

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**UNIVERSITE d'ADRAR**  
**FACULTE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE**  
**DEPARTEMENT DES SCIENCES DE LA MATIERE**



**MEMOIRE DE FIN D'ETUDE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE  
MASTERCHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT**

## Thème

**Valorisation des déchets ligno-cellulosiques, issus du  
palmier dattier, en charbon actif.**

Soutenu en mai 2017

**Présenté par :**

**M<sup>me</sup> BOUTADARA Khadidja**

**M<sup>me</sup> BEN ALI Lwiza**

**Membres de Jury**

**Présidente:**

**M<sup>me</sup> DJEDID Kheira**

Univ., ADRAR

**Encadré par :**

**M<sup>r</sup> KALLOUM Slimane (Encadreur)**

Univ., ADRAR

**M<sup>me</sup> BAHIANI Malika (Co-encadreur)**

U.R.E.R.MS/ADRAR

**Examineur :**

**M<sup>r</sup> BERCHID Abdeselem**

Univ.,ADRAR

AnnéeUniversitaire 2016/2017

## REMERCIEMENTS

*Nous remercions ALLAH tout puissant de nous avoir accordé volonté et patience dans l'accomplissement de ce travail à terme.*

- Nous adressons nos remerciements au **Professeur HAMOUDA Messaoud**, Directeur de l'Unité et **Mr MOUHADJER Samir**, Directeur de Division, de l'URER/MS d'Adrar qui nous a permis de réaliser une partie du travail au sein du laboratoire de la Division Conversion Thermique et Thermodynamique.

-Nous tenons à remercier le **Directeur de l'ANRH** et tout le personnel du laboratoire d'analyses.

-Nos vifs remerciements s'adressent particulièrement à notre promoteur **M<sup>r</sup> KALLOUM Slimane**, Maitre de Conférence classe A, à l'Université d'Adrar, pour avoir accepté de nous encadrer et de nous diriger tout le long de ce travail. Qu'il trouve ici l'expression de notre profonde gratitude.

- Que **M<sup>me</sup> BAHIANI Malika**, Attachée de recherche, à l'URER.MS, et co-promotrice, soit assurée de notre profonde reconnaissance pour sa précieuse collaboration, et son infatigable dévouement.

- *Que notre profonde gratitude* soit adressée à la **Présidente du jury M<sup>me</sup> DJEDID Kheira**, Maitre-assis tant classe A, de l'Université d'Adrar pour l'honneur qu'elle nous fait en acceptant de présider notre jury de soutenance.

-*Nos vifs remerciements* sont adressés à **M<sup>r</sup> BERCHID Abdeselem**, Maitre-assistant classe A, à l'Université d'Adrar pour avoir bien voulu examiner ce présent travail.

*-Nous chaleureux remerciements sont adressés à :*


**M<sup>r</sup> Boukhatache Ishak**, technicien du laboratoire pédagogique de chimie de l'Université d'Adrar, **M<sup>me</sup> Bobekar Keltoum** et **M<sup>r</sup> Bensaid Achour**, personnel de soutien à la recherche du laboratoire physico-chimique de l'URER.MS d'Adrar, pour leurs conseils et leurs assis tances techniques lors de nos manipulations de laboratoire.

*Enfin, nous tenons à manifester notre reconnaissance à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce présent travail.*



*Je dédie ce travail :*  
*A mon père et ma mère,*  
*A ma grand-mère et mon défunt grand-père,*  
*A l'homme de ma vie : mon époux « Mebarek »,*  
*A mes frères et mes sœurs « Ahmed ; Salim ;*  
*Ridha ; Larbi ;*  
*Fatima ; Houria ; Aïcha et Halima »,*  
*A tous les membres de ma famille,*  
*A toutes mes amies,*  
*A tous mes enseignants !*

***BOUTADARA Khadidja***



*Je dédie ce travail :*  
*A mon père et ma mère,*  
*A ma grand-mère et grand-père,*  
*A mes frères et mes sœurs Ahmed ;*  
*Aymen Douaa et Asma,*  
*A tous les membres de ma famille,*  
*A toutes mes amies,*  
*A tous mes enseignants !*

***BENALI Lwiza***

## RESUME

L'objectif de cette présente étude, est la valorisation de biomasses ligno-cellulosiques en charbons actifs préparés à base de déchets du palmier dattier provenant des palmeraies traditionnelles d'Adrar : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes, par un procédé simple de pyrolyse 450°C précédé d'une imprégnation chimique à l'acide phosphorique 40%.

Les teneurs en cendres des différents substrats sont de :  $11,08 \pm 0,05$  ;  $7,96 \pm 0,30$  ;  $4,37 \pm 1,31$  et  $7,00 \pm 0,11$  (%) respectivement.

Les indices d'iode des charbons actifs sont de  $247,46 \pm 80,76$  ;  $786,78 \pm 21,98$ ;  $596,43 \pm 21,98$ ;  $494,93 \pm 38,04$  mg/g respectivement.

Un test d'absorption des charbons actifs a été évalué par le test d'élimination des nitrates. Les rendements d'élimination des nitrates sont  $47,34$  ;  $47,9$  ;  $43,92$  et  $43,86\%$  respectivement.

Les quantités de nitrates adsorbés par les charbons actifs issus des : pétioles, hampes florales, fibrillum et les spathes sont respectivement de  $94,68$  ;  $95,8$  ;  $87,84$  et  $87,72$  (mg/g).

Nos résultats démontrent que les charbons actifs issus des hampes florales et des pétioles ont les quantités en nitrates adsorbés les plus élevées ce qui est en corrélation avec les rendements d'élimination les plus élevées.

**Mot clés :** Adrar, biomasse, palmier dattier, charbon actif, adsorption et nitrates.

## ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تطوير الكتلة الحيوية اللينوسلولوزية لإنتاج الكربون المنشط من نفايات بساتين النخيل التقليدية بأدرار: الكرناف، العرجون، الليف، الطلع. بطريقة الانحلال الحراري  $450^{\circ}\text{C}$  تسبقها عملية التنشيط بحمض الفوسفوريك 40%.

معدل الرماد هو:  $11,08 \pm 0,05$  ;  $7,96 \pm 0,30$  ;  $4,37 \pm 1,31$  و  $7,00 \pm 0,11$  (%) على التوالي. معامل اليود لمختلف أنواع الكربون المنشط هو على التوالي:  $247,46 \pm 80,76$  ;  $786,78 \pm 21,98$  ;  $596,43 \pm 21,98$  ;  $494,93 \pm 38,04$  ملغ/غ.

تم تقييم اختبار امتصاص الكربون المنشط عن طريق اختبار إزالة النترات، مردود إزالة النترات هي  $47,34$  ،  $47,9$  ،  $43,92$  و  $43,86$  (%) على التوالي.

كميات النترات الممتصة من طرف الكربون النشط المستمدة من: الكرناف ، العرجون، الليف، الطلع هي على التوالي:  $94,68$  ;  $95,8$  ;  $87,84$  و  $87,72$  ملغ/غ.

نتائجنا تظهر أن الكربون المنشط المستمد من ال عرجون والكرناف لديهم كميات النترات الممتصة أعلى الذي يرتبط مع مردود الازالة الاعلى.

**الكلمات المفتاحية:** أدرار، الكتلة الحيوية، النخيل، الكربون النشط، امتصاص والنترات.

## ABSTRACT

The objective of this study is to evaluate ligno-cellulosic biomasses in activated carbons prepared from date palm waste from traditional Adrar palm groves: petioles, floral stems, fibrillum and spathes, using a simple pyrolysis process  $450^{\circ}\text{C}$ . preceded by chemical impregnation with 40% phosphoric acid.

The ash contents of the various substrates are:  $11.08 \pm 0.05$ ;  $7.96 \pm 0.30$ ;  $4.37 \pm 1.31$  and  $7.00 \pm 0.11$  (%), respectively.

The iodine numbers of the activated carbons are  $247.46 \pm 80.76$ ;  $786.78 \pm 21.98$ ;  $596.43 \pm 21.98$ ;  $494.93 \pm 38.04$  mg / g. respectively.

A test for the absorption of activated carbons was evaluated by the nitrate removal test. The nitrate removal yields were  $47.34$ ;  $47.9$ ;  $43.92$  and  $43.86\%$ , respectively.

The quantities of nitrates adsorbed by the active carbons from petioles, floral stems, fibrillum and spathes are respectively  $94,68$ ;  $95,8$ ;  $87,84$  and  $87,72$  (mg / g).

Our results show that activated carbon from floral stems and petioles have the highest amounts of adsorbed nitrate, which are correlated with the highest removal efficiencies.

**Key words:** Adrar, biomass, date palm, activated carbon, adsorption and nitrates.

# *Sommaire*

Remerciements	
Résumé : Français/Arabe/Anglais	
Abréviations .....	i
Liste des figures .....	iii
Liste des photos .....	v
Liste des tableaux .....	vi
<b>Introduction/Problématique.....</b>	<b>2</b>

## **Chapitre I : Généralités sur le palmier dattier**

I. 1- Palmier dattier .....	5
I. 2- Position systématique .....	5
I. 3- Exigences écologiques du palmier dattier .....	6
I. 4- Morphologie .....	6
I. 4.1- Système racinaire .....	6
I. 4.2 -Système végétatif .....	7
I.4 .2 .1-Tronc et rejets .....	7
I.4 .2 .2- Fibres .....	8
I.4 .2 .3- Couronne .....	8
I.4.2 .4- Palmes .....	9
I.4 .2 .5- Spathes ou inflorescences.....	10
I.4. 2.6- Régimes de dattes .....	11
I.4 .2 .7- Fleurs .....	12
I.4 .2 .8- Fruits .....	12
I. 5- Production de dattes .....	13
I.5.1- Production mondiale de dattes .....	13
I.5.2- Production de datte en Algérie.....	14
I .5.3- Palmeraies traditionnelles de la wilaya d’Adrar .....	17
I.6- Utilisation des produits et sous-produits du palmier dattier .....	18

## Chapitre II : Généralités sur le charbon actif

II.1- Charbon actif .....	21
II. 2- Fabrication du Charbon actif .....	22
II. 2.1- Activation physique .....	23
II. 2.2- Activation chimique .....	23
II. 3- Comparaison des deux procédés d'activation .....	24
II. 4- Description et propriétés des charbons actifs .....	25
II.4.1- Charbon actif en poudre (CAP) .....	25
II.4.2- Charbon actif en grains (CAG).....	25
II.4.3- Charbon actif texture (CAT) .....	25
II. 5- Production mondiale du charbon actif .....	27
II. 6- Précurseurs utilisés pour la fabrication du charbon actif.....	28
II. 7- Qualités et performances .....	29
II.7.1- Le taux d'humidité .....	29
II.7.2- L'indice d'iode .....	29
II.7.3- L'indice de bleu de méthylène .....	29
II.7.4- L'indice de phénol .....	29
II.7.5- L'indice de CTC ou CCl4 .....	29
II. 8- Utilisations .....	30
II.8 .1- Filtration .....	30
II.8 .2- Chimie .....	30
II.8 .3- Industrie .....	30
II.8 .4- Alimentation .....	31
II.8 .5- Raffinage de la canne à sucre .....	31
II.8 .6- Produits alimentaires biochimiques .....	31
II.8 .7- Lactose .....	31
II.8 .8- Aromatisants .....	32
II.8 .9- Huiles végétales et huiles de poissons .....	32
II.8 .10- Décaféination du café ou du thé .....	32
II.8 .11- Médecine .....	32
II. 9- Processus d'adsorption .....	33
II .9-1- Adsorption chimique .....	33

II .9-2- Adsorption physique .....	33
II. 10- Facteurs influençant le phénomène d'adsorption .....	35

### **Chapitre III : Matériels et méthodes**

III .1- Matériels .....	37
III .1. 1- Matériel végétal .....	37
III .1.2- Matériels et produits chimiques utilisés .....	38
III.2- Analyse physico-chimiques des substrats ligno-cellulosiques .....	38
III.2.1- Détermination de la teneur en eau et matière sèche .....	38
III.2.1.1- Principe .....	38
III.2.1.2- Mode opératoire .....	38
III.2.2- Détermination de la teneur en cendres et matière organique .....	40
III.2.2.1-Principe .....	40
III.2.2.2- Mode opératoire .....	40
III.3- Fabrication des charbons actifs .....	41
III.3.1- Choix des biomasses .....	41
III.3.2- Préparation du charbon actif .....	41
III.3.3-Activation chimique avec l'acide phosphorique .....	43
III.4- Méthodes de caractérisation des charbons actifs .....	46
III.4. 1- Teneur en humidité .....	46
III.4.2- Rendement massique .....	46
III.4.3- Indice d'iode .....	46
III.4.3.1-Principe.....	46
III.4.3.2- Mode opératoire.....	47
III. 5- Test d'efficacitéde charbons actifs obtenus .....	48
III.5.1- Elimination des nitrates par adsorption sur charbon actif .....	48
III.5.1.1-Principe.....	48
III.5.1.2-Mode opératoire.....	48
III.5.1.3- Quantité de nitrates adsorbé .....	49
III.5.1.4- Rendement d'élimination .....	49



## Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1- Caractérisation physico-chimique et biochimique des substrats ligno-cellulosiques utilisés .....	51
IV.1.1-Teneur en eau et matière sèche (%) .....	51
IV.1.2-Teneur en cendres et matière organique (%) .....	52
IV.2- Caractérisation des charbons actifs .....	54
IV.2.1- Humidité .....	54
IV.2.2- Rendement massique .....	55
IV.2.3- Indice d'iode .....	56
IV.3- Elimination des nitrates par adsorption par les différents charbons actifs.....	59
IV.3.1- Quantités de nitrates adsorbés .....	60
IV.3.2- Rendements d'élimination .....	61
Conclusion générale et perspectives .....	64
Références bibliographiques	
Annexes	

# Abréviations

---

## Abréviations

<b>Symboles</b>	<b>Abréviations</b>
<b>Abs</b>	Absorbances
<b>ANRH</b>	Agence Nationale des Ressources hydrauliques
<b>BET</b>	Brunauer-Emmett-Teller : méthode de mesure de la surface spécifique
<b>BTC</b>	Bloc de Terre Comprimé
<b>Cd</b>	Cendres
<b>CA</b>	Chardon Actif
<b>CAP</b>	Charbon Actif en Poudre
<b>CAG</b>	Charbon Actif en Grains
<b>CAT</b>	Charbon Actif Texture
<b>CTC</b>	Tétrachlorure de Carbone CTC ou CCl <sub>4</sub>
<b>COV</b>	Composés Organiques Volatils
<b>DSA</b>	Direction des Services Agricoles.
<b>DO</b>	Densité Optique
<b>EDTA</b>	Acide Ethylène Diamine Tétra Acétique
<b>F.A.O,</b>	Food and Agriculture Organism
<b>Fi</b>	Fibrillum
<b>H</b>	Humidité
<b>Ha</b>	Hampe florale
<b>HAP</b>	Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques
<b>IUPAC</b>	International Union of Pure and Applied Chemistry
<b>LDL</b>	Low Density Lipoproteins
<b>MS</b>	Matière Sèche
<b>MO</b>	Matière Organique
<b>MEB</b>	Microscope Electronique à Balayage
<b>N</b>	Normalité
<b>PVH</b>	Protéines Végétales Hydrolysées
<b>POP</b>	Polluants organiques persistants
<b>POU</b>	Protéines d'Organismes Unicellulaires
<b>Q</b>	Quantités

## Abréviations

---

<b>Pé</b>	Pétiole
<b>R.é</b>	Rendement d'élimination
<b>Sp</b>	Spathe
<b>SM</b>	Spathe Mâle
<b>SF</b>	Spathe Femelle
<b>T°C</b>	Température en degré Celsius
<b>U. V</b>	Ultra-violet
<b>U.R.E.R/MS</b>	Unité de Recherche en Energies Renouvelables en Milieu Saharien d'Adrar
<b>%</b>	Pourcentage

# Liste des figures

## Liste des figures

N°	Titres des figures	Page
<b>Figure 01</b>	Schéma du palmier dattier.	<b>05</b>
<b>Figure 02</b>	Schéma de tronc et les rejets.	<b>07</b>
<b>Figure 03</b>	Schéma de pétiole.	<b>09</b>
<b>Figure 04</b>	Schéma d'une palme.	<b>09</b>
<b>Figure 05</b>	Schéma des spathes et inflorescences du palmier dattier.	<b>11</b>
<b>Figure 06</b>	Schéma de la hampe florale.	<b>11</b>
<b>Figure 07</b>	Morphologie et anatomie du fruit et de la graine du palmier dattier.	<b>12</b>
<b>Figure 08</b>	Évolution de la production dattière par Wilaya et par groupe de variétés.	<b>16</b>
<b>Figure 09</b>	Nombre de palmiers dattiers productifs dans la wilaya d'Adrar.	<b>17</b>
<b>Figure 10</b>	Différentes structures du charbon actif vues au microscope électronique à balayage(MEB).	<b>21</b>
<b>Figure 11</b>	Réactions d'activation physique.	<b>23</b>
<b>Figure 12</b>	Schéma général de fabrication des charbons actifs.	<b>24</b>
<b>Figure 13</b>	Différentes formes de charbon actif.	<b>25</b>
<b>Figure 14</b>	Représentation schématique des différents types de pores.	<b>27</b>
<b>Figure 15</b>	Classification mondiale de la production de charbons actifs obtenus à partir de biomasses lignocellulosiques.	<b>27</b>
<b>Figure 16</b>	Phénomène d'adsorption.	<b>33</b>
<b>Figure 17</b>	Représentation des 3 types d'isothermes.	<b>34</b>
<b>Figure 18</b>	Protocoles de production des charbons actifs.	<b>44</b>
<b>Figure 19</b>	Teneurs en eau et matière sèche des différents substrats : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes.	<b>52</b>
<b>Figure 20</b>	Teneurs en cendres et matières organiques des différents substrats : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes	<b>53</b>
<b>Figure 21</b>	Humidités des charbons actifs des différents substrats : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes.	<b>54</b>
<b>Figure 22</b>	Rendements massiques des charbons actifs des différents substrats : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathe	<b>55</b>

## Liste des figures

---

<b>Figure 23</b>	Rendements massiques des charbons actifs des différents substrats comparés avec d'autres biomasses (avec même agent chimique acide phosphorique (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )).	<b>56</b>
<b>Figure 24</b>	Indices d'iode des charbons actifs des différents substrats : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes.	<b>57</b>
<b>Figure 25</b>	Indices d'iode des charbons actifs des différents substrats comparés avec d'autres biomasses (avec même agent chimique : acide phosphorique (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )).	<b>58</b>
<b>Figure 26</b>	Courbe d'étalonnage des nitrates en solution aqueuse.	<b>59</b>
<b>Figure 27</b>	Quantités de nitrates adsorbés des différents charbons actifs.	<b>61</b>
<b>Figure 28</b>	Rendements d'élimination des nitrates des différents charbons actifs.	<b>62</b>

## Liste des photos

---

### Liste des photos

<b>N°</b>	<b>Titres des photos</b>	<b>Page</b>
<b>Photo 01</b>	Section du tronc du palmier dattier.	<b>07</b>
<b>Photo 02</b>	Fibres de surface du palmier dattier.	<b>08</b>
<b>Photo 03</b>	Pétiole de palmier dattier.	<b>09</b>
<b>Photo 04</b>	Spathes mâles et femelles.	<b>10</b>
<b>Photo 05</b>	Hampe florale.	<b>11</b>
<b>Photo 06</b>	Différentes biomasses utilisées.	<b>37</b>
<b>Photo 07</b>	Etapas expérimentales pour la détermination de la teneur en eau%.	<b>39</b>
<b>Photo 08</b>	Etapas expérimentales pour la détermination du taux de cendres %.	<b>40</b>
<b>Photo 09</b>	Différentes biomasses des déchets du palmier dattier utilisées avec les poudres correspondantes.	<b>42</b>
<b>Photo 10</b>	Différentes poudres des déchets du palmier dattier utilisées dans la fabrication du charbon actif.	<b>45</b>
<b>Photo 11</b>	Différents charbons actifs obtenus avec activation chimique.	<b>45</b>
<b>Photo 12</b>	Détermination de l'indice d'iode par titrage avec la solution de thiosulfate de sodium.	<b>47</b>
<b>Photo 13</b>	Agitation des échantillons avec la solution de nitrates et filtration avec une centrifugeuse.	<b>48</b>

# Liste des tableaux

---

## Liste des tableaux

N°	Titres des tableaux	Page
<b>Tableau I</b>	Production mondiale de dattes (2007 à 2010).	<b>13</b>
<b>Tableau II</b>	Production de dattes en Algérie par wilaya.	<b>15</b>
<b>Tableau III</b>	Données statistiques phoenicicoles (nombre de palmiers dattiers productifs et production) de la wilaya d'Adrar.	<b>17</b>
<b>Tableau IV</b>	Différents usages des produits et sous-produits du palmier dattier.	<b>18</b>
<b>Tableau V</b>	Classification de la forme des charbons actifs.	<b>26</b>
<b>Tableau VI</b>	Classification de la taille des différents pores selon l'IUPAC.	<b>26</b>
<b>Tableau VII</b>	Quelques différentes biomasses utilisées pour la production du charbon actif.	<b>28</b>
<b>Tableau VIII</b>	Comparaison entre l'adsorption physique et chimique.	<b>34</b>
<b>Tableau IX</b>	Equations des isothermes de Langmuir et de Freundlich.	<b>35</b>
<b>Tableau X</b>	Principales caractéristiques du charbon activé.	<b>35</b>
<b>Tableau XI</b>	Matériels et produits chimiques utilisés.	<b>38</b>
<b>Tableau XII</b>	Caractérisation physico-chimique et biochimique des substrats : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes.	<b>53</b>
<b>Tableau XIII</b>	Caractérisation des charbons actifs des différents substrats.	<b>58</b>
<b>Tableau XIV</b>	Valeurs obtenues pour l'établissement de la courbe d'étalonnage du nitrate $\lambda_{\max} = 520$ nm.	<b>59</b>
<b>Tableau XV</b>	Quantités de nitrates adsorbés et rendements d'élimination par les différents charbons actifs.	<b>62</b>

# **Introduction**

# **problématique**



### Introduction/Problématique

L'intérêt mondial croissant porté à la préservation de l'environnement des déchets solides induits par les différentes activités et transformations humaines, a suscité l'attention des industriels à trouver des moyens techniques pour réduire et valoriser ces déchets. Dans le domaine de la foresterie et l'agriculture, les résidus ligno-cellulosiques générés ont trouvé des applications diverses dont la production de charbons actifs. Ces charbons sont utilisés à leurs tours dans les filières de traitement des eaux, purification de produits, adsorption de gaz etc... (**Hazourli *et al.*, 2007**).

Les premières utilisations de charbons actifs ont été décrites bien avant 1550 ans avant J.C. sur un papyrus égyptien et bien plus tard vers 400 ans avant J.C. par Hippocrate, principalement pour un usage médicinal. Au XVIII<sup>ème</sup> siècle, les charbons actifs issus de sang, de bois et d'os étaient employés pour la purification des liquides par filtration ou sédimentation. Ces matériaux carbonés étaient les précurseurs d'adsorbants et étaient exclusivement sous forme de poudre (**Sedira,2013**).

Au début du XX<sup>ème</sup> siècle, les premiers procédés ont été développés pour produire à l'échelle industrielle du charbon actif répondant aux exigences des applications visées. Ainsi, les méthodes de fabrication se sont améliorées et certains procédés ont été mis au point pour augmenter les performances de ces matériaux, activation par vapeur d'eau (**Ostrejko,1990 et 1991**) et activation chimique (**Bayer, 1915 et Sedira2013**).

Durant la première guerre mondiale, l'activation par vapeurs d'eau de charbon issu de noix de coco a été appliquée aux Etats-Unis pour fabriquer des filtres de masques à gaz. De nombreux progrès ont été obtenus sur l'optimisation de ces matériaux carbonés, aussi bien au niveau de leur fabrication (origine, contrôle de la taille des pores, mise en forme) que de leur régénération (**Sedira,2013**).

De nos jours, la demande croissante de matériaux adsorbants pour des procédés de protection de l'environnement suscite une recherche complémentaire dans la fabrication des charbons activés à partir de matières non classiques, en particulier à partir des déchets végétaux.

---

## Introduction/Problématique

---

De nombreux substrats ligno-cellulosiques, d'origines variées, ont servi de précurseurs pour la production du charbon actifs tels que : les coques de noix de coco, les coques d'amandes, de noisettes de noix, les noyaux d'abricot, les noyaux de pêches ainsi que les noyaux d'olives et de dattes (**Boukhari,2015**).

Les aires phoenicicoles génèrent des quantités importantes de déchets ce qui peut constituer une source significative de déchets agricoles. De tels sous-produits correspondants à cette perte sont pourtant susceptibles de présenter un intérêt économique non négligeable. Il s'avère alors important de valoriser de tels déchets (**Boukhari, 2015**).

En Algérie, le palmier dattier occupe une superficie évaluée à 167.000 hectares pour un nombre de palmiers estimé à plus de 18,6 millions de palmiers (**Anonyme 1**). Les sous-produits sont disponibles avec un tonnage très appréciable justifiant leur valorisation par des procédés biotechnologiques leur ajoutant ainsi une valeur ajoutée.

L'objectif de cette présente étude a pour but de produire des charbons actifs à partir de déchets de l'agriculture : déchets du palmier dattier.

Le choix de la matière première dépendant essentiellement des possibilités d'approvisionnement locales permettant des prix de revient compétitifs. C'est la raison pour laquelle notre choix s'est porté sur quatre substrats différents disponibles en tonnage important dans les palmeraies traditionnelles : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes. Les charbons actifs ont été obtenus par activation chimique en utilisant l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ) comme activant chimique et par pyrolyse (carbonisation) à  $450^\circ C$ . De caractériser les charbons actifs obtenus et d'évaluer leurs capacités d'adsorption par le test d'élimination des nitrates.

Ce présent mémoire est réparti en quatre chapitres principaux :

- Le premier chapitre : étude bibliographique sur le palmier dattier, *Phoenix dactylifera*L.
- Le deuxième chapitre : étude bibliographique sur le charbon actif.
- Le troisième chapitre comporte la partie expérimentale illustrant les méthodes d'analyses utilisées pour la caractérisation, la production des charbons actifs et le test d'adsorption des nitrates.
- Le quatrième chapitre comportant les résultats obtenus et une discussion, finalisés par une conclusion et perspectives.

