

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



Mémoire

Réalisé par

M^r BOUNOUA Lounes

M^{elle} OUCHEFOUN Ghania

Pour l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Procédé de Production de charbon actif à partir de pomme de pin

Soutenu le 28/06 /2026 Devant

le jury :

M ^r . KERNANI Redha	MCA	UAMO, Bouira	Président
M ^{me} . OUADFEL Ghania	MCB	UAMO, Bouira	Examinatrice
M ^{me} . GHEBRID Nassima	MCB	UAMO, Bouira	Encadrante

Année Universitaire : 2025/2026



نموذج التصريح الشرفي الخاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية
لإنجاز بحث.

انا الممضى اسفله،

السيد(ة)..... لولؤة..... لولؤة... الصفه: طالب (ة)

الحامل (ة) لبطاقة التعرف الوطنية: رقم ١٥٣٥١٣٤٦ والصادرة بتاريخ ١٩/٥/٢٠٢١

المسجل(ة)/ بكلية العلوم التطبيقية قسم هندسة الطرائق

والمكلف(ة) بإنجاز أعمال بحث(مذكرة، التخرج، مذكرة ماستر، مذكرة ماجستير، أطروحة دكتوراه).

procédé de production de charbon actif à partir de pomme de pin : 4191c

تحت إشراف الأستاذ(ة): جريد دسمية

أصرح بشرفي اني ألتزم بمراعاة المعايير العلمية والمنهجية الاخلاقيات المهنية والنزاهة الاكاديمية المطلوبة في انجاز البحث المذكور أعلاه.

التاريخ: 21/06/2026

توقيع المعني(ة)

رأي هيئة مراقبة السرقة العلمية:

النسبة:

17,3 %

الامضاء



نموذج التصريح الشرفي الخاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية
لإنجاز بحث.

انا الممضي اسفله،

السيد(ة)..... وشفخون غنية..... الصفة: طالب (ة)

الحامل (ة) لبطاقة التعريف الوطنية: 40 45 70 86 7 والصادرة بتاريخ 23/02 03

المسجل(ة)/ بكلية العلوم التطبيقية قسم هندسة الطرائق

والمكلف(ة) بإنجاز أعمال بحث(مذكرة، التخرج، مذكرة ماستر، مذكرة ماجستير، أطروحة دكتوراه).

Procédé de production de charbon actif à partir de pomme de pin : عنوان

تحت إشراف الأستاذة (ة): غريـة نسيمـة

أصريح بشرفي اني ألتزم بمراعاة المعايير العلمية والمنهجية الاخلاقيات المهنية والنزاهة الأكاديمية المطلوبة في انجاز البحث المذكور أعلاه.

التاريخ: 21/06/2016

توقيع المعنى (ة)

رأي هيئة مراقبة السرقة العلمية:

النسبة:

17, 3 %





Faculté SNV Université Bouira



CERTIFICAT D'ANALYSE

NOM DU DOCUMENT

Mémoire BOUNOUA - OUCHEFOUNE.pdf

SOUMIS PAR

Département Génie des Procédés FSSA Enseignant

TYPE D'ANALYSE

Usage universitaire

DATE DE SOUMISSION

2026-06-21

ÉTUDIANT CONCERNÉ

BOUNOUA - OUCHEFOUNE

17.3 %

TAUX GLOBAL DE SIMILARITÉ

● Similarité Forte (17.3%) ● Texte Original (82.7)

SOURCES IDENTIFIÉES

Internet

Base Detectia

Dépôt Institutionnel

210

191

19

0

CITATIONS & RÉFÉRENCES

Juridique (Lois)

Religieux (Textes sacrés)

Autres

1.58%

1.1%

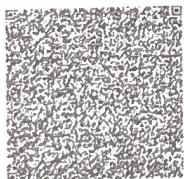
0%

0.5%

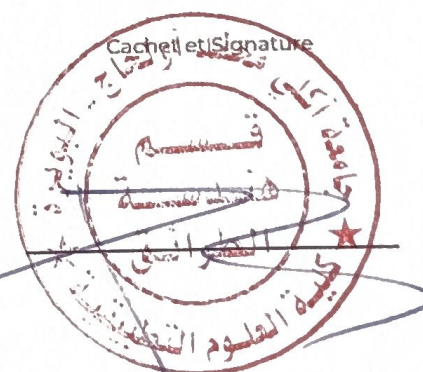
AVIS LÉGAL

Ce document est un rapport technique généré automatiquement par la plateforme Detectia. Il ne constitue pas à lui seul une preuve de plagiat. L'interprétation des résultats incombe aux instances académiques compétentes, conformément à l'arrêté N° 1082 du 27 Décembre 2020 fixant les règles relatives à la prévention et la lutte contre le plagiat.

Signature Numérique



Ref: y4k2gm-210080





Remerciement



Tout d'abord, je remercie Dieu de nous avoir accordé la force et la patience pour mener à bien ce travail, et je prie pour que la paix et les bénédictions soient sur Son Prophète.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements et ma profonde gratitude au département de Génie des procédés pour tout le soutien et l'encadrement qu'il nous a apportés tout au long de notre parcours universitaire.

Je tiens également à adresser mes vifs remerciements à notre directrice de mémoire,

Dr. GHEBRID Nassima, pour son aide précieuse, ses orientations et ses conseils scientifiques, ainsi que pour son soutien continu et son accompagnement étape par étape durant la réalisation de ce travail.

Nous adressons nos sincères remerciements aux membres jury, notamment **Dr. KARNANI Ridha**, président du jury, et **Dr. OUADFEL Ghania**, membre, pour l'honneur qu'ils nous accordent en acceptant d'évaluer notre mémoire, ainsi que pour leurs remarques et conseils précieux.

Je remercie également l'ensemble des ingénieurs du laboratoire de Génie des procédés pour leur collaboration et leur aide, ainsi que pour nous avoir fourni les conditions nécessaires afin de réaliser les expérimentations dans les meilleures conditions.

J'adresse aussi mes sincères remerciements à la responsable du laboratoire, **M^{me} Nouria**, pour son suivi et son soutien continu durant les travaux pratiques.

Je remercie également les ingénieurs du laboratoire de Génie civil pour leur collaboration, ainsi que pour nous avoir fourni les moules et les moyens nécessaires, ce qui nous a permis de réaliser ce travail dans les meilleures conditions.

Je tiens à remercier également **Mr. Aziz Ramdane** et **Mr. Hamid Slimane**, qui ont réalisé les analyses MEB au niveau de la société Sonatrach de Boumerdès, pour leur aide et leur collaboration dans l'accomplissement de ce travail.

Je remercie également l'ensemble des enseignants qui ont contribué à notre formation durant notre parcours universitaire, pour leurs efforts et leur dévouement.

Enfin, je n'oublie pas mes amis et toutes les personnes qui m'ont aidée de près ou de loin à réaliser ce travail, que ce soit par leurs conseils ou leurs encouragements.

Que Dieu les récompense tous.



Dedicace

Je dédie le fruit de mes efforts et de mon travail à ceux qui ont été la raison de mon existence et mon soutien dans la vie, à mon père et ma mère bien-aimés, symboles d'amour, de sacrifice et de patience, qui ont consacré leur vie à mon éducation. Malgré toute ma gratitude, je ne pourrai jamais leur rendre tout ce qu'ils ont fait pour moi.

À mes frères et mes sœurs, mon soutien et ma joie, pour leur présence à mes côtés et leurs encouragements.

À mes neveux et nièces bien-aimés : Anfal, Roumisa, Aya et Mohamed Aussaid, qui apportent de la joie et du bonheur dans ma vie, je leur souhaite beaucoup de réussite.

À mes amis fidèles, je vous adresse mes sincères remerciements et ma gratitude pour votre soutien et votre présence à mes côtés tout au long de mon parcours universitaire.

Enfin, à toutes les personnes qui m'ont aidée à réaliser ce travail, de près ou de loin, je vous dédie cette réussite avec beaucoup d'amour et de reconnaissance.

Ghania





Dedicace



Je dédie ce travail :

À mes chers parents, pour leur amour, leurs sacrifices, leurs encouragements et leur soutien qui m'ont permis d'aller jusqu'au bout de ce parcours.

À ma famille, pour leur présence et leurs précieux conseils.

À mes enseignants, pour leur accompagnement, leurs efforts, leurs conseils et les connaissances qu'ils m'ont transmises tout au long de mon parcours universitaire.

À mes amis et mes collègues, pour les moments partagés, l'entraide et les encouragements.

À toutes les personnes qui m'ont soutenue de près ou de loin durant la réalisation de ce travail

LOUNES

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 : Distribution de la taille des pores selon l'IUPAC	9
Tableau I.2 : Distribution de la taille des micropores d'une fibre du charbon activé.....	9
Tableau II.1 : Variation de la masse des échantillons jusqu'à l'obtention d'une masse constante après activation au NaCl. (Protocole 1).....	30
Tableau II.2 : Variation de la masse des échantillons jusqu'à l'obtention d'une masse constante après activation au NaCl. (Protocole 2).....	30
Tableau III.1 : Résultats de rendements massique des échantillons en fonction de..... Température de pyrolyse, concentration de NaCl et de protocole de séchage	39
Tableau III.2 : Résultats d'indice d'iode selon le protocole 1 à différents température de pyrolyse et de concentration de NaCl on fonction du temps de contact	47
Tableau III.3 : Résultats d'indice d'iode selon le protocole 2 à différents température de pyrolyse et de concentration de NaCl on fonction du temps de contact	52
Tableau III. 4 : Composition identifiée dans la zone 1 de charbon actif préparé à température de carbonisation T=400°C et sans activation chimique	63
Tableau III. 5 : Composition identifiée dans la zone 2 de charbon actif préparé à température de carbonisation T=400°C et sans activation chimique	64
Tableau III. 6 : Composition identifiée dans la zone 3 de charbon actif préparé à température de carbonisation T=400°C et sans activation chimique	65
Tableau III. 7 : Composition identifiée dans la zone 4 de charbon actif préparé à température de carbonisation T=400°C et sans activation chimique	66
Tableau III. 8 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée de charbon actif préparé à température de carbonisation T=400°C et sans activation chimique	66
Tableau III. 9: Composition identifiée la zone 1 de charbon actif préparé à température de carbonisation T=400°C avec activation chimique	68
Tableau III. 10 : Composition identifiée dans la zone 2 de charbon actif préparé à température de carbonisation T=400°C avec activation chimique	68
Tableau III. 11 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée de charbon actif préparé à température de carbonisation T=400°C avec activation chimique	69

Tableau III. 12 : Composition identifiée dans la zone 1 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique	71
Tableau III. 13 : Composition identifiée dans la zone 2 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique	72
Tableau III. 14 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique	73
Tableau III. 15 : Composition identifiée dans la zone 1 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique	75
Tableau III. 16: Composition identifiée dans la zone 2 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique	76
Tableau III. 17 : Composition identifiée dans la zone 3 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique	77
Tableau III. 18 : Composition identifiée dans la zone 4 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique	78
Tableau III. 19 : Composition identifiée dans la zone sélectionnée de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique	79

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 : Schéma du procédé de fabrication de charbon actif	8
Figure I.2 : Structure schématique des pores	10
Figure I.3 : Représentations schématisées d'un grain poreux.....	10
Figure I. 4 : représentation schématique de la surface interne et externe d'un charbon actif..	11
Figure I.5 : Quelques termes de base utilisés dans la technologie de l'adsorption	12
Figure I. 6 : Charbon actif se forme poudre.....	15
Figure I. 7 : Charbon actif se forme grain.....	16
Figure I.8 : Charbon actif se forme extrudé.....	17
Figure I. 9 : Charbon actif se forme Tissu.....	17
Figure I.10 : Charbon actif se forme Fibre.....	18
Figure II.1 : La pomme de pin utilisée.....	25
Figure II.2 : Oued Rekham, Ain Türk, Bouira la zone d'extraction la pomme de pin.....	25
Figure II.3 : Etuve.....	27
Figure II. 4 : Broyeur.....	28
Figure II.5 : Tamis d'ouverture comprise entre 0,25 et 1 mm.....	28
Figure II.6 : les échantillons des charbons actifs obtenus avant et après carbonisation.....	32
Figure II.7 : PH mètre utilisée.....	33
Figure II.8 : les étapes expérimentales de mesure de l'indice d'iode.....	36
Figure II.9 : Microscope électronique à balayage.....	38
Figure III.1 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=300^{\circ}\text{C}$ et le séchage en air libre (protocole 1).....	40
Figure III.2 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et le séchage en air libre (protocole 1).....	41
Figure III.3 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et le séchage en air libre (protocole 1).....	42
Figure III.4 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=300^{\circ}\text{C}$ et le séchage en air libre (protocole 2).....	43

Figure III.5 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et le séchage en air libre (protocole 2).....	44
Figure III.6 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et le séchage en air libre (protocole 2).....	45
Figure III.7 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 300°C selon le protocole (1).....	49
Figure III.8 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 400°C selon le protocole (1).....	50
Figure III.9 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 500°C selon le protocole (1).....	51
Figure III.10 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 300°C selon le protocole (2).....	53
Figure III.11 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 400°C selon le protocole (2).....	55
Figure III.12 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 500°C selon le protocole (2).....	56
Figure III.13 : Les clichés de la microscopie électronique à balayage d'échantillon de charbon active préparé selon le protocole 1 à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ sans activation chimique.....	58
Figure III.14 : Les clichés de la microscopie électronique à balayage d'échantillon de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et $C=20\%$ en NaCl.....	59
Figure III.15 : Les clichés de la microscopie électronique à balayage d'échantillon de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ sans activation chimique.....	60
Figure III.16 : Les clichés de la microscopie électronique à balayage d'échantillon de charbon actif préparé avec activation chimique avec NaCl ($C=20\%$) à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$	60
Figure III.17 : Clichés relatifs aux zones de balayage ont été explorées pour étude charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique	62
Figure III. 18 : Composition identifiée dans la zone (01) de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique	62

Figure III. 19 : Composition identifiée dans la zone (02) de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.....	63
Figure III. 20 : Composition identifiée dans la zone (03) de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique	64
Figure III. 21 : Composition identifiée dans la zone (04) de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique	65
Figure III. 22 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.....	66
Figure III.23 : Cliché relatif aux zones de balayage ont été explorées pour étude charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et avec activation chimique concentration $C(\text{NaCl})=20\%$	67
Figure III. 24 : Composition identifiée dans la zone 1 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique	67
Figure III. 25 : Composition identifiée dans la zone 2 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique	68
Figure III. 26 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique	69
Figure III.27 : Clichés relatifs aux zones de balayage ont été explorées pour étude charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique	70
Figure III. 28 : Composition identifiée dans la zone 1 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique	71
Figure III. 29 : Composition identifiée dans la zone 2 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique	72
Figure III. 30 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique	73
Figure III.31 : Clichés relatifs aux zones de balayage ont été explorées pour étude charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique concentration $C(\text{NaCl})=20\%$	74
Figure III. 32 : Composition identifiée dans la zone 1 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique	74

Figure III. 33 : Composition identifiée dans la zone 2 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique..... 75

Figure III. 34 : Composition identifiée dans la zone 3 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique 76

Figure III. 35 : Composition identifiée dans la zone 4 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique 77

Figure III. 36: Composition identifiée dans la zone sélectionnée de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique 78

TABLE DE MATIERE

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....1

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LE CHARBON ACTIF

I. Généralités sur les charbons actifs 3

I.2 Historique.....4

I.3 Matière première et procédé de fabrication.....5

I.3.1 Matière première.....5

I.3.2 Procédés de fabrication de charbon actif.....5

I.3.2.1 La carbonisation.....5

I.3.2.2 L'activation.....6

a) Activation physique(AP).....6

b) Activation chimique(CA).....7

I.4 Structures et propriétés du charbon actif.....9

I.4.1 Structure poreuse.....9

I.4.2 Surface spécifique.....11

I.4.3 Propriétés physico-chimique.....12

I.4.3.1 Adsorption.....12

I.4.3.2 PH.....12

I.4.3.3 Densité du charbon actif.....12

a) Densité apparente.....13

b) Densité réelle.....13

I.4.3.4 Distribution de la taille des pores.....13

I.4.3.4.1 Classification de la taille des pores dans le charbon actif.....13

I.5 Mécanisme d'adsorption.....14

I.5.1 Adsorption physique 14

I.5.2 Adsorption chimique.....14

I.6 Les différentes formes du charbon actif.....15

I.6.1 Charbon actif en poudre(CAP).....15

I.6.2 Charbon actif en grain(CAG).....16

I.6.3 Charbon actif extrudé(CAE).....	16
I.6.4 Charbon actif se forme tissus(ACC).....	17
I.6.5 Charbon actif se forme fibre.....	18
I.6.6 Comparaison des différentes formes de charbon actif.....	18
I.6.7 Les avantages et les inconvénients.....	19
I.6.7.1 Charbon actif en poudre(PAC).....	19
I.6.7.2 Charbon actif granulaire(GAC).....	19
I.6.7.3 Charbon actif extrudé(EAC).....	19
I.6.7.4 Fibre de charbon actif (ACF).....	20
I.6.7.5 Charbon actif se forme tissus(ACC).....	20
I.7 Application des charbons actifs.....	21

CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES

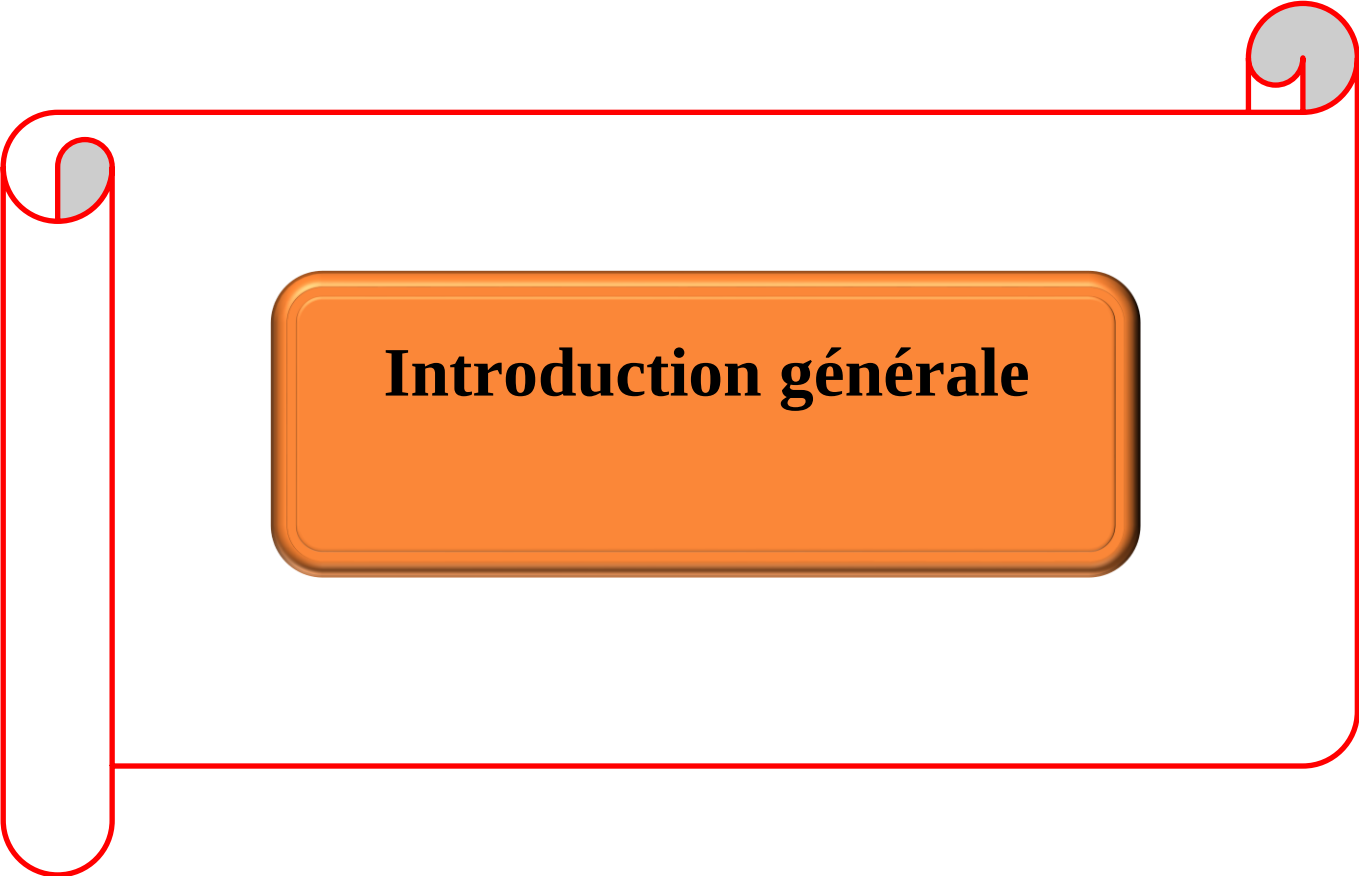
II.1 Introduction.....	23
II.2 Description de la plante.....	23
II.3 Raisons du choix de la pomme de pin.....	24
II.4 Pomme de pin utilisé dans notre étude.....	24
II.5 Différentes étapes de préparation du charbon actif, les équipements et le matériel expérimentaux utilisés	26
II.5.1 Étape 1 : traitement de la pomme de pin.....	26
II.5.1.1 Mode opératoire.....	26
II.5.1.2 Matériels et produits.....	26
II.5.2 Etape 2 : séchage.....	26
II.5.2.1 Mode opératoire.....	26
II.5.2.2 Matériel et produits.....	26
II.5.2.3 Description de l'appareil.....	27
II.5.3 Etape 3 : broyage et tamisage.....	27
II.5.3.1 Mode opératoire.....	27
II.5.3.2 Matériels et produits	28
II.5.3.3 Description de l'appareil (broyeur).....	28
II.5.4 Etape 4 : l'activation par NaCl à plusieurs concentrations	29
II.5.4.1 Mode opératoire.....	29
a) Activation par une solution de NaCl 5%.....	29
b) Activation avec une solution de NaCl 10%.....	29

c) Activation avec une solution de NaCl 15%.....	30
d) Activation avec une solution de NaCl 20%.....	30
II.5.4.2 Matériels et produits.....	31
II.5.5 Etape 5 : Carbonisation.....	31
II.5.5.1 Mode opératoire.....	31
II.5.5.2 Matériels et produits.....	32
II.5.6 Etape 6 : lavage des échantillons et mesure du PH.....	33
II.5.6.1 Mode opératoire.....	33
II.5.6.2 Matériels et produits.....	33
II.6 Méthode de caractérisation du charbon actif	34
II.6.1 Détermination du rendement.....	34
II.6.2 Détermination de l'indice d'iode.....	34
II.6.2.1 Mode opératoire.....	34
II.6.2.2 Matériels et produits.....	35
II.6.3 Analyse morphologique par microscopie électronique à balayage(MEB).....	37
II.6.3.1 Mode opératoire	37
II.6.3.2 Matériels et produits.....	37
II.6.3.3 Description de l'appareil le Quanta 650FEG.....	37
II.6.3.4 Caractéristiques techniques.....	37

Chapitre III : Résultats et DISCUSSIONS

III.1 Introduction	39
III.2 Résultats et interprétation d'effet de la température de pyrolyse sur le rendement massique du charbon actif.....	39
III.2.1 Evolution du rendement massique des différents échantillons obtenus par pyrolyse selon le protocole (1)	40
III.2.1.1 Pour T= 300°C.....	40
III.2.1.2 Pour T=400°C.....	41
III.2.1.3 Pour T=500°C.....	42
III.2.2 Evolution du rendement massique des différents échantillons obtenus par pyrolyse selon le protocole (2).....	43
III.2.2.1 Pour T=300°C.....	43
III.2.2.2 Pour T=400°C.....	44
III.2.2.3 Pour T=500°C.....	45

III.2.3 Comparaison entre deux protocoles.....	46
III.3 Résultats de l'indice d'iode	47
III.3.1 Résultats d'indice d'iode selon le protocole 1 en fonction du temps de contact.....	47
III.3.1.1 Résultats pour T=300°C.....	48
III.3.1.2 Résultats pour T=400°C.....	49
III.3.1.3 Résultats pour T=500°C.....	50
III.3.2 Résultats d'indice d'iode selon le protocole 2 en fonction du temps de contact.....	52
III.3.2.1 Résultats pour T=300°C.....	52
III.3.2.2 Résultats pour T=400°C.....	54
III.3.2.3 Résultats pour T=500°C.....	55
III.3.3 Analyse comparative entre le protocole 1 et le protocole 2.....	56
III.4 Résultats et discussion de la microscopie électronique à balayage (MEB).....	58
III.4.1 Echantillons pour température de carbonisation T=400°C.....	58
III.4.1.1 Echantillon sans activation chimique	58
III.4.1.2 Echantillon avec activation chimique (à une concentration C=20% en NaCl).....	59
III.4.2 Echantillons pour température de carbonisation T=500°C.....	59
III.4.2.1 Echantillon sans activation chimique	59
III.4.2.2 Echantillon avec activation chimique (à une concentration C=20% en NaCl).....	60
III.5 Analyse par spectroscopie à énergie dispersive (EDX).....	61
III.5.1 Echantillons pour température de carbonisation T=400°C.....	61
III.5.1.1 Echantillon sans activation chimique	61
III.5.1.2 Echantillon avec activation chimique (à une concentration C=20% en NaCl).....	67
III.5.2 Echantillons pour température de carbonisation T=500°C.....	70
III.5.2.1 Echantillon sans activation chimique.....	70
III.5.2.2 Echantillon avec activation chimique (à une concentration C=20% en NaCl).....	73
Conclusion générale.....	79
Références bibliographiques	81



Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

L'augmentation des rejets industriels contenant divers polluants émergents constitue aujourd'hui une préoccupation majeure à l'échelle mondiale en raison de leurs effets néfastes sur l'environnement et la santé humaine. Ces polluants comprennent les métaux lourds, les pesticides, les produits pharmaceutiques, les colorants, les produits pétrochimiques et de nombreux composés organiques persistants. Leur forte toxicité, leur stabilité chimique et leur faible biodégradabilité favorisent leur accumulation dans les sols, les eaux souterraines et les chaînes alimentaires. Les méthodes conventionnelles de traitement des eaux usées, notamment les procédés biologiques, ne permettent pas toujours d'éliminer efficacement ces contaminants. D'autres techniques telles que la coagulation, la filtration membranaire, l'oxydation avancée ou l'électrocoagulation sont souvent coûteuses, consommatrices d'énergie et nécessitent des opérations complexes de maintenance. Face à ces limitations, l'adsorption est devenue l'une des méthodes les plus prometteuses grâce à sa simplicité de mise en œuvre, son efficacité élevée et son coût relativement faible.

Dans ce contexte, les chercheurs se sont orientés vers l'utilisation de biosorbants issus de matières végétales. Les déchets agricoles, les résidus de plantes, les écorces, les feuilles, les fruits et d'autres biomasses végétales sont désormais considérés comme des matières premières intéressantes pour la production d'adsorbants écologiques.

Ces matériaux sont abondants, renouvelables, peu coûteux et respectueux de l'environnement. Des espèces végétales telles que le pin, l'eucalyptus, le goyavier, le flamboyant et plusieurs autres ont été utilisées avec succès pour produire des adsorbants capables d'éliminer différents polluants.

La préparation des biosorbants repose généralement sur plusieurs étapes : la collecte de la biomasse végétale, son lavage afin d'éliminer les impuretés, son séchage puis son broyage et son tamisage. Afin d'améliorer leurs propriétés adsorbantes, ces matériaux peuvent être modifiés chimiquement par traitement, ou thermiquement par carbonisation et activation. Ces traitements augmentent la porosité, la surface spécifique et le nombre de sites actifs disponibles pour l'adsorption.

Les études recensées montrent que les adsorbants végétaux possèdent une excellente capacité à éliminer les métaux lourds tels que le cadmium, le plomb, le cuivre, le chrome et le nickel.

INTRODUCTION GENERALE

Ils sont également efficaces pour l'élimination des colorants industriels, des composés pharmaceutiques, des pesticides et d'autres contaminants organiques persistants.

Le processus d'adsorption repose sur différents mécanismes. Les polluants peuvent être retenus à la surface de l'adsorbant par des forces physiques de Van der Waals, par des interactions électrostatiques, par remplissage des pores ou encore par la formation de liaisons chimiques avec les groupes fonctionnels présents à la surface du matériau.

L'une des méthodes d'adsorption traditionnelles pour éliminer les polluants de l'eau est basée sur le charbon actif. Le charbon actif est l'un des adsorbants parfaits pouvant être utiles pour éliminer plusieurs polluants.

La préparation du charbon actif repose généralement sur deux étapes principales la carbonisation de la matière première, suivie d'une activation physique ou chimique destinée à développer la structure poreuse du matériau. Les propriétés finales du charbon actif dépendent fortement de la nature du précurseur utilisé, des conditions de carbonisation et du procédé d'activation appliqué [1].

Il existe de nombreux matériaux différents, tels que le charbon, le bois et la pomme de pin, desquels on peut obtenir le charbon actif, mais un nouveau matériau alternatif à moindre coût pourrait être la pomme de pin.

