

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université A. M. OULHADJ - Bouira  
Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées  
Département de Génie des Procédés



# Mémoire

Présenté par

**AOUADI Soumia**

**AZEGAG Ikram**

Pour l'obtention du diplôme de

## MASTER

Filière: Génie des Procédés

Spécialité : Génie de l'Environnement

Optimisation de la synthèse d'un matériau à partir  
des sciures de bois

Soutenu le ... /.... / 2021

Devant le jury:

BELLACHE	Dhia	MAB	UAMOB	Examineur
SAHNOUNE	Mohamed	MCB	UAMOB	Examineur
EL HANAFI	Nawel	MCB	UAMOB	Encadrant
MADJENE	Farid	MCA	CDER	Co- Encadrant

Année Universitaire : 2020/2021

## *Remerciements*

*Nous tenons à remercier vivement le bon Dieu tout puissant de nous avoir donné la patience, la volonté et le courage pour accomplir ce travail.*

*Nous tenons à remercier chaleureusement notre encadreur madame **EL HANAFI Nawel**, d'avoir accepté diriger ce travail, pour ces conseils judicieux, sa patience et surtout pour sa conscience et ses encouragements.*

*Je remercie aussi mon Co-encadreur **MADJENE Farid**, pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail en acceptant de co-diriger cette étude, pour sa disponibilité, ses remarques fructueuses.*

*Ensuite pour les membres du jury qui ont accepté d'évaluer et de juger notre travail.*

*Nous tenons notifiés un remerciement spécial à tous l'équipe de laboratoire de génie des procédés qui nous a énormément aidés, on lui dit merci pour toutes vos orientations et le temps que vous nous avez accordé.*

*Ces remerciements ne sauraient être complets si nous omettons de citer les enseignants du département GP qui, par leur enseignement, ont contribué à notre formation durant tout notre cursus universitaire.*

*Enfin, nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la bonne marche de ce travail.*

*Merci à tous.*

## *Dédicaces*

*Tout d'abord je tiens à remercier ALLAH le tout puissant de m'avoir donné la santé, la volonté, le courage et la patience pour mener à terme ma formation et pourvoir réaliser ce travail de recherche.*

*A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études,*

*A mes chers frères, **Hamza, Oussama**, pour leur appui et leur encouragement,*

*A mes chères sœurs, **Nour el houda, Loubna**, pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral,*

*A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire,*

*A tous les gens m'aiment  
**Assia, Hanane, Ikram, Rania, Ouidad, Amina, Cylia.***

*Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant allégués, et le fruit de votre soutien infailible,*

*Merci d'être toujours là pour moi.*

**Soumia**

## *Dédicaces*

*Après le nom d'Allah, le tout puissant miséricordieux*

*Tout le merci au bon dieu, pour la réussite et la prospérité de mes études et de ce modeste travail*

*Je dédie ce travail :*

*À mes très chers parents, ma raison de vivre, qui n'ont jamais douté de moi ni de mes capacités,*

*Merci de m'avoir toujours soutenu, merci maman tu es toujours là pour moi pour m'aider et m'encourager, merci papa pour tous tes sacrifices tout au long de mon parcours. Je vous aime.*

*À mes très chers grands parents **Slimane, Fadhma***

*À mes chères sœurs **Fadhma et Ferial**, mon petit frère **Slimane**, tous mes cousins spécialement **Fares, Khalil, Maram, Abd Raouf, Zino, Aissam**.*

*À mes chères oncles et tantes. À tous membres de familles de près ou de loin.*

*À ma cher collègue **Soumia**.*

*À tous mes amis les nouveaux et les anciens.*

***Ikram***

Résumé.....	a
Liste des figures.....	b
Liste des tableaux.....	d
Liste des abréviations.....	e
Introduction générale.....	1

### **Chapitre I : Généralités sur le charbon actif**

I.1.Introduction.....	3
I.2. Le charbon actif.....	3
I.2.1. Généralité sur le charbon actif.....	3
I.2.2. Définition du charbon actif.....	4
I.2.3. Domaines d'utilisation du charbon actif.....	4
I.2.4. Les sources de charbon actif.....	7
I.3. Le bois.....	7
I.3.1. Définition du bois.....	7
I.3.2. Structure du bois.....	8
I.4.Transformation d'un matériau végétal en charbon activé.....	9
I.4.1. Activation.....	9
I.4.2. Activation physique.....	10
I.4.3. Activation chimique.....	10
I.4.4. Carbonisation.....	10
I.5. Conclusion.....	11

### **Chapitre II : Modélisation par plan d'expérience**

II.1. Introduction.....	12
II.2. Généralités sur les plans d'expérience.....	12
II.2.1. Définition des plans d'expériences.....	12
II.2.2. Définition d'un facteur.....	12
II.2.2.1. Facteur quantitatif.....	13
II.2.2.2. Facteur qualitatif.....	13
II.2.3. Conditions d'application des plans d'expériences.....	13
II.2.4. Principe des plans d'expériences.....	13
II.2.5. Avantages des plans d'expériences.....	14
II.3. Types de plans d'expérience.....	14

II.3.1. Plans de criblage.....	16
II.3.1.1. Plans factoriels complets à deux niveaux ( $2^k$ ).....	16
II.3.1.1.a. Avantages des plans factoriels complets.....	16
II.3.2. Plans de modélisation.....	16
II.3.2.1. Plans composites centrés.....	17
II.3.2.2. Plans D-Optimaux.....	17
II.3.2.2.a. Avantages des plans D-optimaux.....	18
II.3.2.2.b. Inconvénients des plans D-optimaux.....	18
II.3.2.3. Les plans de Placket- Burman.....	18
II.3.2.4. Les plans de Box-Behnken.....	18
II.3.3. Plans de mélange.....	18
II.4. Conclusion.....	19

### Chapitre III : Matériels et Méthodes

III.1. Introduction.....	20
III.2. Préparation de l'adsorbant.....	20
III.2.1. Tamisage et lavage.....	20
III.2.2. Activation chimique par l'acide phosphorique.....	20
III.2.3. Carbonisation.....	21
III.3. Description de différentes techniques de caractérisation.....	22
III.3.1. Teneur en cendres et taux d'activation (Burn-off).....	22
III.3.2. Détermination de l'indice d'iode.....	22
III.3.2.1. Calcul.....	23
III.3.2.2. Préparation de la solution d'iode (0,1N).....	23
III.3.2.3. Préparation de la solution de thiosulfate de sodium (0,1N).....	23
III.3.2.4. Préparation de la solution d'empois d'amidon (1%).....	24
III.3.3. Détermination de l'indice de bleu de méthylène.....	24
III.3.3.1. Procédure.....	24
III.3.3.2. Préparation de la solution de bleu de méthylène.....	24
III.3.4. La spectrophotométrie UV-Visible.....	25
III.3.4.1. Loi d'absorption.....	25
III.3.4.2. Loi de Beer-Lambert.....	25
III.3.4.3. Etalonnage des solutions.....	26
III.3.4.4. La courbe d'étalonnage.....	27
III.3.5. Détermination de pH de point de charge zéro ( $pH_{pcz}$ ).....	29
III.3.5.1. Procédure expérimentale.....	29
III.3.6. La spectrométrie infrarouge (analyse FTIR).....	29

---

III.4. Conclusion.....	30
<b>Chapitre IV : Résultats et Discussion</b>	
IV.1 Introduction.....	31
IV.2 Application du plan d'expérience D-optimal.....	31
IV.2.1 Choix des facteurs d'étude.....	31
IV. 2.2 Modèle mathématique postulé.....	32
IV.2.3 Méthode de calcul des coefficients.....	32
IV.2.3.1 Modélisation.....	32
IV.2.3.2 Evaluation de l'adéquation du modèle statistique.....	36
IV.2.3.3 Simplification du modèle.....	40
IV.3. Test de validation de modèle.....	42
IV.3.1 Prédiction des conditions optimales.....	46
IV.4. Caractérisation des échantillons.....	46
IV.4.1. L'indice de bleu de méthylène et l'indice d'iode.....	46
IV.4.2. Détermination de la teneur en cendres et le taux d'activation (Burn-off).....	49
IV.4.3. Analyse infrarouge.....	50
IV.4.4. Détermination de pH point de charge zéro ( $pH_{pcz}$ ).....	53
IV.5. Conclusion.....	55
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>56</b>
<b>Références bibliographiques</b>	
<b>Annexes</b>	

**Résumé :**

Le but de ce travail consiste à étudier expérimentalement l'optimisation par le plan d'expérience D-optimal la préparation du charbon actif destiné au traitement de l'eau polluée par les matières organiques. Nous avons suivi les principaux paramètres qui sont : le temps de carbonisation, la température de carbonisation et la concentration de l'acide phosphorique influençant la préparation du charbon actif. Notre travail présente un double aspect environnemental, l'un est l'évaluation des sous-produits naturels des copeaux de bois dans ce cas, et l'autre est l'étude de l'efficacité d'adsorption du charbon actif obtenu à partir de la sciure de bois. Les matériaux ont été caractérisés pour leur chimie de surface par spectroscopie Infrarouge et par mesure du point de charge zéro, leur structure poreuse a été réalisée par la détermination de l'indice d'iode, l'indice de bleu de méthylène. Les sciures de bois peuvent être valorisées par traitement chimique en vue de leur utilisation dans le traitement des eaux polluées, contribuant ainsi à la protection de l'environnement.

**Mots clés :** Plan d'expérience (D-optimal), Charbon actif, sciure de bois, préparation.

**ملخص**

الهدف من هذا العمل هو الدراسة التجريبية للتحسين من خلال التصميم التجريبي د- الأمثل لتحضير الكربون المنشط المخصص لمعالجة المياه الملوثة بالمادة العضوية. لقد اتبعنا المعايير الرئيسية وهي: زمن الكربنة ودرجة حرارة الكربنة وتركيز حامض الفوسفوريك المؤثر في تحضير الكربون المنشط. عملنا له جانب بيئي مزدوج، أحدهما هو تقييم المنتجات الثانوية الطبيعية لرفائق الخشب في هذه الحالة، والآخر هو دراسة كفاءة امتصاص الكربون المنشط الذي يتم الحصول عليه من نشارة الخشب. تم تمييز المواد لكيمياء سطحها عن طريق التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء وقياس نقطة الشحن الصفرية، وتم تنفيذ هيكلها المسامي عن طريق تحديد رقم اليود، رقم الميثيلين الأزرق. يمكن استعادة نشارة الخشب بالمعالجة الكيميائية لاستخدامها في معالجة المياه الملوثة، وبالتالي المساعدة في حماية البيئة.

**الكلمات المفتاحية:** التصميم التجريبي (د-الأمثل)، الكربون المنشط، نشارة الخشب، تحضير.

**Abstract :**

The aim of this work is to investigate experimentally the optimization of the preparation of activated coal for the treatment of water polluted by organic matter by means of the D-optimal experimental design. We followed the main parameters, which are: the time of carbonization, the temperature of carbonization and the concentration of phosphoric acid influencing the preparation of the active coal. Our work has a dual environmental aspect, one is the assessment of the natural by-products of wood chips in this case, and the other is the study of the adsorption efficiency of active charcoal obtained from sawdust. The materials were characterized for their surface chemistry by Infrared spectroscopy and by measuring the zero charge point, their porous structure was achieved by the determination of the iodine index, the methylene blue index. Sawdust can be recovered by chemical treatment for use in the treatment of polluted water, thus contributing to the protection of the environment.

**Keywords:** experimental design (D-optimal), activated carbon, sawdust, preparation.

<b>Figure I.1</b> : Structure du charbon actif.....	3
<b>Figure I.2</b> : Charbon actif en poudre.....	4
<b>Figure I.3</b> : Charbon actif en grain.....	4
<b>Figure I.4</b> : Le bois.....	8
<b>Figure I.5</b> : Structure du bois, observation multi échelle.....	9
<b>Figure II.1</b> : Schéma représentatif du contexte de la boîte noire et du principe des plans d'expériences.....	14
<b>Figure III.1</b> : Sciure de bois.....	20
<b>Figure III.2</b> : Activation par l'acide phosphorique.....	20
<b>Figure III.3</b> : Lavage.....	21
<b>Figure III.4</b> : Filtration.....	21
<b>Figure III.5</b> : Mesure de pH.....	21
<b>Figure III.6</b> : La sciure de bois après séchage.....	21
<b>Figure III.7</b> : Charbon blanc.....	21
<b>Figure III.8</b> : Charbon gris.....	21
<b>Figure III.9</b> : Charbon blanc.....	21
<b>Figure III.10</b> : Procédure expérimental de l'indice bleu de méthylène.....	24
<b>Figure III.11</b> : La solution mère.....	27
<b>Figure III.12</b> : Les solutions fils.....	27
<b>Figure III.13</b> : La représentation graphique de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène.....	28
<b>Figure III.14</b> : Agitation des échantillons.....	29
<b>Figure III.15</b> : Appareil spectroscopie infrarouge.....	30
<b>Figure IV.1</b> : Effet des facteurs principaux et des interactions pour $I_{BM}$ et $I_{ID}$ .....	34
<b>Figure IV.2</b> : Réponses observées en fonction des réponses prédites.....	38
<b>Figure IV.3</b> Diagramme de dispersion de $I_{BM}$ et $I_{ID}$ .....	39

<b>Figure IV.4</b> Tracé de probabilité normale des résidus pour L'indice de BM et l'indice d'iode.....	40
<b>Figure IV.5</b> : Réponse observé en fonction de prédit pour la validation.....	45
<b>Figure IV.6:</b> Valeurs de l'indice bleu de méthylène et l'indice d'iode pour les adsorbants étudiés.....	48
<b>Figure IV.7</b> : Spectre infrarouge de la sciure de bois brute.....	50
<b>Figure IV.8</b> : Spectre infrarouge pour la sciure de bois activé à 30%.....	51
<b>Figure IV.9</b> : Spectre infrarouge de la sciure de bois activé à 50%.....	51
<b>Figure IV.10</b> : Spectre infrarouge de la superposition de la sciure de bois brute et activé 30 et 50%.....	52
<b>Figure IV.11</b> : Le charbon issu de l'activation 30%.....	52
<b>Figure IV.12</b> : Le charbon actif issu de l'activation 50%.....	53
<b>Figure IV.13</b> : Evolution du $pH_{\text{final}}$ en fonction du $pH_{\text{initial}}$ .....	54

<b>Tableau II.1</b> : Familles de plans d'expériences.....	15
<b>Tableau III.1</b> : Les résultats des volumes et les absorbances correspondant à chaque solution.....	28
<b>Tableau IV.1</b> : Facteurs et domaine d'étude.....	31
<b>Tableau IV.2</b> : Matrice d'expérience et la réponse.....	33
<b>Tableau IV.3</b> : Les valeurs des $I_{BM}$ et $I_{ID}$ calculé à partir des équations (Eq. IV.2 et IV.3)...	36
<b>Tableau IV.4</b> : Analyse statistique des résultats.....	37
<b>Tableau IV.5</b> : p-value des coefficients du modèle.....	41
<b>Tableau IV.6</b> : Points expérimentaux pour la validation du modèle.....	43
<b>Tableau IV.7</b> : Points réelle pour la validation du modèle.....	44
<b>Tableau IV.8</b> : Les résultats de l'indice de BM et ID pour le test de validation.....	44
<b>Tableau IV.9</b> : Les valeurs prédites des $I_{BM}$ et $I_{ID}$ calculé à partir des équations simplifiées.	45
<b>Tableau IV.10</b> : Conditions optimales de la préparation du charbon actif.....	46
<b>Tableau IV.11</b> : Les résultats de l'absorbance et la concentration résiduelle et l'indice bleu de méthylène pour chaque expérience.....	47
<b>Tableau IV.12</b> : Les résultats des masses et Burn-off.....	49
<b>Tableau IV.13</b> : Les résultats de pH de point de charge zéro.....	55

**COV** : Composés organiques volatiles.

**CAP** : Charbon actif en poudre.

**CAG** : Charbon actif en grains.

**°C** : degré Celsius.

**m<sup>2</sup>** : mètre carré.

**g** : gramme.

**mm** : millimètre.

**L** : Litre.

**h** : heure.

**pH** : potentiel d'hydrogène.

**min** : minute.

**pH<sub>pcz</sub>** : potentiel d'hydrogène de point de charge zéro.

**Eq** : équation.

**mL** : millilitre.

**N** : normal.

**CA** : charbon actif.

**BM** : bleu de méthylène.

**nm** : nanomètre.

**UV** : ultraviolet.

**IR** : infrarouge.

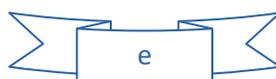
**mg** : milligramme.

**C** : concentration.

**Cm** : centimètre.

**IBM** : indice bleu de méthylène.

**ID** : indice d'iode.



# Introduction générale

Avec le développement rapide et la croissance de l'industrialisation, la contamination de l'eau par les déversements est devenue un grave problème environnemental. Par conséquent, cette pollution a des effets dévastateurs sur les écosystèmes. Ainsi, privés d'une eau de qualité, les êtres vivants se retrouvent non seulement face à une pénurie d'eau potable, mais aussi exposés à de nombreuses maladies véhiculées par les eaux souillées.

Le contrôle de la pollution de cette ressource est devenu très important ces dernières années. Pour cela, plusieurs techniques ont été utilisées et développées afin de réduire ou éliminer la propagation de la pollution tel que la dégradation biologique, la séparation membranaire, l'adsorption, les procédés d'oxydations avancées, la précipitation chimique et électrochimique.

De nos jours, l'utilisation des adsorbants naturels dans l'adsorption des polluants demeure une solution fiable sur le plan économique et sanitaire présentant de nombreux avantages tels que [1, 2] :

- ✓ Une manipulation facile ;
- ✓ Une énergie faible ;
- ✓ Un rendement ;
- ✓ Bonne efficacité, au vu des taux d'éliminations des polluants ;
- ✓ Coût très admissible ;
- ✓ Bonne capacité d'élimination d'une grande variété de polluants et de colorants.

L'adsorption est l'une des techniques les plus utilisées pour l'élimination des polluants. Le charbon actif est l'adsorbant le plus communément employé, mais il reste très onéreux et nécessite en plus une régénération. Cela limite son utilisation dans les pays en voie de développement. Les recherches se sont alors orientées vers des procédés de traitement faisant appel à des matériaux naturels moins coûteux, concrètement à partir des déchets végétaux [3].

Les sciures de bois représentent un fort volume pour l'industrie du bois. Ce sous-produit ne possède, actuellement, aucune voie de valorisation économiquement intéressante pour leurs producteurs. Cependant, d'autres secteurs d'activité trouvent un intérêt dans ce produit connexe en lui apportant une valeur ajoutée plus ou moins importante; on le retrouve dans les secteurs du panneau de particules ou encore comme adjuvant de filtration. On peut estimer

que les produits connexes du bois représentent à peu près 50% du volume traité par les industries de première et de deuxième transformation. La valorisation de ces coproduits est une nécessité économique et environnementale indispensable au maintien de ces entreprises et à la mise en valeur du massif forestier.

La préparation de charbons actifs à partir de ces déchets végétaux est pourtant très intéressante du point de vue économique, car nous profitons à partir de transformations simples, à une application directe de ces matériaux de départ [4].

Cette étude a pour objectif l'optimisation de la préparation d'un charbon actif par la méthode du plan d'expérience D-optimal afin de trouver les conditions opératoires optimales et d'améliorer le pouvoir d'adsorption de la sciure de bois en tant que déchet valorisé pour adsorber les polluants organiques, en étudiant l'effet des différents facteurs le charbon actif préparé est caractérisé par l'indice de bleu de méthylène et l'indice d'iode.

