SOMMAIRE

INTRODUCTION……**3**

I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE……...**6**

I.1 Procédés de fabrication du charbon actif.....**7**

I.1.1 Carbonisation……7

I.1.2 Activation…….8

I.2 Propriétés physico-chimiques.....**9**

I.2.1 Les caractéristiques physiques…….9

I.2.2 Structure poreuse…….10

I.2.2.a Le volume poreux et la taille des pores…… 11

I.2.2.b La surface spécifique……11

I.2.3 Détermination de la surface spécifique selon la théorie de Brunauer et Emmett et Teller (B.E.T.)……12

I.2.4 Les fonctions de surface……..13

I.3 Utilisation et critères de choix du charbon actif……**14**

I.3.1 Utilisation du charbon actif ……14

I.3.2 Critères de choix du charbon actif …….16

I.4 Régénération du charbon actif ……**17**

I.4.1 Régénération à la vapeur…….17

I.4.2 Régénération thermique……..17

I.4.3 Régénération chimique……17

I.5 Adsorption – Désorption **17**

I.5.1 Principe de l'adsorption gazeuse sur une surface solide…….18

I.5.2 Isothermes d'adsorption……..19

I.5.3 Modèles d'isothermes d'adsorption……21

I.5.3.a Modèle de Langmuir……...21

I.5.3.b Modèle de Brunauer, Emmett et Teller (B.E.T.)……21

I.5.4 Isothermes de désorption…….22

II. ETUDE EXPERIMENTALE……**24**

II.1 Echantillons utilisés……...**25**

II.2 Spectres Infra- Rouge……...**26**

II.3 Résultats et discussions……**29**

II.3.1 Détermination de la surface spécifique et du diamètre des pores…….29

II.3.2 Etude de la porosité……...30

II.3.3 Isothermes d'adsorption- désorption……31

CONCLUSION……..**35**

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES……**36**

LISTE DES ABREVIATIONS ……...**39**

RESUME…… **40**

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Les charbons actifs ont été l'un des premiers matériaux adsorbants à être utilisés à l'échelle industrielle notamment pour la décoloration de sirop de sucre en Angleterre dès 1794 [**1**]. De par ses propriétés médicinales, ils étaient déjà employés dans l'Egypte antique.
Suite à la 1^{ere} guerre mondiale (où ils ont été utilisés dans les masques à gaz) et à l'évolution industrielle du XX^{e} siècle, les charbons actifs ont été l'objet de nombreuses recherches qui ont permis de les classer parmi les produits conventionnels de haute technologie [**1**].

La diversité des applications du charbon actif, son impact sur le développement industriel et la santé montrent l'importance du charbon actif à l'heure actuelle.
Le charbon actif est actuellement utilisé dans une très large variété de procédés ou traitements comme l'élaboration de produits alimentaires, l'élaboration de produits pharmaceutiques, dans le domaine de la chimie et pour la purification des gaz et de l'air, etc.

Le charbon actif est une matière carbonée d'origine minérale (coke, anthracite, houille) ou organique (tourbe, bois, noix de coco…) préparée par carbonisation et dont la structure poreuse a été développée grâce à un procédé d'oxydation contrôlée appelée « activation ». Les pores ainsi obtenus développent une immense surface. L'ampleur de cette surface rend le charbon actif idéal pour l'adsorption. Les caractéristiques physico-chimiques des charbons actifs peuvent influencer l'adsorption. En effet, la capacité d'adsorption des charbons actifs est proportionnelle à la surface microporeuse.
Le charbon actif existe sous deux formes: le charbon actif en poudre (CAP) et le charbon actif granulaire (CAG).

Dans le but de contribuer à une meilleure connaissance des charbons actifs dans le domaine de la chimie et pour sa meilleure utilisation dans l'industrie et dans le domaine médical, nous nous proposons d'étudier quelques propriétés physico-chimiques de charbons actifs préparés à partir de produits locaux (coque de noix de coco et eucalyptus).

Le présent travail, comporte deux grandes parties.
Dans la première partie, nous nous proposons de faire une étude bibliographique du charbon actif. Etude dans laquelle, nous parlerons principalement de la fabrication du charbon actif, de

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

ses propriétés physico-chimiques, de ses utilisations et critères de choix, de sa régénération et du phénomène de l'adsorption- désorption.

Dans la deuxième partie expérimentale, nous présenterons d'abord les échantillons utilisés pour ce travail, ensuite nous donnerons les résultats obtenus lors des analyses de ces échantillons et enfin nous discuterons ces résultats.

PREMIERE PARTIE:
ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Procédés de fabrication du charbon actif

Le charbon actif peut être produit à partir de tout matériau contenant du carbone. Pratiquement, on utilise la houille, le bois, la coque de noix de coco, le lignite. Le principe est de créer une structure rigide et poreuse : on calcine le matériau pour obtenir un solide en carbone amorphe et on réalise une « activation » pour dégager un réseau de pores. Il y a deux procédés :

I.1.1 Carbonisation

La carbonisation est un procédé thermique qui augmente la teneur en carbone du précurseur. Cette étape sert à éliminer, par pyrolyse [**2**], les espèces autres que le carbone, notamment l'hydrogène, l'oxygène, des traces de sulfure ou d'azote sous forme de produits volatils [**3, 4**].

La carbonisation s'effectue sous un courant continu de gaz inerte à une température allant de la température ambiante à 1100°C. Pour des températures supérieures à 1300°C, le produit obtenu est quasiment pur en carbone. La nature du précurseur, la température finale de carbonisation et la vitesse de chauffe influencent les propriétés du produit formé [**5, 6**].

Ces conditions de carbonisation agissent non seulement sur la chimie de surface mais également sur les paramètres physiques [**2**].

Au cours de la carbonisation, les atomes de carbone se réarrangent pour former une structure condensée. Dans cette structure, les atomes de carbone sont organisés sous forme de plans de cycles aromatiques. Le nuage d'électrons délocalisés sur ces cycles donne au charbon son excellente qualité d'adsorption. L'arrangement des plans de cycles aromatiques se fait de façon aléatoire ce qui entraîne la formation d'interstices entre les feuillets, également appelés pores (**Figure 1**).

Après cette étape, le matériau a une structure poreuse faible. Il ne peut pas être utilisé en tant qu'adsorbant dans cet état. Le volume poreux est accentué lors de l'activation [**3**, **5, 6**].

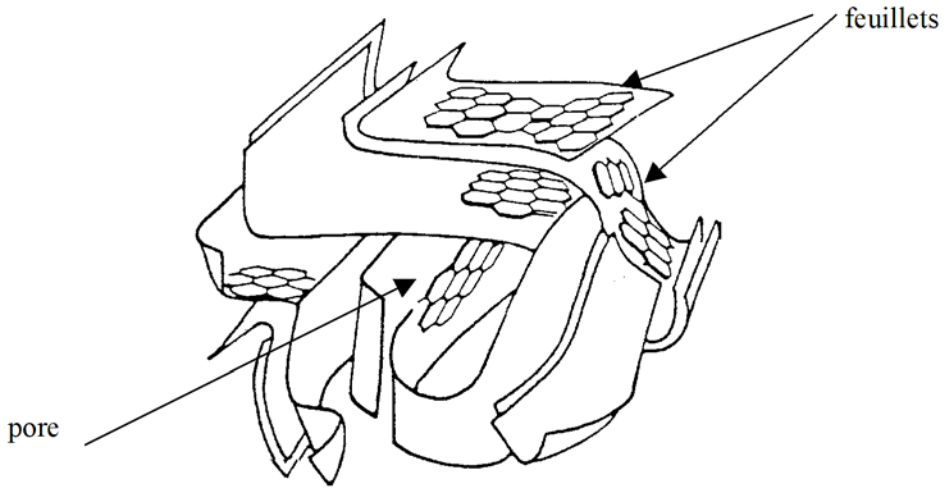


Figure 1 : Représentation schématique de la microstructure du charbon activé (BANSAL et coll.) [**7**].

I.1.2 Activation

La seconde étape est l'activation du produit. Ce traitement sert à améliorer la porosité du matériau en augmentant son volume poreux et en élargissant le diamètre des pores formés lors de la carbonisation, mais également en créant de nouveaux pores. Ces pores sont créés par élimination sélective d'atomes de carbone ce qui permet ainsi d'accéder à la structure interne du charbon actif [**2, 8**].

La structure et la distribution des pores sont déterminées par le précurseur lui-même et l'étape de carbonisation.

L'activation sert également à accroître le nombre de sites actifs nécessaires à l'adsorption [**3**]. Les atomes de carbone qui sont à la périphérie des cycles aromatiques possèdent des électrons non appariés. Ils sont donc très réactifs et, lors de l'activation, ont tendance à former des fonctions oxydées en surface.

D'une manière générale, le mécanisme de l'activation peut se résumer en deux étapes. Dans la première, la structure du squelette carboné est désorganisée, ce qui entraîne l'ouverture des pores et permet ainsi d'optimiser les capacités d'adsorption.

Dans la seconde, l'activation est un peu plus poussée et permet l'oxydation des atomes de carbone des cycles aromatiques produisant des sites actifs et des pores de diamètres plus importants.

L’activation peut être influencée par la présence d’impuretés métalliques faisant partie de la composition élémentaire du précurseur, ceux-ci peuvent jouer le rôle de catalyseur et activer le processus ou au contraire inhiber la gazéification du charbon actif.

L’étape d’activation apparaît donc comme primordiale pour optimiser les performances d’adsorption et de catalyse des charbons actifs car ces propriétés sont conditionnées par la structure poreuse et la chimie de surface du matériau [**8, 9**].

Il existe deux types d’activation : l’activation dite physique et l’activation dite chimique :

• ***Activation physique*** : Elle peut s’effectuer, entre 650 et 900°C [**2**] ou entre 800 et 1000°C [**8**] selon les procédés de fabrication, sur un matériau déjà carbonisé, sous atmosphère inerte, par des agents oxydants tels que la vapeur d’eau, le dioxyde de carbone, l’air ou un mélange de gaz. L’agent activant oxyde les parties les plus réactives de carbone sous forme de CO ou de CO_2.

La réaction se développant plus facilement suivant des directions où le carbone est moins dense, elle crée des « tunnels » ce qui développe la microporosité.

• ***Activation chimique*** : Contrairement à l’activation physique, l’activation chimique s’effectue en même temps que la carbonisation. Un traitement thermique entre 400 et 600°C [**8**], sous gaz inerte, du carbone imprégné d’un ou plusieurs composés chimiques est effectué. L’agent activant est ajouté au précurseur avant sa carbonisation, il est ensuite éliminé par lavage grâce à un solvant approprié.

Ces agents activants sont en général l’acide phosphorique H_3PO_4 ou le chlorure de zinc $ZnCl_2$ (ce dernier est interdit pour les applications agro-alimentaires). Ces agents interviennent comme catalyseurs d’oxydation et permettent à la fois le développement de la microporosité et de la mésoporosité par élargissement du diamètre des pores.

