de différents traitements des effluents de l'industrie textile, thèse de Doctorat, Univ Chouaib Doukkali Maroc **2001**.

[26] A. Khoualdi, A B. Medjani, Adsorption du bleu de méthylène par le charbon actif et l'argile, mémoire en vue de l'obtention du diplôme de en génie chimique, Univ L'Arbi Ben M'hidi Oum El Bouaghi **2017**.

[27] S. Aga, Etude cinétique et thermodynamique de l'adsorption de quelques colorants textiles par des résidus issus de l'industrie agro-alimentaire, mémoire de Magister, Univ Ferhat Abbas **2015**.

[28] M. Laetitia, Elaboration, caractérisation et etude des performances de nouveaux adsorbants hydrophobes: Application aux atmosphere odorantes et/ou charges en composes organiques volatils, thèse de Doctorat, Univ Jean Monnet de Saint –Etienne **2005**.

[29] S. Saoudi, O. Hamouma, Adsorption d'un colorant basiques bleu de méthylène sur un argile acidifiée **2013**.

[30] L. Laidi, Etude de la régénération d'un charbon actif par la spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (FTIR), mémoire de Master, Univ de Mostaganem **2017**.

[31] N. Cherfaoui, R. Djebri, Etude de l'adsorption du colorant (bleu de méthylène) sur un charbon actif préparé à partir des noyaux du Genévrier oxycédre, mémoire de Master, Univ de Bouira **2017**.

[32] M. Lacheheb, R. Sadoudi, Etude D'adsorption de violet de gentiane sur la sciure de bois, mémoire de Master, Univ de Bouira **2018**.

# Partie expérimentale



**IV-1- Introduction**

Le café est un breuvage consommé partout dans le monde [1]. Il est donc un produit de première importance sur le marché mondial des produits agro-alimentaires [2]. Les grains du café sont constitués de composés bioactifs tel que les polysaccharides, les glucides, les peptides, la cellulose, la caféine et d'autres composés riches en carbone d'où la possibilité de synthétiser un charbon de cette biomasse. Cette étude porte spécifiquement sur la transformation des grains du café vert de la variété Arabica en charbon actif.

**IV-2- Objectif de cette étude**

Les objectifs de notre étude sont la préparation d'une phase adsorbante issue des grains du café vert Arabica par activation chimique en utilisant l'acide phosphorique, la caractérisation de la nouvelle phase préparé par détermination du pH, du taux d'humidité, du taux de cendre, du l'indice d'iode et l'étude comparative avec un charbon commercial vis-à-vis de l'élimination d'un polluant acide contenu dans l'eau.

Dans notre étude nous avons utilisés l'activation chimique et non pas physique par des raisons de disponibilité.

**IV-3- Réactifs**

Au cours de notre étude, toutes les expériences sont réalisées dans diverses conditions en utilisant les produits et les réactifs suivants:

**IV-3-1- Adsorbants**

Les adsorbants microporeux sont abondamment utilisés dans l'extraction des espèces chimiques en phase aqueuse. Les CA à pouvoir adsorbant très élevé, ont une place privilégiée dans la purification de l'eau, la fixation de colorants et le traitement des gaz [3,4].

**➤ Charbons actifs**

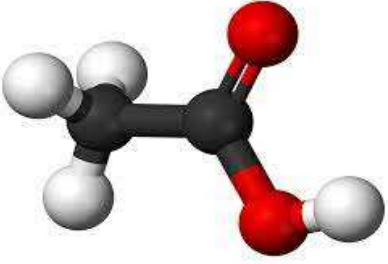
2 charbons actifs sont utilisés comme adsorbants dans notre étude:

- ✓ **Charbon commercial de Merck (CM):** charbon actif granulométrie environ 2,5 mm, très pur.

- ✓ **Charbon de grain du café vert** : charbon activé par l'acide phosphorique, charbon carbonisé.

#### IV-3-2-L'adsorbat

**Tableau IV.1:** Les caractères de l'acide acétique.

Nom	Acide acétique
Masse molaire g/mol	60,05
Formule chimique	CH <sub>3</sub> COOH
Structure	
Solubilité g/l	602,9
Pureté	99

En utilisant aussi les produits qui sont cités dans le tableau **IV.2**

**Tableau IV.2:** Les produits chimiques utilisés.

Produits chimiques
Eau distillé, eau bi-distillé, acide phosphorique H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> , acide acétique CH <sub>3</sub> COOH, diode I <sub>2</sub> , iode de potassium KI, thiosulfate de sodium Na <sub>2</sub> S <sub>3</sub> O <sub>2</sub> , empois d'amidon.

#### IV-4- Matériels

Les matériels utilisés dans cette étude sont répertoriés dans le tableau **IV.3**

Tableau IV.3: Matériels utilisés.

Matériels et verreries
<p><b>- Matériels :</b></p> <p>Etuve (HERAEUS), Balance électrique, Agitateur magnétique, pH mètre (inoLab), Four à moufle (HERAEUS ELECTRIC température max 1000°C), Tamis (RETSCH).</p>
<p><b>-Verreries:</b></p> <p>creusets en céramique, burette, béchers, erlenmeyer, éprouvettes graduée, entonnoir, fioles jaugées, mortier, papier filtre, spatule, verre de montre, pince, dessiccateur.</p>

## IV-5- Préparation du charbon à base de grain du café vert

### IV-5-1- Charbon brut

Le charbon brut est préparé à partir des grains du café vert Arabica qui a été nettoyé à l'aide d'un papier adsorbant a fin d'éliminer les déchets, séché à l'étuve à 110 °C pendant 24 heures, puis tamisés par des tamis pour ne retenir que la fraction comprise entre 0,5 mm et 1 mm. Les grains de notre biomasse sont représentés dans la figure **IV.2**. La figure **IV.3** représente notre échantillon séché dans l'étuve en **(A)** et tamisé et broyé en **(B)**.



Figure IV.1: Grains du café vert.



**Figure IV.2:** (A) Grains du C.Ara après séchage 24 h à 110 °C, (B) Grains du café broyés et tamisés.

### IV-5-2- Carbonisation

La carbonisation est la décomposition thermique des matières carbonées: les espèces autres que le carbone sont éliminées [5,6] la carbonisation se fait à 700 °C avec un palier de 3 heures [6].