*Ce travail comprend quatre chapitres :*

- Le premier chapitre constitue une synthèse bibliographique donnant une vue générale sur le charbon actif, la sciure de bois, et la transformation d'un matériau végétal en charbon activé ;
- Le deuxième chapitre présente une synthèse bibliographique sur les connaissances nécessaires pour aborder le sujet sur l'optimisation par la méthodologie des plans d'expériences qui permet de donner l'influence de plusieurs facteurs sur la préparation du charbon actif. Dans un premier temps, il est évidemment nécessaire de rappeler des notions telles que la définition des plans d'expériences, leurs intérêts ainsi que la procédure à suivre pour les utiliser;
- Le troisième chapitre est consacré à la description du matériel et des méthodes expérimentales ayant permis la réalisation pratique de ce travail. Les modes opératoires, réactifs, les appareils de mesure et d'analyse chimique utilisés y seront présentés ainsi que les procédures expérimentales utilisées pour la préparation et la caractérisation des charbons actifs préparés au laboratoire ;
- Le dernier chapitre (Chapitre IV) est réservé à la présentation des résultats avec des interprétations et des discussions.

Ce manuscrit s'accompagne d'une conclusion synthétisant les principaux résultats obtenus à l'issue de cette étude.

# Chapitre I : généralités sur le charbon actif

## I.1. Introduction

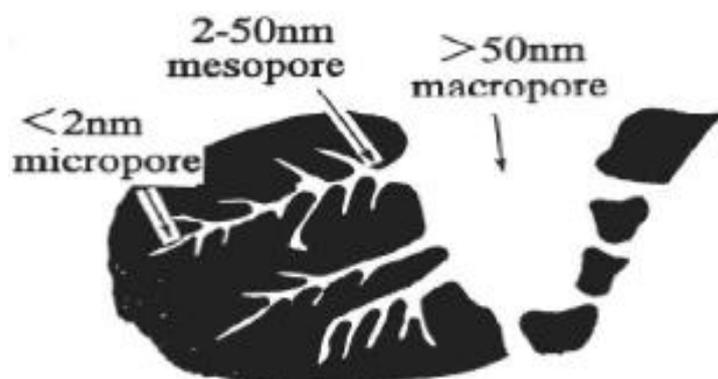
Tout matériau peu coûteux, contenant un fort pourcentage de carbone et un faible pourcentage en matière inorganique, peut servir à fabriquer des charbons actifs. Ils sont généralement obtenus à partir de bois, charbon, noix de coco, lignite.... La valorisation de différents déchets, tels que ceux issus de l'industrie du pétrole et des huiles lubrifiantes, connaît actuellement un départ important. Les charbons actifs sont de loin les adsorbants les plus fabriqués et les plus utilisés industriellement. Ils sont préparés à partir de matériaux carbonés de nature minérale ou organique, carbonisés puis activés par des méthodes physique ou chimique [5].

## I.2. Le charbon actif

### I.2.1. Généralité sur le charbon actif

En théorie tous les solides sont des adsorbants. Dans l'industrie, les solides les plus utilisés sont les charbons actifs, les zéolithes, les gels de silice et les alumines activées. Les capacités d'adsorption particulièrement élevées de ces matériaux sont en partie liées à leurs structures poreuses très développées et leurs grandes surfaces spécifiques [6].

Le charbon actif présente une faible sélectivité (capacité à séparer deux composés) par rapport aux autres adsorbants du fait de sa large distribution de tailles de pores. Cependant cette grande distribution permet d'adsorber de nombreuses espèces chimiques en particuliers les composés organiques volatiles (COV) [7]. Il peut être obtenu à partir d'un grand nombre de matériaux contenant du carbone organique d'origine animale, végétale ou minérale, y compris (les matières bitumineuses et lignite), la tourbe, le bois, ou les coques. Le principe est de créer une structure rigide et poreuse. La figure I.1 représente la structure du charbon actif



*Figure I.1 : Structure du charbon actif.*

## I.2.2. Définition du charbon actif

Est un squelette carboné qui, par oxydation ménagée, a acquis une intense porosité. Sa structure est voisine de celle du graphite. Elle se présente sous la forme d'un empilement de couches successives planes d'atomes de carbone ordonnés en hexagones réguliers.

Le charbon actif est principalement disponible sous deux formes différentes : en poudre ou en grains.

- **Charbon actif en poudre (CAP)** : le charbon actif en poudre prend la forme de grains de taille comprise entre 10 et 50  $\mu\text{m}$ . Sous cette forme, il s'utilise souvent pour le traitement de l'eau et du gaz. Dans le premier cas, il est généralement utilisé en combinaison avec un traitement clarificateur pour augmenter le temps de contact entre le charbon et l'eau [8].

- **Charbon actif en grains (CAG)** : la forme du CAG est irrégulière et sa taille est comprise entre 0.2 – 5 mm. Il est majoritairement utilisé pour l'élimination des micros polluants organiques et de la matière organique des eaux, mais il est également appliqué au traitement des gaz. Les caractéristiques physiques du CAG varient considérablement selon les matériaux constitutifs et le mode de fabrication.



*Figure I.2 : Charbon actif en poudre.*



*Figure I.3 : Charbon actif en grain.*

## I.2.3. Domaines d'utilisation du charbon actif

De nos jours, le carbone activé occupe une place importante dans l'industrie, avec des utilisations diverses par exemple dans l'extraction de l'or, la vérification de l'air et des polluants organiques, le stockage de l'hydrogène, comme super condensateurs, dans le traitement des eaux [9].

## Filtration

- Décontamination de l'eau potable : le charbon actif retient la plupart de composés organiques, tels les pesticides. Cet usage représente 20 % du marché mondial ;
- Masques à gaz ;
- Filtres à cigarettes;
- Filtres utilisés dans les installations de ventilation en circuit fermé (par exemple, hotte de cuisine) ;
- Également utilisé pour filtrer les polluants organiques (en particulier les traitements médicamenteux) dans les aquariums. Durée : à peu près un mois.

## Chimie

- Décoloration des eaux : eau potable et autres liquides alimentaires (bière, boissons gazeuses, etc.). Le chlore des oxydants chlorés (chlore :  $\text{Cl}_2$  ; acide hypochloreux :  $\text{HClO}$  ; hypochlorite :  $\text{ClO}^-$ ) est réduit en chlorures ( $\text{Cl}^-$ ) par une action catalytique ;
- Traitement des effluents liquides ;
- Détachage des vins blancs, comme 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 absorbés par un charbon activé chimiquement et exempt de fer afin d'éviter la casse ferrique du vin ;
- Décoloration du sucre ;
- Décaféinisations du café : avec de l'eau ;
- Stockage de l'hydrogène (nano fibres de charbon actif ou de dérivés du charbon) ;
- Support pour métaux catalytiques ultras divisés, par exemple, platine sur charbon actif, nickel sur charbon actif ;
- L'élimination des hydrocarbures dans l'eau.

## Industrie

- Extraction de l'or des minerais (fixation sur le charbon actif) ;

- Stockage de l'hydrogène (nano fibres de charbon actif ou de dérivés du charbon) ;
- Balais (frotteurs) dans les générateurs et moteurs (utilisation de plus en plus rare) ;
- Super condensateurs.

### Médecine

- Empoisonnement par absorption de substances toxiques ;
- Intoxication alimentaire (telle que celles qui sont dues à la salmonelle, au staphylocoque, à la *listeria*...) ;
- Antidote en cas d'intoxication par médicaments, stupéfiants, alcaloïdes, produits chimiques agricoles (organophosphorés...), métaux lourds, détergents, solvants organiques. On le préconise tout spécifiquement dans les intoxications par antidépresseur tricyclique, chloroquine, parquât, barbituriques, colchicine, phénothiazines, benzodiazépines, digitaliques, salicylés, bêtabloquants, méprobamate, théophylline, carbamazépine, paracétamol, etc. Ces substances sont alors adsorbées par le charbon activé qui est évacué ensuite par les voies naturelles, entraînant avec lui la toxine ;
- Épuration digestive avec surtout abaissement du taux de cholestérol total et du taux des LDL;
- Diarrhées, le charbon actif étant un constipant ou anti diarrhéique ;
- Aigreurs d'estomac, aérophagies, flatulences ;
- Mais aussi, avec un succès relatif, dans les cas de gastro-entérites, de gastralgies, dans les états d'infection de l'intestin accompagnés de constipation et de fermentation intestinale ;
- Certains vont même l'utiliser, comme cataplasme (mêlé avec de l'eau) pour tenter de contrer, juste après la morsure, les effets d'un venin de serpents, de piqûres d'hyménoptères (abeilles... ), d'araignées (araignées... ) et de cœlentérés (anémone de mer... ). L'efficacité de cette dernière utilisation n'est pas garantie.

On peut se procurer ce charbon activé (officinal ou commercial) ou Charbon de Belloc dans les pharmacies et dans des magasins d'aliments bios. En cas d'intoxication, un avis médical rapide reste indispensable.

Le charbon activé n'a ni goût, ni odeur, ni effet désagréable. Il n'a quasiment aucune contre-indication, outre celles qui sont liées à tout produit anti diarrhéique. Il est tout à fait toléré, même à doses élevées. Comme son adsorption est rapide, il est efficace dès son ingestion. Il est à noter, cependant, que la prise de charbon activé n'est pas compatible avec un traitement médicamenteux, le charbon adsorbant les molécules actives de ces mêmes médicaments. Il faut par conséquent décaler de 2 ou 3 heures la prise de charbon actif avec la prise d'autres médicaments.

## **Agroalimentaire**

- Alimentation animale (très utilisé au Canada) [10].

### **I.2.4. Les sources de charbon actif**

Le charbon actif obtenu à partir de biomasses ou de sous-produits agricoles qui coûtent moins cher que les charbons actifs issus de matières fossiles, peut être fabriqué à partir de beaucoup de substances ayant une grande teneur en carbone comme les coques de grains, les déchets de maïs, les coques de noix [11]. À l'heure actuelle la demande croissante de matériaux adsorbants pour les procédés de protection de l'environnement suscite une recherche complémentaire dans la fabrication des charbons actifs à partir de matières qui ne sont pas classiques, concrètement à partir des déchets végétaux [12].

Des chercheurs ont mis au point un procédé efficace pour la préparation de charbon actif à partir de la sciure de bois et de bagasse de canne à sucre par imprégnation de ces sciures dans l'acide phosphorique ou la soude caustique [13].

## **I.3. Le bois**

### **I.3.1. Définition du bois**

Le bois peut être qualifié de « bois énergie » pour désigner son utilisation à des fins énergétiques : production de chaleur, d'électricité ou de biocarburants de 2<sup>e</sup> génération après transformation. Il s'agit de la première source d'énergie renouvelable consommée en France,

en Europe et dans le monde. Rappelons que le bois est par ailleurs employé dans d'autres secteurs, notamment dans la construction, la production de papier et l'artisanat.

La composition chimique du bois est assez proche d'une espèce d'arbre (appelée « essence ») à une autre. En moyenne, elle se structure autour de 50 à 55% de carbone, 35 à 40% d'oxygène, 5 à 7% d'hydrogène, 1% d'azote et 1% de minéraux. À une température élevée, le carbone et l'hydrogène s'oxydent au contact de l'oxygène, ce qui permet la combustion du bois et la production de chaleur [14].



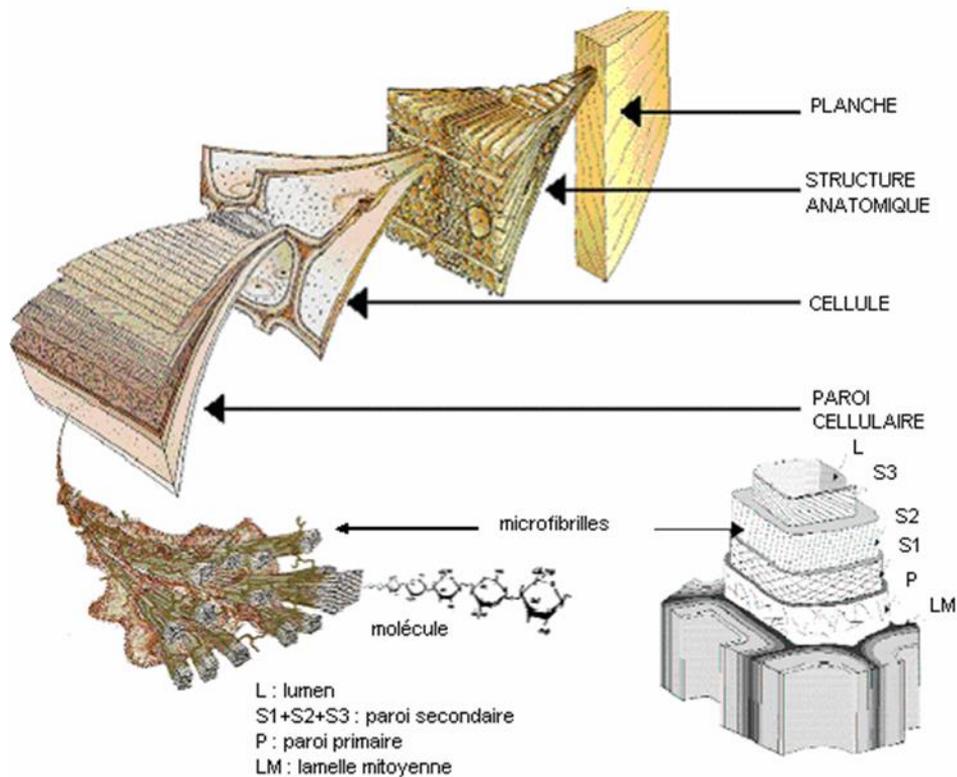
*Figure I.4 : Le bois.*

### I.3.2. Structure du bois

Le bois est un solide organisé et poreux, il se présente comme étant un assemblage de cellules diverses. L'élément de base dans l'architecture du bois est la fibre dont la longueur varie d'un à plusieurs millimètres. On peut schématiser une fibre en coupe en identifiant plusieurs parties comme le montre la figure I.5.

- Le lumen (L), appelé aussi canal central, a un diamètre qui varie de 15 à 35  $\mu\text{m}$  suivant l'espèce et la saison. Ce canal sert à distribuer la sève. Sa paroi contient des pores qui permettent une circulation latérale.
- La paroi secondaire ( $S_1 + S_2 + S_3$ ), de l'ordre de (1 à 10  $\mu\text{m}$ ), est constituée en grande partie de cellulose de bois agrégée en micro fibrilles imbriquée avec de l'hémicellulose et de la lignine.
- La paroi primaire (P), dont l'épaisseur est de 0,1  $\mu\text{m}$ , a une composition voisine de la précédente.
- La lamelle mitoyenne, de 1 à 2  $\mu\text{m}$ , contient beaucoup de lignine. C'est une

structure rigide qui constitue un véritable squelette de la fibre et donc du bois.



*Figure I.5 : Structure du bois, observation multi échelle.*

La structure cellulaire de certains bois leur donne plus de valeur en tant que matériau de construction. Les clous et les vis tiennent mieux dans les bois mous que dans les durs. La peinture ne s'écaille pas comme sur du métal. Isolant naturel, le bois protège contre le froid, la chaleur et le bruit [15].

## **I.4. Transformation d'un matériau végétal en charbon actif**

### **I.4.1. Activation : Transformations chimiques et physico-chimiques intervenant dans l'activation**

En général, la réaction d'activation est un procédé qui fait intervenir un agent oxydant à une température élevée, de manière à produire un produit fortement poreux. Les procédés divers de préparation des charbons actifs se rattachent à l'un des deux modes d'activation dénommés activation physique et activation chimique.

### I.4.2. Activation physique

L'activation physique suit deux phases. La première phase, dite de carbonisation, est en général menée à des températures relativement modérées (400 à 500 °C). Elle a pour but l'élimination de composés organiques et la formation d'un carbonisât. Ensuite, le matériau subit une activation poussée par traitement à la vapeur d'eau ou au dioxyde de carbone à 800 °C ou encore par un mélange de ces gaz. Cette seconde phase conduit à l'ouverture des pores et à l'obtention d'une très grande surface spécifique (entre 500 et 3000 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>), alors que le carbonisât original n'a en général qu'une surface spécifique faible (de 50 à 250 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>) [16].

### I.4.3. Activation chimique

Est un autre procédé d'obtention des charbons actifs. La matière première est généralement le bois. Elle consiste à imprégner le matériau de départ avec une solution concentrée d'agent très oxydant et/ou déshydratant (acide phosphorique, chlorure de zinc, sulfure de potassium ...) favorisant la déshydratation, puis une réorganisation structurale [17].

C'est un procédé alternatif qui met en jeu un agent chimique tel que l'acide phosphorique favorisant la déshydratation, puis une réorganisation structurale à des températures plus faibles que dans le procédé d'activation physique. Le précurseur est imprégné avec H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> afin d'améliorer le développement d'une structure poreuse à la suite d'un traitement thermique. Un inconvénient de l'activation chimique est l'incorporation d'impuretés dans le charbon lors de l'imprégnation, ce qui peut affecter les propriétés chimiques. Le réactif chimique peut être récupéré par lavage du charbon actif produit, l'utilisation de l'acide phosphorique produit un charbon de micropores plus larges [18].

Le charbon actif est ainsi obtenu en une seule étape. La réorganisation structurale permet de développer une microporosité et une mésoporosité par élargissement du diamètre des pores. La taille des pores dans le charbon actif final est déterminée par le degré d'imprégnation : plus celui-ci est élevé, plus le diamètre des pores est grand [19].

Ces traitements d'activation ont pour but de développer et de moduler la structure poreuse du charbon et conduisent à une très forte augmentation de sa surface spécifique [14].

### I.4.4. Carbonisation

La carbonisation ou la pyrolyse est une décomposition thermique appliqué sur la matière première à haute température dans l'intervalle de (400°C à 1000°C) dans un four sous vide, ou

avec un courant continu d'un gaz inerte (ex: azote) [20], afin de minimiser le contact entre les produits carbonés et les produits volatils.

A partir l'effet de chaleur les gaz volatiles va dégager, et par conséquent la substance restant va être plus riche en carbone.

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

### **I.5. Conclusion**

Dans ce chapitre nous présenterons tout d'abord la description des propriétés générales du charbon actif, On peut conclure que l'application industrielle du charbon actif dans l'adsorption de certains polluants chimiques susceptibles d'être présents dans les effluents industriels liquides et gazeux est importante vue sa grande surface spécifique, sa disponibilité et son faible coût.

## Chapitre II : Modélisation par plan d'expérience

### II.1. Introduction

Les essais de mise au point d'un produit ou d'un processus font partie intégrante du métier des ingénieurs. Ceux-ci sont souvent amenés à rechercher des valeurs des paramètres qui définissent les produits ou les paramètres de réglage des moyens de production afin d'obtenir les performances désirées. Pour cela on utilise la technique du plan d'expériences qui est une suite d'essais entièrement organisée à l'avance de manière à déterminer, en un minimum d'essais et un maximum de précision, l'influence des différents paramètres possibles, pour optimiser les performances du système étudié.

### II.2. Généralités sur les plans d'expériences

#### II.2.1. Définition des plans d'expériences

Les plans d'expériences sont issus de méthodes mathématiques et statistiques appliquées à l'expérimentation. Ils permettent de prédire, avec le maximum de précision une réponse à partir d'un nombre minimal d'essais liés au modèle postulé. De manière générale, la méthode des plans d'expériences cherche à déterminer et établir un lien qui existe entre une grandeur d'intérêt  $y$  et des variables  $x_i$  qui peut modifier la valeur de  $y$  via la fonction [18] :

$$y_i = f(x_i) \quad (\text{Eq II.1})$$

Avec :

$y_i$  : réponses du système ;

$x_j$  : facteurs ou variables d'entrées du système.

D'une manière générale, un plan d'expérience consiste à évaluer et à quantifier l'influence existant entre deux types de variables :

- Le facteur ;
- La réponse.