# Chapitre I

## Généralités sur le palmier dattier



## I. Généralités sur le palmier dattier

### I. 1-Palmier dattier

Le Palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est un arbre rustique s'adaptant aux régions les plus arides. C'est une plante monocotylédone de la famille des Arécacées (Palmiers) et de la sous-famille des *Coryphoideae*, largement cultivé (Munier, 1973).

Cette plante monocotylédone n'est pas un arbre, au sens botanique, car elle ne produit pas de vrai bois. C'est donc abusivement que le terme d'arbre est utilisé pour parler d'un dattier. Toute fois, ce palmier constitue souvent une des strates arborées dans son milieu (Munier, 1973).

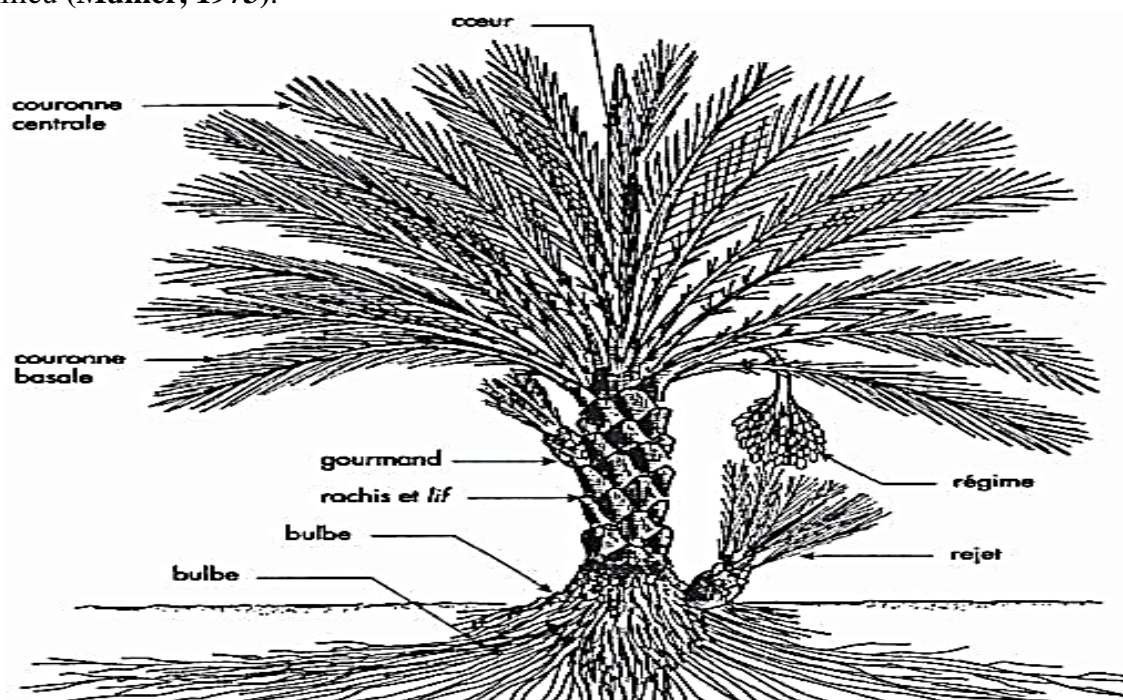


Figure 01 : Schéma du palmier dattier (Munier, 1973).

### I. 2-Position systématique

La classification botanique du palmier dattier donnée par (Mark, 2006) est la suivante :

- **Embranchement** : Phanérogames.
- **Sous embranchement** : Angiospermes.
- **Groupe** : Monocotylédones.
- **Ordre** : Palmales.
- **Famille** : Arecaceae.
- **Genre** : *Phoenix*.
- **Espèce** : *Phoenix dactylifera* L.

**I. 3- Exigences écologiques du palmier dattier**

Le palmier dattier ne vit pas en région tropicale humide comme les autres palmées, mais en région sub-tropicale sèche, spontané dans la plupart des régions du vieux monde où la pluviométrie est inférieure à 100 mm par an. Le palmier dattier est un arbre qui résiste mieux au froid, à la sécheresse et qui exige beaucoup de chaleur, il est sensible à l'humidité surtout pendant la période de fructification et de floraison (**Munier, 1973**).

**I.4- Morphologie**

C'est un grand palmier de 20 à 30 m de haut, au tronc cylindrique (le stipe), portant une couronne de feuilles, les feuilles sont pennées divisées et longues de 4 à 7 m. L'espèce est dioïque et porte des inflorescences mâles ou femelles. Les fleurs femelles aux trois carpelles sont indépendantes, dont une seule se développe pour former la datte (le fruit) (**Ben cheikh ,2011**).

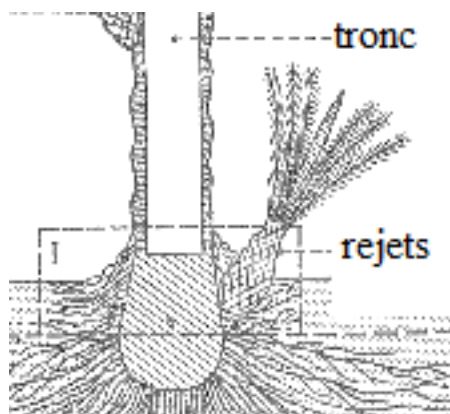
**I.4.1- Système racinaire**

Le système racinaire du palmier dattier est fasciculaire, les racines ne se ramifient pas et n'ont relativement que peu de radicelles. Le bulbe ou plateau racinal est volumineux et émerge en partie au-dessus du niveau du sol (**Ben cheikh ,2011**).

## I.4.2 -Système végétatif

### I.4.2.1-Tronc et rejets

Le tronc, qu'on appelle généralement « stipe », est cylindrique (**Photo 01**), c'est-à-dire d'un même diamètre de bas en haut, sauf à la base, où l'on trouve les racines respiratoires (**Figure 02**). Le tronc pousse au fur et à mesure de la croissance du bourgeon terminal, ou apex, ou encore phyllophore et de l'émission des palmes.



**Figure 02:** Schéma du tronc et les rejets (**Munier, 1973**).



**Photo 01 :** Section du tronc du palmier dattier.

A la base, se trouve des racines respiratoires, qui poussent en faisant éclater les pétioles (kornafs). On y trouve également les rejets (**Figure 02**).

Dans la partie médiane, se trouve les pétioles (kornafs). Les pétioles, sont les bases pétiolaires du palmier qui restent collées au stipe après la mort de la palme. Ils se dessèchent à leur extrémité et assurent une protection du tronc. Leur présence permet de grimper sur le palmier.

Entre les pétioles, le tronc est recouvert d'un fibrillum, qui est une bourre fibreuse, sorte de tissage végétal que l'on appelle « lif ».

Dans la partie terminale du tronc, on trouve les palmes en activité, c'est -à-dire les palmes vertes qui sont insérées en hélices très rapprochées (**Anonyme 2**).

### I.4 .2 .2- Fibres

Les palmiers dattiers ont une structure fibreuse, avec quatre types de fibres (**Kriker,2005**) :

- Fibres de feuilles dans le pédoncule ;
- Fibres de baste dans les tiges ;
- Fibres de bois dans le tronc.

Les fibres de surface autour du tronc (appelées localement : lif) (**Photo 02**) (**Taallah,2014**).



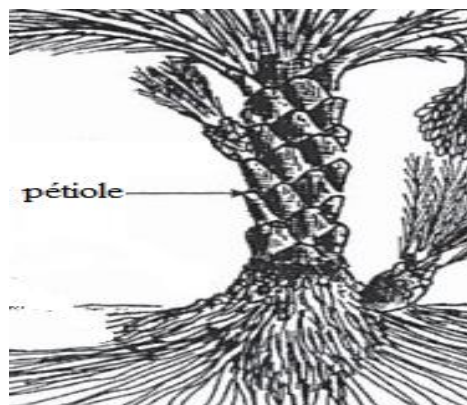
**Photo 02** : Fibres de surface du palmier dattier.

### I.4 .2 .3- Couronne

La couronne ou frondaison est l'ensemble des palmes vertes qui forment la couronne du palmier dattier. On dénombre de 50 à 200 palmes chez un palmier dattier adulte. Les palmes vivent de trois à sept ans, selon les variétés et le mode de culture. Elles sont émises par le bourgeon terminal ou « phyllophore », pour cela, on distingue : la couronne basale, la couronne centrale et les palmes du cœur (**Peyron, 2000 et Ben cheikh, 2011**).

I.4.2 .4-Palmes

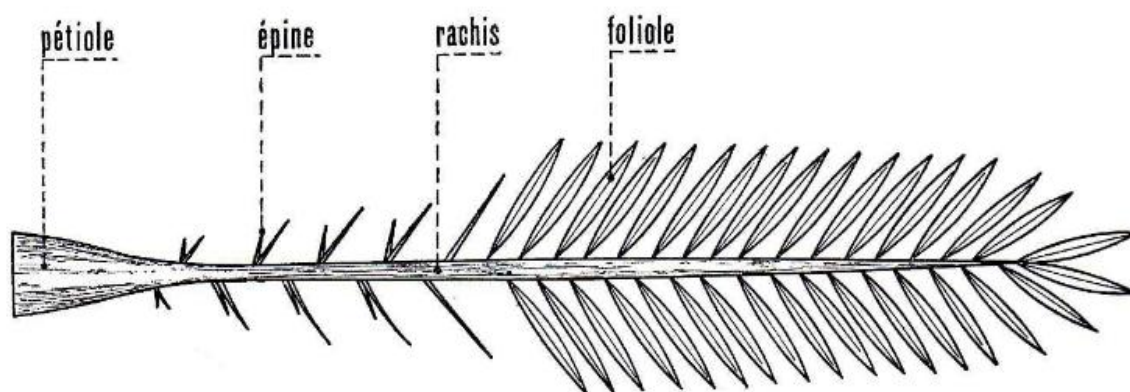
Une palme, ou (Djerid), est une feuille composée pennée (se dit des feuilles composées de folioles disposées de part et d'autre d'un axe médian). La base pétiolaire, ou pétiole (appelée kornaf), (**Figure 03, Photo 03**) engaine partiellement le tronc et est en partie recouverte par le fibrillum, ou lif (**Anonyme 2**).



**Figure 03** : Schéma de pétiole(Munier, 1973).

**Photo 03** :Pétiole de palmier dattier.

La base du rachis, ou pétiole, est semi-cylindrique, plus ou moins ailé, et porte les épines (Choucks), et les folioles. Le pétiole est dur et relativement rigide.

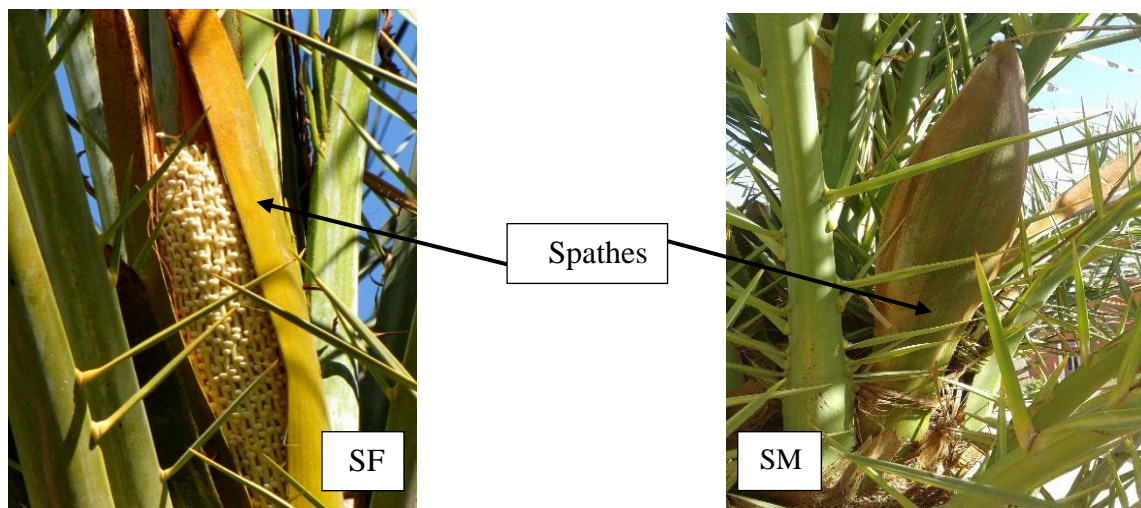


**Figure 04** : Schéma d'une palme (Munier, 1973).



## I.4.2.5-Spathes ou inflorescences

Le Palmier dattier est une plante dioïque. Les organes de reproduction sont composés d'inflorescences mâles ou femelles portées par des palmiers différents. Les spathes ont une forme d'épis protégés par une bractée ligneuse close et fusiforme. Elles sont de couleur vert-jaunâtre et sont formées à partir de bourgeons développés à l'aisselle des palmes (**Photo 04**) ( **Sedra,2003**).