#### IV-5-2-1- Charbon carbonisé CCC

La carbonisation des échantillons de diamètre  $0,5 < d < 1$  mm dans des creusets en porcelaine est réalisé dans un four électrique (HERAEUS ELECTRIC) le four est préchauffé à une température de 700 °C pendant au moins 2 heures avant le début de l'essai pour obtenir une température en régime permanent on augmente la température (100 degré/ 30 min). Dans la figure IV.4 on a l'échantillon carbonisé de couleur vert d'eau.





**Figure IV.3:** (A) Broyat de grain après la carbonisation, (B) le charbon carbonisé.

#### IV-5-3- Activation par l' $\text{H}_3\text{PO}_4$

L'activation chimique est souvent utilisée pour préparer des charbons actifs à partir de déchets de la biomasse. Les agents activants utilisés sont principalement  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{ZnCl}_2$ ,  $\text{KOH}$  ...etc. Parmi ces agents activants, l' $\text{H}_3\text{PO}_4$  a été très largement utilisé pour l'activation des charbons [7,8, 9,10]. Aussi, il est considéré comme l'un des meilleurs oxydants [11]. De plus l'utilisation d'acide phosphorique donne la possibilité de développer des charbons microporeux et/ou mésoporeux dont la surface spécifique dépend de la température d'activation [7].

Les propriétés de l'agent activant utilisé dans notre étude et sont détaillé dans le tableau IV.4.

**Tableau IV.4:** Propriétés de l'acide phosphorique.

Nom	Acide phosphorique
Masse molaire g/mol	97,9952
Formule chimique	$\text{H}_3\text{PO}_4$
Structure	
Masse volumique g/cm <sup>3</sup>	1,834 à 18 °C



**IV-5-3-1- Charbon activé et protocole d'activation**

Le charbon préparé en laboratoire en utilisant les grains du café vert tamisés de diamètre  $0,5 < d < 1$  mm été activé chimiquement, selon les étapes suivantes:

- Un échantillon de 40 g est mélangé avec 120 ml de la solution  $H_3PO_4$  (40%) et maintenir sous agitation pendant 8 h, le pH du mélange est 2.
- Le mélange est mis à l'étuve pendant 24 heures à  $110^\circ C$ .
- Dans un four on met l'échantillon dans creusets en porcelaine pendant 1 heure à  $450^\circ C$  pour faire la calcination (le four est réglé à  $450^\circ C$  une heure de temps avant de mettre l'échantillon).  
(Pour accélérer l'opération de lavage on utilise l'eau bi-distillé.)
- L'échantillon est ensuite séché dans une étuve pendant 24 heures à  $110^\circ C$ .
- La masse finale de CCA est 5,08 g.

Les étapes de l'activation chimique des grains du café CBr par l'acide phosphorique et le protocole de préparation du charbon actif sont donnés dans les figures **IV.4** et **IV.5**.



**Figure IV.4:** Les différentes étapes de l'activation chimique par l'acide phosphorique.

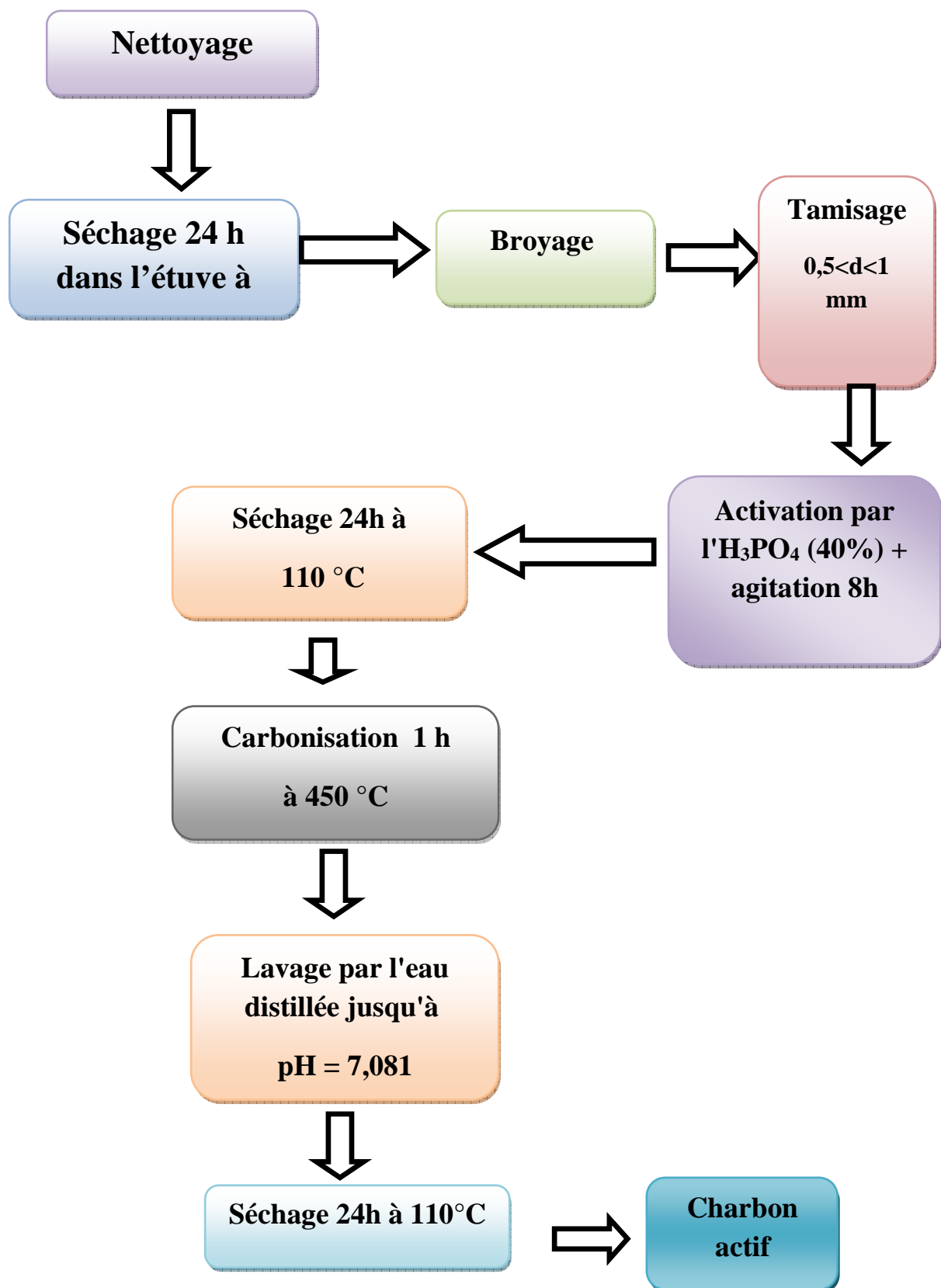


Figure IV.5: Protocole de préparation du charbon actif.

