



Université Mohamed Khider De Biskra
Faculté des Sciences Exactes
Département Sciences de la Matière

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine des Sciences de la Matière

Filière de Chimie

Spécialité Chimie des Matériaux

Réf. : ...

Présenté et soutenu par :

Sefaine Sara

Le : 03/06/2025

Etude comparative des agents d'activation chimique et de leur impact sur la surface spécifique des Charbon actifs

Jury :

Dr	OUSSAF Mebarka	MCA	Université de Biskra	Président
Dr	MAANANI Djamila	MCB	Université de Biskra	Examineur
Dr	OUAKKAF Amira	MCA	Université de Biskra	Encadrant

2024/2025

Remerciement

Je remercie Dieu, tout d'abord et en dernier lieu, de m'avoir accordé la force et la persévérance pour mener à pour mener à bien ce travail, ainsi que Son soutien tout au long de ce parcours.

J'adresse mes profonds remerciements à ma chère encadrante Dr Ouakkaf Amira pour son accompagnement, ses conseils avisés et son appui constant.

Je tiens également à remercier les membres du jury Dr Ouassaf Mebarka et Dr Manani Djamilia pour leur présence et leurs appréciations enrichissantes.

Ma gratitude va aussi à la responsable ainsi qu'à l'équipe du laboratoire de chimie pour leur aide technique et les moyens mis à disposition durant la réalisation de ce mémoire.



Dedicace

À moi-même, ambitieuse et persévérante... Ce succès est le fruit de ma patience et de ma détermination.

À l'âme de mon père ABD ALMADJID, dont la lumière continue d'éclairer mon chemin malgré son absence... Qu'Allah lui accorde Sa miséricorde et l'accueille dans Son vaste paradis.

À ma chère mère FATMA, source d'amour et de prières, merci pour ton soutien et ton amour inconditionnels.

À mes frères et sœurs,

Je remercie Dieu pour votre présence dans ma vie,

Vous êtes ma fierté et ma force.

À mes chères amies, compagnes de route et de joie, merci pour vos cœurs purs et votre présence constante.



Sommaire

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

Résumés

Liste des symboles

<i>Introduction générale</i>	2
------------------------------------	---

Chapitre I : Etude bibliographique

I.1.Introduction.....	6
I.2.Sources de pollution.....	6
I.2.1.Pollution domestique	6
I.2.2 .Pollution urbaine	7
I.2.3.Pollution industrielle	7
I.2.4 . Pollution agricole	8
I.2.5 .Pollution accidentelle.....	9
I.3.Types de polluants	9
I.3.1.Matières organiques fermentescibles (MOF).....	9
I.3.2.Eléments minéraux nutritifs.....	9
I.3.3 . Métaux lourds	10
I.3.4. La pollution des eaux par les composés organiques de synthèse.....	10
I.3.5 .Colorants	10
I.3.5.1.Classification des colorants.....	11
I.3.5.2.Classification chimique.....	11
I.3.5.3.Classification tinctoriale	11
I.4.Le Rouge congo	11

Sommaire

I.4.1.Toxicité de rouge congo.....	12
I.5.Phénomène d'adsorption.....	12
I.5.1. Les types d'adsorption	14
I.5.1.1.Adsorption physique	14
I.5.1.2.Adsorption chimique.....	14
I.5.1.3.Application d'adsorption	14
I.6.1 Volume poreux et taille des pores caractéristiques d'un solide poreux.....	15
I.7. Charbon Actif.....	16
I.7.1. Les Différentes formes du charbon actif.....	16
I.7.1.1. Charbon Actif en Poudre CAP.....	16
I.7.1.2.Charbon Actif Granulaire (CAG)	17
I.7.1.3.Charbons Actifs de Forme Sphérique (CAS).....	18
I. 7.2. Préparation du charbon activé.....	18
I.8.Techniques de caractérisations	19
I.8.1.Spectroscopie infra rouge à transformée de fourier (IRTF).....	19
I.8.2.Spectroscopie UV-Visible	20
Références Bibliographiques.....	21

Chapitre II : synthèse et caractérisation des matériaux

II.1. Introduction	25
II.2. Définition de washingtonia.....	25
II.3. Synthèse des Charbons Actifs	26
II.3.1. Préparation du charbon activé (CA1)	26
➤ Lavage	28
➤ Séchage.....	28
➤ Broyage	29
➤ Tamisage	29
➤ Activation chimique	29
➤ Pyrolyse.....	30

Sommaire

➤ Lavage après L'activation Chimique	30
II.3.1.1. Résultats et discussion	31
II.3.1.1.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	31
II.3.1.1.2. Point de Charge nulle (PZC)	33
II.3.2. Préparation du Charbon Activé (CA2)	35
II.3.2.1. Résultats et discussion	36
II.3.2.1.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	36
II.4. Test de comparaison de la capacité d'adsorption du RG sur les deux charbons AC1 et AC2.....	37
II.4.1. Etude Par Adsorption.....	37
II.4. 2. La Courbe d'étalonnage.....	37
II.4. 3. Adsorption de RC sur l'AC1 synthétisé dans des conditions optimisées	38
II.4. 3.1. Quantité Adsorbée du Colorant RC	38
II.4. 3.2. L'influence de la masse sur l'élimination RC	38
II.4. 3.3. Du Temps de Contact sur d'Adsorption du RC.....	39
Références bibliographiques	41
Conclusion générale	42

Liste des Figures

Liste des Figures

Chapitre I

figure.I. 1.Pollution Domestique	6
figure.I. 2Pollution Urbain	7
figure.I. 3.Pollution Industrielle.	8
figure.I. 4. Pollution Agricole	8
figure.I. 5.Pollution Accidentelle.	9
figure.I. 6.Aspect visuel de la poudre et structure chimique du colorant rouge.....	12
figure.I. 7. Schéma Simplifié Représentant le Phénomène d'Adsorption.....	13
figure.I. 8.Schéma Simplifié du Principe dAdsorption en Phase Liquide Sur une Particule de Charbon Actif	14
figure.I. 9.Structure des Pores du Charbon actif.	15
figure.I. 10.Structure du charbon actif vu sous un microscope électronique.	16
figure.I. 11.Le Charbon actif sous Forme Poudre (CAP).....	17
figure.I. 12.Le Charbon Actif sous forme Granulaire (CAG).	17
figure.I. 13.Charbon Actif sous Forme Sphérique (CAS).	18
figure.I. 14.Spectrophotomètre à Transformé de Fourier (FTIR) de Marque SHIMADZU FTIR-8400S.....	19
figure.I. 15.Spectroscopie UV-Visible.	20

Chapitre II

figure.II. 1.Plante Washingtonia.	25
figure.II. 2.Schéma de préparation (CA1).	27
figure.II. 3.Les Noyaux de Washingtonia lavé.....	28
figure.II. 4.Noyaux séchés.....	28
figure.II. 5.Un Broyeur	29
figure.II. 6.Les Noyaux a prié le Tamisage.....	29
figure.II. 7. A) poudres activés chimiquement KOH. B) étuve.	30
figure.II. 8. Calcination des grènes CA1 dans le four moufle	30
figure.II. 9.Le charbon actif après la pyrolyse, lavage et filtration.	31
figure.II. 10.Le charbon actif après le Séchage.....	31
figure.II. 11.Préparation des Pastilles.....	32

Liste des Figures

figure.II. 12.Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier FTIR- Shimizu FTIR-8400..	32
figure.II. 13Spectre infrarouge du charbon actif (CA1).....	32
figure.II. 14.Régulation des valeurs du pH à l'aide d'un pH-mètre	33
figure.II. 15.Courbe de Point de Charge zéro (PZC).	34
figure.II. 16.Schéma de préparation (CA2).....	
figure.II. 17.Spectre infrarouge du charbon actif (CA2).....	35
figure.II. 18.La courbe d'étalonnage de RC	37
figure.II. 19.La courbe L'influence de la masse.	38
figure.II. 20. Protocole de l'obtention d'un Préparation des échantillons.....	39
figure.II. 21.Effet du temps de contact sur d'élimination de RC.	39

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1. Principaux groupes chromophores et auxochromes.....11

Tableau. I.2 . Propriétés Physico–Chimiques du Rouge Congo.....12

Liste des symboles

A : Absorbance de la solution (sans unité)

C : Concentration molaire (mol/l)

C₀ : Concentration initiale de l'adsorbat

CA : Charbon actif.

CAG : Charbon actif grains

CAP : Charbon actif en poudre

CAS : Charbons Actifs de Forme Sphérique

C_e : Concentration à l'équilibre de l'adsorbant (mg/l)

I : L'intensité du faisceau incident

I₀ : L'intensité du faisceau émergent

IFTR : Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier

L : Epaisseur de la cuve (cm)

PZC : Point de Charge nulle

RC : Rouge congo

T : température d'activation

UV-Visible : Spectrophotomètre ultra-violet, visible

ϵ : Coefficient d'adsorption molaire (l/mol.cm)

λ_{max} : longueur d'onde maximal

Résumé

Résumé

La nécessité croissante de solutions économiques pour la purification des eaux polluées constitue la motivation principale de cette étude. celle-ci porte sur la préparation de charbons activés à partir de déchets agricoles, en particulier les noyaux de la plante washingtonia, qui se sont révélés capables d'éliminer les polluants des solutions aqueuses ainsi que les colorants. les charbons activés (CA1 et CA2) ont été obtenus par deux méthodes d'activation chimique distinctes : l'hydroxyde de potassium (KOH) et l'acide phosphorique (H_3PO_4). l'objectif principal était d'évaluer l'effet de chaque agent d'activation sur la surface spécifique et la porosité. des analyses ont été réalisées sur les échantillons CA1 et CA2, notamment la spectroscopie infrarouge à transformée de fourier (FTIR), Point de Charge nulle (PZC), la spectroscopie uv-visible (UV-VIS), ainsi que des essais d'adsorption sur une solution de rouge congo (RC). l'étude a examiné l'efficacité d'adsorption en fonction de deux paramètres : la masse du charbon actif et le temps de contact. les résultats ont finalement montré que le ca1 peut être considéré comme plus performant en termes d'adsorption du colorant rc et des colorants présents dans les eaux usées colorées.

Mots-clés : charbon actif, plante Washingtonia, adsorption, Rouge Congo.