#### II.2.2. Définition d'un facteur

On désigne sous le nom de facteurs les paramètres susceptibles d'influencer les réponses et que l'on peut faire varier, les facteurs étudiés dans un plan d'expériences sont bien entendu les facteurs d'entrée et il existe deux types [19] :

### II.2.2.1. Facteur quantitatif

Un facteur quantitatif est un facteur mesurable, souvent à variation continue ou discrète.

- **Variable continue** : variable numérique qui peut prendre un nombre infini de valeurs réelles : exemple : le dosage en ciment le pourcentage de super plastifiant.
- **Variable discrète** : variable numérique qui prend uniquement un nombre limité de valeurs réelles : exemple classe du ciment.

### II.2.2.2. Facteur qualitatif

Un facteur qualitatif est un facteur non mesurable, on distingue des variables qualitatives ordinales et nominales.

- **Variable ordinale** : sont des variables qui contiennent un ordre.
- **Variable nominale** : sont des variables qui correspondent à des noms, il n'y a aucun ordre précis.

### II.2.3. Conditions d'application des plans d'expériences

- **Condition 1 :**

S'il y a un troisième facteur, on le représente aussi par un axe orienté et gradué, et la valeur que prend chaque variable doit être connue sans erreur, or dans un travail d'expérimentation on ne peut nier la présence d'erreurs. Donc pour satisfaire cette condition on doit s'assurer que l'erreur induite sur la valeur de la variable soit très petite, voire négligeable devant la variation de cette même variable lorsqu'elle change de valeur.

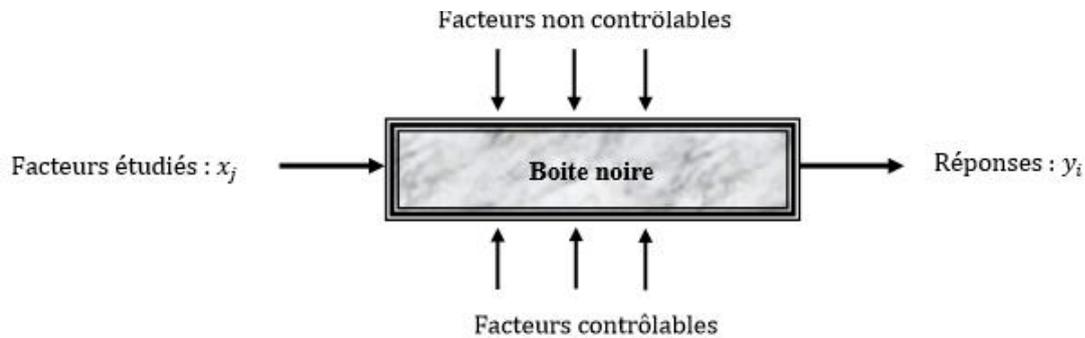
- **Condition 2 :**

La réponse doit être homoscedastique. Cela signifie que l'erreur de mesure doit être la même sur tout le domaine expérimental. Pour cela il appartient à l'expérimentateur de garder les mêmes gestes, le même matériel et la même cadence lors de toute la campagne d'expérimentation.

### II.2.4. Principe des plans d'expériences

L'utilisation des plans d'expériences dans des systèmes simples ou complexes permet d'éclaircir et de comprendre le fonctionnement de ces derniers en les simulant à une « boîte noire » (*Figure II.1*). Le principe de la boîte noire consiste à imposer aux facteurs d'entrées des variations particulières, à mesurer les variations induites des réponses et à en déduire les

relations entre facteurs et réponses sans avoir une connaissance maximale du phénomène étudié [20].



*Figure II.1 : Schéma représentatif du contexte de la boîte noire et du principe des plans d'expériences.*

La méthode des plans d'expériences, définie par le principe « tous les facteurs à chaque moment », représente un nombre important d'avantages comparée à la méthode classique définie par « un facteur à un moment donné ».

### II.2.5. Avantages des plans d'expériences

La méthode des plans d'expériences définie par le principe « tous les facteurs à chaque moment », représente un nombre important d'avantages comparée à la méthode classique définie par « un facteur à un moment donné ». Ces avantages résident dans la [21] :

- ✓ Diminution du nombre d'essais ;
- ✓ Possibilité d'étudier un grand nombre de facteurs ;
- ✓ Détection des interactions entre les facteurs ;
- ✓ Modélisation des réponses étudiées (conception d'un modèle mathématique) ;
- ✓ Précision optimale des résultats.

### II.3. Types de plans d'expérience

La méthodologie des plans d'expériences consiste à fabriquer un modèle approximatif qui apportera des éléments d'informations à l'expérimentateur encore appelé « modèle empirique ». Pour cela, le choix du plan d'expérience à mettre en œuvre dépend du problème posé. Il existe différents types de plans d'expériences, qui peuvent être classés en trois catégories selon leur

## Chapitre II : Modélisation par plan d'expérience

usage : *Plans de criblage, Plans de modélisation, Plans de mélange*. Les deux premières catégories couvrent les facteurs indépendants. La troisième catégorie est réservée aux facteurs qui ne sont pas indépendants.

Par définition, les facteurs indépendants sont des facteurs dont on peut choisir les niveaux comme on le désire. Le choix du niveau d'un facteur n'influe pas sur le choix des niveaux des autres facteurs.

Les facteurs dépendants sont des facteurs dont les niveaux sont liés entre eux par une relation. Par exemple, les proportions de mélange de constituant d'un produit font toujours cent pour cent. Si on modifie le pourcentage d'un constituant, le pourcentage d'au moins un autre constituant doit être également modifié [22].

Les différents types des plans d'expériences peuvent être regroupés dans le tableau suivant :

*Tableau II.1 : Familles de plans d'expériences.*

<b>Plan de ciblage</b>	<b>Plan de modélisation</b>	<b>Plan de mélange</b>
Plan a un facteur à la fois	Plan factoriels complets	Plans en réseaux
Plan factoriel fractionnaires	Plan non conventionnels	Plans de mélange centrées
Plan factoriel complets	Plan composites centrées	Plan de mélange centrées augmenté
/	Plan Doehlert	/
/	Plan Box-Behken	/
/	Plan Roquemaure	/
/	Plan D-optimaux	/

### II.3.1. Plans de criblage

Ces plans permettent de découvrir les facteurs les plus influents sur une réponse [22].

#### II.3.1.1. Plans factoriels complets à deux niveaux ( $2^k$ )

Les plans factoriels complets  $2^k$  (PFC) sont les plans les plus utilisés car ils sont les plus simples et les plus rapides à mettre en œuvre. Ils permettent d'étudier  $k$  facteurs à raison de deux niveaux par facteur (niveau supérieur (+1) et niveau inférieur (-1)). Ils sont formés de  $N=2^k$  expériences déterminées par les différentes combinaisons possibles des niveaux minimaux et maximaux des  $K$  facteurs. Pour ces plans, il faut donc calculer  $M$  inconnues du modèle (coefficients) correspondants aux [23] :

- $k$  effets principaux (linéaires).
- $(2^k)-k-1$  interactions.
- Une constante représentant la moyenne de la réponse.

##### II.3.1.1.a. Avantages des plans factoriels complets

Les avantages des plans factoriels complets sont nombreux et nous n'en citerons que les principaux:

- les plans factoriels sont faciles à construire ;
- comme chaque facteur ne prend que deux niveaux les essais sont faciles à contrôler et les risques d'erreurs sont minimisés ;
- le calcul des effets et des interactions est très simple et ne demande pas d'outils informatiques évolués ;
- la modélisation mathématique est immédiate.

Le seul inconvénient de ces plans est qu'ils obligent rapidement à faire beaucoup d'essais. Par exemple, pour étudier simplement six facteurs il faut réaliser 64 expériences. Ce qui est prohibitif. Cela est d'autant plus regrettable que l'on s'aperçoit souvent, au moment de l'interprétation, que beaucoup d'essais ont été réalisés pour rien.

### II.3.2. Plans de modélisation

La modélisation consiste à établir un modèle mathématique pratique permettant de faire des prévisions d'un phénomène physico-chimique.

Les plans de modélisation suivant : plans composite centrés, Plans de Doehlert, Plans de Box-Behnken, Plans de Roquemore et Plans D-optimaux donnent accès à des modèles mathématiques de second degré. On les regroupe sous la dénomination des plans pour surface de réponses. Ils possèdent des avantages et des inconvénients qu'il faut connaître pour choisir la stratégie qui s'adapte le mieux au problème posé [22].

### II.3.2.1. Plans composites centrés

Le plan composite centré fait partie des plans de surfaces de réponse qui sont associés à l'utilisation des polynômes de second degré qui s'écrivent sous la forme générale suivante [23] :

$$y = a_0 + \sum_{j=1}^k a_j x_j + \sum_{j=1}^k \sum_{u \neq j}^k a_{uj} x_j x_u + \sum_{j=1}^k a_{jj} x_j^2 \quad (\text{Eq II.2})$$

Avec :

$y$  : réponse calculée à partir du modèle mathématique adopté ;

$a_0$  : terme constant ou moyenne ;

$x_j, x_u$  : variables codées (variables centrées réduites) ;

$a_j, a_{uj}, a_{jj}$  : effets quadratiques.

Le plan composite centré consiste à réaliser les essais d'un plan factoriel, complété par des expériences au centre du domaine d'étude et des essais en étoile.

### II.3.2.2. Plans D-Optimaux

Dans le domaine des plans d'expériences, les plans optimaux sont une classe de plans expérimentaux qui sont optimaux par rapport à certains critères statistiques. Un plan optimal peut être défini comme un plan qui fournit les estimations des effets avec la meilleure précision possible. Ce but est atteint lorsque le déterminant de la matrice  $XtX$  (où  $X$  représente la matrice fixe  $n \times p$  du modèle) atteint sa valeur maximale. C'est le critère d'optimalité [24].

Les plans D-optimaux sont une forme de plan fournie par un algorithme informatique. Ces types de plans assistés par ordinateur sont particulièrement utiles lorsque les plans classiques ne s'appliquent pas ou le domaine expérimental n'est pas entièrement accessible.

#### II.3.2.2.a. Avantages des plans D-optimaux

- Plans très flexibles par rapport au nombre d'essais.
- On peut imposer certains essais.
- On peut ajouter des essais au cours du plan.

### II.3.2.2.b. Inconvénients des plans D-optimaux

- Il n'y a aucune garantie que le plan généré par l'ordinateur soit réellement D-optimal.
- La convergence vers l'optimum global n'est pas assurée, il faut relancer plusieurs fois l'algorithme.

### II.3.2.3. Les plans de Plackett-Burman

R.L. Plackett et JP. Burman ont publié leur étude en 1946 dans Biometrika. Ils expliquent comment construire des plans permettant d'étudier un grand nombre de facteurs avec peu d'essais. Ils attribuent deux niveaux à chaque facteur et supposent que toutes les interactions entre facteurs sont négligeables devant les effets principaux. [25] Le plan de Plackett-Burman est basé sur la matrice d'Hadamard qui présente les propriétés suivantes :

- Les éléments sont +1, -1 ;
- Les matrices sont carrées et ces matrices sont orthogonales.

### II.3.2.4. Les plans de Box-Behnken

Les plans de Box-Behnken sont de mise en œuvre facile car tous les facteurs ne prennent que trois niveaux : - 1, 0 et + 1, en variables codées.

Ce plan comporte douze essais auxquels on peut ajouter un (ou plusieurs) point central [26] Les plans de Box-Behnken répondent à un critère d'optimisation particulier.

### II.3.3. Plans de mélange

Les plans de mélange sont des plans adaptés aux facteurs dépendants. Ils sont utilisés pour étudier l'influence des proportions des constituants d'un produit sur une réponse donnée. Les pourcentages des constituants d'un produit sont les facteurs prise en compte. Le pourcentage de tous les constituants est 100%. Si l'on modifie la proportion d'un seul constituant, un pourcentage d'au moins un autre constituant doit être modifié pour garder la somme 100% [22].

## II.4. Conclusion

## Chapitre II : Modélisation par plan d'expérience

---

L'approche des plans d'expériences, consiste à organiser la démarche expérimentale et l'analyse décisionnelle en appliquant plusieurs outils et tests statistiques. L'utilisation des plans d'expériences conduit à établir un plan, comportant le maximum de précision dans les résultats avec un minimum d'expériences.

# Chapitre III : Matériels et méthodes

### III.1. Introduction

Dans ce travail nous avons choisi de valoriser un déchet végétal local en l'occurrence la sciure de bois en vue d'optimiser la préparation des charbons actifs, qui se base par la caractérisation de l'indice d'iode et l'indice de bleu de méthylène. La sciure de bois a été activée chimiquement à l'aide de l'acide phosphorique de différentes concentrations de 30,40 et 50% afin d'améliorer son pouvoir d'adsorption.



*Figure III.1 : Sciure de bois.*

### III.2. Préparation de l'adsorbant

#### III.2.1. Tamisage et lavage

Le tamisage de la sciure de bois dont les particules passant à travers un tamis de 2 mm ont été sélectionnées, lavées avec de l'eau distillée et séchées dans l'étuve de marque BINDER à 105°C pendant une nuit.

#### III.2.2. Activation chimique par l'acide phosphorique

L'activation est réalisée chimiquement par un agent déshydratant qui est l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ) en solution aqueuse.

Dans un bécher de 2 L, on introduit 50g de la sciure de bois on ajoute la solution d'acide phosphorique à différents rapports d'imprégnation de 30 à 50%. Le mélange est agité pendant 1h par un agitateur magnétique de marque (VELP) à une température de 170°C.



*Figure III.2 : Activation par l'acide phosphorique.*

Les résidus d'acide phosphorique dans la sciure de bois activé sont éliminés par plusieurs lavages avec de l'eau distillée, cette neutralisation est suivie d'une filtration après lavage jusqu'à l'obtention d'un pH neutre, le matériau obtenu est séché dans une étuve à 105°C pendant une nuit.



*Figure III.3 : Lavage.*



*Figure III.4 : Filtration.*



*Figure III.5 : Mesure de pH.*

### III.2.3. Carbonisation :

Après séchage, le matériau traité est placé dans un four à moufle de marque Naberthem 30-3000°C, programmable à des différentes températures et temps de calcination avec une vitesse de chauffage de 5 °C.min<sup>-1</sup>.



*Figure III.6 : La sciure de bois après séchage.*



*Figure III.7 : Charbon blanc.*



*Figure III.8 : Charbon gris.*



*Figure III.9 : Charbon blanc.*

L'oxydation des charbons activés en solution est une méthode facile pour introduire des groupes fonctionnels à la surface du charbon. Dans notre cas l'oxydation a lieu avec l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ) comme décrit par divers auteurs [30, 31].

Les charbons actifs préparés en premier lieu sont caractérisés par l'indice d'iode qui une indication de la microporosité et l'indice du bleu de méthylène indiquant la mésoporosité. En s'appuyant sur ces résultats, nous pouvant identifier les meilleurs charbons actifs sur lesquels on réalise une caractérisation plus poussée.

### III.3. Description de différentes techniques de caractérisation

Les méthodes de caractérisation adaptées sont : étude de la teneur en cendre et le taux d'activation, l'indice de bleu de méthylène et l'indice d'iode et finalement la détermination des groupements fonctionnels de surface par la méthode de l'infrarouge et celle du pHpcz.

#### III.3.1. Teneur en cendres et taux d'activation (Burn-off)

La teneur en cendres est le critère utilisé pour la détermination de la contamination en produits inorganiques dans les matériaux de départ. Le contenu en cendres est déterminé selon la norme ASTM D2866-70 [32]. On chauffe un creuset vide pendant une heure à une température de 650 °C; puis on pèse le creuset après un passage au dessiccateur pour un refroidissement et enfin on note son poids. Ensuite on pèse 0,05g du charbon. En introduit le tout dans le four à 650°C pendant trois heures; on les pèse puis les remettre au four pendant une heure. On répète plusieurs fois cette opération jusqu'à ce que la masse soit constante. Le burn-off est représenté en pourcentage (%) massique est déterminé selon l'équation suivante:

$$\text{Burn-off} (\%) = \frac{m_0 - m_f}{m_0} * 100 \quad (\text{Eq III.1})$$

Avec :

$m_0$  : masse initiale

$m_f$ : masse finale de l'échantillon exprimées en (g).

#### III.3.2. Détermination de l'indice d'iode

Le protocole expérimental permettant la détermination de l'indice d'iode se présente comme suit :

1. Dosage du blanc : 10 ml de solution d'iode 0,1N est mise dans un erlenmeyer et titré au moyen d'une solution de thiosulfate de sodium 0,1N en présence de deux gouttes d'empois d'amidon à 1% en poids fraîchement préparé, jusqu'à ce que la solution devienne transparente, le volume de thiosulfate de sodium consommée est noté  $V_b$ .
2. 0,05g du charbon actif est mis dans un erlenmeyer contenant 15 ml de la solution d'iode de 0,1N, le mélange est agité pendant 4 minutes puis filtrées à travers le papier Whatman. On prend 10 ml du filtrat est titré au moyen d'une solution de thiosulfate de sodium 0,1N en présence de deux gouttes d'empois d'amidon à 1% en poids comme indicateur coloré, jusqu'à ce que la solution devienne transparente, le volume de thiosulfate consommé est noté  $V_s$  [33].

### III.3.2.1. Calcul

L'indice d'iode se calcule par la relation suivante :

$$\text{Indice d'iode} = \frac{(V_b - V_s) \cdot N \cdot (126,9) \cdot \left(\frac{15}{10}\right)}{m} \quad (\text{eqt III.2})$$

$V_b$  et  $V_s$  (mL) : volume de thiosulfate de sodium utilisés pour le dosage du blanc et de l'échantillon respectivement.

10 et 15 : chiffre réel.

N (eq g /L) : la normalité de thiosulfate de sodium.

126,9 (g/L) : la masse molaire d'iode.

m (g) : la masse du charbon actif utilisé.

### III.3.2.2. Préparation de la solution d'iode (0,1N)

La solution d'iode a été préparée selon la méthode décrite par Barani (2011). On pèse 6,35 g d'iode et 9,55 g d'iodure de potassium puis on les mélange dans un bécher de 500 mL. On ajoute un peu d'eau distillée et on agite pendant 4h afin de dissoudre tous les cristaux d'iode. Après agitation on transfère le mélange dans une fiole jaugée de 500 mL puis on remplit jusqu'au trait de jauge. Enfin on met la solution dans une bouteille ambrée.

### III.3.2.3. Préparation de la solution de thiosulfate de sodium (0,1N)

On introduit 25,068 g de thiosulfate de sodium dans une fiole de 1L. On ajoute un peu d'eau distillée jusqu'à ce que le thiosulfate se dissolve puis on complète jusqu'au trait de jauge.

### III.3.2.4. Préparation de la solution d'empois d'amidon (1%)

1g d'amidon est dissout dans un volume d'eau distillée, complète jusqu'à 100 mL sous agitation avec de l'eau bouillante, le mélange est bouillé pendant 1 min et refroidit.