I.2 Propriétés physico-chimiques

I.2.1 Les caractéristiques physiques

Le charbon actif est disponible sous deux formes différentes: en **poudre** ou en **granulé**.

- **Charbon actif en poudre (CAP)**

Le charbon actif en poudre ou CAP prend la forme de grains de taille comprise entre 10 et 50 µm et il est généralement utilisé en combinaison avec un traitement clarificateur. Le CAP est ajouté continuellement dans l'eau à traiter avec des agents floculants. Il est recommandé d'utiliser des clarificateurs pour augmenter le temps de contact entre le charbon et l'eau [**10**].

Le charbon actif en poudre présente des avantages par rapport au charbon actif en granulé.

En effet, le charbon actif en poudre est 2 à 3 fois moins cher que le charbon en granulé.
En plus des quantités supplémentaires peuvent être rajoutée en cas de pointes de pollution accidentelles ou temporaires.
L'adsorption est rapide dans la mesure où une grande partie de la surface de contact est directement disponible.
Cependant il présente quelques inconvénients :
- Le charbon actif ne peut pas être régénéré quand il est mélangé avec des boues d'hydroxyde.
- Il est difficile d'enlever les dernières traces d'impuretés sans ajouter une quantité très importante de charbon actif en poudre.
- La détection des pointes de pollution est problématique et sa concentration applicable est limitée à 80 $mg.L^{-1}$

- **Charbon actif en granulé (CAG)**

L'élimination des micropolluants organiques et de la matière organique est l'enjeu majeur de l'emploi du CAG.
Les caractéristiques physiques des granulés de charbon actifs varient considérablement selon les produits. Il faut tenir compte des paramètres suivants lors du choix du charbon actif : forme, taille des grains, friabilité, densité, surface spécifique, % de cendres [**10**]. Ces caractéristiques permettent de déterminer les conditions d'utilisation du charbon actif. La taille des grains conditionne la vitesse d'adsorption (plus le grain est petit, plus le transfert vers le centre est rapide) et la perte de charge à travers le lit.
Pour les applications en phase gazeuse, le charbon actif est disponible sous forme de grains de 2 à 3 mm de diamètre et de filets ou extrudés, cylindres de 3 à 5 mm de longueur obtenus à partir de charbon actif d'abord réduit en poudre puis aggloméré avec un liant et extrudé pour obtenir la forme cylindrique. La masse volumique du grain est de 0,6 à 1 $g.cm^{-3}$. La dureté est un paramètre important qui conditionne sa résistance au tassement, à l'attrition et aux vibrations. Elle permet d'évaluer la formation de fines (poussières), nuisibles au fonctionnement des installations (colmatage du lit, dépôt dans les tuyaux et vannes...) [**11**].

I.2.2 Structure poreuse

La structure poreuse est en général caractérisée par deux principaux paramètres : la porosité et aussi de la surface spécifique qui dépend directement du volume poreux. Que ce soit pour le charbon actif en grain ou en poudre, la structure poreuse est hétérogène, elle comprend des macro-, méso- et micropores.

I.2.2.a Le volume poreux et la taille des pores

Les pores peuvent être ouverts donc en contact direct avec l'extérieur, ou fermés. La taille et la distribution de ces pores affectent les propriétés d'adsorption du matériau [**12**].

Les pores sont classés selon leur diamètre, en trois catégories [**13**]:

- les ***micropores*** de diamètre inférieur à 2 nm,
- les ***mésopores*** de diamètre compris entre 2 et 50 nm et
- les ***macropores*** de diamètre supérieur à 50 nm.

Le volume poreux et la distribution des tailles sont mesurés par adsorption d'azote à 77 K et par porosimétrie au mercure (pour les macropores). Le volume poreux total des charbons actifs est de 0,5 à 1 $cm^3.g^{-1}$ (50 à 70% en volume).

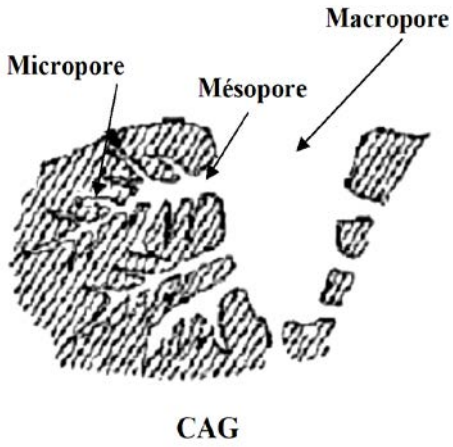


Figure 2 : Représentation schématique de la structure poreuse des CAG [**14**].

Les charbons actifs en grains (CAG) possèdent à la fois des micropores, des mésopores et des macropores. Leur structure poreuse est hétérogène [**12**].

I.2.2.b La surface spécifique

La surface spécifique représente la surface totale par unité de masse du produit accessible aux atomes et aux molécules, y compris la surface des pores ouverts.

Elle est la caractéristique essentielle pour permettre l'adsorption des solutés.

Selon le procédé de fabrication et le matériau d'origine, la porosité sera différente et la surface spécifique peut varier de 400 à 2000 m^2/g [**15**].

Notons que ce sont essentiellement les micro et mésopores qui créent la surface. La surface spécifique est calculée en mesurant la quantité d'un gaz adsorbé à basse température

(généralement l'azote à 77 K) et en supposant que la surface est recouverte par une monocouche de molécules. Connaissant le diamètre d'une molécule et donc sa surface, on en déduit la surface d'adsorption [**11**].

La surface spécifique varie notamment en fonction du temps passé par le charbon dans le four d'activation. Plus ce temps est important, plus le charbon est activé en profondeur. En d'autres termes, ses pores sont plus nombreux et plus profonds [**16**].

La surface spécifique dépend directement de la porosité : plus la microporosité est grande et plus la surface spécifique est importante.

I.2.3 Détermination de la surface spécifique selon la théorie de Brunauer, Emmett et Teller (B.E.T.)

La surface spécifique peut être déterminée expérimentalement par adsorption physique d'un gaz à basse température. Ce type de procédé repose sur les travaux de BRUNAUER, EMMETT et TELLER [**17**] qui ont proposé une théorie sur l'adsorption physique reposant sur plusieurs hypothèses :

- La surface est homogène, tous les sites possédant la même énergie, une molécule s'adsorbe par site et il n'y a aucune interaction entre elles.
- L'adsorption se fait en plusieurs couches, les molécules de la première couche servant de site d'adsorption pour celles de la deuxième.
- Existence d'un équilibre permanent entre l'adsorption et la désorption.

L'équation qui en découle (équation B.E.T.) est la suivante :

$$\frac{p}{V_{ads}(p_0 - p)} = \frac{1}{v_m.c} + \frac{c-1}{v_m.c} \cdot \frac{p}{p_0} \qquad (1)$$

Avec V_{ads} : volume de vapeur adsorbée par gramme de solide sous la pression p

P_0 : pression de vapeur saturante du gaz adsorbé à la température d'expérience

v_m : volume de vapeur nécessaire pour recouvrir entièrement la surface du solide d'une couche monomoléculaire d'adsorbant

c : constante caractéristique du système gaz-solide avec $c = e^{\frac{E_1 - E_L}{R.T}}$

E_1 : chaleur différentielle d'adsorption des molécules à la surface du solide

E_L : chaleur latente de liquéfaction de la vapeur à la température considérée

R : constante des gaz parfaits ; T : température absolue

Suivant les valeurs de c et de v_m introduites, on obtient les isothermes d'adsorption. Néanmoins, l'équation BET n'est généralement applicable que sur un certain domaine de pressions relatives (entre 0,05 et 0,1) où les courbes théoriques et pratiques concordent (car la théorie BET ne tient pas compte de l'hétérogénéité du solide).

D'après la relation (1), on reporte graphiquement les valeurs de $\left(\frac{p}{V_{ads}(p_0 - p)}\right)$ en fonction de p/p_0. On obtient une droite du type $y = \alpha.x + \beta$, avec $\alpha = \frac{c-1}{v_m.c}$ et $\beta = \frac{1}{v_m.c}$.

On peut alors déterminer à partir de la pente et de l'ordonnée à l'origine de cette droite v_m et c ($v_m = \frac{1}{\alpha + \beta}$ et $c = \frac{1}{\beta.v_m}$). Connaissant v_m, on peut alors déterminer la surface spécifique S_{BET} avec la relation (2) :

$$S_{BET} = \sigma.\frac{v_m.\mathrm{N}}{V_M} \qquad (2)$$

Avec σ : surface occupée par une molécule de vapeur

N : Nombre d'Avogadro ($6{,}025.10^{23}.mol^{-1}$)

V_M : volume molaire (22,4 L/mole pour les gaz parfaits)

Si le gaz utilisé est l'azote, à 77K, σ = 16,2 $Å^2$, V_M = 22414 cm^3/mol, et la relation devient $S_{BET} = 4{,}37.v_m$ [**18**].

I.2.4 Les fonctions de surface

Bien que les propriétés précédemment citées (surface spécifique et porosité) jouent un rôle primordial dans les capacités d'adsorption et de catalyse du charbon actif, ce sont les groupements fonctionnels présents à la surface du charbon qui influencent majoritairement ces capacités.

L'importante réactivité de surface est liée aux atomes de carbone délocalisés qui ont des valences résiduelles et qui constituent par conséquent des sites très réactifs. Ces atomes de carbone montrent de grandes tendances de chimisorption vis à vis d'hétéroatomes tels que l'oxygène, l'hydrogène ou l'azote [**6, 12, 19**].

Des recherches ont été faites pour identifier la nature de ces sites actifs qui sont à l'origine du pouvoir catalytique et d'adsorption du charbon actif.

Les groupements fonctionnels présents en surface les plus couramment identifiés sont des fonctions oxygénées. Parmi celles-ci les groupements acides sont les plus fréquents [**19**]. Les groupes fonctionnels basiques de surface sont à ce jour très peu connus.

La nature des groupements fonctionnels ainsi que les propriétés qui en découlent (acidité, basicité, polarité) sont dépendantes de la composition du précurseur et du processus de fabrication (carbonisation / activation). Ces groupements fonctionnels peuvent cependant être modifiés en post-production par l'utilisation de différents réactifs chimiques [**20**].

A titre d'exemples, une nitrogénation entraîne la formation de groupements basiques, une chloration celle de groupements polaires et une oxydation permet la formation de groupes acides [**21, 22**].

Une étude faite par POLANIA-L et coll. [**20**] montre qu'il est possible de modifier sensiblement la teneur en groupements oxygénés de surface des carbones activés. Cela peut se faire par un traitement thermique sous gaz N_2, un traitement acide, une estérification avec du méthanol ou une oxydation. Ces traitements entraînent l'augmentation ou la diminution du nombre des groupes acides ou basiques.

Ces changements de groupements de surface entraînent des modifications des propriétés d'adsorption du carbone activé.