Abstract

The increasing need for cost-effective solutions for polluted water purification is the primary motivation for this study. it focuses on the preparation of activated carbons from agricultural waste, particularly the kernels of the washingtonia plant, which have demonstrated the capacity to remove pollutants from aqueous solutions, as well as dyes. the activated carbons (AC1 and AC2) were obtained through two distinct chemical activation methods: potassium hydroxide (KOH) and phosphoric acid (H_3PO_4). the principal objective was to evaluate the effect of each activating agent on the specific surface area and porosity. analyses were conducted on the AC1 and AC2 samples, including fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), uv-visible spectroscopy (UV-VIS), Point of Zero Charge (PZC), and adsorption tests on a congo red (CR) solution. the study examined the adsorption efficiency as a function of two parameters: activated carbon mass and contact time. the results ultimately showed that AC1 can be considered more effective in terms of the adsorption of CR dye and dyes present in colored wastewater.

Keywords: Activated carbon, Washingtonia plant, adsorption, Congo Reed

ملخص

تزايد الحاجة الى وسائل اقتصادية لتنقية المياه الملوثة. تتضمن هذه الدراسة تحضير الكربونات المنشطة من مخلفات زراعية (نوى نبتة واشنطونيا) الذي بدورها قادرة على إزالة الملوثات من المحاليل المائية والاصباغ. تم توصيف الكربونات (CA1) و (CA2) بنوعين من التنشيط الكيميائي: هيدروكسيد البوتاسيوم (KOH) وحمض الفوسفوريك (H_3PO_4) كما ان الهدف الأساسي هو تقييم تأثير كل عامل على مساحة سطح المسامية واجرينا بعض التحاليل على CA1 وCA2 التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء المحولة لفورييه (FTIR) ، UV-VIS نقطة الشحنة الصفرية وتجارب على محلول الكونغو الأحمر RC حيث تم دراسة مردودية الامتزاز على حسب كل من تأثير كتلة الفحم النشط وتأثير زمن التلامس. وأخيرا اشارت النتائج ان CA1 يمكن اعتباره أفضل من حيث امتزاز صبغة RC والاصباغ من مياه الصرف الصحي الصبغية.

الكلمات المفتاحية: الكربون المنشط، نبتة واشنطونيا، الامتزاز، الكونغو الأحمر .

Introduction générale

Introduction générale

Introduction générale

Pour une bonne qualité de vie, nous avons besoin d'un environnement propre avec des mesures cruciales pour protéger l'eau, le sol et l'atmosphère. aujourd'hui, avec la progression des méthodes analytiques, on constate une augmentation de la pollution des sols et, des eaux usées par divers composés organiques et inorganiques. actuellement, les sources agricoles et industrielles sont les principales sources de ces toxines et polluants, qui incluent les, métaux lourds, les plastifiants, les pesticides, les résidus pharmaceutiques, et les colorants. parmi eux, les colorants textiles sont fréquemment utilisés dans des applications industrielles telles que l'industrie textile, et le cuir [1].

Un défi majeur pour l'humanité au xxi^e siècle réside dans la pollution de l'eau. le traitement et la détection des polluants dans l'eau s'avèrent souvent complexes en raison de la grande diversité des polluants présentant des structures chimiques variées [2].

Les déchets colorés provenant de ces secteurs peuvent polluer les eaux résiduaires et constituer un danger pour la santé humaine du fait de leurs propriétés toxiques et cancérigènes. effectivement, les colorants possèdent généralement des structures des composés aromatiques complexes qui compliquent leur biodégradation et leur traitement. il est donc indispensable de gérer ces contaminants [3].

Les résidus de biomasse sont peu appréciés : peaux de pommes, noyaux de dattes, noyaux d'olives. les noyaux de fruits, les épis de maïs, les grains et le marc de café, les résidus de thé, la bagasse ainsi que la coque et les noyaux de noix de coco et d'abricot, qui sont riches en carbone, peuvent servir de matières premières pour la fabrication de charbon actif. ces alternatives moins onéreuses et renouvelables comparées au charbon actif commercial [4] .

L'adsorption est perçue comme une méthode efficace, peu importe la nature de l'adsorbat. Le charbon actif est l'adsorbant le plus fréquemment employé grâce à sa vaste surface spécifique et sa structure microporeuse, son importante réactivité de surface et son coût minime. Ce matériau a la capacité d'adsorber les molécules polluantes grâce à des interactions de type chimique ou physique [5] .

Le principe du traitement par adsorption est de piéger les colorants par un matériau solide appelé adsorbant. il existe, dans la littérature, plusieurs matériaux solides (argiles, zéolites, alumines activées, boue, biomasses, résidus agricoles, sous-produits industriels et charbon actif...) pouvant être utilisés dans des procédés de décoloration des eaux [6].

Introduction générale

L'objet de ce travail vise à comprendre l'effet des agents d'activation chimique sur le développement de la surface spécifique du charbon actif (CA) préparé par l'utilisation de différents activateurs et d'étudier leur effet sur la structure poreuse.

Dans ce cadre, nous avons préparé deux charbon actif à partir des noyaux de la plante *Washingtonia*, en raison de sa disponibilité et de sa facilité de traitement. Deux types d'activation chimique ont été adoptés : Basique en utilisant l'hydroxyde de potassium (KOH) et acide en utilisant l'acide phosphorique (H_3PO_4), afin de comparer l'effet de chaque type sur les propriétés de surface du charbon obtenu.

Les Charbons actifs obtenus ont été analysés par la spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR), et caractérisé par spectroscopie UV-Visible pour Détecter l'efficacité du charbon actif pour l'adsorption du rouge Congo.

Notre manuscrit est subdivisé en deux chapitres :

- Dans le premier chapitre de ce travail, une étude théorique approfondie des concepts de charbon actif, des techniques de préparation, des mécanismes d'adsorption, ainsi que des facteurs affectant la performance du charbon actif, en particulier dans le traitement de l'eau.
- Le deuxième chapitre, présente la méthodologie expérimentale suivie pour la préparation chimique des charbons à partir de noyaux de la plante *Washingtonia*, et étudié l'effet du type d'activation chimique sur les propriétés du matériau obtenu. L'efficacité du charbon actif préparé pour éliminer le rouge Congo : Un colorant synthétique largement utilisé dans les laboratoires et dans certaines applications industrielles. C'est une substance toxique et cancérigène. D'une solution aqueuse a été testée en utilisant la technique d'adsorption, ainsi que la présentation des différents résultats expérimentaux obtenus et leurs discussions.

Enfin une conclusion générale résume l'essentiel de notre travail.

Références bibliographique

- [1] M. F. Hanafi. N. Sapaw. Materials Today: Proceedings A review on the water problem associate with organic pollutants derived from phenol methyl orange and remazol brilliant blue dyes. Mater. Today Proc. vol. 31. 2021.
- [2] S. Benkhaya. M' Rabet S et El Harfi A review on classifications, recent synthesis and applications of textile dyes Inorg. vol. 115, 2020.
- [3] F. CHERDOUD. Elaboration caractérisation et application de nouveaux types de carbones activés pour élimination de polluants Thèse doctorat 2023-2024. Université Mohamed Boudiaf de M'sila .
- [4] F. BENAMROUI Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture Mémoire magister 2014. Université Ferhate Abbas Satif.
- [5] D. C. K. Ko. V. K. C. Lee J. F. Porter. G. McKay . Improved design and optimization models for the fixed bed adsorption of acid dye and zinc ions from effluents. J. Chem. Technol. Biotechnol. vol. 77. 2002.
- [6] D. Mlle. A KHALLADI et M. Fatima Elimination d'un polluant organique (Rouge Congo) par adsorption Mémoire de fin d'étude 2020. Université Ahmed Draïa Adrar.

Chapitre I

Etude bibliographique

I.1.Introduction

La pollution se définit comme une dégradation de l'environnement due à l'introduction de substances qui ne sont pas naturellement présentes dans l'air, l'eau ou le sol. elle provoque une perturbation de l'écosystème dont les effets peuvent conduire à la migration ou l'éradication de certaines espèces qui ne réussissent pas à s'ajuster aux modifications [1] .

La présence d'agents pharmaceutiques dans l'eau est qualifiée de contamination. les actions humaines peuvent provoquer des éléments physiques, chimiques ou biologiques qui rendent la dent inappropriée à son emploi. exploitation ou dégradation des écosystèmes aquatiques par l'homme [2] .

L'eau, étant une interface entre l'air et le sol, est actuellement considérée comme la principale préoccupation environnementale, car elle subit les contaminations de ces deux environnements on qualifie d'eau de polluée celle dont l'équilibre est durablement perturbé par l'ajout en volumes considérables de substances plus ou moins nocives, provenant de sources naturelles ou liées à des activités humaine [3] .

I.2.Sources de pollution**I.2.1.Pollution domestique**

Dans le cas d'un assainissement collectif ou individuel défectueux, des substances indésirables contenues dans les eaux vannes et des eaux ménagères peuvent être transférées dans à la nappe (matières organiques,détergents,solvants, antibiotiques, micro-organismes, etc.) ce phénomène se rencontre dans les situations de puits perdus, d'assainissement individuel à infiltration dans le sol mal structuré ou inapproprié en termes de dimensions, ainsi que dans le cas des stations d'épuration urbaines qui sont surpeuplées, entre autres (figure. I.1).

les déchets ménagers amassés dans des dépôts illégaux ou non conformes (centre d'enfouissement technique) libèrent aussi des lixiviats chargés de polluants [4] .



Figure. I. 1.Pollution domestique.

I.2.2 .Pollution urbaine

Dans un contexte urbain (figure. I.2), les sources de pollution sont librement repérables, elles se composent principalement des eaux de pluie, des résidus issus du traitement de la pollution domestique, et des résidus provenant du traitement des déchets ménagers. elle se distingue par :

- un taux significatif de matières minérales en suspension (sables, gravier, poussières) ;
- la présence en grand nombre de déchets solides ;
- des niveaux élevés de substances toxiques et d'hydrocarbures proviennent principalement du lavage des parkings, des résidus d'échappement des véhicules et des résidus de corrosion des équipements métalliques [5] .



Figure. I. 2. Pollution Urbain.