La structure de la présente mémoire est organisée en trois chapitres qui suivent l'introduction et se termine par une conclusion. Un résumé de chaque chapitre est fourni, comme suit :

- ✓ Le premier chapitre aborde quelques généralités sur les charbons actifs
- ✓ Le Chapitre 2 décrit les Matériels et les Méthodes de préparation de charbon actif ainsi que les différentes analyses de caractérisations de charbon actif obtenu
- ✓ Le Chapitre 3 présente les résultats avec des discussions

CHAPITRE I

Généralité sur charbon actif



I.1 GENERALITES SUR LES CHARBONS ACTIFS

Le charbon actif est un matériau carboné hautement poreux, largement utilisé comme adsorbant dans de nombreux domaines environnementaux et industriels. Grâce à sa surface spécifique très développée, pouvant atteindre plusieurs milliers de mètres carrés par gramme, ainsi qu'à sa structure poreuse complexe, il possède une capacité remarquable à retenir diverses substances dissoutes ou gazeuses. Face à l'augmentation de la pollution des eaux par les métaux lourds issus des activités industrielles telles que la métallurgie, l'exploitation minière, l'industrie textile, les tanneries et la fabrication d'engrais, le développement de technologies efficaces de traitement des effluents est devenu une nécessité environnementale majeure. Les métaux lourds, notamment le plomb (Pb), le cadmium (Cd), le chrome (Cr), le nickel (Ni), le mercure (Hg) et l'arsenic (As), sont des polluants non biodégradables pouvant s'accumuler dans les organismes vivants et provoquer de graves effets toxiques sur la santé humaine et les écosystèmes aquatiques. Parmi les différentes techniques de traitement des eaux contaminées, l'adsorption est considérée comme l'une des méthodes les plus efficaces en raison de sa simplicité, de son faible coût d'exploitation, de sa flexibilité et de son rendement élevé. Dans ce contexte, le charbon actif s'impose comme l'un des adsorbants les plus performants grâce à sa forte porosité, sa grande surface spécifique et la présence de nombreux groupes fonctionnels de surface capables d'interagir avec les polluants. Le charbon actif peut être produit à partir de diverses matières premières riches en carbone, notamment les déchets agricoles, forestiers, industriels et municipaux. La valorisation de ces biomasses résiduelles permet non seulement de réduire les coûts de production du charbon actif, mais également de contribuer à la gestion durable des déchets. Des matériaux tels que les coques de noix de coco, les noyaux de fruits, les résidus de cultures, les sciures de bois et les cônes de pin ont été largement étudiés pour la fabrication de charbons actifs à haute performance. La préparation du charbon actif repose généralement sur deux étapes principales la carbonisation de la matière première sous atmosphère inerte, suivie d'une activation physique ou chimique destinée à développer la structure poreuse du matériau. Les propriétés finales du charbon actif dépendent fortement de la nature du précurseur utilisé, des conditions de carbonisation et du procédé d'activation appliqué. Grâce à ses excellentes propriétés adsorbantes, le charbon actif est aujourd'hui utilisé dans le traitement des eaux usées, la purification de l'eau potable, la dépollution des effluents industriels, le traitement de l'air, la récupération de composés chimiques et de nombreuses applications médicales et environnementales. Son efficacité dans l'élimination des métaux lourds en fait un matériau de

choix pour la protection des ressources en eau et le développement de solutions durables de traitement des pollutions. [2]

I.2 HISTORIQUE

Dans l'Antiquité, vers 1500 avant J.-C., le charbon actif était déjà utilisé à des fins médicinales. Plus tard, en 1773, Scheele découvrit le phénomène d'adsorption du charbon actif. L'évolution de la production et des applications du charbon actif est présentée ci-dessous. Au XVIIIe siècle, Scheele (1773) fut l'un des premiers à reconnaître le pouvoir adsorbant du charbon en mettant en évidence l'adsorption des gaz à la surface du charbon [3]. Lowitz (1785) étudia l'utilisation du charbon pour la décoloration de diverses solutions aqueuses. Il s'agit de la première application du charbon en phase liquide [4]. Kehl (1793) découvrit que le charbon préparé à partir de tissus animaux pouvait être utilisé pour éliminer la couleur des solutions aqueuses [5]. En 1794, une entreprise sucrière anglaise utilisa du charbon dérivé du bois pour la décoloration des sirops de sucre [6]. Au XIXe siècle, Delessert (1805) démontra l'efficacité du charbon dans la décoloration des jus de betterave sucrière [7]. Bussy (1822) prépara le premier charbon actif obtenu par une combinaison d'activation physique et chimique, en chauffant du sang avec de la potasse. Ce charbon était environ cinquante fois plus efficace que le noir d'os [8]. Stenhouse (1856) produisit un charbon en chauffant un mélange de farine, de goudron et de carbonate de magnésium [9]. **Liposome (1862)** développa un charbon destiné à la purification de l'eau potable [10]. **Hunter (1865)** prépara du charbon actif à partir de coques de noix de coco et étudia l'adsorption des gaz sur ce matériau [11]. **Winser (1868)** produisit du charbon actif à partir de déchets de papeterie chauffés en présence de phosphates [12].

Au XXe siècle, **Ostrejko (1900)** développa le charbon actif commercial grâce à deux procédés : (a) l'utilisation de chlorures métalliques avant la carbonisation et (b) l'oxydation sélective du charbon de bois par le dioxyde de carbone à haute température [13]. En 1911, en utilisant la méthode d'Ostrejko, le premier charbon actif fut produit industriellement et commercialisé sous le nom commercial « Epoin », principalement pour la décoloration dans les raffineries de sucre [14]. **Wunch (1913)** démontra que le pouvoir décolorant du charbon Epoin augmentait après traitement au chlorure de zinc [15]. Entre 1914 et 1918, durant la Première Guerre mondiale, l'utilisation de gaz toxiques affectant le système respiratoire des militaires conduisit au développement de charbons actifs à base de coques de noix de coco pour les masques de protection [16]. Enfin, **Kubelka (1931)** étudia le

phénomène de sorption sur le charbon actif en l'expliquant par le mécanisme de condensation capillaire [17].

I.3 MATIERE PREMIERE ET PROCEDE DE FABRICATION

I.3.1 Matière première

Le charbon actif (CA) peut être élaboré à partir de diverses matières premières riches en carbone et contenant une faible proportion de composés minéraux. Parmi les précurseurs les plus couramment utilisés figurent le bois, le charbon de bois, les coques de noix de coco, le lignite, la tourbe, ainsi que certains polymères synthétiques et résidus issus de l'industrie pétrolière. D'autres ressources alternatives font également l'objet de recherches, notamment les résidus de café et les boues issues des stations d'épuration. Grâce à la grande diversité des matières premières disponibles, le charbon actif constitue un matériau relativement économique à produire. Par ailleurs, la valorisation des sous-produits industriels et des déchets agricoles pour la fabrication du charbon actif s'inscrit dans une démarche de développement durable. Cette approche contribue à la réduction des déchets tout en favorisant leur transformation en matériaux à forte valeur ajoutée. [18]

I.3.2 Procédés de fabrication de charbon actif

La fabrication du charbon actif repose généralement sur deux étapes essentielles : **la carbonisation et l'activation**. La carbonisation permet de transformer la matière première en une structure carbonée par traitement thermique en atmosphère contrôlée. Tandis que l'activation vise à développer la porosité et à augmenter la surface spécifique du matériau afin d'améliorer ses propriétés adsorbantes. Ces procédés déterminent les caractéristiques finales du charbon actif et son efficacité dans les différentes applications de traitement et de purification. [18]

I.3.2.1 La carbonisation

L'objectif principal de la carbonisation est de diminuer la teneur en matières volatiles du précurseur afin de le transformer en un matériau apte à subir l'étape d'activation. Au cours de ce procédé, la proportion de carbone dans le produit obtenu peut atteindre environ 80 %. La carbonisation entraîne l'élimination de la majorité des éléments non carbonés, principalement l'hydrogène et l'oxygène, sous forme de composés gazeux issus de la décomposition pyrolytique de la matière première. Parallèlement, les atomes de carbone se réorganisent pour former des structures cristallographiques ordonnées appelées cristallites graphitiques

élémentaires. Pour les matériaux lignocellulosiques, la carbonisation débute généralement à des températures supérieures à 170 °C et s'achève entre 500 et 600 °C. La vitesse de pyrolyse dépend fortement de la teneur en humidité de la matière première. D'autres paramètres, tels qu'un chauffage homogène et le contrôle de la température de carbonisation, jouent également un rôle déterminant. Une température excessive peut en effet altérer la qualité du matériau obtenu. Le produit issu de la carbonisation présente généralement une faible capacité d'adsorption, en raison d'une surface interne peu développée et d'une porosité encore limitée. Cette faible performance absorbative peut s'expliquer par la présence résiduelle de goudrons formés au cours de la pyrolyse, lesquels demeurent partiellement piégés dans les pores situés entre les cristallites ainsi qu'à leur surface. [19]

I.3.2.2 L'activation

L'activation est une étape essentielle qui vise à développer la structure poreuse du matériau et à créer des fonctions de surface. Ces dernières sont responsables des interactions entre le solide et les molécules adsorbées, ce qui permet d'augmenter la capacité d'adsorption du charbon actif. Généralement, l'activation s'effectue à haute température, conduisant à l'obtention d'un matériau poreux dont la masse est inférieure à celle du solide initial. Cette diminution de masse correspond au degré d'activation, appelé « **burn-off** ». Ce paramètre caractérise le développement de la porosité et s'exprime par la relation suivante :

$$\text{Burn-off (\%)} = (\text{Masse initiale} - \text{Masse finale}) / \text{Masse}(\text{initiale}) \times 100$$

L'activation peut être physique, chimique ou mixte. [20]

a) *L'activation physique (AP)*

L'activation physique (AP), également appelée activation thermique, consiste, après carbonisation à 500–600 °C de matières premières riches en carbone, à faire passer de la vapeur d'eau, du CO₂ et de l'air comme agents oxydants à 800–1100 °C à travers l'échantillon carbonisé. Du charbon actif a été produit par la méthode d'activation thermique (à la vapeur) : 450 g de coques de jatropha séchées, lavées et pulvérisées, mélangées à 100 ml d'eau, ont été carbonisées dans un four à moufle à 800 °C pendant une heure. **Ghouma et al. (2015)** ont préparé du charbon actif à partir de noyaux d'olive par carbonisation sous atmosphère d'azote, suivie d'une activation physique à la vapeur d'eau à 750 °C pendant 360 minutes. Le charbon actif peut également être produit par la méthode d'activation physique à partir de divers matériaux

lignocellulosiques tels que le chêne, les épis de maïs, les résidus de maïs, les enveloppes de maïs, les enveloppes de riz, la paille de riz, les coques d'amandes, les enveloppes d'arachides, les noyaux d'olives et les coques de noix de pécan. [20]

b) L'activation Chimique (CA)

L'activation chimique est l'une des méthodes les plus efficaces et les plus utilisées pour la production du charbon actif, en raison de sa capacité à développer une structure hautement poreuse et une grande surface spécifique. Cette technique repose sur l'utilisation d'agents chimiques tels que l'acide chlorhydrique (HCl), l'acide sulfurique (H₂SO₄), l'acide phosphorique (H₃PO₄), l'acide nitrique (HNO₃), l'hydroxyde de potassium (KOH) ou encore le chlorure de zinc (ZnCl₂).

Ces composés interviennent comme agents déshydratants et oxydants, favorisant la décomposition de la matière première et la formation d'un réseau poreux développé.

Contrairement à l'activation physique, la carbonisation et l'activation se déroulent simultanément, ce qui simplifie le procédé et améliore son efficacité. La température de carbonisation constitue un paramètre essentiel, car elle influence directement les propriétés texturales du charbon actif, ce qui simplifie le procédé et améliore son efficacité. La température de carbonisation constitue un paramètre essentiel, car elle influence directement les propriétés texturales du charbon actif. Une augmentation de cette température favorise généralement le développement de la surface spécifique et du volume poreux lorsque l'activation est réalisée avec le KOH, tandis qu'une température excessive peut entraîner une dégradation de la structure carbonée dans le cas d'une activation au ZnCl₂. Un exemple de ce procédé consiste à préparer un charbon actif à partir de coques de jatropha séchées. Celles-ci sont imprégnées d'acides concentrés selon un rapport massique déterminé, puis chauffées à une température de 185 ± 5 °C pendant 25 heures afin d'assurer simultanément la carbonisation et l'activation. Le matériau obtenu est ensuite lavé avec une solution de bicarbonate de sodium et de l'eau distillée afin de neutraliser les résidus acides, puis séché à 105 ± 5 °C pendant huit heures avant d'être tamisé pour obtenir des particules de (250 à 500 µm). Les observations au microscope électronique montrent que cette méthode entraîne un élargissement significatif des pores grâce à l'élimination des composés volatils, ce qui améliore considérablement la capacité d'adsorption du charbon actif. Les matériaux activés par voie acide présentent ainsi des rendements supérieurs à ceux obtenus par activation au chlorure de zinc, à la vapeur d'eau ou à l'hydroxyde de sodium. Une autre application de cette méthode concerne la fabrication de charbon actif en poudre à partir de cônes de pin broyés.

Après tamisage, la matière première est imprégnée d'acide phosphorique puis soumise à un traitement thermique sous atmosphère inerte d'azote en deux étapes successives, à 170 °C puis à 500 °C pendant une heure chacune. Après refroidissement, le charbon actif est lavé à l'eau distillée chaude et séché afin d'obtenir un matériau présentant une porosité élevée et une bonne capacité d'adsorption. L'activation chimique présente plusieurs avantages, notamment une température de traitement plus faible que celle de l'activation physique, un rendement de production élevé, une consommation énergétique réduite, un développement important de la porosité ainsi qu'un temps d'activation relativement court. Toutefois, cette méthode comporte également certaines limites, en particulier le coût des agents chimiques utilisés et la nécessité d'effectuer une étape supplémentaire de lavage afin d'éliminer les résidus de réactifs et d'obtenir un charbon actif de haute qualité. [20]

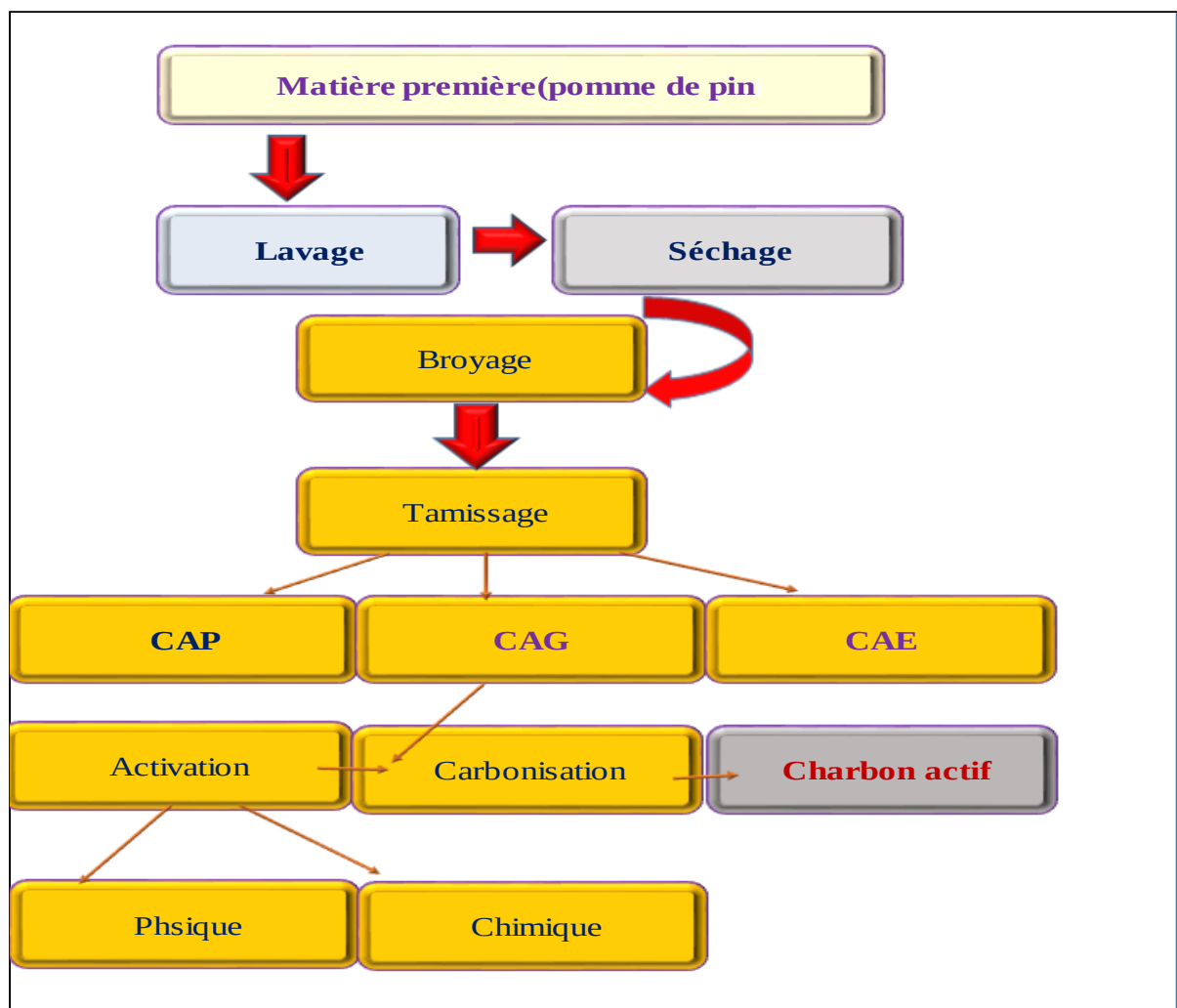


Figure I.1 : Schéma du procédé de fabrication de charbon actif

I.4 STRUCTURES ET PROPRIETES DU CHARBON ACTIF

I.4.1 Structure poreuse

La texture et les caractéristiques chimiques du charbon actif évoluent de manière significative tout au long des processus thermiques qui comprennent la carbonisation (ou calcination) suivie de l'étape d'activation. La configuration d'un solide poreux se définit essentiellement par deux paramètres majeurs : la porosité ainsi que la surface spécifique, qui dépend directement du volume poreux global [21]. Suivant la classification officielle de l'IUPAC [22], cette porosité est segmentée en trois domaines fondamentaux décrits dans le tableau ci-dessous :

Tableau I.1 : Distribution de la taille des pores selon l'IUPAC [22]

Dénomination	Diamètre (Å°)
macropores	➤ 500
Mésopores	20 - 500
Micropores	< 20

Les micropores et les mésopores se forment sous l'action de taux de combustion (Burn-off) inférieurs à 50%. Lorsque ce degré d'activation est dépassé, la création et l'élargissement des micropores s'effectuent principalement au détriment des structures micro- et mésoporeuses déjà existantes [23]. De plus, les micropores présents au niveau des fibres de carbone activé peuvent être répartis en trois sous- catégories distinctes [24] présentées dans le tableau suivant :

Tableau I.2 : Distribution de la taille des micropores d'une fibre du charbon activé [24]

Dénomination	Diamètre (Å°)
Micropore	14-20
Supermicropore	7-14
Ultramicropore	< 7

Sur le plan fonctionnel, les macropores agissent comme des voies d'accès majeures permettant au fluide de pénétrer jusqu'à la surface interne du charbon actif. Les mésopores facilitent ensuite le transport et la diffusion de ce fluide, tandis que les micropores engendrent parfois une résistance au transfert de matière, ce qui constitue généralement le facteur limitant dans le cas des adsorbants granulaires. On note que la présence de micropores représente les sites d'adsorption effectifs. On note que la présence de macropores engendrent parfois une résistance au transfert de matière, ce qui constitue généralement le facteur limitant dans le cas des adsorbants granulaires.

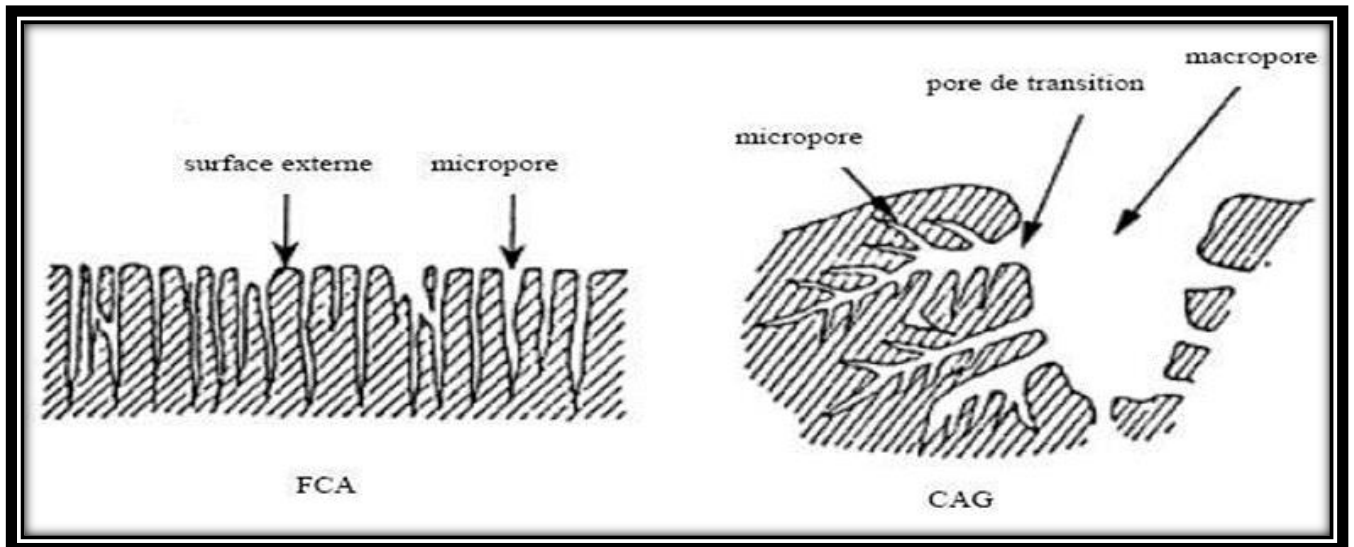


Figure I.1 : Structure schématique des pores [25]

La structure poreuse du charbon actif, qu'il soit sous forme de grains ou de poudre, est fondamentalement hétérogène et englobe un réseau mixte de macro-, méso- et micropores. À l'inverse, la structure poreuse des fibres de carbone activé s'avère nettement plus homogène et uniforme [25].

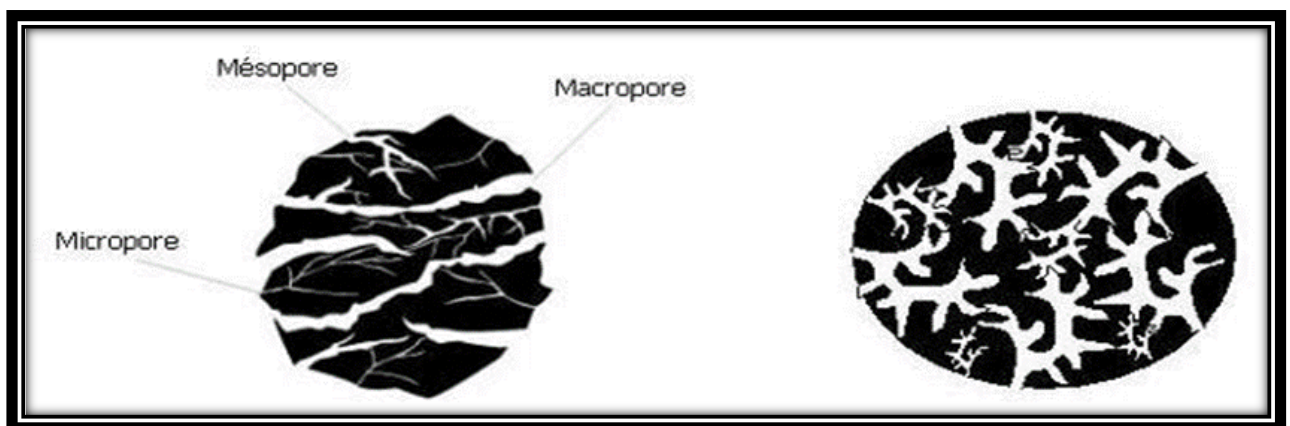


Figure I.3 : Représentations schématisées d'un grain poreux.

Enfin, l'évaluation de la distribution de la taille des pores permet de corrélérer la surface spécifique avec les diamètres des pores. Il s'agit d'un indicateur clé pour identifier et comprendre la morphologie des solides poreux.

I.4.2 Surface spécifique

La surface spécifique représente l'aire totale disponible par unité de masse (m^2/g) accessible aux molécules pour former une monocouche d'adsorbat. Pour le charbon actif, cette surface est essentiellement créée par les micro- et mésopores et varie généralement entre 500 et 2500 m^2/g . Elle est déterminée à basse température par adsorption-désorption d'azote à 77 K selon la théorie de Brunauer, Emmett et Teller (méthode BET) [26]. De plus, cette texture poreuse se divise en une surface interne (microporeuse), liée au volume des micropores [27], et une surface externe (non-microporeuse) comprenant les parois des mésopores, des macropores et des feuillets aromatiques, qui varie entre 10 et 200 m^2/g .

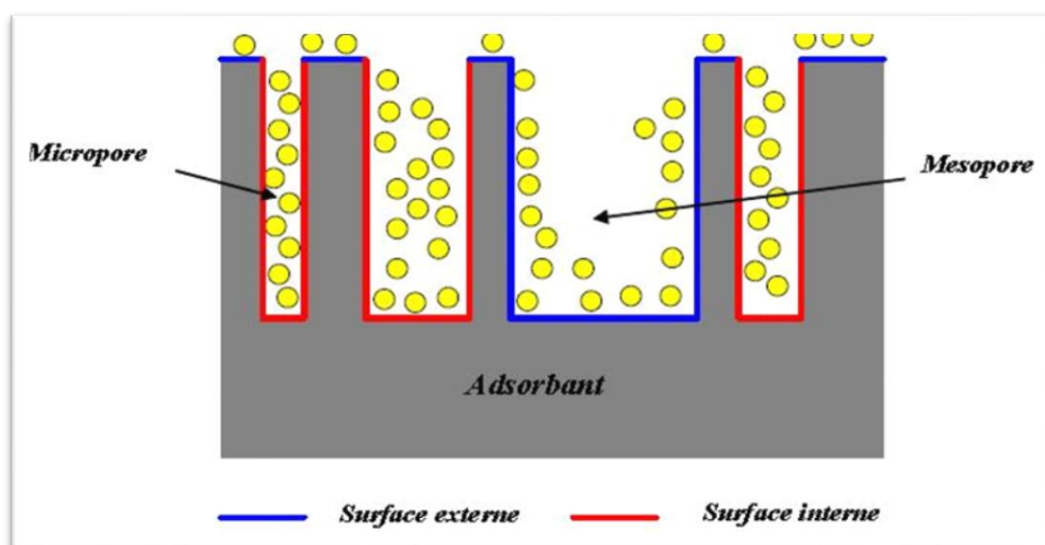


Figure I. 4 : représentation schématique de la surface interne et externe d'un charbon actif

I.4.3 Propriétés physico-chimique

I.4.3.1 Adsorption

L'adsorption est un phénomène de surface caractérisé par l'interaction entre deux phases distinctes. Ce processus se traduit par le transfert d'une molécule fluide (qu'elle soit à l'état liquide ou gazeux) vers une surface solide, conduisant à la formation d'une couche d'interface. Cette interaction peut être de nature physique ou chimique [28]. L'adsorbant dispose de sites actifs répartis sur sa surface externe ainsi qu'à l'intérieur de ses pores, permettant la fixation des molécules d'adsorbat. Selon l'intensité des interactions intermoléculaires entre les molécules d'adsorbat elles-mêmes, cette fixation peut s'effectuer en monocouche ou en multicouches.