I.3 Utilisation et critères de choix du charbon actif

I.3.1 Utilisation du charbon actif

Les charbons actifs sont utilisés dans l'industrie pour de nombreuses applications, traitement ou récupération de polluants, piégeage de composés volatils, traitement des eaux, purifications gazeuses (sous entendu élimination d'impuretés, tri sélectif de composés, ou adsorption cryogénique), séparation moléculaire pour la pharmacie, rétention d'impuretés, stockage de gaz, catalyse, etc.

Le traitement de l'eau potable représente 20 % du marché mondial. En 1991, 56 000 t de charbon actif en grain sont utilisées en Amérique du Nord, Japon et l'Union Européenne dans des usines de traitement de l'eau potable.

L'usine de traitement de l'eau du Syndicat des Eaux d'Ile de France, à Choisy le Roi (800 000 m^3/jour, la plus importante de France) utilise un charbon actif qui en fixant des bactéries présentes dans l'eau à traiter permet à celles-ci de dégrader les matières organiques. Après ozonation, l'eau traverse une couche de 2,5 m de charbon actif avec un temps de contact de 10 min. Le débit par unité de traitement est de 1800 m^3/h **[23]**.

Autres secteurs importants de consommation : la décoloration du sucre, le traitement des effluents liquides (élimination du sulfure d'hydrogène dissous), la purification de gaz…

Utilisations diverses :

- la décaféination du café, par l'eau (procédé Nestlé), utilise du charbon actif ;
- il est également utilisé pour l'extraction de l'or des minerais ;
- dans les masques à gaz, certains filtres de cigarettes, les filtres de rétention des vapeurs d'essence émises par le carburateur des automobiles et lors du remplissage des réservoirs d'essence ;
- déchloration de l'eau destinée à la fabrication de la bière, des boissons gazeuses…, par action catalytique du charbon actif : HClO et ClO^- donnent du dioxygène et des ions chlorures ;
- détachage des blancs, tels le Champagne produit à partir de pinot noir (raisin noir à jus blanc) : les pigments de la peau du raisin, qui peuvent colorer le jus, sont adsorbés par un charbon activé chimiquement exempt de fer afin d'éviter la casse ferrique du vin [**23**].

Dans le domaine de la santé, nous pouvons citer l'utilisation du ***charbon végétal actif***. Le charbon végétal actif, préparé à partir de coques de noix de coco, subit un traitement après sa carbonisation. Sa porosité est ainsi augmentée, lui conférant un puissant pouvoir d'absorption. Le charbon actif reste dans le tube digestif où il est parfaitement toléré. Là, il va absorber, autrement dit fixer tout ce qui est indésirable dans le corps (additifs alimentaires, résidus de pesticides ou d'engrais, bactéries toxiques provenant de poissons ou de coquillages...).

L'action du charbon actif végétal sur les gaz intestinaux (flatulences) procède d'un double processus : l'absorption des gaz eux-mêmes mais également des bactéries qui produisent ces gaz. De nombreux troubles fonctionnels du système digestif dont l'origine est trop souvent une mauvaise hygiène alimentaire (excès de sucreries, fritures ou alcool) vont pouvoir être traités par le charbon : *douleurs abdominales, crampes, brûlures, ballonnements, éructations*... En réduisant les gaz intestinaux, le charbon végétal aide à retrouver un ventre plat et à affiner ainsi la silhouette.

De même, le charbon supprime la mauvaise haleine due généralement à une trop forte fermentation intestinale et lutte efficacement contre les diarrhées en formant un véritable pansement intestinal [**24**].

Pour ceux et celles qui veulent cesser de fumer, de boire ou de consommer des drogues, le charbon s'avère un allié précieux, car en adsorbant les substances chimiques, responsables de

la dépendance, il permet de s'en libérer plus rapidement et plus aisément. Il en est de même pour les intoxications que l'on subit à cause de l'environnement [**25**].

Le charbon végétal activé n'agit pas directement sur l'organisme et ne présente donc aucun effet secondaire [**24]**.

On trouve le charbon végétal activé dans les magasins d'aliments naturels ou en pharmacie sous forme de poudre ou de capsules [**25**].

I.3.2 Critères de choix du charbon actif

Les principaux critères de choix du charbon actif sont :

- *le rapport entre la masse d'adsorbant et la masse adsorbée* d'un même composé qui peut varier de 0,5 à 1,5 (de 1 à 3) selon le charbon utilisé ;
- *la porosité* : le diamètre des pores varie en fonction du matériau de base et de la durée du processus d'activation. Plus la porosité augmente, plus la densité diminue ;
- *la dureté et la résistance à l'abrasion* : l'abrasion se produit lors du maniement du charbon ou à l'occasion de variations de pression dans les filtres. Elle provoque un effritement des grains, un tassement dans le filtre. Dans un processus bien contrôlé, le charbon à base de coques de noix de coco est le plus résistant. En phase liquide, les charbons à base de bois peuvent être aussi résistants ;
- *la densité* : les charbons les moins denses sont à base de bois ;
- *le degré d'activation* : plus un charbon est activé (temps d'activation), plus il développe une surface spécifique et plus sa capacité d'adsorption est élevée : plus il est activé en profondeur, plus il y a de pores ;
- *l'imprégnation* : l'imprégnation des charbons avec des métaux ou des sels minéraux permet d'obtenir une forte sélectivité, et de doubler l'adsorption physique par une adsorption chimique ;
- *sa présentation* : (poudres, granulés, billes) : les granulés peuvent être régénérés et sont utilisés dans des filtres. Les billes peuvent également être régénérées. La poudre peut être récupérée par filtration ou décantation.
- *sa granulométrie* : on définit la granulométrie en fonction du filtre, de la perte de charge maximale admissible et du temps de contact nécessaire.
- *ses impuretés* : ils peuvent contenir des impuretés qu'il est possible d'éliminer : cendres, humidité, matières volatiles [**26**].

I.4 Régénération du charbon actif

Pour des raisons économiques, le charbon actif est souvent régénéré.

Il existe trois méthodes de régénération [**10]** :

I.4.1 Régénération à la vapeur

Cette méthode est réservée à la régénération des charbons actifs qui ont simplement adsorbés des produits très volatils. (Par exemple pour un nettoyage en profondeur dans le cas de charbon chargé en COV, on utilise la vapeur. Les COV évaporés sont récupérés par condensation).

Cependant, le traitement à la vapeur peut être utile pour déboucher la surface des grains de charbons.

I.4.2 Régénération thermique

Cette opération est réalisée par pyrolyse ou en brûlant les matières organiques absorbées par les charbons actifs. Dans le but d'éviter d'enflammer les charbons, ils sont chauffés aux alentours de 800°C au sein d'une atmosphère contrôlée. C'est la méthode de régénération la plus largement utilisée et régénère parfaitement les charbons actifs. Cependant elle a quelques désavantages : très coûteuse avec l'achat de plusieurs fours, il y a une perte de charbon de l'ordre de 7-10 %.

L'utilisation de fours électriques réduit ces pertes.

Dans le cas de traitement d'eau, on procède à un lavage à l'eau ou à l'acide, puis à une désorption à chaud. Un charbon régénéré est mélangé à du charbon neuf à 10-20 % (procédé du make-up), afin que ses caractéristiques soient proches de ce qu'elles étaient initialement. Le nombre de régénérations doit être limité à moins de 5, car baisse de qualité.

I.4.3 Régénération chimique

Procédé utilisant un solvant utilisé à une température de 100°C et avec un pH élevé. L'avantage de cette méthode réside dans la minimisation des pertes de charbons (environ 1%). Les polluants sont ensuite détruits par incinération [**10**].

I.5 Adsorption – Désorption

Le phénomène de l'**adsorption** [**27**] est le résultat de l'interaction d'une molécule ou d'atomes libres (l'adsorbat) avec une surface (l'adsorbant).

Dans la plupart des cas, le phénomène d'adsorption a lieu entre un gaz et la surface d'un solide.

Le phénomène inverse, par lequel les molécules adsorbées sur une surface s'en détachent, notamment sous l'action de l'élévation de la température, ou de la baisse de pression, se nomme la **désorption** [**28**].

I.5.1 Principe de l'adsorption gazeuse sur une surface solide

On parle d'adsorption d'un gaz sur une surface solide lorsqu'il y a rétention de molécules du gaz sur la surface. La paroi du solide étant composée de la totalité de la surface géométrique externe et interne lorsqu'il y a des pores de la dimension des atomes du gaz.

Il y a deux types d'adsorption, une adsorption physique (ou **physisorption**) si les atomes du solide et ceux du gaz sont liés par des forces d'interaction physique faibles de type forces de Van der Waals ou électrostatiques (~ 20 kJ/mole) ; une adsorption chimique (ou **chimisorption**) lorsque les molécules se lient au substrat par des liaisons fortes de type liaisons covalentes (~ 200 kJ/mole) [**29**].

L'adsorption peut se faire en monocouche, comme dans la théorie de Langmuir, si tous les sites sont équivalents, que la surface est uniforme et qu'il n'y a pas d'interaction entre les molécules adsorbées. Elle peut également suivre la théorie de Brunauer, Emmet et Teller qui tient compte d'un modèle multicouche dans lequel il y a des interactions entre les molécules adsorbées et où chaque molécule peut devenir un site d'adsorption supplémentaire.

Les surfaces peuvent donc être saturées par une monocouche ou par plusieurs couches formant une phase liquide. Cette dernière situation intervient surtout dans les micropores des charbons actifs qui permettent de fixer une grande quantité de gaz sur un faible volume (**figure 3**).

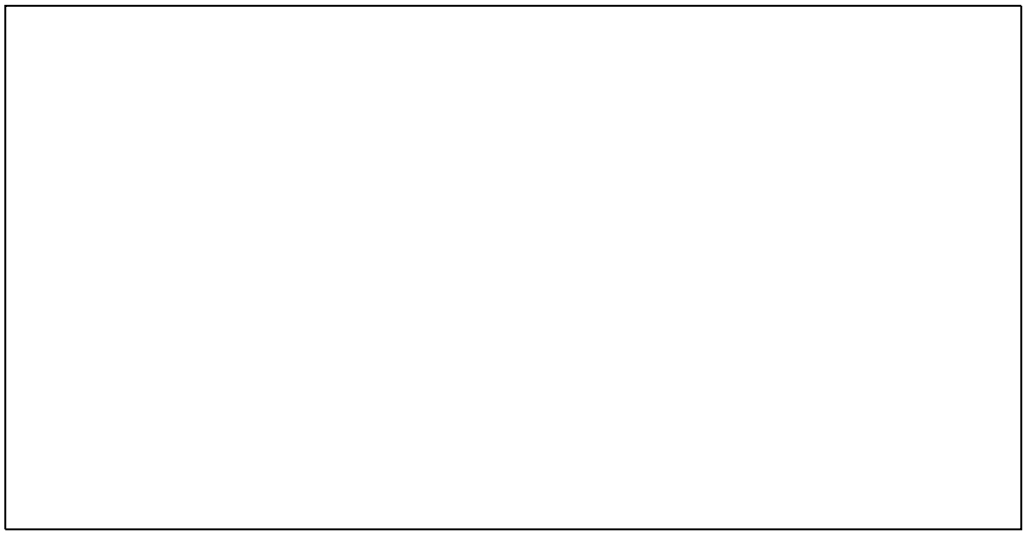


Figure 3 : Adsorption monocouche ou multicouches sur la surface d'un pore du substrat [**11**].