I.2.3.Pollution industrielle

La nature des polluants industriels(figure. I.3) varie selon le type d'activité industrielle.

exemples de polluants industriels :

- matières organiques et graisses (agroalimentaire, abattoirs).
- hydrocarbures (pétrole, transports).
- acides, bases, produits chimiques (chimie, tanneries).
- la diversité des rejets industriels nécessite des stratégies de gestion de la pollution spécifiques à chaque secteur [1] .



Figure. I. 3.Pollution Industrielle.

I.2.4 . Pollution agricole

Depuis que l'agriculture a été industrialisée, cette forme de pollution n'a cessé d'augmenter. les pollutions agricoles (figure.I.4)se rapportent à la fois aux produits de culture (pesticides et fertilisants) et à l'élevage (fumier et déjections animales). la pollution issue de l'agriculture est spécifique car elle atteint la station de traitement uniquement de façon indirecte. c'est particulièrement vrai pour les engrais et pesticides qui passent d'abord par les environnements naturels (nappes phr éatiques, rivières.....) [6] .



Figure.I. 4. Pollution Agricole.

I.2.5 .Pollution accidentelle

Les activités humaines, courantes et accidentelles, menacent la qualité de l'eau et peuvent causer des crises sanitaires. la pollution accidentelle (Figure .I.5) de l'eau a trois causes principales :

- **Accidents de transport de matières dangereuses** : fréquents, surtout avec les poids lourds.
- **Incendies de bâtiments proches des réseaux d'eau** : l'eau d'extinction peut entraîner des polluants vers les systèmes de gestion des eaux pluviales.
- **Accidents industriels** : Ruptures ou débordements de cuves/canalisation [7] .



Figure. I. 5.Pollution Accidentelle.

I.3.Types de polluants**I.3.1.Matières organiques fermentescibles (MOF)**

Ils représentent, de manière évidente, la principale source de pollution des ressources aquatiques. Ces substances organiques (excréments d'animaux et d'humains, huiles, etc.) proviennent principalement des eaux usées domestiques, mais aussi des rejets industriels (secteur agroalimentaire).

Le premier effet de cette pollution est la diminution en oxygène des environnements aquatiques, ce qui a un impact évident sur la survie de la faune [8] .

I.3.2.Eléments minéraux nutritifs

(nitrates et phosphates), qui proviennent majoritairement de l'agriculture et des rejets domestiques, attirent également l'attention des intervenants concernés par la gestion de l'eau. En effet, ils soulèvent des questions tant en termes de dégradation de l'environnement due à

une prolifération végétale (eutrophisation...), que des complications surviennent lors de la production d'eau potable [9] .

I.3.3 . Métaux lourds

Mercure, cuivre, cadmium et autres constituent une source d'inquiétude lorsqu'ils sont impliqués dans la contamination des ressources hydriques. Leur toxicité peut non seulement avoir de graves conséquences pour l'environnement aquatique, cependant, leur concentration le long de la chaîne alimentaire pourrait entraîner des conséquences variables sur la santé humaine [10] .

I.3.4. La pollution des eaux par les composés organiques de synthèse

(notamment les produits phytosanitaires) s'est intensifiée ces dernières décennies avec le développement agricole. Des concentrations élevées de pesticides compliquent la production d'eau potable et peuvent s'accumuler dans la chaîne alimentaire. Les hydrocarbures contaminent également les ressources en eau via les rejets industriels, les garages, le ruissellement routier et les effluents domestiques [11] .

I.3.5 .Colorants

Les colorants trouvent une large application dans les imprimeries, l'alimentation, les cosmétiques et le secteur clinique. Toutefois, ils sont particulièrement prisés dans l'industrie du textile en raison de leur stabilité chimique, de leur facilité de synthèse et de leur large palette de couleurs. Toutefois, ces teintures sont à la source de la pollution. Une fois éliminés, ils sont libérés dans l'environnement [12] .

Les colorants sont des substances capables d'apporter une couleur à un support en s'y adhérent. Cette caractéristique est intrinsèquement connectée à la structure et à la composition chimique du matériau. Effectivement, un colorant est un matériau « chromogène » qui absorbe la lumière dans le spectre visible qui renvoie les teintes complémentaires à celles qu'elle a absorbées. Cela est dû à l'absorption spécifique d'énergie par des groupes d'atomes connus sous le nom de « chromophores » [13] .

Les groupes chromophores et auxochromes les plus importants sont classés par intensité décroissante dans le tableau (Tableau I.1) [14] .

Tableau I.1.Principaux groupes chromophores et auxochromes.

Groupes chromophores	Groupes auxochromes
Azo (-N=N-)	Amine primaire (-NH ₂)
Carbonyle (>C=O)	Amine secondaire (-NHR)
Nitro (-NO ₂)	Amine tertiaire (-NR ₂)
Nitroso (-N=O)	Hydroxy (-OH)
Thiocarbonyle (>C=S)	Alkoxy (-OR)
Vinyl (-CH=CH-)	Donneur d'électrons (-Cl)

I.3.5.1.Classification des colorants

Le principe de classification est généralement appliqué aux industries de textiles, cela est basé sur leurs structures chimiques et sur leurs méthodes et domaines d'utilisations (textile, papeterie, bois ou matières plastiques).

I.3.5.2.Classification chimique

Le classement des colorants selon leur structure chimique repose sur la nature du groupement chromophore [15] .

I.3.5.3.Classification tinctoriale

Tandis que la classification chimique intéresse le producteur de colorants, le teinturier opte pour une organisation basée sur les domaines d'utilisation. Par conséquent, il est informé sur la capacité du colorant à se dissoudre dans le bain de teinture, son attrait pour différentes fibres et sur la Caractéristique de l'attachement. En fonction de la liaison entre le colorant et le substrat, qui peut être de type : ionique, hydrogène, Van der Waals ou covalent. On identifie diverses catégories, cette fois-ci déterminées par les auxochromes [16] .

I.4.Le Rouge congo

Le rouge Congo est une molécule diazoïque, c'est-à-dire qu'elle possède deux fois la structure de l'azobenzène. Le rouge Congo(Figure. I.6), un colorant organique dont l'utilisation a diminué à cause de sa toxicité, sert aussi d'indicateur de pH. Il est également employé en tant que colorant. Analyse histologique pour un diagnostic définitif de l'amyloïdose hépatique [17] .

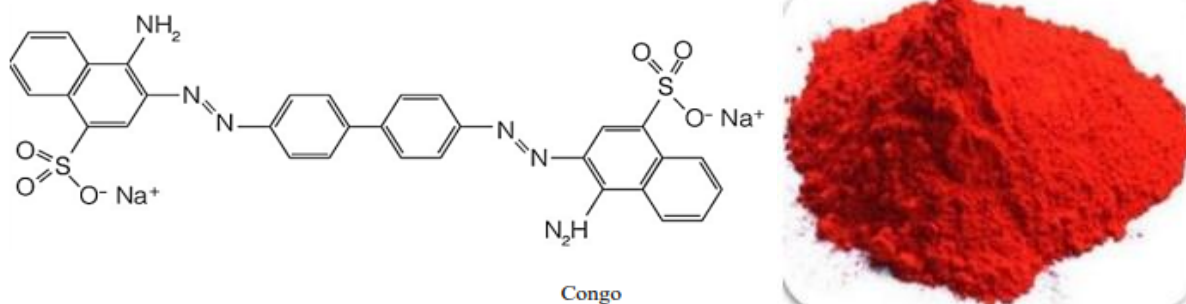


Figure. I. 6.Aspect visuel de la poudre et structure chimique du colorant rouge.

Tableau. I.2 .Propriétés Physico–Chimiques du Rouge Congo [17] .

Nom usuel	rouge Congo		
Formule moléculaire	$C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$		
Masse molaire (g/mol)	$696,663 \pm 0,04$ g/mol		
Solubilité dans l'eau (g/l) à 20°C	25 g·L ⁻¹ dans l'eau à 20 °C très soluble dans l'alcool		
Point de fusion (°C)	>360 °C		
Forme acide et forme basique en fonction du Ph	forme acide bleu	zone de virage pH 3.0 à pH 5.2	forme basique rouge

I.4.1.Toxicité de rouge congo

Il est crucial de souligner que le rouge congo à l'état pur présente les caractéristiques de danger suivantes :

- Nocif en contact avec la peau.
- Cause des brûlures.
- Le produit pur est toxique par ingestion et peut causer la mort à une dose élevée, bien sûr : le RC est mortel à une dose de 1,43 g/kg de poids humain [18] .

I.5. Phénomène d'adsorption

L'adsorption à l'interface soluté/solide est un processus physique ou chimique qui implique la fixation de molécules présentes dans des effluents liquides ou gazeux sur la surface d'un matériau solide. Ce phénomène (Figure I.7) est lié tant à cette interface qu'aux propriétés Physico-chimiques de l'adsorbat. L'adsorption fait référence à une ou plusieurs connexions chimiques covalentes, électrostatiques ou simplement physiques entre l'adsorbat et l'adsorbant [19] .

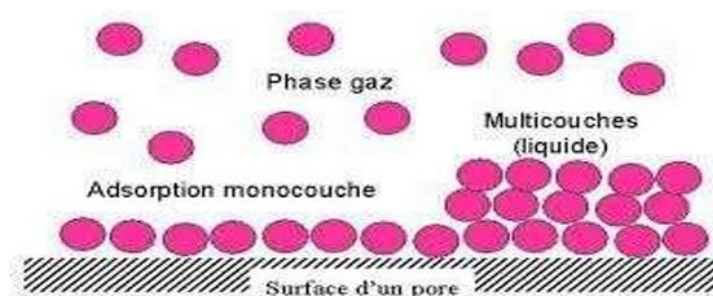


Figure.I. 7. Schéma Simplifié Représentant le Phénomène d'Adsorption.

Lors du processus d'adsorption, le transfert de masse signifie que les molécules se déplacent de la phase liquide vers le centre de l'adsorbant, opérant à l'intérieur des grains d'adsorbant. Ces matériaux possèdent des surfaces spécifiques étendues, généralement élaborées sur des substrats industriels poreux. Lorsqu'une espèce chimique, tel qu'un polluant dans une solution aqueuse, est soumise à un processus d'adsorption, le passage de la phase liquide à la phase solide se réalise en plusieurs phases distinctes (Figure I.8) :

- a- Diffusion Externe :** C'est le transfert initial du soluté depuis la phase liquide ou gazeuse vers la surface externe de l'adsorbant.
- b- Diffusion Interne :** Les molécules du liquide pénètrent à l'intérieur des pores de l'adsorbant.
- c- Diffusion de Surface :** Cette étape correspond à l'adhésion des particules à la surface des pores de l'adsorbant.