**IV-6- Traitement du charbon en grain (Merck)**

Le charbon commercial en grain produit à partir du bois par activation est séché à 100 °C pendant 24 heures puis broyé avec un mortier muni d'un pilon ensuite tamisé avec le même diamètre que l'échantillon des grains du C. Ara ( $0,5 < d < 1$  mm).

**IV-7- Caractérisation des charbons**

Avant la réalisation des expériences d'adsorption, nous avons procédé à l'étude de quelques caractéristiques des échantillons comme le pH, le taux d'humidité, le taux de cendre et l'indice d'iode.

Les échantillons étudiés: le café brute CBr, le charbon commercial Merck (CM), le charbon du café carbonisé (CCC) et le charbon du café activé chimiquement (CCA) sont représentés dans la figure IV.6.



**Figure IV.6:** Les différents échantillons utilisés.

**IV-7-1- Détermination du caractère acido-basique**

Le pH est une notion qui permet de façon commode et précise de désigner le caractère acide, basique au neutre d'une solution [12].

Le pH a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre (inoLab PH 720 WTW), L'étalonnage de l'appareil a été effectué avec des tampons commerciaux de pH 4, 7 et 9.

Le pH de chaque charbon a été mesuré dans une suspension d'eau distillée suivant le protocole suivant:

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

**IV-7-2-Taux d'humidité H%****IV-7-2-1- Définition**

C'est le rapport, exprimé en pourcentage du poids de l'eau contenue dans le charbon, au poids du même matériau sec [13].

**IV-7-2-2- Principe de détermination du H%**

La détermination de la teneur en eau est effectuée par une dessiccation de l'échantillon dans une étuve à une température bien déterminé jusqu'à une masse pratiquement constante [11].

Le mode opératoire s'est déroulé de la manière suivante:

- On met 0,5 g de chaque échantillon étudiés dans le creuset, puis on pèse (échantillon +creuset).
- On le sèche dans une étuve à 110 °C jusqu'à ce que son poids reste constant (1 heure de temps à l'étuve).
- A sa sortie de l'étuve, on le place dans le dissecteur 30 min à température ambiante jusqu'au refroidissement puis on le repese.

La figure IV.7 illustre les étapes pratiques pour déterminer le taux d'humidité.



**Figure IV.7:** Détermination de taux d'humidité H%

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

$$H\% = \frac{M_1 - M_2}{P} \times 100$$

Où

$M_1$  : La masse du creuset + échantillon avant séchage (g).

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

$P$  : Masse initiale d'échantillon en (g).

### IV-7-3- Détermination de la matière sèche MS%

A partir de la teneur en eau, on détermine le taux de la matière sèche qui est donné par la formule suivante [11].

$$MS\% = 100 - H\%$$



Où

**MS%:** taux de la matière sèche.

**H%:** le taux d'humidité.

#### **IV-7-4-Taux de cendre Cd%**

##### **IV-7-4-1- Définition**

Le taux de cendre est le critère utilisé pour déterminer le taux en matière minérale contenue dans les matières végétales. Il dépend du traitement chimique subi par le matériau [12].

La mesure des cendres est utilisée pour détecter la pureté de certaines denrées comme le café [14].

##### **IV-7-4-2- Principe de détermination du Cd%**

Le principe consiste à une incinération de l'échantillon dans un four dans un creuset en porcelaine à une température bien déterminé jusqu'à ce que les résidus deviennent blancs après refroidissement. La détermination des cendres est basée sur la destruction de toute matière organique sous l'effet de la température élevée [11].

- On place un échantillon de 0,5 g dans un creuset en céramique, on le pèse.
- On introduire le creuset dans un four à 600°C pendant 3 heures.
- Le creuset est placé 30 min dans un dissecteur à température ambiante, on pèse à nouveau le creuset.

Les étapes suivies sont détaillées dans la figure **IV.8**.



**Figure IV.8:** Détermination de taux de cendre.

Le taux de cendre est calculé par la formule suivante:

$$Cd\% = 100 - MS\%$$

Où

**MS%** : La matière sèche.

**M<sub>1</sub>** : Masse de creuset + la masse d'échantillon (initial).

**M<sub>2</sub>** : Masse de creuset + cendre (final)

**P** : Masse de l'échantillon.

#### **IV-7-5-Indice d'iode Id**

##### **IV-7-5-1- Définition**

L'indice d'iode est un paramètre fondamental pour caractériser la performance des charbons actifs. Il donne une bonne idée sur la surface totale disponible pour l'adsorption des composés à faible poids moléculaire [15]. Il permet de mesurer le contenu des micropores d'un charbon actif.



## IV-7-5-2- Principe de détermination d'Id

Pour déterminer l'indice d'iode de chaque charbon actif, on prépare les solutions suivants:

- 1- Une solution d'empois d'amidon.
- 2- Une solution d'iode 0,1 N.
- 3- Une solution de thiosulfate de sodium de concentration 0,1N.

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 de chaque échantillon à un erlenmeyer qui contient 15 ml d'une solution d'iode 0,1N avec agitation pendant 30 min. Après, on filtre et on dose l'iode de 10 ml de filtrat par la solution de thiosulfate de sodium 0,1N en présence des quelques gouttes d'une solution d'empois d'amidon comme indicateur jusqu'à la disparition de la couleur.

La figure IV.9 illustre l'étape de titrage utilisée dans le protocole d'indice d'iode.



**Figure IV.9:** Détermination de l'indice d'iode par titrage avec la solution de thiosulfate de sodium

L'indice d'iode est calculé par la formule suivante :

$$Id = \frac{[(Vb - Vs) \cdot N \cdot (126,9) \cdot \frac{15}{10}]}{M}$$

$(V_b - V_s)$  : 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** : Masse atomique d'iode.