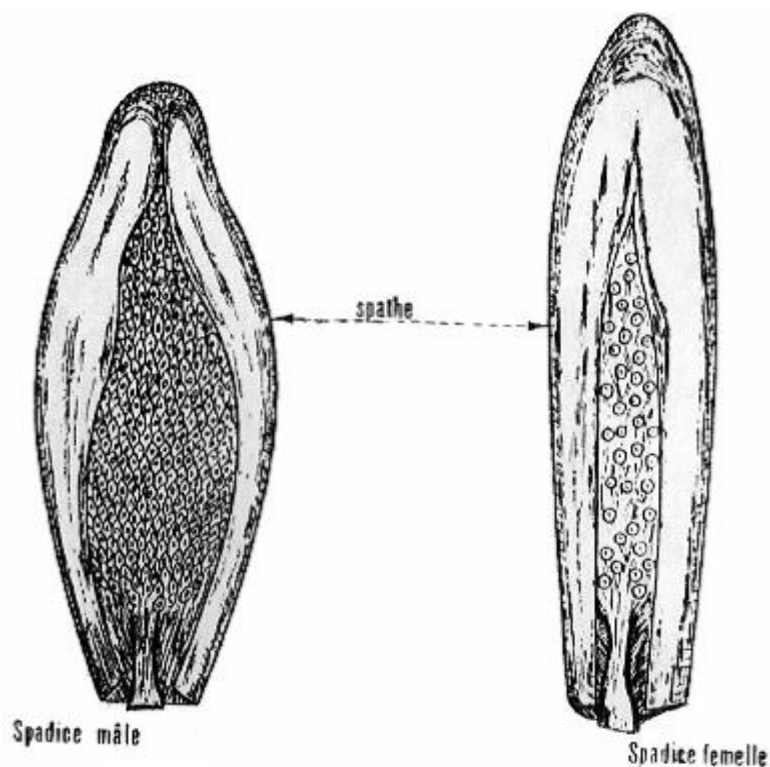
**Photo 04** : Spathes mâles et femelles.

**a) L'inflorescence femelle**

Les inflorescences femelles (SF) présentent une élongation marquée du pédoncule ainsi qu'une bilatéralisation. Les inflorescences et les épillets sont plus longs (**Figure 05**). Ceci est lié à leur position relative sur le rachis ( **Zango,2011**).

**b) L'inflorescence mâle**

L'inflorescence mâle (SM) à une forme conique (**Figure 05**) et le nombre de méristèmes floraux est plus élevé sur les épillets. La longueur de ces derniers semble indépendante chez les mâles de la position relative sur le rachis ( **Zango,2011**).

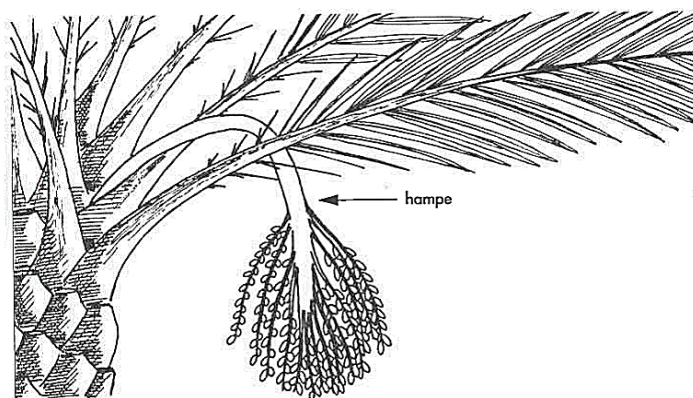


**Figure 05** : Schéma des spathes et inflorescences du palmier dattier (Munier, 1973).

#### I.4. 2.6- Régimes de dattes

Un régime de dattes est la partie qui supporte les fruits du palmier. Il est accroché au palmier par la hampe (Figure 06), qui est d'ailleurs tellement résistante qu'elle doit être sciée pour être décrochée. Il peut contenir plus de 1000 fruits (Taallah, 2014).

- ❖ **La hampe florale** : Les couleurs de la hampe florale sont : vert ,jaune, jaune-orange, orange etorange foncé ( Hannachi *et al.*, 2005).



**Figure 06** : Schéma de la hampe florale (Anonyme2).

**Photo 05** : Hampe florale.

### I.4.2.7- Fleurs

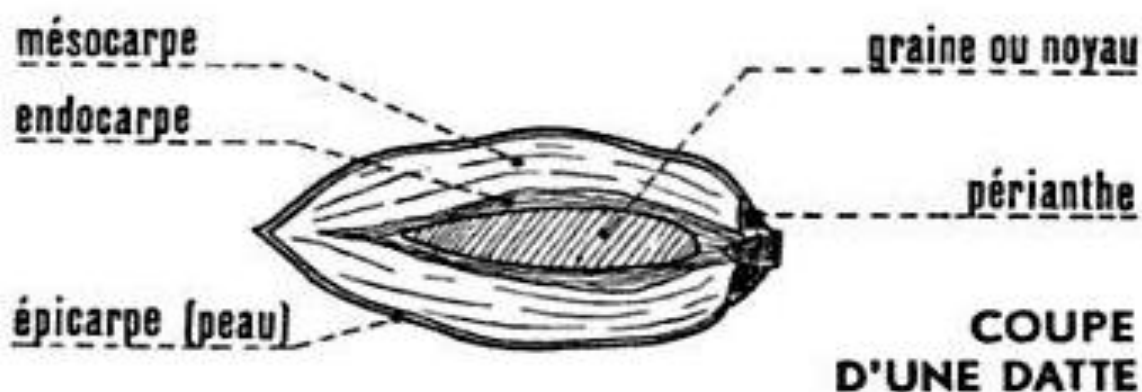
Les fleurs sont unisexuées à pédoncule très court. Elles sont de couleur ivoire, jaune-verdâtre selon le sexe et le cultivar ou la variété. En période de pollinisation, les spathes s'ouvrent d'elles-mêmes suivant la ligne médiane du dos (Sedra,2003).

### I.4.2.8-Fruits

Les fruits du dattier sont appelés dattes et sont groupés en régimes. La datte est une baie contenant une seule graine, vulgairement appelée noyau. La datte est constituée d'un mésocarpe charnu, protégé par un fin épicarpe. Le noyau est entouré d'un endocarpe parcheminé, il est de forme allongé, plus ou moins volumineux, lisse ou pourvu de protubérances latérales en arêtes ou ailettes, avec un sillon ventral ; l'embryon est dorsal, sa consistance est dure et cornée (Ben Cheikh,2011)(Figure 07).

Le fruit est constitué de :

- La peau externe (épicarpe) ;
- La pulpe ou chair (mésocarpe) ;
- L'enveloppe interne (endocarpe) ;
- Le périlanthe ;
- La graine ou le noyau.



**Figure 07** : Morphologie et anatomie du fruit et de la graine du palmier dattier  
(Munier, 1973).

## I. 5- Production de dattes

## I.5.1- Production mondiale de dattes

D'après la F.A.O, la production mondiale de dattes est estimée à 7.62 millions de tonnes en 2010(FAO, 2010). Le tableau ci-dessous montre la production mondiale de dattes au cours de la période allant de 2007 à 2010(Djoudi,2013).

**Tableau I :** Production mondiale de dattes (2007 à 2010) FAO, (2010) (Djoudi,2013).

<b>Production de dattes en tonne (t)</b>				
<b>Années / Pays</b>	<b>2007</b>	<b>2008</b>	<b>2009</b>	<b>2010</b>
<b>Monde</b>	7203043.00	7066768.00	7.214.008.00	7.626.447.60
<b>Afrique</b>	2591404.00	2655714.00	2791816.00	3012389.00
<b>Algérie</b>	526921.00	600696.00	600696.00	710000.00
Bénin	1150.00	1200.00	1330.00	1,200.00
Cameroun	422.00	444.00	447.00	450.00
Tchad	18,300.00	18,658.00	18,780.00	19,400.00
Djibouti	80.00	77.00	78.00	70.00
Egypte	1.313.700.00	1.326.130.00	1.270.480.00	1.352.950.00
Kenya	938.00	1,153.00	1,108.00	1,100.00
Libye	150,000.00	150,000.00	160,101.00	161,000.00
Mauritanie	20,000.00	19,200.00	20,000.00	19,900.00
Maroc	74,300.00	72,700.00	84,580.00	119,360.00
Niger	13,000.00	16,589.00	37,794.00	39,684.00
Somalie	11,888.00	11,870.00	11,866.00	10,600.00
Soudan	336,000.00	339,300.00	422,000.00	431,000.00
Tunisie	124,000.00	145,000.00	162,000.00	145,000.00
<b>Asie</b>	4580837.00	4375100.00	4382501.00	4567126.60
Bahreïn	13,293.00	13,180.00	12,887.00	14,000.00
Chine	130,000.00	135,000.00	140,000.00	147,600.00
Iran	1.307.880.00	1.023.130.00	1.023.130.00	1.023.130.00

Irak	430,861.00	476,318.00	507,002.00	566,829.00
Israël	17,377.00	18,078.00	23,231.00	21,600.60
Jordanie	6,532.00	7,437.00	9,681.00	11,241.00
Koweït	16,000.00	16,000.00	16,000.00	16,700.00
Palestine	3,030.00	3,997.00	4,266.00	4,500.00
Qatar	21,564.00	21,560.00	21,600.00	23,500.00
Arabie Saoudite	982,546.00	986,409.00	991,660.00	1.078.300.00
Syrie	3,450.00	3,485.00	1,803.00	2,000.00
Turquie	23,713.00	24,302.00	25,281.00	26,277.00
E.A.U	757,600.00	757,600.00	759,000.00	775,000.00
Yémen	53,596.00	55,204.00	56,760.00	57,849.00
Europe	13,000.00	13,481.00	14,500.00	16,121.00
Espagne	5,000.00	4,481.00	5,000.00	5,200.00
<b>Amérique</b>	17,802.00	22,473.00	25,191.00	30,811.00
Etats-Unis	14,787.00	18,960.00	21,500.00	26,308.00
Mexique	2,788.00	3,067.00	3,336.00	4,150.00
Pérou	207.00	426.00	335.00	337.00

### I.5.2- Production de datte en Algérie

Selon les statistiques les plus récentes (2015) du Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural, le palmier dattier occupe en Algérie une superficie évaluée à 167.000 hectares pour un nombre de palmiers estimé à plus de 18,6 millions d'unités et une production de dattes, toutes variétés confondues, de près de 990.000 tonnes (**Anonyme 1**).

Les régions phoenicicoles se situent généralement au sud de l'atlas saharien et couvrent 17 wilayas (en réalité 16 wilayas car la wilaya de M'Sila a perdu son potentiel phoenicicole).

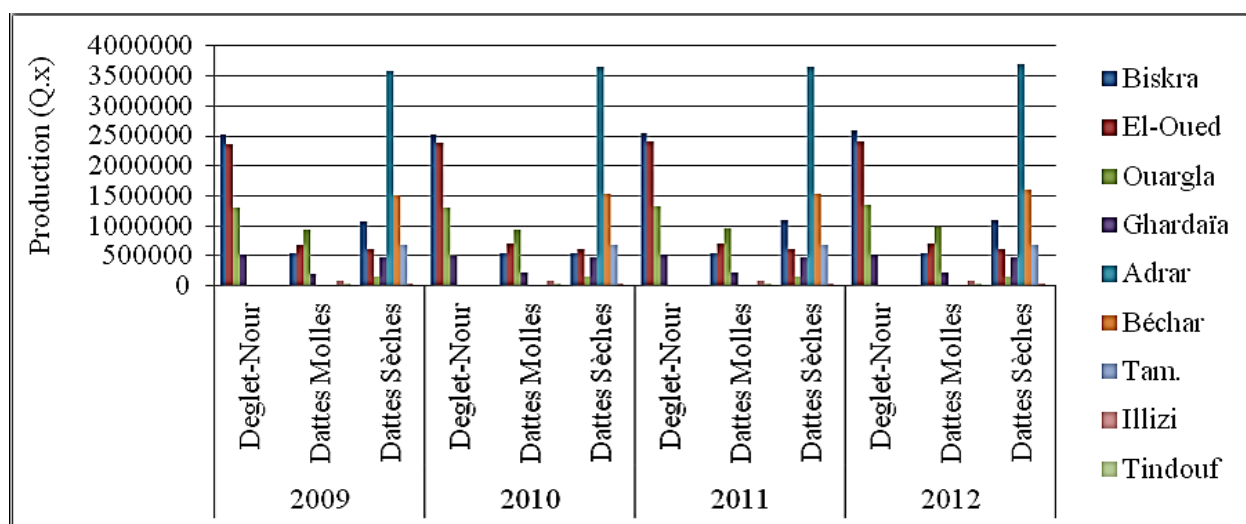
La wilaya de Biskra est la première région phoenicicole avec 27,4 % de la superficie totale, 23,1 % du nombre total de palmiers dattiers et 41,2 % de la production nationale de dattes. Elle est suivie par la wilaya d'El Oued avec respectivement 22 %, 22,4 % et 25%. Ces deux wilayas totalisent à elles seules plus des deux tiers (2/3) de la production nationale de dattes (**Anonyme 1**).

Tableau II : Production de dattes en Algérie par wilaya (Anonyme 1).

