



Mémoire de Master

Présenté par :

- TISSEGOUINE Kouciela
- HADJI Sami

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie

Spécialité : Chimie analytique

Thème

Adsorption sur une colonne du phénol
utilisant charbons actifs préparés à base de
grignons d'olives et du marc de café

Soutenu le :

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
HENACHE Zahir		Président
MOULAI Fatah		Examineur
AIT MERZEG Farid	Centre CRAPC	Encadrant
Daouia BRAHMI née INGRACHEN	Chimie	Co-promotrice

Remerciements

Nos remerciements s'adressent en premier lieu à Allah, le tout puissant, pour la volonté, la santé et la patience qu'il nous a donnée durant toutes ces longues années.

*Ainsi, nous tenons également à exprimer nos vifs remerciements à notre **Encadreur***

Dr. AIT MERZEG FARID

qui nous a apporté une aide précieuse. Nous lui exprimons notre gratitude pour sa grande disponibilité ainsi que pour sa compréhension et les encouragements qu'il nous a apportés...

Nos remerciements aux

Responsables de Hall technologie et hall de génie des procédés de Bejaia

pour nous avoir autorisé à réaliser ce projet dans leurs structures et le soutien moral et matériel et

Nos remerciements vont aussi à tous nos enseignants qui ont contribué à notre formation et à tous les membres du

Jury qui ont accepté de juger notre travail.

Enfin, nous tenons à exprimer notre reconnaissance à

OUADFEL ABDALLAH et C. SABAH

pour leurs soutien moral et l'aide durant la réalisation...

A tous les gens que nous aimons.

Remerciement

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

À mes superbes parents mon adorable maman et mon fantastique

Papa « décédé ; Que Dieu ait son Ame ».

A Mes chers frères Hakim, Omar, Locif et Zahir

A Mes chers sœurs Nadia, Hayat, Fadila et Linda

A Ma copine C. Sabah

A Mon ami Ouadfel Abdallah

A Mon binôme Hadji Sami

A tous mes amis

A tous les étudiants de master chimie analytique.

À tous mes enseignants de département de chimie analytiques de Bejaia.

Merci

TISSEGOUINE KOUCIELA

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

À mes superbes parents mon adorable maman et mon fantastique

Papa « décédé ; Que Dieu ait son Ame ».

Et mes grands-parents maternels qui sont décédés

Ma chère sœur.

*A toute mes amies : (Dihia , Yacine , houssam , Juba , Chabane ,
Kouceila)*

Et mon encadreur Mr Ait Merzeg Farid .

Merci

HADJI SAMI



Liste des tableaux

Tableau I.1 : Propriétés chimiques et propriétés physiques du phénol.....	11
Tableau II.1 : Les étapes d'adsorption dans l'eau.....	15
Tableau III.1 : Les rendements des deux charbons.....	31
Tableau III.2 : Identification des spectres IR des deux charbons actifs (CAGO et CAMC)...	36
Tableau III.3 : Résultats de l'analyse FRX du CAGO.....	38
Tableau III.4 : Résultats de l'analyse FRX du CAMC.....	39
Tableau IV.1 : Le point de charge zéro (pH_{pzc}) des deux adsorbants.....	41
Tableau IV.2 : Valeurs des constantes du modèle pseudo premier ordre.....	52
Tableau IV.3 : Valeurs des constantes du modèle pseudo second ordre.....	53
Tableau IV.4 : Valeurs des constantes du modèle de diffusion intra particulaire.....	54
Tableau IV.5 : Représentation des paramètres du modèle de Langmuir pour les deux charbons (CAGO et CAMC).....	58
Tableau IV.6 : Représentation des paramètres du modèle de Freundlich pour les deux charbons (CAGO et CAMC).....	59
Tableau IV.7 : Représentation des paramètres du modèle de Temkin pour les deux charbons (CAGO et CAMC).....	59

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 : La forme de charbon actif granulaire	3
Figure I.2 : Structure de charbon actif en poudre	4
Figure I.3 : Structure de charbon actif extrudé	4
Figure I.4 : Structure cristalline : (a) graphite; (b) charbon actif [21].....	6
Figure I.5 : Structure de charbon actif.....	7
Figure I.6 : Fonctionnalités de surface d'un charbon activé.....	8
Figure I.7 : Structure de la molécule de phénol.	10
Figure I.8 : Stabilité par résonance de l'ion phénolate.	12
Figure II.1 : Représentation schématique des mécanismes de la sorption.	13
Figure II.2 : Classement des isothermes en phase liquide.....	20
Figure II.3 : Représentation schématique des différentes zones de l'adsorption.....	21
Figure II.4 : Courbe de perçage pour un lit fixe.	22
Figure III.1 : Réflexion des rayons X par une famille de plans réticulaires.....	26
Figure III.2 : Principe de la réflexion totale atténuée (ATR).	27
Figure III.3 : Schéma représentant le principe de la FRX.	28
Figure III.4 : Spectrophotomètre (SHIMADZU UV-1800).	29
Figure III.5 : Colonne d'adsorption à lit fixe.	30
Figure III.6 : Processus de fabrication du charbon actif.....	31
Figure III.7 : Diffractogramme de rayon X de CAGO.	32
Figure III.8 : Diffractogramme de rayon X de CAMC.	33
Figure III.9 : Image de CAGO avec le MEB à des agrandissements différents.....	34
Figure III.10 : Image de CAMC avec le MEB à des agrandissements différents.	35
Figure III.11 : Spectre infrarouge du CAGO.....	36
Figure III.12 : Spectre infrarouge du CAMC.	37
Figure IV.1 : Courbe représente le pH_{pzc} des deux charbons actifs étudiés (CAGO et CAMC).	41
Figure IV.2 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation $V=0,5L$	42

Figure IV.3 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation $V=1L$.	42
Figure IV.4 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation $V=1,5L$.	43
Figure IV.5 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation $V=0,5L$.	43
Figure IV.6 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation $V=1L$.	44
Figure IV.7 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation $V=1,5L$.	44
Figure IV.8 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation $V=0,5L$.	45
Figure IV.9 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation $V=1L$.	46
Figure IV.10 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation $V=1,5L$.	46
Figure IV.11 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation $V=0,5L$.	47
Figure IV.12 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation $V=1L$.	47
Figure IV.13 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation $V=1,5L$.	48
Figure IV.14 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour une concentration initiale $C_0=30mg/L$.	49
Figure IV.15 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour une concentration initiale $C_0=60mg/L$.	49
Figure IV.16 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour une concentration initiale $C_0=90mg/L$.	50
Figure IV.17 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour une concentration initiale $C_0=30mg/L$.	50
Figure IV.18 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour une concentration initiale $C_0=60mg/L$.	51
Figure IV.19 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour une concentration initiale $C_0=90mg/L$.	51
Figure IV.20 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Langmuir pour le charbon CAGO.	55
Figure IV.21 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Langmuir pour le charbon CAMC.	56
Figure IV.22 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Freundlich pour le charbon CAGO.	56

Figure IV.23 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Freundlich pour le charbon CAMC.57

Figure IV.24 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Temkin pour le charbon CAGO.57

Figure IV.25 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Temkin pour le charbon CAMC.58

Liste des abréviations

CGO	Charbon de grignons d'olives.
CMC	Charbon de marc du café.
CAGO	Charbon actif de grignons d'olives.
CAMC	Charbon actif de marc du café.
pH_{pzc}	Le pH de point de charge nulle.
T°	Température (°C).
R	Rendement (%).
C₀	Concentration initiale du soluté (mg.L ⁻¹).
C_e	Concentration à l'équilibre du soluté en phase liquide (mg.L ⁻¹).
m	Masse de l'adsorbant (g).
q_e	Quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g).
q_t	Quantité adsorbée à l'instant t.
K	Constante de Langmuir.
b	Capacité maximale d'adsorption en mg de soluté adsorbée par gramme d'adsorbant.
K_F et $\frac{1}{n}$	Constante de Freundlich.
ZTM	Zone de transfère de masse.
C_{sortie}	Concentration en sortie de lit fixe.
C_p	Concentration de sortie maximale tolérée (perçage).
U	Vitesse dans le réacteur supposé vide (cm.min ⁻¹).
q_{AB}	Capacité d'adsorption dynamique (mg. L ⁻¹).
H	Hauteur de garnissage (cm).
K_{AB}	Constante d'Adams – Bohart. concentration de sortie maximale tolérée (perçage).
C	Concentration d'effluent au temps (t) en sortie de la colonne (mg.L ⁻¹)
K_T	Constante de Thomas (L .mg-1.min-1).
Q	Capacité d'adsorption maximale du soluté sur la biomasse (mg.g-1).
F	Débit d'alimentation en solution de la colonne (L.min ⁻¹)
t	Temps de percée relative à la concentration C _t en sortie de la colonne (min).
N₀	Capacité d'adsorption par unité de volume du lit (mg.l ⁻¹).
V	Vitesse linéaire (cm.h ⁻¹).
K_a	Constante de vitesse du modèle BDST (l.mg-1.h ⁻¹).
H	Hauteur du lit (cm).
V	Volume de la solution (L).
A	Densité optique ou l'absorbance.
I Et I₀	Intensité du faisceau de lumière monochromatique de la cellule de référence.

l	Epaisseur de la cellule de référence (cm).
c	Concentration de l'élément recherché (mg/l ou mol/l).
ϵ	Coefficient d'extinction molaire (l/mg cm ou l/mole cm)
m_i	La masse initiale de matériau sec.
m_f	La masse finale après carbonisation.
FTIR	La spectroscopie infrarouge à transformée de fourier
MEB	Microscopie électronique à balayage
DRX	Diffractométrie de rayons X
FRX	Fluorescence des rayons X

Sommaire

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction général.....1

Chapitre I : Généralités sur le charbon actif et le phénol

I. Introduction.....2

I.2. Définition du charbon actif.....2

I.2.1. Origine des charbons actifs.....3

I.2.2. Différentes formes du charbon actif.....3

I.2.2.1. Charbon actif granulaire.....3

I.2.2.2. Charbon actif en poudre.....4

I.2.2.3. Le charbon actif extrudé.....4

I.3. Préparation du charbon actif.....4

I.3.1. La carbonisation.....4

I.3.2. L'activation.....5

I.4. Structure du charbon actif.....6

I.4.1. Texture du charbon actif.....6

I.4.2. Fonction de surface.....7

I.5. Utilisation du charbon actif.....8

I.6. Régénération des charbons actifs.....9

I.6.1. Régénération thermique.....9

I.6.2. Régénération chimique.....9

I.6.3. Régénération biologique.....9

I.6.4. Régénération électrochimique10

I.7. Le phénol.....10

I.7.1. Définition.....10

I.7.2. Propriétés du phénol.....10

I.7.3. Propriétés physicochimiques	11
I.7.4. Propriétés oxydantes	11
I.7.5. Propriétés acido-basiques	11
I.8. Conclusion	12

Chapitre II : Aperçu sur l'adsorption dans une colonne

II.1.Introduction	13
II.2. Les type d'adsorption	13
II.2.1. L'adsorption physique ou physisorption.....	14
II.2.2. L'adsorption chimique ou chimisorption	14
II.3. Facteurs influant sur l'adsorption	14
II.3.1. L'adsorbant.....	14
II.3.2. L'adsorbat.....	14
II.3.3. L'environnement	15
II.3.4. Les étapes de l'adsorption.....	15
II.4. Cinétique d'adsorption.....	15
II.4.1. Modèle de pseudo-premier ordre.....	15
II.4.2. Modèle de pseudo-second ordre.....	16
II.4.3. Modèle de la diffusion intra-particulaire.....	16
II.5. Les isothermes d'adsorption.....	17
II.5.1. Isotherme de Langmuir.....	17
II.5.2. Isotherme de Freundlich.....	18
II.5.3. Isotherme de Temkin.....	18
II.5.4. Les différentes formes des isothermes d'adsorption.....	19
II.5.4.1. Forme C.....	19
II.5.4.2. Forme L.....	19
II.5.4.3. Forme H.....	19
II.5.4.4. Forme S.....	20
II.6. L'adsorption sur une colonne.....	20
II.7. Courbes de perçage.....	21
II.8. Modélisation dynamique des courbes de percée.....	23
II.8.1. Modèle d'Adams–Bohart.....	23
II.8.2. Model de Thomas.....	23

II.8.3. Modèle Yoon-Nelson.....	24
II.8.4. Le modèle BDST.....	24
II.9. Conclusion.....	24

Chapitre III : Matériels, méthodes et caractérisation physico-chimiques des charbons actifs

III.1. Introduction.....	25
III.2. Techniques de caractérisation.....	25
III.2.1. La diffraction des rayons X sur poudre.....	25
III.2.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.....	26
III.2.3. Réflexion totale atténuée (ATR).....	27
III.2.4. Microscopie électronique à balayage couplée à une analyse de dispersion d'énergie (MEB-EDX).....	27
III.2.5. La Fluorescence des rayons X (FRX).....	28
III.2.6. Spectrophotomètre UV-visible.....	28
III.3. Description de l'appareillage.....	30
III.4. Préparation du charbon actif à base des grignons d'olives et de marc de café.....	30
III.4.1. Carbonisation.....	31
III.4.2. L'activation chimique.....	31
III.5. Caractérisation des deux charbons actifs (CAGO et CAMC).....	32
III.5.1. Diffractométrie de rayons X (DRX).....	32
III.5.2. Caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB).....	33
III.5.3. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	35
III.5.4. Fluorescence des rayons X (FRX).....	37
III.6. Conclusion.....	39

Chapitre IV : Essais de l'adsorption du phénol sur les charbons actifs : Étude paramétrique

IV.1. Introduction.....	40
III.2. Détermination les pHs de point de charge nulle (pHpzc)	40
IV.3. Étude de l'influence des principaux paramètres sur le rendement.....	41
IV.3.1. Influence de la concentration initiale du phénol.....	41

IV.3.2. Influence de la masse des charbons.....	45
IV.3.3. L'influence de volume de l'alimentation.....	48
IV.4. Étude de la cinétique d'adsorption	52
IV.4.1. Modèle pseudo premier ordre.....	52
IV.4.2. Application du modèle pseudo second ordre	53
IV.4.3. Modèle de diffusion intra particulaire	54
IV.5. Modélisation des isothermes d'adsorption.....	55
Conclusion générale.....	60

Références bibliographie

Résumé

Introduction général

Introduction générale

La pollution des eaux de surface où souterraine est un enjeu majeur, ce problème provient par les activités humaines, industrielles, agricoles et par l'évolution climatique. Beaucoup de recherches de différentes filières s'intéressent de plus en plus à l'identification et l'élimination des éléments polluants impliqués directement dans l'apparition de déséquilibres au niveau des écosystèmes ou à des menaces très graves pouvant conduire à la mort aussi bien chez les animaux que chez l'homme.

Plusieurs méthodes physiques, chimiques et biologiques sont utilisées dans le traitement des effluents pollués, par exemple la coagulation et la floculation, la filtration membranaires et l'adsorption. Cette dernière est la technique la plus favorable pour l'élimination des polluants organiques tels que le phénol. L'adsorption est une technique qui sert à piéger le polluant qui s'appelle l'adsorbat par un matériau solide appelé l'adsorbant.

Il existe plusieurs matériaux solides (argiles, zéolites, charbon actif ...) pouvant être utilisés comme des adsorbants. Les charbons actifs synthétisés à partir des déchets agricoles comme les grignons d'olives et du marc de café sont utilisés comme des adsorbants dans le traitement des effluents à cause de leur faible coût.

Le travail présenté dans ce mémoire comporte essentiellement quatre chapitres :

- ❖ Le chapitre I est consacré à la préparation du charbon actif à partir des grignons d'olives et du marc de café et aussi la représentation de polluant organique qui est le phénol.
- ❖ Dans le chapitre II nous avons décrit les différents aspects relatifs à la technique séparative choisie, qui est l'adsorption, il s'agit de la cinétique, des isothermes d'équilibres et de l'adsorption sur une colonne.
- ❖ Le chapitre III est consacré pour description de méthodes et le matériel utilisé au cours de cette étude ainsi que les résultats de préparation et de la caractérisation physico-chimiques par différentes techniques (MEB, FTIR, DRX, FRX), pour les deux charbons actifs préparés à base des grignons d'olives et du marc de café.
- ❖ Le chapitre IV décrit les résultats de l'expérience notamment ce qui concerne les rendements d'adsorption sur une colonne, les isothermes d'équilibres et l'étude de la cinétique d'adsorption.

Chapitre I

Chapitre I : Généralité sur le charbon actif et le phénol

I. Introduction

C'est en allumant son premier feu que l'homme a fabriqué son premier produit chimique : le charbon. L'exploitation des propriétés filtrantes du charbon de bois pour la purification et en médecine débute avec les Égyptiens en l'an 1500 avant Jésus-Christ. Quant aux anciens hindous, ils filtraient déjà leur eau avec des charbons pour la rendre potable. L'industrialisation du charbon actif proprement dit commence au début du XX^{ème} siècle pour répondre aux besoins des raffineries de sucre [1].

De nombreux scientifiques des différentes disciplines s'intéressent, de plus en plus, à l'identification et à l'élimination des polluants de l'environnement. À cet effet, on recourt souvent à l'adsorption sur charbon actif, notamment pour l'élimination des produits toxiques, des micropolluants ou inorganiques de l'eau, la décoloration des huiles végétale et la purification de nombreux produits [2].

Le charbon actif peut être fabriqué à partir de tout matériau contenant un fort pourcentage de carbone et un faible pourcentage en matière inorganique [3]. Les matériaux premiers qu'ils sont introduits dans la fabrication des charbons actifs sont d'origine organique, végétale ou minérale tels que : le bois, la tourbe, la noix de coco, les noyaux de dattes..., les résidus d'agriculture sont utilisés comme précurseurs pour la préparation de charbons actifs [2]. Le principe est de créer une structure rigide et poreuse [4].

I.2. Définition de charbon actif

Le charbon actif également appelé charbon activé est un matériau noir principalement sous forme granulaire ou pulvérulente composé essentiellement de matière carbonée à structure poreuse. De part cette porosité, la surface développée par le charbon actif est énorme, un gramme de charbon actif présente une surface interne pouvant atteindre plus de $1500 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ et cette caractéristique unique est responsable de ses propriétés d'adsorption [2]. Il est obtenu à partir de matières organiques (bois, tourbe) carbonisées, puis activées (dégagement des cavités remplies de goudron lors de la carbonisation) [5]. Le charbon actif

peut être obtenu soit sous forme de poudre avec des pores de quelques micro-mètre de dimension, soit sous forme de grain ou en bâtonnets.

I.2.1. Origine des charbons actifs

La fabrication du charbon actif passe nécessairement par l'identification et le choix de la matière première. Cette dernière peut être obtenue avec de nombreuses matériaux contenant le carbone soit :

- ❖ Origine végétale : Il existe une multitude de produits d'origine végétale qui peuvent intervenir dans la synthèse des charbons actifs et sous différentes formes [2] : les bois; noyaux de jujubes; coquilles d'arachide, bagasse, le bambou, les tiges de coton; les écorces d'orange; le grignons d'olives et marc de café que nous avons choisi d'utiliser dans ce travail.
- ❖ Origine animale : Les charbons actifs sont essentiellement obtenus à partir des os d'animaux, mais aussi à partir de leur sang et de leur chair.
- ❖ Origine minérale : Les charbons activés sont obtenus en grande majorité à partir de matériaux combustibles comme le charbon minéral (houille, les résidus de pétrole, coke) ou la tourbe.

I.2.2. Différentes formes du charbon actif

Il existe trois formes principales de charbon actif : charbon actif granulaire, charbon actif en poudre et charbon actif extrudé.

I.2.2.1. Charbon actif granulaire

Ce sont des particules de formes irrégulières parmi une gamme de taille allant de 0,2 mm à 5 mm. Ce type de charbon est utilisé pour des applications en phase liquide et gazeuse.



Figure I.1 : La forme de charbon actif granulaire.

I.2.2.2. Charbon actif en poudre

Pulvérisé avec une taille de moins de 0,18 mm. Beaucoup de domaines utilisent le CAP comme l'industrie agro-alimentaire pour la décoloration des huiles, les sucres.



Figure I.2 : Structure de charbon actif en poudre.

I.2.2.3. Le charbon actif extrudé

De formes cylindriques avec des diamètres allant de 0,8 mm à 5 mm. Le charbon Actif extrudé 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 poussière.



Figure I.3 : Structure de charbon actif extrudé.

I.3. Préparation du charbon actif

La préparation d'un charbon actif comprend les deux étapes suivantes :

I.3.1. La carbonisation

C'est la décomposition thermique de la matière première riche en carbone sous vide ou sous atmosphère inerte à des températures comprises entre 400 et 1000°C. Cette étape permet l'élimination d'une partie des éléments volatils (oxygène, hydrogène et azote) sous forme de

gaz et donc la formation d'un produit fortement activé, avec une microporosité rudimentaire qui pourra ensuite être développée dans le processus d'activation.

I.3.2. L'activation

Permetts quant à lui d'améliorer drastiquement la porosité du charbon et par conséquent sa capacité d'adsorption, en augmentant son volume poreux. Il existe deux procédés d'activation :

- ❖ Activation physique : elle se fait à 800-1000°C sous atmosphère hautement contrôlée, en présence du dioxyde de carbone et de vapeurs d'eau [7] ;
- ❖ Activation chimique : elle met en jeu un agent chimique favorisant la déshydratation, puis une réorganisation structurale à des températures plus faibles. La carbonisation et l'activation se font en une seule étape à une température comprise entre et 400 et 600 °C en présence d'un catalyseur (H_3PO_4 , $ZnCl_2$...etc.)[7].

I.4. 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.5).

L'analyse de diffraction aux rayons X, révèle que sa structure est graphitique, mais avec quelques différences, notamment par la disposition de 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 [21].

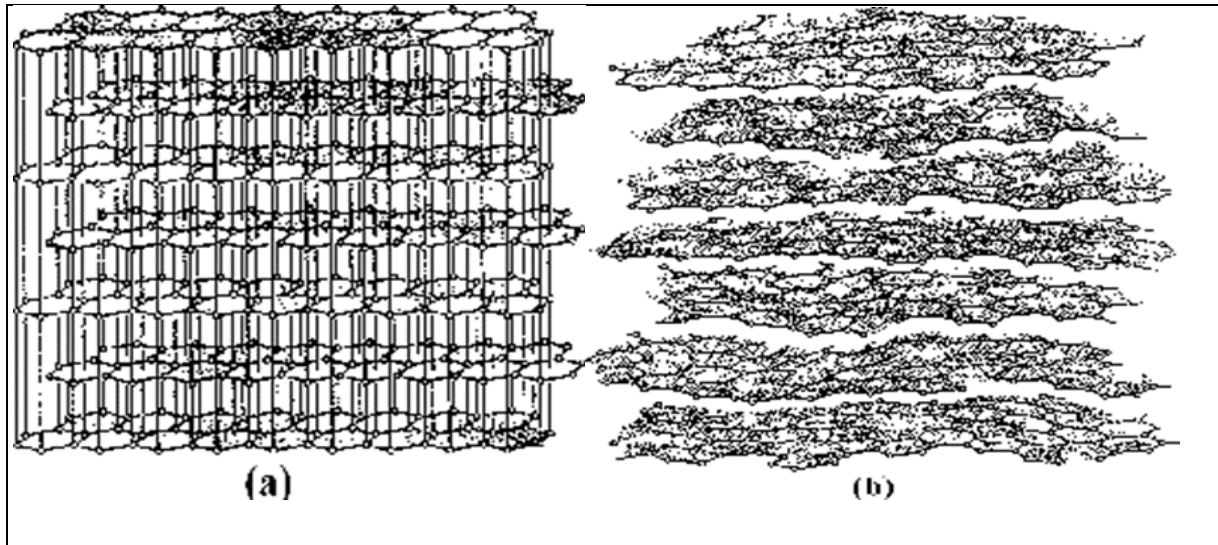


Figure I.4 : Structure cristalline : (a) graphite; (b) charbon actif [21].