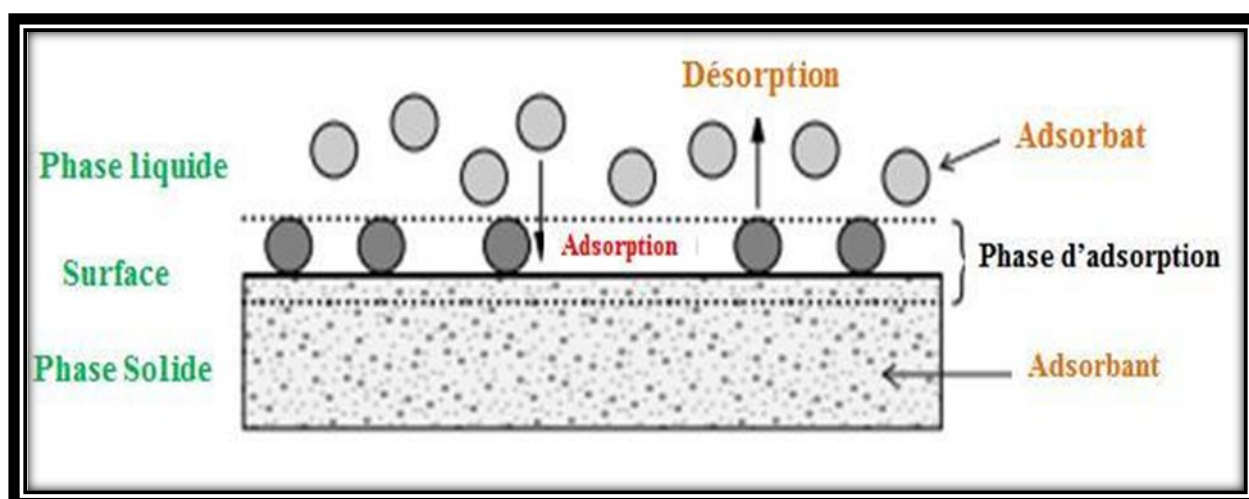


Figure I.5 : Quelques termes de base utilisés dans la technologie de l'adsorption [29]

I.4.3.2 PH

Le pH est un paramètre déterminant de l'adsorption, car il influence directement la structure de l'adsorbant, l'état de spéciation des solutés et, par extension, le mécanisme réactionnel global. Les variations de concentration en protons (H^+), induites par le matériau ou le milieu, modifient la disponibilité des sites d'échange en surface et favorisent l'émergence de nouvelles espèces chimiques au sein de la phase liquide, modulant ainsi l'efficacité du processus d'adsorption. [30]

I.4.3.3 Densité du charbon actif

La densité du charbon actif est un paramètre clé dans le dimensionnement des systèmes d'adsorption, puisqu'elle détermine la quantité de matériau requise en termes de masse et de

volume pour une application spécifique. Cette propriété est généralement distinguée en deux types principaux. [31]

a. Densité apparente

La densité apparente correspond à la masse de charbon actif par unité de volume, en tenant compte des espaces vides présents entre les particules. Elle est influencée par plusieurs facteurs, notamment la taille et la forme des particules ainsi que leur degré de compactage. En général, le charbon actif en grains (CAG) présente une densité apparente comprise entre 0,40 et 0,60 g/cm³, tandis que le charbon actif en poudre (CAP) possède une densité légèrement plus faible, variant de 0,38 à 0,45 g/cm³. Quant au charbon actif en colonne, sa densité apparente se situe généralement entre 0,45 et 0,65 g/cm³, une plage de valeurs comparable à celle du charbon actif en grains. [31]

b. Densité réelle

La densité réelle représente la masse de charbon actif rapportée à son volume propre, en excluant les vides interarticulaires et les pores internes. Elle dépend essentiellement de la matière première et des conditions du procédé d'activation. Les valeurs de densité réelle du charbon actif se situent généralement entre 2,0 et 2,2 g/cm³. [31]

I.4.3.4 Distribution de la taille des pores

La distribution de la taille des pores correspond à la répartition des pores de différentes dimensions au sein de la structure du charbon actif. La taille des pores est généralement exprimée en nanomètres (nm) ou en angströms (Å), avec la relation suivante : 1 nm = 10 Å. Grâce à sa structure hautement poreuse et à sa très grande surface spécifique, le charbon actif est reconnu comme un excellent matériau adsorbant. Les caractéristiques de sa porosité, notamment la taille et la distribution des pores, influencent directement sa capacité d'adsorption ainsi que son efficacité dans l'élimination des différents polluants. Ainsi, une distribution adaptée des tailles de pores favorise l'accessibilité des molécules aux sites actifs et améliore les performances globales du matériau. [32]

I.4.3.4.1 Classification de la taille des pores dans le charbon actif

Selon leur diamètre, les pores du charbon actif se divisent généralement en trois catégories [32] :

- **Micropores** : Les micropores sont des pores dont le diamètre est inférieur à 2 nm. Ils résultent principalement de la structure microcristalline de type graphitique du charbon actif et constituent les principaux sites d'adsorption des molécules de petite taille. Grâce à leur grande surface interne, ils confèrent au charbon actif une capacité d'adsorption élevée. Le charbon actif issu de coquilles de noix de coco, caractérisé par une forte proportion de micropores, est particulièrement reconnu pour son excellente efficacité dans l'adsorption des petites molécules et des contaminants présents en phase gazeuse ou aqueuse. [32]
- **Mésopores** : Les mésopores sont des pores dont le diamètre est compris entre 2 et 50 nm. Ils sont généralement créés par les espaces existant entre les particules de charbon actif ou par l'élargissement et la transformation de certains micropores au cours du procédé d'activation. Grâce à leurs dimensions intermédiaires, ils facilitent la diffusion des adsorbats vers les sites actifs et offrent une excellente capacité d'adsorption pour les molécules de taille moyenne. [32]
- **Macropores** : Pores dont le diamètre est supérieur à 50 nm. Les macropores sont principalement formés par l'empilement de particules de charbon actif et servent de voies d'accès pour les molécules d'adsorbat à l'intérieur du charbon actif. [32]

I.5 MECANISME D'ADSORPTION

Le phénomène d'adsorption peut être classé en deux types principaux : l'adsorption physique (Physisorption) et l'adsorption chimique (Chemisorption), selon la nature des interactions qui se produisent entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant. [33]

I.5.1 Adsorption physique

L'adsorption physique, également appelée physisorption, est un phénomène basé sur l'existence d'interactions faibles entre les molécules de l'adsorbat et la surface de l'adsorbant. Ces interactions sont principalement dues aux forces de Van der Waals. Dans ce type d'adsorption, aucune modification de la structure chimique de l'adsorbat ou de l'adsorbant n'est observée. Elle est généralement réversible, ce qui facilite la désorption des molécules adsorbées. La physisorption peut également conduire à la formation de plusieurs couches de molécules à la surface du matériau. [33]

I.5.2 Adsorption chimique

L'adsorption chimique, appelée aussi chimisorption, est un processus caractérisé par la formation de liaisons chimiques entre les molécules de l'adsorbat et les sites actifs présents à

la surface de l'adsorbant. Ces liaisons peuvent être de nature covalente ou ionique et résultent d'un échange ou d'un partage d'électrons. Contrairement à l'adsorption physique, la chimisorption est plus forte et moins réversible, ce qui rend la désorption de l'adsorbat plus difficile. Ce type d'adsorption se produit généralement sous forme d'une monocouche de molécules et dépend fortement des propriétés chimiques de la surface de l'adsorbant.

La détermination du type d'adsorption peut être réalisée à travers l'étude des paramètres thermodynamiques, des isothermes d'équilibre et de la cinétique d'adsorption afin de comprendre le mécanisme mis en jeu. [33]

I.6 LES DIFFERENTES FORMES DU CHARBON ACTIF

Le charbon actif peut se présenter sous plusieurs formes physiques selon son procédé de fabrication et son domaine d'application. Les principales formes rencontrées sont le charbon actif en poudre (PAC), le charbon actif granulaire (GAC), les fibres de charbon actif (ACF) et les tissus de charbon actif (ACC). [20] les charbons actifs extrudés (CAE). [36]

I.6.1 Charbon actif en poudre (CAP)

Le charbon actif en poudre (Powdered Activated Carbon, PAC) est composé de particules très fines dont la taille est généralement inférieure à **0,177 mm** Il peut être préparé à partir de matières premières telles que la sciure de bois. Lors de son utilisation, le PAC est directement mélangé au liquide contaminé afin de favoriser l'adsorption des polluants. Une fois le traitement terminé, il est généralement séparé puis éliminé. Bien que son efficacité d'adsorption soit élevée grâce à la finesse de ses particules, les opérations de séparation et de décantation sont souvent plus lentes que pour le GAC. [20]



Figure I. 6 : Charbon actif se forme poudre. [34]

I.6.2 Charbon actif en grain (CAG)

Le charbon actif granulaire (*Granular Activated Carbon, GAC*) est constitué de particules de forme irrégulière dont la taille varie généralement entre **0,2 et 5 mm**. Il est obtenu par activation directe de la matière première ou après une étape d'agglomération. Ce type de charbon actif est souvent fabriqué à partir de matériaux durs, notamment les **coques de noix de coco**. Les particules utilisées sont généralement retenues sur un tamis de **80 mailles**, correspondant à une taille d'environ **0,177 mm**. Après utilisation, le GAC peut être régénéré et réutilisé. Grâce à sa bonne résistance mécanique, il est largement utilisé comme garnissage de colonnes pour le traitement des liquides et des gaz. [20]



Figure I. 7 : Charbon actif se forme grain [35]

I.6.3 Le charbon actif extrudé (CAE)

Est de forme cylindrique avec des diamètres allant de 0.8 mm à 5 mm. Il est principalement utilisé pour des applications en phase gazeuse à cause de sa faible perte de charge, de sa grande résistance mécanique et de sa faible teneur en poussières. [36]



Figure I.8 : Charbon actif se forme extrudé [37]

I.6.4 Le charbon actif se forme Tissus (ACC)

Les tissus de charbon actif (Activated Carbon Cloths, **ACC**) sont élaborés à partir de précurseurs tels que la rayonne viscose ou certains composés phénoliques. Ils ont été développés pour la première fois au début des années 1970. Ces matériaux constituent des adsorbants performants grâce à leur grande flexibilité de contact, leur efficacité élevée et leur faible perte de charge au cours des procédés de traitement. [20]



Figure I. 9 : Charbon actif se forme Tissu [38]

I.6.5 Le charbon actif se forme fibre

Les fibres de charbon actif (Activated Carbon Fibres, ACF) sont obtenues à partir de substances polymériques homogènes. Contrairement au PAC et au GAC, elles présentent une distribution mono disperse des pores, c'est-à-dire une répartition relativement uniforme de leur taille. Leur forme fibreuse favorise l'adsorption intra particulaire et améliore le contact entre la surface absorbante et le milieu aqueux. Cette caractéristique leur confère une cinétique d'adsorption rapide et une grande efficacité. [20]

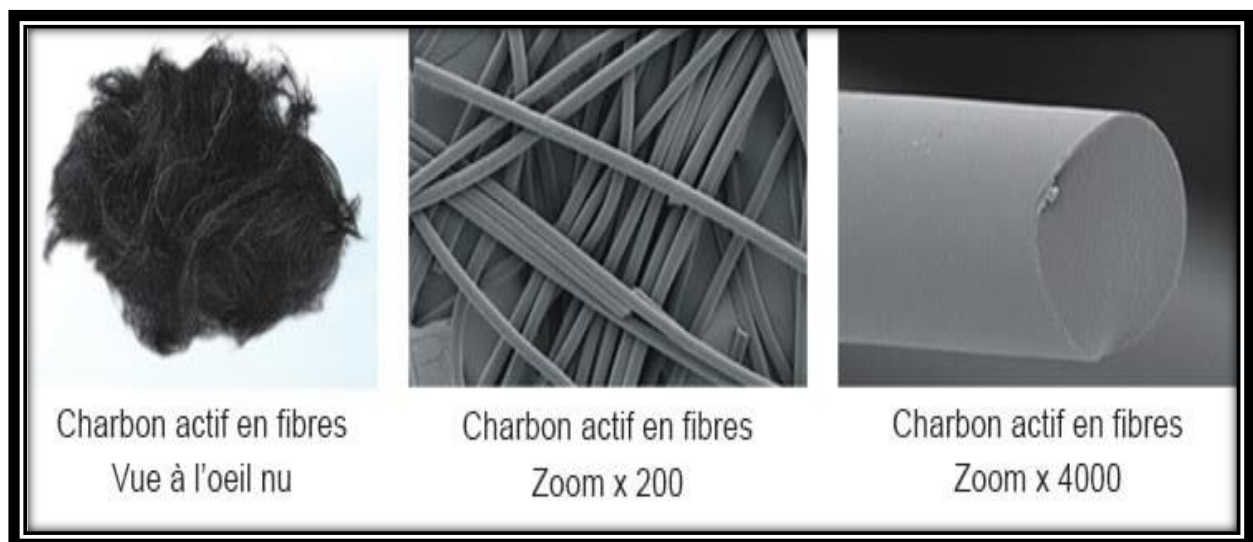


Figure I.10 : Charbon actif se forme Fibre [39]

I.6.6 Comparaison des différentes formes de charbon actif

Parmi les différentes formes disponibles, le charbon actif en poudre (PAC), le charbon actif granulaire (GAC) et le charbon actif extrudé (EAC) sont les plus largement utilisés dans les procédés de traitement des eaux et des gaz. Le PAC est particulièrement adapté aux traitements discontinus nécessitant une forte capacité d'adsorption grâce à sa grande surface spécifique et à sa granulométrie fine. Le GAC est privilégié dans les systèmes à colonnes en raison de sa bonne résistance mécanique, de sa faible perte de charge et de sa possibilité de régénération et de réutilisation. Quant au charbon actif extrudé, fabriqué sous forme de cylindres ou de pastilles, il présente une excellente résistance mécanique, une faible production de poussières et une perte de charge réduite, ce qui le rend particulièrement adapté aux procédés continus de purification des gaz, de récupération des solvants et de traitement de l'air. Les fibres de charbon actif (ACF) et les tissus de charbon actif (ACC), bien que moins répandus, offrent des performances élevées dans des applications spécifiques

nécessitant une adsorption rapide, une grande accessibilité des pores et une faible perte de charge. [20]

I.6.7 Les avantages et les inconvénients

I.6.7.1 Charbon actif en poudre (PAC)

➤ **Avantages**

- Grande surface spécifique et adsorption rapide.
- Coût relativement faible.
- Facile à doser dans les traitements d'urgence ou discontinus.
- Très efficace pour éliminer les micropolluants organiques.

➤ **Inconvénients**

- Difficulté de séparation après traitement.
- Régénération peu économique et rarement pratiquée.
- Production de boues nécessitant une gestion spécifique.
- Risque de formation de poussières. [40,41]

I.6.7.2 Charbon actif granulaire (GAC)

➤ **Avantages**

- Peut-être régénéré et réutilisé plusieurs fois.
- Faible perte de charge dans les colonnes d'adsorption
- Adapté aux procédés continus de traitement des eaux et des gaz.
- Bonne résistance mécanique.

➤ **Inconvénients**

- Cinétique d'adsorption plus lente que le PAC.
- Investissement initial plus élevé.
- Colmatage possible en présence de matières en suspension. [41,42]

I.6.7.3 Charbon actif extrudé (EAC)

➤ **Avantages**

- Excellente résistance mécanique.
- Très faible production de poussières.
- Faible perte de charge grâce à sa forme cylindrique.

- Idéal pour la purification des gaz, la récupération des solvants et le traitement de l'air.

➤ **Inconvénients**

- Fabrication plus complexe et coût plus élevé.
- Moins utilisé pour le traitement des eaux.
- Surface spécifique parfois légèrement inférieure à celle du PAC selon le procédé de fabrication. [42,43]

I.6.7.4 Fibres de charbon actif (ACF)

➤ **Avantages**

- Surface spécifique très élevée.
- Adsorption extrêmement rapide.
- Grande accessibilité des pores.
- Excellentes performances pour les faibles concentrations de polluants.

➤ **Inconvénients**

- Coût de production élevé.
- Faible résistance mécanique par rapport au GAC.
- Utilisation limitée à des applications spécifiques. [44,45]

I.6.7.5 Charbon actif se forme Tissu (ACC)

➤ **Avantages**

- Grande flexibilité et légèreté.
- Très faible perte de charge.
- Adsorption rapide.
- Facile à intégrer dans les filtres et équipements de protection.

➤ **Inconvénients**

- Prix élevé.
- Capacité d'adsorption totale généralement inférieure à celle des formes granulaires pour les applications à grande échelle.
- Utilisation principalement dans des applications spécialisées. [44,45]
- Facile à intégrer dans les filtres et équipements de protection.

I.7 APPLICATIONS DES CHARBONS ACTIFS

Le charbon actif est un matériau largement exploité dans le domaine de l'adsorption. Ses propriétés structurales uniques expliquent son vaste spectre d'applications, notamment dans les procédés de traitement de l'eau et de l'air. Il est principalement utilisé comme agent adsorbant au sein des stations de production d'eau potable. De nombreuses investigations scientifiques ont démontré l'efficacité du charbon actif pour éliminer une grande diversité de polluants présents dans les eaux à traiter, à l'instar du phénol [46], du naphthalène [47], du parachlorophénol [48], de l'ibuprofène [49], de colorants tels que la tyrosine [50] et le bleu de méthylène [51], ainsi que des composés inorganiques comme les métaux lourds [52-53].

L'élimination par adsorption sur charbon actif est particulièrement adaptée au traitement des micropolluants se trouvant à l'état de traces ou à de faibles concentrations. En effet, la présence de fortes concentrations de polluants sature rapidement la surface adsorbant, ce qui impose des cycles de réactivation fréquents et potentiellement onéreux.

D'une manière générale, le charbon actif intervient essentiellement au niveau du traitement tertiaire (avancé) dans les filières d'épuration et de raffinage des eaux, ou pour l'extraction et la récupération sélective des métaux lourds issus des effluents liquides industriels.

Au-delà de ses applications en milieu aqueux, le charbon actif est fréquemment employé pour l'épuration de l'air chargé en composés organiques volatils (COV). On peut citer, à titre d'exemple, la récupération du toluène dans l'industrie de l'héliogravure ou du perchloroéthylène dans les secteurs du dégraissage et du nettoyage à sec. Son utilisation dans le traitement des effluents gazeux vise également à neutraliser les gaz nocifs, tels que les composés soufrés (H_2S et SO_2) et les composés azotés (NH_3 et NO_2) rejetés par les industries polluantes.

De plus, le charbon actif est couramment utilisé comme support catalytique en raison de sa surface spécifique élevée, laquelle favorise une excellente dispersion de la phase métallique, souvent synonyme d'une activité catalytique accrue. Ainsi, les charbons actifs servent de supports pour des métaux nobles [54-55], des oxydes métalliques [56-57] ou des systèmes bimétalliques [58].

Enfin, le charbon actif peut agir directement en tant que catalyseur propre. Sa grande surface spécifique et sa microporosité développée offrent, respectivement, un grand nombre de sites actifs requis pour la réaction catalytique ainsi qu'un volume de stockage important [59]. Bien que l'adsorption se produise majoritairement au niveau des micropores, les mésopores et les

macropores jouent un rôle crucial en tant que voies de transport pour acheminer les réactifs et évacuer les produits de réaction à travers le lit catalytique.

CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES



II.1 INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous présentons tout d'abord la matière première végétale utilisée pour la préparation du charbon actif, ainsi que les raisons de son choix comme précurseur. Ensuite, nous détaillons les différentes étapes de préparation du charbon actif, notamment le broyage, le séchage, l'activation et la carbonisation, qui jouent un rôle essentiel dans l'obtention d'un matériau possédant des propriétés adsorbants optimales. Par la suite, nous décrivons les équipements et le matériel expérimentaux utilisés au cours de cette étude, tels que les étuves, les fours, les agitateurs et le pH-mètre, en précisant leur rôle dans les différentes phases du procédé de préparation et de caractérisation. Enfin, nous présentons les principes théoriques et les lois utilisées pour l'interprétation des résultats expérimentaux, notamment celles relatives aux phénomènes d'adsorption et aux paramètres physicochimiques étudiés. Cette démarche permettra de mieux comprendre les mécanismes impliqués et d'évaluer les performances du charbon actif préparé.

II.2 DESCRIPTION DE LA PLANTE

Le genre *Pinus* comprend environ 115 espèces de conifères à feuilles persistantes (famille des Pinacées), importants sur les plans économique et écologique, originaires principalement des régions tempérées de l'hémisphère nord. Les pins et autres conifères sont des éléments clés de la taïga (forêts boréales), des forêts de conifères et des forêts mixtes à travers le monde. De nombreuses espèces de pins sont emblématiques ou caractéristiques d'écosystèmes spécifiques, comme l'écosystème du pin à longues aiguilles (*Pinus palustris*) du sud des États-Unis. À l'instar de tous les arbres, les pins fournissent un habitat et divers services écosystémiques, et leurs graines constituent une source de nourriture importante pour les oiseaux, les écureuils et d'autres animaux. Les pins comptent parmi les arbres les plus anciens de la Terre. Certaines espèces peuvent vivre jusqu'à 6 000 ans. On recense environ 90 espèces de pins à travers le monde. La taille des pins varie considérablement selon les espèces. Certains ne dépassent pas un mètre de hauteur, tandis que d'autres peuvent atteindre plus de 60 mètres. Leurs feuilles, longues et fines, prennent la forme d'aiguilles caractéristiques. Les pins sont des arbres à feuillage persistant, conservant leurs feuilles tout au long de l'année.

Ils produisent une substance appelée résine, qui les protège contre les agents de dégradation et la pourriture. Cependant, cette résine les rend également particulièrement inflammables. Les pins appartiennent au groupe des conifères. Ils se reproduisent grâce à des structures appelées cônes ou pommes de pin, qui peuvent être mâles ou femelles. Les cônes mâles, généralement plus petits que les cônes femelles, se développent sur les branches inférieures de l'arbre et mesurent habituellement moins de 2,5 cm de longueur. Les cônes femelles, quant à eux, renferment les graines nécessaires à la reproduction de l'espèce.

II.3 RAISONS DU CHOIX DE LA POMME DE PIN

Les pommes de pin ont été choisies comme matière première pour la production de charbon actif pour plusieurs raisons. Tout d'abord, il convient de souligner l'abondance de biomasse renouvelable et facilement disponible, composée de lignine et de cellulose, dans de nombreuses zones forestières. L'utilisation des pommes de pin permet également d'optimiser la valorisation des résidus végétaux tout en minimisant leur impact environnemental. Par ailleurs, la pomme de pin contient beaucoup de carbone et a une composition très cellulosique, hémicellulosique et lignine, ce qui la rend idéale comme matériau de départ pour la fabrication du charbon actif. Suite aux processus de carbonisation et d'activation, cette structure stimule l'apparition d'une porosité significative et d'une vaste surface spécifique, attributs primordiaux pour les usages d'adsorption. De plus, grâce à son coût d'approvisionnement réduit et à sa disponibilité locale, les coûts de production du charbon actif sont minimisés. Finalement, l'emploi de la pomme de pin s'aligne avec une approche de développement durable en convertissant un sous-produit naturel peu utilisé en un matériau hautement valorisé pour le traitement des eaux et la décontamination écologique.

II.4 POMME DE PIN UTILISEE DANS NOTRE ETUDE

Le pomme de pin utilisée dans les expériences a été préparé à partir de pommes de pin naturelles (PPN) recueillies entre les mois (Mars 2026), dans la région appelée. **(Oued Rekham, Ain Türk, Bouira).**



Figure II.1 : La pomme de pin utilisée



Figure II.2 : Oued Rekham, Ain Türk, Bouira la zone d'extraction la pomme de pin.

II.5 LES DIFFERENTES ETAPES DE PREPARATION DU CHARBON ACTIF LES EQUIPEMENTS ET LE MATERIEL EXPERIMENTAUX UTILISES

II.5.1 Etape 1 : Traitement de la pomme de pin

II.5.1.1 Mode opératoire

La première étape consiste à réaliser le traitement préliminaire des pommes de pin avant leur transformation en charbon actif. Au début Les pommes de pin brutes sont d'abord triées et coupées aux ciseaux afin d'en retirer soigneusement la pulpe et de la séparer des autres composants. Ensuite, les coques sont collectées, placées dans un récipient d'eau et lavées plusieurs fois à l'eau courante, puis rincées abondamment à l'eau distillée jusqu'à ce que l'eau soit parfaitement claire.

II.5.1.2 Matériels et produits

- Ciseau
- Bassine
- L'eau de robinet et l'eau distillée

II.5.2 Etape 2 : Séchage

II.5.2.1 Mode opératoire

Une fois le lavage est terminé, le séchage des échantillons peut s'effectuer selon deux méthodes distinctes :

- **Protocole 1** : les échantillons sont séchés directement dans l'Etuve à une température de 100°C durant 24 heures, tout en appliquant un retournement et un frottement réguliers tout au long de cette période.
- **Protocole 2** : les échantillons lavés sont d'abord exposés et séchés au soleil pendant deux jours. Ensuite, ils sont placés dans l'Etuve à 80°C durant 24 heures supplémentaires afin d'éliminer complètement toute l'humidité superficielle.

II.5.2.2 Matériels et produits

- Etuve
- Plateaux



Figure II.3 : Etuve

II.5.2.3 Description de l'appareil

- Etuve universelle
- Appareil de chauffage permet de sécher les échantillons et stériliser a température régulée
- Affichage LED
- Gamme de température : 20 °C - 300 °C
- Poids admissible sur étagère : 30KG
- Capacité : 53 L
- Minuterie numérique réglable
- Marque : Memmert
- Modèle : 30 - 1060

II.5.3 Etape 3 : Broyage et tamisage

II.5.3.1 Mode opératoire

Cette étape s'articule autour de la transformation des échantillons obtenus après fin de séchage lors de la première phase, en une forme granulaire ayant une taille granulométrique précise et uniforme, en suivant les étapes suivantes :

- **Le broyage** : les échantillons extraits sont broyés à l'aide d'un broyeur de laboratoire spécialisé afin de garantir un broyage efficace et une fragmentation optimale de la matière lors de cette opération, la poudre obtenue est recueillie dans une bassine.
- **Le tamisage** : après fin d'opération de broyage, la poudre est déposée sur un plateau, puis passée à travers un tamis de laboratoire standard, dont le diamètre des mailles est compris entre 0.25 et 1mm afin de séparer les grains de taille homogène.

II.5.3.2 Matériels et produits

- Le Broyeur
- Tamis d'ouverture comprise entre 0,25 et 1 mm
- Bassine
- Plateaux



Figure II. 4 : Broyeur

II.5.3.3 Description de l'appareil (Broyeur)

- Broyeur
- Puissance de moteur 3000 W
- Broyage a l'Etat sec et humide
- Mélange et homogénéisation des poudres des suspensions et des pates
- Marque : BOMANN



Figure II.5 : Tamis d'ouverture comprise entre 0,25 et 1 mm

II.5.4 Etape 4 : L'activation par le NaCl à plusieurs concentrations**II.5.4.1 Mode opératoire :** Il s'agit de la même expérience dans les deux protocoles**a. Activation avec une solution de NaCl à 5 %**

D'abord nous préparons la solution de chlorure de sodium (NaCl) à une concentration de 5%. Pour ce faire, nous pesons à l'aide d'un verre de montre 17.5g de la poudre de NaCl, puis nous la dissolvons dans une petite quantité d'eau distillé à l'intérieur d'une fiole jaugée d'une capacité de 350ml. Nous agitions ensuite manuellement jusqu'à l'homogénéisation complète de la solution, avant de compléter avec de l'eau distillé jusqu'à trait de jauge. Après la préparation de cette solution, nous pesons 90g de poudre de la pomme de pin que nous plaçons dans un bécher puis, nous y ajoutons les 350ml de la solution de NaCl préparée. Nous mélangeons le tout à l'aide d'une spatule jusqu'à l'immersion totale des particules de pomme de pin dans la solution. Par la suite, nous transvasons le mélange dans un cristalliseur et nous l'introduisons dans une étuve pendant 3 heures à une température de 70°C afin de réaliser l'imprégnation. A la sortie de l'étuve, nous le recouvrons de papier aluminium et nous le laissons reposer pendant 24 heures. Enfin, nous procédons au séchage de ces échantillons dans une l'étuve ventilée à une température de 105 °C, où nous effectuons une pesée toutes les heures jusqu'à l'obtention d'une masse constante, ce qui prouve l'élimination totale de l'eau du mélange, pour ensuite consigner tous les résultats obtenus dans un tableau.

b. Activation par une solution de NaCl à 10 %

D'abord, nous préparons la solution de NaCl à une concentration de 10%. Pour ce faire, nous pesons 35g de NaCl, puis nous la dissolvons dans une fiole de capacité 350ml avec l'eau distillé jusqu'à le trait de jauge. Après nous pesons 90g de pomme de pin que nous plaçons dans un bécher et nous y ajoutons les 350ml de la solution de NaCl et nous mélangeons le tout jusqu'à l'immersion totale de particules de pomme de pin dans la solution. Par la suite nous transvasons le mélange dans un cristalliseur et nous l'introduisons dans l'étuve. Nous continuons avec les mêmes étapes que l'expérience précédente en respectant même les conditions.

c. Activation avec une solution de NaCl à 15 %

D'abord, nous préparons la solution de NaCl à une concentration de 15%. Pour ce faire, nous pesons 52.5g de NaCl. Puis nous la dissolvons dans une fiole de 350ml avec l'eau distillé jusqu'à le trait de jauge. Nous continuons avec les mêmes étapes que l'expérience précédente en respectant les mêmes conditions

d. Activation avec une solution de NaCl à 20 %

D'abord, nous préparons la solution de NaCl à une concentration de 20%. Pour ce faire, nous pesons 70g de NaCl. Puis nous la dissolvons dans une fiole de 350ml avec l'eau distillé jusqu'à le trait de jauge. Nous continuons avec les mêmes étapes que l'expérience précédente en respectant les mêmes conditions.

Tableau II.1 : Variation de la masse des échantillons jusqu'à l'obtention d'une masse constante après activation au NaCl. (Protocole 1)

Temps (h)	0	2	4	6	8	10	12	14	16
5%	520	359	247	191	191	191	191	191	191
10%	519	375	284	195	189	189	191	191	191
15%	482	369	306	241	200	185	185	185	185
20%	490	451.7	424.4	406.2	393.9	379.16	364.42	336	336

Tableau II.2 : Variation de la masse des échantillons jusqu'à l'obtention d'une masse constante après activation au NaCl. (**Protocole 2**)

Temps (h)	0	2	4	6	8	10	12	14	16
5%	428.4	420.2	397.4	374.1	344.5	314.9	295.2	255.9	238.9
10%	450.1	441.5	417.6	394.3	363.5	332.7	313.2	275	258.1
15%	456	446.3	427.5	408.6	380.92	353.24	333.8	295.3	260.15
20%	460	448.8	425.3	402	389.28	351.12	331.2	311.8	286.9

Après 12h

Temp (h)	36	38	40	24	26	28			
5%	100.4	97.7	97.7	97.3	96.5	96.5			
10%	118.4	115.2	114	112.6	112.6	112.6			
15%	150	144.6	130.22	130.22	130.22	130.22			
20%	167.3	166.1	165.7	165.7	165.7	165.7			

II.5.4.2 Matériels et produits

- Cristallisoirs
- Etuve Ventilé
- Béchers
- Spatule
- Balance
- Verre de montre
- Pipette
- Fioles jaugées
- NaCl
- L'eau distille
- Pomme de pin

II.5.5 Etape 5 : Carbonisation

II.5.5.1 Mode opératoire : Il s'agit de la même procédure dans les deux protocoles.

- **A 300 °C :** Après avoir obtenu les échantillons activés, nous procédons au processus de carbonisation. Pour ce faire, nous divisons les échantillons de différentes concentrations (5%,10% ,15% et 20%) en trois parties pour chaque concentration. Nous prélevons ensuite 30g de chaque échantillons (5%, 10%, 15%, 20%), ainsi que 30 g de l'échantillons de référence (0 % de NaCl). Nous plaçons chaque portion dans un creuset, puis nous les introduisons dans le four à une température de $T_1=300^{\circ}\text{C}$ pendant un temps de maintien de 3heures, sans programmer la vitesse. Après les avoir sortis, nous constatons que les échantillons sont devenus noirs, recouverts d'une couche de cendres.

- A 400°C & 500°C : Les mêmes étapes ont été réalisées, avec un changement uniquement au niveau de la température de carbonisation.

II.5.5.2 Matériels et produits

- Four
- Creusets
- Plateau
- Balance
- Pomme de pin



Figure II.6 : les échantillons des charbons actifs obtenus avant et après carbonisation

II.5.6 Etape 6 : Lavage des échantillons et mesure du pH**II.5.6.1 Mode opératoire**

Après avoir sorti tous nos échantillons du four, nous les plaçons individuellement dans des béchers. Nous procédons ensuite au lavage de chaque échantillon, d'abord avec de l'eau du robinet puis avec de l'eau distillée, avant de les filtrer à l'aide d'un filtre. Nous mesurons le PH de l'eau de lavage obtenue en utilisant un PH mètre. Nous répétons cette opération de lavage et de filtration jusqu'à l'obtention d'un PH=7 plus au moins 0.5. Une fois le PH requis atteint, nous plaçons les échantillons dans une étuve ventilée à une température de 60°C pendant 24heures. Après l'achèvement de cette étape, nous pesons chaque échantillon et nous le conservons individuellement dans un flacon muni de son étiquetage respectif. Après toutes les opérations et l'expérience effectuée, nous avons réalisé différents essais complémentaires pour caractériser notre charbon actif.