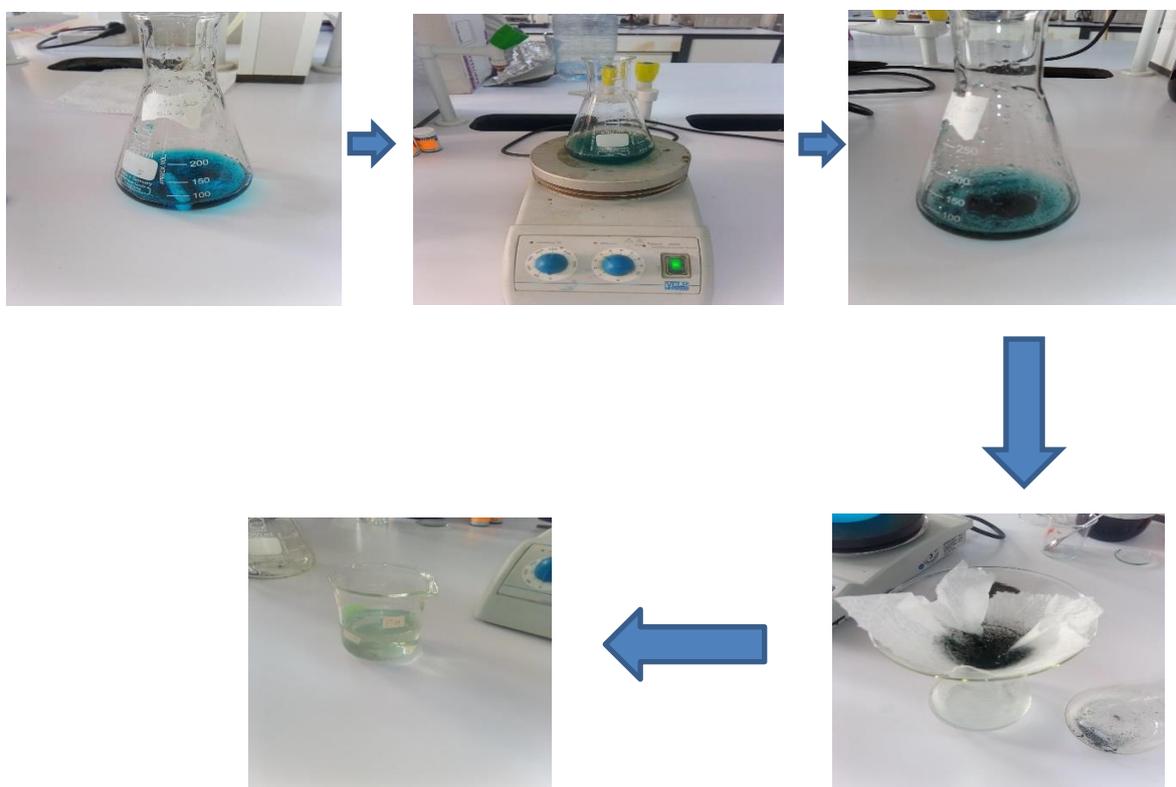
### III.3.3. Détermination de l'indice de bleu de méthylène

#### III.3.3.1. Procédure

L'indice de Bleu de Méthylène a été déterminé suivant la méthode du centre européen des fédérations d'industrie chimique (CEFI,1986) [34].

Introduire 0,05g de CA dans un erlenmeyer de 250 mL, ajouter 50 mL de la solution de BM de concentration 100 mg/L, Le mélange est agité pendant 20 min puis filtré.

La concentration résiduelle est déterminée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible à 664 nm.



*Figure III.10 : Procédure expérimental de l'indice bleu de méthylène.*

### III.3.3.2. Préparation de la solution de bleu de méthylène

A l'aide d'une balance électrique on pèse 0,1 g de BM introduit dans une fiole de 1L on ajoute un volume de l'eau distillée jusqu'à la dissolution total de BM puis on complète jusqu'à trait de jauge.

La relation de l'indice bleu de méthylène est donnée par :

$$\text{L'adsorption au bleu de méthylène } \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}}\right) \text{ de charbon} = \left[300 - \frac{R}{4}\right] \quad (\text{Eq. III. 3})$$

Avec :

$R$  : Concentration résiduelle du Bleu de Méthylène ( $\text{mg. L}^{-1}$ ).

### III.3.4. La spectrophotométrie UV-Visible

La spectrophotométrie UV/Visible est basée sur l'interaction des radiations lumineuses et de la matière dans le domaine du proche ultraviolet (UV) au très proche infrarouge (IR), soit entre 180 et 1100 nm.

Cette partie du spectre apporte peu d'informations structurales, mais a beaucoup d'importance en analyse quantitative. Les calculs d'absorbance des composés dans le proche UV et le visible par application de la loi de Beer-Lambert.

L'absorptiométrie a pris une importance plus grande que la volumétrie, c'est aujourd'hui la méthode d'analyse la plus importante. Ses principaux avantages sont les suivants :

- Elle est d'un emploi très général. Si le corps à doser est peu absorbant on lui ajoute un réactif convenable afin qu'il lui donne un composé absorbant.
- C'est le plus souvent la méthode de choix pour le dosage des traces.
- Elle peut être extrêmement rapide par suite de son utilisation pour mesures directes sans addition de solution titré et de la facilite de la mesure.

#### III.3.4.1 Loi d'absorption

Les lois générales d'absorption sont valables pour les spectres d'absorption dans les domaines ultraviolet et visible dans les mêmes conditions que dans le domaine infrarouge.

### III.3.4.2. Loi de Beer-Lambert

Soit un faisceau de lumière monochromatique traversant une épaisseur  $l$  de solution d'un corps adsorbant. Soit  $I_a$  la puissance rayonnante à l'entrée de la solution et  $I$  la puissance rayonnante à la sortie,  $C$  la concentration du corps absorbant et  $\ell$  l'épaisseur de la cuve.

La loi de Beer-Lambert s'exprime sous la forme suivante :

$$A = \log (I_0/I) = \log (1/T) = k C \ell \quad (\text{eqt III.4})$$

Avec :

$T$  : facteur de transmission ou transmittance.

$A$  : absorbance ou densité optique.

$C$  : concentration massique du composé dosé.

$I, I_0$  : intensité des faisceaux émergent et incident.

$k$  : coefficient spécifique d'absorbance.

$\ell$  : épaisseur de la cuve.

### III.3.4.3. Etalonnage des solutions

#### Préparation de la solution mère de bleu de méthylène 10mg/L

- Après avoir rincé la fiole à l'eau distillé et avoir nettoyé le récipient et le plateau de la balance de marque (KERN), peser précisément la masse de solide (BM) correspondant à la quantité de matière à apporter.
- Introduire le BM dans la fiole jaugée.
- Rincer le récipient et l'entonnoir, l'eau rinçage allant dans la fiole, de façon à récupérer tous les grains de solide qui sont restés accrochés.
- Remplir la fiole à moitié avec de l'eau distillée.
- Agiter jusqu'à dissolution complète du solide.
- Compléter la fiole avec de l'eau distillée, jusqu'au trait de jauge.
- Boucher puis retourner deux fois la fiole pour homogénéiser le mélange.

### Préparation de solution fille :

- A partir de la solution mère de bleu de méthylène de concentration **10 mg/l**, on prépare par dilution des solutions de concentration **0,5 ; 1 ; 1,5 ; 2 ; 2,5 ; 3 ; 3,5 ; 4 ; 4,5 mg/l** dans des fioles de **25 ml**.

- Les échantillons réalisés sont analysés par le spectrophotomètre UV-Visible afin de déterminer leur absorbance.



*Figure III.11 : La solution mère.*



*Figure III.12 : Les solutions fils.*

### III.3.4.4. La courbe d'étalonnage

Pour une longueur d'onde fixée 664 nm, on réalise une courbe d'étalonnage. On trace la courbe d'absorbance en fonction de la concentration.

- **Mode calcul**

D'abord on calcul les volumes de la solution mère prélever pour avoir des solutions filles, à partir de la loi de dilution (IV.1) :

$$C_1V_1 = C_2V_2 \quad (\text{Eq. III.5})$$

- **Exemple de calcul**

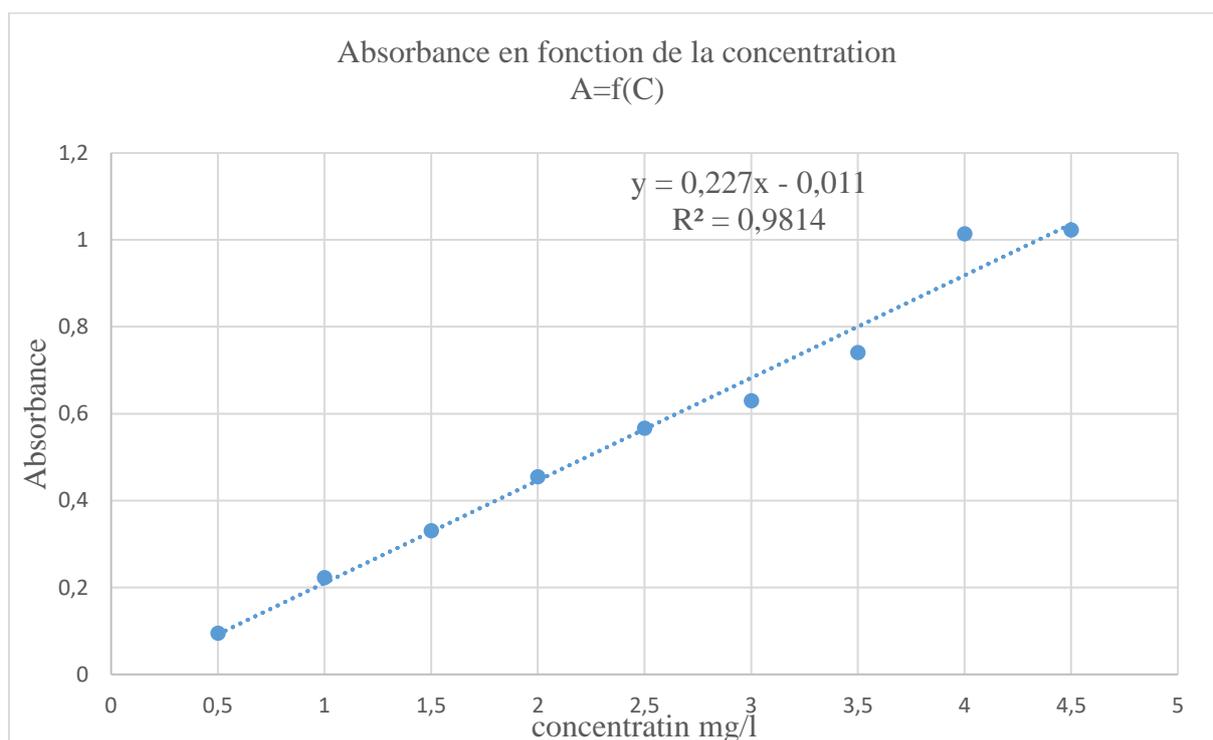
$$v_1 = \frac{C_2V_2}{C_1} = \frac{0,5 \times 25}{10} = 1,25 \text{ ml}$$

Nous nous assurons que la concentration des échantillons analysés reste suffisamment faible pour appliquer correctement la loi de Beer-Lambert. Ces solutions sont analysées à l'aide d'un spectrophotomètre. Nous établissons alors la droite d'étalonnage représentant l'absorbance à

une longueur d'onde de 664 nm pour chaque substance étudiée en fonction de la concentration (C).

**Tableau III.1:** Les résultats des volumes et les absorbances correspondant à chaque solution.

N° de la solution	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Concentration (mg/l)	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5
Volume de la solution mère (ml)	1,25	2,5	3,75	5	6,25	7,5	8,75	11,25	12,25
Absorbance	0,095	0,223	0,331	0,455	0,567	0,630	0,741	1,014	1,023



**Figure III.13 :** La représentation graphique de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène.

Le domaine de linéarité est généralement compris entre  $A = 0$  et  $A = 1,2$ . Une valeur maximale de 1,5. Le choix sera par la suite vérifié de façon à obtenir des coefficients de corrélation  $R^2 = 0,99$  au minimum. Au cours de l'analyse des solutions, si l'absorbance mesurée

se trouve hors du domaine de linéarité défini (0-1,2), les solutions seront diluées. La loi de Beer-Lambert étant additive, la spectrométrie UV ne sera utilisée que pour l'analyse de solutions contenant un seul composant.

La courbe d'étalonnage établis à partir de solutions diluées du colorant BM sur la base de la longueur d'onde indiquée, montre une bonne linéarité et la possibilité d'analyser ce colorant par cette méthode. La loi de Beer- Lambert, est respectée ainsi.

### III.3.5. Détermination de pH de point de charge zéro ( $\text{pH}_{\text{pzc}}$ )

Le pH du point de charge nulle, notée  $\text{pH}_{\text{pzc}}$ , correspond à la valeur du pH pour laquelle la Charge nette de la surface du biomatériau est nulle.

#### III.3.5.1. Procédure expérimentale

Nous avons utilisé la méthode de dérive du pH pour déterminer le  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  des meilleurs charbons actifs obtenus. Cette méthode consiste à placer 50 mL d'une solution de NaCl à 0,01 M dans des flacons à bouchons de 100 mL. Le pH est ajusté entre 2 et 12 par addition d'une solution d'hydroxyde de sodium ou l'acide chlorhydrique à une concentration de 0,1 M à l'aide d'un pH-mètre de marque (Adwa AD 1030). Ensuite, 0,05g de charbon actif à caractériser est ajouté à la solution de NaCl. Les suspensions doivent être maintenues sous agitation, à température ambiante, pendant 24 h, et le pH final est alors déterminé.



*Figure III.14 : Agitation des échantillons.*

### III.3.6. La spectrométrie infrarouge (analyse FTIR)

Des études par spectroscopie infrarouge (en transmission) des carbones activés ont été effectuées sur un spectromètre IR TF à la température ambiante (nombre d'onde compris entre 400 et 4000  $\text{cm}^{-1}$ ).

Nous avons effectué une étude par spectroscopie infrarouge dans un appareil de marque (Jasko FT/IR-4200) sur la sciure de bois brute et activé à 30% et 50% ainsi pour les deux meilleurs charbons qui sortent.



*Figure III.15 : Appareil spectroscopie infrarouge.*

### III.4. Conclusion

Un effort considérable a été fait pour caractériser les charbons préparés à base de la sciure de bois par activation à l'aide de l'acide phosphorique.

Différentes méthodes ont été utilisées pour caractériser : mesure du  $pH_{PZC}$ , indice bleu de méthylène, indice d'iode, L'analyse des carbones activés par FTIR. Ces méthodes ont permis de déterminer des variations de comportement des carbones activés obtenus pour différents degrés d'activation.

# Chapitre IV : Résultats et discussions

### IV.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter les résultats obtenus et leurs interprétations. Ce dernier est composé de deux parties : la première est consacrée à l'optimisation de la préparation du charbon actif à partir des sciures de bois. Les charbons actifs préparés sont caractérisés par l'indice du bleu de méthylène et l'indice d'iode, les essais expérimentaux ont été planifiés selon la méthode des plans d'expériences (D-Optimal). Cette technique d'expérimentation nous permettra non seulement de diversifier et d'enrichir nos méthodes de travail, mais aussi de réduire le nombre des essais expérimentaux, d'évaluer des effets des paramètres et de leurs interactions, de modéliser le phénomène étudié. Nous sommes intéressés à l'effet de trois facteurs à l'aide d'un plan d'expérience D-optimal.

La deuxième partie présente les résultats pour les différentes techniques de caractérisation de nos meilleurs échantillons à analyser ainsi leurs interprétations.

### IV.2 Application du plan d'expérience D-optimal

Dans notre étude, nous avons trois facteurs, qui présentent un nombre énorme d'expériences, Ce dernier représente une fatigue travaille. D'où, l'utilisation du plan d'expérience D-optimal est nécessaire pour diminuer le nombre d'essais à réaliser. Ce qui permet une réduction des coûts, un gain de temps et sans affecter sur la qualité des résultats recherchés.

Le plan D-optimal nous a permis de réduire le nombre d'expériences à réaliser jusqu'à 16 expériences.

#### IV.2.1 Choix des facteurs d'étude

L'un des points les plus importants lors de la réalisation d'un plan d'expérience est le choix des facteurs d'étude. Ces facteurs sont choisis de telle manière d'être les plus influents sur la préparation du charbon actif. Nous avons choisi les facteurs représentés dans le tableau IV.1:

*Tableau IV.1 : Facteurs et domaine d'étude.*

	<b>Facteurs</b>	<b>Unités</b>	<b>Niveau -1</b>	<b>Niveau +1</b>
$X_1$	Temps de carbonisation	h	1	3
$X_2$	Température	°C	300	800
$X_3$	Concentration de l'acide	%	30	50

La réponse choisie dans cette expérimentation est l'indice de bleu de méthylène et l'indice d'iode.

### IV. 2.2 Modèle mathématique postulé

C'est une relation mathématique qui montre le changement dans une réponse produit par le changement d'un ou plusieurs facteurs.

Le but de modéliser la réponse par un modèle mathématique est de pouvoir calculer ensuite toutes les réponses dans le domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences [37].

Le modèle mathématique postulé que l'on utilise avec le plan D-optimal, est un modèle de second degré avec des interactions d'ordre deux.

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_{13} + a_{23}x_{23} \quad (\text{Eq IV. 1})$$

Avec :

y : réponse calculée à partir du modèle mathématique adopté ;

$a_0$  : terme constant ou moyenne ;

$x_1x_2x_3$ : représentent les niveaux des essais pour le facteur 1, 2 et 3, respectivement.

$a_1, a_2$  et  $a_3$ : représentent les effets du facteur 1, 2 et 3, respectivement.

$a_{ii}$  : sont des coefficients quadratiques.

$a_{ij}$  : représente les interactions entre les facteurs.

Ce modèle comporte 10 coefficients. Il faut donc au minimum 10 équations pour les estimer.

### IV.2.3 Méthode de calcul des coefficients

Nous avons déterminé les coefficients du modèle cité précédemment (équation IV.1) en utilisant le logiciel **MODDE 6.0**.

#### IV.2.3.1 Modélisation

Notre objectif consiste à optimiser les paramètres considérés par la maximisation de l'indice de bleu de méthylène et l'indice d'iode. La matrice d'expériences et les résultats expérimentaux

(réponses) obtenus lors de la réalisation des 16 essais du plan de D-optimal, sont présentés dans le tableau IV.2.