I.4.1. Texture du charbon actif

La texture du charbon actif se caractérise essentiellement par deux paramètres qui sont l'aire spécifique et la porosité. Ils sont essentiels pour la détermination des capacités et des cinétiques d'adsorption. Une classification simple permet de distinguer trois sortes de pores il s'agit des [21] :

- ❖ **Macropores** : ils possèdent un rayon moyen compris entre 500 et 1000 Å et peuvent atteindre jusqu'à 20000 Å. L'ordre de grandeur de leurs aires massiques (0,5 à 2 m²/g) montre qu'ils influencent faiblement la capacité d'adsorption.
- ❖ **Mésopores** : ils ont un rayon compris entre 18–20 Å. Leurs surfaces spécifiques (25 à 75 m².g⁻¹) montrent qu'ils peuvent influencer moyennement la capacité d'adsorption.
- ❖ **Micropores** : ils constituent pratiquement l'essentiel de la surface spécifique totale (95 %). Leur rayon qui est inférieur à 18–20 Å (de l'ordre de la taille des molécules simples) leur confère un très grand rôle dans le processus d'adsorption.

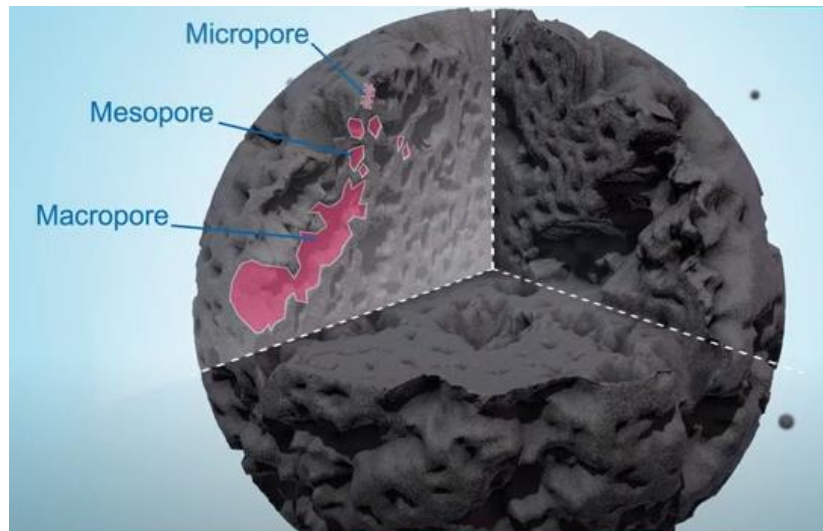


Figure I.5 : Structure de charbon actif.

I.4.2. Fonction de surface

La surface très développée fait des charbons actifs des matériaux aux propriétés physiques très intéressantes. Néanmoins, bien que le carbone soit l'élément majoritaire du charbon actif, il peut également contenir des quantités variables d'oxygène et d'hydrogène disant les groupements carboxyliques, anhydrides carboxyliques, phénoliques, carbonyles et lactones sont les plus couramment rencontrés.

Ces groupements de surfaces sont à l'origine du caractère hydrophile du charbon actif et de son potentiel électrocinétique. Ils confèrent au charbon actif des propriétés acido-basiques. Mais également en quantités résiduelles des atomes de chlore, de phosphore, de soufre...etc. Les propriétés de surface du charbon peuvent être caractérisées et parfois même quantifiées par différentes analyses : spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, désorption programmée en température, zétamétrie, méthode de Boehm ou analyses de photoélectrons induits par rayon X (XPS) [23].

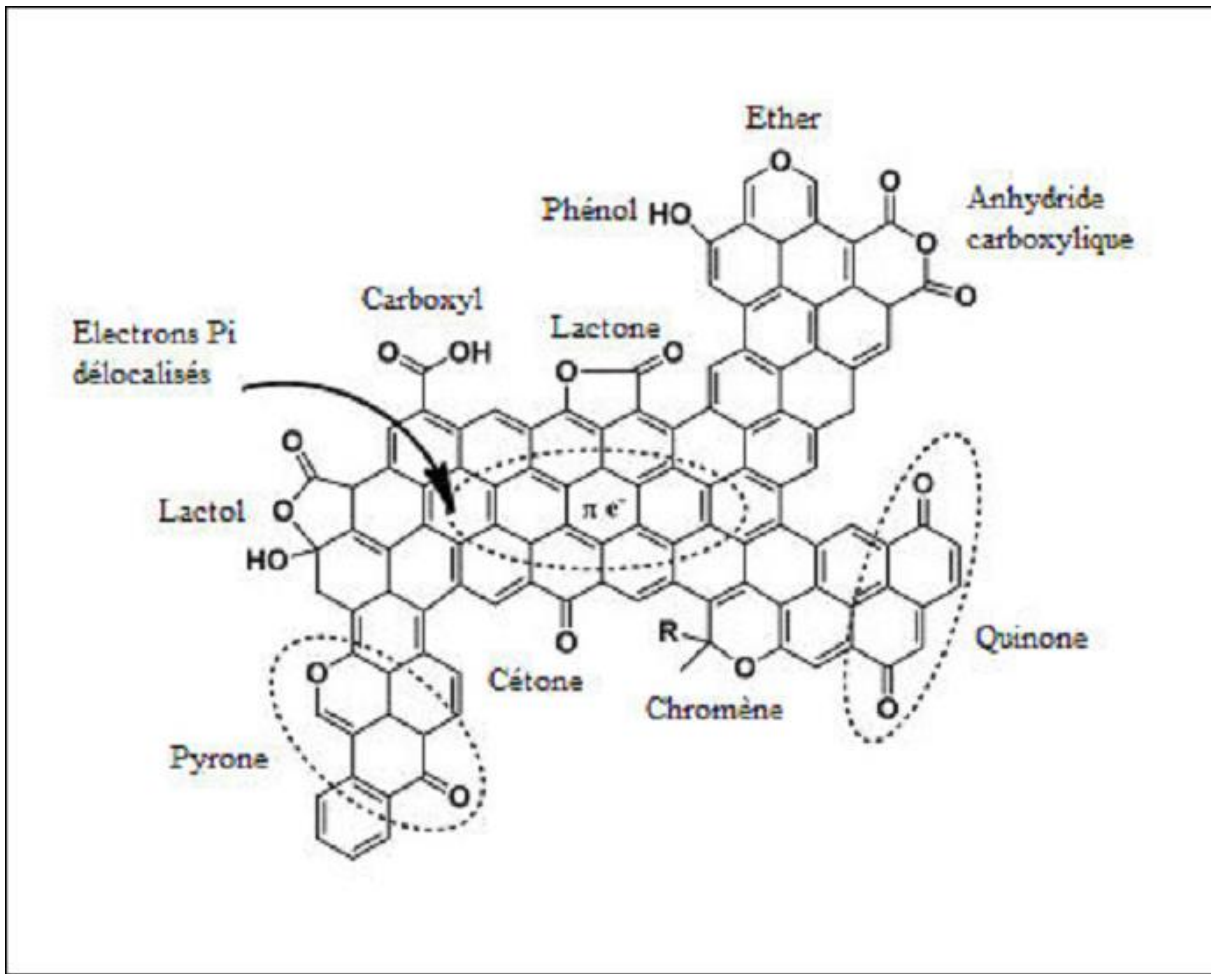


Figure I.6 : Fonctionnalités de surface d'un charbon actif

I.5. Utilisation du charbon actif

Le charbon actif est un matériau stable, pratiquement inflammable en raison de l'absence de produits volatils et d'excellentes propriétés d'adsorption qui sont à la base de ses utilisations :

- ✓ Dans le système de traitement des eaux pour la réduction des oxydants résiduels, éliminer la turbidité des composés organiques, l'odeur, les taches, les colorants ;
- ✓ Dans l'industrie chimique le charbon actif utilisé pour récupérer les solvants ;
- ✓ La décoloration des huiles, les vins, et les sucres dans l'industrie agroalimentaire ;
- ✓ L'élimination des polyphénols et des métaux lourds ;
- ✓ Utilisation en pharmacie pour l'adsorption des gaz intestinaux ;
- ✓ Le charbon actif en grains est utilisé sous forme de lit fixe ;
- ✓ Métallurgie.

I.6. Régénération des charbons actifs

Utilisé en tant qu'adsorbant, le charbon actif se sature progressivement jusqu'à ne plus pouvoir fixer les molécules à sa surface. D'un point de vue environnemental et économique, il convient de régénérer cet adsorbant afin de pouvoir le réutiliser et ne pas en faire un déchet ultime [22]. Il existe plusieurs techniques de régénération des charbons actifs : thermique, chimique, biologique et électrochimique.

I.6.1. Régénération thermique

Cette méthode nécessite une énergie importante puisque le charbon doit être maintenu à 1100 K sous atmosphère inerte ou en présence de la vapeur d'eau. L'analyse structurale du charbon régénéré a montré une diminution de la surface spécifique et du volume poreux causé par la décomposition des molécules de l'adsorbat sur la surface du charbon. Cette décomposition entraîne la fermeture de certains pores [16]. Dans ce type de procédé, on signale des pertes en charbon de l'ordre de 5 à 15%.

I.6.2. Régénération chimique

Elle s'effectue en présence de réactifs chimiques permettant la dégradation des polluants adsorbés, voire leur minéralisation totale en eau et dioxyde de carbone. Cette régénération est souvent une oxydation, réalisée en utilisant soit l'oxygène de l'air sous pression et température modérée (entre 100°C et 250°C), soit des oxydants puissants comme l'ozone ou le peroxyde d'hydrogène aux conditions ambiantes, et éventuellement en présence d'un catalyseur métallique supporté ou non sur le charbon [22].

I.6.3. Régénération biologique

Elle est définie comme étant le renouvellement de la capacité d'adsorption d'un charbon par des microorganismes. Cette technique est spécifique puisqu'elle ne peut être utilisée que pour éliminer les espèces biodégradables fixées sur le charbon lors du traitement des eaux usées, ce qui n'est pas toujours le cas. L'efficacité du procédé dépend de plusieurs facteurs tels que la biodégradabilité, l'adsorbabilité-désorbabilité des espèces fixées sur le charbon en plus des caractéristiques du charbon [16].

I.6.4. Régénération électrochimique

La régénération des charbons actifs par voie électrochimique a été suggérée par Narbaitz. Cette technique peut être réalisée sous pression atmosphérique et à température ambiante, en présence d'électrolyte, tel que NaCl, Na₂SO₄ ou NaHCO₃ [22]. L'efficacité du procédé dépend de la nature et de la concentration de l'électrolyte, de l'intensité du courant appliqué, du temps de régénération, du pH et du potentielle appliqué [16].

I.7. Le phénol

I.7.1. Définition

Le phénol est un polluant très répandu dans de nombreux effluents industriels, on le trouve dans les eaux usées des usines de transformation du charbon, des raffineries du pétrole, des industries papetières, des usines de fabrication de résines, de peintures, de textiles, de pesticides, des industries pharmaceutiques et des tanneries.

Bien qu'il ait une fonction alcool, le phénol a des propriétés uniques et n'est pas classé comme un alcool. Sa structure est celle d'un groupement hydroxyle -OH lié à un atome de carbone du cycle benzénique.

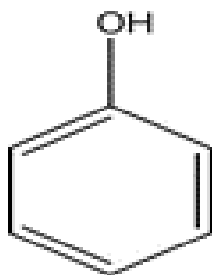


Figure I.7 : Structure de la molécule du phénol.

I.7.2. Propriétés du phénol

Le phénol, C₆H₅OH, pur est un solide incolore cristallisé à la température ambiante. Il est hygroscopique et a une odeur âcre et douceâtre. Sa limite olfactive est égale à 0,05 mg.L⁻¹. Au contact de l'air ou sous l'influence de l'humidité le phénol s'oxyde légèrement pour donner des traces de quinone. Il prend alors une couleur rose, puis rouge. Sa solubilité dans l'eau est limitée : 80 g.L⁻¹ à 25°C. Il est très soluble dans de nombreux solvants organiques tels que l'acétone, l'éthanol, l'oxyde de diéthyle. Il est facilement soluble dans l'éther [6].

I.7.3. Propriétés physicochimiques

Le phénol, qui est un solide fondant à 43 °C, a une température d'ébullition de 182 °C, supérieure de 70 °C à celle du toluène. Il est très soluble dans la plupart des solvants organiques. Le tableau I.1 représente les propriétés physico-chimiques du phénol.

Tableau I.1 : Propriétés chimiques et propriétés physiques du phénol.

Propriétés chimiques	
Formule brute	C ₆ H ₆ O
Masse molaire	94,1112 g/mol
Pka	10
Propriétés physiques	
Température de fusion	43°C
Température d'ébullition	182°C
Solubilité à 20°C	97 g.L ⁻¹
Masse volumique	1,073 g.cm ⁻³

I.7.4. Propriétés oxydantes

Le phénol réagit vivement avec des oxydants puissants comme les peroxydes. Vers 800°C et en présence du zinc, la molécule du phénol se réduit en benzène. À haute température, le phénol pur se décompose entièrement en oxyde de carbone, carbone et hydrogène. À chaud, le phénol liquide attaque certains métaux, tels que le plomb, le zinc, l'aluminium... et aussi certains plastiques, comme le polyéthylène [6].

I.7.5. Propriétés acido-basiques

Les phénols sont plus acides que les alcools. En effet, un ion phénolate est stabilisé par résonance et est plus stable qu'un ion alcoolate. En effet, lors de la prise du proton du groupement hydroxyle, le doublet électronique est partagé sur quatre carbones; ainsi, la charge est délocalisée sur tout autant de carbones et l'ion est bien plus stable que sur un alcool où la charge négative serait trop importante et s'approprierait le proton laissé immédiatement après. Cet acide est cependant un acide assez faible; en conséquence, sa base conjuguée, l'ion phénolate, est une base particulièrement forte.

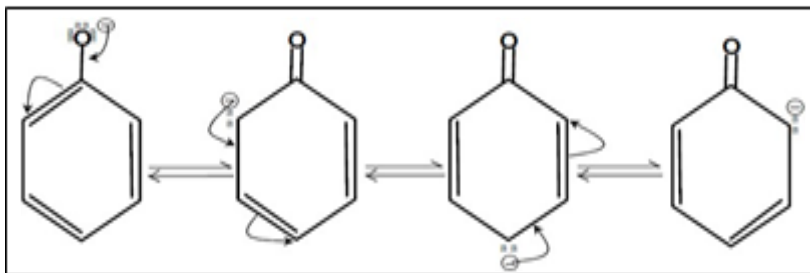


Figure I.8 : Stabilité par résonance de l'ion phénolate.

I.8. Conclusion

Les matériaux premiers qu'ils sont introduits dans la fabrication des charbons actifs sont d'origine organique, contenant un fort pourcentage de carbone et un faible pourcentage en matière inorganique telle que : le marc de café, les grignons d'olives. L'efficacité du charbon actif dépend avant tout de ses pores. Plus le charbon possède des pores, plus il aura une bonne capacité absorbante de même le diamètre des pores, plus ils seront larges plus le charbon pourra capter les éléments à adsorber. Le phénol est un composé toxique très répandu dans les effluents industriels, ce qui nécessite d'utiliser le charbon actif pour l'éliminer. La régénération des charbons actifs est un procédé très important d'un point de vue environnemental et économique.

Chapitre II

Chapitre II : Aperçu sur l'adsorption sur une colonne

II.1.Introduction

Depuis très 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. Le terme d'adsorption est apparu en 1881, utilisé par KAYZER pour décrire le phénomène de condensation d'un gaz sur une surface, par opposition au terme « absorption » qui fait référence à une molécule de gaz qui pénètre dans le solide sans interagir. 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 » [8].

L'adsorption est le processus où des molécules d'une espèce appelée adsorbat (gaz ou liquide) viennent se fixer sur la surface d'un solide, appelé adsorbant. L'adsorption peut être physique ou chimique selon la nature des interactions qui se produisent entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant [9].

II.2. Les type d'adsorption

Il existe deux types d'adsorption qui se diffèrent complètement par les énergies mises en jeu et par leur nature.

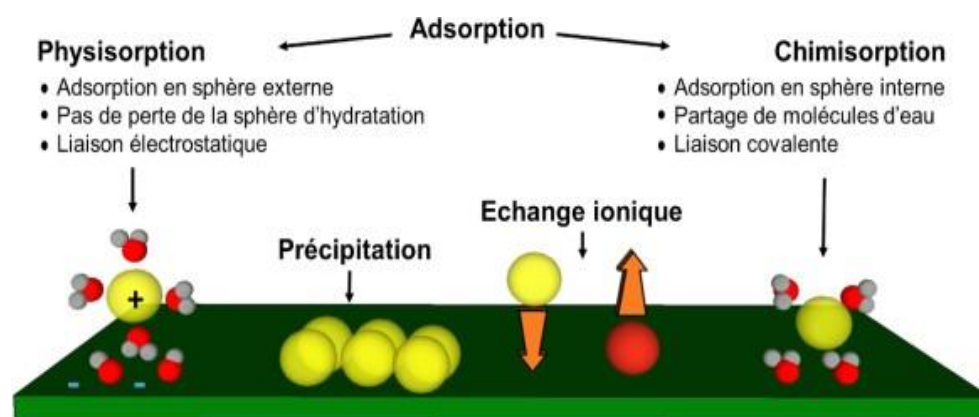


Figure II.1 : Représentation schématique des mécanismes de la sorption [8].

II.2.1. L'adsorption physique ou physisorption

Met en jeu de très faibles interactions entre entités moléculaires comme les forces d'attraction de van der Waals et des forces dues aux interactions électrostatiques de polarisation. Elle est réversible et peu spécifique. L'adsorption physique est rapide et généralement limitée par les phénomènes de diffusion. La force des interactions mises en jeu peut être estimée par l'énergie d'adsorption qui est comprise entre 5 et 40 $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ et considérée comme faible : la désorption peut donc être totale [9].

II.2.2. L'adsorption chimique ou chimisorption

Elle est essentiellement irréversible et lente. Très spécifique, elle s'accompagne d'une forte variation d'énergie d'activation. L'adsorption chimique résulte d'une profonde modification de la répartition des charges électroniques de la molécule adsorbée : les forces de liaison sont du même type que celles qui sont impliquées lors de la formation des liaisons chimiques. L'énergie d'adsorption est supérieure à 80 $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$: la désorption est difficile. L'adsorption physique peut se faire en monocouche ou multicouches, alors que l'adsorption chimique est uniquement mono-moléculaire car la présence des liaisons de valence entre l'adsorbant et l'adsorbant exclut la possibilité de couches multimoléculaires. De manière générale, l'adsorption est un phénomène exothermique qui se produit avec un dégagement de chaleur ce qui peut conduire à un échauffement du solide [9].

II.3. Facteurs influant sur l'adsorption

De nombreux facteurs sont susceptibles d'avoir une influence sur les processus d'adsorption. Les principaux sont liés à :

II.3.1. L'adsorbant

- ❖ La nature des groupements fonctionnels de surface.
- ❖ La porosité du charbon actif qui dépend de la préparation et le mode d'activation.
- ❖ La masse de l'adsorbant.

II.3.2. L'adsorbant

- ❖ La masse moléculaire.
- ❖ Sa polarité.
- ❖ La taille de la particule.
- ❖ Sa solubilité.

II.3.3. L'environnement

- ❖ Le pH du milieu.
- ❖ La température.
- ❖ La concentration.

II.3.4. Les étapes de l'adsorption

Il s'agit d'un transfert d'une phase liquide contenant l'adsorbat vers une phase solide avec rétention des solutés à la surface du charbon actif. L'adsorption peut être décomposée en quatre étapes (tableau II.3.4) :

Tableau II.1 : Les étapes d'adsorption dans l'eau [20].

étapes	Phénomène correspondant	Vitesse
1	Transport du sein de la solution vers la particule	Très rapide
2	Transfer à travers le film liquide jusqu'au contact de la surface externe de la particule	Rapide
3	Diffusion à l'intérieur du charbon sous l'influence du gradient de concentration.	Lente
4	Adsorption dans les pores	Très rapide

L'adsorption dans l'eau est conditionnée par la concentration et la polarité de l'adsorbat ainsi que par la température. Une substance polaire (soluble dans l'eau) ne peut pas ou est très mal supprimée par le charbon actif, alors qu'une substance non polaire peut être totalement supprimée par le charbon actif. L'adsorption est moins efficace contre les solvants polaires et les composés chlorés avec une faible charge moléculaire. L'adsorption des composés ionisés est faible [20].

II.4. Cinétique d'adsorption

II.4.1. Modèle de pseudo-premier ordre

L'analyse la plus simple de la cinétique d'adsorption est donnée par le modèle de pseudo-premier ordre exprimé par la formule suivante [16] :

$$dq_t/dt = k_1(q_e - q_t) \dots \dots \dots (II.1)$$

Après intégration entre 0 et t pour le temps et 0 et q_t pour la quantité adsorbée, on obtient :

$$\log (q_e - q_t) = (\log q_e) - (k_1/2,303) \times t \dots \dots \dots (II.2)$$

Avec :

- q_e : La quantité adsorbée à l'équilibre.
- q_t : La quantité adsorbée l'instant t.
- k_1 : La constante de vitesse (min^{-1}).

La représentation de $\log (q_e - q_t)$ en fonction du temps permet de déterminer les valeurs de q_e et de k_1 .

II.4.2. Modèle de pseudo-second ordre

L'adsorption peut être décrite par un modèle de second-ordre dont l'équation différentielle est donnée sous la forme suivante :

$$dq_t/dt = k_2(q_e - q_t)^2 \dots \dots \dots (II.3)$$

L'intégration entre 0 et t pour le temps et 0 et q_t pour la quantité adsorbée, on obtient l'équation suivante [16] :

$$t/q_t = (1/k_2 \times q_e^2) + (1/q_e) \times t \dots \dots \dots (II.4)$$

Avec :

- q_e : La quantité adsorbée à l'équilibre.
- q_t : La quantité adsorbées à l'instant t.
- k_2 : La constante de vitesse ($\text{mg.g}^{-1}.\text{min}^{-1}$).

La représentation de t/q_e en fonction du temps donne accès aux constantes q_e et k_2 .

II.4.3. Modèle de la diffusion intra-particulaire

Afin d'identifier le mécanisme de diffusion, les résultats cinétiques ont ensuite été analysés en utilisant le modèle de diffusion intra-particulaire. Selon Webber et Morris, l'expression cinétique de diffusion intra-particulaire est souvent présentée par :

$$q_t = k_d.t^{0,5} + c \dots \dots \dots (II.5)$$

Où k_d est la constante de vitesse de diffusion intra-particulaire. La valeur de l'ordonnée à l'origine c, fournit une indication de l'épaisseur de la couche limite.

Le tracé de q_t en fonction $t^{0.5}$ donne des droites multilinéaires pour chaque concentration étudiée [17].

II.5. Les isothermes d'adsorption

Une isotherme est une fonction qui décrit la quantité adsorbée q_e en fonction de la concentration (C) à température constante [1]. Le phénomène d'adsorption en milieu aqueux peut être étudié en différents régimes, les plus importants pour nous est :

- ❖ Le régime dynamique (lit fixe) : on mesure par exemple le passage de la solution du phénol à travers une colonne contenant l'adsorbant (le charbon actif), la quantité adsorbée. Dans tous les cas, la quantité du produit adsorbée, ou autrement dit, la capacité d'adsorption peut être calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$q_e = (C_0 - C_e) \cdot V / m \dots \dots \dots (II.6)$$

Avec :

C_0 : Concentration initiale du soluté ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$).