L’équilibre d’adsorption du gaz est atteint très rapidement (quelques secondes à quelques minutes) par diffusion, sauf si les pores sont de diamètres proches de celui des molécules.
La quantité de gaz adsorbée par le substrat à l’équilibre est définie par une isotherme d’adsorption. [**29**].

1.5.2 Isotherme d'adsorption

Les isothermes d’adsorption [**30**] représentent la quantité d’un composé gazeux adsorbé sur une surface à la pression d’équilibre et à température constante.
Il s’agit d’un équilibre thermodynamique entre la phase solide et la phase gazeuse.
L'isotherme d'adsorption, d’équation $V_{ads} = f\ (p/p_0)$, est obtenu en mesurant les quantités volumiques de gaz adsorbé (V_{ads}) pour des valeurs croissantes de la pression relative représentée par p/p_0, p étant la pression d'équilibre et p_0 la pression de vapeur saturante du gaz à la température considérée.
Le phénomène d'adsorption résulte de l'attraction des molécules de gaz à la surface du solide. Dans la plupart des cas, le gaz étudié est l'azote, et la température est celle d'ébullition de l'azote liquide (77 K).
Les isothermes d’adsorption physique d’un gaz sur un solide peuvent être classées en cinq catégories selon la « classification de Brunauer, L. Deming, W. Deming et Teller » appelée couramment « classification BDDT » [**31**]. (**Figure 4**)
Ces différentes formes d’isothermes sont caractéristiques de la texture du solide examiné, et l’allure de ces courbes permet de définir le type de porosité présente au niveau de l’échantillon analysé.

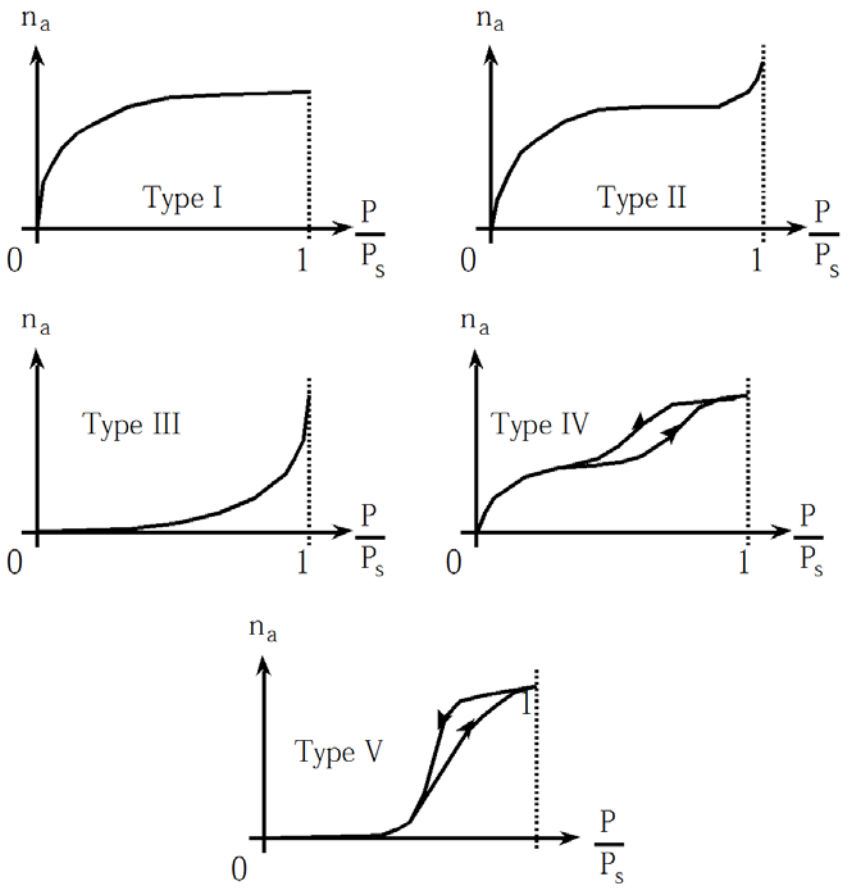


Figure 4 : Classification des isothermes selon Brunauer et al. [**31**].

Les isothermes de type I sont en général rencontrées dans l'adsorption en phase gazeuse et sont typiques d'une adsorption monocouche, avec saturation lorsque la couche est totalement remplie. Les isothermes de type I correspondent à des solides non poreux ou entièrement microporeux, c'est-à-dire possédant des pores de diamètres inférieurs à 20 Å.

Les isothermes de type II, au contraire, sont représentatives d'adsorbants dont la structure poreuse est plus dispersée. La condensation dans les pores (condensation capillaire) intervient avant saturation de l'adsorbant, ce qui est explicable par une adsorption multicouche.

Cette isotherme est réversible sur tout le domaine de pression.

Une variante de ce type est le type III, qui correspond à une adsorption moins énergétique.

Les isothermes de type II et III correspondent généralement à des solides possédant des pores de diamètres supérieurs à 500 Å (macropores).

On rencontre les isothermes de type IV et V lorsqu'il existe une forte interaction moléculaire. Les isothermes de type IV et V correspondent à des solides possédant des pores de diamètres compris entre 20 et 500 Å (mésopores).
L'isotherme de type IV peut résulter de la combinaison des isothermes I et V [**18**]. Nous pouvons enfin mentionner l'existence d'un dernier type d'isothermes, les isothermes à marches ou de type VI, rencontrés surtout dans le cas d'adsorption sur des cristaux atomiques purs [**32**].

I.5.3 Modèles d'isothermes d'adsorption

Il existe de nombreux modèles permettant d'expliquer ou d'interpréter les isothermes entre autres le modèle de Langmuir et le modèle de Brunauer, Emmet et Teller (B.E.T.).

I.5.3.a Modèle de Langmuir

Langmuir [**33 - 34**] fut le premier à proposer une relation entre la quantité d'un gaz adsorbé et sa pression d'équilibre. Langmuir définit l'équilibre d'adsorption comme un processus dynamique entre les molécules arrivant à la surface et celles quittant la surface. On écrit les équations de la variation du taux de recouvrement des sites d'adsorption en fonction du temps lors de l'adsorption (éq.4) et lors de la désorption (éq.5)

$$\frac{d\theta}{dt} = k_a.p.N.(1-\theta) \qquad (4)$$

$$\frac{d\theta}{dt} = -k_d.N.\theta \qquad (5)$$

$\theta = N^a/N$ taux de recouvrement avec, N nombre total de sites d'adsorption et N^a nombre de molécules adsorbées.

$$\theta = \frac{b.P}{1+b.P} \text{ , avec } b = \frac{k_a}{k_d} \qquad (6) \qquad [\mathbf{35}].$$

I.5.3.b Modèle de Brunauer, Emmet et Teller (B.E.T.)

En reprenant une partie des hypothèses de Langmuir étendue à l'adsorption multicouche, Brunauer, Emmet et Teller [**17**] ont développé un modèle permettant de décrire l'isotherme de

type II et d'évaluer la surface spécifique de matériaux non poreux. Cette équation se base sur les hypothèses suivantes :

- Dans toutes les couches adsorbées, sauf la première, la chaleur d'adsorption est égale à la chaleur de condensation.
- A la pression de saturation, l'adsorbat se condense en phase liquide à la surface du solide, c'est-à-dire que le nombre de couches peut devenir infini.

L'équation BET s'écrit traditionnellement sous la forme :

$$\frac{P/P_0}{N^a(1-P/P_0)} = \frac{1}{N_{am}.c} + \frac{(c-1)}{N_{am}.c} \times (P/P_s) \qquad (7)$$

Où, N^a ($mol.g^{-1}$) est la quantité adsorbée à la pression relative P/P_s.

N_{am} ($mol.g^{-1}$) est la capacité de la monocouche équivalente.

c est la constante de BET, $c = \exp[(E_1 - \Delta_L H)/RT]$ où E_1 est la chaleur d'adsorption de la première couche et $\Delta_L H$ est l'enthalpie de liquéfaction de l'adsorbat.

Le domaine de linéarité de l'équation (7) est en général compris entre $0,05<P/P_s<0,35$ [**35**].

1.5.4 Isotherme de désorption

Après avoir atteint la saturation ($p/p_0=1$), en déterminant les quantités de vapeur restant adsorbée sur le solide pour les valeurs de pressions relatives (p/p_0) décroissantes, on peut obtenir l'isotherme de désorption.

La désorption est le mouvement des molécules de gaz s'éloignant de la surface du solide, donc la diminution de la concentration des molécules de gaz à la surface par rapport à la concentration totale du gaz.

Souvent l'isotherme de désorption ne coïncide pas avec l'isotherme d'adsorption. Il y a alors apparition d'un phénomène d'hystérésis : la quantité de vapeur restant adsorbée lors de la désorption pour une valeur p/p_0 donnée est supérieure à celle retenue lors de l'adsorption à la même pression.

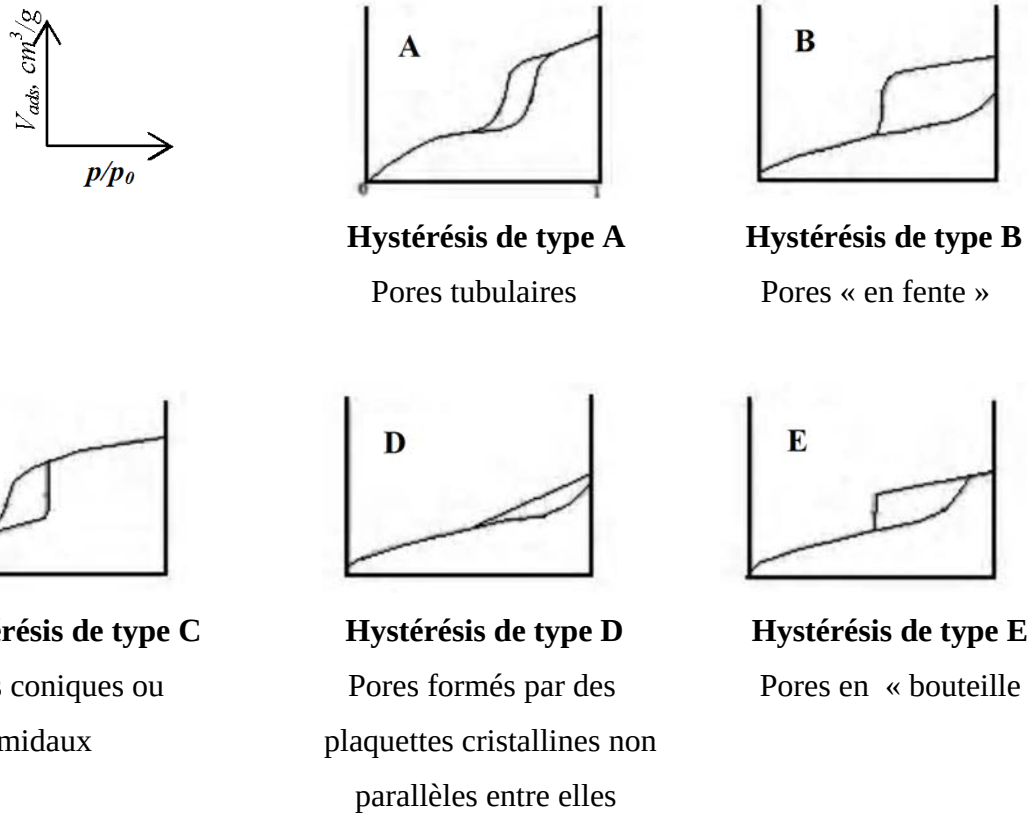
Ce phénomène est toujours observé dans le cas des isothermes IV et V, et quelquefois pour les isothermes II et III [**18**].