II.5.6.2 Matériels et produits

- PH-mètre
- Béchers
- Papier Filtre
- L'eau de robinet
- L'eau distillée



Figure II.7 : PH mètre utilisée

II.6 METHODES DE CARACTERISATION DU CHARBON ACTIF

II.6.1 Détermination du rendement

La formule du rendement du charbon actif est largement utilisée dans les articles scientifiques. Le rendement du charbon actif a été calculé selon l'équation suivante :

$$R(\%) = \frac{m_f}{m_i} \times 100$$

- m_f : représente la masse du charbon actif obtenu après Carbonisation & lavage.
- m_i : la masse initiale de la matière première utilisée.

II.6.2 Détermination de l'indice d'iode

La norme ASTM D4607 [62, 63] est utilisée pour déterminer l'indice d'iode des charbons actifs. Cet indice représente la quantité d'iode adsorbée, exprimée en milligrammes par gramme de charbon actif, et constitue un indicateur relatif de son degré d'activation et de sa porosité. Cependant, il ne reflète pas toujours la capacité réelle d'adsorption du charbon et peut être influencé par la nature de la matière première, les conditions de préparation, la distribution des pores ainsi que la présence de matières volatiles résiduelles.

II.6.2.1 Mode opératoire

On pèse, à l'aide d'un verre de montre, 0.2 g de charbon actif que l'on introduit dans un bécher. Ensuite, on prélève 10 ml de la solution d'iode (I_2) préparée précédemment et on la verse sur le charbon actif. On ajoute ensuite 100ml de l'eau distillée un barreau magnétique est placé dans le bécher, puis celui-ci installée sur un agitateur magnétique sans chauffage. Le mélange est laissé sous agitation pendant 15 minutes. Après ce temps de contact, la solution est filtrée à l'aide d'un papier filtre. On prélève ensuite 50ml du filtrat, que l'on transfère dans un erlenmeyer, puis on effectue un titrage par une solution de thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3$) jusqu'à l'obtention d'une coloration jaune pâle. A ce stade, on ajoute 3g d'amidon, ce qui provoque l'apparition d'une coloration bleu foncé. Le titrage est poursuivi jusqu'à la disparition complète de la coloration et l'obtention d'une solution incolore et transparente. Le volume à l'équivalence est alors relevé sur la burette, puis utilisé pour calculer l'indice d'iode. La même expérience est répétée dans les mêmes conditions opératoires en faisant varier uniquement le temps de contact :(15 minutes, 1h, 2h, 3h.4h, 5h, 6h) Les essais sont poursuivis

jusqu'à l'obtention d'une valeur constante de l'indice d'iode, afin d'étudier l'influence du temps de contact sur l'adsorption de l'iode par le charbon actif. Ce protocole est appliqué à l'ensemble des échantillons de charbon actif, qu'ils soient obtenus selon la première méthode ou la deuxième méthode de préparation. Pour chaque échantillon, les expériences sont réalisées dans les mêmes conditions, avec les mêmes variations du temps de contact.

On utilise l'équation suivante pour déterminer l'indice d'iode :

$$I_{iode}(\text{mg/g}) = \frac{(V_0 - V_1) \times C_{thiosulfate} \times 126.93}{m_{charbon}} \times 100$$

- V_0 : Volume de thiosulfate de sodium initial (ml).
- V_1 : Volume de thiosulfate de sodium après traitement de l'échantillon (ml).
- 126.93 : masse molaire de l'iode (g/mol).
- $C_{thiosulfate}$: Concentration du thiosulfate de sodium (mol/L).
- $m_{charbon}$: Masse du charbon actif (g)

II.6.2.2 Matériels et produits

- Balance
- Agitateur magnétique
- Verre de montre
- Spatule
- Barreau magnétique
- Béchers
- Fiole jaugée
- Flacon
- I₂
- L'eau distillée
- KI

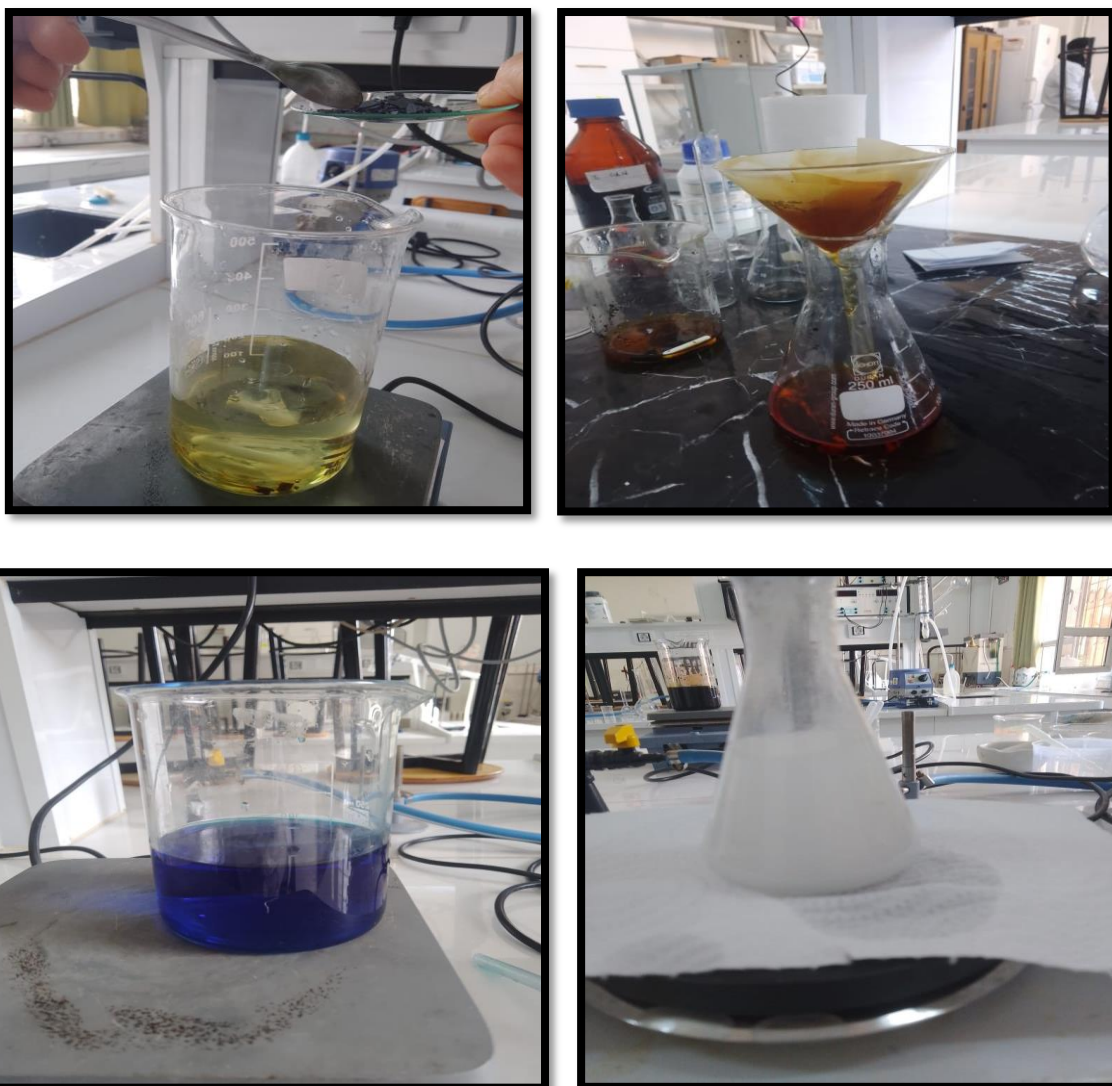


Figure II.8 : les étapes expérimentales de mesure de l'indice d'iode

II.6.3 Analyse morphologique par microscopie électronique à balayage (MEB).

II.6.3.1 Mode opératoire

Du charbon actif a été déposé sur un porte-échantillon (base) à l'aide d'un adhésif conducteur de carbone, puis inséré dans un microscope électronique à balayage environnemental FEI Quanta 650 FEG. Les observations ont été réalisées en mode ESEM afin d'étudier la morphologie de surface du matériau. Les conditions analytiques ont été contrôlées par une pression comprise entre 500 et 1000 Pa et une tension d'accélération comprise entre 10 et 20 kV. Après réglage de la mise au point et du contraste, des images ont été acquises à différents grossissements pour observer la texture, la rugosité et la porosité du charbon actif. Les images microscopiques obtenues ont ensuite été enregistrées pour l'analyse des propriétés morphologiques de l'échantillon.

II.6.3.2 Matériels et produits

- Appareil MEB FEI QUANTA 650 FEG ESEM
- Charbon actif

II.6.3.3 Description de l'appareil Le Quanta 650 FEG

Est un microscope électronique à balayage à émission de champ polyvalent offrant une imagerie haute résolution sous vide poussé, vide partiel et vide étendu (MEB environnemental ou ESEM) pour la caractérisation de tous types d'échantillons (conducteurs, non conducteurs et humides) et la réalisation d'expériences dynamiques in situ. Ce microscope est doté d'une grande chambre permettant l'analyse simultanée de jusqu'à 16 échantillons et est compatible avec les plaquettes de 8 pouces.

II.6.3.4 Caractéristiques techniques

- *Faisceau d'électrons :*
 - Tension d'accélération : 200 V à 30 kV
 - **Courant du faisceau** : jusqu'à 200 nA
- *Résolution :*
 - Mode haut vide : 1,2 nm à 30 kV (SED) // 0,8 nm à 30 kV (STEM)
 - Mode ESEM (pressions de 130 Pa à 2 600 Pa) : 1,4 nm à 30 kV
 - Kit porte-échantillons comprenant des porte-échantillons pour coupes transversales, porte-échantillons multiples et porte-échantillons STEM
 - Décrochage du faisceau pour améliorer les performances à bas Kv

➤ **Systèmes de détection :**

- Électrons secondaires : Everhart-Thornley, SE gazeux (mode ESEM), à travers la lentille (TLD)
- Électrons rétrodiffusés : BSED à l'état solide à bas kV
- Électrons transmis (STEM) : BF et DF
- Analyse EDS à l'aide d'un Inca Détecteur SSD XMax20 de 250 MHz refroidi par effet Peltier, avec une surface active de 20 mm² et une résolution de 129 eV.
- Platine Peltier pour les expériences de cyclage d'humidité et refroidissement jusqu'à - 25 °C.
- Platine chauffante jusqu'à 1000 °C.

Pour la suite de l'opération de caractérisation de charbon actif après l'exploitation de la microscopie électronique à balayage à fin de connaître la morphologie de l'échantillon, la technique d'analyse spectroscopie à énergie dispersive (EDX) est utilisée.

➤ **Principe d'EDX**

La spectrométrie à rayons X à dispersion d'énergie (EDX) permet l'analyse quantitative ou qualitative d'éléments chimiques dans un échantillon solide et un petit volume (quelques centaines de nanomètres à quelques micromètres), selon les circonstances, en comptant le nombre de X-photons de rayons émis par ces derniers sur une période prédéterminée après avoir été bombardés par un faisceau d'électrons.



Figure II.9 : Microscope électronique à balayage

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSION



III.1 INTRODUCTION

Ce chapitre va évaluer différentes propriétés du charbon actif obtenu à partir de pommes de pin. Au début, nous allons mesurer le rendement massique de chaque échantillon préparé afin d'évaluer l'efficacité des méthodes de carbonisation et d'activation. Ensuite, nous étudierons l'indice d'iode en mesurant l'effet du temps d'agitation sur la capacité d'adsorption du charbon activé obtenu. Enfin, nous utiliserons un microscope électronique à balayage (MEB) pour réaliser une analyse morphologique visant à observer la structure poreuse et les propriétés de surface des échantillons préparés. Ces différentes analyses nous permettront d'évaluer la performance et la qualité du charbon actif produit.

III.2 RESULTATS ET INTERPRETATIONS D'EFFET DE LA TEMPERATURE DE PYROLYSE SUR LE RENDEMENT MASSIQUE DU CHARBON ACTIF

Tableau III.1 : Résultats de rendements massique des échantillons en fonction de Température de pyrolyse, concentration de NaCl et de protocole de séchage

Protocole 1					Rendement (%)		
Masse	m ₀ (g)	m(g) 300 °C	m(g) 400 °C	m (g) 500 °C	m(g) 300° C	m (g) 400 °C	m (g) 500 °C
C (NaCl) 0%	30	11,29	4,423	3,157	37,6%	14,7%	10,5%
C (NaCl) 5%	30	6	3,245	1,728	20,0%	10,8%	5,8%
C (NaCl) 10%	30	6,49	3,246	2,125	21,6%	10,8%	7,1%
C (NaCl) 15%	30	7,37	3,8	2,138	24,6%	12,7%	7,1%
C (NaCl) 20%	30	7,4	3,9	2,817	24,7%	13,0%	9,4%
Protocole 2					Rendement (%)		
Masse	m ₀ (g)	m(g) 300 °C	m(g) 400 °C	m (g) 500 °C	m(g) 300° C	m (g) 400 °C	m (g) 500 °C
C (NaCl) 0%	30	13,5	3,743	2,84	45,0%	12,5%	9,5%
C (NaCl) 5%	30	6,5	3,455	2,166	21,7%	11,5%	7,2%
C (NaCl) 10%	30	6,8	3,466	2,361	22,7%	11,6%	7,9%
C (NaCl) 15%	30	8,275	3,61	2,379	27,6%	12,0%	7,9%
C (NaCl) 20%	30	8,62	3,7	2,827	28,7%	12,3%	9,4%

III.2.1 Évolution du rendement massique des différents échantillons obtenus par pyrolyse selon le protocole (1)

III.2.1.1 Pour $T = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$

L'étude des résultats indiqués sur la figure **III.1** explique que le **rendement massique** du charbon actif obtenu de la pomme de pin change en fonction de la dose de NaCl employée durant le processus d'activation chimique. L'échantillon témoin à 0% a affiché le rendement le plus élevé, atteignant 37,63%, ce qui indique une perte de matière minimale en l'absence d'agent chimique. Cependant, l'introduction de NaCl entraîne une baisse du rendement en raison de la suppression accrue des substances volatiles et organiques lors du processus de calcination. Le rendement enregistre une baisse significative, tombant à 5 % pour ensuite progresser graduellement à 10 %, 15 % et 20 %, avec des résultats spécifiques de 21,63 %, 24,57 % et 24,67 %. Cette croissance graduelle pourrait être associée à une stabilisation accrue de la structure carbonée et à l'évolution de la porosité du matériau. Cependant, les productions obtenues demeurent en dessous de celles de l'échantillon sans activation. De manière générale, l'activation chimique par le NaCl a un effet direct sur l'efficacité du Charbon actif.

Une baisse de performance pourrait être contrôlée si elle est associée à une amélioration des Caractéristiques d'adsorption et de la structure poreuse, ce qui sera vérifié par l'analyse de L'indice d'iode et l'analyse morphologique au microscope électronique à balayage (MEB).

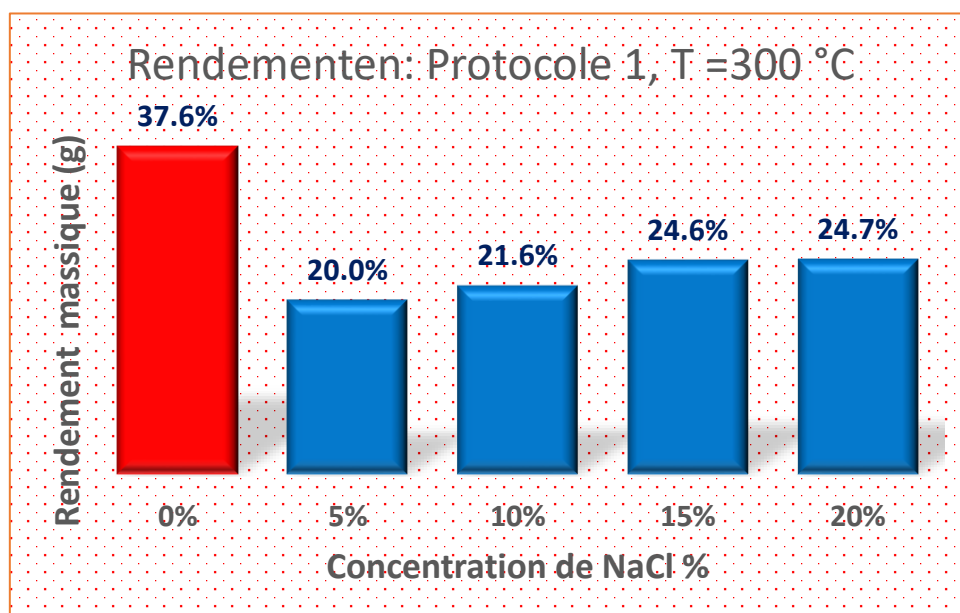


Figure III.1 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=300^{\circ}\text{C}$ et le séchage dans l'Etuve (protocole 1)

III.2.1.2 Pour $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$

L'étude des résultats à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ révèle une réduction globale de l'efficacité du charbon actif comparativement à $300\text{ }^{\circ}\text{C}$. L'échantillon sans NaCl affiche le meilleur rendement avec 14,74 %, tandis que les autres concentrations présentent des valeurs inférieures, allant de 10,82 % à 13 %. L'augmentation de la température de carbonisation, qui accentue l'élimination des matières volatiles et la réduction de la masse lors de la carbonisation, est à l'origine de cette diminution du rendement.

Cependant, malgré de la réduction du rendement, une température plus élevée peut favoriser l'établissement de la structure poreuse et les caractéristiques d'adsorption du charbon actif. Donc, la carbonisation à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ semble promouvoir l'augmentation de la porosité au détriment de la quantité de matière produite.

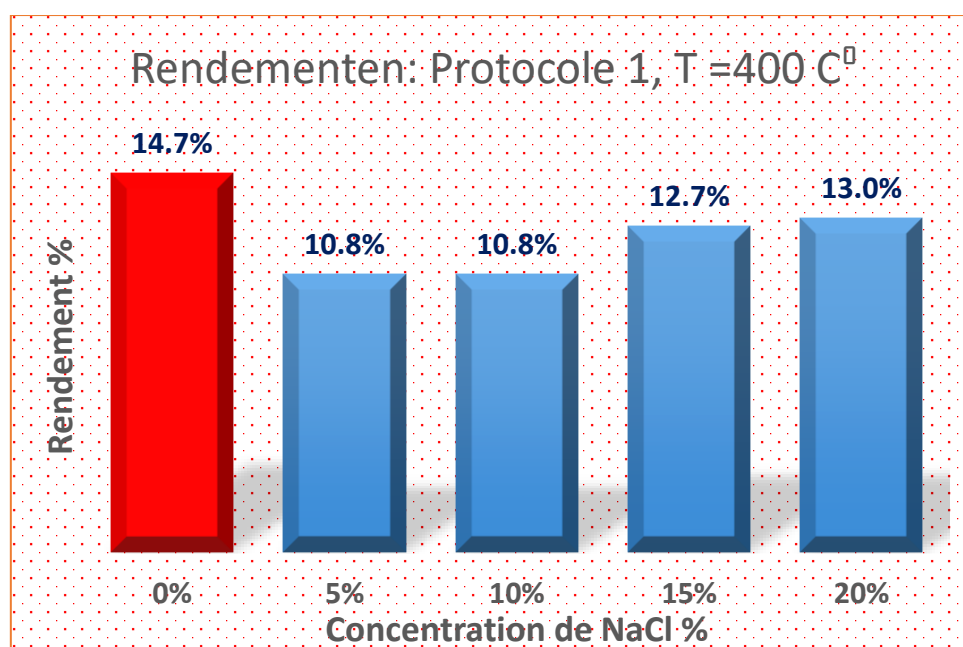


Figure III.2 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et le séchage dans l'Etuve (protocole 1)

III.2.1.3 Pour $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$

L'étude des résultats à une température de carbonisation de $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ révèle une baisse encore plus significative de l'efficacité du rendement massique de charbon actif en comparaison aux températures de $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. Cette diminution est principalement attribuée l'augmentation de la température qui favorise une libération plus efficace des substances volatiles et une décomposition plus conséquente de la matière organique lors du processus de Carbonisation. A comparaison à $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, les performances obtenues à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ sont considérablement réduites, ce qui confirme que l'augmentation de la température conduit à une diminution significative de la masse. De même, par rapport à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, les résultats observés à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ révèlent aussi une baisse du rendement, ce qui indique que le matériau carboné perd de sa stabilité à des températures élevées.

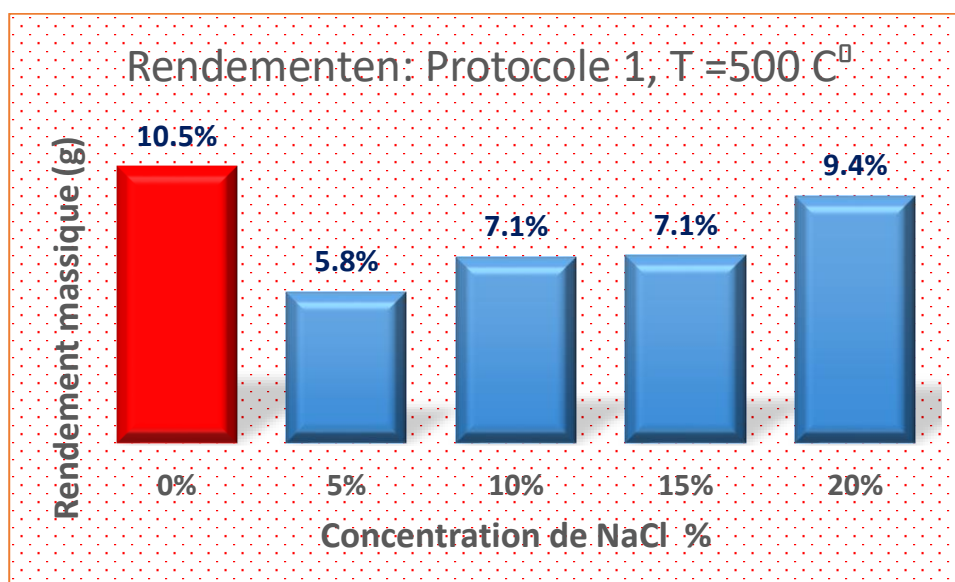


Figure III.3 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et le séchage dans l'Etuve (protocole 1)

III.2.2 Évolution du rendement massique des différents échantillons obtenus par pyrolyse selon le protocole (2)

III.2.2.1 Pour $T=300^{\circ}\text{C}$

L'étude des résultats obtenus en suivant le protocole 2 avec une température de carbonisation de 300°C **Figure III.4** indique que l'échantillon témoin sans NaCl produit le plus important rendement, réalisant 45 %. Cette valeur démontre une belle préservation du composant carbonée sans l'utilisation d'un moyen d'activation chimique. En comparaison avec cette référence, l'introduction de NaCl cause une réduction du rendement. Avec 5 % de NaCl, le pourcentage de production descend à 21,67 %, ce qui indique une diminution significative de la matière lors de la procédure. En ce qui concerne les concentrations de 10 %, 15 % et 20 %, on observe une augmentation progressive des rendements, qui s'élèvent respectivement à 22,67 %, 27,58 % et 28,73 %. Cette progression suggère qu'une croissance du taux de NaCl contribue à une meilleure stabilisation de la structure carbonée, bien que le rendement obtenu demeure inférieur à celui de l'échantillon de référence. En conclusion, les résultats démontrent que l'échantillon à 0 % maintient le rendement le plus important. Cependant, même si l'activation chimique par le NaCl diminue la quantité finale de charbon actif produit, elle peut favoriser la croissance de la porosité et l'amélioration des caractéristiques d'adsorption du produit. Il convient donc de trouver un équilibre entre Productivité et qualité d'adsorption pour établir les conditions idéales de fabrication du charbon actif.

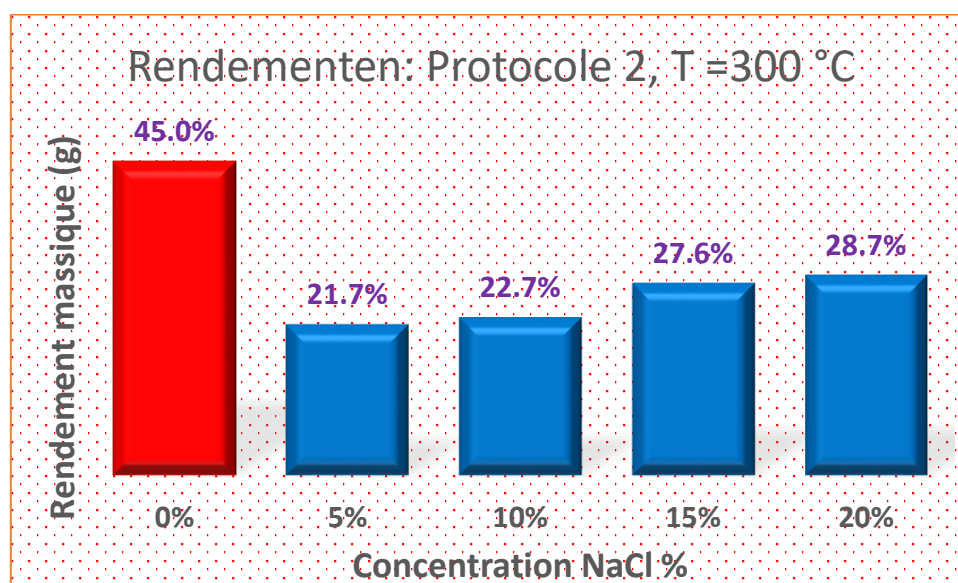


Figure III.4 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=300^{\circ}\text{C}$ et le séchage en air libre (protocole 2)

III.2.2.2 Pour $T=400^{\circ}\text{C}$

L'étude des résultats correspondant au protocole 2, à une température de carbonisation de 400°C **Figure III.5**, indique que l'échantillon de référence contenant 0 % de NaCl affiche le plus grand rendement (12,48 %). L'inclusion de NaCl cause une petite réduction du rendement, affichant des valeurs situées entre 11,52 % et 12,33 %. On note une amélioration graduelle du rendement lorsque la concentration de NaCl augmente de 5 % à 20 %, mais les résultats demeurent en deçà de ceux de l'échantillon témoin. En comparaison avec les performances observées à 300°C , tous les rendements notés à 400°C sont sensiblement inférieurs. Cette réduction est due à l'augmentation de la température de carbonisation, qui facilite la destruction des matières volatiles et engendre une perte de poids plus conséquente. Donc, bien que la carbonisation à 400°C diminue la productivité du charbon actif, elle peut cependant favoriser l'amélioration de sa structure poreuse et de ses caractéristiques d'adsorption.

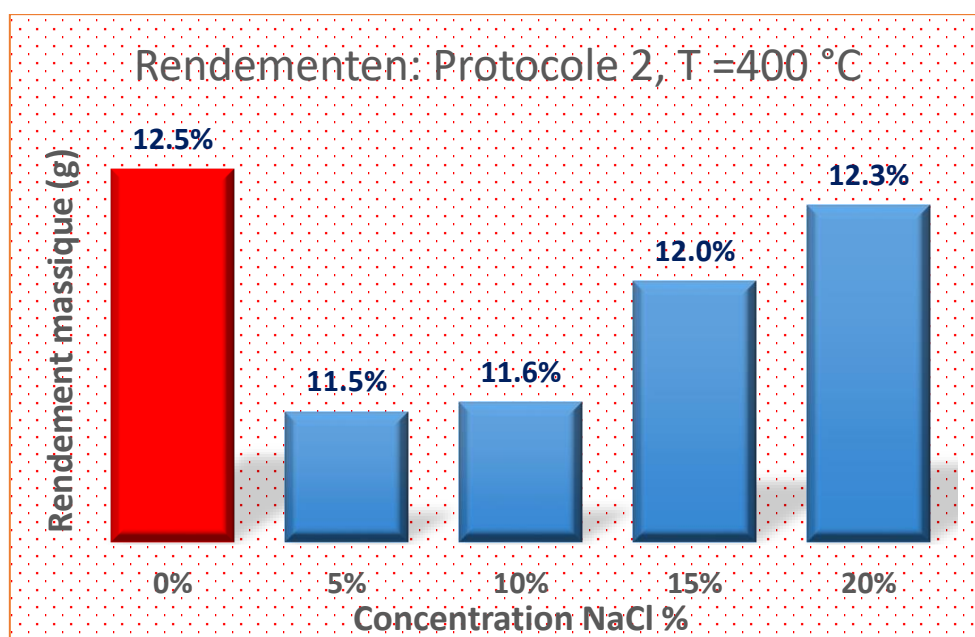


Figure III.5 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et le séchage en air libre (protocole 2)

III.2.2.3 Pour $T=500^{\circ}\text{C}$

L'analyse des résultats obtenus selon le protocole 2 à une température de carbonisation de 500°C **Figure III.6** montre que l'échantillon de référence à 0 % de NaCl présente le rendement le plus élevé, avec une valeur de 9,47 %. L'introduction de NaCl induit une baisse du rendement, qui touche son niveau le plus bas à 5 % (7,22 %), avant de monter graduellement aux concentrations de 10 %, 15 % et 20 %. Cependant, ces valeurs demeurent proches de celles de l'échantillon de référence. Lorsqu'on évalue ces résultats par rapport à ceux obtenus à 300°C et 400°C , on remarque une baisse significative de l'efficacité avec l'accroissement de la température de carbonisation. Les performances constatées à 500°C sont minimales, en raison d'une élimination plus importante des volatiles et d'une plus grande réduction de masse lors du processus thermique. Donc, même si une carbonisation à 500°C diminue la quantité de charbon actif produite, elle peut stimuler l'apparition de porosité et renforcer les capacités d'adsorption du matériau.