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

### **IV-8- Adsorption d'un polluant acide sur le charbon commercial et le charbon du café Arabica**

L'adsorption est un phénomène de surface par lequel des molécules d'un fluide se fixent sur la surface d'un solide (adsorbant) selon divers processus plus au moins intenses [16].

#### **IV-8-1- protocole d'adsorption**

Pour vérifier l'adsorption de l'acide acétique sur le charbon actif et le charbon préparé, le mode opératoire comporte les étapes suivantes:

- Activation du charbon (24 heures dans l'étuve à 110 °C).
- Préparation de la solution de l'acide acétique 1 mol/l.
- Préparation de la solution polluée par addition de 1 ml de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  1M à 200 ml d'eau distillé.
- Mise en contact de 30 ml de solution polluée et d'une masse de 0,5 g d'adsorbant.
- Mesure du pH.

#### **IV-8-2- Cinétique d'adsorption**

Toutes les cinétiques d'adsorption sont réalisées suivant le même protocole expérimental ci-dessus.

La solution polluée en présence de 0,5 g de charbon est laissé sous agitation 120 min et en fonction du temps précisément chaque 15 min on mesure le pH d'un filtrat. Le pH de solution est suivi en continu à l'aide d'un pH mètre jusqu'à la stabilisation du pH ou la réaction d'adsorption du polluant acide arrive à son équilibre. A partir du pH on tire les valeurs de la concentration en fonction du temps.

### **IV-9- Rendement d'adsorption (Pourcentage d'adsorption)**

Le rendement de synthèse des charbons actifs est défini comme le rapport du poids du charbon actif [17].

$$\text{Pourcentage d'adsorption} = \frac{100 (C_0 - C_e)}{C_0}$$

Où

**C<sub>0</sub>**: est la concentration initiale en polluant (mg/L).

**C<sub>e</sub>**: est la concentration du polluant à l'équilibre (mg/L)



## *Références*

- [1] Le café: Aspects principaux; Jonina Soffia Tryggvadottir **2009**.
- [2] H. J. Koffi, Les hydrocarbures aromatiques polycycliques dans le café: mise en point de méthodes analytiques et étude de l'étape de torréfaction, thèse de Doctorat, Ecole Doctorale ABIES **2007**.
- [3] J. Avom, Préparation et étude physico-chimique de charbons de rafles de régime régimes de palmes, thèse de Doctorat de 3<sup>ème</sup> cycle, Univ de Yaoundé-Cameroun **1982**.
- [4] A. Haouas, I. Bakir, M. Ksibi, E. Elaloui, Etude de l'élimination du bleu de méthylène dans par le charbon actif commercial CECA 40, J. Chim.Phys. 96, **1999**.
- [5] J. N'guessan, Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques, thèse de Doctorat, Univ Toulouse **2010**.
- [6] M. L. Sekirifa, M. Hadj-Mohammed, Etude comparative de la capacité adsorbant d'un charbon actif issu de noyaux de dattes et un charbon actif commercial, sciences et technologie B-N°23 **2005**.
- [7] A. Reffas, Étude del'adsorption de colorants organiques (Rouge Nylosan Et Bleu De Méthylène) Sur des charbons actifs préparés à partir du marc de café, thèse de Doctorat, Univ de Constantine **2010**.

[8] F. Benamraoui, Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture, mémoire de Magister, Univ de Farhat Abbas Sétif 1 **2014**.

[9] T-H. Liou, 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**.

[10] Y. Sun, Q. Yue, et al. Comparative study on characterization and adsorption properties of activated carbons with  $H_3PO_4$  and  $H_4P_2O_7$  activation employing *Cyperus alternifolius* as precursor. Chem. Eng. J. 181-182, 790-797. **2012**.

[11] K. Boutadara, L. Ben Ali, Valorisation des déchets ligno-cellulosiques, issus du palmier dattier, en charbon actif, mémoire de Master, Univ d'Adrar **2017**.

[12] Z. Baatou, Z. Daoud, Valorisation d'une biomasse ligno-cellulosique locale: noyaux de dattes en charbon actif, mémoire de Master, Univ d'Adrar **2016**.

[13] Z. Belkebir, valorisation des déchets agro-alimentaires cas des grignons d'olives, mémoire de Magister, M'hamed Bougara Boumerdes **2007**.

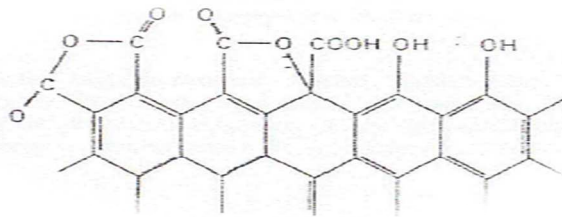
[14] N. Djemaoun, Contrôle de la qualité physico-chimique et analyse sensorielle d'un mélange de café (Robusta et Arabica), mémoire de Master, Univ Aboubekr Belkaid – Tlemcen, **2017**.

[15] T. Tadjia, Etude de la préparation d'un charbon actif à partir des grains d'olives et application sur des rejets industriels, mémoire de Magister, Univ Med-Boudiaf d'Oran **2011**.

[16] D.R, Tchuífon Tchuífon, Adsorption des composés phénoliques sur des charbons actifs préparés par activation chimique des balles de riz et des marcs de café, thèse de Doctorat, Univ de Dschang Cameroun **2016**.

[17] N. Ladjal, Elaboration, Caractérisation des charbons actifs fonctionnalisés et étude de leurs propriétés en adsorption de composés organiques, mémoire de Master, Univ de M'sila **2013**.

# Résultats et discussions





Dans cette partie nous présenterons successivement les résultats obtenus au cours de notre étude avec les discussions.

## **V-1- Carbonisation**

Le but de la carbonisation est d'obtenir un produit fortement carboné, par le dégagement des gaz volatils et les hétéroatomes (*H*, *O*), mais sa structure poreuse reste très limitée, ce qui nécessite de procéder à l'activation pour développer la structure poreuse [1].

### **V-1-1- Les étapes de la carbonisation**

La carbonisation est la décomposition thermique des matières carbonées: les espèces autres que le carbone sont éliminées [2].