*Tableau IV.2 : Matrice d'expérience et la réponse.*

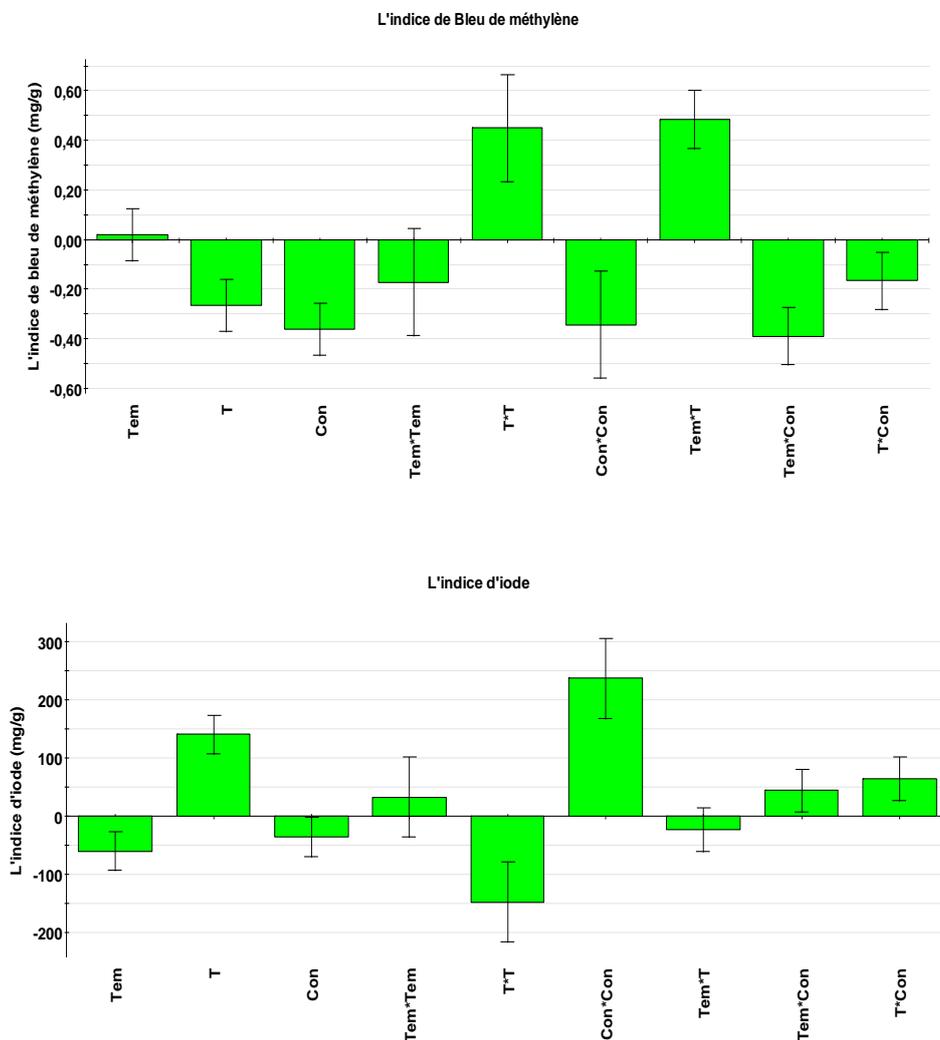
N°Exp	Temps de carbonisation (X <sub>1</sub> )	Température (X <sub>2</sub> )	Concentration de l'acide (X <sub>3</sub> )	Indice de BM	Indice d'iode
1	1	300	30	299,37	799,47
2	3	300	30	299,07	609,12
3	3	800	30	298,09	971,75
4	1	300	50	300	761,4
5	3	300	50	299,56	456,84
6	1	800	50	298,03	532,98
7	3	800	50	297,99	875,61
8	1	800	36,6667	298,2	761,4
9	1	633,333	30	298,17	990,7
10	1,66667	800	30	298,13	875,61
11	3	550	40	298,69	571,05
12	2	300	40	299,61	380,7
13	2	550	50	298,77	889,5
14	2	550	40	298,91	609,12
15	2	550	40	298,84	647,19
16	2	550	40	298,66	609,15

### ➤ Calcul des coefficients

L'interprétation commence par le calcul des coefficients du modèle et des écarts-types correspondants. On obtient les coefficients calculés par le MODDE 6.0:

$$b_{(BM)} = \begin{pmatrix} a_0 \\ a_1 \\ a_2 \\ a_3 \\ a_{12} \\ a_{13} \\ a_{23} \\ a_{11} \\ a_{22} \\ a_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 298,791 \\ -0,0766592 \\ -0,718673 \\ 0,137924 \\ 0,097254 \\ -0,0426323 \\ -0,151507 \\ -0,0529311 \\ 0,195898 \\ -0,174151 \end{pmatrix} ; b_{(ID)} = \begin{pmatrix} 627,541 \\ -60,4594 \\ 140,239 \\ -36,0921 \\ -23,9285 \\ 43,6221 \\ 63,99 \\ 32,4331 \\ -148,515 \\ 237,387 \end{pmatrix}$$

La représentation des effets principaux et d'interactions pour les résultats obtenus sont reportés sur la Figure IV.1. Cette figure nous a permis de voir comment les facteurs affectent la réponse.



**Figure IV.1:** Effet des facteurs principaux et des interactions pour  $I_{BM}$  et  $I_{ID}$ .

D'après les résultats illustrés sur la figure IV.1, et pour l'indice de bleu de méthylène, les paramètres  $x_2$  (température de carbonisation),  $x_3$  (concentration de l'acide) influencent

négativement sur l'indice de BM et les conditions de préparation de charbon actif, alors que  $x_1$  (temps de carbonisation) influent positivement sur l'indice de BM dans ces conditions opératoires. Cependant,  $x_1$  et  $x_3$  influence négativement sur l'indice d'iode, alors  $x_2$  influence positivement l'indice d'iode dans ces conditions opératoires.

Pour les interactions quadratiques, on remarque que le paramètre  $x_2^2$  a une grande influence positive sur l'indice de BM. Alors, les deux autres paramètres ( $x_3^2$  et  $x_1^2$ ) ont une influence moindre et négative sur l'indice de BM. En outre, on observe que  $x_1^2$  et  $x_3^2$  ont une influence positive remarquable sur l'indice d'iode. Alors que  $x_2^2$  a une influence négative

Concernant les interactions entre les facteurs, nous avons remarqué que les interactions entre temps de carbonisation/température ( $x_1x_2$ ) sont considérables. Ces interactions influencent positivement. Tandis que les interactions entre temps de carbonisation/concentration de l'acide ( $x_1x_3$ ), et température de carbonisation/concentration de l'acide ( $x_2x_3$ ) ont une influence négative sur le procédé de production de charbon actif. Cependant pour l'indice d'iode interactions ( $x_1x_3$ ,  $x_2x_3$ ) sont significatives et positive, tandis que  $x_1x_2$  a une signification négative,

En remplaçant les valeurs des coefficients dans l'équation du modèle appliqué (équation (Eq IV.1), nous avons obtenu les équations mathématiques suivantes :

➤ **Indice BM :**

$$y = 289,791 - 0,0766592x_1 - 0,718673x_2 + 0,137924x_3 - 0,0529311x_1^2 \\ + 0,195898x_2^2 - 0,174151x_3^2 + 0,097254x_{12} - 0,0426323x_{13} \\ - 0,151507x_{23} \quad \text{Eq IV. 2}$$

➤ **Indice d'iode :**

$$y = 627,541 - 60,4594x_1 + 140,239x_2 - 36,0921x_3 + 32,4331x_1^2 - 148,515x_2^2 \\ + 273,387x_3^2 - 23,9285x_{12} + 43,6221x_{13} \\ + 63,99x_{23} \quad \text{Eq IV. 3}$$

Calculons les rendements à partir de l'équation (Eq IV.2 et IV.3). Les valeurs sont présentées dans le tableau suivant :

**Tableau IV.3 :** Les valeurs des  $I_{BM}$  et  $I_{ID}$  calculé à partir des équations (Eq. IV.2 et IV.3).

N° Exp	L'indice de bleu de méthylène			L'indice d'iode		
	I <sub>BM</sub> Observé	I <sub>BM</sub> Prédit	Ecart	I <sub>ID</sub> Observé	I <sub>ID</sub> Prédit	Ecart
1	299,37	299,293	0,0774536	799,47	788,842	10,6276
2	299,07	299,142	-0,0720825	609,12	628,537	-19,4166
3	298,09	298,124	-0,0336304	971,75	989,198	-17,4478
4	300	299,91	0,0904236	761,4	733,178	28,2222
5	299,56	299,681	-0,120941	456,84	501,434	-44,594
6	298,03	297,975	0,055481	532,98	515,616	17,3635
7	297,99	298,078	-0,088501	875,61	876,218	-0,607971
8	298,2	298,246	-0,046051	761,4	757,221	4,17908
9	298,17	298,059	0,111206	990,7	937,658	53,0422
10	298,13	298,077	0,0528259	875,61	901,743	-26,1329
11	298,69	298,67	0,0203247	571,05	599,515	-28,4651
12	299,61	299,538	0,0723572	380,7	338,787	41,913
13	298,77	298,837	-0,0673828	899,5	901,021	-1,52075
14	298,91	298,821	0,0892639	609,12	627,541	-18,4212
15	298,84	298,821	0,0192566	647,19	627,541	19,6488
16	298,66	298,821	-0,160736	609,15	627,541	-18,3912

### IV.2.3.2 Evaluation de l'adéquation du modèle statistique

Il existe plusieurs méthodes pour évaluer la qualité du modèle statistique, parmi lesquelles on peut citer : le coefficient de détermination  $R^2$ ,  $R^2$  ajusté, la prédiction  $Q^2$  et la reproductibilité, qui sont calculés à l'aide du logiciel MODDE 6.0 [38].

Pour estimer l'adéquation du modèle, le coefficient de détermination  $R^2$  indique à quel point le modèle explique les valeurs observées. Plus il est proche de 1, plus le modèle est bien ajusté.

Le coefficient de prédiction ( $Q^2$ ) indique la puissance prédictive, au-delà de 0.7, le modèle présente un bon pouvoir prédictif.

La reproductibilité est la variation des réponses dans les mêmes conditions comparée à la variation totale des réponses.

Les valeurs de ces paramètres sont regroupées dans le tableau suivant :

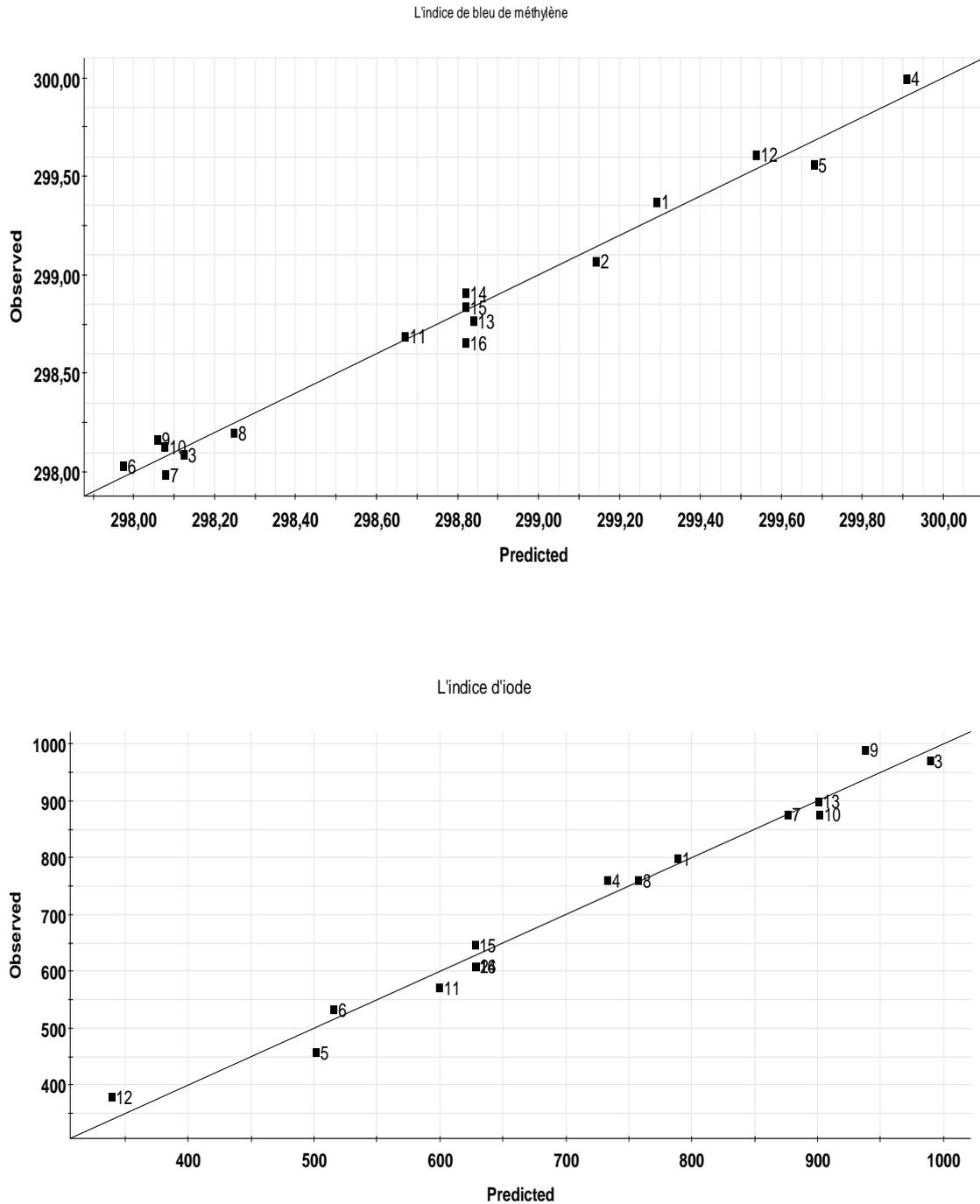
*Tableau IV.4 : Analyse statistique des résultats.*

	<b>IBM</b>	<b>ID</b>
<b>Coefficient de détermination R<sup>2</sup></b>	0,982	0,978
<b>R<sup>2</sup> ajusté</b>	0,95	0,946
<b>Coefficient de prédiction Q<sup>2</sup></b>	0,727	0,697
<b>Reproductibilité</b>	0,960	0,985

D'après les résultats représentés dans le tableau IV.4, la valeur du coefficient de détermination R<sup>2</sup> est proche de 1, et celle du Coefficient de prédiction Q<sup>2</sup> est supérieure à 0.7 ainsi qu'une reproductibilité proche de 1. Cela indique que le modèle lisse bien les résultats.

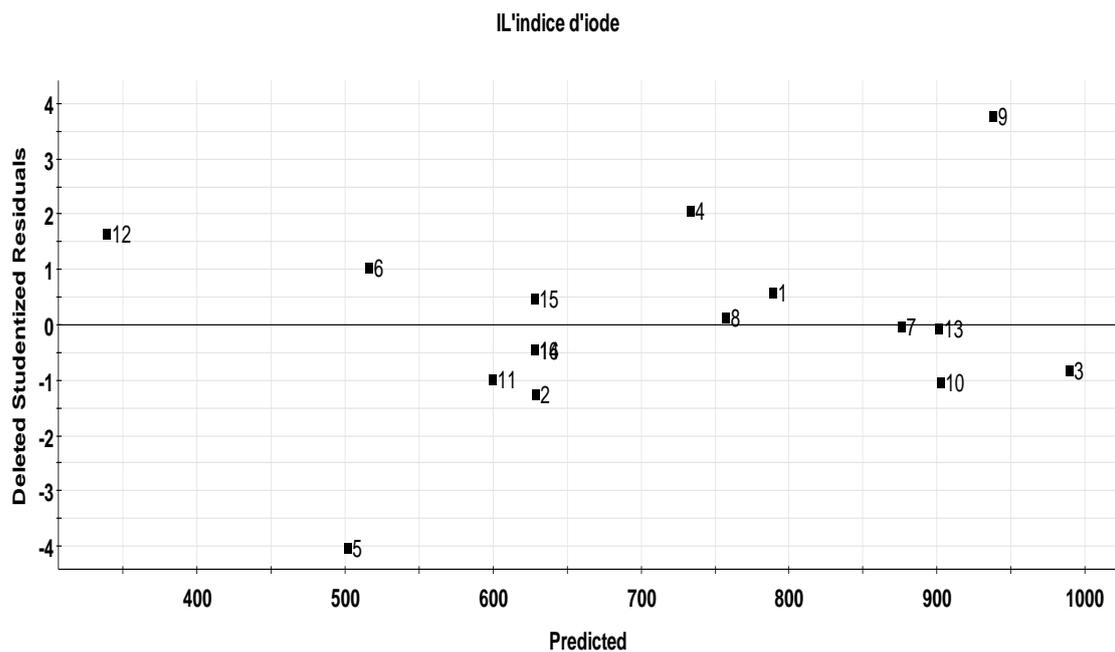
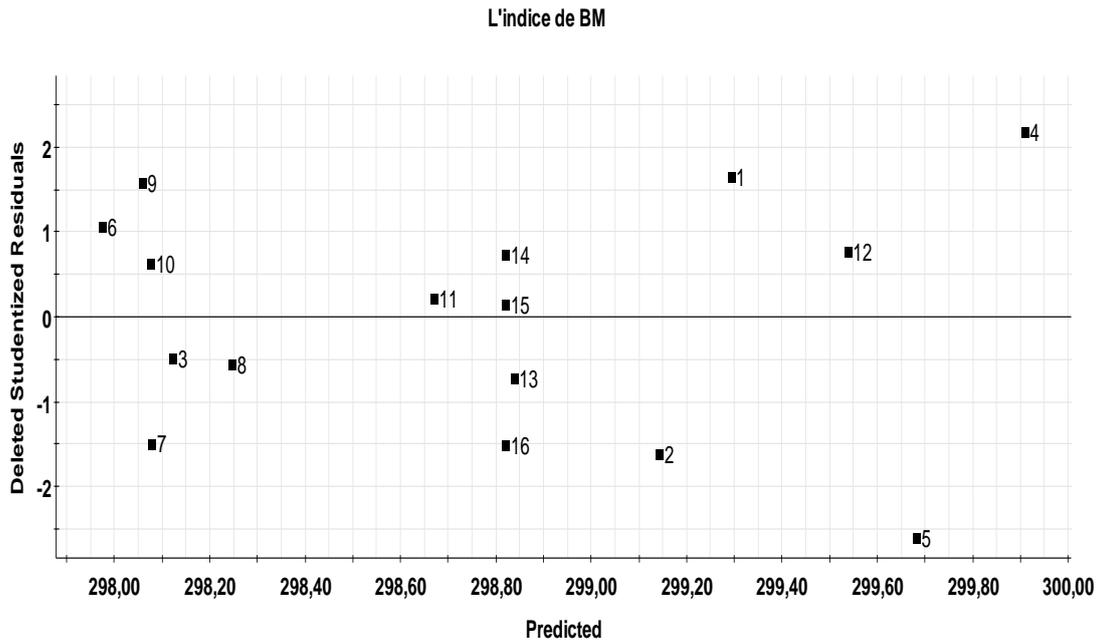
Dans cette expérience, la valeur de l'ajustement R<sup>2</sup> est très proches de la valeur R<sup>2</sup> correspondante pour IBM et ID, donc elles confirment également que les deux modèles sont fortement significatifs.

Les résultats des réponses mesurées en fonction des valeurs prédites sont représentés dans la figure IV.2. Nous observons que les réponses suivent une distribution normale et linéaire, qui est la prétention la plus importante pour la vérification du modèle statistique.



*Figure IV.2 : Réponses observées en fonction des réponses prédites.*

Aussi, à partir du diagramme de la dispersion des résidus en fonction des réponses prédites (figure IV.3), on observe que les points sont aléatoires et concentrés sur la figure. Donc les deux modèles sont bien validés.



*Figure IV. 3 Diagramme de dispersion de  $I_{BM}$  et  $I_{ID}$ .*

La figure IV.4 représente le tracé de probabilité normale des résidus. Ce graphe nous permet de détecter les valeurs aberrantes. Tel que les valeurs aberrantes se situent en dehors des écart-types  $-4$  ou  $+4$ . D'après nos résultats, on remarque que les résidus sont aléatoires et

distribués sur une ligne droite entre les écart-types  $-4$  et  $+4$ . Donc il n'existe pas un point aberrant et le modèle est bien validé.