C_e : Concentration à l'équilibre du soluté en phase liquide ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$).

V : Volume de la solution (L).

m : Masse de l'adsorbant (g).

Beaucoup de modèles mathématiques permettent une description de phénomène d'adsorption.

Les modèles les plus appliqués sont :

II.5.1. Isotherme de Langmuir

Le modèle d'isotherme proposé par Langmuir est le plus simple, il repose sur l'hypothèse d'une surface parfaitement homogène, chaque site donne lieu à l'adsorption d'une molécule d'adsorbat, et le nombre de molécules qui arrivent à la surface est égal au nombre de molécules qui quittent la surface (adsorption réversible). Le modèle de Langmuir s'écrit [1]:

$$q_e = (K \times b \times C_e) / (1 + (K \times C_e)) \dots \dots \dots (II.7)$$

La représentation linéaire par (C_e/q_e) en fonction de C_e permet de vérifier le modèle.

L'équation mise en jeu est la suivante :

$$(C_e/q_e) = (1/b) \times C_e + 1/b \times K \dots \dots \dots (II.8)$$

Avec :

q_e : capacité d'adsorption en mg de soluté adsorbée par gramme de d'adsorbant.

C_e : concentration à l'équilibre du soluté en phase liquide (mg.L^{-1}).

K : constante de Langmuir.

b : capacité maximale d'adsorption en mg de soluté adsorbée par gramme d'adsorbant.

De la pente et de l'ordonnée de la droite on déduit la valeur des paramètres b et K_L .

II.5.2. Isotherme de Freundlich

Le modèle de Freundlich a été suffisamment représenté au cours des études d'adsorption. La relation empirique de l'isotherme de Freundlich est de la forme [1] :

$$q_e = K_F \times C_e^{\frac{1}{n}} \dots \dots \dots (II.9)$$

La représentation linéaire $\log q_e$ en fonction du $\log C_e$ permet de vérifier le modèle selon l'équation suivante :

$$\text{Log } q_e = \text{log } K_F + \frac{1}{n} \times \text{log } C_e \dots \dots \dots (II.10)$$

Avec:

q_e : capacité d'adsorption en mg de soluté adsorbée par gramme de d'adsorbant.

C_e : concentration à l'équilibre du soluté en phase liquide (mg.L^{-1}).

K_F et $\frac{1}{n}$: constante de Freundlich.

La constante de Freundlich (K_F) traduit le pouvoir adsorbant d'une matrice vis-à-vis de l'adsorbat. Plus la valeur de K_F est élevée, plus l'adsorption est importante. L'équation de Freundlich décrit l'équilibre sur une surface hétérogène, sans association de molécules après leur adsorption [12]. Selon cette relation, la quantité adsorbée s'accroît à l'infini avec l'augmentation de la concentration du soluté. En général, même si ce modèle est peu applicable pour des concentrations élevées, il représente bien l'adsorption des substances diluées dans un solvant.

II.5.3. Isotherme de Temkin

Temkin et Pyzhev considèrent l'effet des interactions entre adsorbat/adsorbat sur l'isotherme d'adsorption, et suggèrent que, à cause de ces interactions, la chaleur d'adsorption décroît linéairement avec la croissance du taux de recouvrement de la surface de l'adsorbant selon cette formule [18] :

$$q_e = B \ln (aC_e) \dots \dots \dots (II.11)$$

Linéarisée sous la forme :

$$q_e = R.T/b_t (\ln a_t) + RT/b_t (\ln c_e) \dots \dots \dots (II.12)$$

Avec :

b_t : Constante de Temkin liée à la couche de sorption

a_t : Constante de l'isotherme de Temkin (L/mg).

R : Constante des gaz parfaits (8.314 J/mol K).

T : Température (K).

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

II.5.4. Les différentes formes des isothermes d'adsorption

Le type d'isotherme obtenu permet déjà de tirer des conclusions qualitatives sur les interactions, entre l'adsorbat et l'adsorbant, dont les plus importantes sont les suivantes [24] :

- ❖ la forme de l'isotherme ;
- ❖ l'existence de paliers sur les isothermes ;
- ❖ le type d'adsorption (mono ou polymoléculaire) ;
- ❖ l'orientation des molécules adsorbées.

II.5.4.1. Forme C

Les courbes sont sous forme de ligne droite avec le zéro comme origine. Elle signifie que le rapport entre la concentration résiduelle et adsorbée est le même à n'importe quelle concentration. Elles concernent les molécules flexibles pouvant pénétrer loin dans les pores pour y déplacer le solvant [24].

II.5.4.2. Forme L

Langmuir normal, indique l'adsorption à plat de molécules bifonctionnelles. Le rapport entre la concentration résiduelle en solution et adsorbée diminue lorsque la concentration du soluté augmente, décrivant ainsi une courbe concave, cette courbe suggère une saturation progressive de l'adsorbant [24].

II.5.4.3. Forme H

C'est un cas particulier de l'isotherme du type L, où la pente initiale est très haute. Ce cas est distingué des autres parce que le soluté montre parfois une affinité si élevée pour le solide que la pente initiale ne peut pas être distinguée de l'infini, même si cela n'a pas de sens du point de vue thermodynamique.

II.5.4.4. Forme S

La courbe est sigmoïdale et elle présente un point d'inflexion. Ce type d'isotherme est toujours le résultat d'au moins de deux mécanismes opposés. Les composés organiques non polaires sont un cas typique; ils ont une basse affinité avec les argiles, mais dès qu'une surface d'argile est couverte par ces composés, d'autres molécules organiques sont adsorbées plus facilement, ce phénomène est appelé l'adsorption coopérative [24].

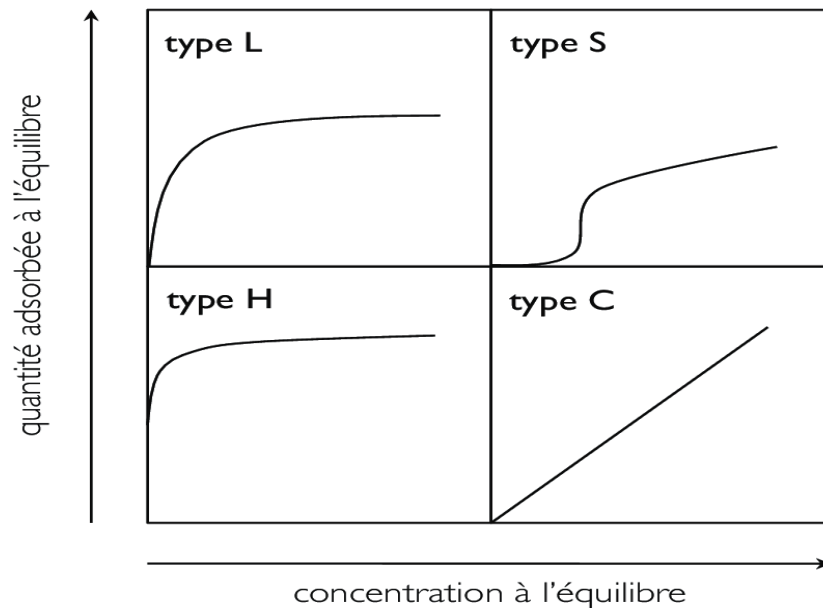


Figure II.2 : Classement des isothermes en phase liquide.

II.6. L'adsorption sur une colonne

Il s'agit d'une technique de traitement des effluents. Ces derniers traversent une colonne contenant un lit d'adsorbant. Dans un premier temps, la solution d'entrée rencontre une partie vierge de l'adsorbant. À cet endroit, l'adsorption continue jusqu'à ce que l'équilibre thermodynamique soit atteint. Ce processus de saturation progresse sous la forme d'un « front d'adsorption », avançant régulièrement jusqu'à la sortie de la colonne. L'adsorption en lit fixe n'étant pas instantanée, il n'existe pas une distinction nette entre une couche d'adsorbant saturée et une couche non saturée [11]. L'adsorption se produit plutôt dans une partie de la colonne connue comme zone de transfert de masse (ZTM). En dehors de la zone de transfert de masse, deux autres zones sont établies à l'intérieur d'une colonne de lit fixe [8]. Les différentes zones sont présentées sur la figure ci-dessous.

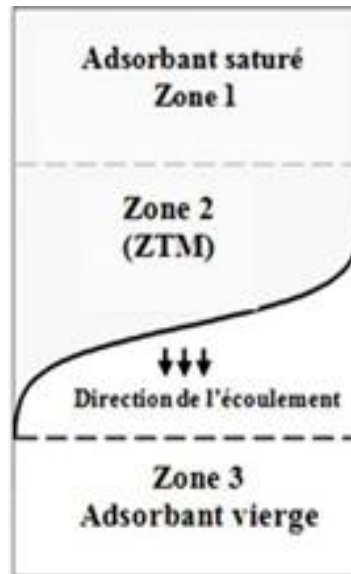


Figure II.3 : Représentation schématique des différentes zones de l'adsorption.

La première zone est comprise entre l'amont de la colonne et la zone de transfert de masse. Dans cette région, la capacité d'adsorption de l'adsorbant (Q_e) est en équilibre avec la concentration de l'effluent en tête de la colonne (C_0). L'adsorption se produit dans la deuxième zone (ZTM) où la concentration de l'effluent est réduite de C_0 à une valeur minimale en même temps que la quantité de soluté adsorbé passe de 0 à Q_e . La longueur de cette zone est liée au débit de circulation de l'effluent et à la cinétique de l'adsorption de l'adsorbant. Dans la troisième zone, la concentration de l'effluent est nulle et l'adsorbant n'est pas encore utilisé [11].

II.7. Courbes de perçage

Le charbon actif en grains est utilisé sous forme de lit fixe, traversé soit par un gaz, soit par un liquide. Le charbon va se saturer progressivement : la limite entre la zone saturée et celle non saturée est le front d'adsorption. La courbe de perçage correspond à l'évolution de la concentration en sortie d'un lit fixe, notée ici C_{sortie} , alimenté en continu par une solution de concentration C_0 (Figure II.3).

L'examen d'une courbe de perçage met en évidence deux caractéristiques particulièrement importantes (Figure II.3) :

- ❖ Le temps de perçage t_p , qui correspond au temps à partir duquel le lit commence à être saturé, et la concentration de sortie atteint la limite fixée ;
- ❖ La pente de la courbe de percée qui doit être quasiment verticale.

La meilleure efficacité du procédé correspond au plus grand temps de perçage qui s'obtient quand le front de perçage est quasiment vertical.

La forme des courbes de perçage dépend de la diffusion interne et éventuellement du transfert externe, de la dispersion axiale et de l'isotherme d'adsorption. Une augmentation de la résistance au transfert par diffusion et une augmentation de la dispersion axiale auront pour effet une diminution de la pente. Il est possible d'accélérer le transfert par diffusion en diminuant la taille des particules et de diminuer la dispersion axiale en améliorant le compactage du lit. La forme de l'isotherme a aussi une grande influence : plus la pente initiale de l'isotherme est élevée, plus le front de perçage est vertical [9].

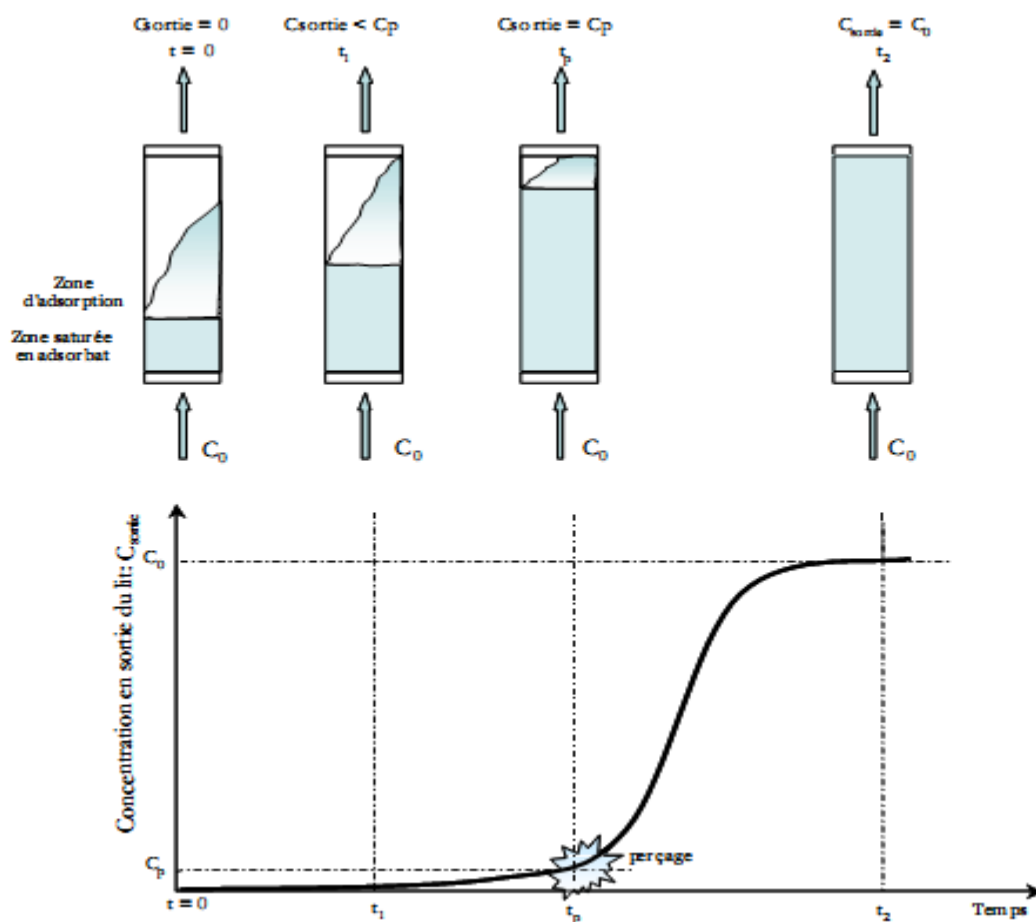


Figure II.4 : Courbe de perçage pour un lit fixe [9].

Avec :

C_{sortie} : concentration en sortie de lit fixe.

C_0 : concentration d'alimentation.

C_p : concentration de sortie maximale tolérée (perçage).

II.8. Modélisation dynamique des courbes de percée

II.8.1. Modèle d'Adams–Bohart

Bohart et Adams ont proposé une équation pour la conception de la colonne d'adsorption de charbon [13]. L'équation suivante donne le temps de percée en fonction de paramètres opératoires de l'adsorbent :

$$\ln \left(\frac{C_0}{C} - 1 \right) = \left(\frac{K_{AB} \times q_{AB} \times H}{U} \right) - K_{AB} \times C_0 \times t \dots \dots \dots (II.13)$$

Avec:

t : Temps de percée (min).

C₀ : Concentration initiale (mg. L⁻¹).

U : Vitesse dans le réacteur supposé vide (cm.min⁻¹).

q_{AB} : Capacité d'adsorption dynamique (mg. L⁻¹).

H : Hauteur de garnissage (cm).

K_{AB} : Constante de Adams–Bohart.

II.8.2. Model de Thomas

Le modèle de Thomas est l'un des plus généraux et largement utilisés. Le modèle est applicable dans un système avec un débit constant et aucune dispersion axiale, et son comportement correspond à l'isotherme de Langmuir et à la cinétique de réaction réversible du deuxième ordre [13].

$$\ln \left(\frac{C_0}{C} - 1 \right) = \frac{K \times q \times m}{F} - K \times C_0 \times t \dots \dots \dots (II.14)$$

Avec :

C₀ : Concentration initiale du polluant (mg.L⁻¹).

C : Concentration d'effluent au temps (t) en sortie de la colonne (mg.L⁻¹)

m : Masse du lit (g).

K: Constante de Thomas (L .mg⁻¹.min⁻¹).

q : Capacité d'adsorption maximale du soluté sur la biomasse (mg.g⁻¹).

F : Débit d'alimentation en solution de la colonne (L.min⁻¹)

t : Temps de percée relative à la concentration Ct en sortie de la colonne (min).

II.8.3. Modèle Yoon-Nelson

Yoon et Nelson ont développé un modèle relativement simple pour un système à composant unique. Un modèle qui décrit les courbes de percée relatives à l'adsorption des vapeurs ou des gaz sur une colonne remplie de charbon [1, 13]. Il présente sous la forme suivante :

$$\ln(C/C_0 - C) = \tau \times K_{YN} - K_{YN} \times t \dots \dots \dots (II.15)$$

Le modèle de Yoon-Nelson n'est qu'une forme modifiée de celui de Thomas. Il est appliqué pour déterminer les valeurs du temps (τ) correspondant à l'adsorption de 50% du polluant [1].

$$t = \tau + 1/K_{YN} \times \ln(C/C_0 - C) \dots \dots \dots (II.16)$$

II.8.4. Le modèle BDST

Le modèle BDST peut être utilisée pour analyser les courbes de percée. Le modèle BDST est un modèle simple reliant le temps de percée (t) à la hauteur de la colonne (H) en termes des concentrations opératoires et des paramètres d'adsorption. L'équation peut s'écrire de la manière suivante [14].

$$t = ((N_0 \times H) / (C_0 \times V)) - (1/K_a \times C_0) \times \ln[(C_0/C) - 1] \dots \dots \dots (II.17)$$

Avec :

C : Concentration en ion métallique en sortie de la colonne (mg.L^{-1}).

N_0 : Capacité d'adsorption par unité de volume du lit (mg.L^{-1}).

V : Vitesse linéaire (cm.h^{-1}).

K_a : Constante de vitesse du modèle BDST ($\text{L.mg}^{-1}.\text{h}^{-1}$).

t : Temps de percée (h).

H : Hauteur du lit (cm).

C_0 : Concentration initiale de l'ion métallique en solution (mg.L^{-1}).

II.9. Conclusion

L'adsorption est définie comme étant principalement une réaction de surface. Ce phénomène résulte l'existence des forces à la surface des adsorbants conduisent à deux types d'adsorption : la chimisorption et la physisorption. Beaucoup de techniques ont été utilisés pour l'analyse des effluents, parmi ces techniques l'adsorption sur colonne. Les isothermes, les modèles cinétiques et mathématiques permet d'écrire les différentes étapes qui se déroulant lors du phénomène d'adsorption sur colonne.

Chapitre III

Chapitre III : Matériels, méthodes et caractérisation physico-chimiques des charbons actifs

III.1. Introduction

Les performances du charbon actif dans son usage comme un matériau de traitement des effluents liquide est liée à sa microstructure. La caractérisation du charbon actif est une partie essentielle dans notre étude. Elle nous permet de juger l'efficacité des procédés de la préparation du charbon actif à partir de grignons d'olives et du marc de café et apprécier l'influence de la technique d'adsorption sur une colonne auxquelles nous avons fait appel. Au cours de cette étude nous avons utilisé une panoplie de techniques et de matériel pour la caractérisation des deux charbons actifs préparés (CAGO et CAMC) à savoir : la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la Fluorescence des rayons X (FRX) et la spectrophotomètre UV-visible.

III.2. Techniques de caractérisation

III.2.1. La diffraction des rayons X sur poudre

La diffraction des rayons X permet d'identifier la nature des phases cristallines présentes dans un solide. Cependant, plusieurs mailles cristallines doivent se succéder pour former des raies de diffraction visibles. Si le nombre de mailles constituant les cristallites est faible, les raies de diffraction apparaîtront larges. Cette propriété permet, dans certains cas, de déterminer la taille des cristallites.

Le principe de la DRX repose sur la réflexion sélective des rayons X par un cristal, selon la loi de Bragg : $\lambda = 2 \times d_{hkl} \sin \theta$

Avec :

λ : la longueur d'onde du faisceau incident ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) ;

d : la distance inter-réticulaire entre les plans de diffraction ;

$\sin \theta$: L'angle entre le faisceau incident et les plans de diffraction.

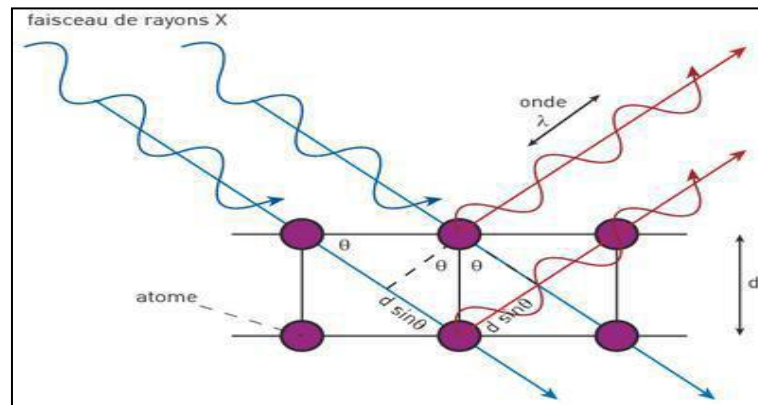


Figure III.1 : Réflexion des rayons X par une famille de plans réticulaires.

III.2.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

La spectrophotométrie infrarouge est une technique d'analyse utile pour la détermination, l'identification ou la confirmation de structure de produits connus ou non. Un spectre infrarouge permet de mettre facilement en évidence la présence de certains groupements fonctionnels, et peut servir de carte d'identité spectroscopique pour une molécule ou un matériau.

Lorsqu'un faisceau lumineux arrive à l'interface d'un second milieu dont l'indice de réfraction est plus grand, il subit suivant l'angle d'incidence, soit une réflexion totale comme un miroir, soit une réflexion atténuée après avoir, en partie, pénétré dans ce milieu d'environ une demi-longueur d'onde (soit entre 2 et 10 micromètres pour le moyen infrarouge). L'échantillon absorbe une partie de ces radiations.

Plusieurs techniques exploitent ce principe et permettent d'observer toutes sortes d'échantillons. On distingue la réflexion spéculaire, la réflexion totale atténuée et la réflexion diffuse. Chaque dispositif est conçu pour privilégier une seule composante de réflexion. Le spectre obtenu doit faire l'objet de corrections au moyen de logiciels.

III.2.3. Réflexion totale atténuée (ATR)

La réflexion totale atténuée est communément appelée ATR (Attenuated Total Reflection). Le principe de l'ATR est détaillé sur la Figure III.2.

Le principe des dispositifs ATR est de faire subir au faisceau optique plusieurs réflexions à l'interface entre l'échantillon et un cristal parallélépipédique (25x10x2mm), transparent en IR mais d'indice de réfraction n_2 élevé (ZnSe, TlBr, AgCl, diamant...) et dans la plupart des cas, supérieur à celui de l'échantillon (n_1).

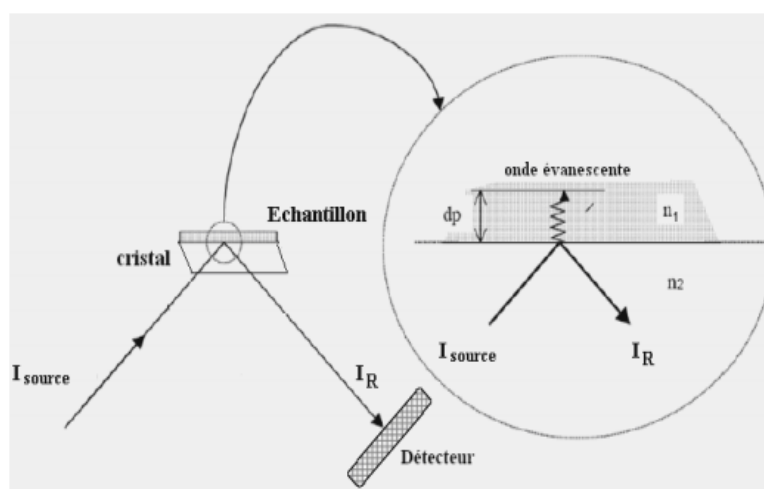


Figure III.2 : Principe de la réflexion totale atténuée (ATR).