Le traitement thermique du café vert peut être divisé en quatre étapes:

- 1) Au-dessous de 150°C, on a la déshydratation des matériaux.
- 2) La deuxième étape (150°C < T < 450°C) qui correspond à la carbonisation primaire, les principales matières volatiles et les goudrons sont éliminés vers 450°C.
- 3) Entre 450 et 550°C, la carbonisation du café vert.
- 4) Au-dessus de 550°C le matériel est presque totalement carbonisé concernant la carbonisation la température choisie était de 700°C c'est la température optimal pour avoir un charbon riche en carbone.

## **V-2- Activation chimique par H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>**

Pour obtenir un charbon actif avec un pouvoir adsorbant important, l'étape d'activation chimique est très importante [3].

Dans notre étude l'activation par  $H_3PO_4$  a été choisie car il s'agit d'une méthode en une seule étape, qui nécessite une faible température d'activation, dont le rendement est plutôt élevé, et qui permet la formation d'une grande surface spécifique [4].

Lors de l'activation chimique la température de carbonisation  $450\text{ }^\circ\text{C}$  a été utilisée car tous les carbones activés chimiquement provenant de précurseurs issus de la biomasse possèdent les plus grandes surfaces spécifiques lorsqu'ils sont activés dans l'intervalle de température  $450 - 500\text{ }^\circ\text{C}$  [5,6].

Les résidus d'acide phosphorique sont éliminés du charbon actif par lavage (durant six semaines) avec de l'eau distillée et bi-distillée. Le lavage est effectué jusqu'à ce que l'acide soit éliminé.

$H_3PO_4$  réagit à l'intérieur de la structure interne de la cellulose pour produire une dépolymérisation conduisant à une augmentation du volume de pore (volume poreux) et donc à une expansion du volume global [7].

### V-3- Caractérisation physico-chimique des charbons

La connaissance des caractéristiques physico-chimiques des charbons actifs est nécessaire à la compréhension de beaucoup de phénomène tel que l'adsorption [8,9].

#### V-3-1-Détermination du caractère acido-basique des charbons

Les résultats du pH des différents charbons sont donnés dans le tableau V.1:

**Tableau V.1:** Les valeurs du pH de chaque échantillon.

	<i>CBr</i>	<i>CCC</i>	<i>CCA</i>	<i>CM</i>
<i>pH</i>	7,056	10,383	6,374	7,193

D'après les valeurs présentes dans le tableau, on constate que le charbon brut est de nature neutre car la valeur obtenue (7,056), ainsi que le charbon de Merck a un (7,193). Le pH

du charbon carbonisé est élevé (10,383); ceci peut être expliqué par le fait que la dégradation de grains du café lors de la carbonisation mène à des produits de nature basique. Pour le charbon actif valorisé sa nature est acide son pH est 6,374, sa nature acide est due aux fonctions de surface résultants de l'activation chimique.

### V-3-2-Taux d'humidité

Le taux d'humidité est un rapport exprimé en pourcentage, il est déterminé par le séchage de l'adsorbant dans une étuve [10].

Les résultats relatives au taux d'humidité sont consignés dans le tableau V.2 suivant:

**Tableau V.2:** Les valeurs de taux d'humidité des différents échantillons.

Les charbons	<i>CBr</i>	<i>CCC</i>	<i>CCA</i>	<i>CM</i>
<i>P (g)</i>	0,5	0,5	0,5	0,5
<i>M<sub>1</sub>(g)</i>	18,28	18,10	18,14	18,13
<i>M<sub>2</sub>(g)</i>	18,27	18,06	18,13	18,115
<i>H%</i>	4	8	2	3

Le taux d'humidité représente la quantité d'eau physiquement liée au charbon actif. La valeur classique de la teneur en eau varie entre 1 à 5 % en masse. Les humidités des charbons actifs obtenus à partir des substrats: CM, CCC, CCA et CBr sont respectivement de 4, 8, 2, 3(%). Les humidités des charbons actifs issus des trios substrats (CM, CCA et CBr) sont faibles sauf CCC. La valeur du taux d'humidité du charbon préparé est la petite comparativement aux autres échantillons. Cela montre l'efficacité de l'activation chimique utilisé, une faible teneur en eau indique une bonne qualité de charbon actif.

### V-3-3-Taux de matière sèche

D'après le taux d'humidité des charbons on a obtenu le taux de matière sèche (MS) qui est donné par le tableau V.3 :

**Tableau V.3:** Taux de matière sèche des différents charbons préparés et du charbon Merck.

Les charbons	CBr	CCC	CCA	CM
<i>H%</i>	4	8	2	4
<i>MS %</i>	96	92	98	96

Le taux de matière sèche des différents échantillons préparés varie entre 92% et 98%. L'échantillon de charbon de grain du café Arabica préparé par activation chimique CCA a un taux de matière sèche égale à 98%.

On remarque que tous les échantillons ont un taux de MS important, donc une valeur faible de la teneur en eau et en particulier le CCA, on remarque que son taux de la MS est considérablement supérieur de celle des échantillons CBr, CCC et même C Merck , cela veut dire qu'il possède une faible valeur de la teneur en eau.

### V-3-4-Taux de cendre

Il s'agit de la partie inorganique, inerte, amorphe et inutilisable, présente dans le charbon actif, le taux de cendre est déterminé par la méthode décrite en littérature [11].

Les résultats relatifs à la détermination de la teneur en cendre sont consignés dans le tableau V.4 suivant:

**Tableau V.4:** les valeurs du taux de cendre des différents échantillons.

Les charbons	CBr	CCA	CM
P (g)	0,5	0,5	0,5
M <sub>1</sub> (g)	18,113	18,15	18,16
M <sub>2</sub> (g)	17,628	17,67	17,135
Cd%	3	4	5

Dans le tableau, on remarque que les charbons analysés ont des faibles taux de cendre. Ces petites valeurs s'expliquent par le fait que les charbons sont préparés à partir des matières végétales plus riches en carbone qu'en matière minérale, Lesquelles sont les principales constituantes de la cendre. Ces valeurs expliquent la présence de carbone dans les échantillons utilisés. Un faible taux de cendre indique un bon adsorbant.

### V-3-5- Indice d'iode

L'indice d'iode (iodine number) est la quantité d'iode adsorbée par rapport à l'adsorbant [1,12].