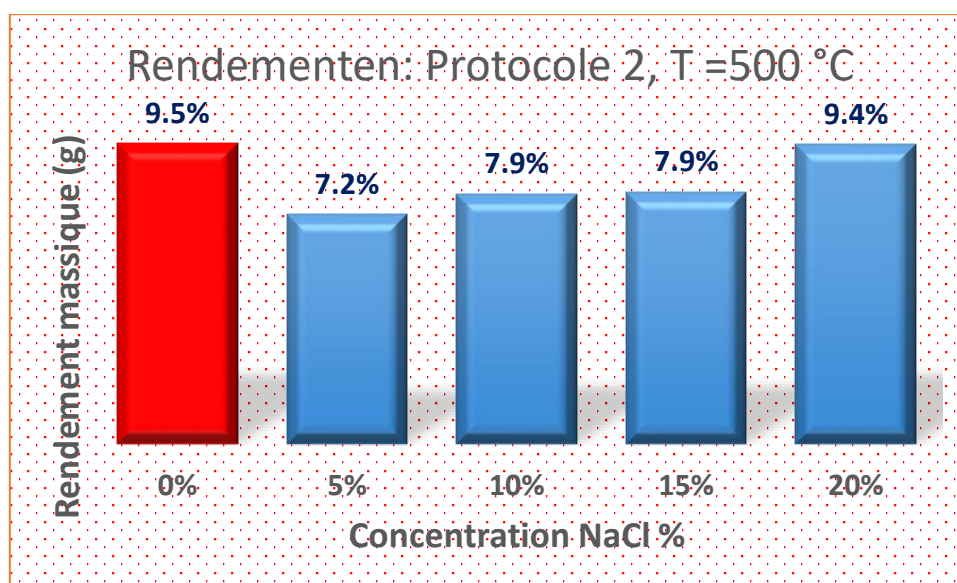


Figure III.6 : Histogramme représentatif des résultats de rendement massique pour la température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et le séchage en air libre (protocole 2)

III.2.3 Comparaison entre deux protocoles

- À $T = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$: L'analyse des protocoles 1 et 2 à $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ **Tableau III.1**, indique que, pour toutes les concentrations analysées, le protocole 2 produit des rendements supérieurs. Le protocole 2 a un rendement de 45 % avec l'échantillon de référence à 0 % de NaCl, tandis que le protocole 1 présente un rendement de 37,63 %. Cette distinction souligne que le protocole 2 favorise une conservation plus efficace de la matière carbonée pendant le processus de carbonisation. Globalement, on observe une tendance similaire pour les deux protocoles, caractérisée par une baisse du rendement suite à l'incorporation de NaCl, suivi d'une légère remontée avec l'augmentation de la concentration. Néanmoins, le protocole 2 continue à présenter une meilleure performance en matière d'efficacité.
- À $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$: Les deux protocoles présentent une baisse de rendement à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ **Tableau III.1**, due à l'élévation de la température. Toutefois, le protocole 1 suscite des rendements légèrement plus élevés que le protocole 2. L'échantillon de référence à 0 % montre une performance de 14,74 % pour le protocole 1, comparativement à 12,48 % pour le protocole 2. Cette divergence indique qu'à cette température, le protocole 1 favorise une préservation optimale de la substance. Cependant, on observe des variations semblables entre les deux protocoles, en fonction des différentes concentrations de NaCl.
- À $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$: les deux méthodes affichent les rendements les plus bas en raison d'une importante réduction de matière causée par la température élevée. Cependant, le protocole 1 continue de présenter des rendements modestement plus importants que le protocole 2. Le rendement est plus élevé pour l'échantillon de référence à 0 % dans le protocole 1 comparé au protocole 2 (9,47 %). Cette tendance indique que le protocole 1 manage mieux les impacts des températures élevées. En revanche, dans les deux scénarios, une hausse de la température cause une réduction significative du rendement, un problème qui peut être neutralisé par un progrès de la porosité et des capacités d'absorption du charbon actif.

On Conclusion L'analyse des deux protocoles met en évidence que le protocole 2 est plus bénéfique à $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ en raison des rendements supérieurs obtenus. Toutefois, lorsque la température atteint $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, le protocole 1 se révèle plus efficace en termes de rendement. Cela signifie que l'efficacité de chaque protocole est fortement déterminée par la température de carbonisation appliquée.

III.3 RESULTAT DE L'INDICE D'IODE

III.3.1 Résultats d'indice d'iode selon le protocole 1 en fonction du temps de contact

Tableau III.2 : Résultats d'indice d'iode selon le protocole 1 à différentes température de pyrolyse et de concentration de NaCl on fonction du temps de contacte

Protocole 1 T=300 C°							
Concentration	15 min	1 H	2 H	3 H	4 H	5 H	6 H
0%	215,79	400,00	583,88	621,97	628,30	628,30	628,30
5%	374,44	406,18	475,99	517,41	527,43	615,61	615,61
10%	425,21	469,18	552,15	552,53	552,53	552,53	552,53
15%	241,16	450,60	545,80	545,80	545,80	545,80	545,80
20%	215,78	418,87	602,92	615,92	615,92	615,92	615,92
Protocole 1 T=400 C°							
Concentration	15 min	1 H	2 H	3 H	4 H	5 H	6 H
0%	279,246	400,3	602,917	609,264	615,61	615,61	615,61
5%	374,44	450,16	533,53	609,91	628,3	628,3	628,3
10%	355,407	460,2	545,799	609,264	621,96	621,96	621,96
15%	310,978	500,1	583,878	609,264	615,61	615,61	615,61
20%	317,325	510,17	590,917	609,92	609,27	609,27	609,27
Protocole 1 T=500 C°							
Concentration	15 min	1 H	2 H	3 H	4 H	5 H	6 H
0%	399,93	500,3	590,22	602,9	621,96	621,96	621,96
5%	406,87	502,22	526,76	615,61	621,96	621,96	621,96
10%	342,77	490,5	564,84	621,96	621,96	621,96	621,96
15%	418,87	520,44	577,63	602,17	615,61	621,96	621,96
20%	374,44	496,42	602,917	615,61	609,27	609,27	609,27

III.3.1.1 Résultats pour $T=300^{\circ}\text{C}$

Selon la **Figure III.7** qui présente l'effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 300°C selon le protocole (1), la courbe de capacité d'adsorption montrant l'évolution dans le temps indique une montée rapide pendant les premières heures, suivie d'une phase où elle se stabilise, correspondant à l'approche de l'équilibre d'adsorption montée pendant les premières heures, suivie d'une phase où elle se stabilise, correspondant à l'approche de l'équilibre d'adsorption.

➤ **Effet du temps d'adsorption :**

Pendant 15 minutes, on note déjà une forte adsorption, avec des valeurs allant de 371,86 mg/g à 425,21 mg/g, démontrant que l'essentiel de l'adsorption se fait dans les premières minutes de contact grâce à l'accessibilité des sites actifs du charbon actif. Après 15 minutes, les valeurs mesurées sont restées relativement faibles pour toutes les concentrations de chlorure de sodium, indiquant que les sites actifs du carbone n'étaient pas encore saturés. L'adsorption s'est ensuite poursuivie progressivement grâce à une meilleure diffusion des molécules dans les pores du matériau. Le processus d'adsorption connaît une forte augmentation entre quinze minutes et deux heures, puis le taux d'augmentation ralentit jusqu'à se stabiliser. Cette stabilisation traduit l'occupation progressive des sites actifs disponibles et l'établissement d'un équilibre d'adsorption entre l'adsorbant et l'adsorbat

Temps optimal d'adsorption : Le temps optimal peut être considéré comme le moment où la courbe devient pratiquement constante :

- 0 % NaCl la stabilité commence à 4 heures (628,3 mg/g).
- 5 % NaCl la stabilité commence à 4 heures (615,61 mg/g).
- 10 % NaCl la stabilité commence à 4 heures (552,53 mg/g).
- 15 % NaCl la stabilité commence à 4 heures (545,20 mg/g).
- 20 % NaCl la stabilité commence à 4 heures (615,92 mg/g).

Par conséquent, le temps d'équilibre varie entre 2 et 5 heures en fonction de la concentration en NaCl.

➤ **Effet de la concentration de NaCl :**

Malgré l'ajout de chlorure de sodium, aucune modification significative de la capacité d'adsorption n'a été observée. Par conséquent, l'effet du chlorure de sodium semble faible et négligeable dans les conditions de cette étude.

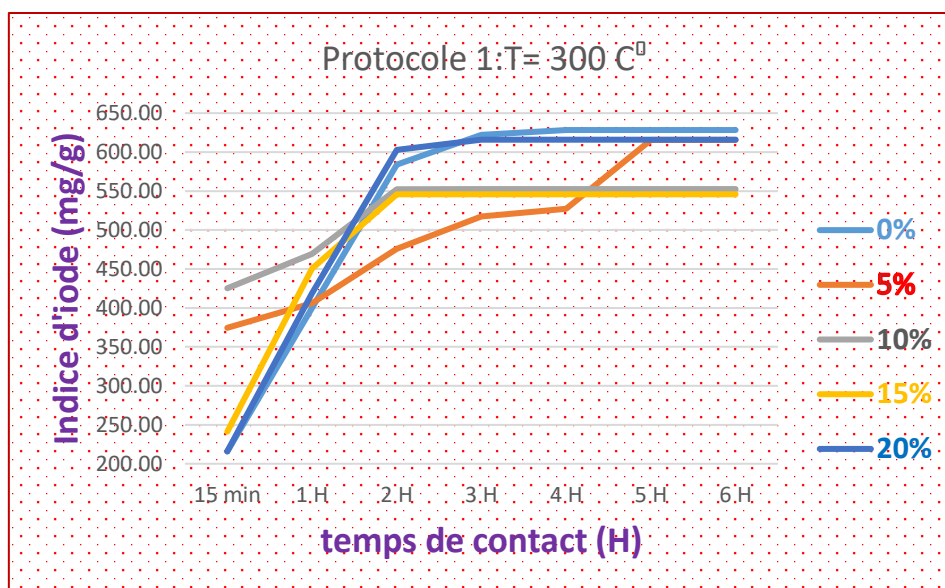


Figure III.7 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ selon le protocole (1)

III.3.1.2 Résultats pour $T=400^{\circ}\text{C}$

D'après les résultats et comme il est indiqué sur la **Figure III.8** :

- **Effet du temps d'adsorption** : capacité d'adsorption augmente progressivement à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour toutes les concentrations de NaCl au fil du temps. Les valeurs enregistrées à 15 minutes demeurent relativement faibles, puis une augmentation significative est observée entre 15 minutes et 2 heures, ce qui démontre l'occupation progressive des sites actifs du charbon actif. Ensuite, la vitesse d'adsorption diminue jusqu'à ce qu'on obtienne un plateau. Le temps d'équilibre est atteint entre 3h et 4h selon la concentration, les courbes devenant pratiquement stables après cette durée. Comparativement à $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, le comportement reste similaire, puisque l'adsorption est également rapide au début, puis se stabilise après quelques heures. Cependant, lorsque la température atteint $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, certaines concentrations parviennent à l'équilibre légèrement plus rapidement.
- **Effet du NaCl et comparaison avec $300\text{ }^{\circ}\text{C}$** : En utilisant une solution de chlorure de sodium à 0 % comme référence, l'ajout de chlorure de sodium n'a pas induit de variation significative de la capacité d'adsorption à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. La capacité d'adsorption maximale à l'équilibre a été obtenue avec une solution de chlorure de sodium à 5 % (628,3 mg/g), tandis que les autres concentrations ont donné des valeurs très similaires. Comme observé à $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, les différences entre les différentes concentrations sont restées négligeables, indiquant que l'effet du chlorure de sodium

était limité dans les conditions expérimentales. Ainsi, à 300 °C comme à 400 °C, le facteur prépondérant était le temps de contact, tandis que l'effet de la concentration en NaCl demeurait faible et insignifiant.

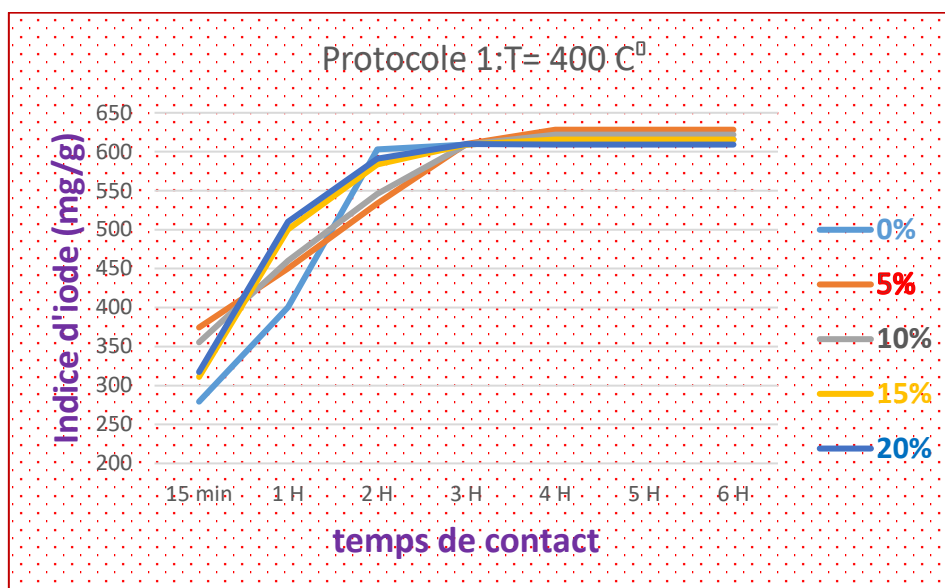


Figure III.8 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 400 °C selon le protocole (1)

III.3.1.3 Résultats pour T=500°C

D'après les résultats et comme indiqué sur la **figure III.9** :

- **Effet du temps d'adsorption :** À 500 °C, toutes les concentrations de chlorure de sodium montrent une augmentation progressive de leur capacité d'adsorption au fil du temps. Après 15 minutes, les valeurs demeurent faibles, puis on observe une augmentation significative jusqu'à 2 à 3 heures, ce qui reflète l'occupation progressive des sites actifs à la surface du charbon actif. Par la suite, les courbes tendent à se stabiliser, ce qui indique que l'équilibre d'adsorption est atteint. La plupart des concentrations ont un temps de contact optimal d'environ 4 heures, après quoi les capacités d'adsorption restent pratiquement constantes. Ces résultats confirment que le temps de contact est crucial pour optimiser l'adsorption jusqu'à la saturation des sites actifs.
- **Effet du NaCl :**
Les capacités d'adsorption finales des différentes concentrations de chlorure de sodium (5 %, 10 %, 15 % et 20 %) ont été très similaires lorsqu'elles ont été utilisées avec une solution de chlorure de sodium à 0 %. Les meilleures valeurs d'équilibre ont été obtenues pour des concentrations de chlorure de sodium de 0 %, 5 % et 10 %,

atteignant environ 621,96 mg/g, tandis que les concentrations de 15 % et 20 % ont montré des valeurs légèrement inférieures. Les variations observées demeurent mineures, ce qui indique que l'ajout de NaCl

N'a pas d'impact significatif sur la capacité d'adsorption dans les conditions expérimentales étudiées.

- **Comparaison avec 300 °C et 400 °C :** Globalement, les résultats obtenus à 500 °C sont comparables à ceux observés à 300 °C et 400 °C. Dans les trois cas, la capacité d'adsorption augmente avec le temps, puis se stabilise après quelques heures. Les variations entre les températures demeurent faibles, ce qui suggère que l'élévation de la température de carbonisation ne modifie pas de manière significative la capacité d'adsorption finale du charbon actif.

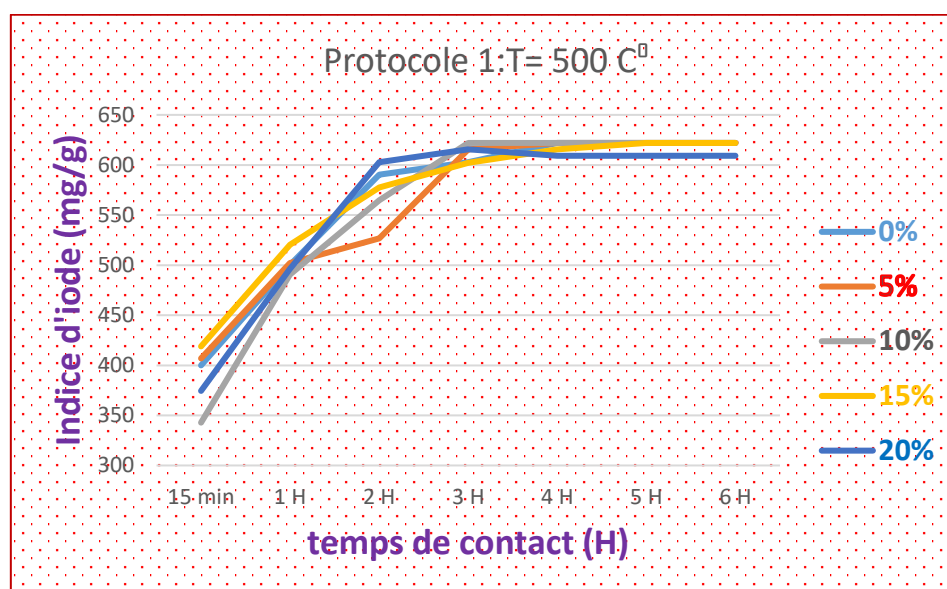


Figure III.9 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 500 °C selon le protocole (1)

III.3.2 Résultats d'indice d'iode selon le protocole 2 en fonction du temps de contact

Tableau III.3 : Résultats d'indice d'iode selon le protocole 2 à différentes température de pyrolyse et de concentration de NaCl on fonction du temps de contacte

Protocole 2 T=300 C°							
Concentration	15 min	1 H	2 H	3 H	4 H	5 H	6 H
0%	215,78	380,16	583,878	600,21	621,97	626,96	626,96
5%	291,939	400,17	533,641	539,45	615,61	615,61	615,61
10%	285,59	390,3	469,641	545,79	609,26	609,26	609,26
15%	171,51	350,13	463,29	552,145	596,57	596,57	596,57
20%	247,51	377,22	615,61	615,61	615,61	615,61	615,61

Protocole 2 T=400 C°							
Concentration	15 min	1 H	2 H	3 H	4 H	5 H	6 H
0%	285,59	400,3	596,57	602,8	615,61	615,61	615,61
5%	253,86	470,43	577,53	609,264	615,61	615,61	615,61
10%	355,404	500,44	539,45	602,92	609,27	609,27	609,27
15%	298,285	400,31	602,91	609,264	609,264	609,264	609,264
20%	304,632	530,22	609,264	609,85	621,96	621,96	621,96

Protocole 2 T=500 C°							
Concentration	15 min	1 H	2 H	3 H	4 H	5 H	6 H
0%	400,17	500,45	601,22	628,3	628,3	628,3	628,3
5%	307,34	450,23	502,41	609,26	609,26	609,26	609,26
10%	405,8	502,56	513,91	609,26	609,26	609,26	609,26
15%	410,37	515,34	540,17	615,61	615,61	615,61	615,61
20%	450,16	580,87	620,19	634,65	634,65	634,65	634,65

III.3.2.1 Résultats pour T=300°C

D'après les résultats et comme il est indiqué sur la **figure III.10** :

➤ Effet du temps d'adsorption :

Les graphes pour le protocole 2 à 300 °C indique que la capacité d'adsorption s'accroît progressivement avec le temps pour toutes les concentrations en chlorure de sodium. Après 15 minutes, les valeurs restent plutôt basses, signifiant que le processus d'adsorption est encore à

ses premiers stades. On note par la suite une hausse notable entre 15 minutes et 2 heures, illustrant l'occupation croissante des sites actifs sur le charbon actif. Après ce tours de temps, les graphiques commencent à se stabiliser, indiquant que l'état d'adsorption a été atteint. Pour la la plupart des concentrations, une durée d'environ 4 à 5 heures est optimale, passant ensuite à une capacité d'adsorption quasi-constante.

➤ **Effet du NaCl :**

En Considérez le 0 % de NaCl comme point de référence, en observant que les différentes concentrations de NaCl (5%, 10%, 15% et 20%) présentent des comportements assez semblables. À 15 minutes, la concentration de 5 % NaCl démontre l'adsorption initiale la plus élevée (291,94 mg/g), alors que le 15 % NaCl montrera valeur la plus basse. Dans des conditions d'équilibre, la capacité d'adsorption optimale est observée à 0 % de NaCl avec 626,96 mg/g, suivie de près par 20 % de NaCl et 5 % de NaCl. On note que les écarts de concentrations sont minimales, ce qui suggère que l'introduction de NaCl n'influence pas de manière importante la capacité d'adsorption finale dans les conditions expérimentales analysées.

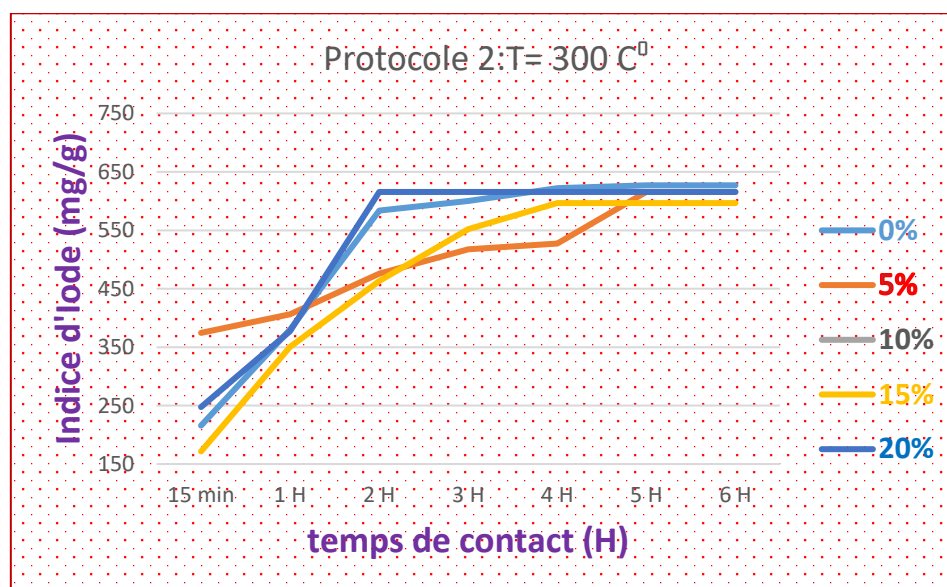


Figure III.10 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 300 °C selon le protocole (2)

III.3.2.2 Résultats pour $T=400^{\circ}\text{C}$

D'après les résultats et comme il est indiqué sur la **figure III.11** :

➤ **Effet du temps d'adsorption :**

Les graphiques du 2 à 400°C démontrent une croissance graduelle de la capacité d'adsorption au fil du temps pour toutes les concentrations en protocole de chlorure de sodium. Après 15 minutes, les valeurs restent plutôt basses, signifiant que le processus d'adsorption est encore à ses premières minutes, les valeurs restent plutôt basses, signifiant que le processus d'adsorption est encore à ses premiers stades. On remarque par la suite une hausse notable jusqu'à 2 heures, après quoi les graphiques commencent à se consolider progressivement. L'équilibre d'adsorption se fixe entre 4 et 5 heures, suite à quoi les capacités d'adsorption tendent à rester presque identiques. Ces observations corroborent que la durée de contact favorise l'occupation graduelle des sites actifs du charbon actif jusqu'à saturation complète.

- **Effet du NaCl :** En prendre 0 % de NaCl comme référence, on observe que diverses concentrations de NaCl présentent des capacités d'adsorption assez similaires. Après 15 minutes, la concentration de 10 % de NaCl démontre une adsorption initiale supérieure (355,40 mg/g), alors que l'adsorption de 5 % de NaCl est la plus basse. Dans des conditions d'équilibre, la capacité d'adsorption optimale est constatée pour une concentration en NaCl de 20 % (621,96 mg/g), suivie par les concentrations de 0 % et 5 % NaCl (615,61 mg/g). Cependant, les écarts sont minimes, suggérant que le NaCl n'a qu'une influence marginale dans les conditions expérimentales analysées.
- **Comparaison avec le protocole (2) à 300°C :** Par rapport au protocole 2 à 300°C , les courbes obtenues à 400°C présentent la même allure générale, avec une augmentation rapide de l'adsorption suivie d'une stabilisation après quelques heures. Les capacités d'adsorption finales restent très proches pour les deux températures, ce qui montre que l'augmentation de la température de 300°C à 400°C n'apporte pas d'amélioration significative des performances d'adsorption. Dans les deux cas, le temps de contact demeure le facteur principal influençant l'adsorption, tandis que l'effet du NaCl reste faible et peu marqué.

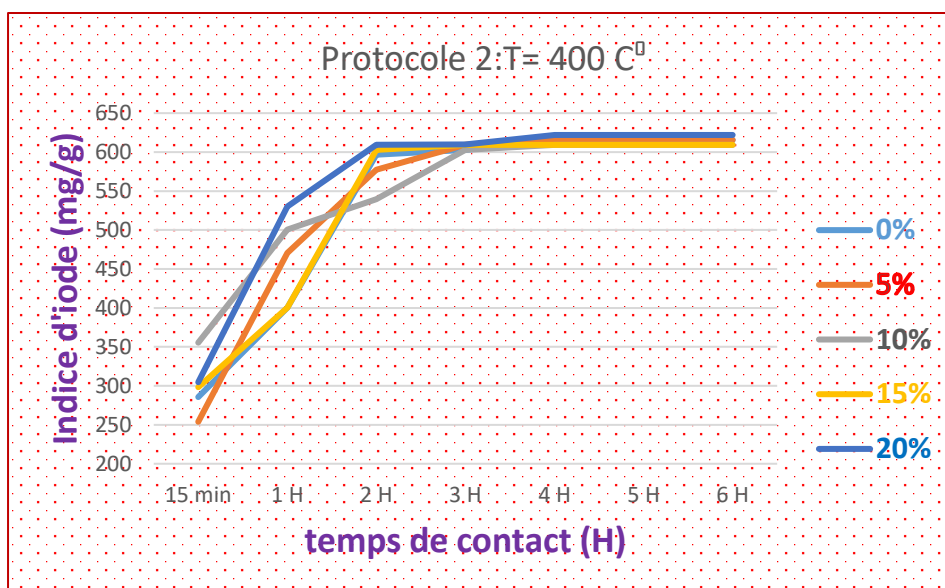


Figure III.11 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 400 °C selon le protocole (2)

III.3.2.3 Résultats pour $T=500^{\circ}\text{C}$

D'après les résultats et comme il est indiqué sur la **figure III.12** :

- **Effet du temps d'adsorption :** Les courbes du Le protocole 2 à 500 °C démontrent une montée graduelle de la capacité d'adsorption en fonction du temps pour toutes les concentrations de NaCl. Lors des 15 premières minutes, la capacité d'adsorption reste assez basse, puis elle s'accroît considérablement jusqu'à environ 3 heures, ce qui indique l'occupation graduellement croissante des sites actifs du charbon actif. Au-delà de cette période, les courbes s'établissent presque à plat, signalant la réalisation de l'équilibre d'adsorption. Il est donc possible de fixer le temps optimal à 3 heures, car les capacités d'adsorption ne montrent plus d'évolution significative entre 3 heures et 6 heures.
- **Effet du NaCl :** En Considérez 0 % de NaCl comme point de référence, on constate que les diverses concentrations de NaCl présentent légèrement les performances d'adsorption. Après 15 minutes, la concentration de 20 % de NaCl affiche la plus grande capacité d'adsorption (450,16 mg/g), alors que le 5 % de NaCl présente la plus petite (307,34 mg/g). Un l'équilibre est également atteint et la plus grande capacité d'adsorption est obtenue à 20 % NaCl avec 634,65 mg/g, suivi de près par 0 % NaCl avec 628,3 mg/g. Cependant, les différences notées restent assez minimales, ce qui suggère que l'impact du NaCl demeure modeste dans les conditions expérimentales examinées.

Comparaison avec 300 °C et 400 °C : Concernant les résultats obtenus à 300 °C et 400 °C, les courbes à 500 °C montrent une progression similaire, marquée par une élévation rapide de l'adsorption suivie d'une stabilisation au point d'équilibre. Toutefois, l'adsorption atteinte à 500 °C (634,65 mg/g) est un peu plus élevée que celles relevées à 300 °C et 400 °C, indiquant une légère augmentation des performances d'adsorption à cette température. Cependant, les écarts sont minimes et démontrent que l'augmentation de la température de carbonisation n'influence que modestement sur la capacité finale d'adsorption, tandis que le temps de contact reste le paramètre le plus déterminant.

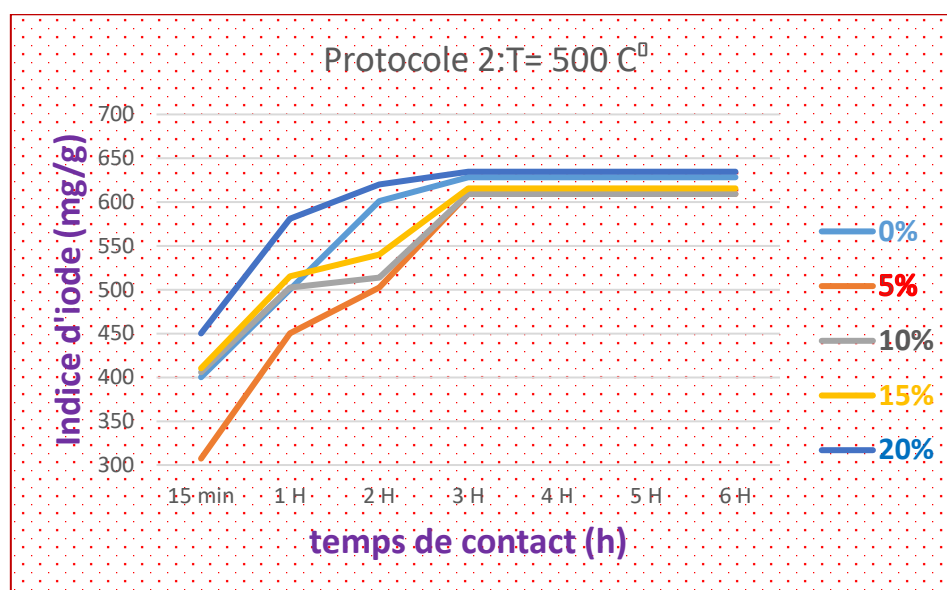


Figure III.12 : Effet du temps de contact et de la concentration de NaCl sur l'indice d'iode des charbons actifs préparés à 500 °C selon le protocole (2)

III.3.3 Analyse comparative entre le protocole 1 et le protocole 2

L'étude des deux protocoles a montré qu'à différentes températures (300 °C, 400 °C et 500 °C), la capacité d'adsorption augmentait progressivement jusqu'à atteindre un niveau indiquant un équilibre d'adsorption. Dans les deux protocoles, le temps de contact était le facteur déterminant des performances d'adsorption, l'équilibre étant généralement atteint en 3 à 5 heures.