III.2.4. Microscopie électronique à balayage couplée à une analyse de dispersion d'énergie (MEB-EDX)

La microscopie électronique a pour but ultime de déterminer la position de chaque atome dans un matériau, son état chimique et la densité électronique d'une région donnée, et ce, dans chacune des trois dimensions.

Le MEB analyse les électrons réfléchis secondaires, qui possèdent une énergie faible (< 50 eV). Ces électrons, provenant de la couche superficielle des échantillons (quelques dizaines d'angströms d'épaisseur), sont déviés par le champ du collecteur et accélérés jusqu'au scintillateur, le signal obtenu est amplifié par un photomultiplicateur et visualisé à l'écran.

L'émission des électrons secondaires augmente lorsque l'angle d'incidence des électrons sur la surface de l'échantillon diminue. Le nombre des électrons réfléchis est plus important sur les reliefs en arête et en pointes, qui apparaîtront alors plus brillants à l'écran.

Cette technique permet donc d'obtenir une visualisation tridimensionnelle de la surface de l'échantillon. Le grandissement est déterminé par le rapport entre l'amplitude de balayage image qui est fixe et celle du balayage objet qui est réglable.

III.2.5. La Fluorescence des rayons X (FRX)

La fluorescence des rayons X (FRX) est une technique non destructive qui sert à quantifier la composition élémentaire des échantillons solides et liquides. Lorsque les atomes d'un échantillon sont irradiés par un rayonnement X primaire à haute énergie, des électrons sont éjectés sous forme de photoélectrons. On a alors un déficit en électrons sur un ou plusieurs couches électroniques. L'atome devient alors un ion, il est dans un état instable. Pour retrouver une meilleure stabilité, le trou laissé sur l'orbitale va être comblé par un électron provenant d'une couche électronique plus extérieure. De telles transitions sont accompagnées par une émission d'énergie, sous forme d'un rayonnement X secondaire, c'est la fluorescence.

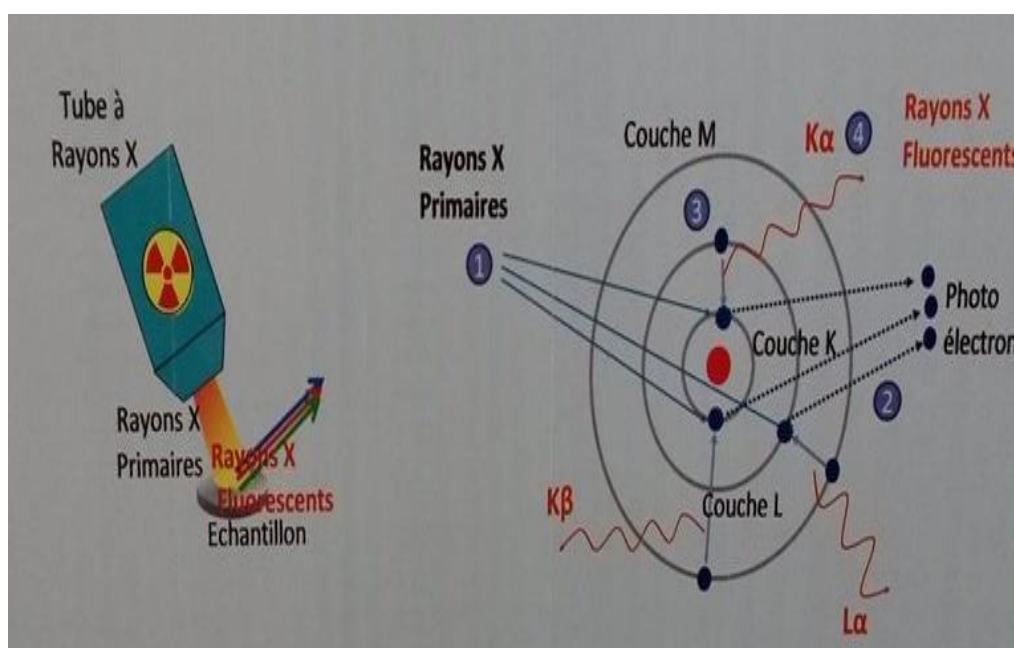


Figure III.3 : Schéma représentant le principe de la FRX.

III.2.6. Spectrophotomètre UV-visible

Un spectrophotomètre : cet instrument est à faisceau unique. C'est un appareil destiné à un usage général conçu pour répondre aux besoins du laboratoire conventionnel. Cet instrument est idéal pour des applications diverses, telles que : la chimie, la biochimie, la pétrochimie, la protection de l'environnement, les laboratoires alimentaires et des boissons, les laboratoires de l'eau et des eaux usées et d'autres domaines de contrôle de qualité et de la

recherche. Cet instrument est muni d'un écran LCD 128×64 pixels permettant l'affichage des résultats photométriques et la gamme de longueur d'onde 190 nm à 1100 nm. Le spectrophotomètre est idéal pour les mesures de longueur d'onde dans la région visible et ultraviolette du spectre électromagnétique. Différentes solutions ont un point de longueur d'onde d'absorption différent mais spécifique. Ainsi, à une longueur d'onde donnée, l'absorbance est liée à la concentration d'une solution (solution toujours transparente) et à son épaisseur. Cette relation est donnée par la loi de Beer-Lambert :

$$A = \log I/I_0 = \epsilon lc \dots \dots \dots (III.1)$$

Avec :

A : Densité optique ou l'absorbance.

I et **I₀** : Intensité du faisceau de lumière monochromatique de longueur d'onde λ à l'entrée et à la sortie de la cellule de référence.

l : Epaisseur de la cellule de référence (cm).

c : Concentration de l'élément recherché (mg/l ou mole/l).

ϵ : Coefficient d'extinction molaire (l/mg cm ou l/mole cm) [15].

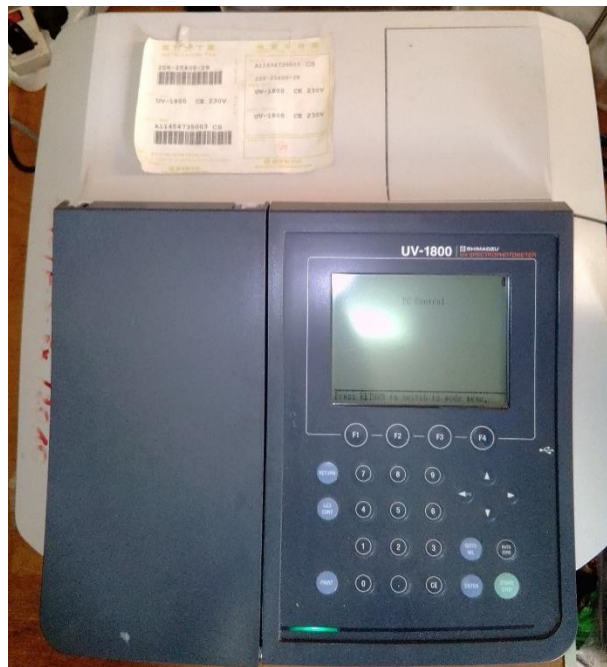


Figure III.4 : Spectrophotomètre (SHIMADZU UV-1800).

III.3. Description de l'appareillage

Notre montage expérimental présenté sur la figure suivante, est composé d'un ensemble d'éléments différents fixé sur une structure métallique. Cette installation comporte une colonne cylindrique en verre de diamètre interne égal à 2 cm et d'une hauteur de 40 cm où se déroule le phénomène d'adsorption. Le liquide est aspiré par une pompe centrifuge à partir du réservoir d'alimentation de forme cylindrique en verre de volume de 1,5L, dans lequel est plongé un agitateur qui assure l'homogénéisation de la solution. La vitesse d'écoulement du liquide qui traverse la colonne est fixée à 0,826L/h. Le liquide est récupéré dans le réservoir, en passant par une section de sortie de forme conique collecteur pour éviter la formation de bulles d'air lors du refoulement du liquide dans le réservoir. Pour assurer une distribution plus ou moins uniforme du liquide, la section d'homogénéisation est du même diamètre que la colonne qui repose sur une partie de forme conique collecteur.



Figure III.5 : Colonne d'adsorption à lit fixe.

III.4. Préparation du charbon actif à base des grignons d'olives et de marc du café

Une quantité importante des grignons d'olives et de marc du café a été récupérée. Elle a été lavée avec l'eau pour éliminer toutes les impuretés s'y trouvant dans le déchet. Les grignons d'olives et le marc de café propre, a été séché dans une étuve réglée à 105°C. Le matériau sec est stocké à l'abri pour la préparation du charbon actif.

III.4.1. Carbonisation

Le matériau sec subit une carbonisation dans un four électrique type LN.3.TM, avec une vitesse de 5°C min⁻¹. La température de carbonisation et le temps de carbonisation sont fixés à 400°C pendant 45 min. La quantification de la production du charbon actif est donnée par le rendement de la production calculé par l'équation suivante :

$$R_p(\%) = (m_f/m_i) \cdot 100 \dots \dots \dots (III.1)$$

Avec :

m_i : La masse initiale de matériau sec

m_f : La masse finale après carbonisation

Les résultats des rendements de la fabrication des deux charbons actifs sont dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : Les rendements des deux charbons.

Les charbons	Les rendements
Grignons d'olives	41,66%
Marc du café	30%

III.4.2. L'activation chimique

Pour réaliser l'activation chimique, les deux charbons (de grignons d'olives et du marc de café) ont été mélangés avec une solution d'acide phosphorique (H₃PO₄) à 3N pendant 72 heures. L'échantillon est récupéré à la fin de l'activation chimique (CAGO et CAMC) est lavé avec l'eau distillée jusqu'à un pH neutre, ensuite il est séché dans une étuve à 105°C.

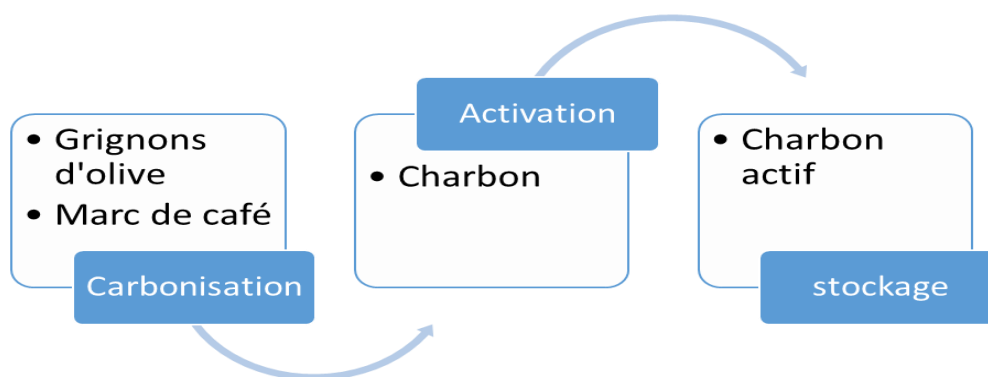


Figure III.6 : Processus de fabrication du charbon actif.

III.5. Caractérisation des deux charbons actifs (CAGO et CAMC)

III.5.1. Diffractométrie de rayons X (DRX)

C'est une technique non destructive utilisée pour la détermination de l'état de cristallisation de matériau. La caractérisation cristallographique des deux charbons actifs (CAGO et CAMC) est réalisée avec un Diffractomètre (D8 Advance A25 de Bruker) équipé d'un tube anticathode en cuivre avec une longueur d'onde ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$), la tension de générateur égale à 40KV avec un courant de 25mA. Les résultats ont été représentés dans les diffractogrammes des figures III.6-7.

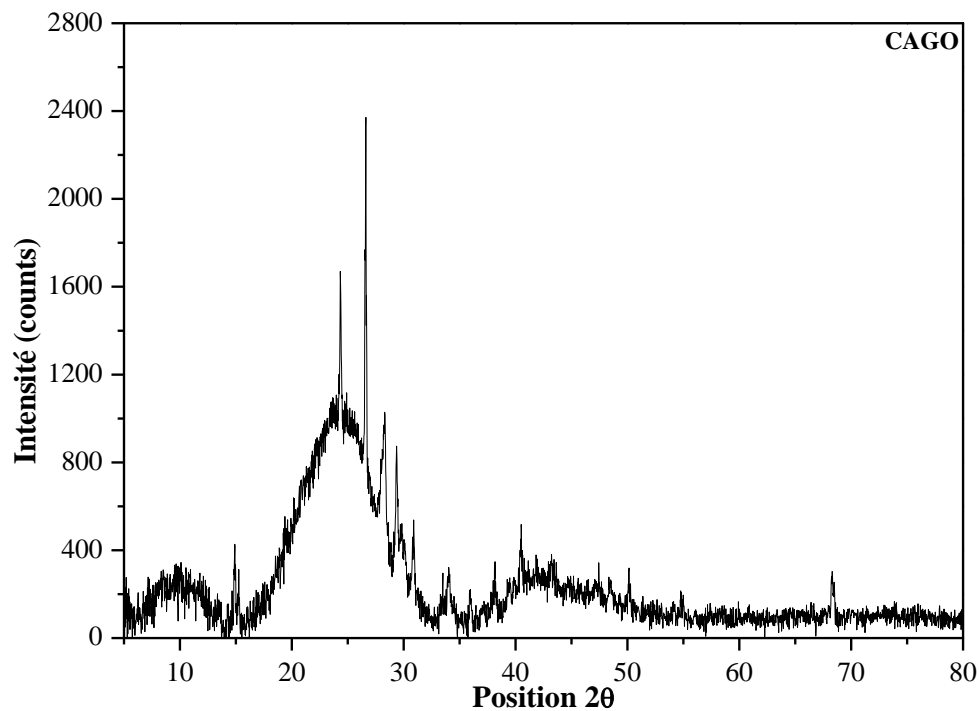


Figure III.7 : Diffractogramme de rayon X de CAGO.

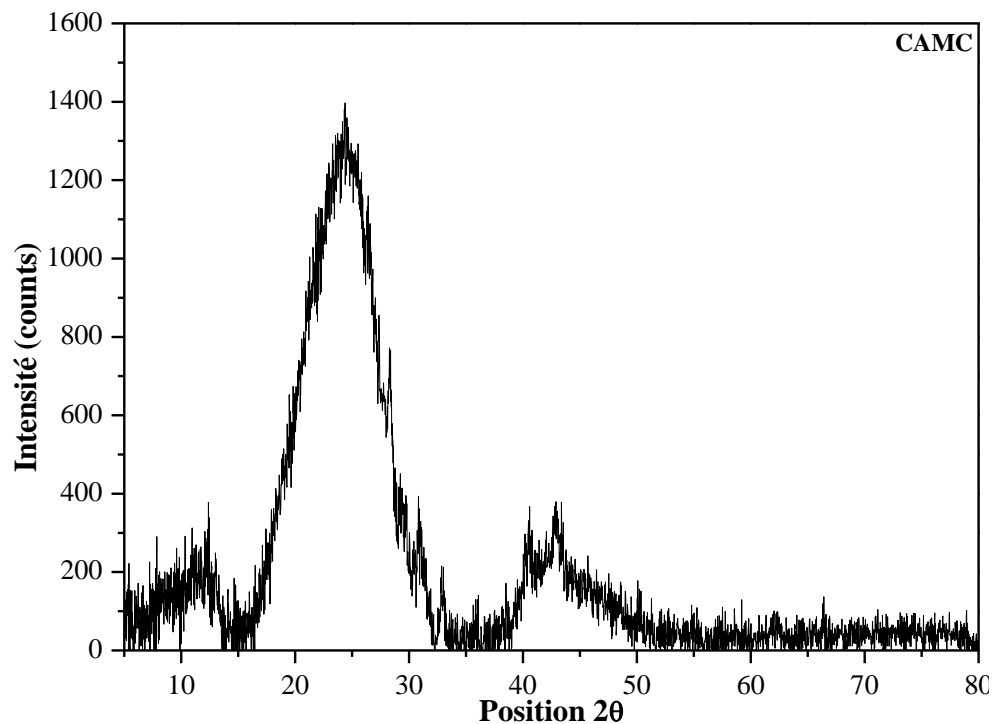


Figure III.8 : diffractogramme de rayon X de CAMC.

- ❖ Les résultats des analyses DRX montrent que nos deux charbons actifs sont semi-cristallins.
- ❖ Le diagramme de diffraction du charbon actif montre deux pics de diffraction des rayons X qui sont attribués respectivement à la présence du carbone / graphite : le pic principal le plus intense à 27° correspond au carbone et l'autre pic qui apparaît à 43° est attribué au graphite, ce qui montre que le processus d'activation a été bien réalisé [25].

III.5.2. Caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB)

L'analyse de la morphologie de la surface des deux charbons actifs (CAGO et CAMC) est réalisée par un microscope électronique à balayage, les résultats sont représentés dans les figures suivantes (figure III.6 et figure III.7), cette dernière montre la présence des pores sous forme micropore et mésopore.

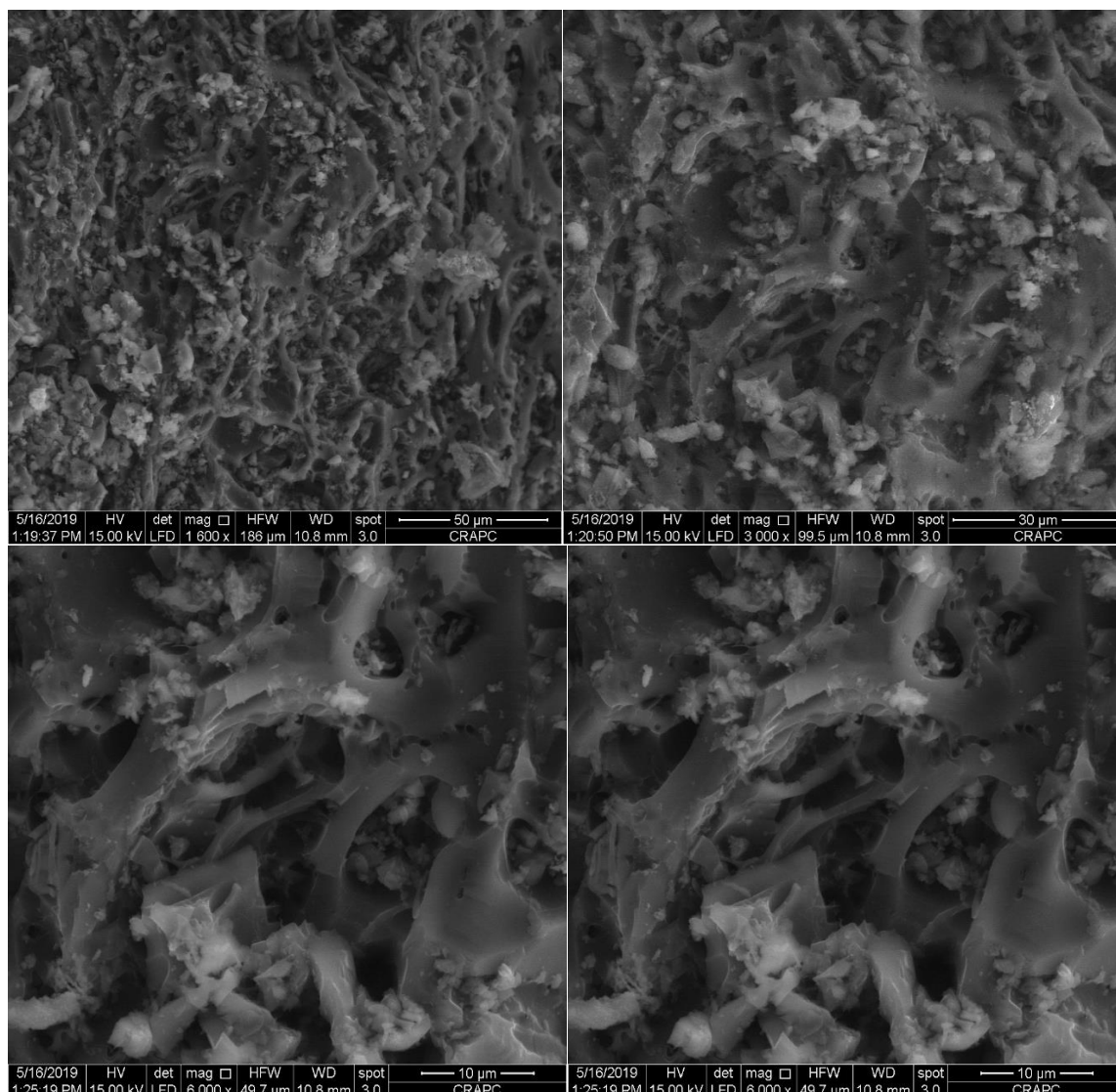


Figure III.8 : Image de CAGO avec le MEB à des agrandissements différents.

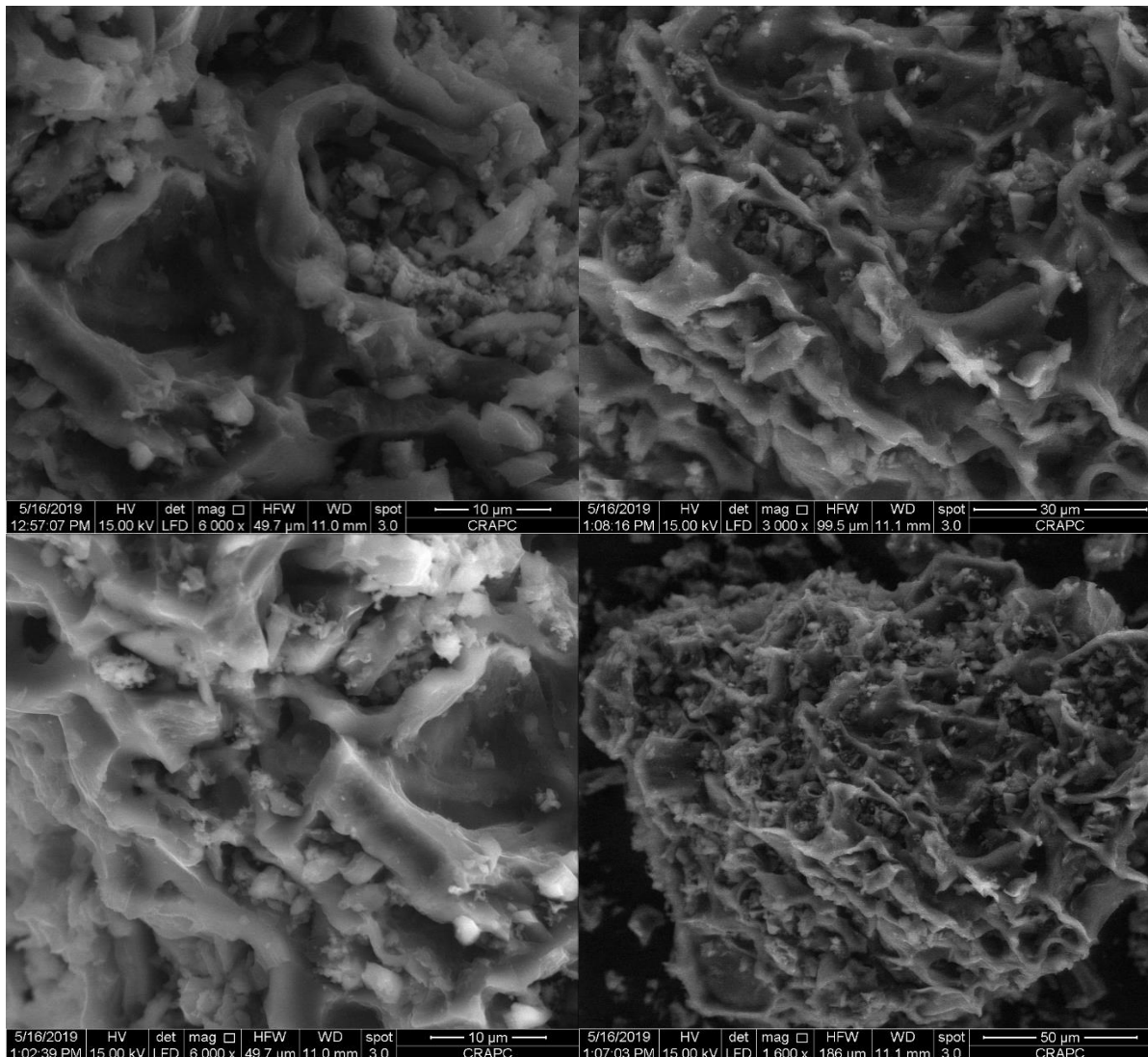


Figure III.9 : Image de CAMC avec le MEB à des agrandissements différents.