L'existence d'une hystérèse entre l'équilibre d'adsorption ou de désorption peut être expliqué par l'existence de mésopores où l'adsorbat se trouve sous forme condensée ; ou encore par

l’existence de pores en forme de bouteille impliquant une barrière énergétique plus grande pour le phénomène de désorption que pour celui de l’adsorption [**32**].

Les différents types d'hystérésis classiquement obtenus ont été classés par DeBOER [**36**] et sont représentés sur la **figure 5**.

En fonction du type d'hystérésis obtenu, on peut déterminer la forme des pores du solide analysé.



Hystérésis de type A
Pores tubulaires

Hystérésis de type B
Pores « en fente »

Hystérésis de type C
Pores coniques ou pyramidaux

Hystérésis de type D
Pores formés par des plaquettes cristallines non parallèles entre elles

Hystérésis de type E
Pores en « bouteille »

Figure 5 : Classification selon DeBOER [**36**] des cinq types d’hystérésis

L’absence d’hystérésis indique que soit le solide ne contient que des micropores, soit que les pores présents sont tubulaires fermés à une extrémité [**18**].

DEUXIEME PARTIE:
ETUDE EXPERIMENTALE

II.1 Echantillons utilisés

Les échantillons de charbons actifs utilisés sont des charbons actifs granulés préparés à base d'eucalyptus (E1 et E2) et de noix de coco (E3 et E4) carbonisés et activés avec $ZnCl_2$ 25% ou H_3PO_4 30% à une température d'environ 550°C.

- E1 : CAG à base d'eucalyptus carbonisé et activé avec $ZnCl_2$ 25% à T = 550°C ;
- E2 : CAG à base d'eucalyptus carbonisé et activé avec H_3PO_4 30% à T = 550°C ;
- E3 : CAG à base de noix de coco carbonisé et activé avec $ZnCl_2$ 25% à T = 550°C ;
- E4 : CAG à base de noix de coco carbonisé et activé avec H_3PO_4 30% à T = 550°C.

Les échantillons ont été purifiés avant utilisation.

Purification

La purification est une étape importante dans la production du charbon actif. Elle permet d'éliminer les impuretés et d'avoir un charbon prêt à l'emploi.

- Activation par $ZnCl_2$

Pour la purification des charbons activés par $ZnCl_2$, nous avons utilisé de l'acide chlorhydrique (1- 2%). Le charbon actif est immergé dans l'acide pendant 2 heures.

La purification permet de libérer certains sites poreux occupés par des impuretés telles que les métaux lourds, les cendres etc.

Temps d'immersion(min)	10	20	30	40	50	70	100	120	140	160
% d'impuretés extrait	2,10	7,02	10,22	12,97	15,26	20,23	27,78	29,3	30,1	30,2

On trace la courbe pourcentage d'impuretés en fonction du temps % I = f (t)

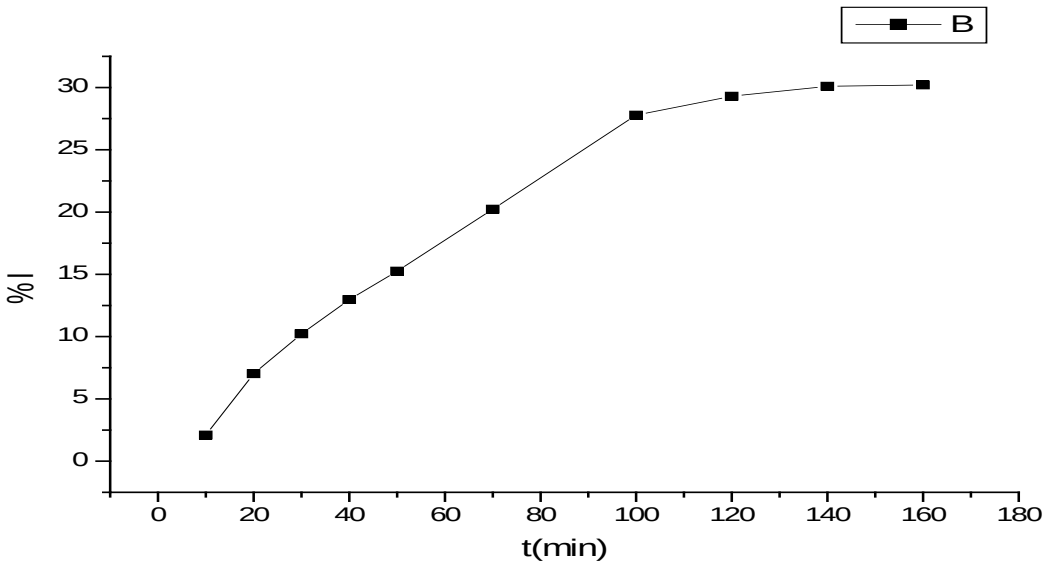


Figure 6 : %I = f(t)

Au-delà de 1h30 min, on observe la formation de traces de cendre. On arrête la purification.

II.2 Spectres Infra- Rouge des échantillons de charbons actifs

Les spectres infra- rouge de nos différents échantillons de charbon sont donnés aux figures 7, 8, 9 et 10.

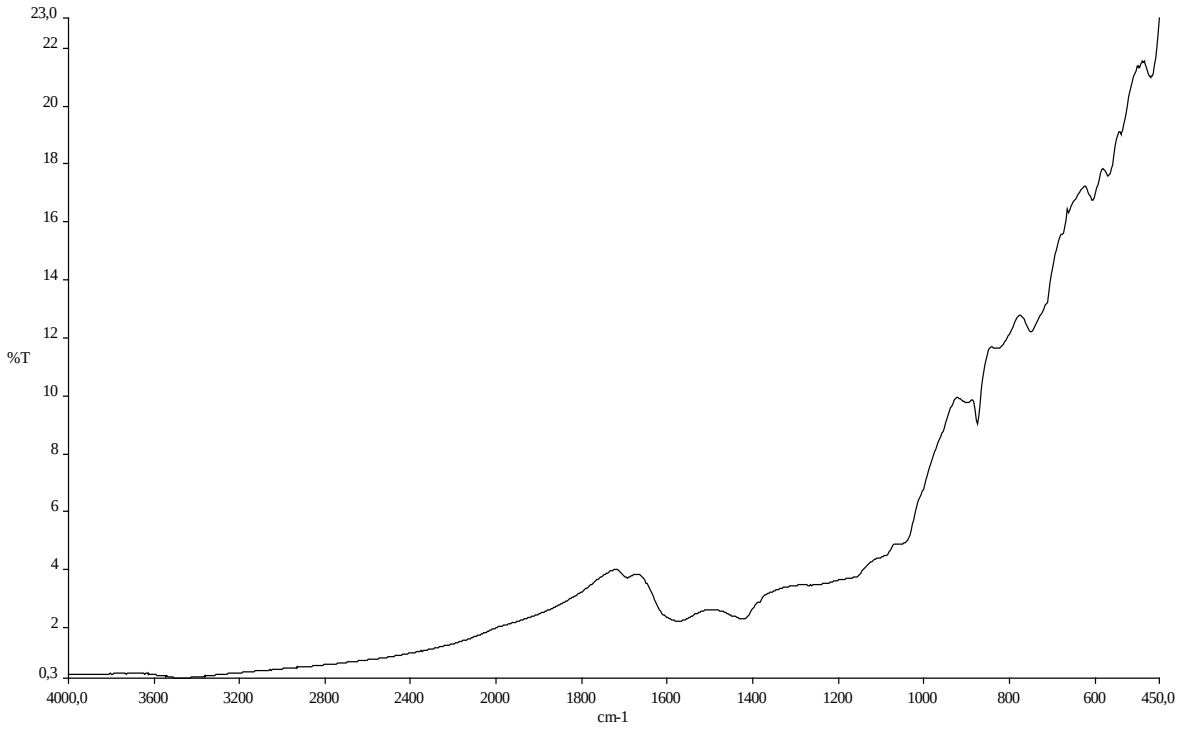


Figure 7 : Spectres IR du CA Eucalyptus activé par $ZnCl_2$

1692,87 cm^{-1} : vibrations de valence des liaisons C=O aromatiques
1578, 05 cm-1 : vibrations de valence des liaisons C=C aromatiques
1417,31 cm-1 : vibrations de valence des liaisons C-H de groupes alkyles
874,81 cm-1 : vibrations de déformation des liaisons C-H de groupes trans-alcène
748,51 cm-1 : vibrations de déformation des liaisons C-H de benzène monosubstitué