- **À 300 °C :** Le protocole 1 présente une capacité d'adsorption légèrement supérieure à celle du protocole 2, notamment en utilisant une solution de chlorure de sodium à 0 % comme référence, ce qui démontre une meilleure efficacité d'adsorption à cette température. Cependant, la différence entre les deux protocoles demeure très faible.

- **À 400 °C :** Les résultats des deux protocoles tendent à se rapprocher considérablement. Les graphiques révèlent une progression analogique et les aptitudes d'adsorption finales sont similaires,
- **À 500 °C :** Le protocole 2 présente les meilleures performances d'absorption, affichant une valeur légèrement supérieure à celle du protocole 1. Cette amélioration indique que le protocole 2 tire davantage profit de la température élevée lors du processus de carbonisation.
- **Concernant l'effet du NaCl :** les deux protocoles présentent le même comportement général. Les différentes concentrations étudiées (5 %, 10 %, 15 % et 20 %) conduisent à des capacités d'adsorption relativement proches de la référence (0 % NaCl). Les écarts observés restent faibles, ce qui indique que l'influence du NaCl demeure limitée dans les conditions expérimentales étudiées.

Conclusion générale

D'après les analyses que nous avons réalisées pour les **deux protocoles** aux températures de **300 °C, 400 °C et 500 °C**, l'effet de la concentration en NaCl reste globalement faible. Cependant, si l'on se base sur les **capacités d'adsorption maximales obtenues à l'équilibre**, certaines concentrations se distinguent légèrement.

- **Protocole 1 :**
 - À 300 °C : meilleure capacité pour **0 % NaCl** ($\approx 628,3$ mg/g).
 - À 400 °C : meilleure capacité pour **5 % NaCl** ($\approx 628,3$ mg/g).
 - À 500 °C : meilleures capacités pour **0 % et 5 % NaCl** ($\approx 621,96$ mg/g).
- **Protocole 2 :**
 - À 300 °C : meilleure capacité pour **0 % NaCl** ($\approx 626,96$ mg/g).
 - À 400 °C : meilleure capacité pour **20 % NaCl** ($\approx 621,96$ mg/g).
 - À 500 °C : meilleure capacité pour **20 % NaCl** ($\approx 634,65$ mg/g).

En considérant l'ensemble des résultats des deux protocoles, la concentration **20 % NaCl** présente la **capacité d'adsorption maximale la plus élevée** (**634,65 mg/g** dans le protocole 2 à 500 °C) Si l'objectif est de retenir la **meilleure performance absolue**, **20 % NaCl** peut être considérée comme la concentration optimale

III.4 RESULTATS ET DISCUSSION DU MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) :

Pour observer des images de la morphologie du matériau étudié, l'échantillon préparé suivant le protocole 1 est introduit dans le microscope à balayage pour quatre échantillons deux a température de carbonisation 400°C et deux échantillons pour T=500°C

III.4.1 Echantillons pour température de carbonisation T=400°C

III.4.1.1 Echantillon sans activation chimique

L'observation topographique de charbon active non activé par NaCl d'une concentration de 0% régénérée par microscopie électronique à balayage (MEB) nous a présenté les images suivantes :

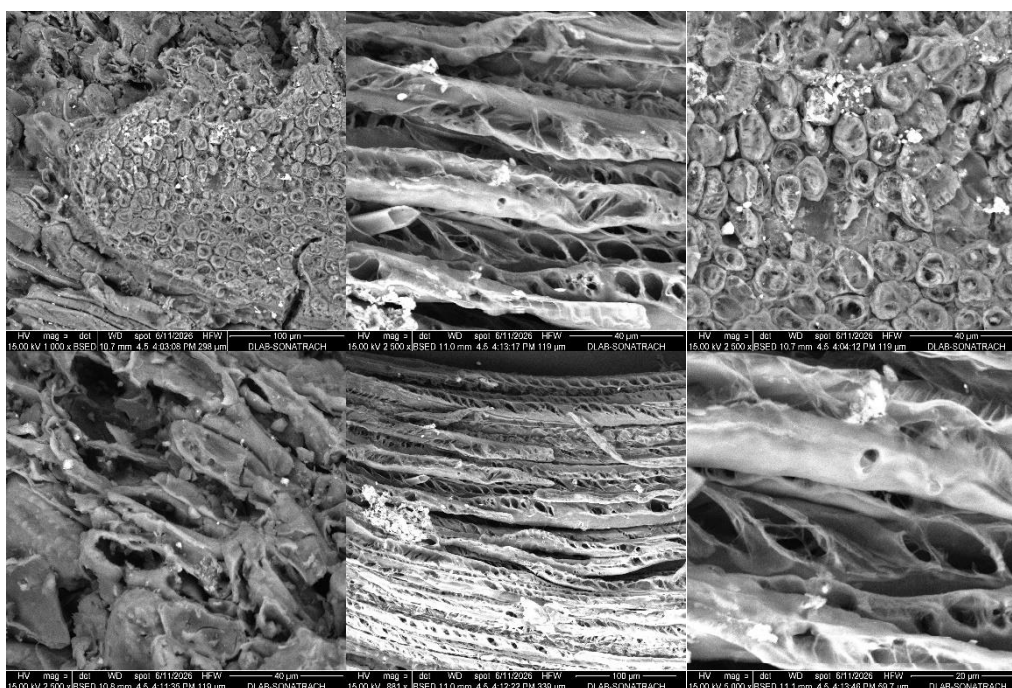


Figure III.13 : Les clichés de la microscopie électronique à balayage d'échantillon de charbon active préparé selon le protocole 1 à température de carbonisation T=400°C sans activation chimique.

Les micrographies MEB du charbon actif sans activation chimique avec NaCl révèlent une surface irrégulière poreuse caractérisée par la présence de cavités et de pores ouverts de différentes dimensions. Ceci confirme la présence des pores. Ces caractéristiques constituent des facteurs favorables à l'adsorption des polluants.

III.4.1.2 Echantillon avec activation chimique (à une concentration $C=20\%$ en NaCl)

L'observation topographique de charbon actif activé par NaCl d'une concentration de 20% régénérée par microscopie électronique à balayage (MEB) nous a présenté les images suivantes :

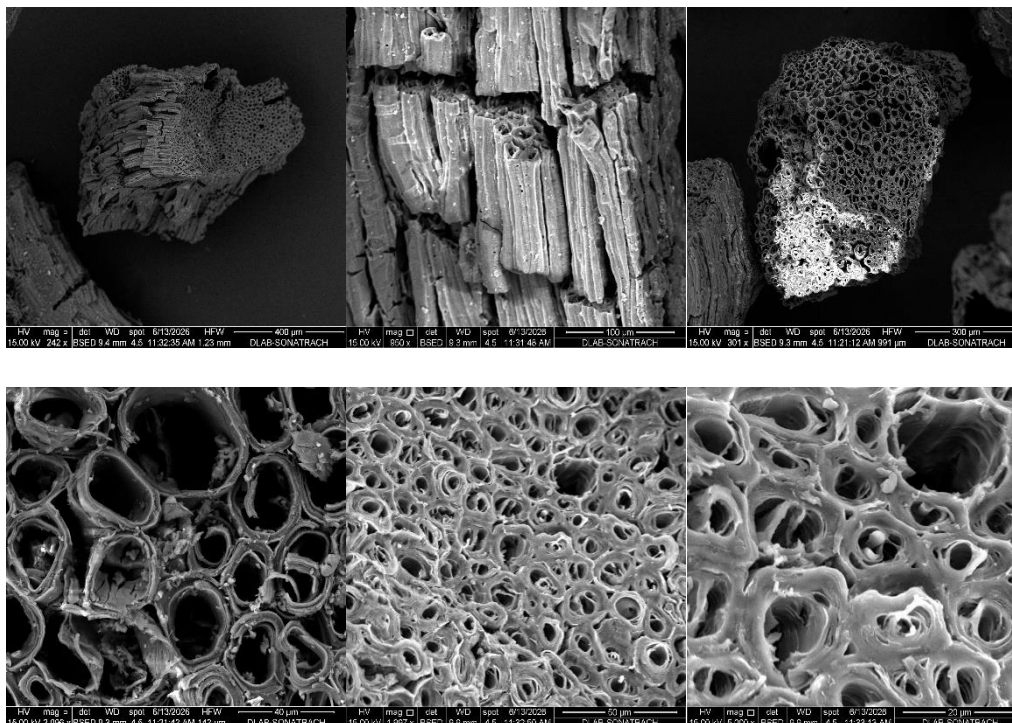


Figure III.14 : Les clichés de la microscopie électronique à balayage d'échantillon de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et $C=20\%$ en NaCl.

On observe que le charbon actif activé par NaCl donne une structure fortement poreuse caractérisée par la présence de nombreuses cavités ouvertes de formes circulaires.

Ces cavités sont réparties sur l'ensemble de la surface et forment un réseau poreux interconnecté.

La présence de vides et d'espaces interconnectés témoigne de l'efficacité du procédé d'activation avec NaCl dans le développement de la porosité du matériau, résulte probablement de l'élimination des constituants volatils lors des étapes de carbonisation et d'activation, conduisant au développement d'une structure poreuse favorable aux phénomènes d'adsorption.

III.4.2 Echantillons pour température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$

III.4.2.1 Echantillon sans activation chimique

L'observation topographique de charbon actif non activé par NaCl d'une concentration de 0% régénérée par microscopie électronique à balayage (MEB) nous a présenté les images suivantes :

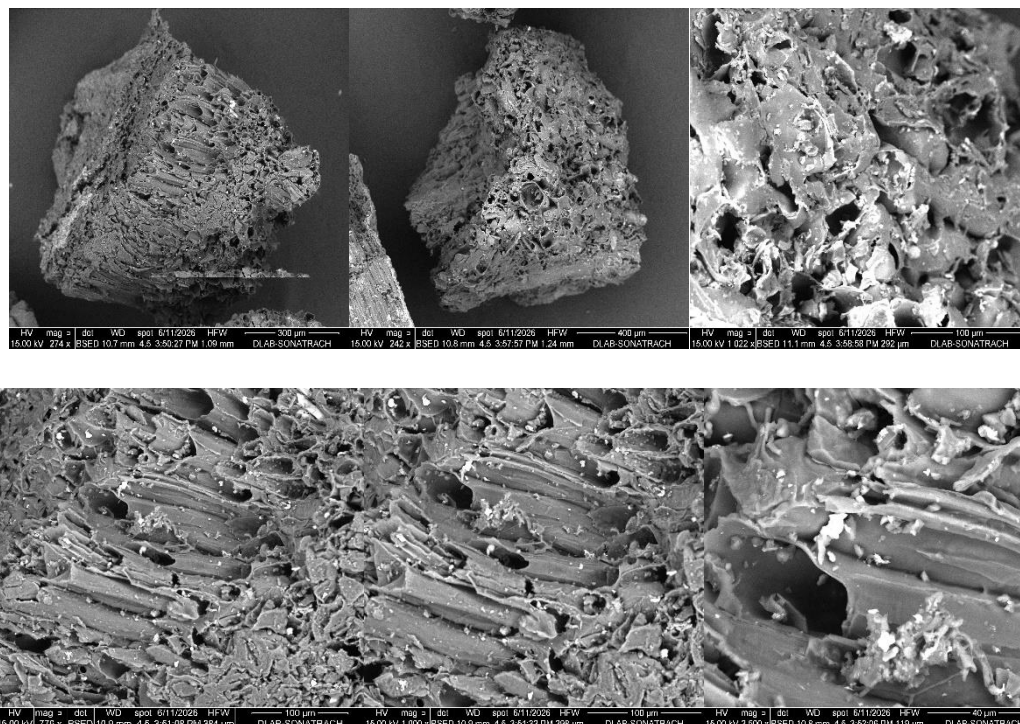


Figure III.15 : Les clichés de la microscopie électronique à balayage d'échantillon de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ sans activation chimique.

III.4.2.2 Echantillon avec activation chimique à une concentration $C=20\%$ en NaCl

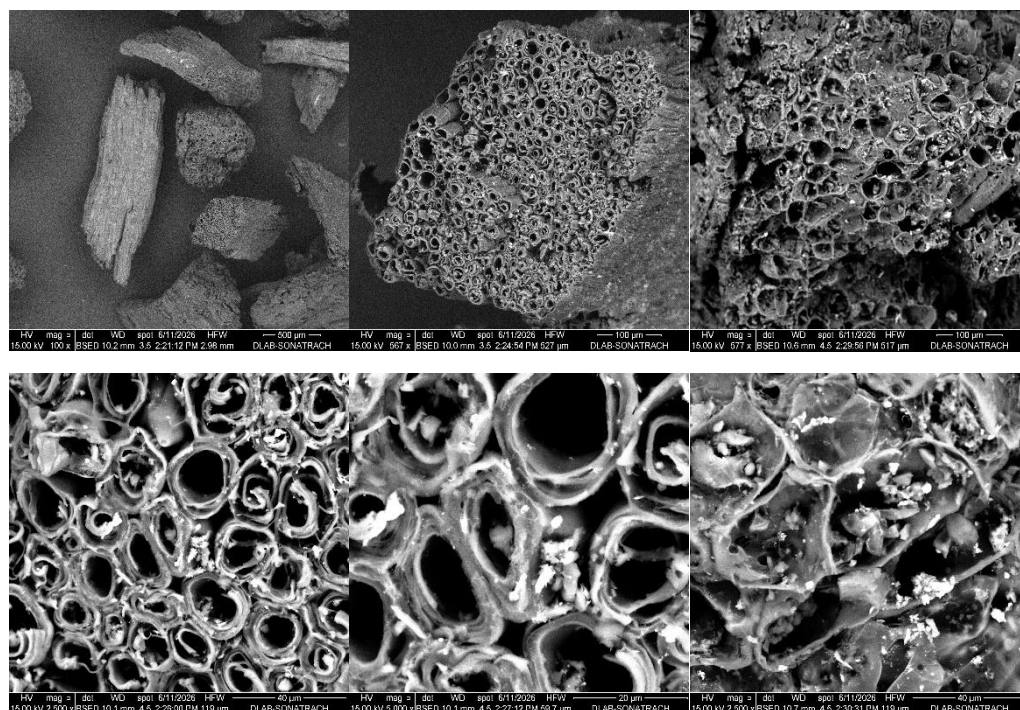


Figure III.16 : Les clichés de la microscopie électronique à balayage d'échantillon de charbon actif préparé avec activation chimique avec NaCl ($C=20\%$) à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$

D'après les **figures III.15** et **III.16** qui présente les clichés de la microscopie électronique à balayage (MEB) des charbons active préparé à une température de carbonisation de 500°C ou la première préparé sans activation chimique et la deuxième par activation chimique avec NaCl (20%) Peut-être conclure par :

L'échantillon obtenu par la première méthode présente une structure relativement compacte, constituée de feuillets agglomérés et de pores peu distincts. Bien que des cavités soient observées, leur distribution apparaît irrégulière et certaines zones semblent partiellement obstruées.

En revanche, le charbon actif obtenu avec activation chimique avec NaCl présente une structure beaucoup plus développée, caractérisée par de nombreuses cavités ouvertes et interconnectées. Les pores sont plus visibles, plus homogène répartis et présentent des dimensions plus importantes. Cette morphologie traduit un développement plus efficace de la porosité lors du processus d'activation.

Donc les observations MEB indiquent que l'activation avec NaCl pour une température carbonisation de 500°C est plus efficace pour développer la porosité du charbon actif et améliorer les propriétés texturales du matériau, ce qui devrait se traduire par de meilleures performances d'adsorption.

III.5 ANALYSE PAR SPECTROSCOPIE A ENERGIE DISPERSIVE (EDX)

Afin de compléter la caractérisation des charbons actifs préparés, une analyse de leur composition élémentaire a été effectuée par spectroscopie à dispersion d'énergie des rayons X (EDX), en association avec les observations morphologiques obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB).

III.5.1 Echantillons pour température de carbonisation T=400°C

III.5.1.1 Echantillon sans activation chimique

Quatre zones différentes de balayage ont été explorées, les images obtenues sont présentées sur les figures et les tableaux suivants :

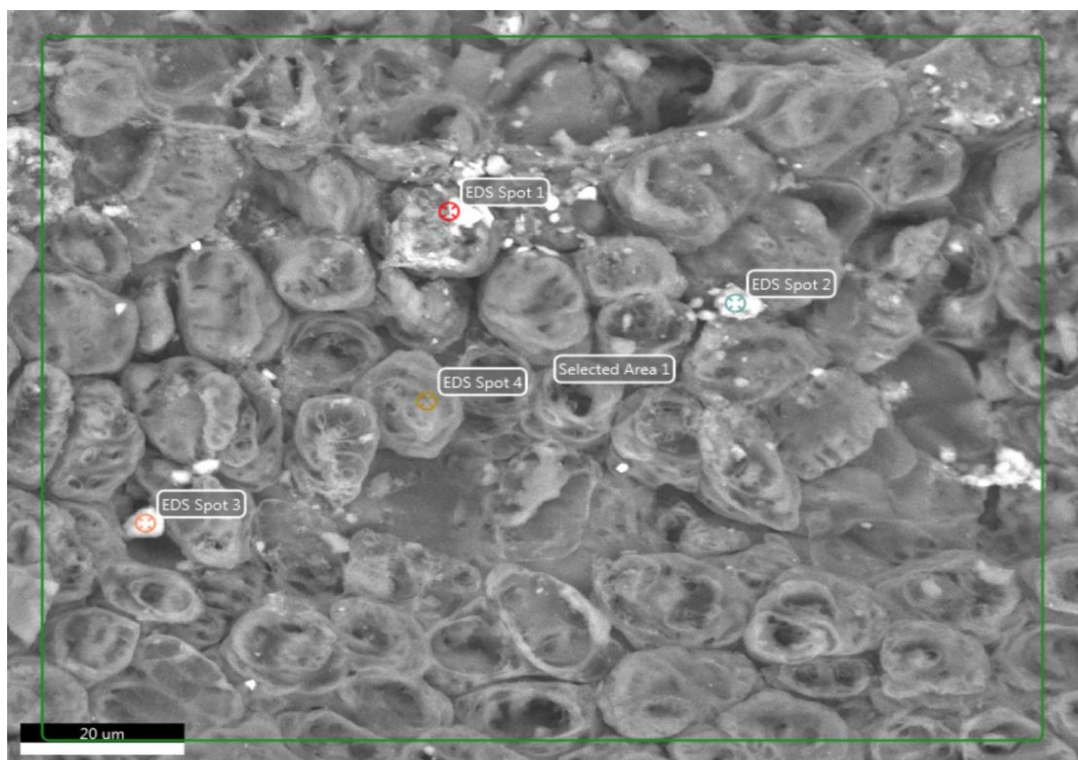


Figure III.17 : Clichés relatifs aux zones de balayage ont été explorées pour étude charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique

Les résultats de composition obtenus sont résumés séparément dans les **tableaux III. 4 à III. 7** relatifs aux quatres zones étudiées :

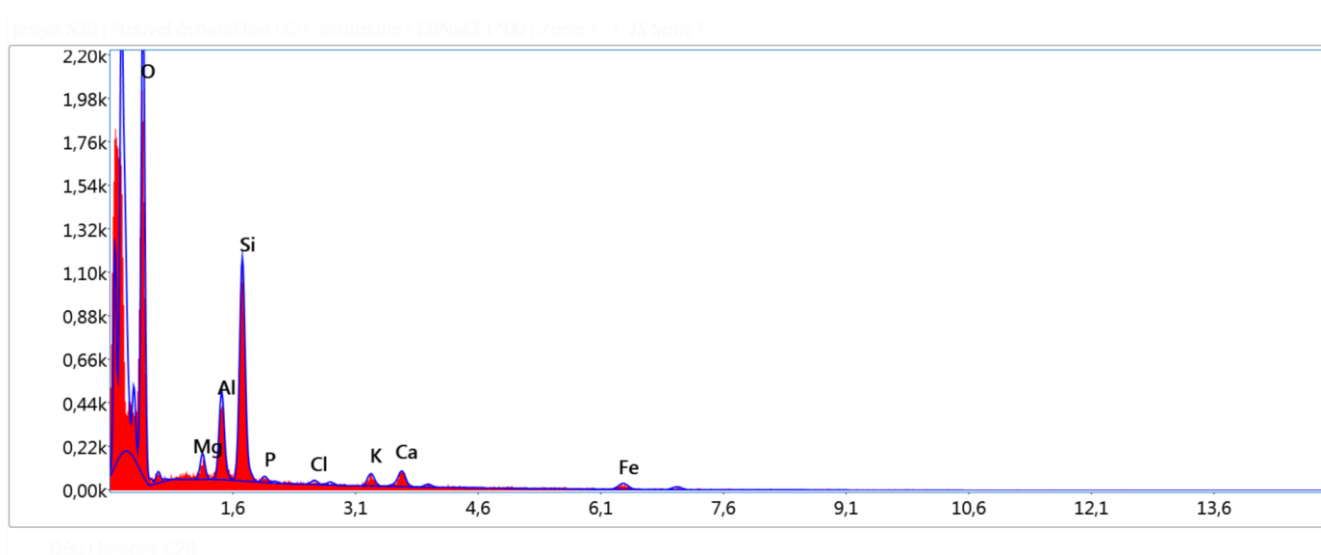


Figure III. 18 : Composition identifiée dans la zone 1 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.

Tableau III. 4 : Composition identifiée dans la zone 1 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
O K	57.99	72.62	9.26
MgK	2.32	1.91	12.65
AlK	7.57	5.62	7.81
SiK	19.82	14.14	5.68
P K	0.82	0.53	36.15
ClK	0.63	0.36	45.46
K K	2.46	1.26	16.89
CaK	3.88	1.94	13.52
FeK	4.51	1.62	13.89

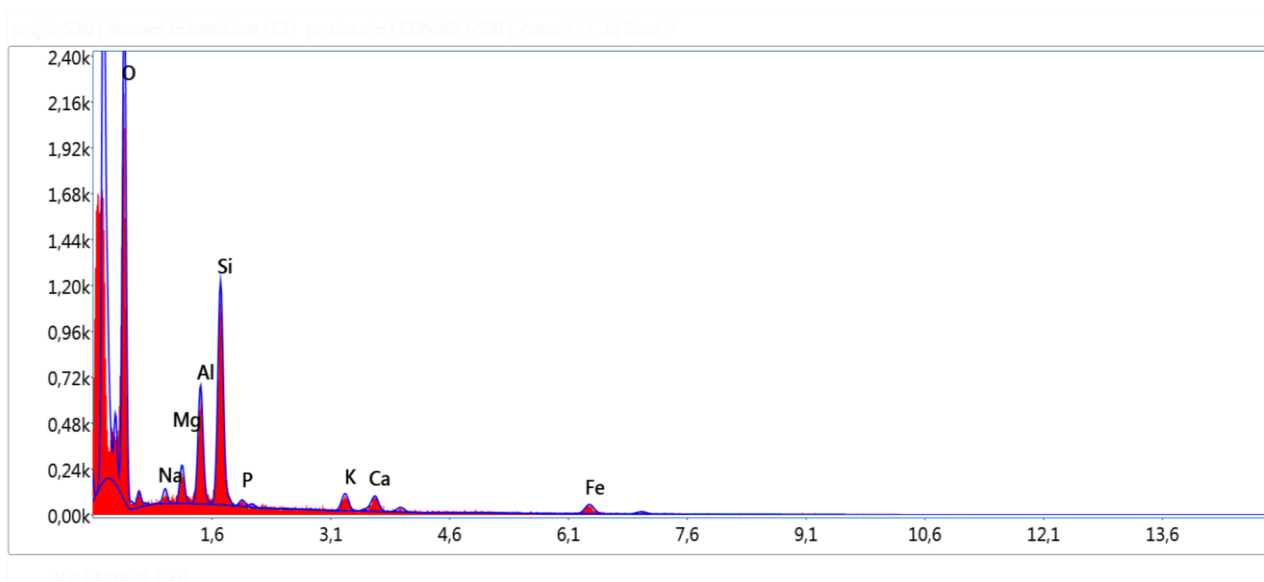


Figure III. 19 : La composition identifiée dans la zone (02) de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.

Tableau III. 5 : La composition identifiée dans la zone (02) de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
O K	54.31	69.46	9.20
NaK	1.85	1.65	17.59
MgK	3.14	2.64	10.92
AlK	9.25	7.01	7.32
SiK	18.09	13.18	5.88
P K	0.74	0.49	38.40
K K	2.99	1.56	14.39
CaK	3.34	1.71	11.03
FeK	6.28	2.30	11.93

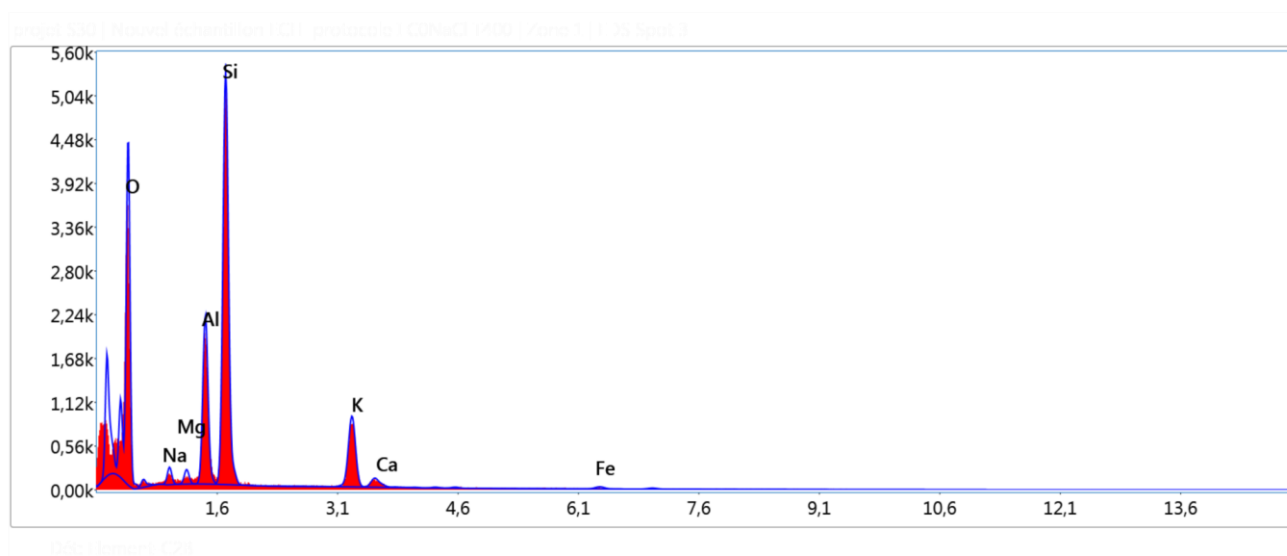


Figure III. 20 : Composition identifiée dans la zone (03) de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.

Tableau III. 6 : Composition identifiée dans la zone 3 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
O K	43.65	59.51	9.65
NaK	1.69	1.60	12.25
MgK	0.96	0.86	10.77
AlK	10.73	8.68	5.59
SiK	28.41	22.06	4.83
K K	11.21	6.25	4.4
CaK	0.48	0.26	29.80
FeK	1.24	0.49	22.85
SbL	1.63	0.29	38.10

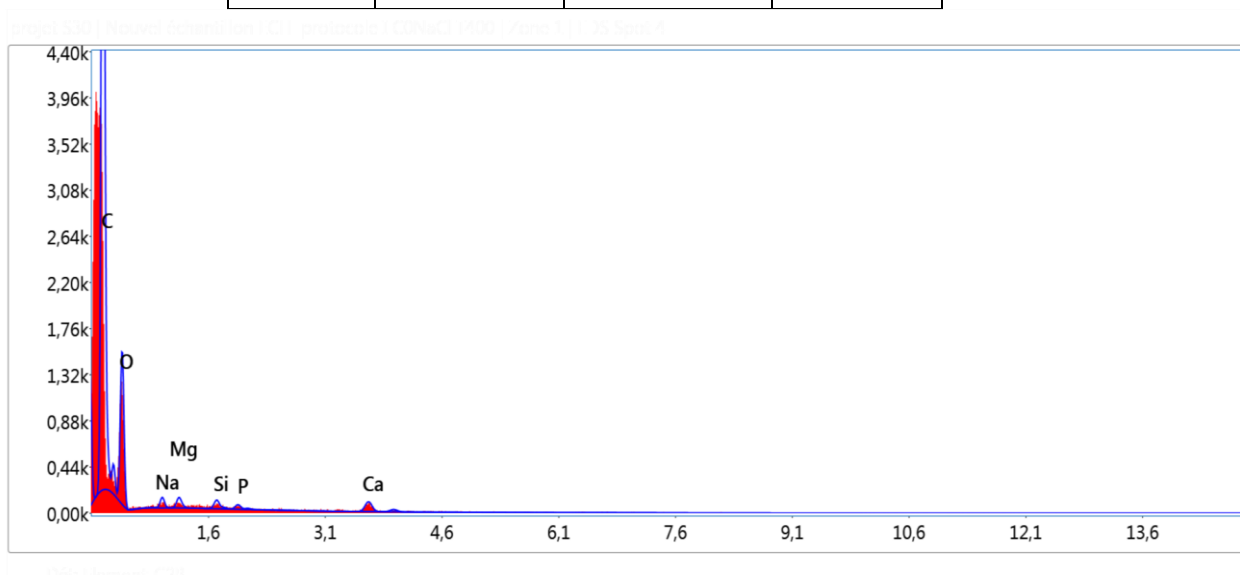


Figure III. 21 : Composition identifiée dans la zone (04 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.