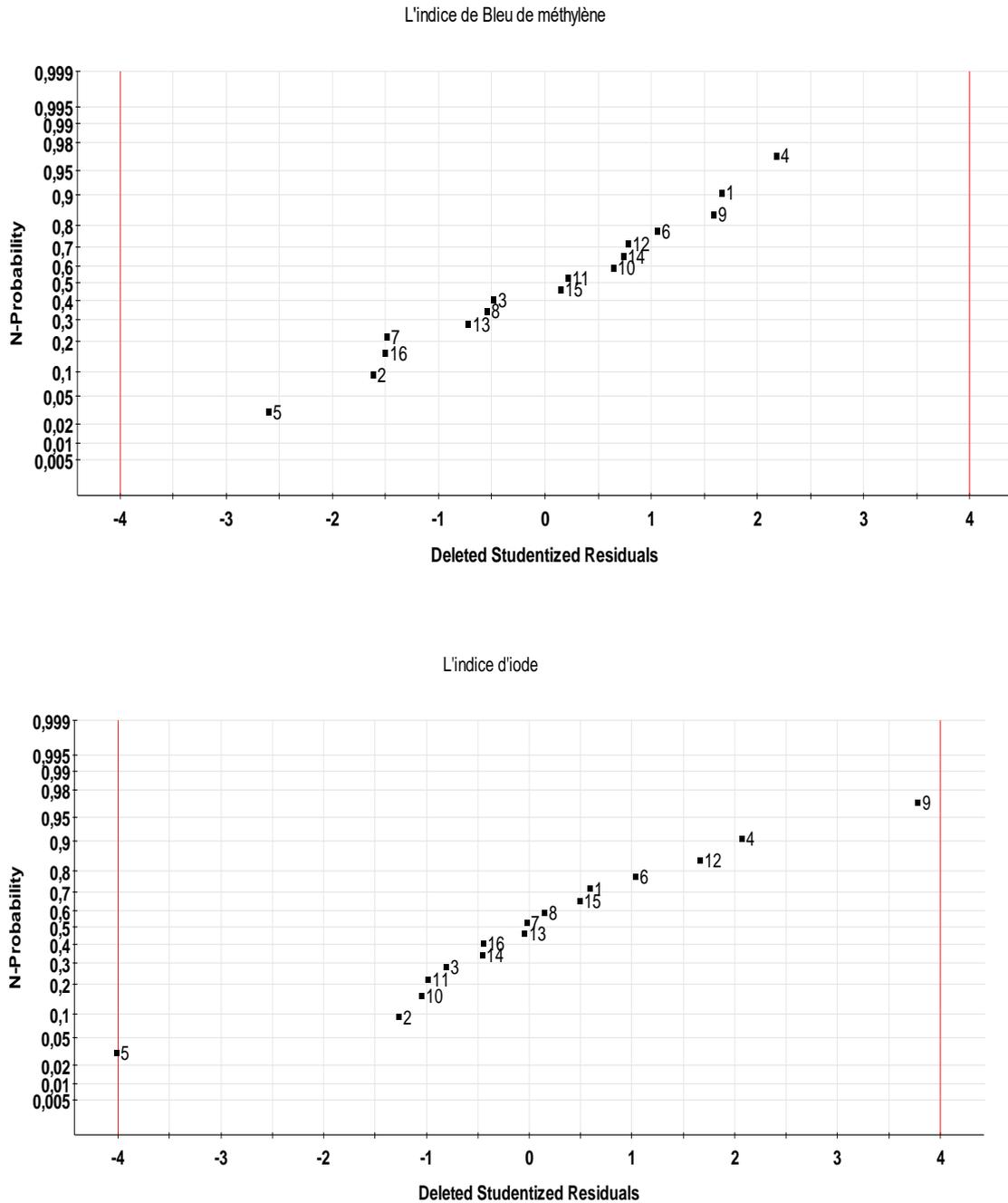


Figure IV.4 Tracé de probabilité normale des résidus pour L'indice de BM et l'indice d'iode.

### IV.2.3.3 Simplification du modèle

La comparaison de l'influence des coefficients est effectuée par la méthode de « p-value ». Cette méthode correspond à la probabilité de se tromper en supposant que le paramètre est influent [39].

- Si le « p-value » est inférieur à 0.05, le coefficient est influent.
- Si le « p-value » est supérieur à 0.05, le coefficient est non influent. Ces coefficients peuvent être éliminés [40].

Le tableau IV.5 présente le p-value correspond au modèle.

D'après le tableau IV.5, les trois facteurs temps de carbonisation ( $x_1$ ) température de carbonisation ( $x_2$ ), la concentration de l'acide ( $x_3$ ), exercent une influence significative sur l'indice d'iode et l'indice de BM. Par contre le facteur ( $x_1$ ) n'influe pas sur le modèle pour l'indice de bleu de méthylène.

*Tableau IV.5: p-value des coefficients du modèle.*

	L'indice de BM			L'indice d'iode		
	Coefficients	p-value	Remarque	Coefficients	p-value	Remarque
a <sub>0</sub>	298,821	6,79027e-021	influent	627,541	8,3624e-008	Influent
a <sub>1</sub>	0,0198755	<b>0,657185</b>	<b>Non influent</b>	-60,4594	0,00439541	Influent
a <sub>2</sub>	-0,266237	0,000776783	influent	140,239	4,92176e-005	Influent
a <sub>3</sub>	-0,360673	0,000148138	influent	-36,0921	0,0381281	Influent
a <sub>11</sub>	-0,171019	<b>0,100132</b>	<b>Non influent</b>	32,4331	<b>0,293557</b>	<b>Non influent</b>
a <sub>22</sub>	0,450616	0,00218345	influent	-148,515	0,00188285	Influent
a <sub>33</sub>	-0,344088	0,00791296	influent	237,387	0,000152613	Influent
a <sub>12</sub>	0,48413	5,14788e-005	influent	-23,9285	<b>0,165959</b>	<b>Non influent</b>
a <sub>13</sub>	-0,388971	0,000177116	influent	43,6221	0,0282722	Influent
a <sub>23</sub>	-0,165873	0,0128621	influent	63,99	0,00558477	Influent

Il existe deux interactions qu'ils n'ont pas d'influence sur le modèle caractérisant l'indice d'iode et une interaction n'a pas d'influence sur le modèle caractérisant l'indice de bleu de

méthylène. Les coefficients de ces deux interactions peuvent être éliminés de l'équation générale du modèle.

Mais même si le facteur principal « temps de carbonisation » n'a pas d'influence d'après le calcul, nous ne pouvons pas supprimer son coefficient.

Après simplification, l'équation (IV.2 et IV.3) devient :

➤ **Indice BM :**

$$y = 289,791 - 0,0766592x_1 - 0,718673x_2 + 0,137924x_3 + 0,195898x_2^2 \\ - 0,174151x_3^2 + 0,097254x_{12} - 0,0426323x_{13} \\ - 0,151507x_{23} \quad \text{Eq IV. 4}$$

➤ **Indice d'iode :**

$$y = 627,541 - 60,4594x_1 + 140,239x_2 - 36,0921x_3 - 148,515x_2^2 + 273,387x_3^2 \\ + 43,6221x_{13} + 63,99x_{23} \quad \text{Eq IV. 5}$$

### IV.3. Test de validation de modèle

Afin de valider le modèle, il existe plusieurs méthodes tels que ;

- Test de signification globale de la régression ( $R^2$ ).
- L'analyse du manque d'ajustement (Ecart).
- Validation par les points tests

La validation du modèle par des points tests, c'est fait en utilisant certains points qui n'ont pas été utilisés dans la construction du modèle, pour cela, nous avons réalisé quatre nouvelles expériences supplémentaires en des points situés à l'intérieur du domaine d'étude.

La valeur réelle de la grandeur est reliée à la valeur réduite du plan par la relation (IV.6), en fonction des bornes du domaine étudié.

$$\text{Valeur réelle} = \mathbf{X} \cdot \Delta \mathbf{V} + \mathbf{V}_0 \quad \text{(Eq IV.6)}$$

Avec :

- $V_0$  : valeur réel moyenne au centre [0] ;

- $\Delta V$  : le pas, où :  $\Delta V = (V_0 - V_{\min}) = (V_{\max} - V_0)$  ;
- $V_{\max}$  : valeur réel maximale, au niveau [+1] ;
- $V_{\min}$  : valeur réel minimale, au niveau [-1] ;
- X : le point où s'effectue l'expérience.

*Tableau IV.6: Points expérimentaux pour la validation du modèle.*

N° (essai)	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>
17	0,5	0,5	0,5
18	-0,5	-0,5	-0,5
19	-0,5	0,5	-0,5
20	0,5	0,5	-0,5

Sachant que :

X<sub>1</sub> : Temps de carbonisation [1, 3h]

X<sub>2</sub> : Température de carbonisation [300, 800 °C]

X<sub>3</sub> : la concentration de l'acide [30%, 50%]

**Exemple de calcul :** Détermination des valeurs réel pour l'expérience 17

$$X_1=0,5, \quad X_2=0,5, \quad X_3=0,5$$

$$\text{Valeur réelle de } (0,5) = 0,5 \cdot (3-1) + 2 = 2,5\text{h}$$

$$\text{Valeur réelle de } (0,5) = 0,5 \cdot (800-300) + 550 = 675^\circ\text{C}$$

$$\text{Valeur réelle de } (0,5) = 0,5 \cdot (50-30) + 40 = 45\%$$

Le Tableau (VI.7) présente les facteurs choisis et le domaine d'étude dans lequel devrait être réalisée l'expérimentation :

**Tableau IV.7 : Points réelle pour la validation du modèle.**

N° (essaie)	X <sub>1</sub> (h)	X <sub>2</sub> (°C)	X <sub>3</sub> (%)
17	2,5	675	45
18	1,5	425	35
19	1,5	675	45
20	2,5	675	35

Les résultats obtenus pour les expériences supplémentation de la validation du modèle sont reportés dans le tableau IV.8.

**Tableau IV.8 : Les résultats de l'indice de BM et ID pour le test de validation.**

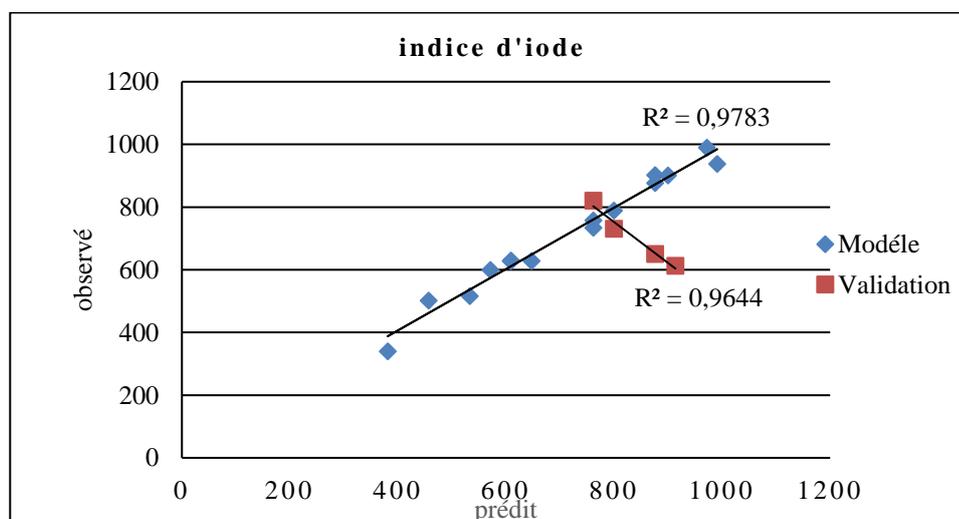
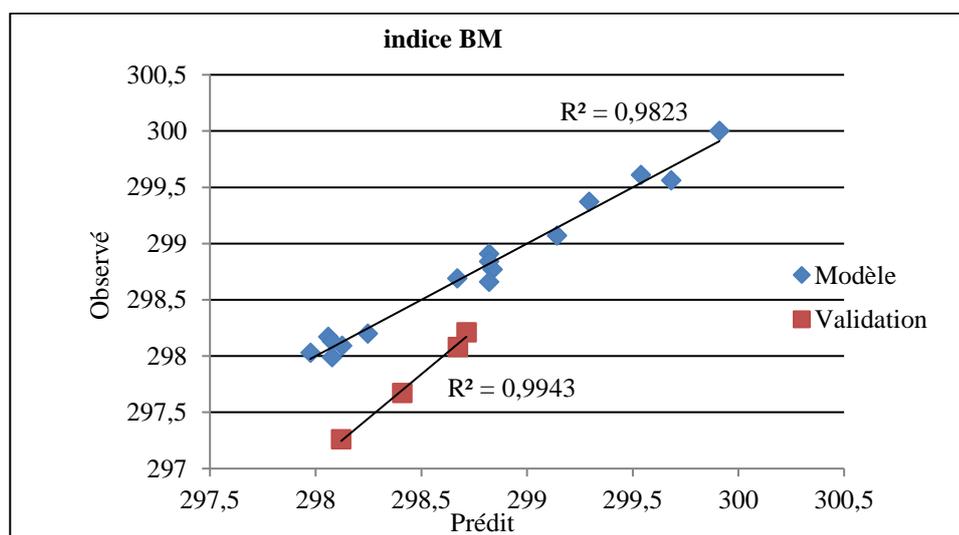
Nombre d'expérience	Concentration résiduelle(R)	Indice de BM (mg/g)	Volume de thiosulfate	Indice d'iode (mg/g)
17	7,15	298,21	6,40	650,413
18	7,51	298,1209	6,5	611,82
19	9,31	297,67	6,2	730,178
20	7,67	298,08	5,9	820,51

Calculons les valeurs prédites de  $I_{BM}$  et  $I_{ID}$  pour les expériences de validation à partir de l'équation simplifiée (Eq IV.4 et IV.5). Les valeurs sont présentées dans le tableau suivant :

La comparaison entre les réponses prédites et mesurées montre que les prévisions sont bonnes et que les deux modèles peuvent être validés. Pour la clarté et la compréhension facile de la validation, la représentation des valeurs prévues employant le modèle ainsi que les valeurs mesurées correspondantes à toutes les réponses sont reportées sur la figure IV.5.

**Tableau IV.9 :** Les valeurs prédites des  $I_{BM}$  et  $I_{ID}$  calculé à partir des équations simplifiées.

N° EXP	L'indice de bleu de méthylène			L'indice d'iode		
	$I_{BM}$ Observé	$I_{BM}$ Prédit	Ecart	$I_{ID}$ Observé	$I_{ID}$ prédit	Ecart
17	298,21	298,713	-0,503	875,61	707,505	168,105
18	298,1209	297,261	0,8599	913,68	663,818	294,862
19	297,67	298,409	-0,739	799,47	772,062	27,408
20	298,08	298,672	-0,582	761,4	698,791	61,609



**Figure IV.5 :** Réponse observé en fonction de prédit pour la validation.

Sur la figures IV.5, la ligne idéale est tracée en considérant la valeur prévue (prédite) qui est la même que la valeur mesurée et est considéré comme ligne de référence. Les valeurs mesurées de chaque réponse ( $I_{BM}$  et  $I_{ID}$ ) sont tracées, et leur proximité à la ligne idéale dépeint l'exactitude du modèle. Le modèle développé pour chaque réponse est considéré précis lorsque toutes les valeurs mesurées sont alignées ou sont étroites avec la ligne idéale.

D'après le test de validation, on peut conclure que le modèle est bien adapté pour l'interprétation des essais.

### IV.3.1 Prédiction des conditions optimales

L'objectif de cette étude est de déterminer la valeur optimale de chaque variable à partir du modèle obtenu par le plan d'expérience et pour confirmer l'adéquation du modèle de prévision de caractérisation de l'indice de bleu de méthylène et l'indice d'iode. Les conditions optimales pour avoir un indice de BM et indice d'iode le plus important possible sont représenté dans le tableau IV.10.

*Tableau IV.10 : Conditions optimales de la préparation du charbon actif.*

	Temps de carbonisation (h)	Température de carbonisation (°C)	Concentration de l'acide (%)	Capacité (mg/g)
$I_{MB}$	3	800	30	300
$I_{ID}$	1	633,3	50	990,7

### IV.4. Caractérisation des échantillons

Il est très important de caractériser les charbons actifs obtenus par les différents traitements avant leurs applications pour l'élimination de polluants. Et pour cela, nous sommes intéressés à la caractérisation des meilleurs charbons actifs obtenus.

#### IV.4.1. L'indice de bleu de méthylène et l'indice d'iode

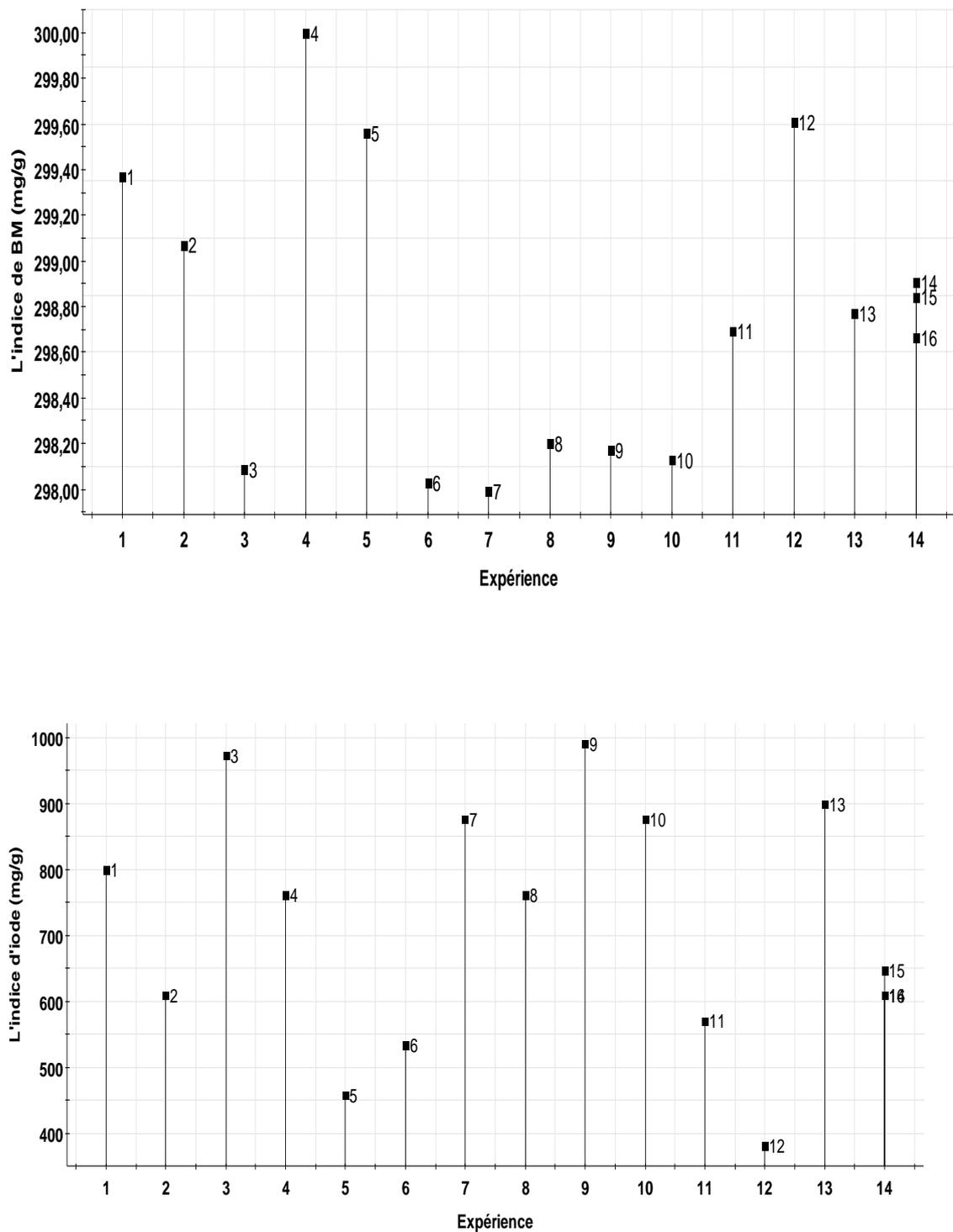
L'indice d'iode fournit une indication sur la microporosité du charbon actif. C'est le nombre de milligrammes d'iode adsorbé par gramme d'adsorbat à une concentration résiduelle de 0,02N

L'indice du bleu de Méthylène est le nombre de milligrammes du bleu de méthylène adsorbé par un gramme de charbon actif lorsque la concentration à l'équilibre du bleu de méthylène est égale à 1 mg/L [41]. L'indice du bleu de Méthylène donne une idée sur la surface disponible pour les adsorbants micro et méso-poreux. Les valeurs de l'indice d'iode du Bleu de Méthylène pouvant aller jusqu'à 300 mg/g et plus.