Après avoir franchi ces étapes, l'espèce à adsorber parvient au site d'adsorption où elle est effectuée en fonction de l'intensité du lien établi, que ce soit par physisorption (adsorption physique) ou chimisorption (adsorption chimique) [20] .

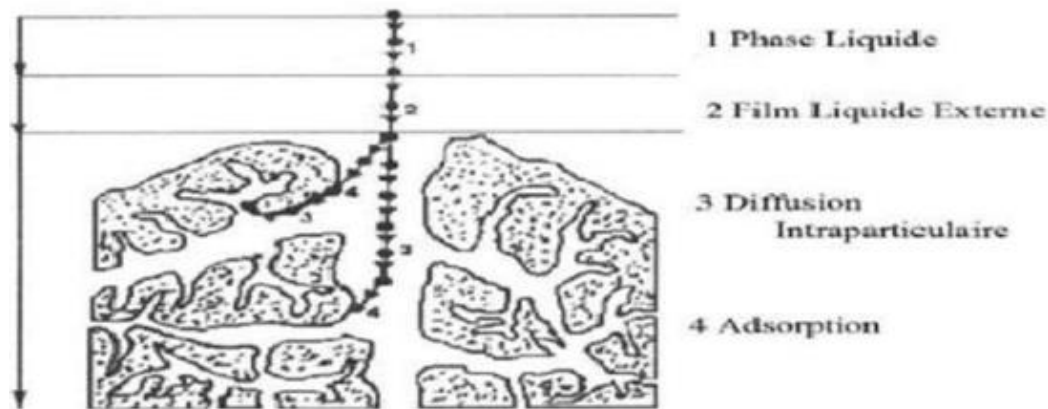


Figure.I. 8.Schéma Simplifié du Principe d'Adsorption en Phase Liquide Sur une Particule de Charbon Actif.

I.5.1. Les types d'adsorption

I.5.1.1. Adsorption physique

L'adsorption physique, ou physisorption, implique des interactions très légères entre des entités moléculaires, telles que les forces d'attraction de van der Waals et les forces résultant des interactions électrostatiques de polarisation. Elle est réversible et manque de spécificité. L'adsorption physique se définit comme rapide et habituellement restreinte par les processus de diffusion. La puissance des interactions impliquées peut être évaluée par l'énergie d'adsorption, qui se situe entre 5 et 40 kJ/mol et est qualifiée de faible : la désorption pourrait donc être complète [21] .

I.5.1.2. Adsorption chimique

La chimie d'adsorption ou la chimisorption. Elle ne se manifeste que sous forme de monocouche et, de surcroît, les substances chimisorbées sur la surface solide sont difficilement supprimées en raison des forces plus significatives impliquées. L'adsorption est Caractérisée par l'établissement d'interactions chimiques intenses entre les molécules de l'adsorbat et la surface de l'adsorbant, généralement provoqué par le transfert d'électrons. La chimisorption est un processus irréversible et lent, qui s'accompagne d'un changement important dans l'énergie d'activation [22] .

I.5.1.3. Application d'adsorption

Les nombreuses applications techniques de l'adsorption résultent de trois caractéristiques qui la différencie des autres procédés de séparation, à savoir:

- ✓ La rétention de très petites particules, comme par exemple les colloïdes ;

- ✓ La rétention des composants à très faible concentration, par exemples des impuretés ou des molécules et ions métalliques qui confèrent au produit couleurs, odeurs, ou saveurs désagréables, voir une toxicité ;
- ✓ La sélectivité de l'adsorbant par apport à certains constituants du mélange. Parmi les applications, on cite :
 - Le séchage, purification et désodorisation des gaz ;
 - Le raffinage des produits pétroliers ;
 - La déshumidification et la désodorisation de l'air ;
 - La récupération des solvants volatils et de l'alcool dans le processus de fermentation;
 - La décoloration des liquides ;
 - La chromatographie gazeuse [23] .

I.6.1 Volume poreux et taille des pores caractéristiques d'un solide poreux

Un solide poreux est caractérisé par le volume de substance adsorbée requis pour saturer l'ensemble de ses pores ouverts par unité de masse, généralement exprimé en cm^3/g . Selon la classification de l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC), les pores sont classés en trois catégories principales en fonction de leur diamètre (figure. I. 9) :

- **Micropores** : diamètre inférieur à 2 nanomètres.
- **Mésopores** : diamètre compris entre 2 et 50 nanomètres.
- **Macropores** : diamètre supérieur à 50 nanomètres [24] .

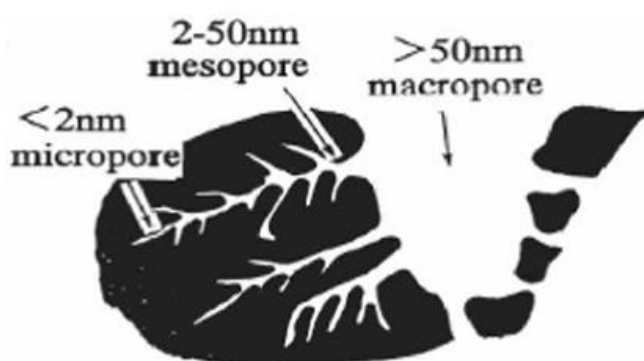


Figure. I. 9. Structure des pores du charbon actif.

I.7. Charbon Actif

Le charbon Actif, également Appelé Charbon activé ou carbone activé, est un matériau principalement composé de matière carbonée présentant une structure poreuse. On désigne sous le terme de charbon actif tout charbon qui a bénéficié d'un traitement spécifique et qui, par conséquent, possède une capacité considérable à lier et à retenir certaines molécules mises en contact avec lui. C'est une structure (Figure I.10) amorphe majoritairement constituée d'atomes de carbone, habituellement produite suite à une phase de carbonisation d'un précurseur à haute température. La composition du charbon actif est similaire à celle du graphite, organisée en un empilement de couches planes d'atomes de carbone disposés de manière hexagonale régulière [24] .

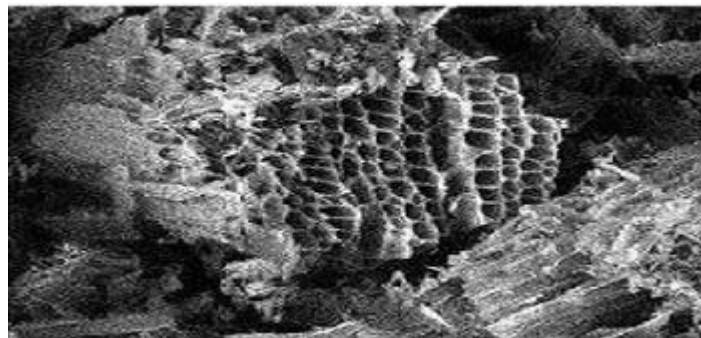


Figure. I. 10. Structure du charbon actif vu sous un microscope électronique.

I.7.1. Les Différentes formes du charbon actif

I.7.1.1. Charbon Actif en Poudre CAP

Le charbon actif en poudre se présente sous forme de particules entre 10 et 50 μm . Il est souvent utilisé dans le traitement et la purification de l'eau. (figure. I.11) Il est introduit dans l'eau sous forme de suspension épaisse, introduit en continu dans les stations de traitements d'eaux potables avec le floculant puis extrait de l'eau avec la boue [25] .



Figure. I. 11.Le Charbon actif sous Forme Poudre (CAP).

I.7.1.2.Charbon actif grains (CAG)

Les CAG présentent une forme irrégulière et leur dimension peut aller de 0,2 à 3 mm. On l'utilise généralement sous forme de lit filtrant où l'eau à traiter y circule pour supprimer les contaminants microbiologiques et les substances organiques présentes dans l'eau. L'eau épurée des polluants rencontre Des fractions de charbon actif de moins en moins saturées deviennent de ce fait de plus en plus actives. On estime que la surface du CAG (figure. I.12) varie entre 600 et 2500 m²/g [26] .



Figure.I. 12.Le Charbon Actif sous forme Granulaire (CAG).

I.7.1.3.Charbons Actifs de Forme Sphérique (CAS)

Katori et al. ainsi que nagai et al. ont élaboré la méthode de confection de charbons actifs sphériques (figure.13) à partir du 'pitch'. le pitch est fusionné en présence de naphthalène ou de tétraline, puis transformé en sphères. les sphères, lorsqu'elles sont en présence du solvant. les substances naphthaléniques libèrent le naphthalène et génèrent une structure poreuse. ainsi, ces sphères poreuses sont soumises à une température variant de 100 à 400°C en présence de gaz oxydants. les charbons actifs ainsi fabriqués ont une capacité d'adsorption remarquable pour le SO₂ et le NO₂ [27].



Figure. I.13.Charbon Actif sous Forme Sphérique (CAS).

I.7.2. Préparation du charbon activé

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

➤ **L'activation physique**

L'activation physique permet de développer les pores existants et d'en créer d'autres. Elle est réalisée entre 800°C et 1000°C en présence d'un gaz faiblement oxydant (air), de vapeur d'eau, de CO₂, ou encore d'un mélange de ces gaz [28] .

➤ **L'Activation chimique**

Un autre moyen de produire des charbons actifs est l'activation chimique. Elle implique la saturation du matériau initial avec une solution concentrée d'un agent hautement oxydant et/ou

déshydratant (comme l'acide phosphorique, le chlorure de zinc, l'hydroxyde de potassium,...). Ensuite, le matériau subit une pyrolyse à des températures allant de 400°C à 800°C, puis il est lavé et séché. On obtient donc le charbon actif en une seule phase [29] .

I.8. Techniques de caractérisations

I.8.1. Spectroscopie infra rouge à transformée de fourier (IRTF)

La méthode de spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier facilite l'identification de divers groupements fonctionnels, engendrés par les traitements effectués et les réactions de surface (telles que la carbonisation, l'activation chimique, etc.). Cependant, elle comporte plusieurs désavantages. Parce que l'analyse des spectres demeure délicate en raison du chevauchement des bandes [30] .