III.5.3. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Cette technique est souvent utilisée pour caractériser les substrats. La (FTIR) est une technique simple non destructive qui permet de mettre en évidence certaines fonctions (les acides carboxyliques, les chaînes aliphatiques...), les résultats de l'analyse FTIR des deux échantillons (CAGO et CAMC) sont représentés par les spectres suivants (figure), ces derniers montrent la présence des groupements fonctionnels suivants : C–O, C–C, C–H, O–H et C=C.

Tableau III.2 : Identification des spectres IR des deux charbons actifs (CAGO et CAMC).

Vibration	Bondes	Attribution
ν (CH ₂)	715 cm ⁻¹	Alcanes
ν (C-O)	1200 cm ⁻¹	Acide aliphatique
δ (O-H)	1430 cm ⁻¹	Acide aliphatique
ν (C=C)	1635 cm ⁻¹	Alcène et aromatique
ν (C-H)	2920 cm ⁻¹	Chaîne aliphatique
ν (O-H)	3340 cm ⁻¹	Des carboxyles, des phénols ou des alcools

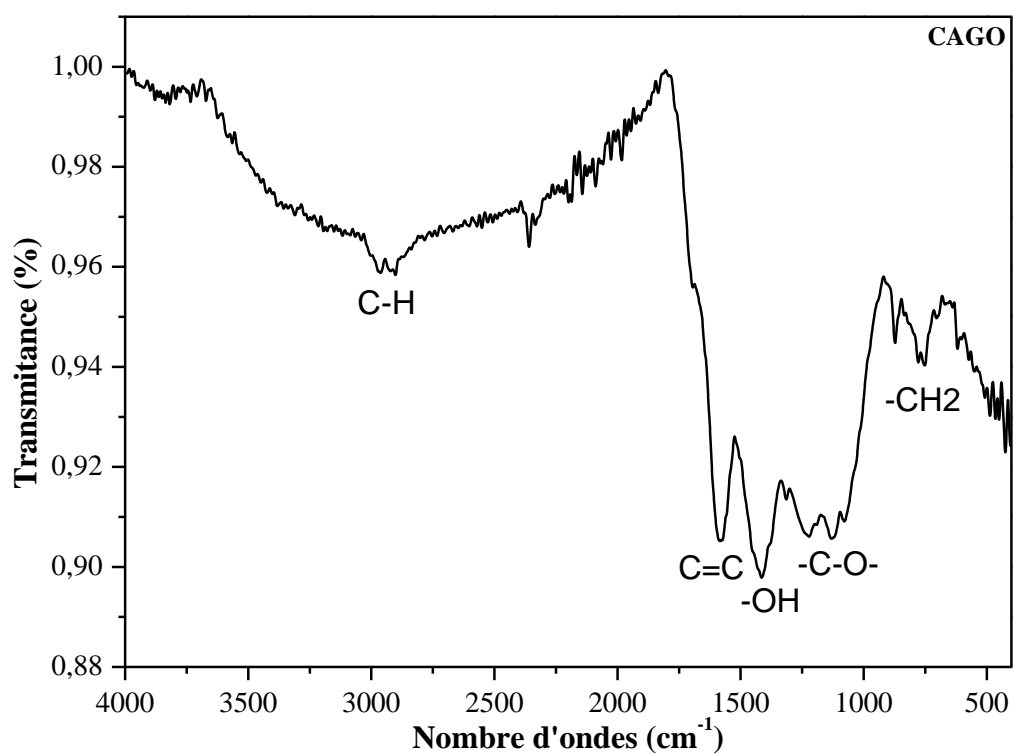


Figure III.10 : Spectre infrarouge du CAGO.

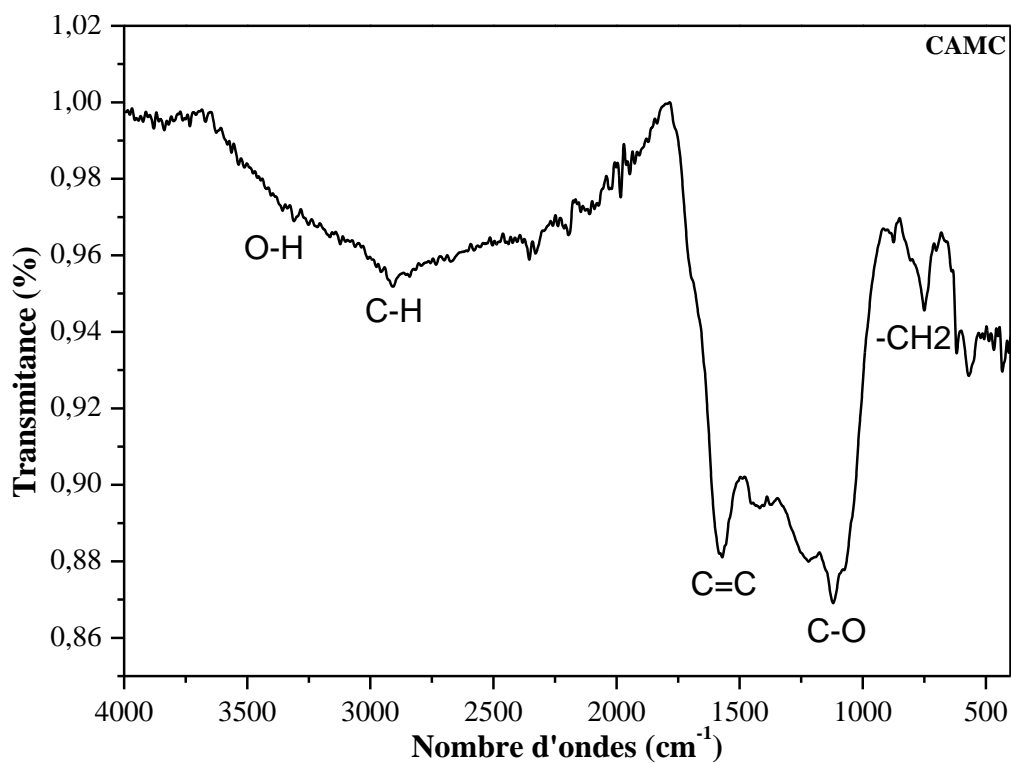


Figure III.11 : Spectre infrarouge du CAMC.

III.5.4. Fluorescence des rayons X (FRX)

C'est une technique d'analyse qui peut être utilisée pour déduire la composition chimique d'un matériau. Les résultats de l'analyse chimique FRX des deux charbons actifs (CAGO et CAMC) sont représentés dans les tableaux suivants (Tableau III.3 et Tableau III.4), le carbone est l'élément majoritaire de nos échantillons.

Tableau III.3 : Résultats de l'analyse FRX du CAGO.

No.	Elément	(% massique)	Elément	(% massique)
1	C	27,000	CO ₂	98,9987
2	Na	0,0330	Na ₂ O	0,0444
3	Mg	0,0316	MgO	0,0524
4	Al	0,0123	Al ₂ O ₃	0,0233
5	Si	0,0286	SiO ₂	0,0612
6	P	0,0328	P ₂ O ₅	0,0751
7	S	0,0209	SO ₃	0,0522
8	Cl	0,0222	/	/
9	K	0,3980	K ₂ O	0,4797
10	Ca	0,1310	CaO	0,1833
11	Fe	0,0039	Fe ₂ O ₃	0,0055
12	Ni	0,0002	NiO	0,0002
13	Cu	0,0005	CuO	0,0006
14	Zn	0,0002	ZnO	0,0002
15	Sr	0,0007	SrO	0,0008

Tableau III.4 : Résultats de l'analyse FRX du CAMC.

No.	Elément	(% massique)	Elément	(% massique)
1	C	26,900	CO ₂	98,7393
2	Na	0,0783	Na ₂ O	0,1056
3	Mg	0,158	MgO	0,2616
4	Al	0,0033	Al ₂ O ₃	0,0062
5	Si	0,0052	SiO ₂	0,0111
6	P	0,102	P ₂ O ₅	0,233
7	S	0,0517	SO ₃	0,1291
8	Cl	0,0181	/	/
9	K	0,2670	K ₂ O	0,3212
10	Ca	0,1170	CaO	0,1639
11	Mn	0,0013	MnO	0,0017
12	Fe	0,0040	Fe ₂ O ₃	0,0057
13	Cu	0,0017	CuO	0,0021
14	Zn	0,0008	ZnO	0,0009
15	Rb	0,0002	Rb ₂ O	0,0003
16	Sr	0,0002	SrO	0,0002

III.6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons décrit la colonne où se déroulent le phénomène d'adsorption et l'appareillage utilisé au cours de notre travail. Les différentes techniques, de préparation et de caractérisation des deux charbons actifs (CAGO et CAMC) montrent que le carbone est l'élément majoritaire dans les deux échantillons qui présente un pourcentage supérieur à 98% selon l'analyse avec FRX, les échantillons sont de structure semi-cristallins d'après les diffractogrammes DRX réalisés, l'analyse FTIR montre la présence des pores et des groupements fonctionnels telle que C-O, C-C, C-H, O-H et C=C.

Chapitre IV

Chapitre IV : Essais de l'adsorption du phénol sur les charbons actifs : Étude paramétrique

IV.1. Introduction

Ce chapitre est consacré d'une part à l'étude de l'influence des principaux paramètres (la concentration initiale du phénol, la masse du charbon actif, le volume de l'alimentation) sur le rendement d'adsorption du phénol pour les deux charbons actifs étudiés (CAGO et CAMC), d'autre part modélisation des isothermes l'adsorption (Langmuir, Freundlich et Temkin) appliqués à d'adsorption du phénol sur les deux charbons actifs (CAGO et CAMC), et suivi d'une étude de la cinétique d'adsorption (pseudo premier ordre, pseudo second ordre et diffusion intra particulaire).

IV.2. Détermination les pHs de point de charge nulle (pH_{pzc})

Le pH de la charge du point zéro (pH_{pzc}) a été déterminé en plaçant 0,2g de charbon actif dans une bouteille à bouchon en verre contenant 50 ml de solutions de NaCl 0,01 M. Le pH initial de ces solutions a été ajusté de 2 à 11 en ajoutant du NaOH 0,1 M ou du HCl 0,1 M. Les flacons ont été placés dans un incubateur de la température constante (25 °C) pendant 48h, et le pH final du surnageant a été mesuré. Le $pH = pH(\text{final}) - pH(\text{initial})$ a été tracé par rapport au pH initial, le point auquel le pH était nul été pris comme pH_{pzc} . Les résultats de cette étude sont représentés dans la figure IV.1.

Le pH_{pzc} ou pH du point de charge zéro ou nulle, correspond à la valeur de pH, pour laquelle, la charge nette de la surface des adsorbants est nulle. Ce paramètre est très important dans les phénomènes d'adsorption, surtout quand des forces électrostatiques sont impliquées dans les mécanismes, c'est le cas avec les charbons actifs. Nous avons tracé l'évolution de pH finale en fonction du pH ajusté, le point d'intersection entre la courbe finale et la courbe initiale (sans ajout de charbon) correspond au pH_{pzc} de notre matériau. Les résultats de détermination de point de charge zéro (pH_{pzc}) des deux charbons actifs étudiés sont représentés dans le tableau IV.1.

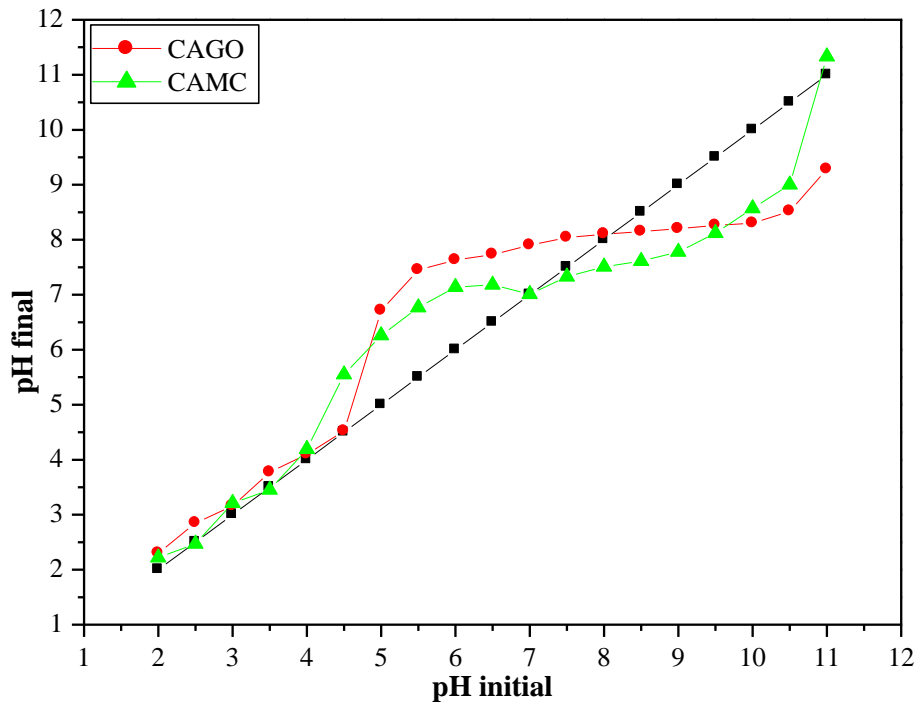


Figure IV.1 : Courbe représente le pH_{pzc} des deux charbons actifs (CAGO et CAMC).

Tableau IV.1 : Le point de charge zéro (pH_{pzc}) des deux charbons CAGO et CAMC.

Type du charbon actif	pH_{pzc}
CAGO	4,52
CAMC	7,01

IV.3. Étude de l'influence des principaux paramètres sur le rendement

IV.3.1. Influence de la concentration initiale du phénol

L'étude de l'influence de la concentration initiale du phénol sur le rendement d'adsorption du phénol pour les deux charbons actifs CAGO et CAMC, est effectuée avec les conditions opératoires suivantes : les masses des charbons actifs sont $m=1g$, $m=2g$ et $m=3g$; les volumes de l'alimentation sont $V=0,5 L$, $V=1 L$ et $V=1,5 L$, avec l'ajustement du pH de milieu 4,52 pour CAGO et 7,01 pour CAMC.

Les résultats des essais d'adsorption sont présentés sur les histogrammes (les figures IV.2-7), on constate que le rendement d'adsorption du phénol par les deux charbons actifs (CAGO et CAMC) augmente avec la diminution de la concentration initiale du phénol. Les meilleurs rendements d'adsorption du phénol sur les deux charbons actifs étudiés sont enregistrés avec une concentration de 30 mg/L, avec les rendements suivants : 100% pour CAMC et 67% pour le CAGO.

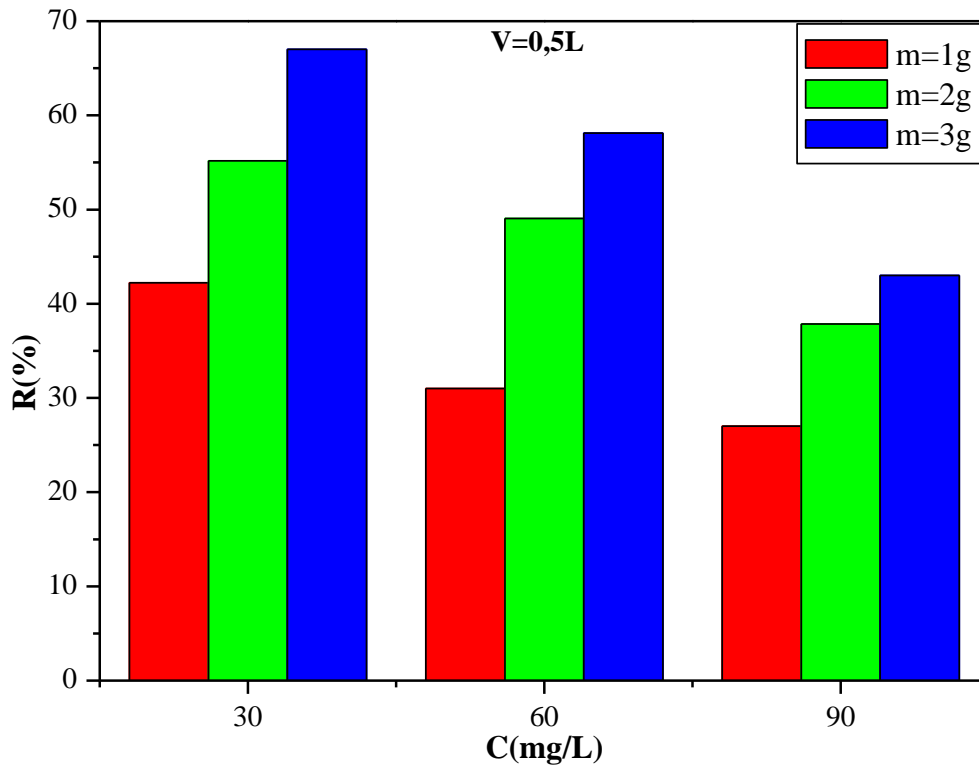


Figure IV.2 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation V=0,5L.

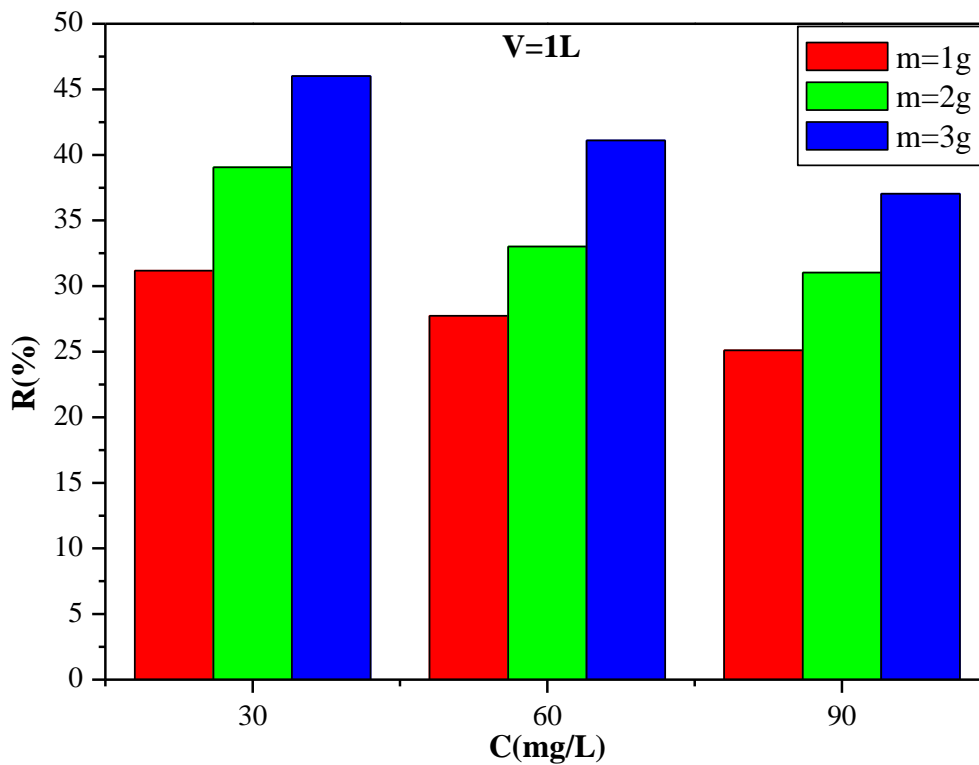


Figure IV.3 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation V=1L.

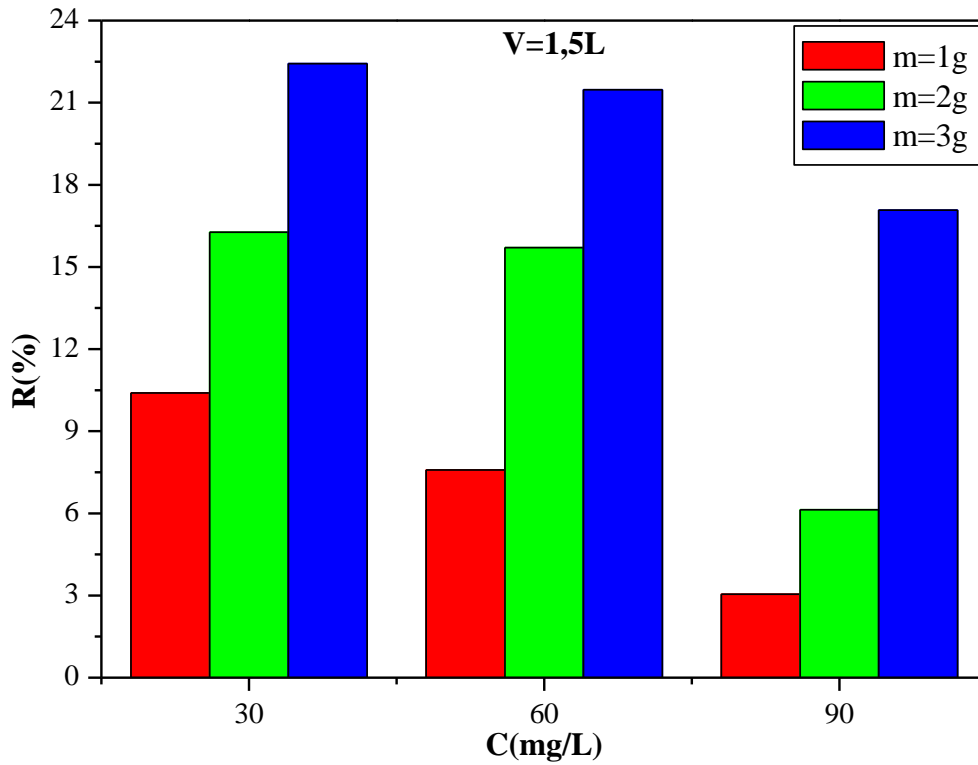


Figure IV.4 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation $V=1,5L$.