Les résultats obtenus sont reportés sur le tableau IV.11 et illustré sur la figure IV.6

*Tableau IV.11 : Les résultats de l'absorbance et la concentration résiduelle et l'indice bleu de méthylène pour chaque expérience.*

<b>N° d'expérience</b>	<b>Concentration résiduelle mg/L R</b>	<b>IBM mg/g</b>	<b>Volume de thiosulfate de sodium (mL)</b>	<b>ID mg/g</b>
01	2,49	299,37	6	799,47
02	3,71	299,07	6,5	609,12
03	7,63	298,09	5,6	971,75
04	0,39	300	6,1	761,4
05	1,74	299,56	6,9	456,84
06	7,88	298,03	6,7	532,98
07	8,03	297,99	5,8	875,61
08	7,19	298,2	6,1	761,4
09	7,31	298,17	5,5	990,7
10	7,48	298,13	5,8	875,61
11	5,24	298,69	6,6	571,05
12	1,55	299,61	7,1	380,7
13	4,9	298,77	5,7	889,5
14	4,33	298,91	6,5	609,12
15	4,62	298,84	6,4	647,19
16	5,36	298,66	6,49	609,15



**Figure IV.6:** Valeurs de l'indice bleu de méthylène et l'indice d'iode pour les adsorbants étudiés.

D'après les résultats obtenus (tableau IV.11 et figure IV.6), nous remarquons que les valeurs de l'indice de bleu de méthylène et l'indice d'iode se situés entre 297 à 300 mg/g et 380 à 990,7

mg/g respectivement. D'où les meilleurs charbons actifs préparés sont obtenus pour l'expérience 4 qui caractérise l'indice de BM et 9 pour l'indice d'iode.

La concentration résiduelle de bleu de méthylène diminue jusqu'à 0,39 mg/L, ce qui donne un indice de BM égal à 300 mg/L. Donc une meilleure capacité d'adsorption pour moyennes et grandes molécules organiques. Ce résultat indique que le charbon préparé à une mésoprosité importante.

On observe aussi que les valeurs de l'indice d'iode sont variées d'un charbon à l'autre, indiquent que les charbons actifs préparés présentent une texture hétérogène.

Tandis que l'expérience N° 9, présente de très bon résultat pour l'indice d'iode avec une capacité d'adsorption maximale de 990,7 mg/g indiquant que le charbon absorber les petites molécules (micropores) d'où une microprosité importante. On peut dire que leur qualité poreuse est de type micro et mésopore.

### IV.4.2. Détermination de la teneur en cendres et le taux d'activation (Burn-off)

Habituellement, les matériaux avec des contenus de cendres inférieurs produisent des charbons très efficaces [42]. D'après différents auteurs, la présence de cendres dans le carbonisat aurait un effet catalytique sur la réaction de gazéification d'un charbon minéral [43]. Notons que la teneur en cendres peut en partie influencer le rendement en charbon actif d'un précurseur, c'est-à-dire, plus la teneur en cendres est importante, plus le rendement en charbon actif est élevé [44].

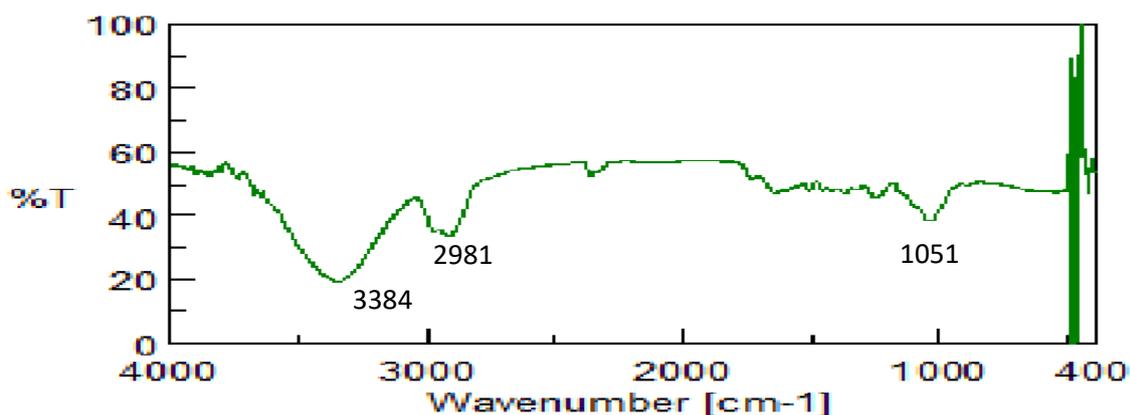
*Tableau IV.12 : Les résultats des masses et Burn-off.*

	Masse avant calcination	Masse après 3h	Masse après 1h	Masse après 2h	Burn-off %
30%	30,0636	30,0515	30,048	30,047	0,05
50%	27,3993	27,3716	27,1566	27,1566	0,88

D'après les résultats obtenus, nous observons que les charbons actifs préparés à base de la sciure de bois ont un taux de cendre négligeable, ce qui indique que les charbons sont très efficaces.

### IV.4.3. Analyse infrarouge

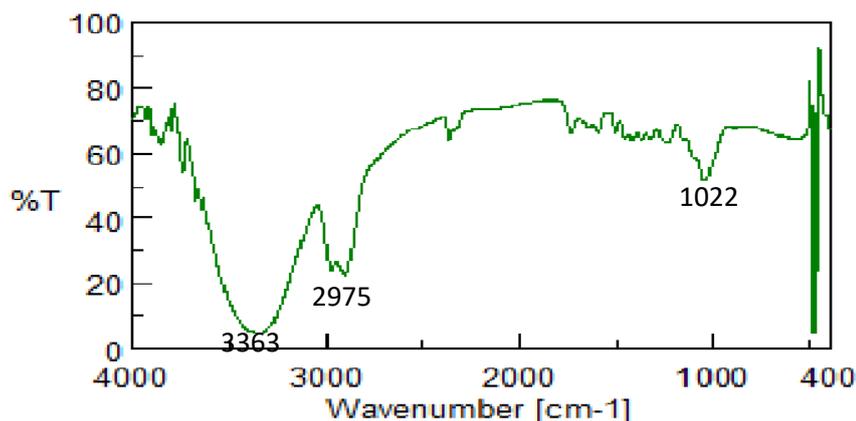
La spectroscopie infrarouge est également souvent utilisée pour caractériser les substrats. C'est une technique simple non destructive qui permet de mettre en évidence certaines fonctions comme les acides carboxyliques, les chaînes aliphatiques et les aromatiques. Les spectres des différents échantillons obtenus sont montrés dans les figures suivantes [4]:



*Figure IV.7 : Spectre infrarouge de la sciure de bois brute.*

#### **Pour la sciure de bois brute :**

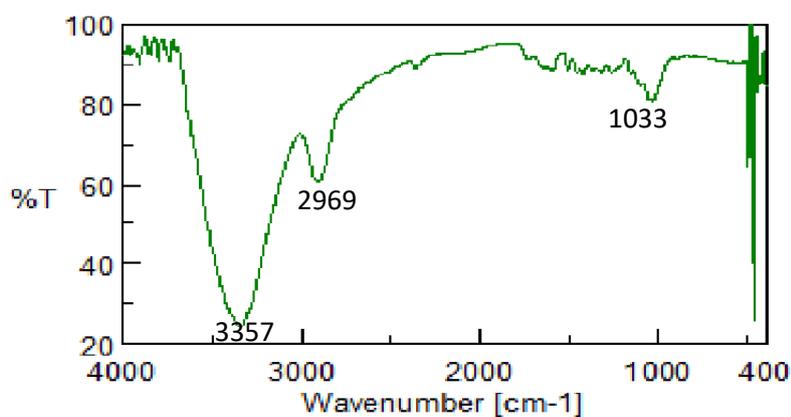
- Un petit pic à 1051 cm<sup>-1</sup> correspondant à la vibration d'élongation des alcanes, squelette carboné chaîne (C-C) ;
- Pic petit à 2981cm<sup>-1</sup> correspondant à la vibration des liaisons de valences (C-H) ;
- Pic très large à 3384 cm<sup>-1</sup> indiquerait la présence de fonction alcool (liaison O-H), ou à la vibration de liaison N-H-H des amides primaires.



*Figure IV.8 : Spectre infrarouge pour la sciure de bois activé à 30%.*

### **Pour la sciure de bois activé à 30% :**

- Pic à  $1022\text{ cm}^{-1}$  classe d'amine tertiaire correspondant à la vibration d'élongation amine aliphatique liaison (C-N);
- Pic à  $2975\text{ cm}^{-1}$  classe allènes ( $-\text{C}=\text{C}=\text{CH}_2$ ) correspondant à la vibration d'élongation des liaisons (C-H) ;
- Pic large à  $3363\text{ cm}^{-1}$  correspondant à la vibration de liaison O-H associé polymère.

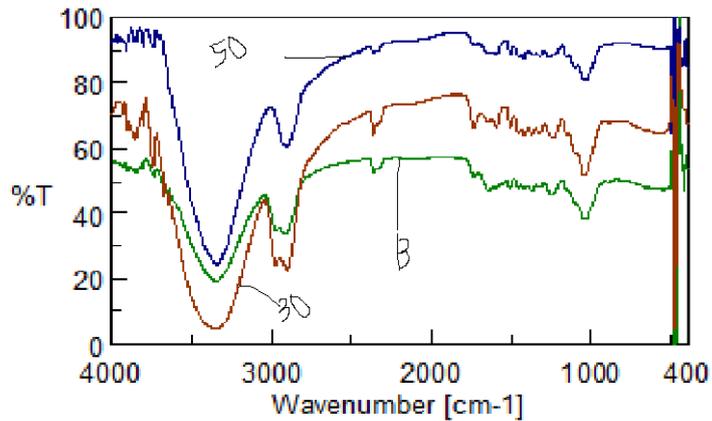


*Figure IV.9 : Spectre infrarouge de la sciure de bois activé à 50%.*

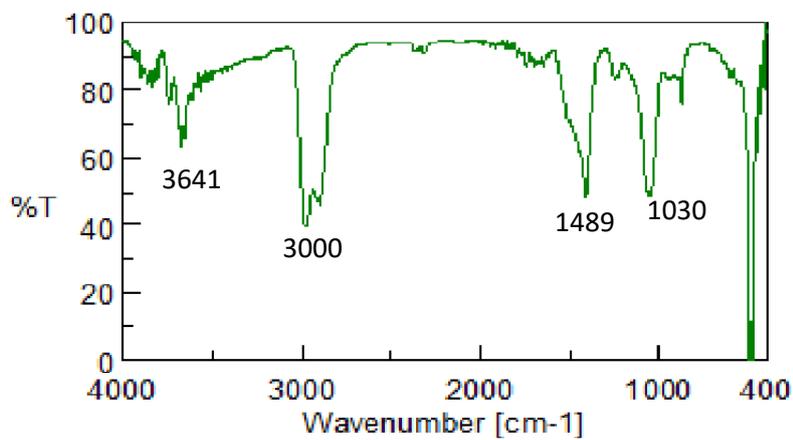
### **Pour la sciure de bois activé à 50% :**

- Pic moyenne à  $1033\text{ cm}^{-1}$  correspondant à la vibration d'élongation des liaisons C-N, amine aliphatique (amine tertiaire) ;

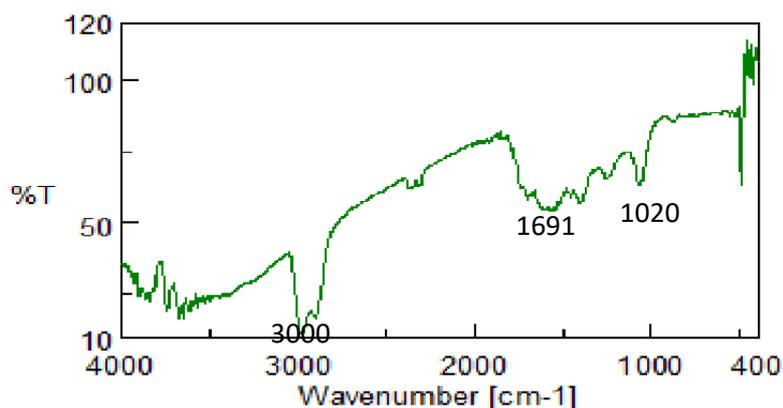
- Pic 2969 moyenne à  $\text{cm}^{-1}$  correspondant à la vibration des  $\text{CH}_3$  antisymétriques classe des alcanes ;
- Pic large à  $3357 \text{ cm}^{-1}$  correspondant à la vibration des liaisons O-H liés au (fort et large) alcool aliphatique.



*Figure IV.10 : Spectre infrarouge de la superposition de la sciure de bois brute et activé 30 et 50%.*



*Figure IV.11 : Le charbon issu de l'activation 30%.*



*Figure IV.12 : Le charbon actif issu de l'activation 50%.*

### **Pour le charbon issu de l'activation 30% :**

- Pic moyenne à  $1030\text{ cm}^{-1}$  correspondant à la vibration d'élongation des C-N, attribué aux amines aliphatiques (amine tertiaire) ;
- Pic moyenne  $1489\text{ cm}^{-1}$  correspondant à la vibration des liaisons (C-C) classe des alcanes squelette carboné chaîne linéaire ;
- Pic intense à  $3000\text{ cm}^{-1}$  correspondant à la vibration des liaisons (C-H) insaturé
- Pic fine à  $3641\text{ cm}^{-1}$  correspondant à la vibration des OH libres (variables et fine) alcools aliphatiques.

### **Pour le charbon issu de l'activation à 50% :**

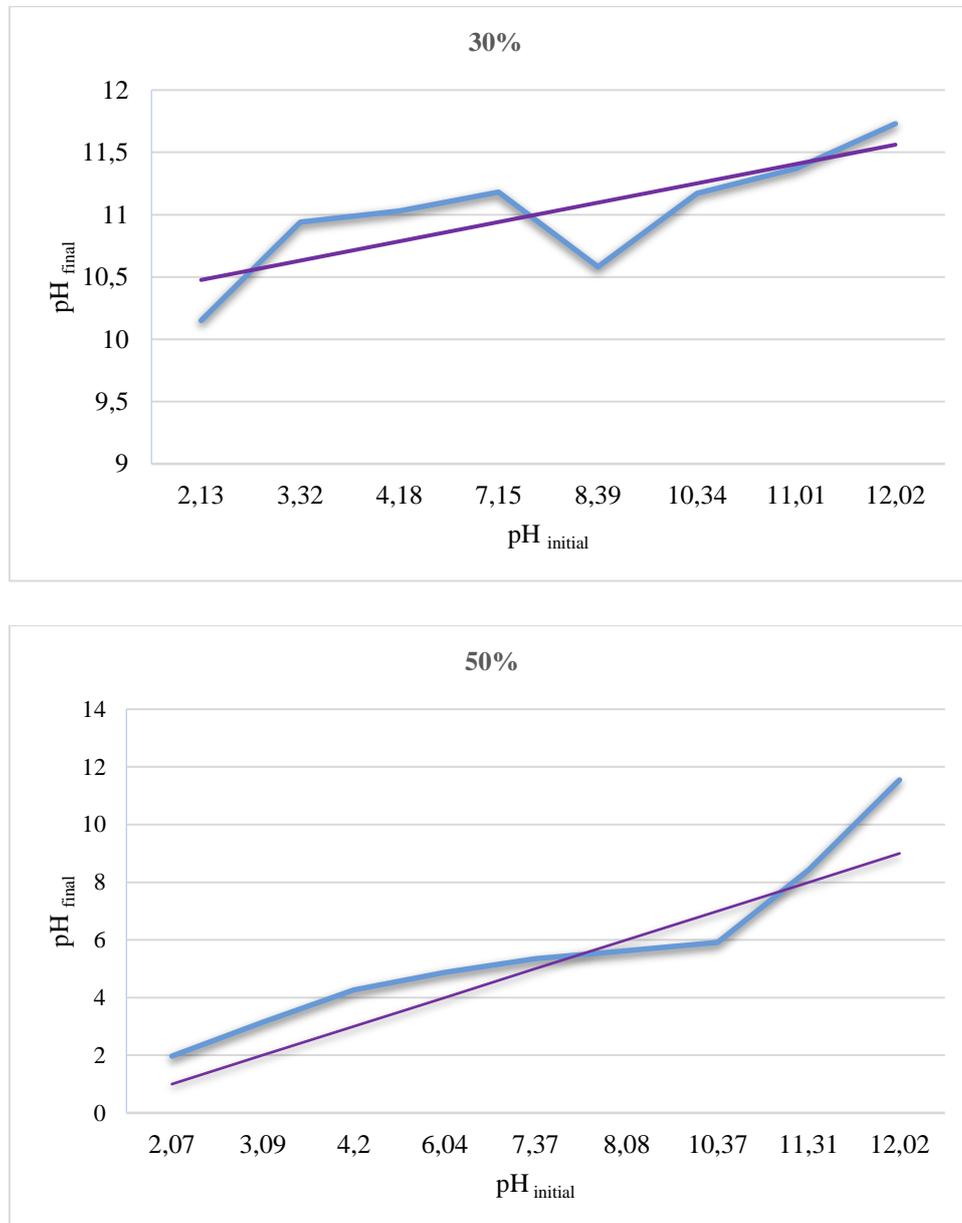
- Pic moyenne à  $1020\text{ cm}^{-1}$  classe d'amine tertiaire correspondant à la vibration d'élongation des liaisons (C-N) attribué à l'amine aliphatique ;
- Pic petit à  $1691\text{ cm}^{-1}$  correspondant à la vibration C=O, attribué au cétone liée à un cycle aromatique ;
- Pic intense à  $3000\text{ cm}^{-1}$  correspondant à la vibration des liaisons (C-H) insaturé.

#### **IV.4.4. Détermination de pH point de charge zéro ( $\text{pH}_{\text{PCZ}}$ )**

Le  $\text{pH}_{\text{PCZ}}$  est défini comme étant le pH pour le quel il y a absence de charge positive ou négative à la surface du charbon actif.

L'adsorption de soluté sur une surface solide dépend fortement du pH de la solution ainsi que du  $\text{pH}_{\text{PCZ}}$  de la surface de l'adsorbant utilisé. L'adsorption varie selon le  $\text{pH}_{\text{PCZ}}$ .

Dans les solutions basiques, la plus haute valeur de  $pH_{PCZ}$  correspond à une vitesse d'adsorption plus élevée, et dans des solutions acides le  $pH_{PCZ}$  inférieur correspond aussi une vitesse d'adsorption plus grande. Les résultats obtenus représentés graphiquement sur la figure IV.13.



**Figure IV.13 :** Evolution du  $pH_{final}$  en fonction du  $pH_{initial}$ .

Nous avons tracé l'évolution du  $pH_{final}$  (après addition du carbone activé) en fonction du  $pH_{initial}$  ajusté. Le  $pH_{PCZ}$  est le point où la courbe  $pH_{final}$  en fonction de  $pH_{initial}$  intercepte la ligne droite  $pH_{final} = pH_{initial}$ . La figure (IV.13), représente la courbe  $pH_{final}$  en fonction du  $pH_{initial}$  à partir duquel les  $pH_{PCZ}$  sont déduits.

La compréhension du mécanisme d'adsorption peut être élucidée à travers la détermination du  $pH_{pcz}$  de l'adsorbant. A la valeur du pH de soluté au-dessous du  $pH_{pcz}$  ( $pH < pH_{pcz}$ ), la surface du charbon étant chargée positivement et à pH de soluté au-dessus du  $pH_{pcz}$  ( $pH > pH_{pcz}$ ), la surface du charbon étant chargée négativement. Ces valeurs de  $pH_{pcz}$  obtenus nous indiquent si l'adsorption est favorisée ou pas [45].

Le point d'intersection entre la courbe obtenue et celle du droit  $pH_{final} = pH_{initial}$  correspond au  $pH_{PCZ}$  de notre matériau. Les valeurs du  $pH_{PCZ}$  pour les deux charbons étudiés sont indiquées dans le tableau IV.13.

À  $pH < pH_{PCZ}$ , la surface du charbon a une charge positive, tandis qu'à  $pH > pH_{PCZ}$ , la surface a une charge négative.

Le charbon activé à 30% a montré trois points d'intersection, valeur acide de  $pH_{PCZ}$  de (2,72), valeur presque neutre (5,42), et valeur basique (11,18). Tandis que le charbon actif activé à 50% présentait deux point d'intersection donc deux valeurs de  $pH_{PCZ}$  beaucoup plus élevé neutre (6), et valeur basique (11,16).