Wilaya	Production (quintaux)	Nombre de palmiers dattiers	Surface phoenicicole (hectares)
Biskra	4.077.900	4.315.100	42.910
El Oued	2.474.000	3.788.500	36.680
Ouargla	1.296.300	2.576.600	21.980
Adrar	910.300	3.799.000	28.330
Ghardaïa	565.000	1.246.500	10.850
Béchar	300.500	1.639.800	14.120
Tamanrasset	109.400	688.900	7.000
Khenchela	68.200	124.400	770
Tébessa	20.500	61.800	820
Laghouat	16.200	37.300	320
Illizi	15.600	129.100	1.250
Batna	14.000	28.700	190
El Bayadh	10.300	63.900	640
Naama	10.200	50.600	510
Tindouf	8.400	45.200	430
Djelfa	6.800	10.100	100
M'Sila	0	0	0
<b>Total :</b>	<b>9.903.600</b>	<b>18.605.100</b>	<b>166.900</b>

En Algérie, les variétés de dattes sont nombreuses et la diversité variétale est évaluée à plus de 940 variétés (**Hannachi *et al.*, 1998**). Les principales variétés de dattes produites sont les suivantes :

- Deglet Nour ;
- Ghars ;
- Degla Beida.



**Figure 08 :** Évolution de la production dattière par Wilaya et par groupe de variétés (Belguedj, 2014).

En termes d'exportation, les tonnages exportés sont en croissance continue, passant de près de 21.000 tonnes en 2013 à plus de 28.000 tonnes en 2015. La France reste le premier client de l'Algérie avec en 2015 près de 13.400 tonnes, suivie par la Fédération de Russie avec 3.300 tonnes, les Emirats Arabes Unis avec 1.600 tonnes, le Canada avec 1.200 tonnes, l'Inde avec 1.100 tonnes, les USA avec 1.000 tonnes.

Au plan mondial et selon les statistiques de la FAO (2013), l'Algérie se classe en 4<sup>ème</sup> position en terme de production de dattes, derrière l'Egypte, l'Iran et l'Arabie Saoudite.

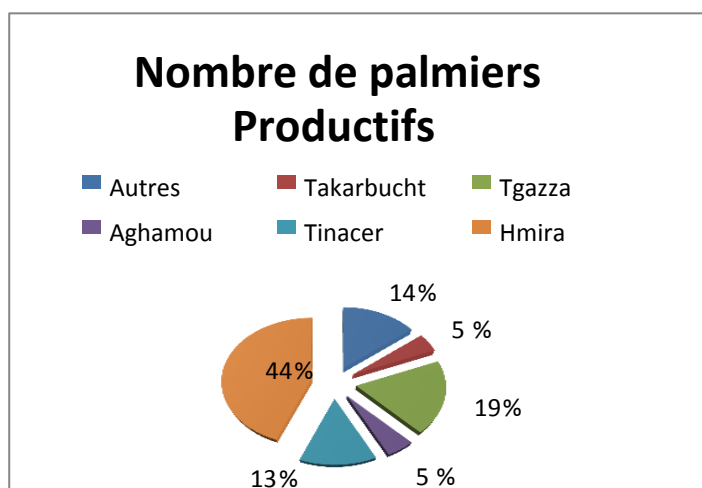
L'Algérie produit environ 14% de la production mondiale de dattes et elle exporte moins de 3% de sa production alors que la moyenne mondiale se situe à près de 12% (**Anonyme 1**).

**I .5.3-Palmeraies traditionnelles de la wilaya d’Adrar**

Dans la région d'Adrar, la surface réservée à la phoeniciculture c’est de 27 804 ha, avec un nombre total de 3 733 351 palmiers dont 2 695 882 sont productifs avec une production moyenne de 875 224 quintaux. D’après le(**Tableau III**), nous remarquons que la variété *Hmira* est la plus productive suivie de *Tgazza*, *Tinacer*, *Taquebucht*, et *Aghamou* (**D.S.A. d’Adrar, 2013**).

**Tableau III** : Données statistiques phoenicoles (nombre de palmiers dattiers productifs et production) de la wilaya d'Adrar (**D.S.A. d’Adrar, 2013**).

<b>Types</b>	<b>Nombre total de palmiers</b>	<b>Nombre productifs</b>	<b>Production (Quintaux)</b>
<b>Hmira</b>	1 609 654	1 182 316	386 921
<b>Tinacer</b>	511 476	364 549	104 081
<b>Aghamou</b>	181 600	132 150	34 792
<b>Tgazza</b>	679 510	513 845	178 288
<b>Takarbucht</b>	168 528	121 965	47 282
<b>Autres</b>	582 583	381 057	123 859



**Figure 09** : Nombre de palmiers dattiers productifs dans la wilaya d'Adrar (**D.S.A. d’Adrar, 2013**).



**I.6-Utilisation des produits et sous-produits du palmier dattier**

Il existe de nombreux usages des produits et sous-produits du palmier dattier avec un savoir-faire ancestral (traditionnel) et des applications biotechnologiques.

**Tableau IV:** Différents usages des produits et sous-produits du palmier dattier.

<b>Produits</b>	<b>Utilisation biotechnologique</b>	<b>Utilisation traditionnelle et Alimentation animale</b>
<b>Dattes</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Utilisées comme matière première pour la production de divers métabolites : acide citrique, alcool éthylique, ferments lactique, vitamines B<sub>12</sub> levures, des protéines (POU), Vinaigre (<b>Kaidi et Touzi, 2001 ; Badidet al., 2001 ; Ould El Hadj et al., et Chehma et Longo, 2001</b>).</li> <li>- Régulation de l'hypertension artérielle (<b>Ben Mbarek et Deboub, 2015 et Chehma et Longo, 2001</b>).</li> <li>- La farine de dattes utilisées dans la panification (<b>Chehma et Longo, 2001</b>).</li> <li>- Fabrication des jus de dattes, par extraction, utilisé comme sucrerie (<b>Chehma et Longo, 2001</b>).</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Dattes à consommation direct par l'homme (<b>Ben Mbarek et Deboub,2015</b>).</li> <li>- Elles sont en général utilisées par les guérisseurs traditionnels pour traiter des maladies liées à la chaleur et à l'humidité (<b>Bezato,2013</b>).</li> <li>- Utilisés également pour la fabrication de marmelades, sirops, miels, confiseries).</li> <li>- Utilisation des dattes parthénocarpiques et des déchets de dattes appelés « Hchefs » dans l'alimentation du cheptel (<b>Chehma et Longo, 2001</b>).</li> </ul>
<b>Noyaux des dattes</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Fabrication du charbon actif pour Traitement de l'eau potable (<b>Boukhari ,2015</b>).</li> <li>- La farine de noyaux utilisées dans la panification (<b>Khali ,2013</b>).</li> <li>- La fabrication du café décaféiné (<b>Ben cheikh,2011</b>).</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Utilisation dans l'alimentation du cheptel (<b>Chehma et Longo, 2001</b>).</li> </ul>

<p><b>Spathes et Régime de dattes (hampe florale)</b></p>	<p>- Valorisation des tiges de dattiers ou branchettes dans la formulation des bétons et mortiers (<b>Abdelaziz et al.,2013</b>).</p>	<p>- Utilisé comme balais traditionnels et comme combustibles. - Couffins et sacs.</p>
<p><b>Palmes sèches</b></p>	<p>- Ils peuvent même servir en industrie de papier (<b>Kachmoula,1982 et Chehema et Longo, 2001</b>).</p>	<p>- Palmes sèches, utilisées comme clôtures, brises vent. - De couffins, de chapeau, toitures des abris rustiques, etc... (<b>Anonyme3</b>). - Les penes sèches sont utilisées pour traiter des cas de diarrhées chez le cheptel(<b>Anonyme3</b>).</p>
<p><b>Pétiotes</b></p>	<p>/</p>	<p>- Utilisé dans la confection d'articles de décors. Il possède des vertus cosmétiques : broyé et mélangé avec du henné et de l'huile d'olive il est utilisé traditionnellement comme assouplissant de cheveux (<b>Anonyme 3</b>). - Utilisées aux cuisines comme bois de chauffe et de chauffage domestique (<b>Bezato, 2013</b>). - Plafond de maison (<b>Rhouma,2005</b>).</p>
<p><b>Fibrillum</b></p>	<p>- Utilisées pour stabiliser les blocs de terre comprimée (BTC) (<b>Taallah,2014</b>).</p>	<p>- Utilisé dans la corderie, dans la confection de paniers pour les équins, dans la confection des éponges, comme agent humidificateur contre les portes, comme bandage. Broyé, il possède des vertus antiseptiques et cicatrisantes (<b>Anonyme 3</b>). - La confection des semelles de sandales, des cordes, des filets (<b>Anonyme3</b>).</p>
<p><b>Stipe ou tronc</b></p>	<p>- Utilisant comme isolant thermique dans l'habitat (bois) (<b>Agoudjil et al.,</b>).</p>	<p>- Extraction du "lagmi" sève qui s'écoule du stipe c'est une boisson sucrée appelée également "lait de palmier". Il est utilisé comme traitement traditionnel pour les cas de rougeole et comme agent ferment dans la panification (<b>Anonyme 3</b>). - Le stipe est utilisé dans l'ébénisterie traditionnelle dans la fabrication des portes des gouttières ou des canalisations d'eau comme bois de chauffage comme charpentes de bâtiments comme piliers des puits (<b>Bezato,2013</b>).</p>

# Chapitre II

## Généralités sur le charbon actif



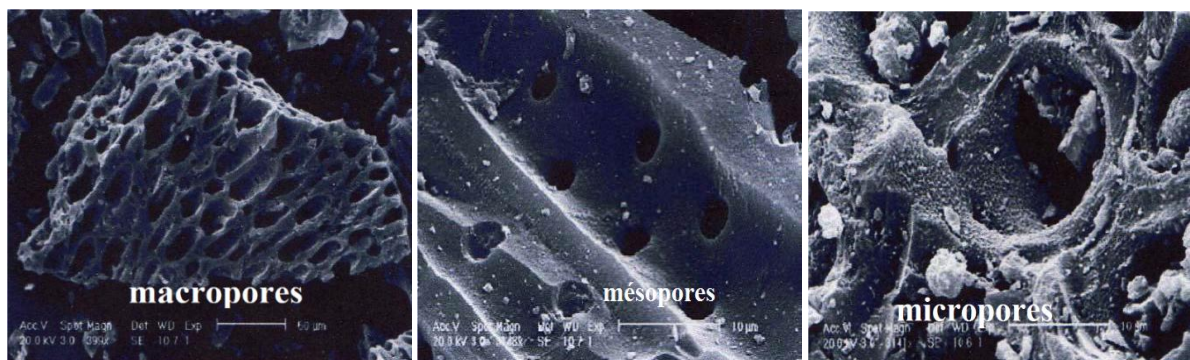
## II. Généralités sur le charbon actif

### II.1-Charbon actif

Le charbon actif est un produit adsorbant obtenu à partir de matières premières riches en carbone (le bois la tourbe, le charbon, le lignite, l'écorce de coco...). Toute matière première organique qui contient du carbone, est à priori susceptible de convenir pour l'obtention de charbon actif. Le choix de la matière première sera essentiellement dépendant des possibilités d'approvisionnement locales permettant des prix de revient compétitifs. Une fois, ces matières premières sélectionnées, elles sont activées physiquement ou chimiquement dans des fours d'activation. Par cette activation on obtient, une structure de carbone hautement poreuse et très active(**Gueye,2009**).

La structure du charbon actif est proche de celle du graphite, ordonnée sous la forme d'un empilement de couches successives planes d'atomes de carbone disposés en hexagones réguliers(**Guerradi et Hechachna,2013**).

Le charbon actif est un adsorbant physique (**Bouacherine,2013**)non spécifique avec une structure poreuse bien développée formée par des macropores et majoritairement par des micropores et des mésopores comme représenté sur la (**Figure 10**) (**Gueye,2009**).



GOB 50  $\mu\text{m}$  sur 399 X

TPGO 10  $\mu\text{m}$  sur 3141 X

TC GO 10  $\mu\text{m}$  sur 3148X

**Figure 10:** Différentes structures du charbon actif vues au microscope électronique à balayage (MEB) (**Djidjel et al., 2011**).

**II. 2- Fabrication du Charbon actif**

Le charbon est un matériau peu coûteux, il peut être fabriqué à partir de tout matériau contenant un fort pourcentage de carbone et un faible pourcentage en matières inorganiques (**Rodriguez-Reinoso et Molina- Sabbio,1998**). Il est obtenu par pyrolyse de différents composés organiques : bois, coques de fruits (noix de coco), noyaux de fruits, bambous, charbon, lignite, tourbe et résidus pétroliers. Depuis quelques années, de nombreuses études ont pour objectif la fabrication de charbon actif à partir de déchets : on peut citer, par exemple l'utilisation des résidus de la fabrication du café (**Boonamnuayvitaya et al., 2004**) ou les boues activées (**Rio et al., 2005**). L'utilisation de sous-produits industriels s'inscrit dans une démarche de développement durable et de valorisation des déchets (**Colin-Cruz et al., 2003 et Krou, 2010**).

Le principe de fabrication des charbons actifs réside dans l'obtention d'une matrice carbonée poreuse à partir de matériaux organiques contenant initialement du carbone. La carbonisation (ou pyrolyse) transforme le composé de départ en matériau carboné par décomposition thermique à haute température sous un courant continu de gaz inerte (**Kania, 2010**).

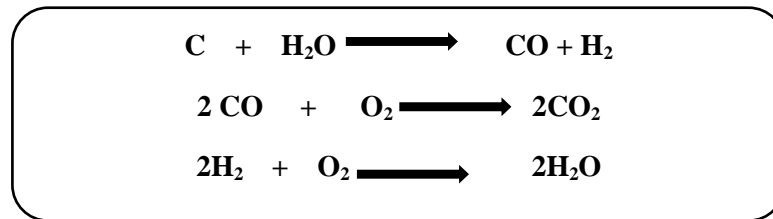
Les matières premières sont transformées en charbon actif au moyen de deux étapes : la carbonisation (pyrolyse) et l'activation. La carbonisation est la décomposition thermique des matières carbonées : les matériaux autres que le carbone sont éliminés. L'activation consiste à développer la structure poreuse et créer les fonctions de surfaces généralement oxydées qui sont à l'origine des interactions entre le solide et les molécules adsorbées. L'activation physique permet de développer les pores existants et d'en créer d'autres (**Kania, 2010**).