Tableau III. 7 : Composition identifiée dans la zone 4 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
C K	70.83	77.37	8.75
O K	25.8	21.16	11.46
NaK	0.75	0.43	15.90
MgK	0.49	0.27	14.16
SiK	0.41	0.19	16.20
P K	0.29	0.12	24.32
CaK	1.42	0.47	9.23

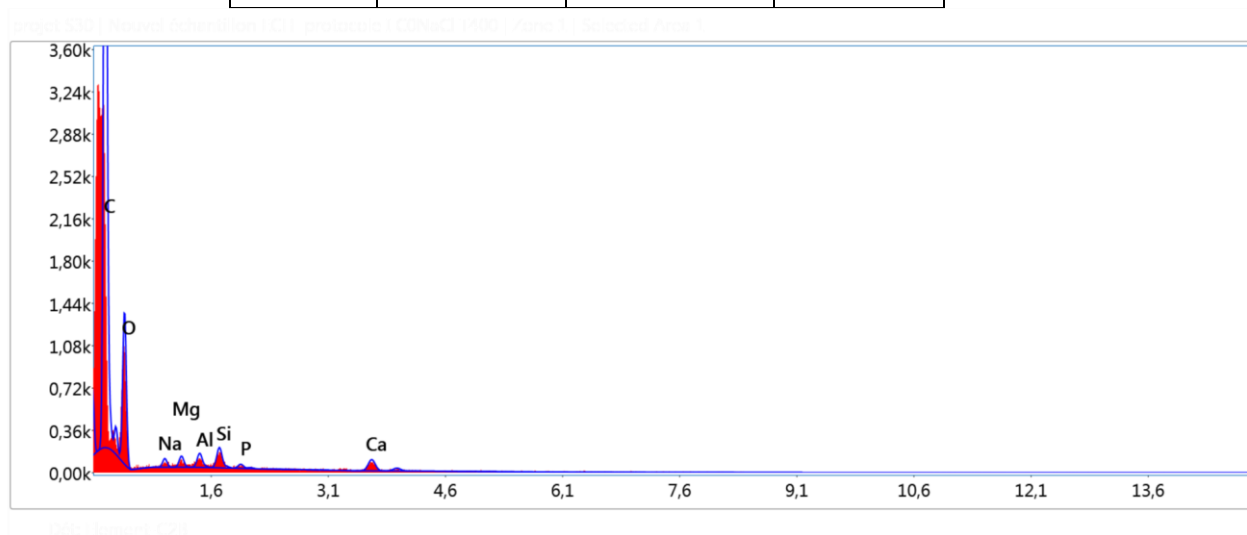


Figure III. 22 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.

Tableau III. 8 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique.

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
C K	69.78	76.81	9.07
O K	25.55	21.12	11.53
NaK	0.61	0.35	16.80
MgK	0.54	0.29	13.85
AlK	0.66	0.32	11.36
SiK	0.97	0.45	9.61
P K	0.27	0.11	29.61
CaK	1.63	0.54	9.80

III.5.1.2 Echantillon avec activation chimique à une concentration $C=20\%$ en NaCl

Deux zones différentes de balayage ont été explorées, les images obtenues sont présentées sur les figures et les tableaux suivants :

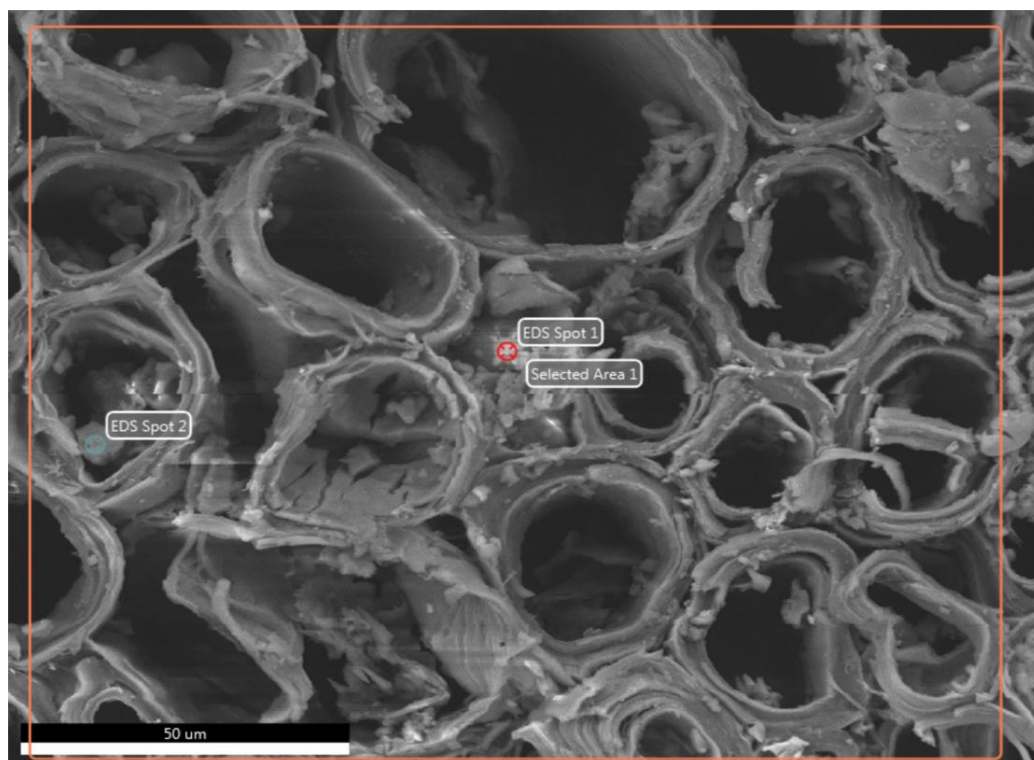


Figure III.23 : Cliché relatif aux zones de balayage ont été explorées pour étude charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ et avec activation chimique
Concentration $C(\text{NaCl})=20\%$

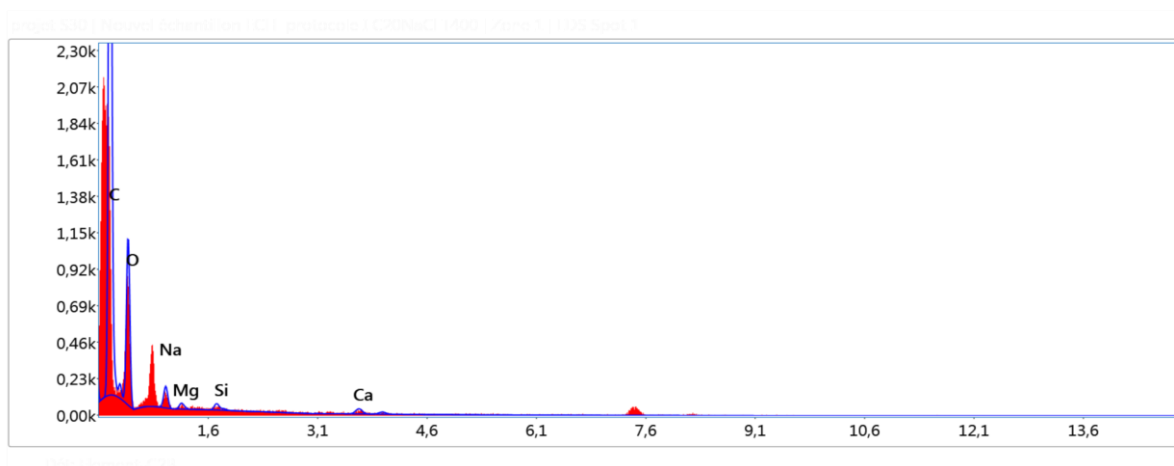


Figure III. 24 : Composition identifiée dans la **zone 1** de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique.

Tableau III. 9: Composition identifiée la **zone 1** de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
C K	67.30	74.05	9.03
O K	29.48	24.35	11.57
NaK	1.74	1.00	12.54
MgK	0.31	0.17	24.79
SiK	0.34	0.16	25.48
CaK	0.82	0.27	19.48

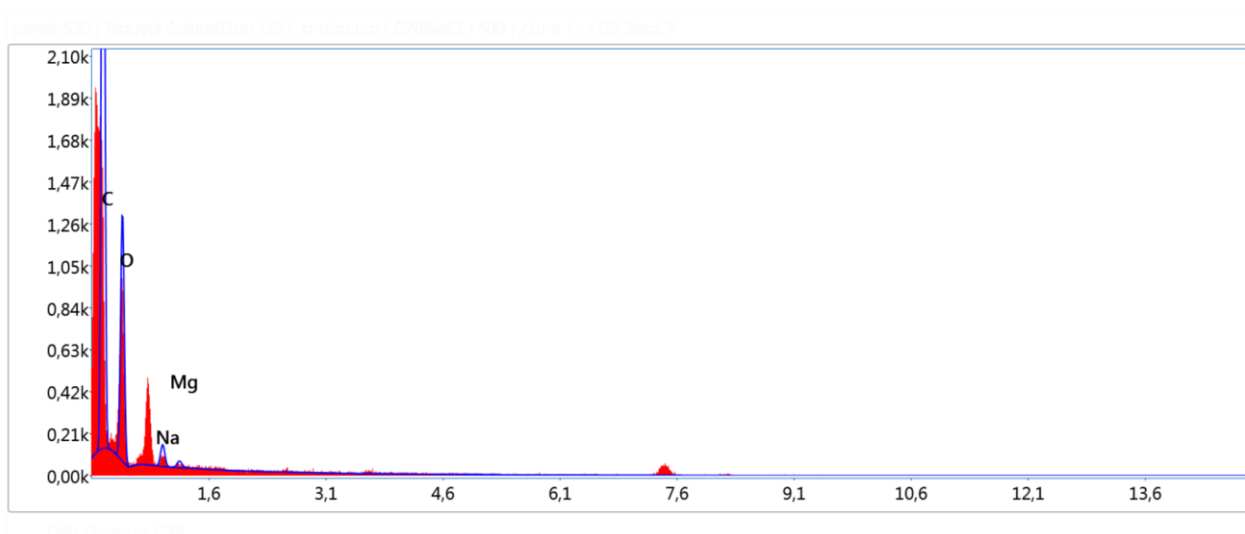


Figure III. 25 : Composition identifiée dans la zone de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Tableau III. 10 : Composition identifiée dans la zone 2 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
C K	65.49	71.97	8.98
O K	32.81	27.06	11.37
NaK	1.41	0.81	14.37
MgK	0.29	0.16	30.36

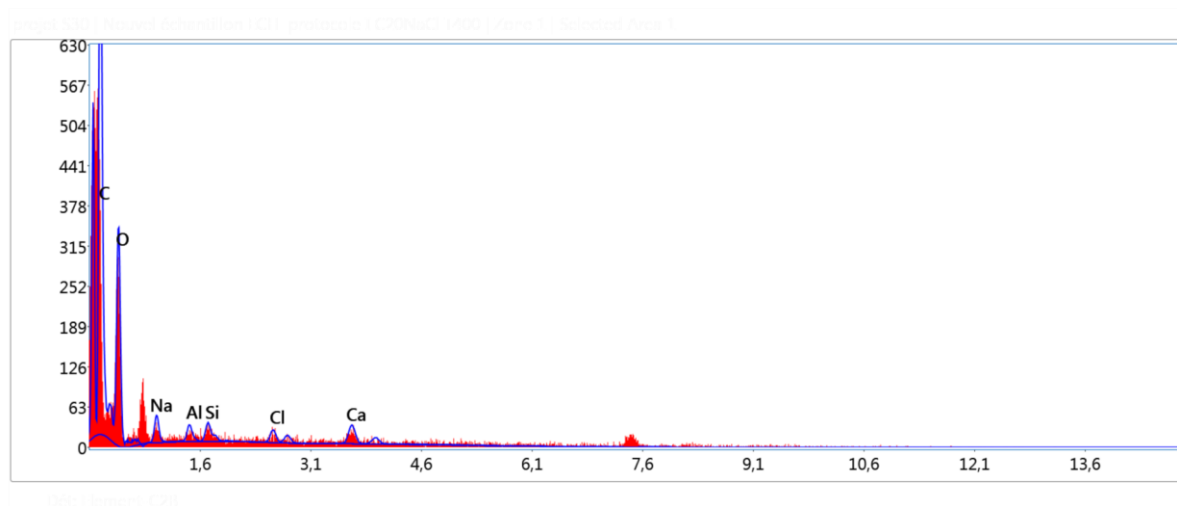


Figure III. 26 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée1 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=400^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Tableau III. 11 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
C K	65.49	71.97	8.98
O K	32.81	27.06	11.37
NaK	1.41	0.81	14.37
MgK	0.29	0.16	30.36

Selon les résultats d'analyse EDX tableaux III.8 et III.11 les deux échantillons met en évidence un matériau fortement carbonée, dominée par le carbone (C =69.78 % massique correspond 76,81 % atomique pour l'échantillon sans activation) ; C=65.49 % massique correspond 71.97% atomique pour l'échantillon activé à 20%NaCl)). Cette proportion confirme que le matériau étudié est bien un charbon actif, dont la structure est essentiellement constituée de carbone amorphe.

L'oxygène (25.55 % massique correspond 21.12 % (non activé), 32.81 % massique correspond 27.06 % atomique (activé à 20% NaCl)). Est également très abondant, ce qui indique une surface fortement fonctionnalisée par des groupes oxygénés (hydroxyles, carbonyles et carboxyles) [61]. Cette forte teneur en O suggère un charbon actif relativement oxydé, favorable aux phénomènes d'adsorption polaire.

Les différences entre les deux échantillons indiquent cependant des états de purification ou d'activation différents : le charbon activé par NaCl, plus simple en composition, semble correspondre à un charbon actif relativement pur avec peu de phases inorganiques détectées, tandis que le charbon non activé présente une signature plus riche en éléments minéraux (Si,

Al, Ca , P), généralement associés à des cendres résiduelles ou à des impuretés provenant de la matière première.

Les éléments inorganiques détectés (Na, Ca , Al, Si, Cl) sont présents à faibles teneurs et correspondent à des résidus minéraux (cendres) issus de la matière première et du procédé d'activation.

Le calcium (2,86 %) est l'élément minéral le plus abondant, typique des charbons actifs d'origine végétale.

Le sodium (1,41 % massique) provenir de traitements chimiques (activation).

Le chlore (1,09 %) peut indiquer des résidus de chlorures (agents d'activation).

Les traces de Si et Al suggèrent des impuretés minérales silicatées (argiles ou poussières minérales).

III.5.2 Echantillons pour température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$

III.5.2.1 Echantillon sans activation chimique

Ainsi deux zones différentes de balayage ont été explorées, les images obtenues sont présentées sur les figures suivantes :



Figure III.27 : Clichés relatifs aux zones de balayage ont été explorées pour étude charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique

Tableau III. 12 : Composition identifiée dans la zone 1 de charbon actif préparé à température de carbonisation T=500°C et sans activation chimique

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
O K	16.67	27.09	11.22
Na K	1.41	1.62	10.85
Al K	14.47	14.11	4.84
Si K	44.12	41.34	4.51
K K	23.53	15.34	3.88

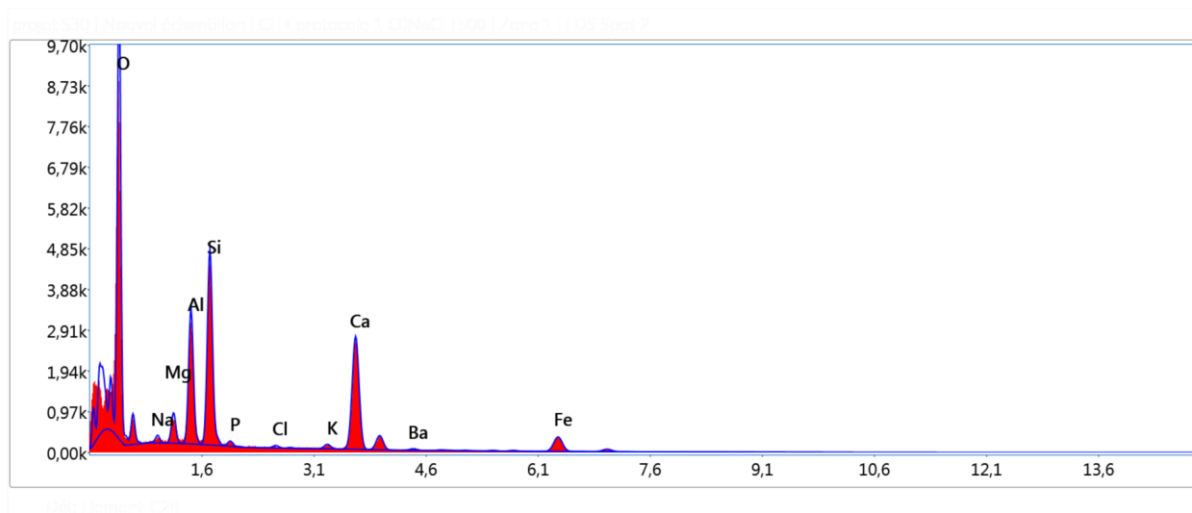


Figure III. 29 : Composition identifiée dans la zone 2 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique

Tableau III. 13 : Composition identifiée dans la zone 2 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
O K	50.25	68.54	9.66
Na K	0.76	0.72	16.63
Mg K	1.93	1.73	8.69
Al K	7.92	6.41	6.10
Si K	11.66	9.06	5.22
P K	0.42	0.3	20.88
Cl K	0.24	0.15	30.12
K K	0.55	0.31	17.30
Ca K	18.02	9.81	3.08
Fe K	7.21	2.82	5.26
BaL	1.04	0.17	43.69

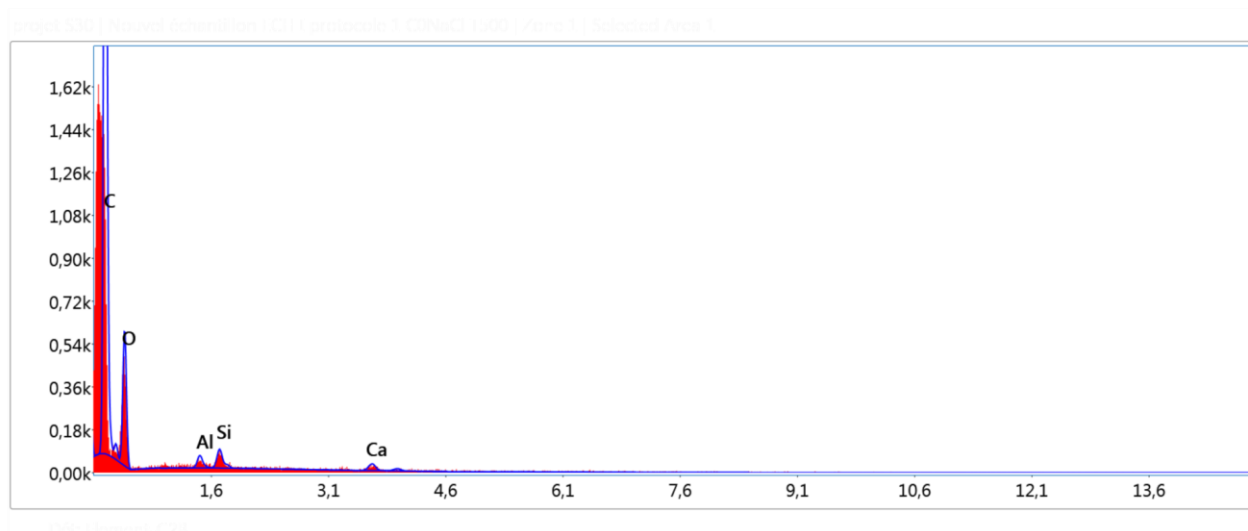


Figure III. 30 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique

Tableau III. 14 : Composition identifiée dans la zone Sélectionnée de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
C K	72.87	78.97	9.05
O K	24.55	19.97	12.23
Al K	0.61	0.3	16.33
Si K	0.94	0.43	11.01
Ca K	1.04	0.34	23.13

III.5.2.2 Echantillon avec activation chimique à une concentration $C=20\%$ en NaCl

Quatre zones différentes de balayage ont été explorées, les images obtenues sont présentées sur les figures suivantes :

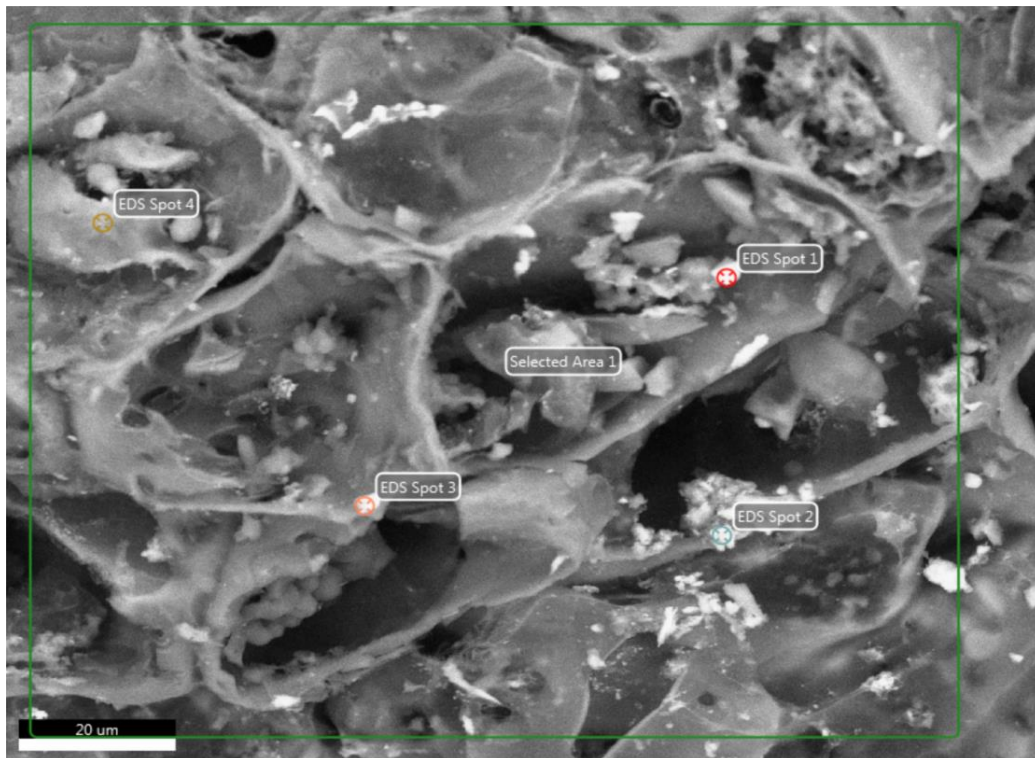


Figure III.31 : Clichés relatifs aux zones de balayage ont été explorées pour étude charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Concentration $C(\text{NaCl})=20\%$

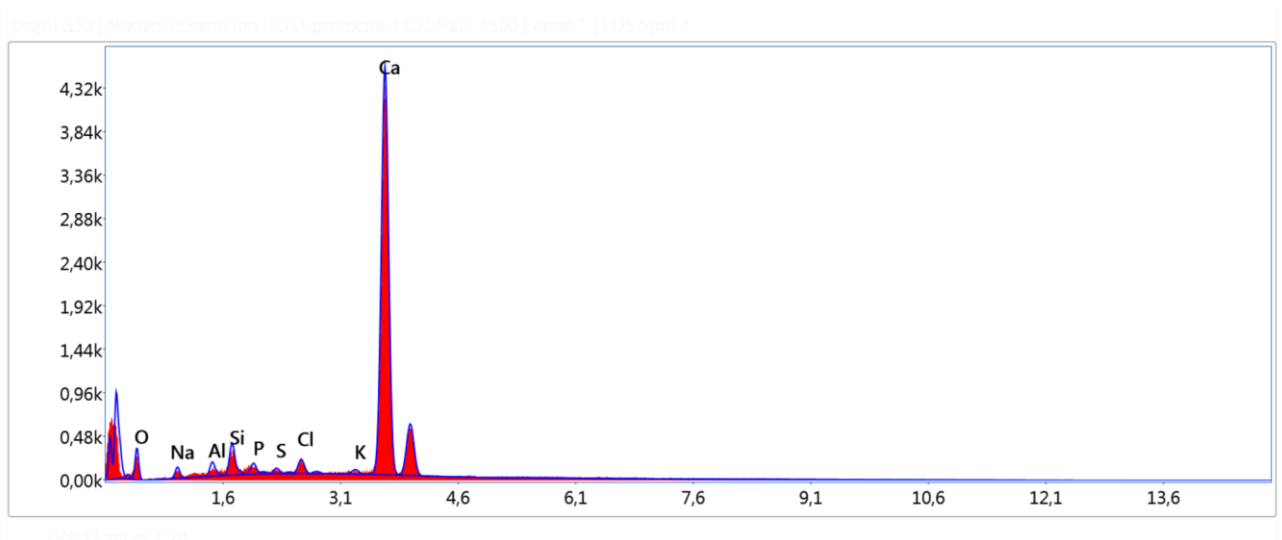


Figure III. 32 : Composition identifiée dans la zone 1 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Tableau III. 15 : Composition identifiée dans la zone 1 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
O K	12.89	26.38	13.42
Na K	1.29	1.83	13.58
Al K	1.01	1.22	10.56
Si K	2.17	2.53	7.44
P K	0.97	1.03	16.24
S K	0.50	0.51	26.50
Cl K	1.47	1.35	14.8
K K	0.56	0.47	27.76
Ca K	79.15	64.67	2.63

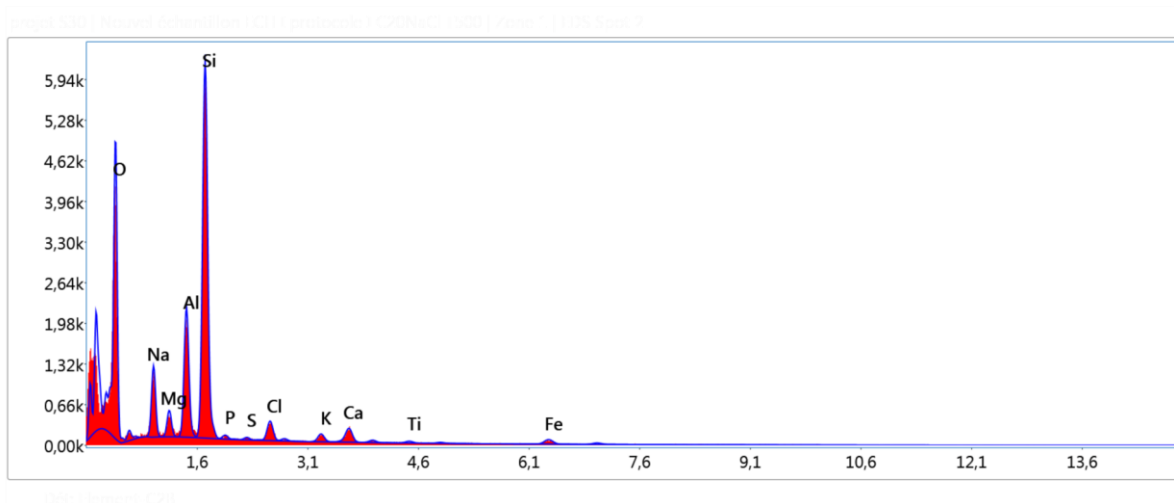


Figure III. 33 : Composition identifiée dans la zone 2 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Tableau III. 16: Composition identifiée dans la zone 2 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ et sans activation chimique

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
O K	38.15	52.24	9.49
Na K	7.53	7.22	8.32
Mg K	2.10	1.9	9.18
Al K	9.85	8.05	5.89
SiK	30.53	23.95	4.93
P K	0.51	0.36	27.81
S K	0.32	0.22	37.44
Cl K	2.78	1.73	9.10
K K	1.45	0.82	14.51
Ca K	3.16	1.74	8.10
TiK	0.53	0.25	36.84
FeK	3.09	1.22	11.71

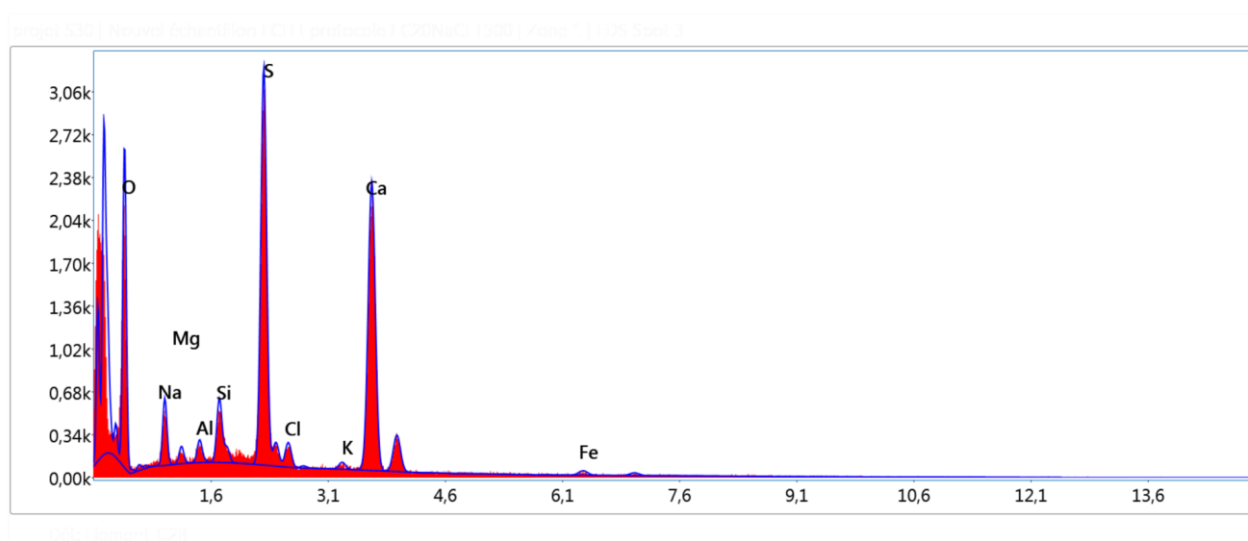


Figure III. 34 : Composition identifiée dans la de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Tableau III. 17 : Composition identifiée dans la zone 3 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
O K	37.82	59.90	11.00
Na K	4.05	4.24	10.21
Mg K	0.71	0.71	14.29
Al K	0.86	0.76	12.69
SiK	2.31	1.98	6.76
S K	19.58	14.70	3.66
Cl K	1.56	1.06	12.47
K K	0.57	0.35	23.83
Ca K	31.07	18.66	3.25
FeK	1.47	0.63	19.18