**Tableau IV.13** : Les résultats de pH de point de charge zéro.

CA	$pH_{pcz}$		
30%	2,72	5,42	11,18
50%	6	11,16	

### IV.5. Conclusion

L'ensemble des conclusions qu'on a pu tirer sont :

- ✓ Les plans d'expériences offrent un simple et efficace de réduire le cout et d'augmenter la robustesse des études expérimentales effectuées lors de la conception ou de la variation d'un produit. Ils permettent d'utiliser toute la connaissance du produit dont le concepteur peut disposer a priori, offrent un cadre de modélisation rigoureux, et leur mise en œuvre ne nécessite que des connaissances mathématiques élémentaires.
- ✓ L'activation chimique du charbon issus de la sciure de bois est très efficace ;
- ✓ Le modèle est un modèle efficace et validé ;

Donc, on peut conclure que notre nouveau matériau est un concurrent pour le charbon actif commercial et que le mode d'activation est efficace.

# Conclusion générale

Sous la demande croissante sur les adsorbants dans la protection de l'environnement, Il faut signaler la nécessité d'une étude approfondie dans la fabrication des adsorbants à partir de matières issues de déchets organiques.

Au bout de notre travail de recherche, il importe de faire la revue des grandes lignes qui le composent et de présenter brièvement les résultats, auxquels nous avons abouti.

Cette présente étude avait pour objectif principal de chercher des matériaux de remplacement pour l'adsorption des matières organiques. Notre travail présente un double aspect environnemental, d'une part une valorisation de sous-produit naturels en l'occurrence la sciure de bois, et d'autre part, l'étude de l'efficacité adsorbante du charbon actif issu de la sciure de bois. Les charbons actifs ont été préparés selon la méthodologie des plans d'expériences. Ces derniers sont caractérisés par l'indice d'iode et l'indice de bleu de méthylène.

L'application du plan d'expérience D-optimal pour les trois facteurs (le temps de carbonisation ( $x_1$ ), la température du carbonisation ( $x_2$ ) et la concentration de l'acide ( $x_3$ ), nous a permis d'établir un modèle très représentatif. Ce modèle a été validé dans le domaine d'étude avec une erreur faible.

Les écarts faibles de la réponse, les coefficients de détermination et  $R^2$  ajusté, montre que les prévisions sont bonnes et que le modèle est validé.

Cette recherche a été suivie par la préparation des charbons à base de la sciure de bois par activation chimique, puis une caractérisation de ces derniers pour connaître la nature de nos charbons préparés. Cette étude a permis de situer la performance de nos charbons préparés et dont les capacités d'adsorption sont significatives.

Les analyses par spectroscopie d'absorption infrarouge à transformée de Fourier montrent que les charbons actifs préparés ont développé une surface acide. Montre des bandes d'adsorption de l'hydrogène des groupes hydroxyles O-H (de carboxyles alcools) et des groupes C-H, C=O, N-H et C-O. Cette étude a montré que les carbones activés issus de la sciure de bois sont capables d'adsorber efficacement le polluant organique.

Ces résultats sont aussi encourageants et incitent à aller de l'avant dans la recherche en vue de clarifier toutes les hypothèses qui ont été énoncées, de poursuivre cette étude en régime continue.

Enfin, Il est intéressant d'élargir cette étude par des essais d'adsorption supplémentaires sur d'autres paramètres et de faire une étude comparative entre différents supports. En utilisant d'autres méthodes de caractérisation pour mieux contrôler la structure de nos adsorbants.

Et au final, la recherche scientifique ne s'arrête jamais donc après notre compréhension et notre analyse des résultats, nous pensons que ce travail doit être poursuivi, cela est possible en cherchant d'autres avantages dans le domaine du traitement des eaux par les adsorbants, et aussi en comparant l'efficacité du traitement avec d'autres adsorbant activés par différents acides.

# Références bibliographiques

- [1] : Alsbaiee.A, Smith. BJ, Xiao. L, Ling. Y, Helbling. D.E, Dichtel. W.R, « Rapid removal of organic micropollutants from water by porous bêta-cyclodextrin polymer » *Nature*, 529: 190-194, 2016.
- [2] : Zhou. L, Gao. C, Xu. W, « Magnetic dendritic materials for highly efficient adsorption of dyes and drugs » *ACS Appl Mater Interfaces*, 2: 1483-1491, 2010.
- [3] : S. Hazourli, M. Ziati, A. Hazourli et M. Cherifi Valorisation d'un résidu naturel lignocellulosique en charbon actif exemple des noyaux de dattes- Département de Chimie, Faculté des Sciences, Université Badji Mokhtar, B.P. 12, 23000, Annaba, Algérie 2009.
- [4] : Douara Nadia, Adsorption de composés phénoliques par un déchet traité chimiquement, thèse doctorat, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem 2015.
- [5] : Hsisheng teng, Tien- Sheng yeh and Li-Yeh Hsu. Préparation of activated carbon from bituminous coal with phosphoric acid activation; *carbon vol (39) N°9*, pp 1387- 1395, 1998
- [6] : Carmen Manole Crenga. Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique) Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, 2007.
- [7] : Marc Clausse. Etude d'un procédé d'adsorption TSA (Température swing Adsorption) à chauffage et refroidissement indirects, Thèse de doctorat, 2003.
- [8] : Lenntech Water Treatment and Air Purification. Water Treatment, Published by Lenntech, Rotterdamseweg Netherlands. [www.excelwater.com/thp/filters/Water-Purification.htm](http://www.excelwater.com/thp/filters/Water-Purification.htm), 2004.
- [9] : Société Anonyme de Gestion des Eaux de Paris. Traitement de potabilisation des eaux de surface, adsorption sur charbon actif. Conf, 2006.
- [10] : [www.physique-et-matiere.com/charbon\\_active.php](http://www.physique-et-matiere.com/charbon_active.php)
- [11] : J. Liu, B. Liu, C. Wang, Z. Huang, L. Hu, X. Ke, L. Liu, Z. Shi, Z. Guo, Walnut shell-Derived activated carbon: Synthesis and its application in the sulfur cathode for lithium-sulfur batteries, *Journal of Alloys and Compounds*, 718 373-378, 2017.
- [12] : K. Gergova, N. Petrov, S. Eser, Adsorption properties and microstructure of activated carbons produced from agricultural by-products by steam pyrolysis, *Carbon* 32, 4 693-702, 1994.

## Les références bibliographiques

---

[13] : W. M. Mukana, K. M. Kikuani, Préparation des charbons actifs à partir des sciures de bagasse de canne à sucre, des bois de Ntola et lifaki imprégnés dans des solutions de soude caustique, *Rev. Cong. Sci. Nucl.*, 16, 84-92, 2000.

[14] : [www.connaissancedesenergies.org/fiche-pedagogique/bois-energie](http://www.connaissancedesenergies.org/fiche-pedagogique/bois-energie)

[15] : J. Darnell, H. Lodish, D. Baltimore, « Molecular Cell Biology », Scientific American Books, Second Edition, 1990.

[16] : Stéphane Madrau, Caractérisation des adsorbants pour la purification de l'hydrogène par adsorption modulée en pression, Thèse de Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, 1999.

[17] : Manivannan A, Chirila M, Giles N.C, Seehva M.S., Microstructure, dangling bonds and impurities in activated carbons, *Carbon*, 37, p. 1741-1747, 1999.

[18] : Wigmans T., Industrial aspects of production and use of activated carbons, *Carbon*, 27, p.13-22, 1989.

[19] : Blanco Castro, J., Bonelli, P.R., Cerella, E.G. and Cukierman, A.I. Phosphoric Acid Activation of Agricultural Residues and Bagasse From Sugar Cane : Influence of the Experimental Conditions on Adsorption Characteristics of Activated Carbons, *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 39, 4166-4172, 2000.

[20] : Chenine, M., Préparation et caractérisation d'un charbon actif issu d'un déchet de café par voie chimique (effet de taux d'adjuvant), Mémoire Master, université Kasdi Merbah Ouargla, p.9-10, 2012.

[21] : Djoudi, W., Optimisation et modélisation du procédé de cémentation du cuivre dans un réacteur tubulaire à électrode volumique, Mémoire de Magister, Université de Bejaia, 2005.

[22] : Chahine BELGHIT contribution à la formulation d'un béton auto plaçant à base de matériaux locaux : (effet du laitier granulé micronisé sur l'ouvrabilité).2009.

[23] : Ziani, S., Modélisation de la réponse d'un biocapteur ampérométrique à base de pâte de carbone modifiée, Mémoire de Magistère, Université de Bejaia, 2007.

[24] : Goupy. J., Introduction aux plans d'expériences, Edition DUNOD, Paris, 2001.

[25] : J. Goupy. Plan d'expériences pour surface de réponse, Ed Dunond, Paris, 1999.

- [26] : Yahiaoui, I., Les plans d'expériences initiation à la construction et l'analyse des plans factoriels complets à deux niveaux et du plan composite centré, Document de Cours, Université de Bejaia, 2014/2015.
- [27] : J. Goupy. Introduction aux plans d'expériences, 3e Ed Dunod, France, 2006.
- [28] : Boudjeniba-Bouzaouit Nadia. « Etude par simulations numériques de la réactivité dans la réaction d'acylation enzymatique de substrats osidiques ». 2012
- [29] : Redhouane LOMBARKIA, simulation et experimentation du comportement mécanique des couvercles des boîtes d'emballage métalliques pour produits chimiques, 07/06/2012.
- [30] : V Gomez-serrano) ; Activité de l'acide phosphorique, préparation of activated carbons by phosphoric acid chemical activation. Study of microporosity and fractal dimension ; Journal ESEVIER Materials Letters 59 ;846– 853. 2005.
- [31] : L.S. Chan, W.H. Cheung, G. McKay Adsorption of acid dyes by bamboo derived activated carbon Journal ESEVIER. Desalination 218 304–312, 2008.
- [32] : C. CREANGĂ, Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique), mémoire de doctorat, Institut De Toulouse, P10-13-14, 2007.
- [33] : Ministère Du Commerce, Journal Officiel De La République Algérienne N° 09, 29 Rabie El Aouel 1434, 10 février 2013.
- [34] : B. Bestani, N. Benderdouche, B. Benstaali, M. Belhakem, A. Addou. Methylene blue and iodine adsorption onto an activated desert plant. Bioresource Technology, 99, 8441–8444, 2008.
- [35] : Benoist D. Tourbier Y. Germain – Tourbier S. Plans D'expériences Construction Et Analyse Editeur Lavoisier Tec & Doc, 1994.
- [36] : W. Tinsson. Plans d'expérience : constructions et analyses statistiques, Springer, 67,532, 2000.
- [37] : Int. J. Biol. Chem. Élimination du chrome par du charbon actif élaboré et caractérisé à partir de la coque du noyau de *Balanites aegyptiaca* Sci,11(6): 3050-3065, December 2017.

[38] : K. Vasanth Kumar, S. Sivanesan and V. Ramamurthi. Adsorption of Methylene Blue onto pithophora sp. Green Page- The Global Directory For Environmentzl Technology2. Html. June 2004.

[39] : Zhang et al., Optimisation de l'extraction assistée par micro-ondes par plan d'expérience de l'ail, 2010.

[40] : Zhang et al, Arslan-Alaton et al, Étude de l'épuration d'effluents de composition complexe par électrocoagulation et des couplages intervenants entre le traitement électrochimique et l'étape de séparation : application à l'industrie textile et papetière, 2009, 2011.

[41] : Erincin, D., Sinag, A., Misirlioglu, Z., Canel, M. Characterization of burning and CO2 gasification of chars from mixtures of Zonguldak (Turkey) and Australian bituminous coals. Energy Conversion and Management. Vol. 46 (17), p. 2748-2761. 2005.

[42] : Wu, Z., Sugimoto, Y. Kawashima, H. Effect of demineralization and catalyst addition on N2 formation during coal pyrolysis and on char gasification. Fuel. Vol. 82 (15-17), p. 2057-2064. 2003.

[43] : Alténor. S, Etudes physico-chimiques d'algues et charbons actifs issus de déchets lignocellulosiques de la Caraïbe et Faisabilité de leur application pour le traitement des eaux. Thèse de doctorat de la Faculté des Sciences exactes et naturelles. Guadeloupe: Université des Antilles et de la Guyane, 187 p. 2008.

[44] : [www.culturesciences.chimie.ens.fr/thematiques/chimieanalytique/spectroscopies/introduction-à-la-spectroscopie-infrarouge-ir](http://www.culturesciences.chimie.ens.fr/thematiques/chimieanalytique/spectroscopies/introduction-à-la-spectroscopie-infrarouge-ir)

[45] : Elguerri Bakhti M et Debabi Said, Fabrication et caractérisation des carbones activés à partir d'une coquille d'amande et leur adsorption des colorants, thèse Master Académique, université Mohamed Boudiaf - M'sila, 16/07/2019.

# Annexe

Table de fréquence

Fréquences (cm <sup>-1</sup> )	Vibrations	Composés
895-855	$\gamma$ CH(CH <sub>2</sub> ) déformation e.d.p.	H <sub>2</sub> C=CR <sub>1</sub> R <sub>2</sub>
850-790	$\gamma$ CH(CHR) déformation e.d.p.	CR <sub>1</sub> R <sub>2</sub> =CHR <sub>3</sub>
770-730 710-690	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	Dérivés benzéniques monosubstitués
770-735	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	Dérivés benzéniques di substitués 1 :3
900-860 810-750 725-680	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	Dérivés benzéniques di substitués 1 :4 et en 1 :2 :3 :4
860-800	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	Dérivés benzéniques tri substitués 1 :2 :3
800-770 720-685	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	Dérivés benzéniques tri v substitués 1 :2 :4
860-800 900-860	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	Dérivés benzéniques di substitués 1 :2
900-860 865-810 730-675	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	Dérivés benzéniques tri substitués 1 :3 :5
900-860	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	Dérivés benzéniques tri substitués 1 :2 :3 :5 1 :2 :4 :5 1 :2 :3 :4 :5
890-960	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	CHR <sub>1</sub> =CHR <sub>2</sub> (trans)
730-665	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	CHR <sub>1</sub> =CHR <sub>2</sub> (cis)
915-905	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	H <sub>2</sub> C=CHR
995-985	$\gamma$ CH insaturé déformation e.d.p.	H <sub>2</sub> C=CHR
905-837	$\nu$ C-C	Alcanes
930-830	$\nu$ COC symétrique	Ethers aliphatiques
720	$\delta$ CH <sub>2</sub> déformation antisymétriques d.p	Alcanes
1360-1250	$\nu$ C-N	Amine aromatique
1220-1020	$\nu$ C-N	Amine aliphatique
1270-1230	$\nu$ C-O	=C-O- éther d'aryle (éther a cyclique)
1150-1060	$\nu$ C-O	CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>2</sub>
1300-1000	$\nu$ C-O	Ester, alcool, acide, éther
1305-1295	$\gamma$ CH <sub>2</sub> en phase torsion e.d.p	Alcanes
1310-1175	$\gamma$ CH <sub>2</sub> torsion et hochement e.d.p	Alcanes
1350-1330	CH déformation	Groupe iso propyle

1395-1385 ~1370	CH <sub>3</sub> déformation	Groupe ter-butyle Doublet : rapport d'intensité 1/2
1385-1380 1370-1365	CH <sub>3</sub> déformation	Groupe gem-di méthyle Doublet : rapport d'intensité ~1/1
1360-1355	δ CH <sub>3</sub> déformations symétriques d.p	CH <sub>3</sub> -C=O
1385-1368	δ CH <sub>3</sub> déformations symétriques d.p	Alcanes
1440-1340	ν CO <sub>2</sub>	Ions carboxylates
1466-1465	δ CH <sub>3</sub> déformations anti symétriques d.p	Alcanes
1473-1446	δ CH <sub>3</sub> déformations anti symétriques d.p	Alcanes
1566	ν C=C	Cyclo butène
1575	ν C=C	1,3-Cyclohexadiène
1581-1465	ν C=C	Iodo alcènes
1596-1547	ν C=C	Bromo alcènes
1614	ν C=C	Cyclopentane
1616-1571	ν C=C	Chloro alcène
1620-1540	ν C=C	Polyéne
1630-1475	ν C=C	Dérivées benzéniques
1634-1622	ν NO <sub>2</sub>	Nitrates d'alkyl
1647	ν C=C	Cyclo propène
1650-1590	δ NH <sub>2</sub>	Amines primaires
1670-1649	ν C=O	Acide carboxylique avec Liaison hydrogène intramoléculaire
1656	ν C=C	Cyclohexane,cycloheptène
1675-1665	ν C=C	CHR <sub>1</sub> =CHR <sub>2</sub> (trans)*
1665-1635	ν C=C	CHR <sub>1</sub> =CHR <sub>2</sub> (cis)*
1648-1638	ν C=C	H <sub>2</sub> C=CHR*
1658-1644	ν C=C	R <sub>1</sub> R <sub>2</sub> C=CH <sub>2</sub>
1660-1630	ν C=O (bande amide I)	Amides secondaires
1686-1650	ν C=O amide(bande amide I)	Amides primaires
1700-1660	ν C=O	Cétone liée à un cycle aromatique
1725-1700	ν C=O	Acides aliphatiques saturés*
1725-1705	ν C=O	Cétones aliphatiques saturés*
1740-1720	ν C=O	Aldéhydes aliphatiques saturés*
1750-1730	ν C=O	Esters aliphatiques saturés*
1744	ν C=O	cyclopentanone
1770-1730	ν C=O	Aldéhydes halogénés
1964-1958	ν C=C=C	Allènes
2140-2100	ν C=C	Alcyne monosubstitué
2260-2190	ν C=C	Alcyne di substitué

2251-2232	$\nu$ C=N	Nitriles aliphatiques saturés*
2264-2251	$\nu$ C=C-C=C	Alkyl di acétylènes
2300-2250	$\nu$ N=C=O	Isocyanates
2850-2650	$\nu$ C-H(groupe CHO) 2bandes	Aldéhyde aliphatiques
2861-2849	$\nu$ CH <sub>2</sub> symétrique	Alcanes
2884-2883	$\nu$ CH <sub>3</sub> symétrique	Alcanes
2929-2912	$\nu$ CH <sub>2</sub> anti symétrique	Alcanes
2969-2965	$\nu$ CH <sub>3</sub> anti symétrique	Alcanes
2900-2880	$\nu$ CH	Alcanes
3100-3000	$\nu$ CH insaturé	Dérivés benzéniques
3040-3010	$\nu$ CH(CHR)	H <sub>2</sub> C=CHR CHR <sub>1</sub> =CHR <sub>2</sub> (cis ou trans) CR <sub>1</sub> R <sub>2</sub> =CHR <sub>3</sub>
3095-3075	$\nu$ CH(CH <sub>2</sub> )	H <sub>2</sub> C=CHR H <sub>2</sub> C=CR <sub>1</sub> R <sub>2</sub>
3310-3300	$\nu$ CH	Alcyne monosubstitué
3300-2500	$\nu$ OH liés (large)	Acide carboxylique
3400-3200	$\nu$ OH liés(forte et large)	Alcool aliphatique
3650-3590	$\nu$ OH liés(variable et fine)	Alcool aliphatique
3220-3180	$\nu$ NH <sub>2</sub> Liés	Amine et amide primaire (amides secondaires : 2bandes à fréquence légèrement inférieure)
3360-3320	$\nu$ NH <sub>2</sub>	Amines primaires
3310-3290	$\nu$ NH liés	Amines secondaires
3350-3310	$\nu$ NH	Amines secondaires
3300-3250	$\nu$ NH <sub>2</sub>	Amines primaires
3400-3330	$\nu$ NH <sub>2</sub>	Amines primaires

- \* Nombre d'onde abaissés par conjugaison de 25 à 30 cm<sup>-1</sup>
- $\nu$  vibration d'élongation ou de valence
- $\delta$  vibration de déformation dans le plan (d.p)
- $\gamma$  vibration d'élongation en dehors de plan (e.d.p)