Dans cette étude, les analyses Infrarouge ont été réalisées sur un spectrophotomètre à transformé de Fourier (FTIR) de marque SHIMADZU FTIR-8400S piloté par un micro ordinateur. Est installé au laboratoire de chimie de l'université de Biskra (Figure I.14)[31] . Le domaine infrarouge entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} (2.5 – 25 μm) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécule [32] .



Figure. I. 14. Spectrophotomètre à Transformé de Fourier (FTIR) de Marque SHIMADZU FTIR-8400S.

I.8.2.Spectroscopie UV-Visible

La Spectrophotométrie UV-Visible (figure.I.15) est une méthode d'analyse qui repose sur la mesure de l'absorption de la lumière par une solution en fonction de la concentration de l'analyte, conformément à la loi de Beer-Lambert. Cette technique spectroscopique, basée sur l'interaction entre la matière et le rayonnement électromagnétique, permet une identification (analyse qualitative) et une quantification (analyse quantitative) aisées des composés. Loi de B  er- Lambert :

$$A = \text{Log } I_0 / I = \epsilon \cdot L \cdot C$$

O   :

A : D  signe l'absorbance (sans dimension).

I_0 : Intensit   de faisceau lumineux incident (avant l'absorption).

I : Intensit   de faisceau lumineux sortant (apr  s l'absorption).

ϵ : Coefficient d'absorption molaire ($\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$).

L : L'  paisseur de la solution travers  e ou trajet optique (cm).

C : La concentration molaire de l'  chantillon dans la solution ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$) [34] .



Figure.I. 15.Spectroscopie UV-Visible.

Références Bibliographique

- [1] B. Assia. H.Hana Contribution à l'étude de la qualité physico chimique et bactériologique de l'eau du Barrage Hammam Debagh –Guelma- Mémoire de master 2016. Université 8 Mai 1945 Guelma
- [2] A. ChanezManel.Dépollution d'une eau usée par adsorption Mémoire de master2024. Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi - Bordj Bou Arreridj
- [3] A.Wissem evaluation de la qualite physico-chimique et bacteriologique des eaux souterraines: cas des puits de la region d'el-harrouch (wilaya de skikda) .thèse de doctorat 2017. universite badji mokhtar – annaba
- [4] D. ZIANI. quantification de la pollution anthropique des eaux souterraines de l'aquifere de ain djasser. est algerien.thèse de doctorat 2017. Université Ben Boulaïd-Batna 2
- [5] R. Benchabane et N. Merzoug. Contribution a l'étude de la qualité bactériologique et phytoplancton que de l'eau du marais Boussedra el boni. Mémoire de Master2015 Université 8 Mai 1945 Guelma
- [6] L. graini. Contrôle de la pollution de l'eau par méthode acousto-optique. mémoire master 2011. universite ferhat abbas-setif
- [7] L. Karima. CHORFI Soumia. Impact de la pollution des eaux sur l'environnement.mémoire de master 2021. Université de Larbi Tebessi –Tébessa
- [8] Mustapha DJEBBAR, «Argile de Maghnia purification et adsorption de polluants», 2014.Université d'Oran.
- [9] Mayet J.1994, « La pratique de l'eau, le Moniteur » Paris 2eme édition
- [10] F. Edeline, « Traitement des eaux industrielles chargées en métaux lourds » 1993. édition CEDEDLOC, Liège.
- [11] M.Khaled Bechki. Préparation et caracterisation du charbon actif à partir des noyaux du palmier dattier et des coquilles des noix. 2018 . universite kasdi merbah – ouargla
- [12] M. soriya.Synthèse. caractérisation de charbons actifs fonctionnalisés et étude de leurs applications en élimination de polluants.Thèse doctorat2021. Université Mohamed Boudiaf de M'sila
- [13] D. Abdallah. H. Nasreddine. Modélisation par la méthode du plan d'expériences de la capacité d'adsorption des colorants par des microsphères préparées par la méthode de pulvérisation séchage. Mémoire de master 2021. Université Ahmed Draïa Adrar
- [14] A. Benazzouz Mounia. Etude de l'élimination du bleu de méthylène et de composés organiques toxiques à partir de solutions aqueuses par un biosorbant non conventionnel,

Claviceps purpurea hébergé par Elytrigia repens L: Implications sur la dépollution de l'eau et cas d'études. Thèse doctorat 2019. Université 8 Mai 1945 Guelma

[15] R. djebar. etude de la decoloration du (bm) en milieu heterogene et homogene

Memoire de master 2019. universite badji mokhtar-annaba

[16] R. Amina.D.kheira. Elimination d'un colorant « Indigo Carmine » par adsorption sur charbon actif. Mémoire Master.2020. universite de saïda - dr moulay tahar

[17] C. Imane. B. Amina .Elimination du Rouge Congo par le procédé photo Fenton. Mémoire de master 2023. universite mohamed el bachir el ibrahimi – bordj

[18] B. Djamila. Optimisation des paramètres de l'élimination du rouge congo de l'eau par un biomatériau.mémoire Master 2021. universite ahmed draia adrar

[19] L. Kahina. Valorisation de l'artichaut dans la dépollution des eaux. Thèse Doctorat2018. universite m'hamed bougara-boumerdes

[20] A .Amel Adsorption de Rouge de Congo par une argile locale activé. mémoire Master2024 université de mohamed el-bachir el-ibrahimi - bordj bou arreridj

[21] T. chouchane. synthese, caracterisation et applicationde materiaux catalytiques. these de doctorat.2009 universite badji mokhtar -annaba

[22] Z. bencheqroun. Etude de l'adsorption des colorants textiles simples ou mélangés sur des matériaux naturels: mode batch et dynamique .Thèse de doctorat 2021. Universite sidi mohamed ben abdellah

[23] k. allah meriem. settara oumaima. Caractérisation et étude de la bioadsorption d'un colorant basique en milieu aqueux par le Typha comme bioadsorbant.mémoire de master 2023.

Universite - badji mokhtar -annaba

[24] A. Tahar, J.M. Choubert, P. Molle, M. Coquery. Matériaux adsorbants pour La rétention et le traitement de substances pharmaceutiques phytosanitaires,2010. Office national de l'eau et des milieux aquatiques, Cemagref

[25] B. Halima Setti. Effets synergiques et pouvoir adsorbant du charbon actif dans l'élimination de deux colorants azoïques.thèse de doctorat2023. université mohamed khider – biskra

- [26] S. A.Degrément. Mémento technique de l'eau. book.10ème Ed. Degrémont-Suez. Rueil Malmaison 2005. 1718p
- [27] S.haddoum. F.meziani. elaboration de charbons actifs : application dans les procedes de depollution. Mémoire de Master2015. ecole nationale polytechnique
- [28] Z. abdellatif née chennouf. preparation de charbon mesoporeux actif a base de polymeres synthetiques et derives ligno-cellulosiques et application dans l'adsorption des polluants organiques.thèse doctorat2017. Université blida 1
- [29] M. Lamine sekirifa. Étude des propriétés adsorbantes des charbons activés issus des noyaux de dattes. Application au traitement d'effluent aqueux.thèse doctorat2013. Universite - badji mokhtar -annaba
- [30] M. benkartossa.ussautilisation de bio-sorbants dans l'adsorption de plus d'un polluant.thèse de doctorat2021 . Université de Constantine 3
- [31] F. Gomri, « Synthèses et caractérisations d'argiles cationiques et anioniques organophiles. Elimination des chlorophénols. »,2010 universite ferhat abbas setif
- [32] A. BERKOUK, « Étude mécanique et dynamique de compositions polymériques à base de PVC »,2019. université mohamed khider de biskra
- [33] M. Lamy. S. Khaoula .S.I Samiya. Exploitation des propriétés adsorbantes de la vermiculite dans le domaine de traitement des eaux.mémoire de master2019. universite mohamed boudiaf - m'sila

Chapitre II

Synthèse et Caractérisation des matériaux

II.1. Introduction

Dans ce chapitre, deux charbons actifs ont été préparés à partir de noyaux de palmier *Washingtonia* en utilisant deux agents d'activation chimique différents : le premier est l'hydroxyde de potassium (KOH), le seconde est l'acide phosphorique (H_3PO_4).

Ce travail vise à étudier l'influence de chacun de ces agents activant sur les propriétés des charbons obtenus, via une série d'analyses physico-chimiques, afin d'évaluer son efficacité dans les applications de traitement environnemental.

II.2. Définition de *washingtonia*

La *Washingtonia* est un genre de plantes de la famille des Arecaceae (palmiers), comprenant deux espèces : *Washingtonia Filifera* et *Washingtonia robusta*. Originaires du sud-ouest des États-Unis et du nord du Mexique, ces palmiers sont aujourd'hui largement cultivés dans le monde entier en raison de leur adaptabilité et de leur apparence attrayante. Historiquement, les *Washingtonia* étaient utilisés par les peuples autochtones d'Amérique du Nord pour leurs feuilles, qui servaient à la fabrication de nattes, de paniers et de toitures. Aujourd'hui, ces palmiers sont souvent plantés dans les jardins publics, les parcs et les rues des villes pour leur valeur ornementa .

Sur le marché, les plante sont prisées pour leur développement rapide , leur robustesse face à la sécheresse et leuix aptitude à s'adapter à divers types de sols et conditions météorologiques. Toutefois, un entretien régulier est nécessaire pour ces derniers, notamment pour enlever les feuilles mortes. et éviter l'accumulation de débris autour de la base de la plant [1] .L'échantillon a été prélevé à l'Université Mohamed Khi der de Biskra (Figure.II. 1.).



Figure.II. 1.Plante *Washingtonia*.

II.3. Synthèse des Charbons Actifs

Dans le cadre de cette étude, nous avons préparé deux types de charbons activés en recourant à deux agents d'activation chimique distincts : KOH (CA1) et H_3PO_4 (CA2). Les charbons ont été synthétisés à partir de noyaux de Washingtonia, utilisés comme matière première, dans le but d'analyser leurs propriétés et de mieux comprendre les mécanismes d'activation en fonction de l'agent utilisé.

Cette démarche vise à évaluer leur efficacité pour des applications ciblées, notamment l'adsorption du colorant dangereux Rouge Congo à partir de solutions aqueuses.

II.3.1. Préparation du charbon activé (CA1)

La procédure de synthèse du charbon activé (CA1) est illustrée dans la (figure II.2), offrant une vue d'ensemble visuelle du processus de production. Ce schéma présente les étapes clés impliquées dans la synthèse, permettant une compréhension claire des différentes phases successives.