Il permet de mesurer le contenu des micropores d'un charbon actif [11]. L'indice d'iode nous renseigne sur la capacité adsorptive des matériaux adsorbants (sa microporosité). Cette valeur est à corrélérer avec la surface spécifique BET. Plus sa valeur est élevée plus l'affinité d'adsorption du matériau pour les petites molécules est grande.

Les résultats relatifs à la détermination de l'indice d'iode sont consignés dans le tableau V.5 suivant:

**Tableau V.5:** les valeurs de l'indice d'iode des différents échantillons.

Les charbons	CM	CCA	CBr
<b>V<sub>s</sub> (ml)</b>	15,2	15,5	16
<b>Id</b>	571,05	456,84	266,49

Ces résultats montre clairement que l'indice d'iode 456.84 obtenu pour le charbon du café Arabica activé chimiquement par  $H_3PO_4$  est meilleur comparativement au charbon brute dont la valeur 266,49. Le traitement du charbon avec l'acide phosphorique fait augmenté sa microporosité ce qui implique une augmentation de la surface spécifique, ce résultat est attendu, étant donné que l'acide phosphorique est considéré comme l'un des meilleurs agents activants.

On remarque aussi que l'indice d'iode du CCA est comparable à celui du C Merck commercial car la valeur 571.05 obtenu pour le charbon actif commercial utilise comme référence (CM) est proche de la valeur trouvée pour notre charbon CCA.

**V-4- Adsorption du polluant acide acétique par les charbons d'Arabica active et C Merck**

Pour la mise en application de l'effet du charbon préparé par activation chimique comparativement au charbon commercial on a étudié la variation du pH et de la concentration lors de la réaction d'adsorption du polluant acide par chaque phase adsorbante.

Les valeurs du pH et de la concentration du polluant en fonction du temps sont indiquées dans les tableaux V.6, V.7 respectivement:

**Tableau V.6:** Valeurs du pH en fonction du temps des charbons CM et CCA à 21,3 °C.

Temps (min)	0	2	15	30	45	60	75	90	105	120
pH CM	3,691	3,881	4,065	4,213	4,265	4,342	4,343	4,345	4,344	4,344
pH CCA	3,691	3,724	3,989	4,055	4,057	4,057	4,056	4,056	4,057	4,057

**Tableau V.7:** Valeurs de la concentration en fonction du temps des charbons CM et CCA à 21,3 °C.

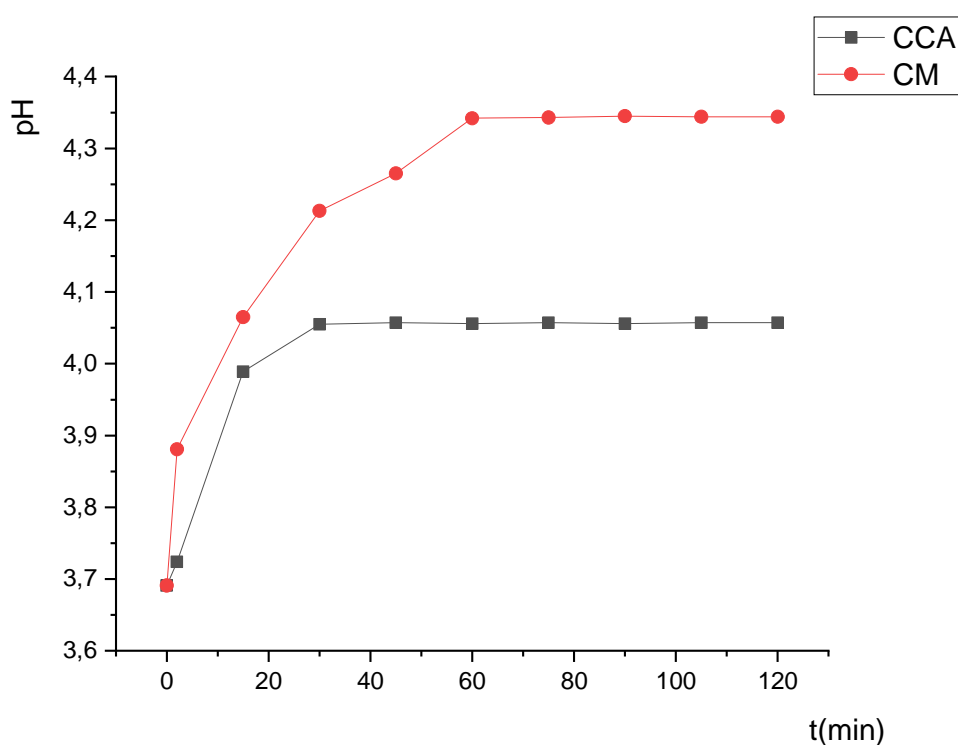
Temps (min)	0	2	15	30	45	60	75	90	105	120
C(mol/l) CM	0,00262	0,00109	4,677 .10 <sup>-4</sup>	2,365 .10 <sup>-4</sup>	1,862 .10 <sup>-4</sup>	1,306 .10 <sup>-4</sup>	1,3 .10 <sup>-4</sup>	1,288 .10 <sup>-4</sup>	1,294 .10 <sup>-4</sup>	1,294 .10 <sup>-4</sup>
C(mol/l) CCA	0,00262	0,0022	6,637 .10 <sup>-4</sup>	4,897 .10 <sup>-4</sup>	4,852 .10 <sup>-4</sup>	4,852 .10 <sup>-4</sup>	4,875 .10 <sup>-4</sup>	4,875 .10 <sup>-4</sup>	4,852 .10 <sup>-4</sup>	4,852 .10 <sup>-4</sup>

En se basant sur les valeurs du pH dans le tableau (V.6) on remarque qu'après addition de l'adsorbant on constate que le pH augmente donc l'acidité de la solution polluée diminue par l'adsorption du polluant acide sur les différents charbons, cette augmentation est remarquable pour le CCA comparativement au charbon commercial. Pour la variation de la concentration tableau (V.7) elle diminue cela prouve l'efficacité du charbon préparé par activation chimique à éliminer le polluant.