La préparation des charbons actifs passe nécessairement par des étapes préliminaires (collecte, broyage, granulométrie, ...). Ces opérations sont suivies d'une étape d'activation et de pyrolyse (carbonisation de la matière) et enfin des traitements supplémentaires ou de purification du produit obtenu (lavage, séchage, stockage...) (**Mouhamed Lamine ,2008**).

L'étape d'activation permet de générer une microstructure poreuse et d'augmenter l'accessibilité à la structure interne, ainsi que de créer de nouveaux pores et d'élargir le diamètre de ceux déjà créés lors de la carbonisation. Pour cela, il existe deux méthodes d'activation (**Sedira, 2013**).

### II. 2.1- Activation physique

L'activation physique consiste en une oxydation du charbon à haute température (750 à 1000°C)(Sekirifa,2013) à l'aide d'un agent faiblement oxydant pendant 24 à 72 heures. Les gaz principalement utilisés, seuls ou en mélange, sont l'air, la vapeur d'eau ainsi que le dioxyde de carbone. Ce procédé donne un charbon à pores étroits et va créer des millions de microscopiques alvéoles sur la surface du charbon, augmentant de façon très importante sa surface et son pouvoir d'adsorption, le carbone est consommé par les réactions :



**Figure 11** :Réactions d'activation physique(Sedira,2013).

Le contrôle de la température est un paramètre important car au-dessus de 1000°C, la réaction engendre une dégradation du matériau. En revanche, en dessous de 800°C la réaction est trop lente ou incomplète et donc économiquement inintéressante. Généralement, les charbons actifs produits par cette activation physique présentent une structure poreuse fine (pores étroits)(Sedira,2013).

### II. 2.2- Activation chimique

Contrairement à l'activation physique, l'activation chimique est classiquement réalisée simultanément avec l'étape de carbonisation en présence de catalyseurs d'oxydation tels que l'acide phosphorique, l'acide sulfurique, le sulfure de potassium, le chlorure de zinc, des sels de cuivre ou la potasse et l'acide nitrique. Le matériau brut est imprégné d'un de ces agents chimiques puis chauffé sous atmosphère inerte entre 400°C et 600°C (Sekirifa,2013).

La réorganisation structurale permet de développer une microporosité et une mésoporosité par élargissement du diamètre des pores. Cette voie d'activation montre que la taille des pores dans le charbon actif final est déterminée par le degré d'imprégnation : plus celui-ci est élevé, plus le diamètre des pores est grand. De plus, ces charbons actifs présentent une structure poreuse ouverte (les pores débouchent à la surface du grain), idéale pour l'adsorption de grosses molécules. Néanmoins, les charbons activés chimiquement

gardent généralement des traces de l'agent responsable de l'oxydation de surface (phosphore, soufre, zinc, cuivre, potassium) (Sedira,2013).

II.3-Comparaison des deux procédés d'activation

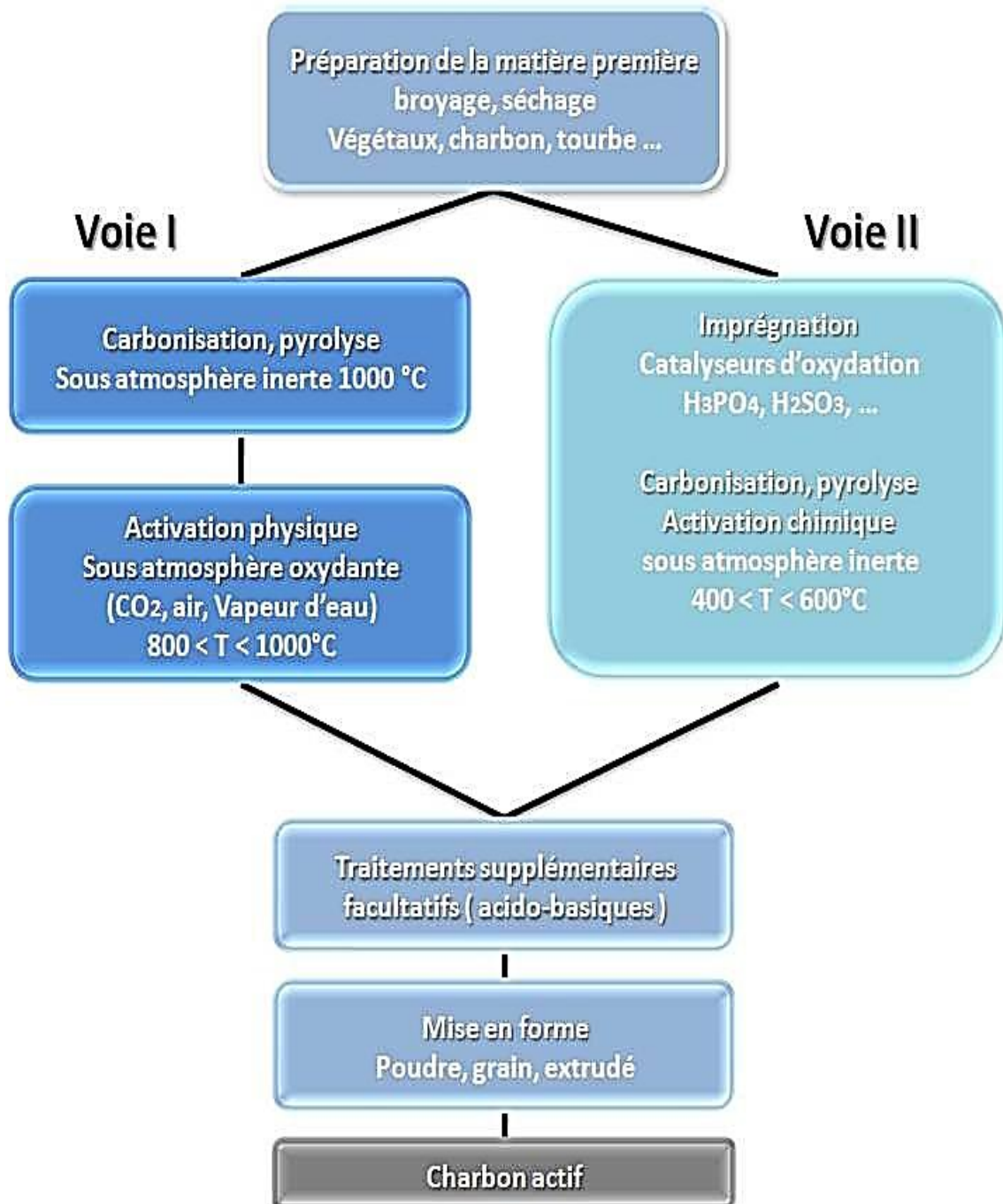


Figure 12 : Schéma général de fabrication des charbons actifs (Kania,2010).

**II.4- Description et propriétés des charbons actifs**

Ils se présentent sous plusieurs formes selon les applications :

**II .4.1- Charbon actif en poudre (CAP)**

Le charbon actif est pulvérisé en fines particules de taille comprise entre 1 et 100 m. Il est généralement issu du procédé de fabrication chimique et est fréquemment utilisé pour le traitement d'effluents liquides (Gueye,2009).

**II.4.2- Charbon actif en grains (CAG)**

Le charbon actif en grain ou en granulé CAG est formé de particules de 0,5 à 10 mm Les caractéristiques physiques des granulés de charbon actifs varient considérablement selon les produits. Les granulés utilisés pour le traitement des gaz proviennent essentiellement d'une activation physique (Gueye ,2009).

**II.4.3- Charbon actif texture(CAT)**

Il est fabriqué différemment des charbons actifs en grains ou en poudre, c'est à dire que la matière première carbone est finement broyée puis soumise à une oxydation partielle sous air. Un liant est ajouté à cette poudre afin d'obtenir une pâte qui par un dispositif d'extrusion produit des extrudés cylindriques de diamètre et longueur déterminés (0,8 à 5) mm de diamètre jusqu' 10 mm de longueur). Ces extrudés sont ensuite carbonisés dans un four rotatif 900°C puis activés sous flux gazeux. Ces matériaux sont surtout employés pour les applications en phase gazeuse (Gueye ,2009).



**Figure 13 : Différentes formes de charbon actif.**



**Tableau V** : Classification de la forme des charbons actifs (Kafack,2012).

Type de CA	Granulométrie	Avantages	Inconvénients	Applications
<b>CAP</b>	Inférieure à 0,2mm	-Bonne capacité d'adsorption -Recyclable	Quantité importante	Traitement en phase gazeuse et aqueuse
<b>CAG</b>	Supérieure à 0,4mm	Bon filtre		Traitement en phase aqueuse
<b>CAT</b>		Meilleure cinétique d'adsorption	Risques de déchirement pour des débits de fluide élevés	Traitement en phase gazeuse

Selon la classification de l'IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) les tailles de pores sont réparties en 3 groupes :

**Tableau VI** : Classification de la taille des différents pores selon l'IUPAC(Krou, 2010).

Les pores	Rayons des pores (nm)	Volumes poreux (cm <sup>3</sup> .g <sup>-1</sup> )	Surfaces spécifiques (m <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )
Micropores	< 2	0,2 - 0,6	400 - 900
Mésopores	2 - 50	0,02 - 0,1	20 - 70
Macropores	> 50	0,2 - 0,8	0,5 - 2

❖ **Macropores**

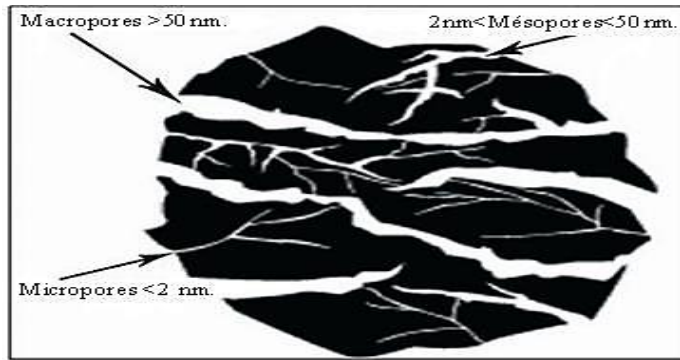
Les macropores agissent comme un agent de transport permettant aux molécules adsorbées d'atteindre les pores de plus petite taille situés à l'intérieur de la particule carbonée. Si les micropores ne sont pas importants quand leur capacité à adsorber en grande quantité, ils interviennent de façon très importante sur la vitesse de diffusion vers les mésopores et les macropores(Gueye ,2009).

❖ **Micropores**

Les micropores constituent la plus grande part de la surface intérieure et, de ce fait, la plupart de l'adsorption y est réalisée. On considère qu'au moins 90% de la surface active d'un charbon est microporeuse (Gueye ,2009).

❖ **Mésopores**

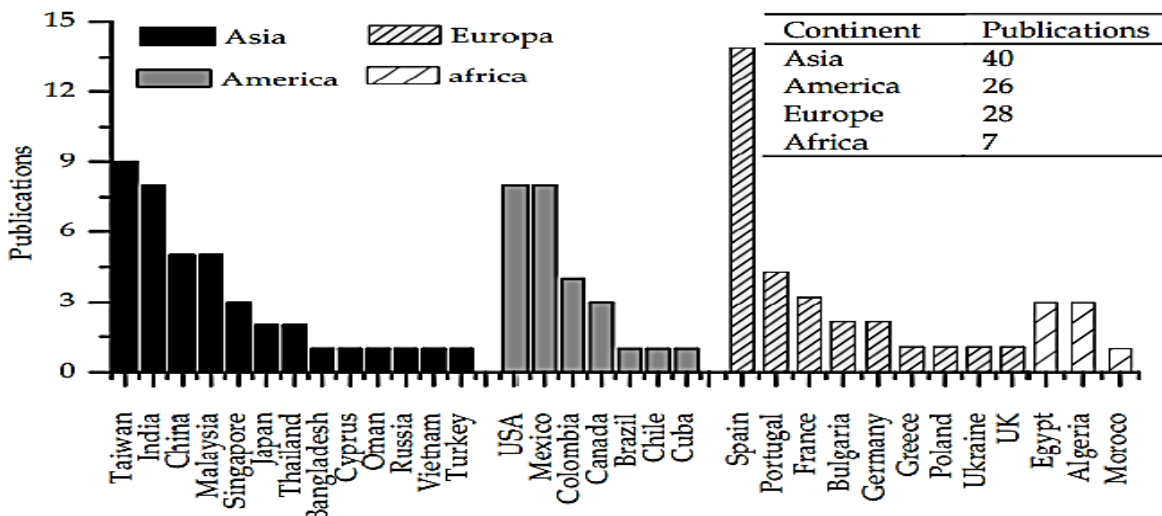
Les mésopores , qui découlent des macropores, agissent comme intermédiaire entre ceux-ci et les pores de petite taille (Gueye ,2009).