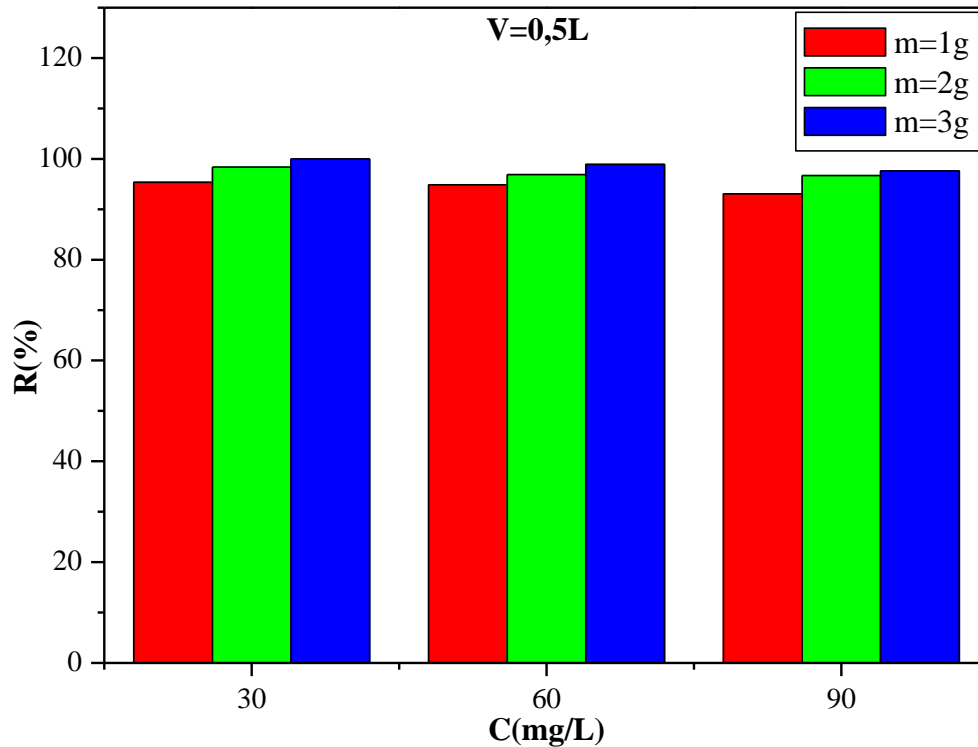


Figure IV.5 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation $V=0,5L$.

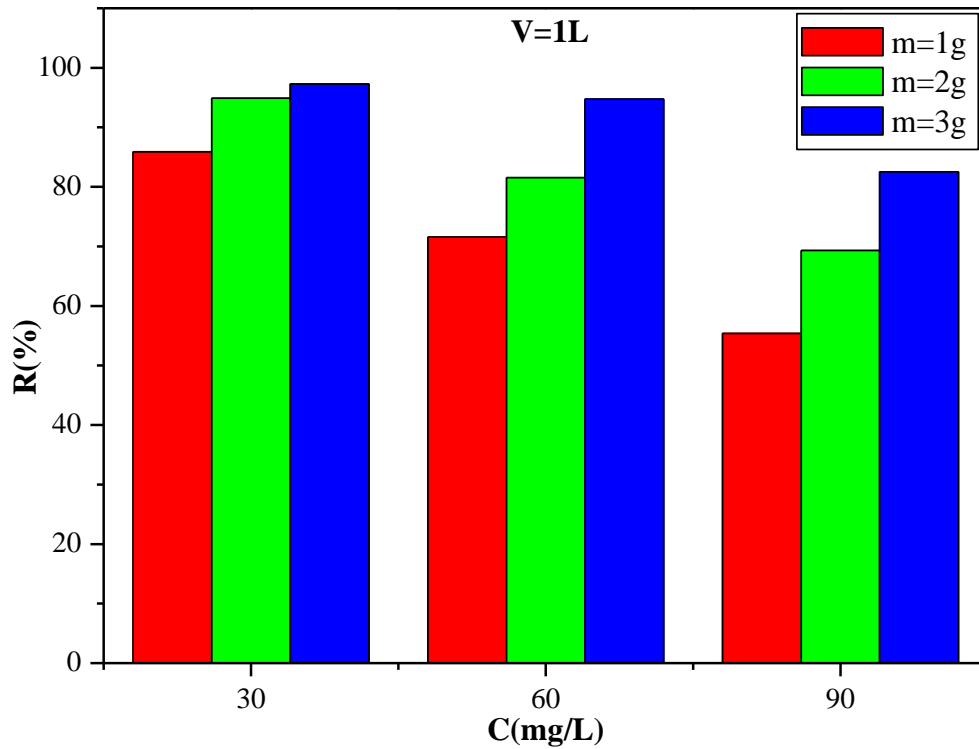


Figure IV.6 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation $V=1L$.

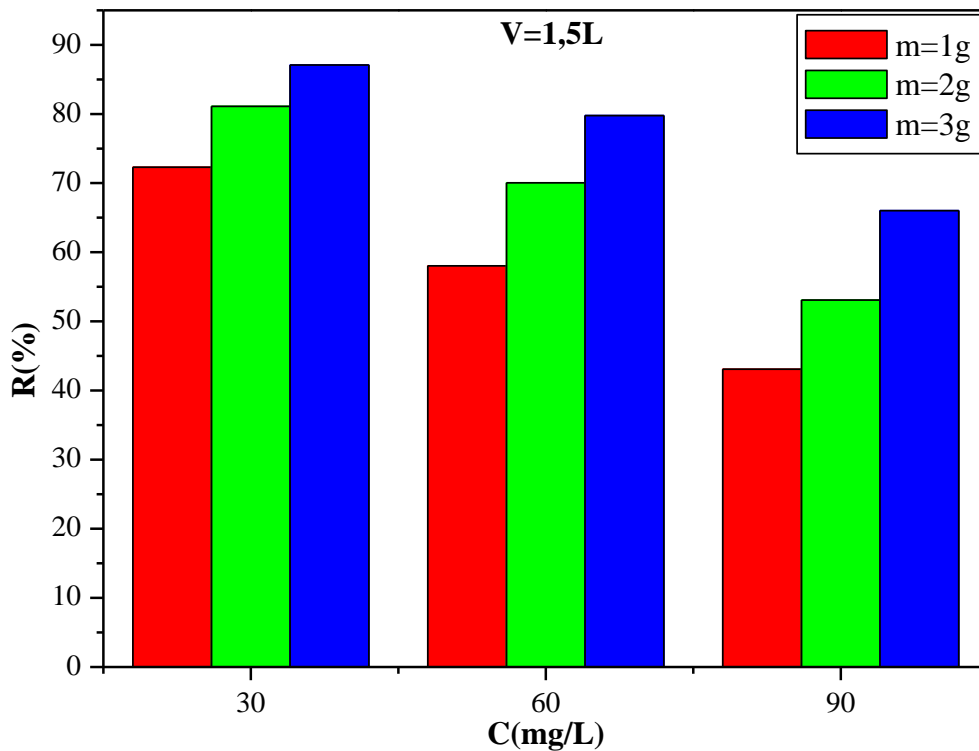


Figure IV.7 : L'influence de la concentration initiale sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation $V=1,5L$.

IV.3.2. Influence de la masse des charbons

L'étude de l'influence de la concentration initiale du phénol sur le rendement d'adsorption du phénol pour les deux charbons actifs CAGO et CAMC, sont effectuées avec les conditions opératoires suivantes : les volumes de l'alimentation sont $V=0,5L$, $V=1L$ et $V=1,5L$; les concentrations initiales du phénol sont $C=30\text{ mg/L}$, $C=60\text{ mg/L}$ et $C=90\text{ mg/L}$, avec l'ajustement du pH de milieu 4,52 pour le CAGO et 7,01 pour le CAMC.

Les résultats des essais d'adsorption représentés dans les histogrammes (figures IV.8-13), montrent que le rendement d'adsorption augmente avec l'augmentation de la masse du charbon actif, cette augmentation est due à la présence des pores libres en excès. Les meilleurs rendements sont obtenus avec l'utilisation de la masse du charbon $m=3g$, les meilleurs rendements enregistrés sont 67% pour le CAGO et 100% pour le CAMC.

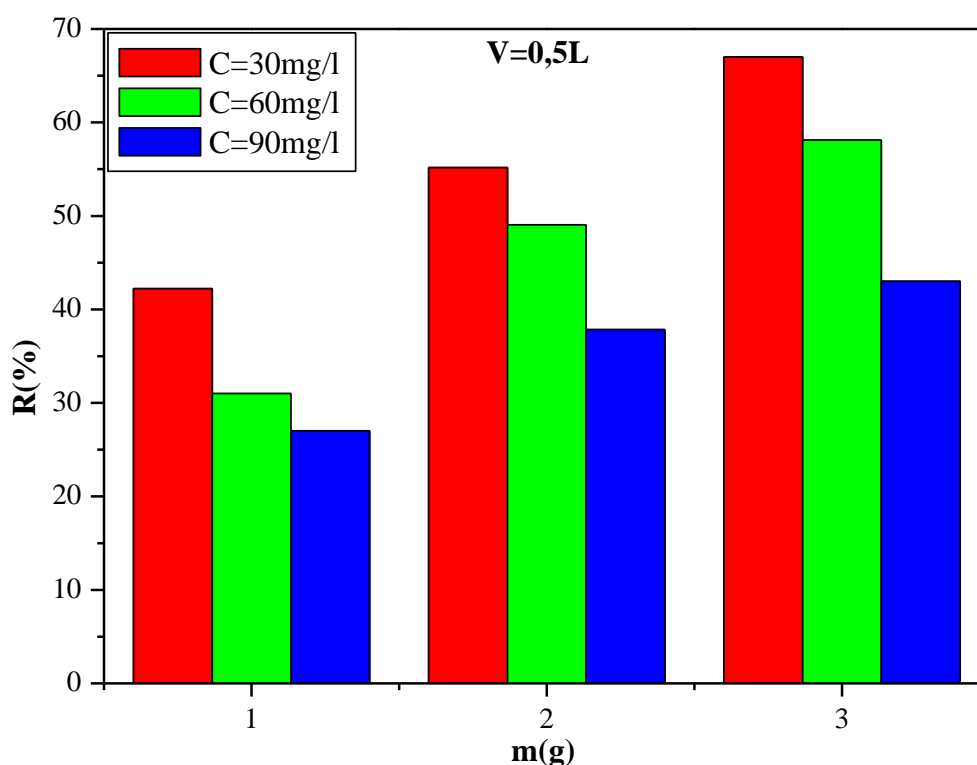


Figure IV.8 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation $V=0,5L$.

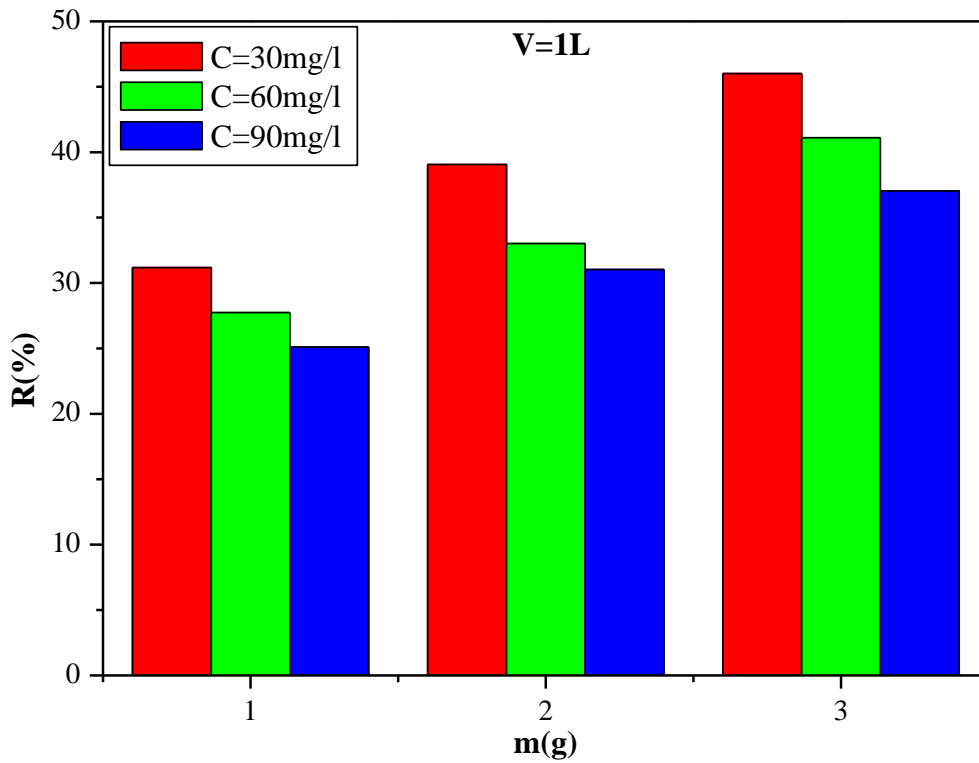


Figure IV.9 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation V=1L.

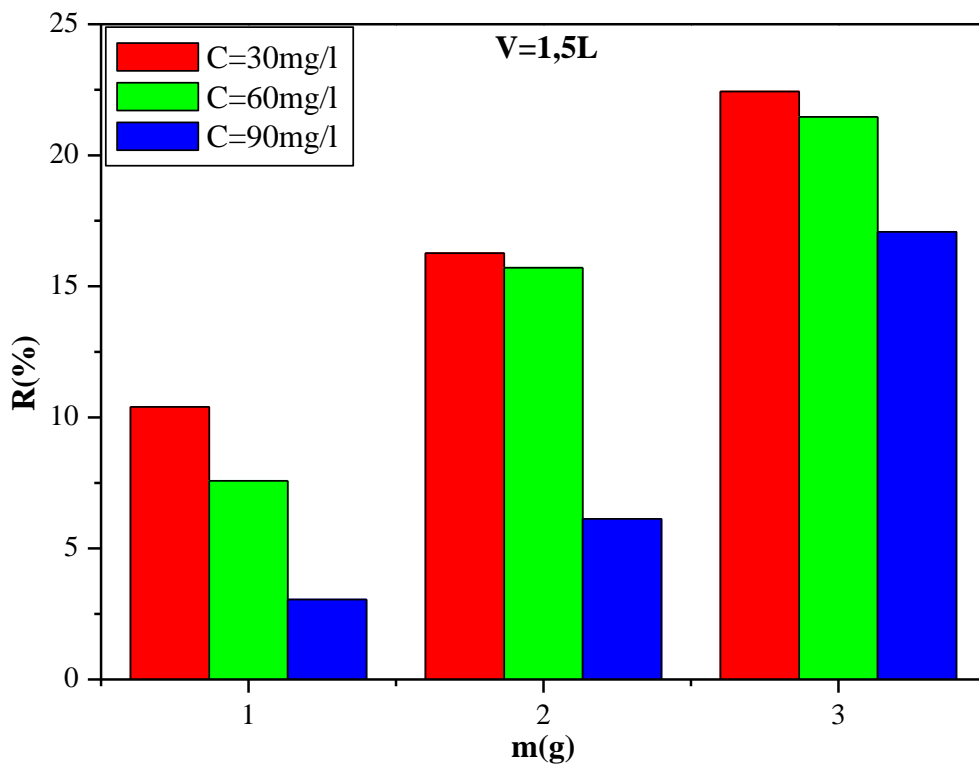


Figure IV.10 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour un volume de l'alimentation V=1,5L.

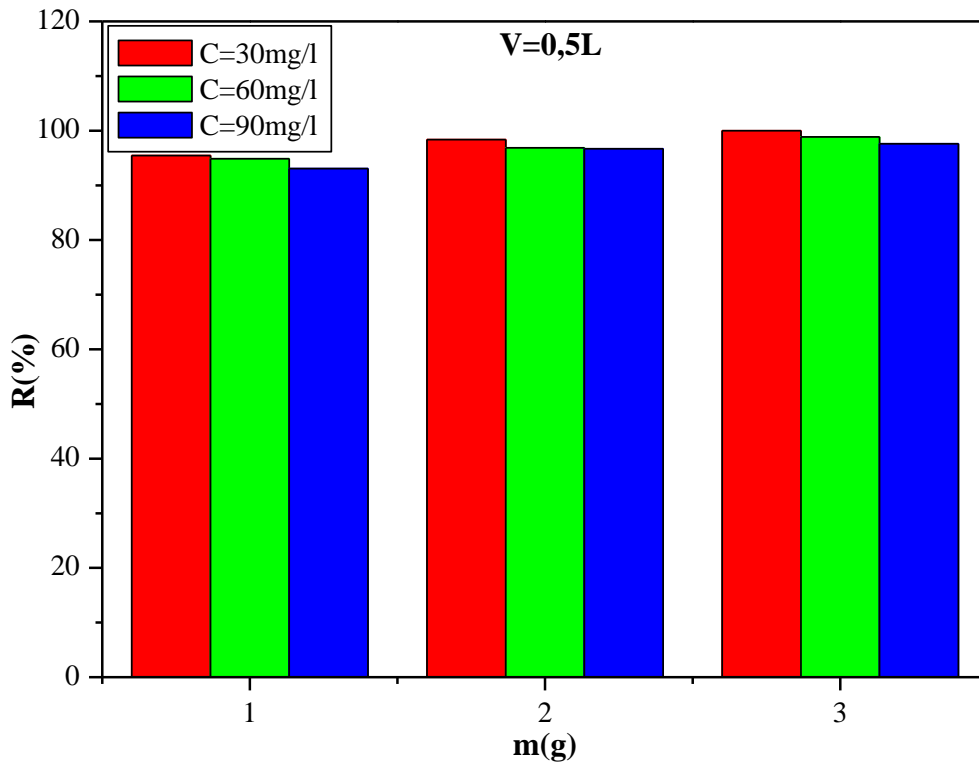


Figure IV.11 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation V=0,5L.

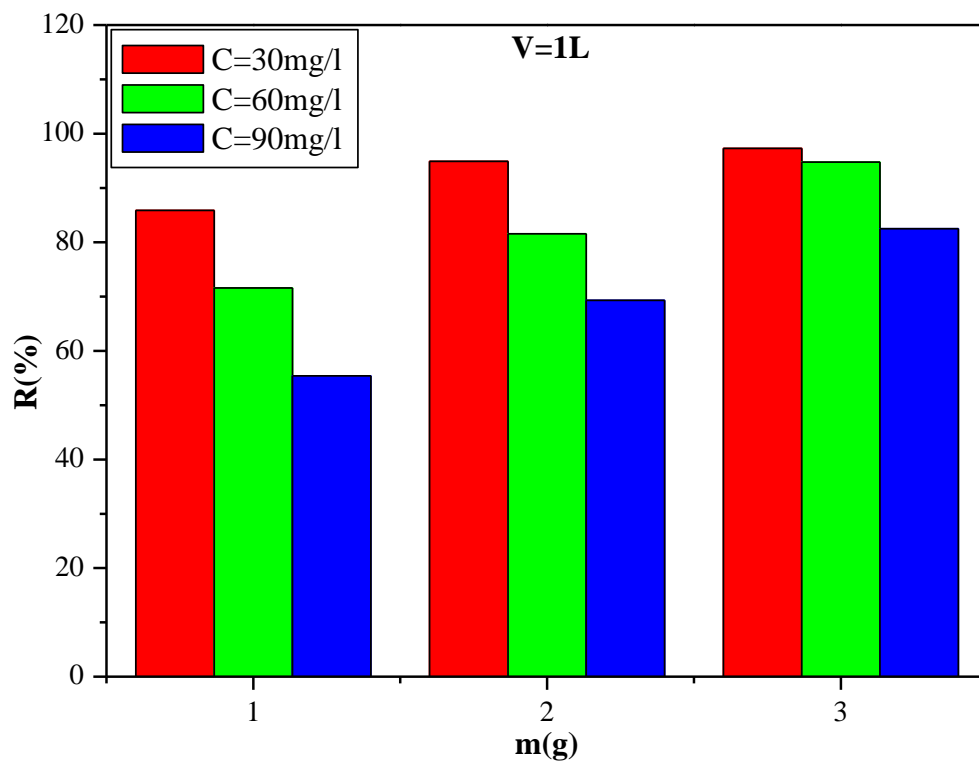


Figure IV.12 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation V=1L.

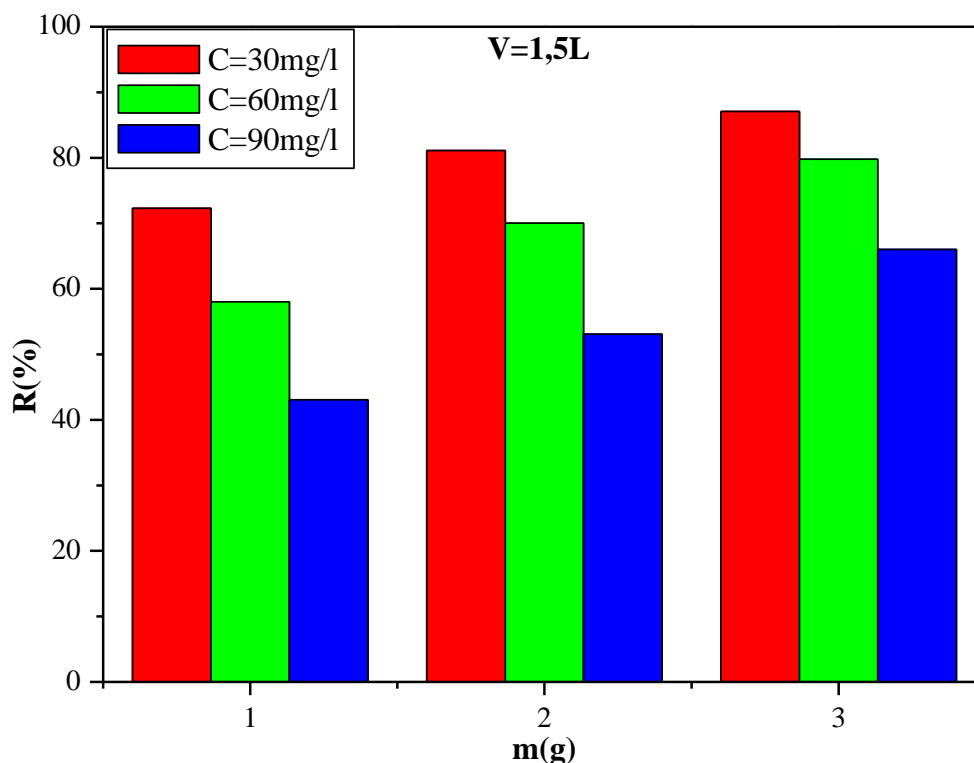


Figure IV.13 : L'influence de la masse sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour un volume de l'alimentation $V=1,5L$.

IV.3.3. L'influence de volume de l'alimentation

L'étude de l'influence du volume de l'alimentation sur le rendement d'adsorption du phénol pour les deux charbons actifs CAGO et CAMC, sont effectuées avec les conditions opératoires suivantes : les masses des deux charbons sont $m=1$, $m=2$ et $m=3g$; les concentrations initiales du phénol sont $C=30$ mg/L, $C=60$ mg/L et $C=90$ mg/L, avec l'ajustement du pH de milieu 4,52 pour le CAGO et 7,01 pour le CAMC.

Les résultats des essais d'adsorption représentés dans les histogrammes (figures IV.14-19), montrent que le rendement d'adsorption augmente avec une diminution du volume de l'alimentation, cette augmentation du rendement dans le cas du volume $V=0,5L$ est due à la concentration moyenne faible du mélange des deux solutions celle de la cuve et celle de la sortie de la colonne. Les meilleurs rendements sont obtenus avec l'utilisation du volume de l'alimentation $V=0,5L$ avec des rendements enregistrés sont 67% pour le CAGO et 100% pour le CAMC.