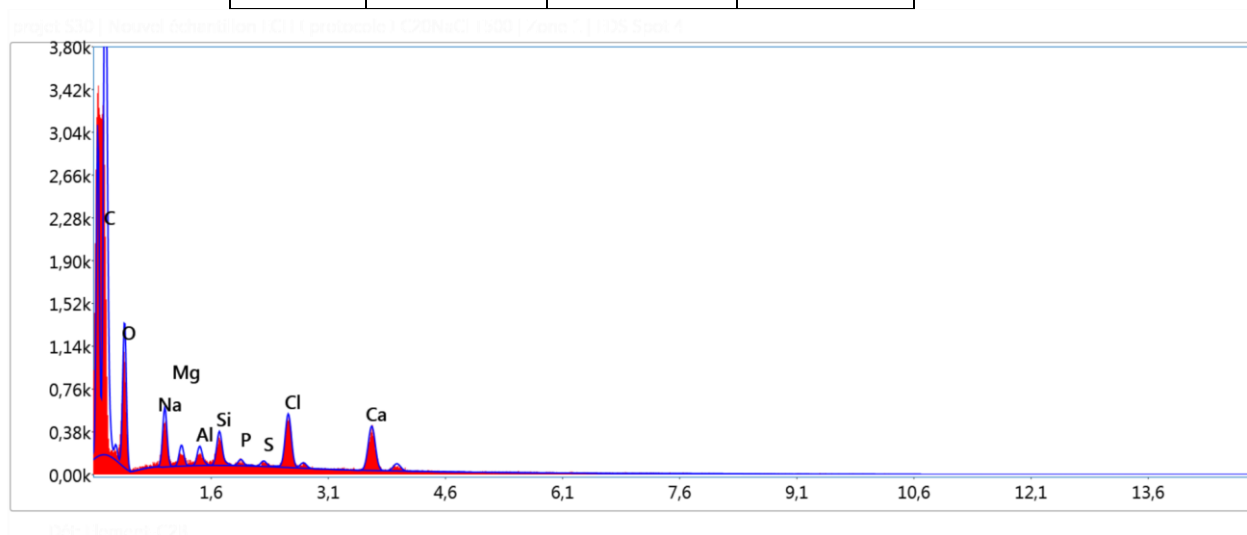


Figure III. 35 : Composition identifiée dans la zone 4 de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Tableau III. 18 : Composition identifiée dans la zone 4 de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
C K	61.50	72.91	10.29
O K	21.85	19.45	11.61
Na K	3.53	2.19	9.28
Mg K	0.90	0.52	10.49
Al K	0.80	0.42	11.18
SiK	1.40	0.71	8.23
P K	0.35	0.16	26.12
S K	0.32	0.14	27.45
Cl K	3.76	1.51	5.26
Ca K	5.59	1.99	4.93

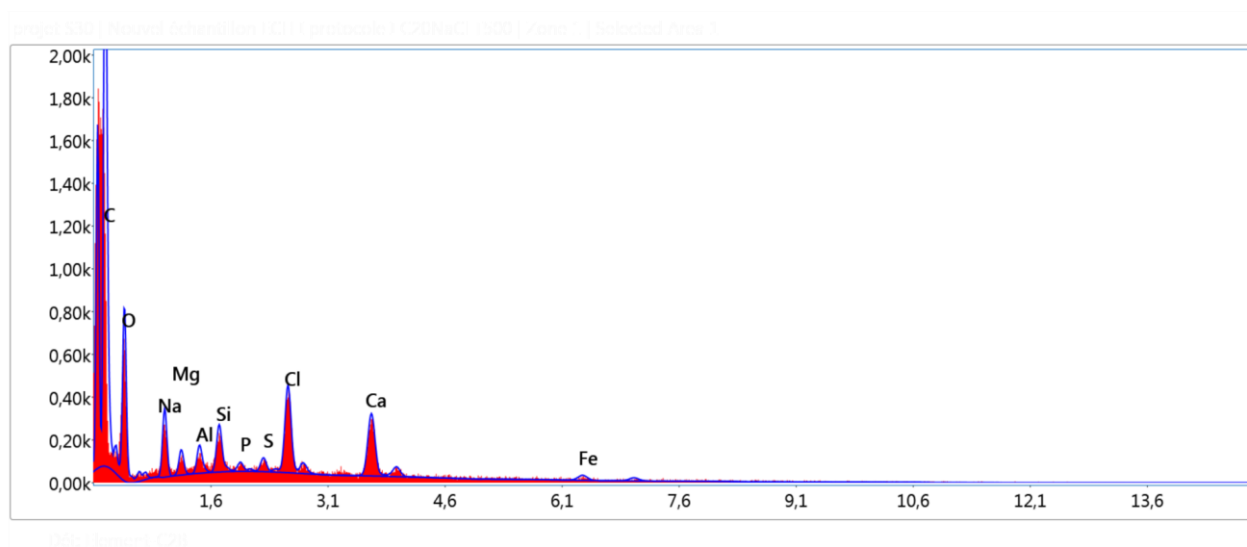
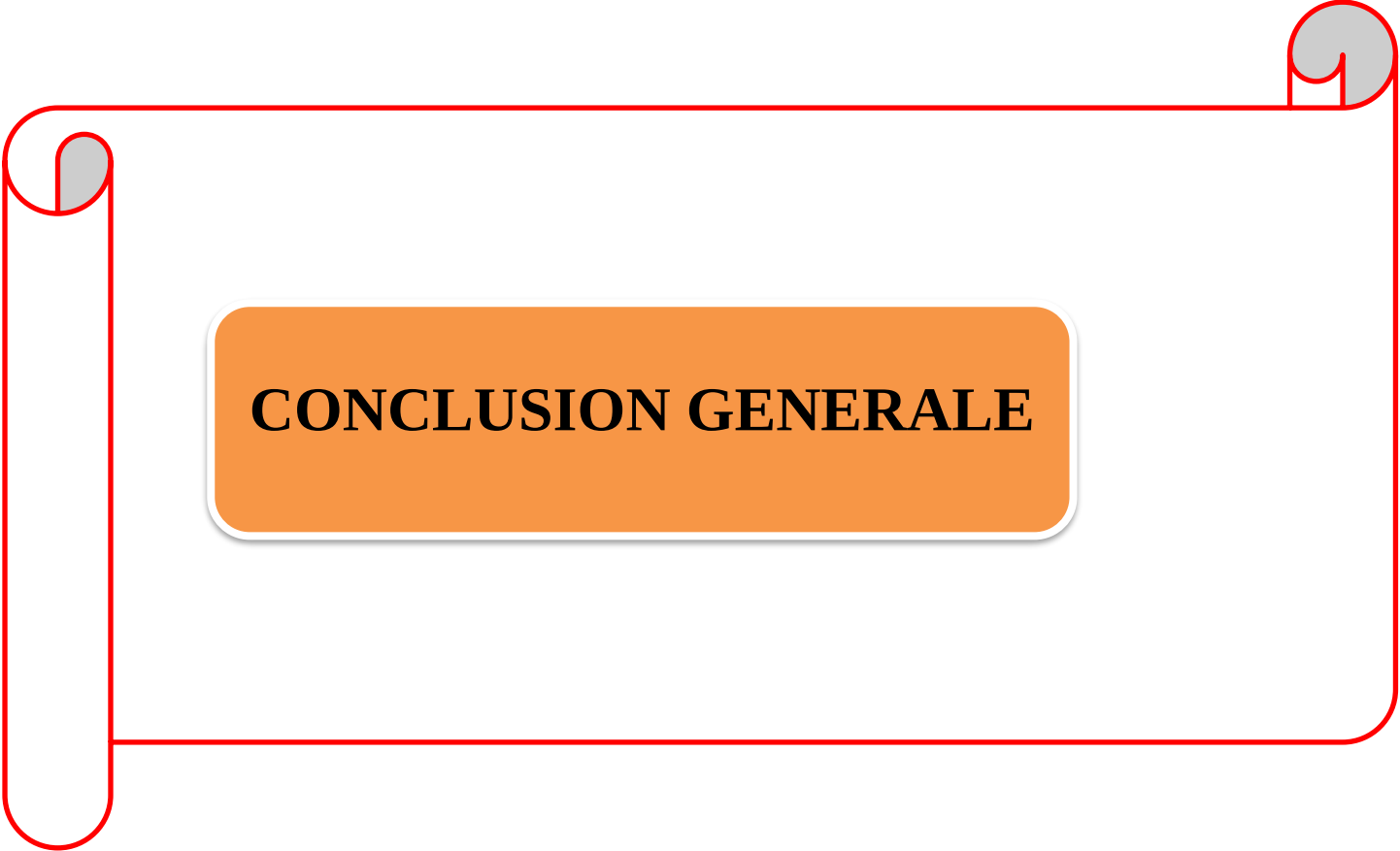


Figure III. 36: Composition identifiée dans la zone sélectionnée de clichés de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Tableau III. 19 : Composition identifiée dans la zone sélectionnée de charbon actif préparé à température de carbonisation $T=500^{\circ}\text{C}$ avec activation chimique

Elément	% de masse	% atomique	Erreur %
C K	58.31	71.43	10.92
O K	20.90	19.22	12.45
Na K	3.38	2.17	10.00
Mg K	0.85	0.51	12.37
Al K	0.92	0.50	11.20
Si K	1.59	0.83	8.16
P K	0.38	0.18	32.05
S K	0.64	0.29	22.02
Cl K	5.07	2.10	5.62
Ca K	6.44	2.37	5.79
Fe K	1.53	0.40	22.07

La comparaison entre les résultats des **tableaux III.14** et **III.19** qui présentent l'analyse EDX du charbon actif non activé et avec activation chimique en NaCl (20%) on remarque que : avec activation chimique en NaCl (20%) l'apparition de sodium (3,38 %) et de chlore (5,07 %), confirmant l'interaction entre le matériau et le milieu salin. La diminution relative du carbone (72,87 % à 58,31 %) est attribuée à l'enrichissement de la surface par des espèces minérales adsorbées ou déposées. L'augmentation du calcium (Ca) ainsi que l'apparition du magnésium (Mg) et du fer suggèrent également la présence de composés inorganiques à la surface du charbon actif peut être expliqué par des impuretés présentes dans la solution saline. Ces résultats démontrent la capacité du matériau à retenir des ions présents dans le milieu salin. Ces résultats expliquent pourquoi l'indice d'iode est plus élevé dans le premier échantillon, qui n'a pas subi d'activation chimique.



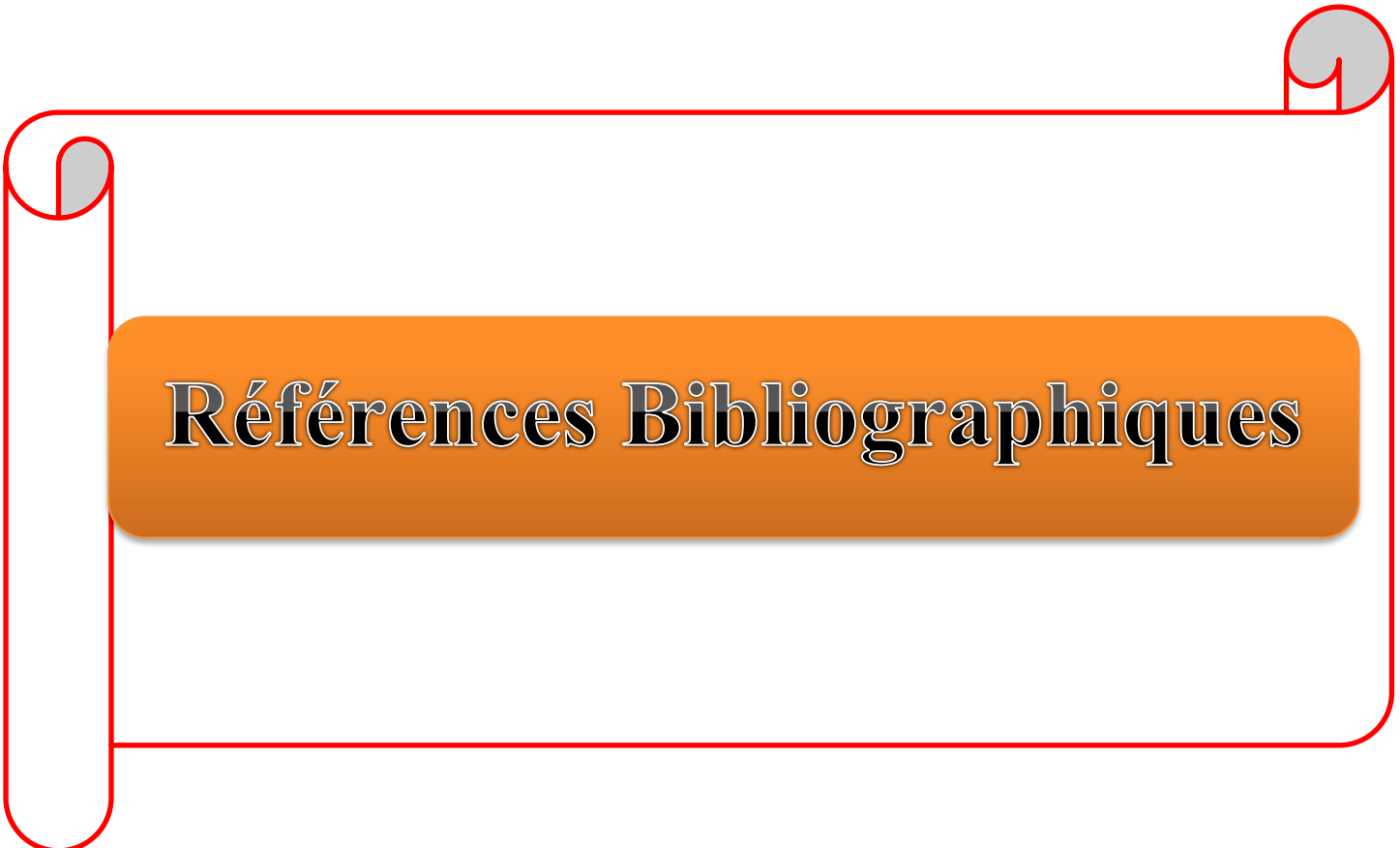
CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Cette étude a porté sur la valorisation des pommes de pin comme matière première pour la production de charbon actif destiné aux applications d'adsorption. Après la collecte des pommes de pin, les écales ont été extraites puis utilisées comme précurseur pour la préparation des échantillons. Deux protocoles expérimentaux ont été mis en œuvre. Dans le protocole 1, les écales ont été directement séchées à l'étuve après lavage, tandis que dans le protocole 2, elles ont été laissées à l'air libre pendant 48 heures avant les opérations de broyage et de tamisage. Les échantillons ont ensuite été imprégnés avec différentes concentrations de NaCl (0 %, 5 %, 10 %, 15 % et 20 %), la concentration 0 % étant considérée comme référence. Après activation, les matériaux ont été carbonisés à 300 °C, 400 °C et 500 °C afin d'évaluer l'influence des conditions opératoires sur les propriétés du charbon actif obtenu. L'étude du rendement a montré que l'augmentation de la température de carbonisation entraîne généralement une diminution de la masse de charbon récupérée, en raison de l'élimination progressive des composés volatils. Cependant, cette élévation de température favorise simultanément le développement de la structure poreuse du matériau. Les résultats de l'indice d'iode ont confirmé les bonnes performances adsorbantes des charbons actifs préparés. La capacité d'adsorption augmente rapidement au cours des premières minutes de contact, notamment à 15 min, puis atteint progressivement l'équilibre après environ 3 à 5 heures. Les analyses ont également montré que l'influence du NaCl demeure relativement faible, les différences observées entre les concentrations étudiées étant peu significatives. La concentration 20 % NaCl a présenté les meilleures performances dans certaines conditions, tandis que la concentration 0 % NaCl a fourni les résultats les plus stables et les plus reproductibles. La caractérisation morphologique réalisée par Microscopie Électronique à Balayage (MEB) a révélé la présence d'une structure poreuse bien développée pour les échantillons activés. Les micrographies ont montré que les pores des charbons activés sont plus nombreux et plus ouverts que ceux des échantillons non activés, ce qui favorise les phénomènes d'adsorption. Ces observations sont en accord avec les résultats obtenus lors des essais d'indice d'iode. Par ailleurs, les analyses EDX ont confirmé la formation effective du charbon actif. Les spectres obtenus ont révélé une teneur en carbone supérieure à 68 % pour l'ensemble des échantillons analysés. Cette forte proportion de carbone témoigne d'une carbonisation réussie des fibres de pommes de pin et confirme l'obtention d'un matériau carboné présentant les caractéristiques attendues d'un charbon actif. La présence majoritaire du carbone, associée au développement de la porosité observée par MEB, démontre la qualité

CONCLUSION GENERALE

du matériau préparé. La comparaison entre les deux protocoles montre que les deux méthodes permettent de produire un charbon actif performant. Le protocole 1 a présenté de légers avantages à certaines températures, tandis que le protocole 2 a montré des performances comparables et parfois légèrement supérieures à 500 °C. Toutefois, les différences observées restent modérées, indiquant que les deux approches sont adaptées à la production de charbon actif à partir des fibres de pommes de pin. En conclusion, les résultats obtenus démontrent que les fibres de pommes de pin constituent un précurseur efficace et peu coûteux pour la production de charbon actif. Les analyses de rendement, d'indice d'iode, de MEB et d'EDX ont confirmé la réussite du procédé de préparation ainsi que les bonnes propriétés adsorbantes du matériau obtenu. Cette valorisation d'un déchet lignocellulosique représente une alternative durable et prometteuse pour la production de matériaux adsorbants destinés au traitement des eaux et à la protection de l'environnement.

A decorative red scroll frame with three grey circular accents at the top-left, top-right, and bottom-left corners. Inside the frame is an orange rounded rectangle containing the title.

Références Bibliographiques

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. NASR, M.; SAMY, M. Plant-based adsorbents for emerging pollutants removal: A decade review. In: *Sustainable Remediation Technologies for Emerging Pollutants in Aqueous Environment*. Elsevier, Amsterdam, 2024, pp. 241–262.
2. PARVIN, F.; NILOY, N.M.; HAQUE, M.M.; TAREQ, S.M. Activated carbon as potential material for heavy metals removal from wastewater. In: *Emerging Techniques for Treatment of Toxic Metals from Wastewater*. Elsevier, 2023, pp. 117–129.
3. SCHEELE, C.W. Recognition of the adsorptive power of charcoal through adsorption of gases on charcoal surface, 1773.
4. LOWITZ, T. Use of charcoal in various aqueous solution decolorization, 1785.
5. KEHL, J.G. Use of charcoal prepared from animal tissue for color removal from aqueous solutions, 1793.
6. English Sugar Company. Use of wood-derived charcoal for decolorization of sugar syrup, 1794.
7. DELESSERT, B. Use of charcoal for sugar-beet liquor decolorization, 1805.
8. BUSSY, A. Preparation of activated carbon by physical and chemical activation using blood and potash, 1822.
9. STENHOUSE, J. Preparation of char by heating flour, tar and magnesium carbonate mixture, 1856.
10. LIPSCOMBE, T. Preparation of carbon for purification of portable water, 1862.
11. HUNTER, W. Preparation of activated carbon from coconut shell and study of gas adsorption, 1865.
12. WINSER, J. Preparation of activated carbon from paper mill waste and phosphate heating, 1868.
13. OSTREJKO, R. Development of commercial activated carbon through metal chlorides treatment and carbon dioxide activation, 1900.
14. First industrial production and commercialization of activated carbon "Eponit", 1911.
15. WUNCH, J. Study on enhancement of decolorizing capacity of Eponit by zinc chloride treatment, 1913.
16. Development of coconut shell activated carbon for gas masks during World War I, 1914–1918.
17. KUBELKA, P. Study of sorption phenomenon on activated carbon using capillary condensation mechanism, 1931.

Références Bibliographiques

18. AYRAL, C. *Élimination de polluants aromatiques par oxydation catalytique sur charbon actif*. Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, France, 2009.
19. BAHNES, Z. *Activation des noyaux de jujube pour l'obtention d'un charbon actif*. Thèse de Doctorat, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, Algérie, 2018.
20. PARVIN, F.; NILOY, N.M.; HAQUE, M.M.; TAREQ, S.M. *Activated Carbon as Potential Material for Heavy Metals Removal from Wastewater*. Elsevier, 2023.
21. RODRÍGUEZ-REINOSO, F. The role of carbon materials in heterogeneous catalysis. *Carbon*, 1998, 36(3), 159–175.
22. SING, K.S.W.; EVERETT, D.H.; HAUL, R.A.W.; et al. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. *Pure and Applied Chemistry*, 1985, 57(4), 603–619.
23. IBÁÑEZ, E.F. *Étude de la carbonisation et de l'activation de précurseurs végétaux durs et mous*. Thèse de Doctorat, Université de Granada, Espagne, 2002.
24. LE PAPE, H. *Étude des propriétés germicides de fibres de carbone activé : application à la décontamination de l'air en cabine d'avion*. Thèse de Doctorat, Université de Limoges, France, 2003.
25. MATATOV-MEYTAL, Y.; SHEINTUCH, M. Catalytic fibers and cloths. *Applied Catalysis A : General*, 2002, 231, 1–16.
26. BRUNAUER, S.; EMMETT, P.H.; TELLER, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American Chemical Society*, 1938, 60(2), 309–319.
27. BANSAL, R.C.; DONNET, J.B.; STOECKLI, H.F. *Active Carbon*. New York: Marcel Dekker, 1988.
28. ALAQARBEH, M. Adsorption phenomena: definition, mechanisms and adsorption types. *RHAZES : Green and Applied Chemistry*, 2021, 13, 43–51.
29. WORCH, E. *Adsorption Technology in Water Treatment: Fundamentals, Processes and Modeling*. Berlin : Walter de Gruyter, 2021.
30. BELAID, S.K.D. *Préparation des matériaux biosorbants, caroube cultivée et sauvage. Application dans le traitement d'une solution aqueuse d'un colorant textile*. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2017.
31. Qizhong Carbon. *Density of Activated Carbon*. Disponible sur : [Qizhong Carbon - Density of Activated Carbon](#). Consulté le 22 juin 2026.
32. Qizhong Carbon. *Activated Carbon Pore Size Distribution*. Disponible sur : [Qizhong Carbon - Activated Carbon Pore Size Distribution](#). Consulté le 22 juin 2026.

Références Bibliographiques

33. MADHAV, S.; SINGH, P.; MISHRA, V.; AHMED, S.; MISHRA, P.K. *Recent Trends in Wastewater Treatment*. Cham : Springer, 2022.
34. Zhulin Carbon. *Powder Activated Carbon*. Disponible sur : [Zhulin Carbon](#). Consulté le 22 juin 2026.
35. Carbon Activo. *Granular Activated Carbon*. Disponible sur : [Carbon Activo](#). Consulté le 22 juin 2026.
36. RAVARINI. *Traitement des eaux de consommation : Adsorption sur charbon actif*. Cours d'appui, ENGREF, Montpellier, France, 2004.
37. Camfil. *Activated Carbon Filter Media*. Disponible sur : [Camfil](#). Consulté le 22 juin 2026.
38. Google Images. Illustration de charbon actif. Consulté le 22 juin 2026
39. Water Concept. Illustration de charbon actif granulaire. Disponible sur : [Water Concept](#). Consulté le 22 juin 2026.
40. BANSAL, R.C.; GOYAL, M. *Activated Carbon Adsorption*. Boca Raton : CRC Press, 2005.
41. MARSH, H.; RODRÍGUEZ-REINOSO, F. *Activated Carbon*. Amsterdam : Elsevier, 2006.
42. THOMAS, W.J.; CRITTENDEN, B. *Adsorption Technology and Design*. Oxford : Butterworth-Heinemann, 1998.
43. SUZUKI, M. *Adsorption Engineering*. Amsterdam: Elsevier, 1990.
44. YANG, R.T. *Adsorbents: Fundamentals and Applications*. New York: John Wiley & Sons, 2003.
45. BANDOSZ, T.J. (Ed.). *Activated Carbon Surfaces in Environmental Remediation*. Amsterdam: Academic Press, 2006.
46. STAVROPOULOS, G.G.; SAMARAS, P.; SAKELLAROPOULOS, G.P. Preparation of activated carbons from agricultural wastes. *Journal of Hazardous Materials*, 2008, 151, 414–421.
47. CABAL, B.; BUDINOVA, T.; ANIA, C.O.; TSYNTSARSKI, B.; PARRA, J.B.; PETROVA, B. Adsorption capacity of activated carbons prepared from biomass precursors. *Journal of Hazardous Materials*, 2009, 161, 1150–1156.
48. HAO, X.L.; ZHANG, X.W.; LEI, L.C. Activated carbon prepared from biomass and its adsorption properties. *Carbon*, 2009, 47, 153–161.
49. MESTRE, A.S.; PIRES, J.; NOGUEIRA, J.M.F.; CARVALHO, A.P. Activated carbons for the adsorption of ibuprofen. *Carbon*, 2007, 45, 1979–1988.
50. BOUCHEMAL, F.; ACHOUR, S. Essais d'adsorption de la tyrosine sur charbon actif en grains et en poudre. *Larhyss Journal*, 2007, 6, 81–89.

Références Bibliographiques

51. KARAGOZ, S.; TAY, T.; UCAR, S.; ERDEM, M. Activated carbons from waste biomass by sulfuric acid activation and their use on methylene blue adsorption. *Bioresource Technology*, 2008, 99, 6214–6222.
52. ANDREOZZI, R.; CANTERINO, M.; MAROTTA, R.; PAXEUS, N. Antibiotic removal from wastewaters: The ozonation of amoxicillin. *Journal of Hazardous Materials*, 2005, 122, 243–250.
53. WILDE, M.L.; MONTIPÓ, S.; MARTINS, A.F. Degradation of β -blockers in hospital wastewater by ozonation and Fe^{2+} /ozonation. *Water Research*, 2014, 48, 280–295.
54. LIU, Z.S.; CHEN, J.Y.; PENG, Y.H. Activated carbon fibers impregnated with Pd and Pt catalysts for toluene removal. *Journal of Hazardous Materials*, 2013, 256–257, 49–55.
55. TAMAI, H.; UEMURA, N.; YASUDA, H. Preparation of Pd-supported mesoporous activated carbons and their catalytic activity. *Materials Chemistry and Physics*, 2009, 114, 10–13.
56. TSENG, H.H.; WEY, M.Y.; LIANG, Y.S.; CHEN, K.H. Catalytic removal of SO_2 , NO and HCl from incineration flue gas over activated carbon-supported metal oxides. *Carbon*, 2003, 41, 1079–1085.
57. LI, H.; YU, D.; HU, Y.; SUN, P.; XIA, J.; HUANG, H. Effect of preparation method on the structure and catalytic property of activated carbon-supported nickel oxide catalysts. *Carbon*, 2010, 48, 4547–4555.
58. AKSOYLU, A.E.; FREITAS, M.M.A.; FIGUEIREDO, J.L. Bimetallic Pt–Sn catalysts supported on activated carbon. I. Effects of support modification and impregnation strategy. *Applied Catalysis A: General*, 2000, 192, 29–42.
59. DENEUEVE, A. *Étude et caractérisation de matériaux carbonés pour applications environnementales*. Thèse de Doctorat, Université de Strasbourg, France, 2010.
60. Encyclopaedia Britannica. *Pine (Pinus)*. Disponible sur : [Encyclopaedia Britannica - Pine \(Pinus\)](#). Consulté le 22 juin 2026.
61. PUZIY, A.M.; PODDUBNAYA, O.I.; MARTINEZ-ALONSO, A.; SUAREZ-GARCIA, F.; TASCÓN, J.M.D. Synthetic carbons activated with phosphoric acid. I. Surface chemistry and ion-binding properties. *Carbon*, 2002, 40, 1493–1505.
62. European Council Of Chemical Manufacturers ‘Federations; Test Methods for activated carbon; Burggrafenstrasse 4-10, D-1000 Berlin 30, F.R. Germany, April 1986.
63. Standard Test Method for Determination of Iodine Number of Activated Carbon; Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959. United States, 2021.

Résumé

Cette étude porte sur la valorisation des pommes de pin comme précurseur biologique pour la préparation d'un charbon actif à haute capacité poreuse. Le procédé expérimental comprend le lavage, le séchage selon deux protocoles, le broyage, le tamisage, puis une activation chimique au NaCl à différentes concentrations, suivie d'un séchage à 105 °C, puis d'une carbonisation à différentes températures (300, 400 et 500 °C). Les propriétés du charbon obtenu ont été évaluées par l'indice d'iode et la Microscopie Électronique à Balayage (MEB). Les résultats montrent que l'échantillon carbonisé à 500°C présente la meilleure capacité d'adsorption avec une structure poreuse bien développée.

Mots-clés : Pommes de pin, Charbon actif, NaCl, Carbonisation, Indice d'iode, MEB.

Abstract

This study focuses on the valorization of pine cones as a biological precursor for the preparation of activated carbon with high porous capacity. The experimental process includes washing, drying according to two protocols, grinding, sieving, and then chemical activation with NaCl at different concentrations, followed by drying at 105 °C, then carbonization at different temperatures (300, 400 and 500 °C). The properties of the obtained activated carbon were evaluated using the iodine number and Scanning Electron Microscopy (SEM). The results show that the sample carbonized at 500 °C presents the best adsorption capacity with a well-developed porous structure.

Keywords: Pine cones, Activated carbon, NaCl, Carbonization, Iodine number, Scanning Electron Microscopy (SEM).

ملخص

تتمحور هذه الدراسة حول تثمين مخاريط الصنوبر باعتبارها مادة أولية حيوية لتحضير فحم منشط ذو قدرة مسامية عالية. تتضمن العملية التجريبية الغسل والتجفيف وفقًا لبروتوكولين، والطحن، والغربلة، ثم التنشيط الكيميائي باستخدام كلوريد الصوديوم بتركيزات مختلفة، يليه التجفيف عند 105 درجة مئوية، ثم التفحيم عند درجات حرارة مختلفة (300 و 400 و 500 درجة مئوية). تم تقييم خصائص الفحم المنشط المحضر باستعمال رقم اليود وتقنية المجهر الإلكتروني الماسح. أظهرت النتائج أن العينة المفحمة عند 500 °م تتميز بأفضل قدرة امتزاز مع بنية مسامية متطورة بشكل جيد.

الكلمات المفتاحية مخاريط الصنوبر، الفحم المنشط، كلوريد الصوديوم، عملية التفحيم، رقم اليود، المجهر الإلكتروني الماسح.