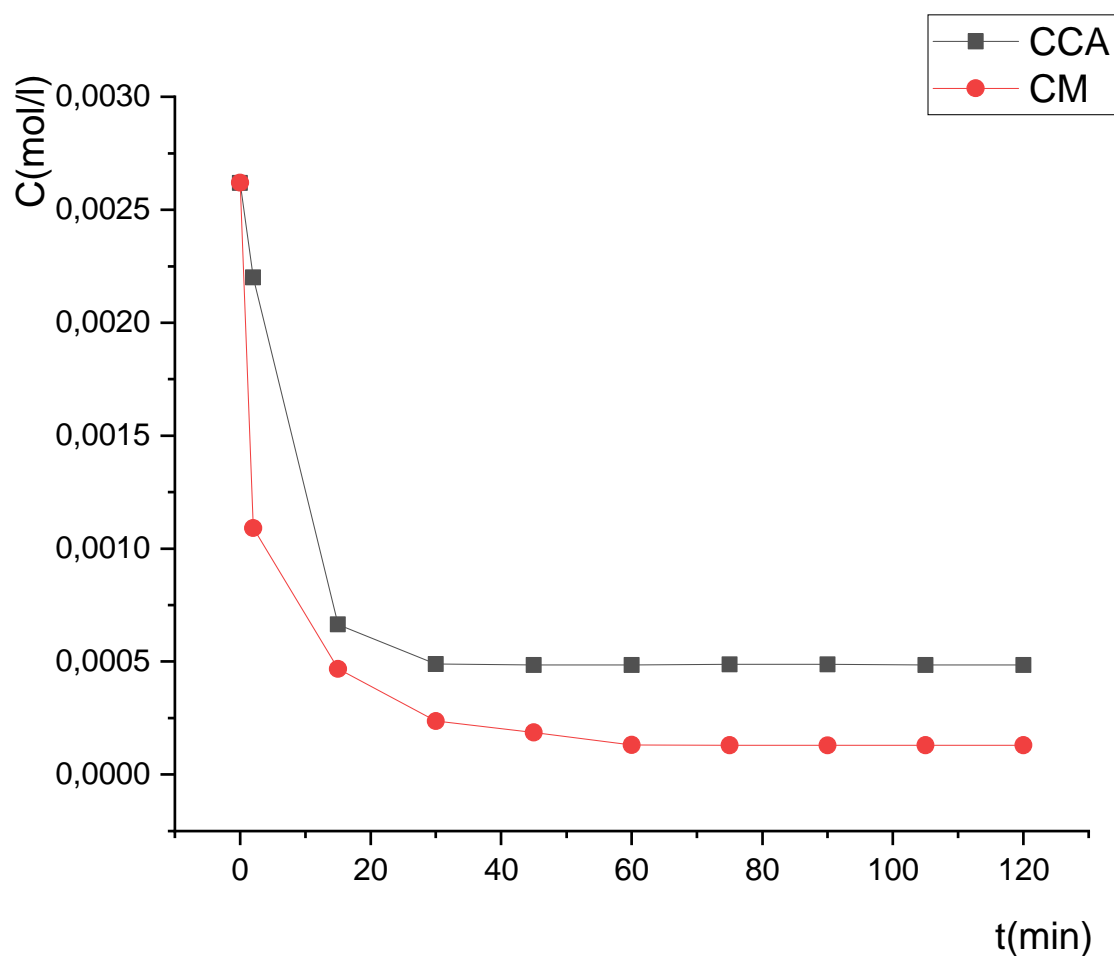
### V-5-Cinétique d'adsorption du polluant acide sur les différents charbons

L'étude de la cinétique de l'élimination du polluant acide acétique par adsorption sur les charbons issus de grain du café Arabica activé par  $H_3PO_4$  CCA et le charbon commercial CM était suivi par mesure du pH en fonction du temps de 0 à 120 min, et par la variation de la concentration en fonction du temps dans le même intervalle de temps..

Les résultats de l'étude cinétique sont représentés dans les figures V.1 et V.2



**Figure V.1:** Variation du pH en fonction du temps pour les charbons CCA et CM à 21,3 °C.



**Figure V.2:** Variation de la concentration en fonction du temps pour les charbons CCA, CM à 21,3 °C.

### V-6-Discussion des résultats de la cinétique d'adsorption

Les résultats expérimentaux obtenus par les courbes du pH en fonction du temps montrent la présence d'une première étape d'adsorption du polluant sur des sites facilement accessibles (augmentation rapide de pH) suivie d'une diffusion moléculaire de celui-ci vers des sites d'adsorption moins accessibles avant d'atteindre un équilibre d'adsorption où tous les sites deviennent occupés (pH devient stable) (**Figure V-1**) cela est justifié par la diminution de la concentration du polluant lors de la réaction d'adsorption (**Figure V-2**).

D'après la variation du pH et de la concentration en fonction du temps on peut dire que le pouvoir d'adsorption du CCA est comparable à celle du charbon (C Merck)



La rapidité d'adsorption observée au début de 0 à 15 min est due au grand nombre de sites disponibles qui diminue graduellement jusqu'à l'atteinte de l'équilibre d'adsorption. Ces résultats sont en accord avec d'autres travaux.

La cinétique d'adsorption est plus rapide pour le C Merck.

### **V-7-Pourcentage d'adsorption (Rendement d'adsorption)**

L'adsorption est une méthode efficace pour la réduction de la concentration d'acide dans l'eau. Le rendement de la capacité reste particulièrement lié à la concentration initiale en acide, au type et au nombre de sites actifs, aux propriétés de la surface de l'adsorbant et à la composition de la solution [13].

Le pourcentage d'adsorption du polluant acide sur nos charbons a été calculé comme suit:

**Tableau V.8:** Pourcentage d'adsorption du polluant par les charbons.

<b>Charbons</b>	<b>Charbon du café activé</b>	<b>Charbon commercial</b>
<b>Pourcentage d'adsorption</b>	81,48	95,11

La valeur du rendement 81.48% de la réaction d'adsorption du polluant acide sur le charbon du café Arabica CCA est considérable comparativement à 95,11% pourcentage d'adsorption du charbon commercial. On peut dire que le charbon activé par impregnation d' $H_3PO_4$  présente une capacité d'adsorption proche au charbon actif commercial.