**Figure 14 :** Représentation schématique des différents types de pores (Masmoudi).

**II.5- Production mondiale du charbon actif**

Le continent africain est classé en dernière position derrière l’Asie, les Etats Unies et l’Europe en matière de production de charbons actifs. En effet, seuls trois pays en Afrique sont producteurs à l’échelle de la recherche de charbons actifs, il s’agit de l’Egypte, le Maroc et l’Algérie (Peláez *et al.*,2011). En 2004, la production mondiale annuelle en charbons actifs a été estimée à 420 000 tonnes (Meljac,2004) et selon les prévisions du marché mondial, une croissance annuelle de la demande en charbon actif de 10% est attendue dans les cinq prochaines années pour atteindre un marché de 3 milliards de dollars en 2017.L’Afrique importe de grandes quantités de charbons actifs d’Europe ou d’Asie qui coûtent chers et qui sont difficilement recyclables localement par manque de moyens techniques. Pourtant, il existe dans le continent africain, en particulier dans les régions tropicales, une ressource abondante et disponible de résidus agricoles et sylvicoles pouvant servir de matière première à la fabrication locale de charbons actifs performants et peu onéreux (Gueye,2015).



**Figure 15 :** Classification mondiale de la production de charbons actifs obtenus à partir de biomasses lignocellulosiques (Peláez *et al.*,2011).

**II.6- Précurseurs utilisés pour la fabrication du charbon actif**

La fabrication des charbons actifs provenant des différents matériaux de déchets végétaux a pu atteindre le stage pratique où il a été accordé un grand intérêt à son application dans différents domaines de traitement des eaux et d'épuration des effluents industriels. Plusieurs chercheurs, ont étudié la fabrication de cet adsorbant à partir d'une variété de matériaux végétaux. L'inventaire que nous avons fait dans ce sens, nous a permis de mieux connaître les sources de fabrication de charbon actif et leurs modes d'exploitation. Nous citons dans cette liste quelques origines avec quelques références bibliographiques (Sedira,2013).

**Tableau VII :** Quelques différentes biomasses utilisées pour la production du charbon actif.

<b>Matières premières</b>	<b>Auteurs</b>
Bois de jatropa	<b>Gueye, 2015 ;Kafack,2012 ;Some,2010</b>
Bois d'eucalyptus	<b>Gueye 2009</b>
Balles de riz et des marcs de café	<b>Tchuifon,2016.</b>
Coque de kapok	<b>Mouhamed_Lamine,2008</b>
Coques de noix de coco	<b>Some,2010</b>
Coque d'arachide	<b>Some,2010;Kafack,2012; Gueye,2009 Gueye,2015; Mouhamed_Lamine,2008</b>
Déchets de café	<b>Cherraye,2012</b>
Noix de coco	<b>Gueye,2009</b>
Noyaux de nèfles	<b>Benamraoui,2014</b>
Noyaux d'abricots	<b>Benamraoui,2014</b>
Noyaux de dattes	<b>Mouhamed_Lamine,2008 ; Sedira,2013 ; Sekirifa,2013</b>
Noyaux d'olives	<b>Benamraoui,2014 ; Boukhari, 2015 ; Mouhamed_Lamine,2008</b>

**II.7- Qualités et performances**

Outre la surface spécifique, la taille des pores, la densité et le taux de cendre présentés dans les propriétés des charbons actifs, plusieurs caractéristiques sont primordiales pour la définition de la qualité d'un charbon actif et ses performances (**Omlin et Chesaux,2010**).

**II .7.1- Le taux d'humidité**

Rend compte de l'eau physiquement liée au charbon actif. Une valeur classique de la teneur en eau varie entre 1 à 5 % en masse (**Omlin et Chesaux,2010**).

**II.7.2- L'indice d'iode**

L'indice d'iode, exprimé en mg. g<sup>-1</sup>, permet de mesurer la microporosité d'un charbon actif grâce à une solution d'iode. Cette valeur est à corrélérer avec la surface spécifique BET. Elle traduit l'affinité d'adsorption du matériau pour de petites molécules (**Sedira,2013**).

**II.7.3-L'indice de bleu de méthylène**

L'indice de bleu de méthylène, exprimé en mg. g<sup>-1</sup>, peut aussi être mesuré pour chiffrer les mésopores et les macropores. Il est synonyme d'une capacité d'adsorption forte pour de grosses molécules (**Sedira,2013**).

**II.7.4- L'indice de phénol**

Permet d'établir si l'adsorbant est approprié aux molécules aromatiques, causant des odeurs et du goût (**Sedira,2013**).

**II.7.5- L'indice de CTC ou CCl<sub>4</sub>**

Représente la quantité de tétrachlorure de carbone gazeux que peut adsorber le matériau. Il est généralement exprimé en pourcentage massique (**Sedira,2013**).

### II.8- Utilisations

Le charbon actif est utilisé dans de nombreux domaines :

#### II.8 .1- Filtration

- Systèmes de filtration de l'air contaminé notamment dans les abris anti-atomiques.
- Décontamination de l'eau potable : le charbon actif retient un grand nombre de composés organiques, tels les pesticides. Cet usage représente 20 % du marché mondial.
- Masques à gaz.
- Filtres à cigarettes.
- Filtres utilisés dans les installations de ventilation en circuit fermé (par exemple, hotte de cuisine).
- Filtration de polluants organiques (en particulier les traitements médicamenteux).
- Système de filtration pour aquarium(**Sedira,2013**).

#### II.8 .2- Chimie

- Stockage de l'hydrogène (nano-fibres de charbon actif ou de dérivés du charbon).
- Support pour métaux catalytiques ultra divisés (platine ou nickel sur charbon actif).
- Elimination des hydrocarbures dans l'eau.
- Extraction de l'or des minerais (fixation sur le charbon actif).
- Balais (frotteurs) dans les générateurs et moteurs (utilisation de plus en plus rare).
- Traitement des effluents liquides.
- Traitements des gaz (Composés Organiques Volatils COV).
- Décaféination du café avec de l'eau (**Guerradi et Hechachna,2013**).

#### II.8 .3- Industrie

- Extraction de l'or des minerais (fixation sur le charbon actif).
- Stockage de l'hydrogène (nanofibres de charbon actif ou de dérivés du charbon).
- Balais (frotteurs) dans les générateurs et moteurs (utilisation de plus en plus rare) (**Sedira,2013**).

### II.8 .4- Alimentation

Le nombre d'applications du charbon actif dans le secteur alimentaire est infini. Les bons aliments doivent avoir un aspect, une odeur et un goût agréable. C'est fondamental pour la qualité des aliments comme pour leur commercialisation. C'est pourquoi le charbon actif est l'agent par excellence d'élimination des produits contaminants organiques indésirables pour toute une gamme de matières premières ou intermédiaires et de produits finis du secteur alimentaire.

Nous présentons une sélection des principales applications pour la purification des produits alimentaires (Sedira,2013).

### II.8 .5- Raffinage de la canne à sucre

Les qualités CAP et CAG sont adaptées à la décoloration des sirops de canne à sucre avant la cristallisation des sucres granulés blancs raffinés. Ils absorbent les pigments des plants de canne à sucre et les couleurs apparues en cours de traitement (par ex. mélanoidines et caramels) (Sedira,2013).

### II.8.6- Produits alimentaires biochimiques

Des qualités spéciales de CAP et CAG adsorbent notamment les autres colorants des mélasses des acides citrique et lactique ainsi que d'autres produits alimentaires biochimiques. Le CAP peut également servir à favoriser la conversion biochimique lors du processus de fermentation. Pour la purification finale des lactates et des gluconates, des charbons actifs de haute pureté sont appliqués pour respecter des impératifs de pureté extrêmement stricts (Sedira,2013).

### II.8 .7- Lactose

Des qualités de CAP spécifiques sont utilisées dans le cadre de processus par lot typiques pour la purification du lactose comestible afin d'obtenir un lactose de qualité pharmaceutique aux cristaux blancs purs. Le lactose comestible ou sucre laitier est généralement produit à partir d'un petit lait contenant environ 6,5 % de matière sèche. Il est clarifié et concentré à 55-65 % de solides totaux. Après refroidissement, la plupart se cristallisent sous forme de monohydrate de lactose. Le charbon actif sert en l'occurrence à éliminer du lactose comestible la riboflavine (vitamine B2 de couleur jaune), les protéines résiduelles et leurs produits de dégradation (Sedira,2013).

### II.8 .8-Aromatisants

Les protéines végétales hydrolysées (PVH) et le glutamate de sodium sont des aromatisants très communs, notamment pour la cuisine.

Les PVH sont habituellement décolorées avec charbon actif en poudres spécifiques. Pour la purification du glutamate de sodium, le CAP comme le CAG sont utilisés, selon les conditions de traitement, soit pour purifier la solution de glutamate/acide glutamique, soit pour décolorer la liqueur mère recyclée (**Sedira,2013**).

### II.8 .9- Huiles végétales et huiles de poissons

Afin d'éliminer les polluants organiques persistants (POP) comme les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), les dioxines et les diphényles polychlorés, il a été démontré que des qualités de CAP spécifiques pouvaient rendre les huiles végétales et de poissons conformes aux normes de pureté réglementaires.

Les qualités de CAP sont souvent exploitées conjointement avec des terres décolorantes dans le cadre des processus de raffinage des huiles végétales. Elles servent également à la détoxification sélective des huiles de poissons crus pour la production d'aliments pour poissons (**Sedira,2013**).

### II.8 .10- Décaféination du café ou du thé

La caféine extraite des grains de café ou du thé (soit par un processus d'extraction dans l'eau soit avec du CO<sub>2</sub> supercritique) peut être éliminée de manière sélective avec des produits CAG adaptés. Ils sont réactivés thermiquement sur un site de réactivation et recyclés dans le même processus. La caféine adsorbée peut être récupérée et purifiée par des tiers pour un usage ultérieur dans des boissons sans alcool et pour l'industrie pharmaceutique (**Guerradi et Hechachna,2013**).

### II.8 .11- Médecine

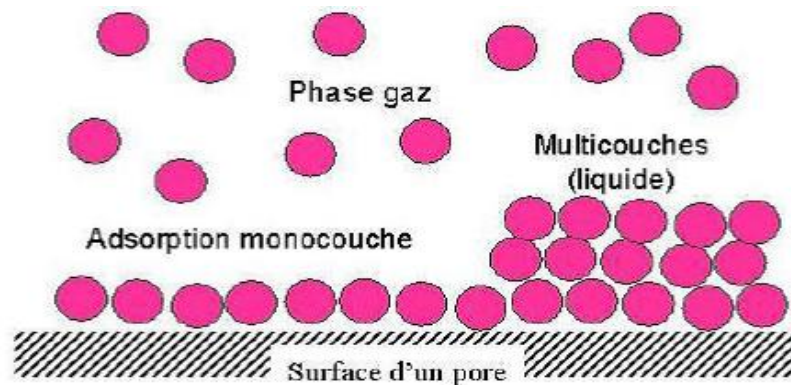
- Chélateur dans un grand nombre d'intoxications.
- Epuration digestive et abaissement du taux de cholestérol total et en particulier du taux des LDL.
- Anti-diarrhéique dans les cas des diarrhées.
- Aigreurs d'estomac, aérophagies, flatulences.
- Dans les cas de gastro-entérites, de gastralgies et dans les états d'infection de l'intestin accompagnés de constipation (**Guerradi et Hechachna,2013**).

## II.9-Processus d'adsorption

L'adsorption, à ne pas confondre avec l'absorption, est un phénomène de surface par lequel des molécules sous forme gazeuse ou liquide se fixent sur les surfaces solides des adsorbants selon divers processus plus ou moins intenses (**Figure 16**).

Le phénomène inverse, par lequel les molécules adsorbées sur une surface s'en détachent, notamment sous l'action de l'élévation de la température, ou de la baisse de pression, s'appelle la désorption » (**Omlin et Chesaux,2010**).

L'adsorption est un phénomène physico chimique se traduisant par une modification de la concentration à l'interface de deux phases non miscibles : liquide /solide ou gaz/solide, on parle donc du couples (adsorbat/adsorbant) (**Robel,1989 et Yahiaoui,2012**).



**Figure 16** : Phénomène d'adsorption (**Sekirifa,2013**).

Il existe deux types de processus d'adsorption : l'adsorption physique et l'adsorption chimique :

### II .9-1- Adsorption chimique

La chimisorption est une adsorption spécifique due à des sites chargés sur la surface de l'adsorbant. La liaison chimique est forte. Dans ce cas, la capacité d'adsorption est directement liée au nombre de sites par unité de surface (**Omlin et Chesaux,2010**).

### II .9-2- Adsorption physique

La physisorption est une adsorption non spécifique, qui ne modifie pas la structure chimique de la molécule. La liaison physique est plus faible. On parle de force de Van der Waals. Cette adsorption dépend de la taille de la surface (**Omlin et Chesaux,2010**).