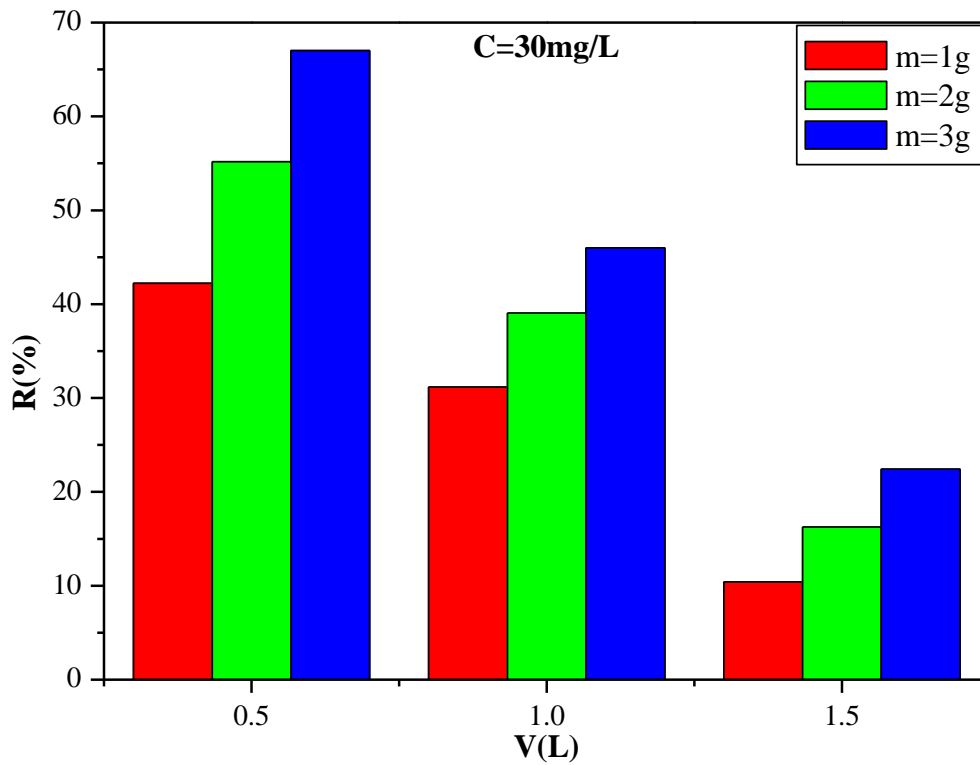


Figure IV.14 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour une concentration initiale $C_0=30\text{mg/L}$.

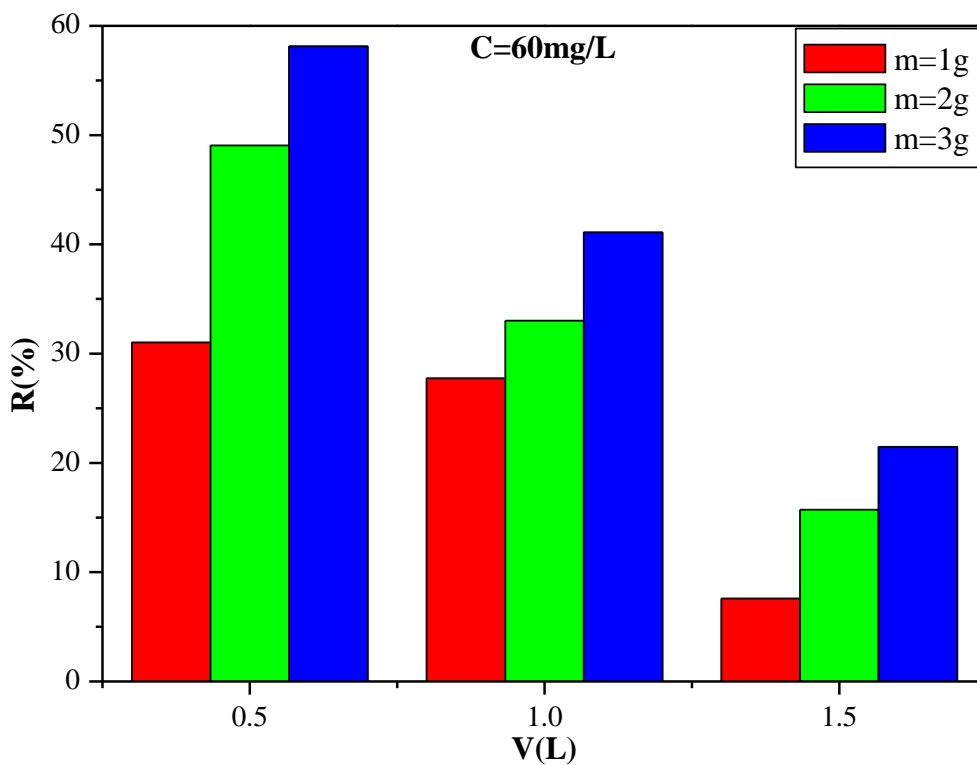


Figure IV.15 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour une concentration initiale $C_0=60\text{mg/L}$.

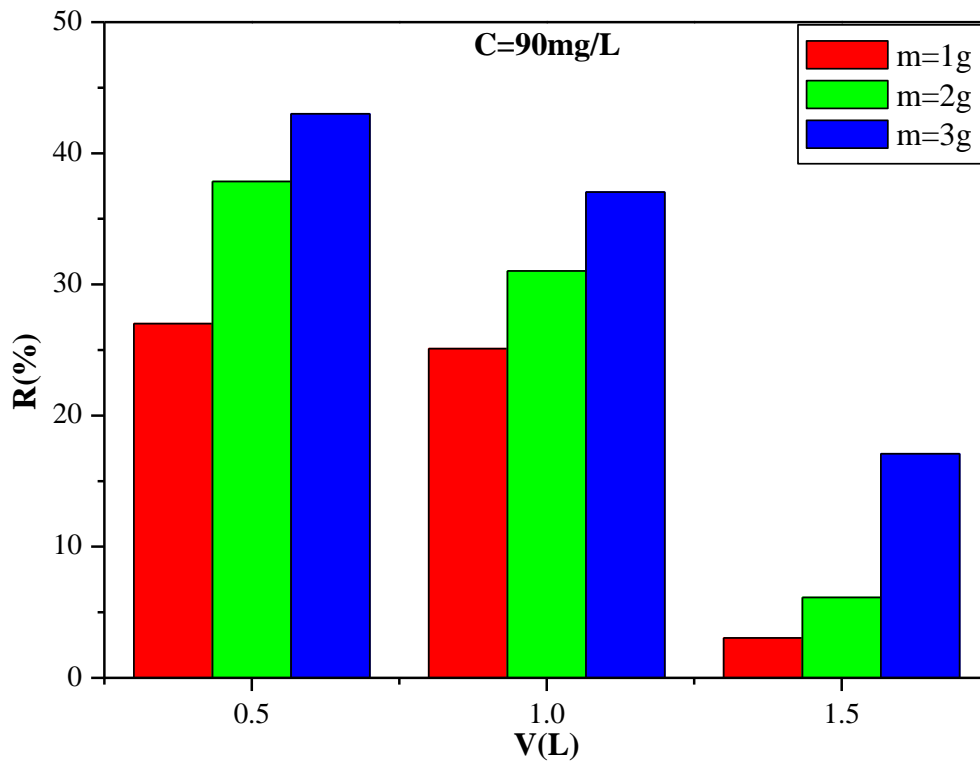


Figure IV.16 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAGO pour une concentration initiale $C_0=90\text{mg/L}$.

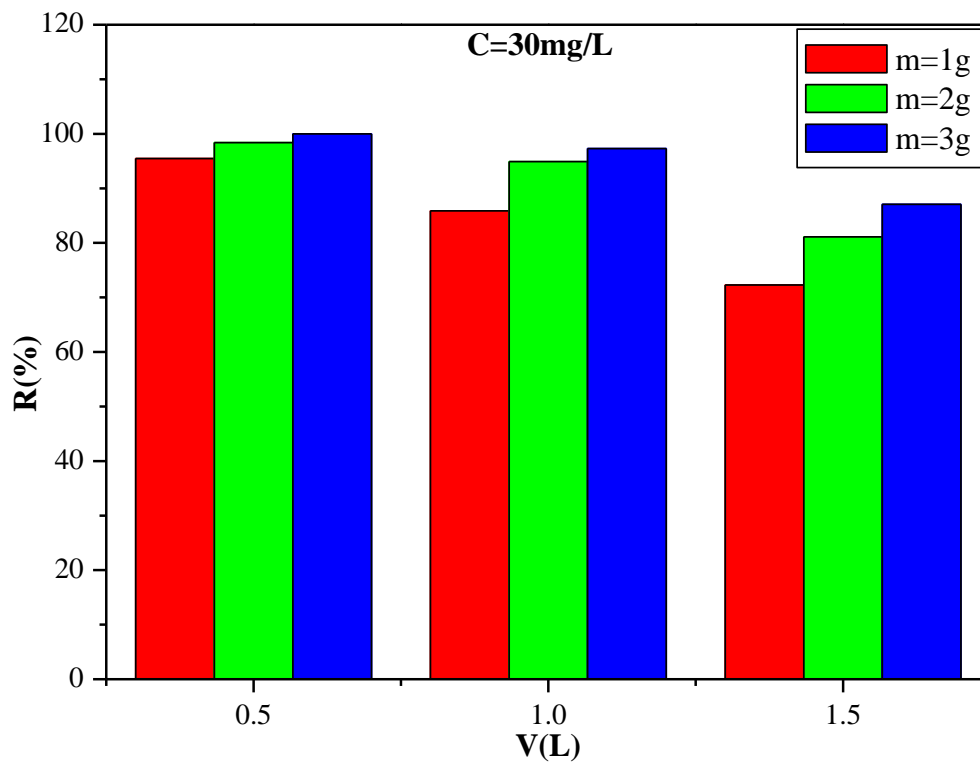


Figure IV.17 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour une concentration initiale $C_0=30\text{mg/L}$.

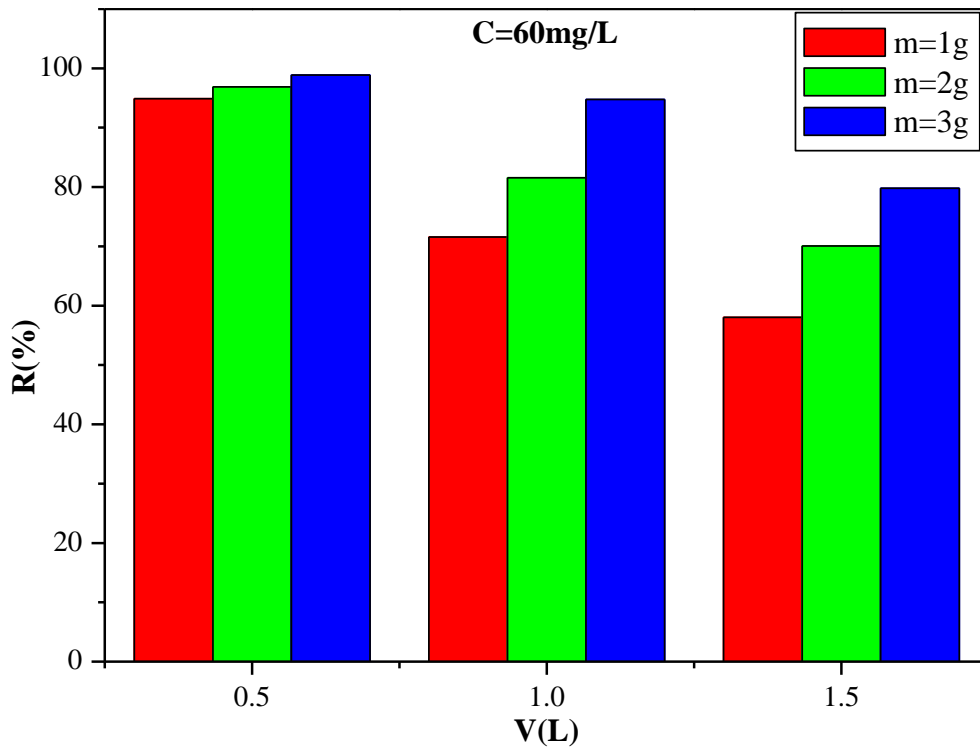


Figure IV.18 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour une concentration initiale $C_0=60\text{mg/L}$.

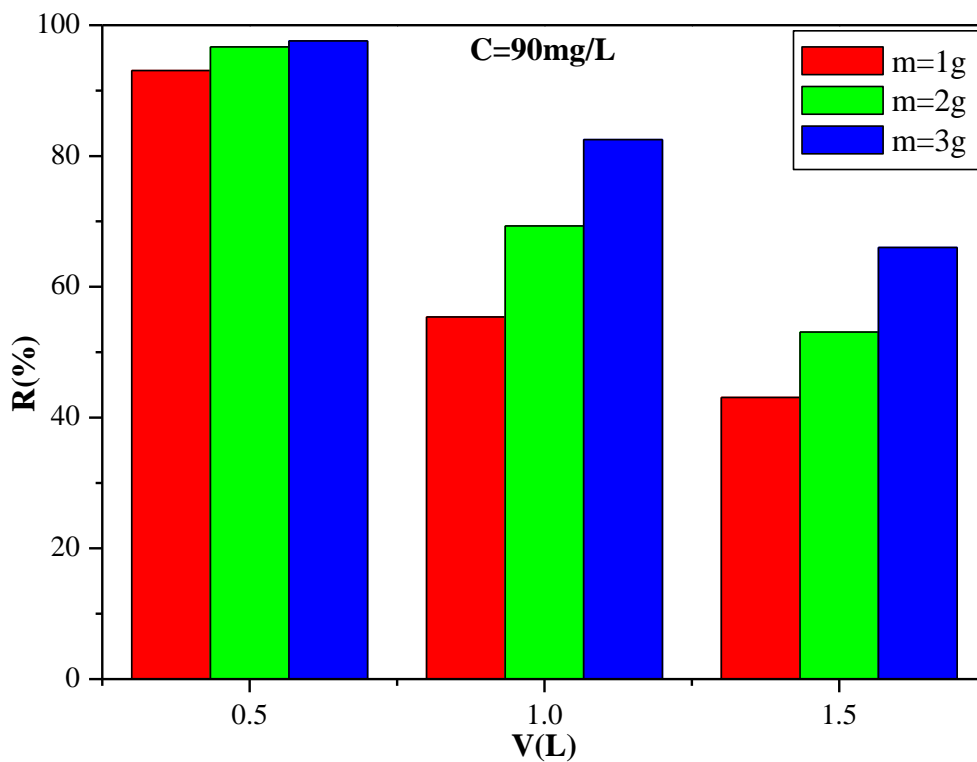


Figure IV.19 : L'influence du volume sur le rendement de l'adsorption du phénol sur CAMC pour une concentration initiale $C_0=90\text{mg/L}$.

IV.4. Étude de la cinétique d'adsorption

La cinétique d'adsorption du phénol sur les deux charbons actifs (CAGO et CAMC) est étudiée à l'aide des trois modèles cités dans le chapitre II (pseudo premier ordre, pseudo second ordre et diffusion intra particulaire). Ces cinétiques sont étudiés pour des différentes concentrations (30mg/L, 60mg/L et 90mg/L), avec la variation des masses du charbon actif comme suit : m=1g, m=2g et m=3g.

IV.4.1. Modèle pseudo premier ordre

Dans ce cas, les graphiques $\log(q_e - q_t)$ en fonction du temps sont tracés, les résultats obtenus pour les deux charbons actifs étudiés (CAGO et CAMC) sont représentés dans le tableau IV.2. Les valeurs des coefficients de corrélation (R^2) varient entre (0,5433 et 0,9965). Ces résultats montrent, d'une part que les valeurs de R^2 varient d'une manière importante et d'une autre part l'existence d'un écart important entre les valeurs de (q calculée) et (q expérimentale), cet écart laisse penser que le modèle de pseudo premier ordre permet pas de décrire l'adsorption du phénol sur les deux charbons actifs (CAGO et CAMC) d'une manière satisfaisante. La meilleure corrélation des résultats expérimentaux d'après le tableau est obtenue avec le charbon actif du marc du café.

Tableau IV.2 : Valeurs des constantes du modèle pseudo premier ordre.

L'adsorbant	C (mg/L)	Masse (g)	K1 (min ⁻¹)	q _e (mg/g) calculée	q _e (mg/g) expérimentale	R ²
(CAGO)	30	1	0,093	5,01	4,68	0,9553
		2	0,022	4,9	7,32	0,9428
		3	0,013	8,9	10,095	0,7853
	60	1	0,048	8,94	6,83	0,6807
		2	0,04	2,73	2,24	0,9693
		3	0,06	3,2	5,66	0,9743
	90	1	0,02	3,52	4,11	0,7685
		2	0,02	8,5	12,06	0,8345
		3	0,04	9,57	11,18	0,5433
(CAMC)	30	1	0,063	7,43	13,55	0,924
		2	0,05	2,14	7,38	0,9605
		3	0,06	3,46	5	0,9965
	60	1	0,012	12,6	26,24	0,8188
		2	0,065	8,86	14,53	0,845
		3	0,08	0,87	9,85	0,9532
	90	1	0,03	45,76	41,88	0,8534
		2	0,06	20,33	21,26	0,9607
		3	0,05	19,28	14,64	0,8376

IV.4.2. Application du modèle pseudo second ordre

Le modèle pseudo second ordre est appliqué pour la cinétique de l'adsorption du phénol sur les deux charbons actifs CAGO et CAMC. Les graphiques t/q_t en fonction du temps sont tracés. Les résultats obtenus pour les deux charbons actifs (CAGO et CAMC) sont représentés dans le tableau IV.3. D'après ce dernier, on constate que la constante de vitesse du second ordre K_2 diminue avec l'augmentation de la concentration initiale du phénol. Les valeurs des coefficients de corrélation R^2 sont égales à un (1), ce qui montre que la linéarisation est de bonne qualité, les valeurs de (q calculée) et (q expérimentale) sont identique, par conséquent, on peut dire que ce modèle décrit parfaitement cette adsorption du point du vue cinétique.

Tableau IV.3 : Valeurs des constantes du modèle pseudo second ordre.

L'adsorbant	C (mg/L)	Masse (g)	K2 (g. mg ⁻¹ .min ⁻¹)	q _e (mg/g) calculée	q _e (mg/g) expérimentale	R ²
(CAGO)	30	1	0,21	4,68	4,68	1
		2	0,018	7,32	7,32	1
		3	0,00982	10,09	10,095	1
	60	1	0,02	6,83	6,83	1
		2	0,095	3,24	3,24	1
		3	0,03	5,66	5,66	1
	90	1	0,059	4,11	4,11	1
		2	0,0069	12,06	12,06	1
		3	0,008	11,18	11,18	1
(CAMC)	30	1	0,00544	13,55	13,55	1
		2	0,018	7,38	7,38	1
		3	0,04	5	5	1
	60	1	0,00145	26,24	26,24	1
		2	0,00473	14,53	14,53	1
		3	0,01	9,85	9,85	1
	90	1	0,00057	41,84	41,88	1
		2	0,002209	21,27	21,26	1
		3	0,00466	14,64	14,64	1

IV.4.3 : Modèle de diffusion intra particulaire

Le modèle de diffusion intra particulaire est appliqué pour la cinétique de l'adsorption du phénol sur les deux charbons actifs CAGO et CAMC. Le tracé du modèle de diffusion intra particulaire selon l'équation linéaire q_e (mg/g) en fonction du temps t (min). Les résultats du modèle sont représentés dans le tableau IV.4. La constante du modèle de diffusion intra particulaire K_d est obtenue de la pente de la droite de la partie linéaire de la courbe, qui est représentative de phénomène de diffusion intra particulaire. D'après les résultats du tableau IV.4, on remarque que les valeurs des constantes (K_d) est proportionnellement inverse avec l'épaisseur de la couche limite (c). La constante de diffusion intra particulaire (K_d) augmente avec l'augmentation de la quantité adsorbée (q) et diminue avec la diminution de (q). La meilleure constante K_d obtenue est de (0,0467 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{min}^{-1/2}$) qui correspondent au coefficient de corrélation ($R^2=0,9989$) pour le CAMC.

Tableau IV.4 : Valeurs des constantes du modèle de diffusion intra particulaire.

L'adsorbant	C (mg/L)	Masse (g)	K_d ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{min}^{-1/2}$)	C (mg/g)	R^2
(CAGO)	30	1	0,6495	0,4157	0,8649
		2	0,5347	2,0262	0,8919
		3	0,7438	0,3476	0,7617
	60	1	0,7241	0,2675	0,9103
		2	0,304	0,5952	0,9654
		3	0,4107	2,3354	0,8303
	90	1	0,2607	0,8795	0,7857
		2	0,7692	3,4326	0,946
		3	0,7579	3,4367	0,8659
(CAMC)	30	1	0,711	7,9637	0,8515
		2	0,0701	6,8937	0,9759
		3	0,0467	4,7003	0,9989
	60	1	1,0761	12,714	0,6004
		2	0,6516	9,0588	0,9188
		3	0,1075	9,1184	0,9418
	90	1	3,8746	2,8077	0,8511
		2	2,2316	4,0689	0,9162
		3	1,281	2,4051	0,9337

IV.5. Modélisation des isothermes d'adsorption

La modélisation des isothermes d'adsorption du phénol sur les deux charbons actifs (CAGO et CAMC) par les trois modèles présentés dans le chapitre II (Langmuir, Freundlich et Temkin) et représentée sur les figures (IV.20, IV.21, IV.22, IV.23, IV.24 et IV.25) respectivement. L'étude de ces trois isothermes d'adsorption est obtenue avec les conditions opératoires suivantes, la masse des deux charbons actifs ($m=1g$), les volumes de l'alimentation sont ($V=0,5L$; $V=1L$ et $V=1,5L$) et les concentrations initiales du phénol sont (15 mg/L , 30 mg/L , 45 mg/L , 60 mg/L , 75 mg/L et 90 mg/L).

Les figures IV.(20-25), nous montre que la capacité d'adsorption du phénol sur les deux charbons actifs (CAGO et CAMC) augmente remarquablement avec l'augmentation de la concentration initiale du phénol. L'allure des courbes des isothermes montre une forte augmentation de la quantité du polluant sur les deux charbons actifs étudiés en fonction de la concentration jusqu'à l'atteindre d'un palier, ce dernier indiquant la saturation des sites de la surface et donc formation de la monocouche.

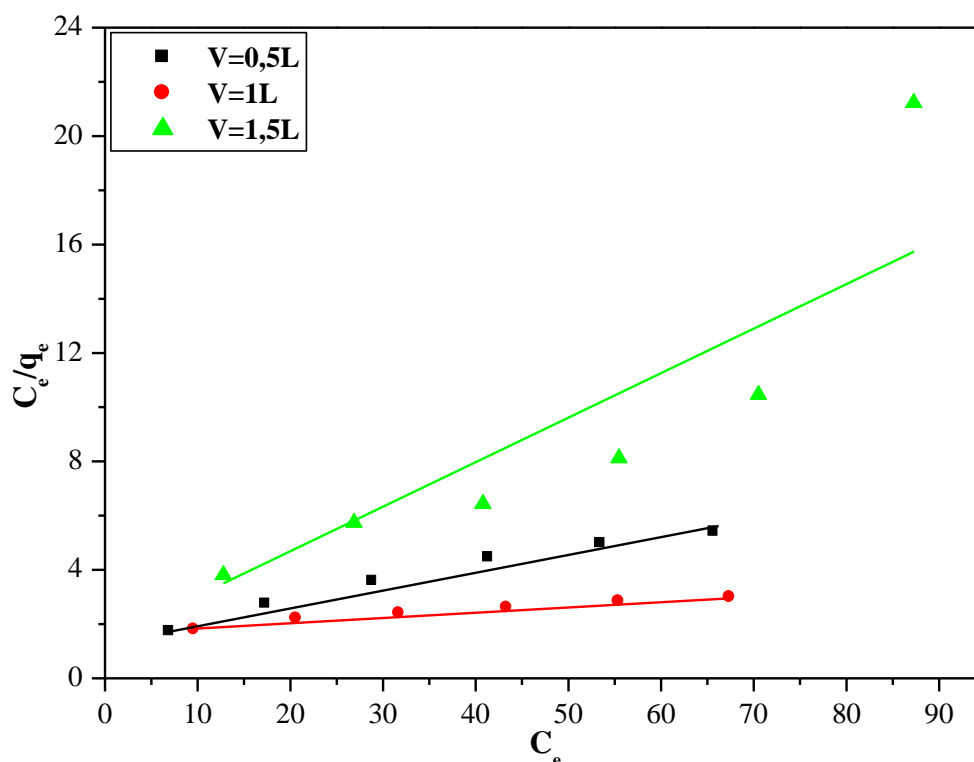


Figure IV.20 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Langmuir pour le charbon CAGO.