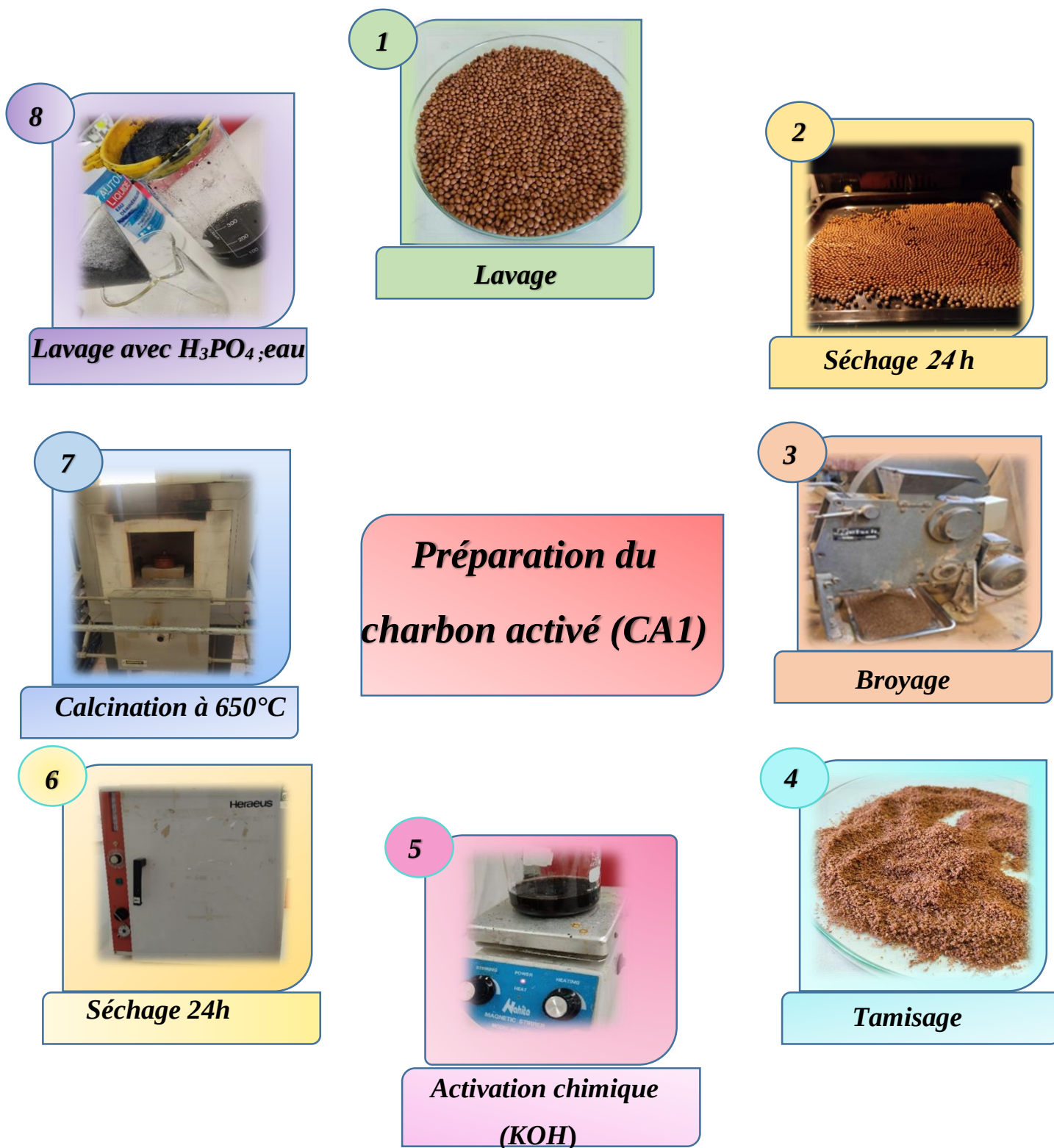


Figure.II. 2. Schéma de préparation (CA1).

➤ **Lavage**

Le lavage initial des graines est effectué à l'eau du robinet, suivi d'un rinçage à l'eau distillée pour éliminer minutieusement les impuretés. Cette procédure de lavage en deux étapes permet de garantir l'élimination complète des contaminants présents sur les graines, les préparant ainsi pour les étapes suivantes du processus, comme indiqué dans la (figure II.3).



Figure. II. 3. Les noyaux de Washingtonia lavé.

➤ **Séchage**

Placer les graines dans une étuve pendant 24h. La température est réglée à 110°C pour permettre un séchage efficace, comme le montre la (figure II.4).



Figure.II. 4 Noyaux séchés.

➤ **Broyage**

Pour broyage de l'échantillon, un broyeur mécanique (METSCH), modèle B1 Masch.Nr.45690 a été utilisé pour le broyage des noyaux en petits grains(Figure.II. 5.).



Figure.II. 5.Un broyeur .

➤ **Tamissage**

À ce stade, les échantillons broyés doivent être tamisés à l'aide d'un tamis pour obtenir des fractions de particules d'un diamètre inférieur à 0,5 mm (Figure.II. 6).



Figure.II. 6.Les noyaux a prié le tamissage.

➤ **Activation chimique**

Après le broyage de la matière première, les particules obtenues ont été imprégnées avec une solution de KOH selon un rapport massique de 1:1 (masse :masse). Le mélange a été ensuite soumis à une agitation pendant 6 heures à l'aide d'un agitateur magnétique, afin d'assurer une répartition homogène de l'agent chimique d'activation. L'échantillon a ensuite été séché dans une étuve à 110 °C pendant 24 heures en vue d'éliminer l'humidité résiduelle (figure II.7).



A)

B)

Figure.II. 7. A) Poudres activés chimiquement KOH. B) étuve.

➤ Pyrolyse

Ce processus est essentiel pour transformer la matière première en charbon actif dans un four à moufle Naperthem (figureII.8) à une température de 650°C pendant 1:30 heures, avec une vitesse de chauffage de 5 °C par minute.



Figure.II. 8. Calcination des grènes CA1 dans le four moufle .

➤ Lavage aprèsL'activation chimique

charbon (CA1)on le lave pour éliminer les excès des hydroxydes de potassium KOH et Pour minimiser le gaspillage de l'eau, le lavage a été réalisé à l'aide d'une solution diluée d'acide phosphorique H_3PO_4 ensuite, un lavage à l'eau distillée a été réalisé jusqu' à pH=7(figureII.9). Puis séché dans l'étuve à 110°C pendant 24 heures(figureII.10) .



Figure. II. 9.Le charbon actif après la pyrolyse, lavage et filtration.



Figure. II. 10.Le charbon actif après le Séchage.

II.3.1.1. Résultats et discussion

II.3.1.1.1. Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les groupes fonctionnels de surface de (CA1) ont été déterminés par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier a été réalisée à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier équipé d'un SHIMADZU FTIR-8400s(Figure.II.12), Shimizu, fonctionnant à $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ et en utilisant la méthode des pastilles de KBr. Les échantillons d'analyse se présentent sous la forme de pastilles.

Ils sont préparés en mélangeant 0,2 g de KBr et 0,001 g d'échantillon, qui est broyé dans un

mortier d'agate puis compacté . Puis pressé à l'aide d'une presse hydraulique, comme le montre la (figure. II .11) .



Figure. II. 11. Préparation des la Pastilles.



Figure. II. 12. Spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier FTIR- Shimizu FTIR-8400.

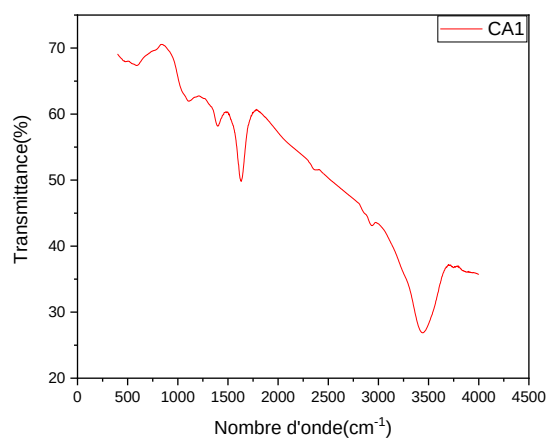


Figure II.13. Spectre infrarouge du charbon actif (CA1).

Pour évaluer qualitativement la qualité du charbon actif obtenu, les spectres FTIR ont été acquis comme illustré à la (Figure II.13). Le spectre FTIR du charbon actif AC1 indique la présence de plusieurs groupes fonctionnels :

La large bande à 3423 cm^{-1} est associée à la vibration d'élongation du groupe fonctionnel hydroxyle ($-\text{OH}$). Le pic très faible à 1644 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation des liaisons $\text{C}=\text{C}$ des cycles aromatiques. Enfin, le pic très faible à environ 1079 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation du groupe $\text{C}-\text{O}$ présent dans les alcools, phénols, éthers ou ester [2].

II.3.1.1.2. Point de Charge nulle (PZC)

Le pHPZC, ou pH au point de charge zéro, fait référence à la mesure du pH à laquelle la surface du charbon ne présente aucune charge nette. Ce paramètre joue un rôle crucial dans les phénomènes d'adsorption, particulièrement lorsqu'il s'agit de forces électrostatiques Procédés d'adsorption .

Une solution 1N de NaCl a été préparée puis ajustée à différentes valeurs initiales de pH: 2, 3, 4, 6, 7, 8 et 10, en ajoutant des gouttes d'une solution d'acide chlorhydrique (HCl : 0.1 N) et une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH :0.1N) (Figure. II .14) .Un volume de 25 ml de chaque solution a été transféré dans un bécher contenant 0,1 g de(CA1). Les échantillons ont ensuite été agités en continu pendant 48 heures à température ambiante. Après cette période, les valeurs finales du pH ont été mesurées La valeur du pHPZC est définie lorsque le pHfinal se trouve être identique au pHinitial. (Le pHPZC est le point d'intersection où la courbe $\text{pH}_{\text{initial}} = \text{pH}_{\text{final}}$ croise la ligne $\text{pH}_{\text{final}} = \text{pH}_{\text{initial}}$)(figure. II.15) [3].



Figure. II. 14.Régulation des valeurs du pH à l'aide d'un pH-mètre.