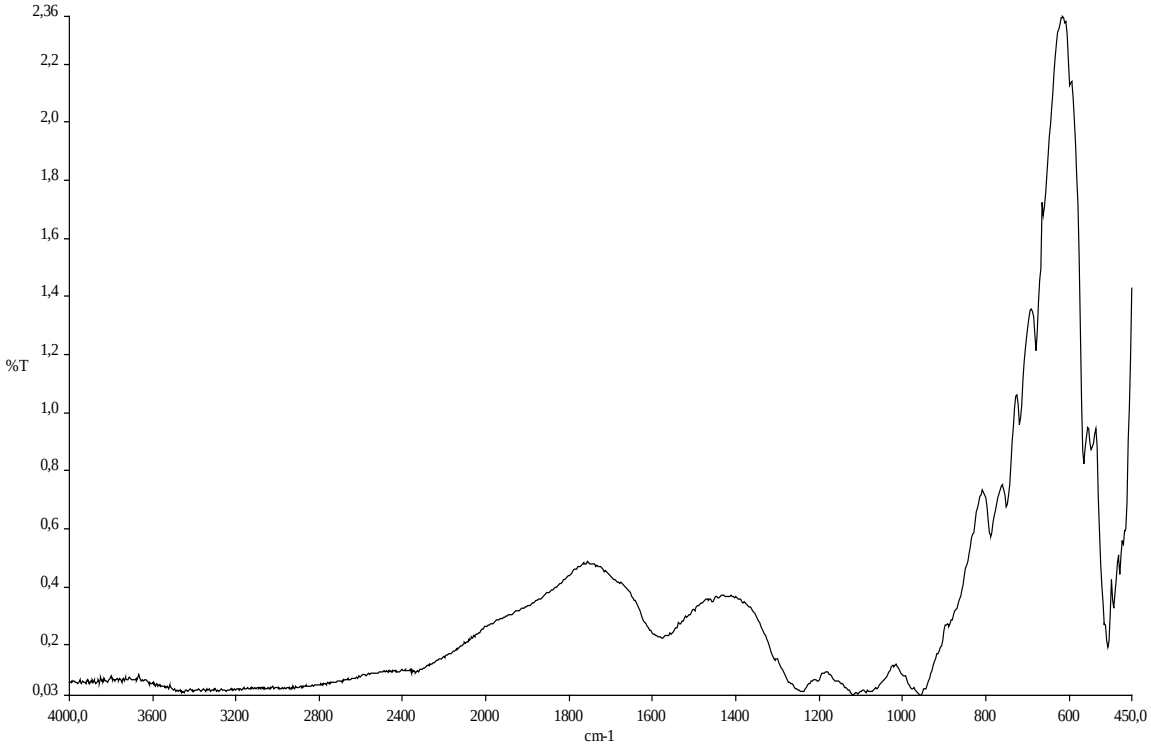


Figure 8 : Spectres IR du CA Eucalyptus activé par H_3PO_4

1580 cm^{-1} : vibrations de valence des liaisons C=C aromatiques ;

1242,22 cm^{-1} : vibrations de valence des liaisons C-O du phénol ;

1115,92 cm^{-1} : vibrations de valence des liaisons C-O des alcools II ou III

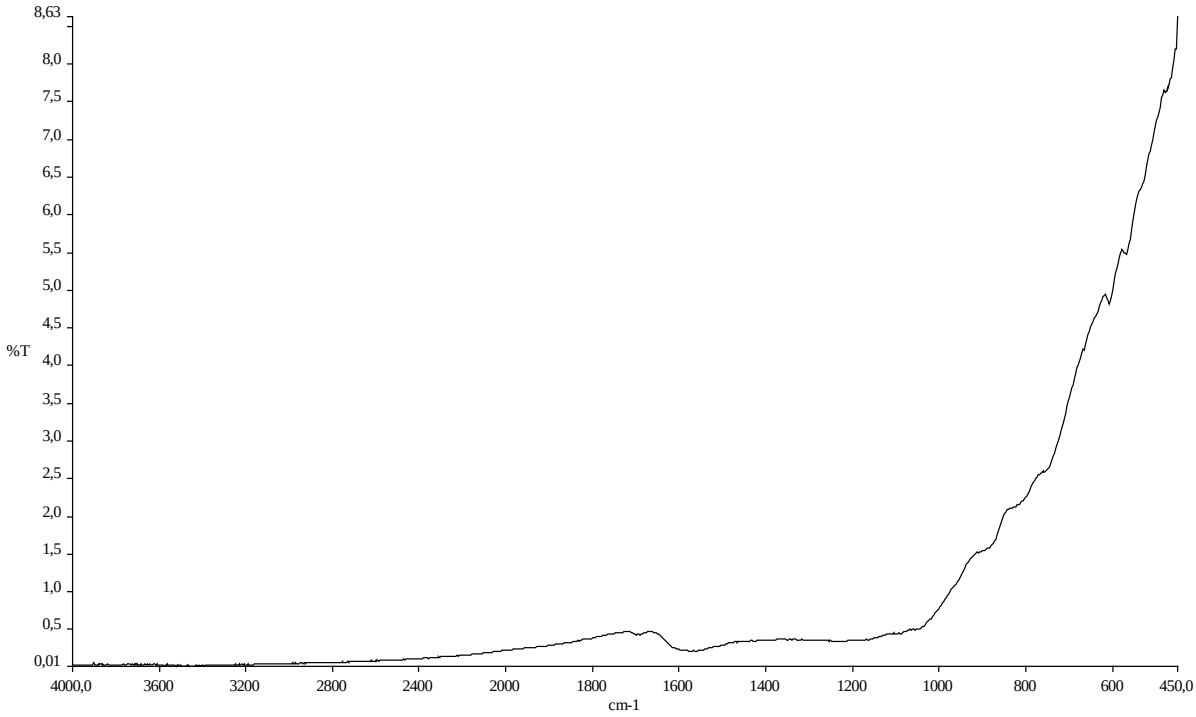


Figure 9: Spectre IR de CA noix de coco activé avec $ZnCl_2$

1690 cm^{-1} : vibrations de valence des liaisons C=O aromatiques

1569,44 cm^{-1} : vibrations de valence des liaisons C=C aromatiques

889,16 cm^{-1} : vibrations de déformation des liaisons C-H de composé aromatique

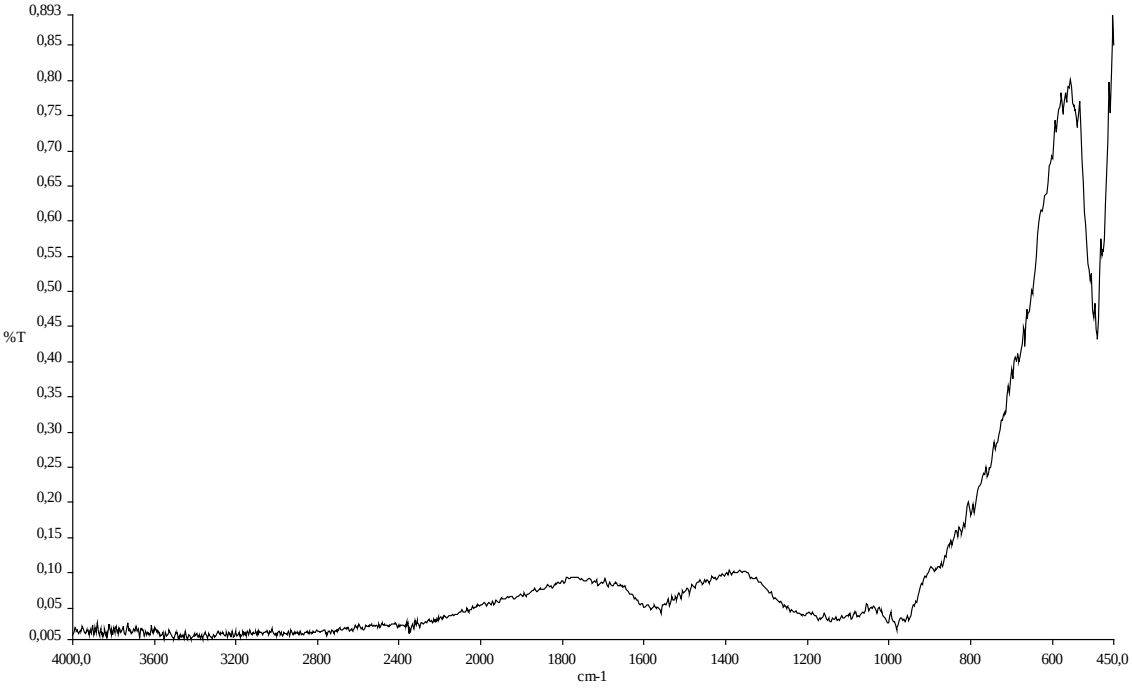


Figure 10 : Spectre IR de CA noix de coco activé avec H_3PO_4

1583,79 cm^{-1} : vibrations de valence des liaisons C=C aromatiques

1173,33 cm^{-1} : vibrations de valence des liaisons C-O phénol

883,42 cm^{-1} : vibrations de déformation de C–H

Interprétation :

L'analyse des spectres Infra- Rouge montre la présence de cycles aromatiques dans la structure des charbons actifs mais également la présence de fonctions oxygénées (C=O, C–O) Ces fonctions oxygénées sont introduites lors de l'étape d'activation et dépendent de la composition du précurseur et du mode d'activation.

II.3 Résultats et discussions

II.3.1 Détermination de la surface spécifique et du diamètre des pores

La surface spécifique a été déterminée par la méthode de BET décrite dans la partie bibliographique.

- Résultats obtenus :

Echantillon	Diamètre des pores	S_{BET}
E1	68,0578 Å	4,7141 m^2/g
E2	74,9145 Å	4,0338 m^2/g
E3	41,3654 Å	8,4738 m^2/g
E4	104,7319 Å	1,6638 m^2/g

- Discussions

L'analyse de ces résultats montre d'une part que les diamètres des pores des charbons étudiés sont dans l'intervalle [20 Å ; 500 Å], ce qui atteste la présence de mésopores dans la structure des charbons.

D'autre part, les surfaces spécifiques sont relativement faibles (la surface spécifique la plus grande est environ 8,5 m^2/g).

On pourrait expliquer ceci par :

- une faible présence de micropores dans la structure des charbons actifs ; en effet comme nous l'avons souligné dans la partie bibliographique (I.2.2.b), la surface spécifique dépend directement de la porosité : plus la microporosité est grande et plus la surface spécifique est importante.

- la présence de groupements fonctionnels à la surface (C=O, C – O)
- la présence dans les charbons d'impuretés qui pourraient gêner l'accessibilité des pores aux atomes et molécules.

L'analyse des résultats montre également que plus le diamètre des pores est faible, plus la surface spécifique est grande. Ce qui montre que ce sont essentiellement les micro et mésopores qui créent de la surface (plus il y a des micropores, plus la surface spécifique est importante).

L'échantillon E3 (charbon actif à base de noix de coco activé avec $ZnCl_2$), ayant la surface spécifique la plus grande, devrait être plus poreuse et présenter ainsi plus de qualité d'adsorption que les autres charbons.

II.3.2 Etude de la porosité

La porosité est une caractéristique très importante pour une pastille à pâte de carbone. Elle mesure le degré d'imprégnation de l'électrode par l'électrolyte et se définit comme la quantité d'électrolyte retenue par gramme d'électrode sèche.

La masse M_o de la pastille sèche est déterminée puis plongée pendant 48 heures dans une solution électrolytique de $LiClO_4$ de concentration donnée. Elle est ensuite retirée et pesée de nouveau (nous avons pris soin de nettoyer la couche d'électrolyte déposée sur ses faces avec du papier filtre). Si M est la masse de la pastille imprégnée, la porosité est obtenue par l'expression suivante :

$$\mu = \frac{(M - M_o).1000}{M_o}.$$

Elle s'exprime ainsi en milligrammes d'électrolyte retenu par gramme d'électrode sèche.