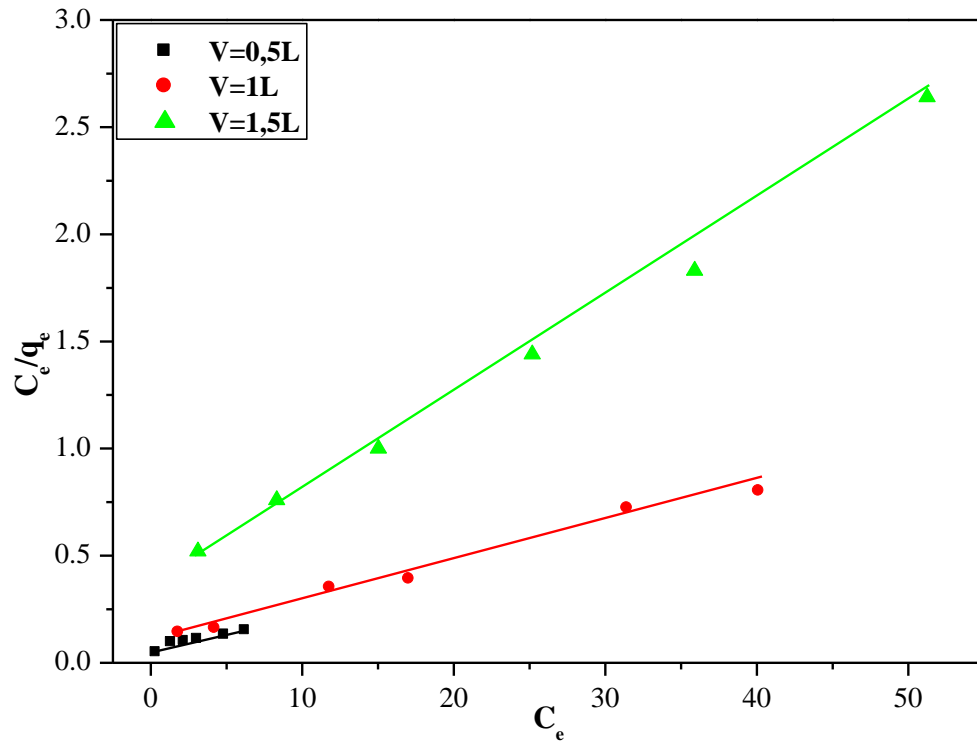


Figure IV.21 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Langmuir pour le charbon CAMC.

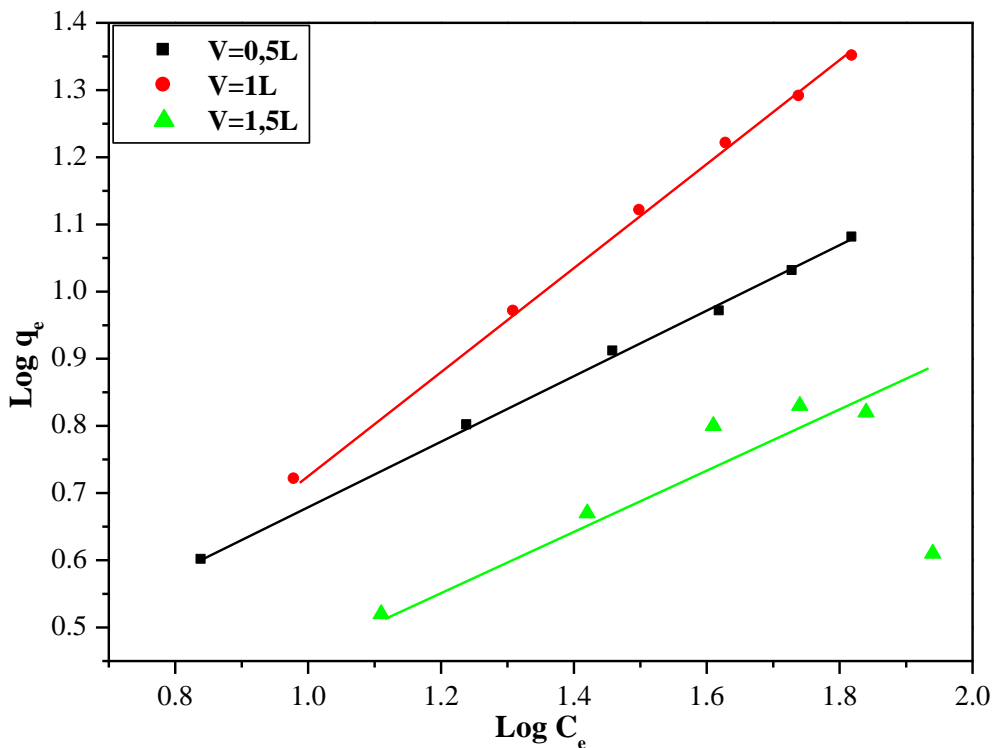


Figure IV.22 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Freundlich pour le charbon CAGO.

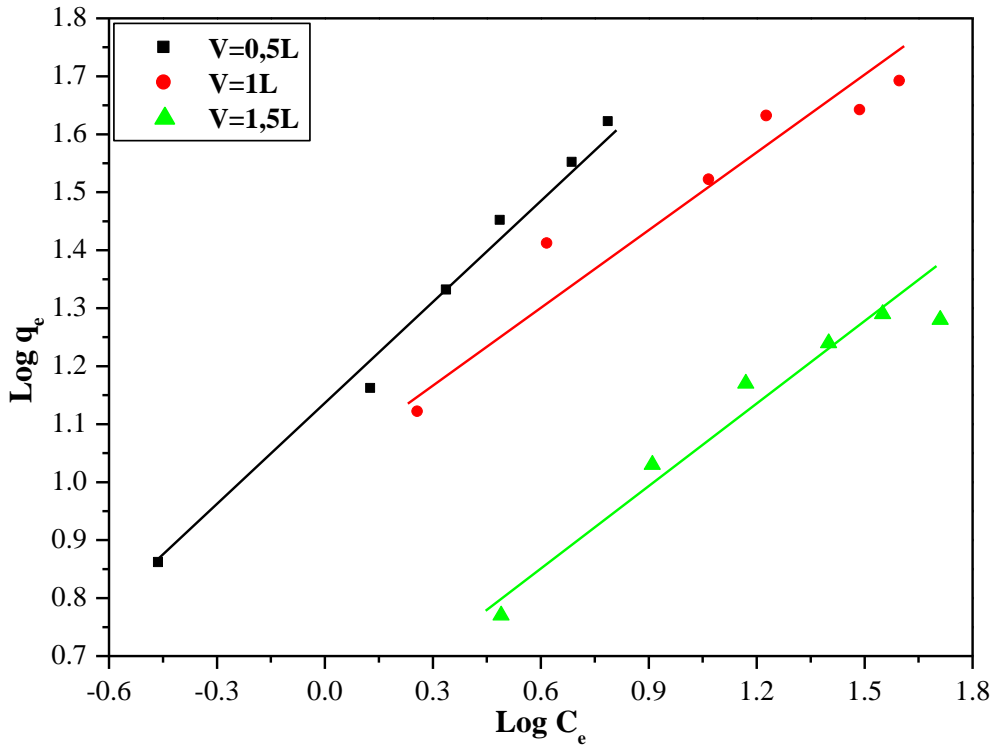
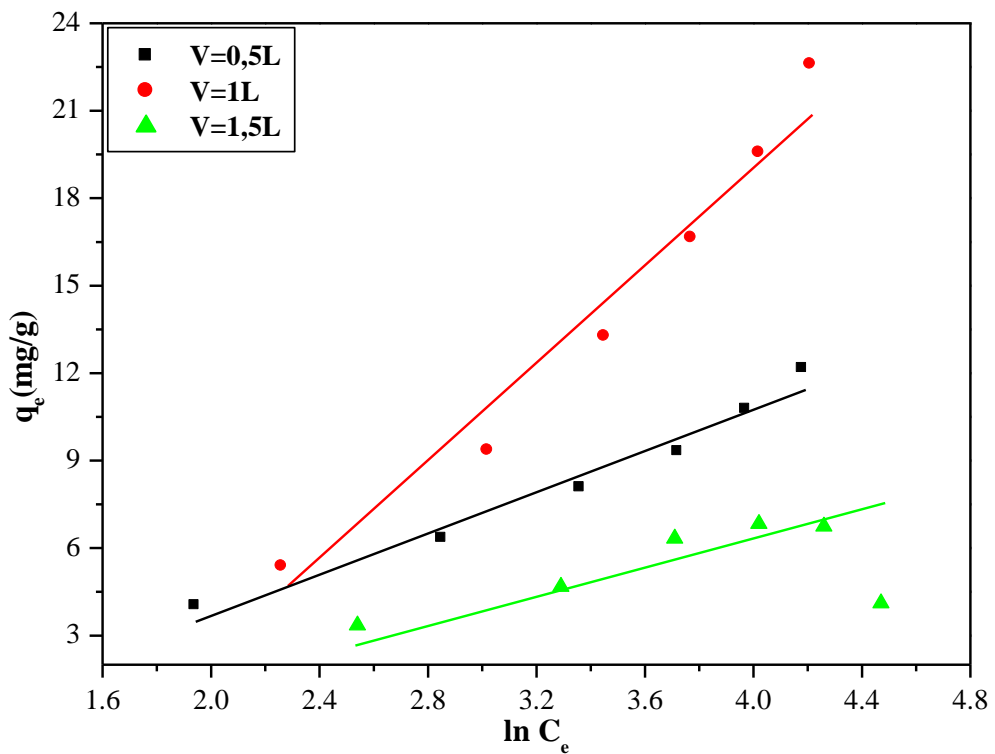
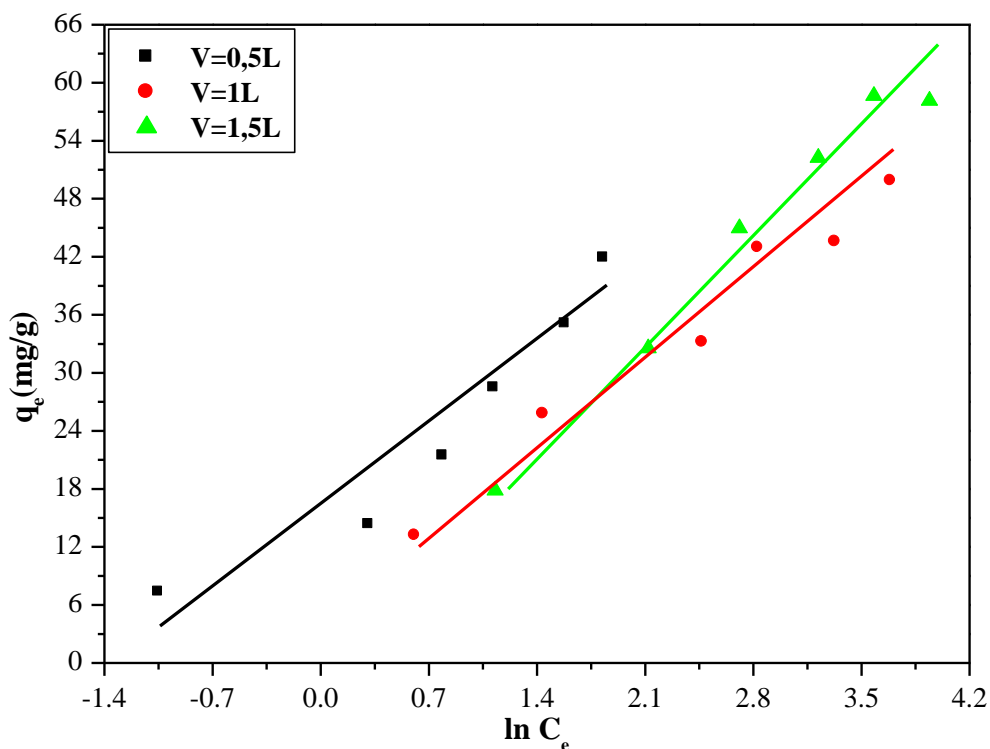


Figure IV.23 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Freundlich pour le charbon CAMC.



Figures IV.24 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Temkin pour le charbon CAGO.



Figures IV.25 : Modélisation de l'isotherme d'adsorption de Temkin pour le charbon CAMC.

Les tableaux IV.(5-7) rassemblent les valeurs des constantes des trois isothermes étudiées. La forme de l'isotherme dépend de la valeur de $1/n$, qui représente l'intensité d'adsorption et donne des informations importantes sur les mécanismes régissant l'adsorption du composé sur l'adsorbant [19]. Les paramètres d'intensité dans notre cas indiquent que l'adsorption du phénol sur les deux charbons actifs (CAGO et CAMC) est favorable, la capacité d'adsorption augmentée suit le modèle de Langmuir car les valeurs de $1/n < 1$. Les résultats des tableaux IV.(5-7) donnent les paramètres d'adsorption du phénol sur les deux charbons actifs, sur la base du coefficient de corrélation R^2 l'adsorption suit le modèle de Freundlich dans la plupart des cas par rapport aux autres modèles.

Tableau IV.5 : Représentation des paramètres du modèle de Langmuir pour les deux charbons actifs (CAGO et CAMC).

Charbon	CAGO			CAMC		
	b (mg/g)	KL	R^2	b (mg/g)	KL	R^2
V=0,5L	16,08	0,039	0,9705	66,23	0,25	0,8975
V=1L	50,51	0,02	0,9714	55,25	0,17	0,9869
V=1,5L	4,95	-0,35	0,7982	23,2	0,12	0,9957

Tableau IV.6 : Représentation des paramètres du modèle de Freundlich pour les deux charbons actifs (CAGO et CAMC).

Charbon	CAGO			CAMC		
	1/n	KF	R ²	1/n	KF	R ²
V=0,5L	0,483	1,57	0,9987	0,6179	13,32	0,9925
V=1L	0,7526	0,97	0,9994	0,3953	12,26	0,9272
V=1,5L	0,2377	2,12	0,3193	0,4329	4,06	0,9412

Tableau IV.7 : Représentation des paramètres du modèle de Temkin pour les deux charbons actifs (CAGO et CAMC).

Charbon	CAGO			CAMC		
	a _t (L/mg)	b _t (j/mol)	R ²	a _t (L/mg)	b _t (j/mol)	R ²
V=0,5L	0,39	645,98	0,9679	3,78	191,7	0,9087
V=1L	0,17	259,43	0,9634	1,9	198,3	0,9727
V=1,5L	2,51	1971,61	0,3019	1,07	147,15	0,9786

Conclusion général

CONCLUSION GÉNÉRALE

L'objectif de cette étude est l'utilisation du charbon actif préparé à base des grignons d'olives (CAGO) et du marc de café (CAMC) et leurs applications comme adsorbant pour traitement du phénol sur une colonne.

La préparation des charbons actifs à base des grignons d'olives et du marc de café ce fait en deux étapes : la carbonisation à 400°C pendant 45min, en suite suivi d'une activation chimique avec l'acide phosphorique.

Les deux charbons actifs synthétisés (CAGO et CAMC) sont caractérisés par différentes méthodes d'analyse physico-chimiques (FTIR, DRX, FRX, MEB), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) indique la présence de quelques groupements fonctionnels tels que C–O, C–C, C–H, O–H et C=C, l'analyse par diffraction des rayons X montre que les deux charbons actifs présentent des structures semi-cristallines, l'analyse par la fluorescence X est utilisée pour déterminer la composition chimique des deux charbons actifs (CAGO et CAMC), les résultats de l'analyse montrent que le carbone est l'élément majoritaire dans les deux échantillons qui présente des pourcentages suivants : 98,9987% pour le CAGO et 98,7393% pour le CAMC, l'analyse microscopique à balayage (MEB) montre la présence des structures poreuses sur les deux charbons actifs étudiés.

Les deux charbons actifs préparés précédemment (CAGO et CAMC), sont utilisés comme adsorbants pour traitement du phénol en phase aqueuse sur une colonne. Trois principaux paramètres sont étudiés leurs influences sur le rendement d'adsorption à savoir : la masse du charbon actif, la concentration initiale du phénol et le volume de l'alimentation. Les résultats des essais d'adsorption montrent que :

- ❖ Le rendement de l'adsorption augmente avec la diminution de la concentration initiale du phénol.
- ❖ L'augmentation de la masse des deux charbons actifs étudiés augmente le rendement de l'adsorption.
- ❖ La diminution du volume de l'alimentation augmente le rendement de l'adsorption.

L'étude de la cinétique d'adsorption du phénol sur une colonne par les deux charbons actifs étudiés, suit parfaitement le modèle de pseudo second ordre.

Les modèles de Langmuir, Freundlich et Temkin ont été utilisés pour décrire l'adsorption du phénol sur les deux charbons actifs étudiés. Les meilleurs coefficients de corrélation ont été obtenus avec le CAMC.

Du point de vue économique l'exploitation de ce genre de matériaux est très intéressante dans la dépollution des eaux qui est chargée en phénol.

Référence bibliographique

REFERENCE BIBLIGRAPHIE

- [1] **BENZEKRI BENALLOU MOKHTAR**, Modélisation d'une colonne d'adsorption garnie de charbon actif granulé, thèse doctorat université Mostaganem. (2018)
- [2] **K. ABDELMALEK et H. BOUFAROU**, Préparation et caractérisation d'un charbon de marc de café, mémoire master 2 Université Larbi TEBESSI-Tébessa.
- [3] **Untitled**, mémoire master 2 Université Saad Dahleb De Blida.
- [4] **Mme DJIDEL TADJIA**, Etude de la préparation d'un charbon actif à partir des gains d'olives et application sur des rejets, thèse de magister université Mohamed BOUDIAF D'Oran. (2011)
- [5] **BOUNIF RIMA**, Conception d'une colonne à lit fixe au charbon actif granulé appliquée à l'étude dynamique de l'adsorption de, mémoire master 2 Université Akli Mohand OULHADJ - BOUIRA. (2017)
- [6] **Fiche toxicologique n°15.**
- [7] **LU Jinyan**, Etude comparative sur les charbons actifs, Synthèse technique école national du génie rural des eaux et des forets (ENGREF) Montpellier. (2005)
- [8] **HADDAD DJAMILA**, Utilisation de matériaux adsorbant naturels dans la récupération de l'Uranium UO_2^{2+} issu des rejets de la purification d'un concentré uranifère – dimensionnement d'une colonne d'adsorption, Thèse de doctorat USTHB. (2019)
- [9] **Mme. CARMEN MANOLE CREANGĂ**, Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique), Institut national polytechnique de Toulouse Thèse doctorat. (2007)
- [10] **Mr DOUFEN NASSIM**, Intensification de l'élimination de polluants émergents par procédé séparatif : Modélisation et optimisation, Thèse De Doctorat USTHB. (2019)
- [11] **Dr. WORCH Eckhard**, Adsorption technology in water treatment, Dresden University of technology, Institute of water chemistry Germany. (2012)
- [12] **STEPHANE BAUP**, Elimination de pesticides sur lit de charbon actif En Grain En présence de matière organique nature : Elaboration d'un protocole couplant expériences et

calculs numériques afin de simuler les équilibres et les cinétiques compétitifs d'adsorption, Université De Poitiers Thèse Doctorat. (1992)

[13] **T. Marina, V. Nediljka Medvidović & P.Jelena**, Application of mathematical empirical models to dynamic removal of lead on natural zeolite clinoptilolite in a fixed bed column, Indian Journal of Chemical Technology University of Split. (2011)

[14] **H. AKSAS**, Etude cinétique et thermodynamique de l'adsorption des métaux lourds par l'utilisation des adsorbants naturels, Thèse Doctorat Université M'Hamed Bougara-Boumerdes. (2012)

[15] **K. BOUTAREG et F. ERROUKRMA**, Préparation d'un charbon actif à partir de déchets synthétique (pneu) et application dans l'adsorption du phénol, mémoire master 2 université Blida 1. (2018)

[16] **L. KHENNICHE**, Adsorption de composés aromatique sur charbon actif commercial et charbon actif à partir de marc de café, mémoire de magister université de Bejaia. (2008)

[17] **N. FAYOUD**, Etude cinétique et thermodynamique de l'adsorption de bleu de méthylène sur les cendres de bois (Kinetic and thermodynamic study of the adsorption of methylene blue on wood ashes), Université Chouaïb Doukkali (Maroc). (2015)

[18] **CHAWKI DJELLOUL**, Expérimentation, Modélisation et optimisation de l'adsorption des effluents textiles, thèse doctorat université Mohamed Khider Biskra. (2014)

[19] **I. AKKARI**, Raw pomegranate peel as promise efficient biosorbent for the removal of Basic Red 46 dye: equilibrium, kinetic, and thermodynamic studies.

[20] **AIT MERZEG FARID**, Etude de l'influence du transfert de matière sur le rendement d'adsorption du phénol sur le charbon actif en suspension, mémoire fin de cycle l'obtention du diplôme ingénieur d'état université de Bejaia. (2006)

[21] **NOUZHA BOUZIANE**, Elimination, du 2-Mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre, magister en chimie université Ahmed Draia Adrar. (2007)

[22] **I. BENHAMED**, Amélioration par ajout d'un métal de transition de la régénération in situ d'un charbon actif par oxydation catalytique, doctorat de l'université de Toulouse. (2015)

[23] **R. BOUDIA**, Etude comparative de l'élimination de colorant textiles par deux adsorbants : Naturel et Active, Thèse doctorat. (2021)

[24] **A. BERRAZOUM**, Application des biomasses à la récupération des polluants des eaux usées, Thèse doctorat. (2017)

[25] **L. BOUTAGHANE ET F. MEKHZEM**, Optimisation du procédé d'activation du charbon actif préparé à partir des grignons d'olive : application à la décoloration d'une huile alimentaire, mémoire de master université Bejaia. (2018)

RÉSUMÉ

L'adsorption sur une colonne est un domaine de recherche d'actualité. Ce travail, s'agit-il d'une part de la préparation et de caractérisation des charbons actifs préparés à partir des grignons d'olives et du marc de café (CAGO et CAMC), en suite leurs utilisations comme adsorbants pour traitement sur une colonne du phénol en phase aqueuse. Une étude comparative est réalisée entre les deux charbons actifs étudiés et suivi d'une étude de l'influence des principaux paramètres sur le rendement d'adsorption, les résultats montrent que la quantité adsorbée sur le CAMC est supérieure à celle de CAGO. Le modèle de pseudo second ordre est plus représentatif sur les deux charbons actifs du point de vue cinétique. Les isothermes de l'adsorption suivent le modèle de Freundlich présent le meilleur coefficient de corrélation qui est 0,9994.

Mots clés : Adsorption, charbon actif, phénol, grignons d'olives, marc de café.

ABSTRACT

Adsorption on a column is a topical research area. This work concerns on the one hand the preparation and characterization of the active carbon prepared from olive pomace and coffee grounds (CAGO and CAMC), following their uses as adsorbents for treatment on a column of phenol in aqueous phase. A comparative study is carried out between the two active coals studied and followed by a study of the influence of the main parameters on the adsorption yield, the results show that the amount adsorbed on CAMC is higher than that of CAGO. The pseudo second order model is more representative on the two active coals from the kinetic point of view. The adsorption isotherms follow the Freundlich model present the best correlation coefficient which is 0.9994.

Keywords : Adsorption, activated carbon, phenol, olive pomace, coffee grounds.