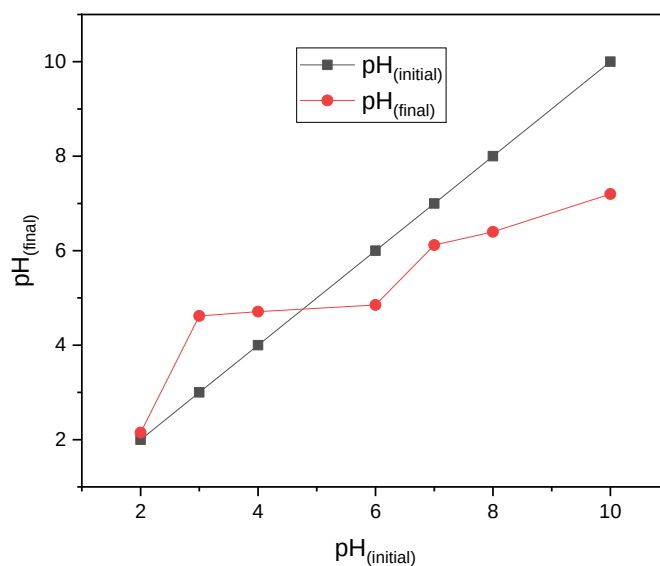


Figure. II. 15. Courbe de point de charge zéro (PZC).

Sur la base de la courbe figure. II.15, le point de charge zéro (PZC) du CA1 peut être déterminé à un $\text{pH} = 4,76$. Il s'agit du point d'intersection entre les valeurs initiales et finales du pH , c'est-à-dire lorsque le pH initial est égal au pH final. Ce constat s'explique par le PZC de l'adsorbant ou à des pH supérieurs au PZC, où la surface devient chargée négativement, favorisant ainsi une interaction électrostatique entre le BM et le composite. À des pH inférieurs à PZC, la La surface acquiert une charge positive, entraînant ensuite une répulsion électrostatique entre les deux entités [4].

II.3.2. Préparation du Charbon Activé (CA2)

Nous avons préparé l'échantillon CA2 selon la même méthode utilisée pour CA1. La différence réside dans l'étape d'activation chimique : le CA1 a été activé avec KOH, tandis que le CA2 a été activé avec H_3PO_4 (Figure II.16).

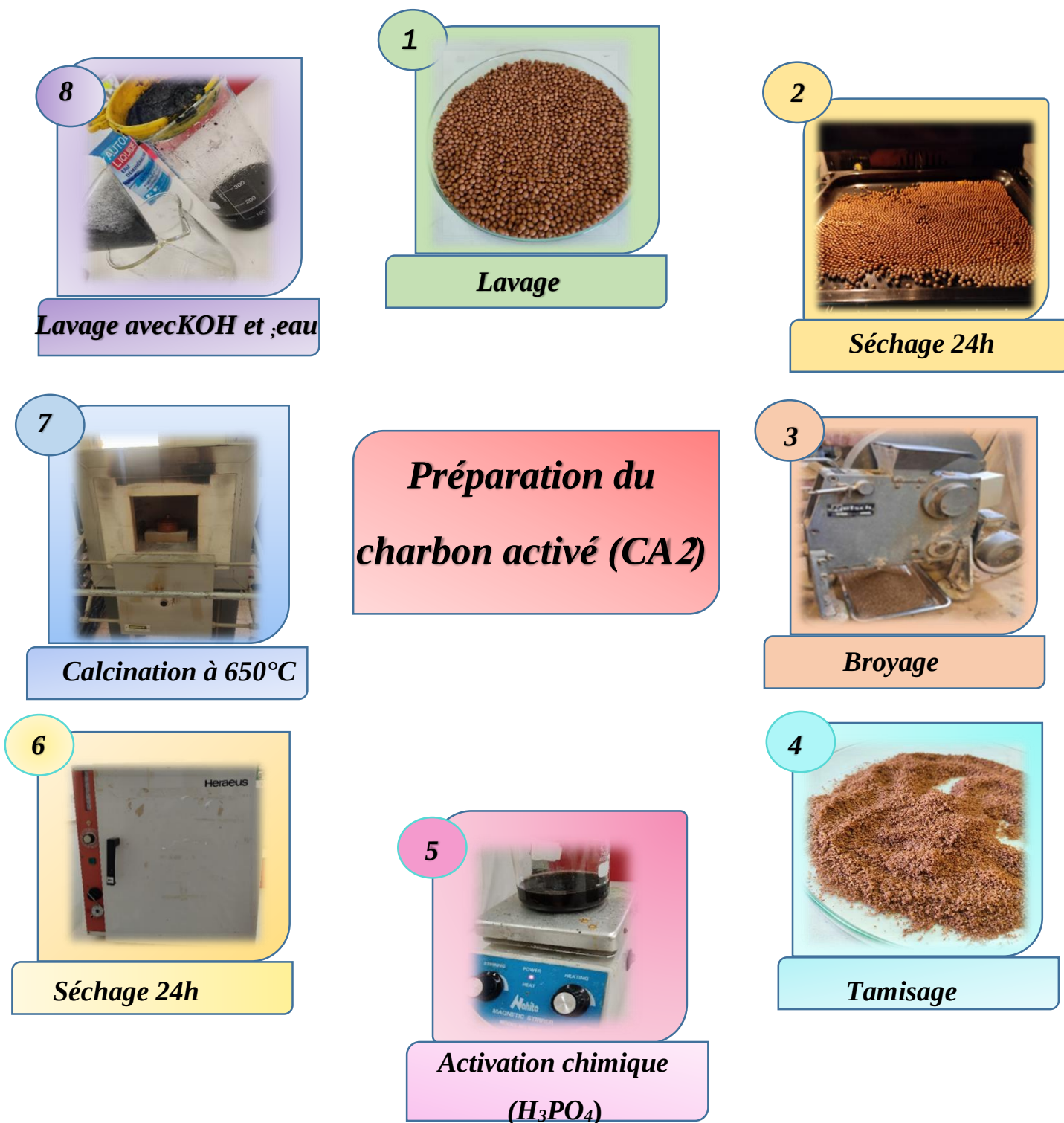


Figure. II. 16. Schéma de préparation (CA2).

II.3.2.1. Résultats et discussion

II.3.2.1.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

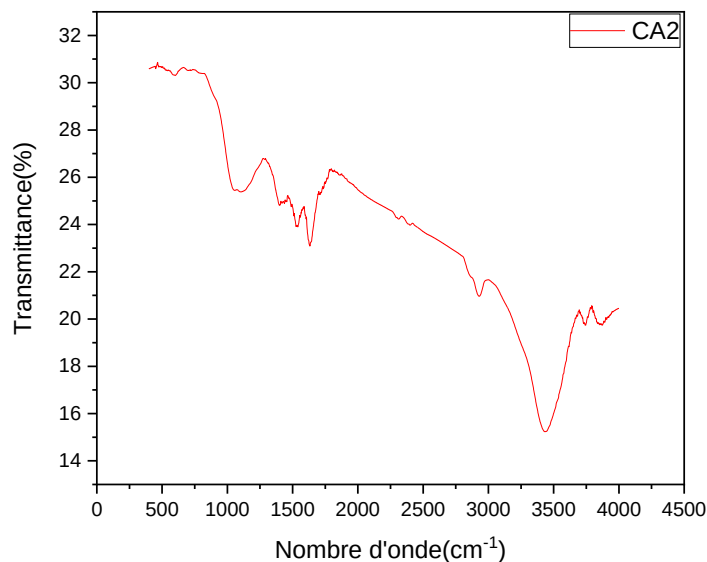


Figure.II. 17.Spectre infrarouge du charbon actif (CA2).

Les spectres FTIR ont été (Figure. II.17), afin d'évaluer les fonctionnalités de surface et les caractéristiques qualitatives du charbon actif CA2.

Le large pic autour de 3440 cm^{-1} est généralement attribué au groupe hydroxyle ($-\text{OH}$), ce qui indique la présence d'alcools ou de phénols, Le pic intense à 2925 cm^{-1} indique la présence d'alkanes ou de groupes alkyles, et correspond aux vibrations d'élongation des liaisons C-H. Le pic à 1628 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation des liaisons doubles C=C au sein des cycles aromatique.

Enfin, Les pics à 1402 et 1062 cm^{-1} correspondent aux vibrations d'élongation de la liaison C-O, généralement observées dans les composés tels que les éthers, les acides, les alcools et les groupes phénoliques[5].

II.4. Test de comparaison de la capacité d'adsorption du RG sur les deux charbons AC1 et AC2

Pour évaluer la qualité de des deux charbons actifs obtenus, nous avons réalisé une expérience au cours de laquelle nous avons placé des quantités égales (0.2 g) de chaque type de charbon actif dans deux béchers distincts. Nous avons ensuite ajouté deux volumes égaux (50 ml) de solution de rouge Congo (100 mg/l) dans chaque bécher et les avons agités en continu à l'aide d'un mélangeur magnétique pendant le même laps de temps. Les résultats ont montré que le CA1 avait une capacité d'adsorption plus élevée que le CA2.

II.4.1. Etude Par Adsorption

Des tests de caractérisation de l'adsorption ont été effectués sur l'échantillon de charbon actif (CA1).

II.4. 2. La Courbe d'étalonnage

Pour les différentes expériences d'adsorption, une solution mère de (RC) a été préparée de concentration $C_0 = 100$ mg/L. Une série de solutions filles de concentrations bien définies (100, 200, 300, 400 et 500 mg/L) a été obtenue en prélevant différents volumes de la solution mère et en les diluant successivement. (Solutions naissantes) pour obtenir cinq sous-solutions.

La courbe d'étalonnage (figure II.18) est déterminée par spectrophotométrie UV-visible, ($\lambda_{\max}=497\text{nm}$),

absorbance (A) = f (concentrations des solutions aqueuses de RC).