## *Références*

- [1] A. Boutalbi, A. Saker, Préparation de charbon actif à base de Résidus agricole et leur application à l'élimination des colorants, mémoire de Master, Univ El Oued **2018**.
- [2] 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**.
- [3] R. Boudia, Etude comparative de l'élimination de colorants textiles par deux adsorbants: Naturel et active, thèse de Doctorat, Univ de Sidi Bel Abbas **2021**.
- [4] A. Reffas, Etude de l'adsorption de colorants organiques (rouge nylosan et bleu de méthylène) sur des charbons actifs préparés à partir du marc de café, thèse de Doctorat, Univ de Constantine **2010**.
- [5] B S. Girgis, A-N.A. El-Hendawy, Porosity development in activated carbon obtained from date pits under chemical activation with phosphoric acid, *Micropor, Mesopor, Mater* **2002**.
- [6] N. Ladjal, Elaboration, caractérisation de charbons actifs fonctionnalisés et étude de leurs propriétés en adsorption de composés organiques, mémoire de Magister, Univ de M'sila **2013**.

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

[8] M. Ziati, Adsorption et électrosorption de l'arsenic (III) sur charbon à base de noyaux de dates activés thermiquement et chimiquement, thèse de Doctorat en chimie physique, Univ d'Annaba **2012**.

[9] M. Ziati, S. Hazourli, S. Nouacer, F. Z. Khelaifia, N. Nait Merzoug, Adsorption de l'arsenic (III) sur un résidu naturel ligno-cellulosique valorisé en charbon actif –Exemple des noyaux de dattes, Lebanese Science Journal, Vol. 14, No. 1, **2013**.

[10] K. Boutadara, L. Benal, Valorisation des déchets ligno-cellulosiques, issus du palmier dattier, en charbon actif, mémoire de Master Univ Adrar **2017**.

[11] F. Benamraoui, Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture, mémoire de Magister, Univ Ferhat Abbas Setif-1 **2014**.

[12] R. Boudia, Etude comparative de l'élimination de colorants textiles par deux adsorbants: Naturel et Active, thèse de Doctorat, Univ de Sidi Bel Abbas **2021**.

[13] W.W, choi and K.Y.chem, Environ. Sci. Technol 13, 189. **1979**



*Conclusion*

*générale*

## *Conclusion générale*

---

### *Conclusion générale*

En conclusion on peut dire que l'objectif de notre travail est achevé par la fabrication d'un charbon actif des grains de café Arabica afin d'obtenir un produit applicable dans le traitement des eaux.

Cette étude a été réalisée en deux étapes, la première est la fabrication d'un charbon actif à partir d'une biomasse ligno-cellulosique, autrement dit des grains de café, la seconde étape est la caractérisation des charbons obtenus et du charbon commercial Merck.

La méthode d'activation chimique a fait l'objet de nombreuses études, le choix de l'activation chimique vient du fait que la préparation du charbon actif se fait à basse températures et un coût d'activation moindre.

En plus, ce procédé permet d'atteindre des charbons actifs de bonne qualité avec une structure poreuse très importante et de grande surface spécifique.

Les matériaux ont été caractérisés par : le pH, le taux de matière sèche, le taux d'humidité, le taux de cendre et l'indice d'iode.

La bonne préparation des échantillons à la carbonisation et au traitement chimique avec l'agent activant acide phosphorique a permis d'obtenir des charbons avec des propriétés physico-chimiques et structurales comparables avec celles trouvés dans la littérature.

Suivant cette étude on conclut que :

- ✓ La préparation de charbons actifs, matériaux à grande capacité d'adsorption par activation chimique, à été faite avec succès.
- ✓ La matière activée avec l' $\text{H}_3\text{PO}_4$  est de nature acide son pH est 6,374 on associe le caractère acide d'un charbon à la présence de groupements acides. Le charbon Merck a un pH (7,193).
- ✓ Les taux de cendre des (CM et de CCA sont 5 et 4 respectivement), le faible teneur en cendre du charbon préparé indique que ce matériau est un bon adsorbant
- ✓ Il présente également une faible teneur en humidité (CM=3% et CCA=2%).

## *Conclusion générale*

---

- ✓ Le taux d'humidité du charbon d'Arabica préparé par activation chimique est le meilleur comparativement au charbon industriel.
- ✓ Les valeurs du taux d'humidité inférieur à 5% et taux de cendre inférieur à 10% se situant dans les normes peuvent être indicatives sur la qualité supérieure de la nouvelle phase.
- ✓ Pour l'indice d'iode les résultats varient suivant la nature de la biomasse et la méthode d'activation employée, les valeurs sont (456,84) pour le charbon préparé et (571,05) pour le charbon commercial.
- ✓ L'indice d'iode nous renseigne sur la microporosité du charbon des noyaux activé chimiquement et sur sa surface qui est comparable à la surface du charbon commercial, cette valeur est à corrélérer avec la surface spécifique BET.
- ✓ Les résultats montre clairement que l'indice d'iode le plus élevé a été obtenu par le charbon activé chimiquement par l'acide phosphorique par rapport avec le charbon brute.
- ✓ L'étude de la variation du pH des CCA et CM en fonction du temps a montré que: le pH augmente en fonction du temps de contact et d'une autre part on a diminution de la concentration des CCA et CM en fonction du temps lors de la réaction d'adsorption du polluant acide.
- ✓ L'étude cinétique d'élimination du polluant de 0 à 120 min a révélé que la rapidité de la réaction de 0 à 15 min est due au nombre de sites disponibles au début de l'adsorption qui a un effet sur l'augmentation de la quantité d'acide adsorbée (Chute rapide du p H).
- ✓ Les essais d'adsorption réalisés sur le charbon préparé et le charbon commercial Merck, nous ont permis de constater que la phase adsorbante issue des grains arabica a montré une efficacité aussi bonne que celle du charbon actif Merck.
- ✓ Les rendements d'adsorption du polluant acide sur les CM et CCA sont: 95,11% et 81,48%,on peut dire que le rendement du CCA est significatif ,donc cette nouvelle



## *Conclusion générale*

---

phase adsorbante a une bonne affinité envers ce polluant.

- ✓ Les résultats trouvés montrent que le charbon préparé par activation chimique peut s'avérer très utile dans le traitement des eaux contaminées par un polluant acide.

En conclusion on peut dire que les charbons issus des grains du café Arabica sont des bons adsorbants en particulier le charbon préparé par activation chimique et ces resultants sont intéressants. Ces charbons de biomasse peuvent être exploités dans la purification des effluents industriels et la protection de l'environnement.