Les résultats ont été obtenus sur des échantillons dans lesquels on fixe le pourcentage de carbone (97%) et le téflon comme liant mécanique à 3% et la masse globale de la pastille est environ 200 mg.

Le tableau ci-dessous montre les variations de la porosité en fonction des différents types de carbone.

Il apparaît que la capacité de rétention électrolytique est plus grande avec la coque de noix de coco activée avec le $ZnCl_2$ et diminue légèrement avec la noix de coco activée avec (H_3PO_4 30%) et devient faible avec l'eucalyptus activé avec (H_3PO_4 30%). Ce qui montre une faible

accessibilité de l'électrolyte au sein de la pastille de l'eucalyptus par rapport aux autres, du fait probablement d'une faible mouillabilité.

Il ressort de l'analyse de ces résultats que le charbon actif à base de noix de coco activé par $ZnCl_2$ est d'une porosité plus importante que les autres charbons. Ce qui confirme les résultats obtenus lors de l'analyse.

Type de carbone	M_0[(a)] (mg)	M[(b)] (mg)	μ (mg/g d'électrode)
Noix de Coco ($ZnCl_2$)	183	201	98,36
Noix de Coco (H_3PO_4 30%)	194	210	82,47
Eucalyptus ($ZnCl_2$)	199	214	75,37
Eucalyptus (H_3PO_4 30%)	199	212	65,33

(a) : masse de pastille sèche

(b) : masse de pastille imprégnée dans $LiClO_4$ 0,1M.

Variation de la porosité (μ) en fonction du type de carbone

II.3.3 Isothermes d'adsorption- désorption

Les isothermes d'adsorption- désorption ont été déterminées en appliquant le modèle de BET, modèle qui a été décrit dans la partie bibliographique (I.5.3.b).

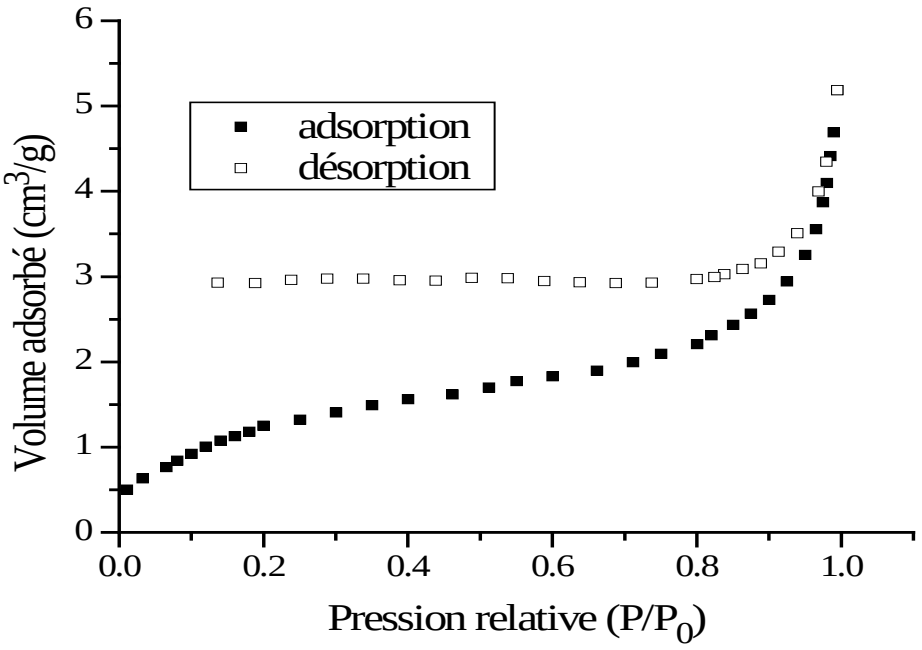


Figure 11 : Isothermes d'adsorption et de désorption du CA Eucalyptus activé par $ZnCl_2$

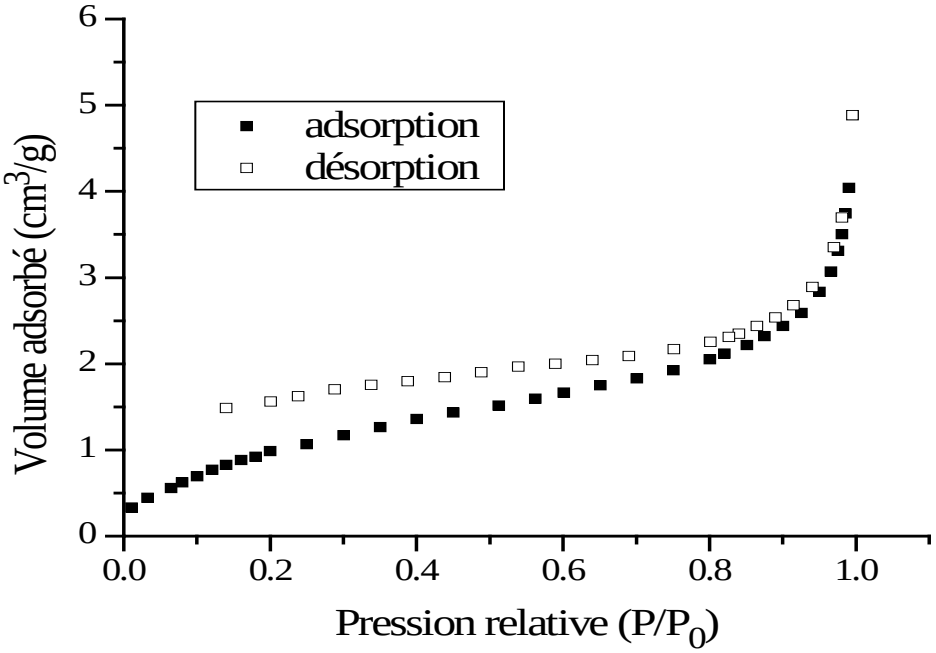


Figure 12 : Isothermes d'adsorption et de désorption du CA Eucalyptus activé par H_3PO_4

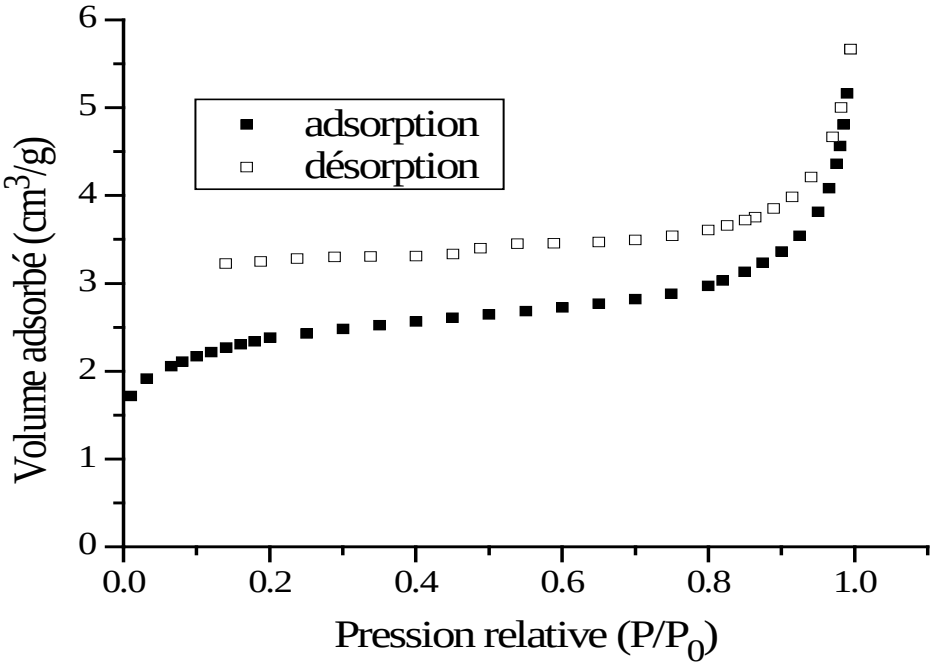


Figure 13 : Isothermes d'adsorption et de désorption du CA noix de coco activé par $ZnCl_2$

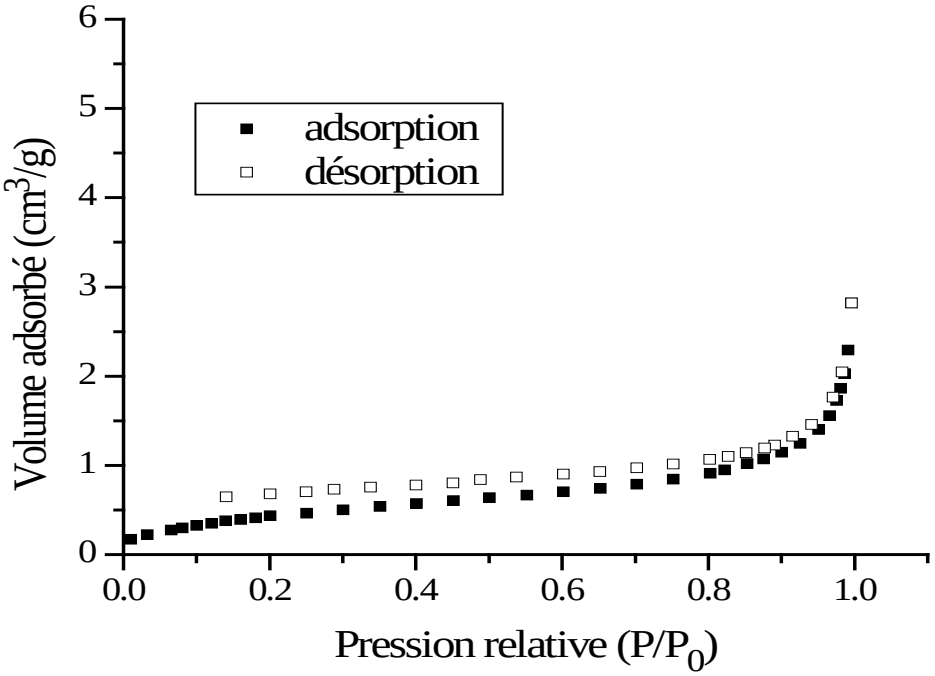


Figure 14 : Isothermes d'adsorption et de désorption du CA noix de coco activé par H_3PO_4

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

- *Discussions*

Les courbes d'isothermes d'adsorption et de désorption obtenues (figures 11, 12, 13 et 14) sont des *isothermes du type II* de la classification de BDDT [**31**], type caractéristique d'adsorbants dont la structure poreuse est plus dispersée.

La condensation dans les pores (condensation capillaire) intervient avant saturation de l'adsorbant, ce qui est explicable par une adsorption multicouche.

En outre, les isothermes de désorption ne coïncident pas avec celles d'adsorption ; il y a apparition du phénomène d'hystérésis : la quantité de vapeur restant adsorbée lors de la désorption pour une valeur p/p_0 est supérieure à celle retenue lors de l'adsorption à la même pression.