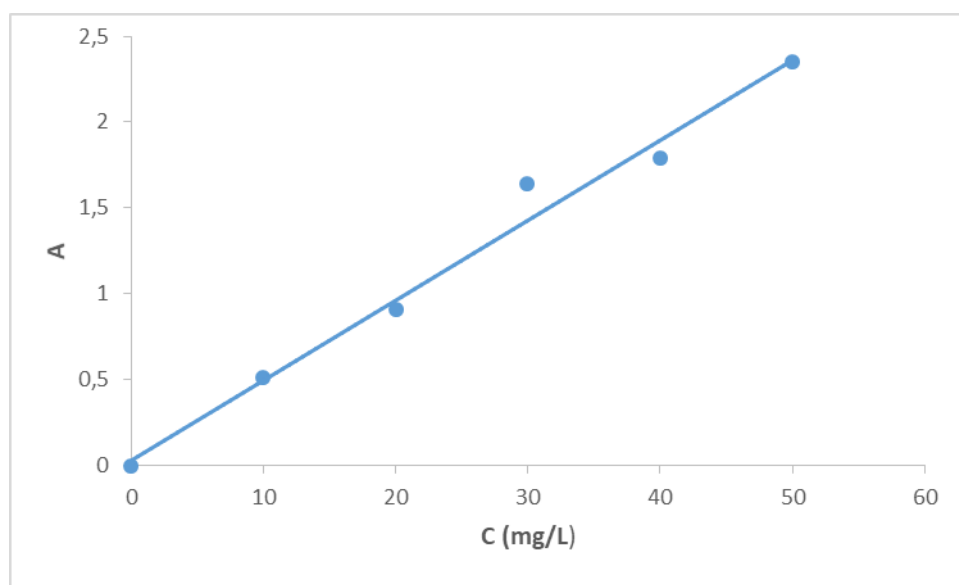


Figure. II. 18.La courbe d'étalonnage de RC

II.4. 3. Adsorption de RC sur l'AC1

La méthodologie expérimentale classique consiste à fixer les niveaux de toutes les variables, Sauf une, et à mesurer la réponse du système pour différentes valeurs de la variable en question. Sauf une et à mesurer la réponse du système pour différentes valeurs de la variable en question. L'étude des effets de la masse de l'adsorbant et du temps de contact sur le processus d'adsorption est essentielle pour optimiser les performances d'un système d'élimination de contaminants.

II.4. 3.1. Quantité Adsorbée du Colorant RC

Le pourcentage d'élimination du colorant, désigné par R, On le définit par la formule ci-dessous :

$$R (\%) = [(C_0 - C_e) / C_0] \times 100$$

C_0 : Concentration initiale de l'adsorbant.

C_e : Concentration à l'équilibre de l'adsorbant (mg/l).

II.4. 3.2. L'influence de la masse sur l'élimination RC

L'effet de la masse sur l'absorption du carbone par le CR est étudié dans les conditions expérimentales suivantes : Le volume de la solution de CR est de 100 ml, et la masse de charbon CA1 varie comme suit. (0,5 g, 0.6g, 0.7 g, 0.8g, 0, 9 g, 1,0g et 1,1 g) et $C_0 = 300$ mg/L. Les résultats obtenus sont présentés dans le graphique (Figure. II.19).

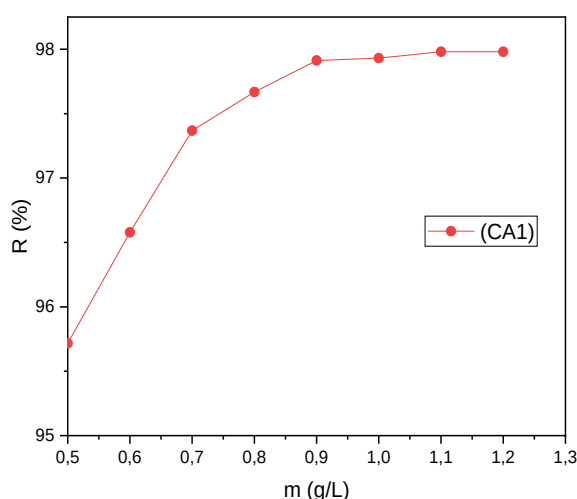


Figure. II. 19. La courbe l'influence de la masse.

Le pourcentage d'élimination de la solution de rouge Congo augmente avec la masse de l'adsorbant, car l'augmentation de la masse entraîne une augmentation de la surface spécifique, augmentant ainsi le nombre de sites d'adsorption disponibles. La courbe de la (figure. II.19.)

Montre que le pourcentage d'élimination du charbon actif atteint 97,98% lorsque l'on utilise une masse de 0.9 g de charbon actif.

II.4. 3.3. Du Temps de Contact sur d'Adsorption du RC

Afin d'étudier l'effet de temps de contact sur l'adsorption du colorant Rouge Congo (RC) par le charbon actif CA1, Un volume de 100 ml d'une solution $C_0 = 300$ mg/L de colorant a ensuite été prélevé dans un bécher et mis en contact avec 0.9 g de CA1. Le mélange a été placé sur un agitateur magnétique pour une agitation continue (figure II.20), et des prise d'essais ont été prélevés à intervalles réguliers, toutes les 10 minutes, pour mesurer l'absorbance à l'aide d'un spectromètre UV-Vis (Figure. II.21).



Figure. II. .20 Protocole de l'effet de temps de contact.

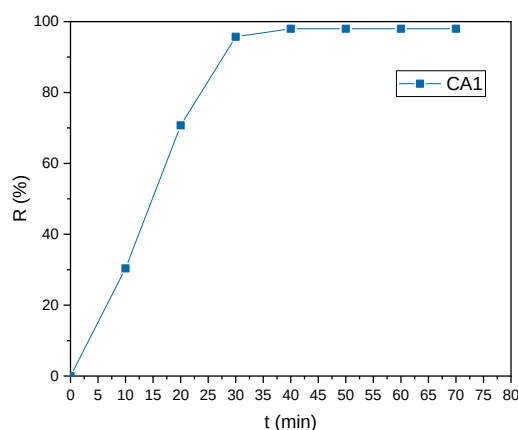


Figure. II. 21.Effet du temps de contact sur d'élimination de RC.

D'après la courbe de l'effet du temps de contact sur l'adsorption du colorant rouge Congo (RC), Il est évident que le taux d'élimination du colorant était rapide au début de l'expérience

avant de ralentir progressivement jusqu'à l'équilibre à 40 minutes. Cette observation peut être attribuée à la disponibilité des sites inoccupés sur l'adsorbant, qui a diminué avec le temps jusqu'à ce qu'ils soient tous occupés à l'équilibre. De même, à mesure que la dose d'adsorbant augmentait, il y avait une augmentation considérable des sites d'adsorption accessibles par le colorant, entraînant un pourcentage d'adsorption plus élevé[6]. un rendement d'adsorption de 97, 98% .

Références bibliographiques

- [1] B. Rahma et K.Yousra .Elaboration et caractérisation d'un Bio – composite à base de PEHD et de la Fibre de washingtonia Mémoire de Master 2023-2024 .Université 8 mai 1945 Guelma
- [2] S. Mopoung, P. Moonsri.W. Palas. and S.Khumpai. Characterization and Properties of Activated Carbon Prepared from Tamarind Seeds by KOH Activation for Fe(III) Adsorption from Aqueous Solution. The Scientific World Journal Vol .9 2015.
- [3] C. Mouchira et K. Zohra. Utilisation de charbon actif en poudre dans un procédé d'adsorption du phénol en milieu aqueux. Mémoire de master 2018-2019. universite salah boubnider, constantine 03
- [4] A.Hamouche. Etude cinétique et thermodynamique de l'adsorption des métaux lourds par l'utilisation des adsorbants naturels. Résumé de These de Doctorat 2012/2013 .Université M'hamed Bougara-Boumerdes.
- [5] F.Benmahdi, S.Khettaf, A.Khelali, M. Kolli. High-quality mesoporous adsorbent derived from pomegranate pomace for efficient removal of azo dye from textile wastewater: Influencing factors, reusability, and mechanism studies. Journal of the Indian Chemical Society 2024.
- [6] Joan N. Wekoye, Wycliffe C. Wanyonyi, Phanice T. Wangila, Mathew K. Tonui. Kinetic and equilibrium studies of Congo red dye adsorption on cabbage waste powder Environmental Chemistry and Ecotoxicology 2020 vol 2.

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette étude a porté sur la préparation et la caractérisation de charbons actifs élaborés à partir des noyaux des fruits de la plante *washingtonia*, en mettant en œuvre deux types d'activation chimique : l'acide phosphorique (H_3PO_4) et l'hydroxyde de potassium (KOH). L'objectif principal était de comparer l'effet de ces deux agents sur la surface spécifique des charbons produits, ainsi que sur leur performance en adsorption, notamment vis-à-vis du colorant organique Rouge Congo.

Les résultats expérimentaux ont montré que l'activation avec le KOH permet d'obtenir un charbon actif présentant une meilleure capacité d'adsorption, traduisant une porosité plus développée et une surface spécifique plus élevée. Cette supériorité a été confirmée par les essais d'adsorption du Rouge Congo, où le charbon activé par KOH a montré un rendement d'élimination plus efficace.

Par ailleurs, la caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a permis d'identifier les principales fonctions chimiques présentes sur la surface des deux charbons actifs. Ces fonctions, notamment hydroxyles, carboxyles et carbonyles, jouent un rôle essentiel dans les mécanismes d'adsorption.

En somme, l'agent d'activation chimique influe de manière significative sur la structure poreuse et les propriétés adsorbants des charbons actifs. L'activation par KOH s'est révélé la plus performante dans notre étude, ce qui en fait une méthode.

(ملحق القرار 1082 المؤرخ في 2021/12/27)

السيدة (ة): سليمان سارة

تخصص: کیمیا ۲۱۹۵

الصفة: طالب سنة ثانية ماستر كيمياء

الحامل (ة) لبطاقة التعريف الوطنية رقم: 210881738. الصادرة بتاريخ: 2024-9-18

المسجل بكلية: علوم اللغة العربية قسم: علوم الصحافة والكلف

بإنجاز أعمال بحث : مذكرة ماستر في الكيمياء

Étude comparative des agents d'activation
chimique et de leur impact sur la surface spécifique
des charbons actifs.

أصرح بشرفي أنني التزم بمراعات المعايير العلمية والمنهجية ومعايير الأخلاقيات المهنية والنزاهة الأكاديمية المطلوبة في إنجاز البحث المذكور أعلاه وفق ما ينص عليه القرار رقم 1082 المؤرخ في 2021/12/27 المحدد للقواعد المتعلقة بالوقاية من السرقة العلمية ومكافحتها.

التاريخ: 2025/5/25

إمضاء المعنى بالمر

Sur