On pourrait expliquer ce phénomène par :

- l'existence de mésopores où l'adsorbat se trouve condensée ; ou par l'existence de pores en forme de bouteille impliquant une barrière énergétique plus grande pour le phénomène de désorption que celui de l'adsorption [**32**];
- la présence de groupements fonctionnels à la surface des pores. Groupements qui pourraient réagir avec les molécules d'azote empêchant ainsi une désorption complète;
- la présence de substances résiduelles restées dans les pores. Lesquelles empêchent la réversibilité du processus d'adsorption- désorption.

La comparaison des courbes d'adsorption et de désorption des figures 11, 12, 13 et 14 montre que le phénomène d'hystérésis est moins accentué dans le cas des charbons activés par H_3PO_4 que ceux activés par $ZnCl_2$. Ce qui est en accord avec les résultats analytiques.

En effet, les charbons activés par H3PO4, ont des diamètres de pores plus élevés ce qui entraîne une désorption plus facile.

CONCLUSION

Dans la première partie, l'étude bibliographique nous a permis de passer en revue les procédés de fabrication et quelques propriétés physico- chimiques du charbon actif. Dans ces procédés, nous retiendrons que l'étape d'activation est primordiale pour optimiser les performances d'adsorption et de catalyse du charbon actif car ces propriétés sont conditionnées par la structure poreuse et la chimie de surface du matériau.
En outre, elle a permis de montrer l'intérêt du charbon actif dans les domaines de la chimie, de l'industrie et de la santé. L'étendue des domaines d'application du charbon actif montre qu'il est à l'heure actuelle, sujet à de nombreuses recherches.

Dans la deuxième partie, l'analyse des échantillons de charbon actif, a montré que, d'une part que ce sont principalement les micro et mésopores qui créent de la surface. Alors, pour obtenir de grandes surfaces spécifiques et améliorer ainsi la qualité des propriétés adsorbantes du charbon actif, il faudrait développer sa microporosité.

D'autre part, l'étude a permis de constater que le processus de désorption pourrait être limité par les groupements fonctionnels présents à la surface du charbon actif et par la présence de substances résiduelles restées dans les pores. Et dans ces cas, un lavage des échantillons de charbons actifs (par des solvants organiques ou le dioxyde de carbone liquide), dans le but d'éliminer ces substances résiduelles, pourrait améliorer la qualité des charbons et réduire le phénomène d'hystérésis.

L'analyse des échantillons et l'étude de la porosité ont montré que c'est le charbon actif à base de noix de coco activé avec $ZnCl_2$ (échantillon E3) qui a la surface spécifique et la porosité les plus grandes. Ce charbon devrait ainsi présenter des qualités d'adsorption meilleures que celles des autres charbons actifs utilisés.

Dans une étude ultérieure, nous envisageons de poursuivre l'étude des propriétés pour une meilleure connaissance du charbon actif pour une meilleure utilisation dans les domaines de la chimie, de l'industrie et de la santé.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] – CHANEY N. K., Ray A. B. and John A.St, Industrial and engineering chemistry, 1923, **15**: 1244-1255.

[2] – OSMOND N.M., Activated carbon fibre adsorbent materials. *Ads Sci Technol*., 2000, **18** (6): 529-539.

[3] – WIGMANS T., Industrial aspects of production and use of activated carbons. *Carbon*, 1989, **27 (**1): 13-22.

[4] – RODRIGUEZ-REINOSO F., The role of carbon materials in heterogeneous catalysis. *Carbon*, 1998, **36**(3): 159-175.

[5] – CHERET D., Elaboration et caractérisation d'un tissu de carbone activé. *Thèse de Doctorat de Sciences Appliquées*, Mulhouse, 1996.

[6] – NIMALI T., Rôles des charbons actifs dans les réactions d'oxydation par le dioxygène. *Thèse de Doctorat de Chimie*, Paris VI, 1996.

[7] – BANSAL R.C., BONNET J.B. et STOECKLI F. Active Carbon. Marcel Bekker Inc., 1988, New York.

[8] – PARK K.-K. et KIM J.-H. Influence of activation temperature on adsorption characteristics of activated carbon fiber composites. *Carbon*, 2001, **39**: 1741-1746.

[9] – RYU Y.-K., KIM K.-L. et LEE C.-H., Adsorption and desorption of n-hexane, methyl ethyl ketone, and toluene on an activated carbon fiber from supercritical carbon dioxide. *Ind. Eng. Chem*., 2000, **39**: 2510-2518.

[10] – http://www.lenntech.com/français/charbon_actif

[11] – http://culturesciences.chimie.ens.fr/dossiers-chimie-societe-article-TraitementCOVSol.

[12] – LI P., QUINLIVAN P. A. et KNAPPE D. R.U., Effects of activated carbon surface chemistry and pore structure on the adsorption of organic contaminants from aqueous solution. *Carbon*, 2002, **40** (12): 2085-2100.

[13] – DUBININ M.M., Porous structure and adsorption properties on active carbon. In *Chemistry and physics carbon*. Walter P.L., Jr Ed., 1966, New York, 51.

[14] – MATATOV-MEYTAL Y. et SHEINTUCH M., Catalytic fibers and cloths. *Appl Catal: A General*., 2002, **23**: 1-16.

[15] – Slasli M. A., Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux : Approches théorique et expérimentale. *Thèse de Doctorat* de l'université de Neuchâtel, 2002.

[16] – CARDINAL A., Chapitre 1: Développement et qualification de méthode d'échantillonnages passifs adaptés aux mesures de composés organiques volatils. Ecole des Mines de Douai, 2003, 378- 429.

[17] – Brunauer S., Emmet P.H.,Teller E., *J. Am. Chem. Soc.*, 1938, **60** : 309-319.

[18] – LAUTRETTE S., Utilisation des Fibres de Carbone Activé comme catalyseurs de O- et N-glycosylation. Application à la synthèse d'analogues de saponines et de nucléoside, *Thèse de Doctorat*, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, 2004.

[19] – PRADHAN B.K. et SANDLE N.K., Effect of different oxidizing agent treatments on the surface properties of activated carbons. *Carbon*, 1999, **37**: 1323-1332.

[20] – LE PAPE H., Etude des propriétés germicides de fibres de carbone active : Application à la décontamination de l'air en cabine d'avion, *Thèse de Doctorat* de l'Université de Limoges, 2003.

[21] – POLANIA-L.A., PAPIRER E., DONNET J.B. et DAGOIS G., Modification et interaction des fonctions oxygénées en surface des charbons actifs. *Carbon*, 1993, **31** : (3): 473-479.

[22] – LISOVSKII A., SHTER G.E., SEMIAT R. et AHARONI C., Adsorption of sulfur dioxide by active carbon treated by nitric acid : II. Effect of preheating on the adsorption properties. *Carbon*, 1997, **35** (10-11): 1645-1648.

[23] – http://www.norit-ac.com/activatedcarbon_fr.asp

[24] – http://beaute.afroplurielles.com/bancs-d-essai

[25] – http://bioventure.ouvaton.org/charbon.htm

[26] – http://www.gedo.fr/ficheconseil/traiteau/charbon.htm

[27] – Atkins P.W., Physical Chemistry, 5th Edition, Oxford University Press, 1994, Oxford.

[28] – http://fr.wikipedia.org/wiki/charbon

[29] – Gaël M., Goulpeau G., Correia J. J.,Tests préliminaires de séparation et de purification des gaz sur la ligne de l'expérience PALOMA d'analyse de volatils martiens, In *Notes du Pôle de Planétologie*, IPSL, France, 2004.

[30] – Gregg S.J., Sing K.S.W., Adsorption, Surface Area and Porosity, 2nd Edition, Academic Press, 1982, London.

[31] – Brunauer S., Deming L., Deming W., Teller E. J., *Journal of the American Chemical Society*, 1940, **62**: 1723-1732.

[32] – MADRAU S., Caractérisation des adsorbants pour la purification de l'hydrogène par adsorption modulée en pression,*Thèse de Doctorat* de l'INPL, Ecole Nationale Supérieure des Industries Chimiques, Lorraine, 1999.

[33] – Brunauer S., Copeland L.E., Kantro D.L., The Solid-Gas Interface volume I, Edward Arnold Ltd, 1967, London.

[34] – Langmuir I., *J. Am. Chem. Soc*., 1918, **40**: 1361-1403.

[35] – COUDERC G., Contribution à l'étude de l'adsorption binaire par les carbones non poreux et poreux, Thèse de Doctorat de l'Université de Neuchâtel, 2002.

[36] – DEBOER J. H., LIPPENS B. C., *Journal of Catalysis*, 1964, **3**: 38-43.

Liste des abréviations

CA : Charbon Actif

CAP : Charbon Actif en Poudre

CAG : Charbon Actif en Grains

BET: Brunauer – Emmett – Teller

COV: Composés Organiques Volatils

BDDT: Brunauer – Deming – Deming – Teller

IR: Infra - Rouge

S_{BET} : Surface spécifique calculée par la méthode BET

Titre : Etude de propriétés physico- chimiques de charbons actifs préparés à partir de coque de noix de coco et d'eucalyptus.

Candidat : Mamadou Niang

Nature du Mémoire : Diplôme d'Etudes Approfondies de Chimie physique appliquée à l'énergie.

Composition du jury : Président : M. Alphonse TINE Professeur

Membres : M. Abdou Khadre DIOP Maître de conférences

M. Abdoulaye DIOP Maître de conférences

M. Modou FALL Maître de conférences

M. Serigne Amadou NDIAYE Professeur

Date : 30 novembre 2006

RESUME

Dans ce travail, nous avons dans un premier temps, fait une étude bibliographique du charbon actif. Etude dans laquelle nous avons d'abord parlé de la fabrication du charbon actif, de ses propriétés physico- chimiques, de ses critères de choix et utilisations dans les domaines de la chimie, de l'industrie et de la santé, et de sa régénération. Ensuite nous avons parlé du phénomène d'adsorption- désorption.

Dans un deuxième temps, nous avons étudié quelques propriétés de charbons actifs préparés à partir de produits locaux (coque de noix de coco et eucalyptus). Charbons qui ont été activés par H_3PO_4 et $ZnCl_2$. Cette étude s'articule principalement sur deux points : la structure poreuse et l'adsorption.

A travers cette étude, nous avons vu que l'adsorption, qui est une propriété fondamentale du charbon actif, dépend principalement de la structure poreuse. Cette structure poreuse dépend généralement de la nature du matériau utilisé pour la fabrication du charbon actif mais également de l'agent utilisée pour réaliser l'activation.

Il est apparu également à travers l'étude réalisée, d'une part, que sont essentiellement les micro et mésopores qui créent la surface spécifique ; d'autre part, l'analyse des courbes d'adsorption et de désorption montre que le processus de désorption peut être limité par les groupements fonctionnels présents à la surface du charbon actif.

Mots clés : Charbon actif ; structure poreuse ; surface spécifique ; adsorption ; désorption.

Année académique : 2005- 2006