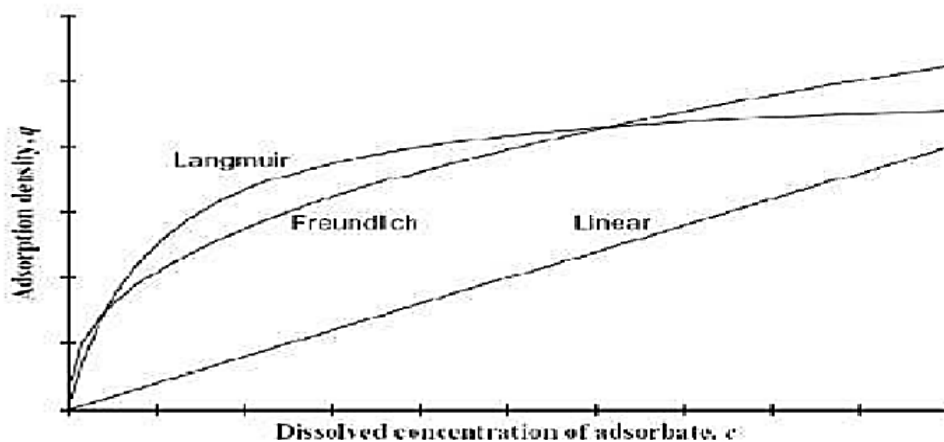


Le tableau VIII, regroupe quelques critères de distinction entre l'adsorption physique et chimique (Yahiaoui,2012).

**Tableau VIII :** Comparaison entre l'adsorption physique et chimique(Yahiaoui,2012).

Propriété	Adsorption physique	Adsorption chimique
Température du processus	Relativement basse	Plus élevé
Chaleur d'adsorption	5Kcal /mol environ	10Kcal/mol environ
Liaisons	Physique : Van der Waals	Chimique
Cinétique	Rapide réversible	Lente irréversible
Spécificité	Processus non spécifique	Processus très spécifique
Désorption	Facile	Difficile
Couches formées	Mono ou multicouches	Uniquement monocouches

Après un temps de contact suffisant, on arrive à un équilibre qui dépend de l'adsorbant, de la molécule à adsorber et de la température. On peut décrire le processus d'adsorption à l'aide d'une isotherme d'adsorption. Cette isotherme est une courbe qui représente la relation entre la quantité d'impuretés adsorbées par unité de masse de charbon activé et la concentration d'impureté en solution. De telles courbes sont obtenues en laboratoire à température constante (**Figure 16**). Il existe trois lois isothermiques différentes : la loi Linéaire, la loi de Langmuir et la loi de Freundlich. Ces deux derniers isothermes sont les plus utilisés dans le cas des charbons actifs. Ces isothermes ont leur propre équation permettant d'approximer le comportement d'adsorption des charbons (**Tableau IX**) (Omlin et Chesaux,2010).



**Figure 17 :** Représentation des 3 types d'isothermes (Omlin et Chesaux, 2010).

**Tableau IX :** Equations des isothermes de Langmuir et de Freundlich (Omlin et Chesaux,2010).

Type d'isotherme	Équation	Description des termes
Langmuir	$C / (x/m) = 1/kb + c/b$	<p><b>C</b> : concentration à l'équilibre</p> <p><b>x/m</b> : quantité adsorbée /masse d adsorbant.</p> <p><b>b</b> : maximum d'adsorption</p> <p><b>k</b> : conste qui prend en compte l'énergie de liaison</p>
Freundlich	$x/m = kC^n$	<p><b>C</b> : concentration à l'équilibre</p> <p><b>x/m</b> :quantité adsorbée /masse d adsorbant</p> <p><b>k</b> et <b>n</b> : conste qui prend en compte l'énergie de liaison</p>

**II.10-Facteurs influençant le phénomène d'adsorption**

L'équilibre d'adsorption, entre un adsorbant et un adsorbat dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont (Cherraye,2012) :

- **Les caractéristiques d'adsorbant** : polarité, volume poreux, surface spécifique, fonctions superficielles... ;
- **Les caractéristiques l'absorbat:** polarité, solubilité, poids et saturation moléculaire... ;
- **Les paramètres physiques** : température, pH...

Quelques caractéristiques des charbons activés sont représentées sur le tableau X.

**Tableau X :** Principales caractéristiques du charbon activé(Bouacherine,2013et Bouziane,2007).

Caractéristique	Description
Diamètre effectif	-Poudre : 8-9 ; granules : 0,55 -1,05mm -Augmentation du taux d'adsorption et des pertes de charge lorsque la grosseur des grains diminue
Surface d'adsorption	De 850 à 1500 m <sup>2</sup> /g. Plus cette surface est grande plus le charbon activé est efficace
Nombre demolécule	Il est associé à la capacité du charbon activé d'absorber les impuretés de masses moléculaires élevées
Densité brute	Evolution du volume de charbon activé utilisé

# Chapitre III

## Matériels et méthodes



### III-Matériels et méthodes

Ce présent travail a été réalisé dans sa totalité, au sein du laboratoire pédagogique de chimie de l'Université d'Adrar, à la Faculté des Sciences et Sciences de la Technologie, Département des Sciences de la Matière.

L'objectif de ce travail est d'effectuer :

- Une caractérisation des biomasses utilisées : **ligno-cellulosiques** issus des oasis d'Adrar et qui sont représentées par les pétioles (kornafs) ; les hampes florales (appelées localement « ziwana ») : les fibrillum (appeléslif) et les spathes (SF)(**photo 06**) ;
- Une caractérisation des charbons actifs obtenus.

#### III .1- Matériels

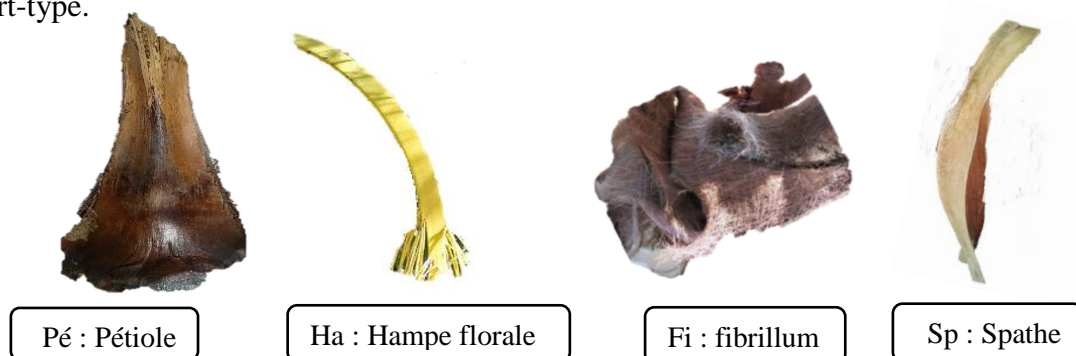
##### III .1. 1- Matériel végétal

Le substrat végétal représenté par **les déchets du palmier dattier** : les pétioles ; les hampes florales ; les fibrillum et les spathes proviennent des palmeraies traditionnelles du Touat. Ils proviennent de la récolte de l'année 2017.

- Les biomasses : hampes florales et fibrillum proviennent de la **commune Tamest** du ksar Ikiss.
- Les biomasses : pétioles proviennent de la **commune d'Adrar** du ksar Ouled Aroussa.
- Les biomasses : spathes proviennent de la **commune de Tsabit** du ksar Tsabit.

Les biomasses utilisées ont été lavées et broyées à l'aide d'un micro-broyeur et tamisées avec un tamis de (0.5mm). Les poudres des biomasses sont conservées dans des flacons en verre fermés hermétiquement.

Pour chaque analyse, avons effectué trois mesures pour chaque échantillon avec moyenne et écart-type.



**Photo 06:** Différentes biomasses utilisées.

## III.1.2- Matériels et produits chimiques utilisés

Tableau XI : Matériels et produits chimiques utilisés.

<b>Matériels et verreries</b>
<p><b><u>Matériels :</u></b></p> <p>Micro broyeur (Culatti type MFC) ; Balance électronique (FA2004N, 100g /0 ,1mg) ; Dessiccateur ; Etuve isotherme (Memmert) ; Plaque chauffante agitatrice (de marque « WISE STIR ») ; Pompe à vide ; PH-mètre portable (Mettler Toledo) ; Four à moufle (NaberthemGmBh), le spectrophotomètre (Agilent Technologies Cary 60 UV-Vis) ; Centrifugeuse (Sigma, 9000rpm) ; Agitateur magnétique.</p> <p><b><u>Verrerie :</u></b></p> <p>Creusets en céramique, burette ; cristallisoirs, béchers, ballons, erlenmeyer, fioles, éprouvettes graduées, entonnoirs, fioles coniques, fioles jaugées, réfrigérant à reflux, mortiers, tubes à essai, boîtes de pétrie en verre, papier filtre, spatule, pierres ponce.</p>
<b>Produits chimiques</b>
<p>Eau distillée ; sulfate de cuivre (<math>\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}</math>) ; d'hydrazine (<math>\text{NH}_2\text{-NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4</math>) ; Soude (<math>\text{NaOH}</math>) ; acidesulfanilique (<math>\text{H}_2\text{N SO}_3</math>) ; <math>\alpha</math> -Naphtylamine ; E.D.T.A ; acétate de sodium (<math>\text{NaCOO-CH}_3, 3\text{H}_2\text{O}</math>). ; acétone ; nitrate. ; <b>solutions étalons</b> ; acide phosphorique (<math>\text{H}_3\text{PO}_4</math>) ; Solution d'iode(<math>\text{I}_2</math>) ; Solution de thiosulfate de sodium(<math>\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3</math>) ; Solution d'empois d'amidon.</p>

## III.2-Analyse physico-chimiques des substrats ligno-cellulosiques

## III.2.1-Détermination de la teneur en eau et matière sèche (Audigie CI. et al., 1980)

## III.2.1.1-Principe

La détermination de la teneur en eau est effectuée par une dessiccation de l'échantillon dans une étuve isotherme de 103 à 105 °C jusqu'à une masse pratiquement constante.

## III.2.1.2-Mode opératoire

- Les capsules vides ont été séchées à l'étuve durant 15 min à  $103 \pm 2$  °C ;
- Les capsules ont été tarées après refroidissement dans un dessiccateur ;
- Dans chaque capsule, 5 g d'échantillon ont été pesés à une précision de  $\pm 0.001$  g, puis l'ensemble a été placé dans l'étuve à 105°C ;

- Après un étuvage de 3 h à 105°C puis refroidissement dans un dessiccateur pendant 15 min, les capsules sont pesées, ensuite elles sont remises dans l'étuve durant 1 h à 105°C ;
- Après refroidissement dans un dessiccateur comme précédemment, les capsules sont pesées ;
- La différence entre deux pesées doit être inférieure à 2 mg, sinon l'opération est renouvelée jusqu'à un poids constant.



**Photo 07** : Etapes expérimentales pour la détermination de la teneur en eau%.

La teneur en eau est déterminée selon la formule suivante :

$$H\% = (M_1 - M_2 / P) \times 100$$

Soit :

**H%** : Humidité.

**M<sub>1</sub>** : Masse de la capsule + matière fraîche avant séchage en g.

**M<sub>2</sub>** : Masse de l'ensemble après séchage en g.

**P** : Masse de la prise d'essai en g.

### Matière Sèche

A partir de la teneur en eau, nous avons déterminé la teneur en matière sèche (**MS**) selon la formule ci-dessous :

$$MS\% = 100 - H\%$$

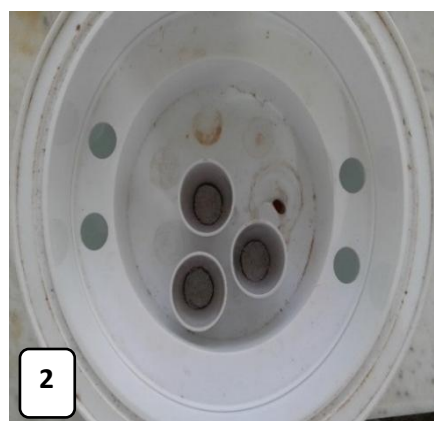
### III.2.2- Détermination de la teneur en cendres et en matière organique (Audigie CI. et al., 1980).

#### III.2.2.1-Principe

Le principe consiste à une incinération de l'échantillon dans un four à moufle dans un creuset en porcelaine à une température de 500 °C jusqu'à ce que les résidus deviennent blancs après refroidissement. Le dosage des cendres est basé sur la destruction de toute matière organique sous l'effet de la température élevée (500°C).

#### III.2.2.2-Mode opératoire

- Une pré-incinération des capsules en porcelaine a été effectuée à 300°C pendant 15 min ;
- Après refroidissement, les capsules ont été pesées vides ( $P_1$ ) ;
- puis 1g de l'échantillon a été pesé ( $P_2$ ) ;
- Les capsules ont été introduites dans le four à moufle réglé à 500°C jusqu'à ce que le contenu en substances prenne une couleur blanche grisâtre qui blanchit après refroidissement dans un dessiccateur ;
- Ensuite, une dernière pesée des capsules a été effectuée ( $P_3$ ).



1 : Échantillons placés dans un four à moufle ; 2 : Échantillons dans un dessiccateur après incinération).

**Photo 08** : Etapes expérimentales pour la détermination du taux de cendres % (1.2).

**Expression des résultats**

Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$\text{Cd}\% = \frac{(P_3 - P_1)}{(P_2 - P_1)} \times 100$$

Dont :

**C** : Teneur en cendres (%).

**P<sub>1</sub>** : Poids de creuset vide (g).

**P<sub>2</sub>** : Poids de creuset + échantillon avant l'incinération.

**P<sub>3</sub>** : Poids de creuset + échantillon après l'incinération.

**Matière organique**

A partir de la teneur en cendres, nous avons déterminé la teneur en matières organiques (**MO**), selon la formule ci-dessous.

$$\text{MO}\% = 100 - \%\text{cendres}$$

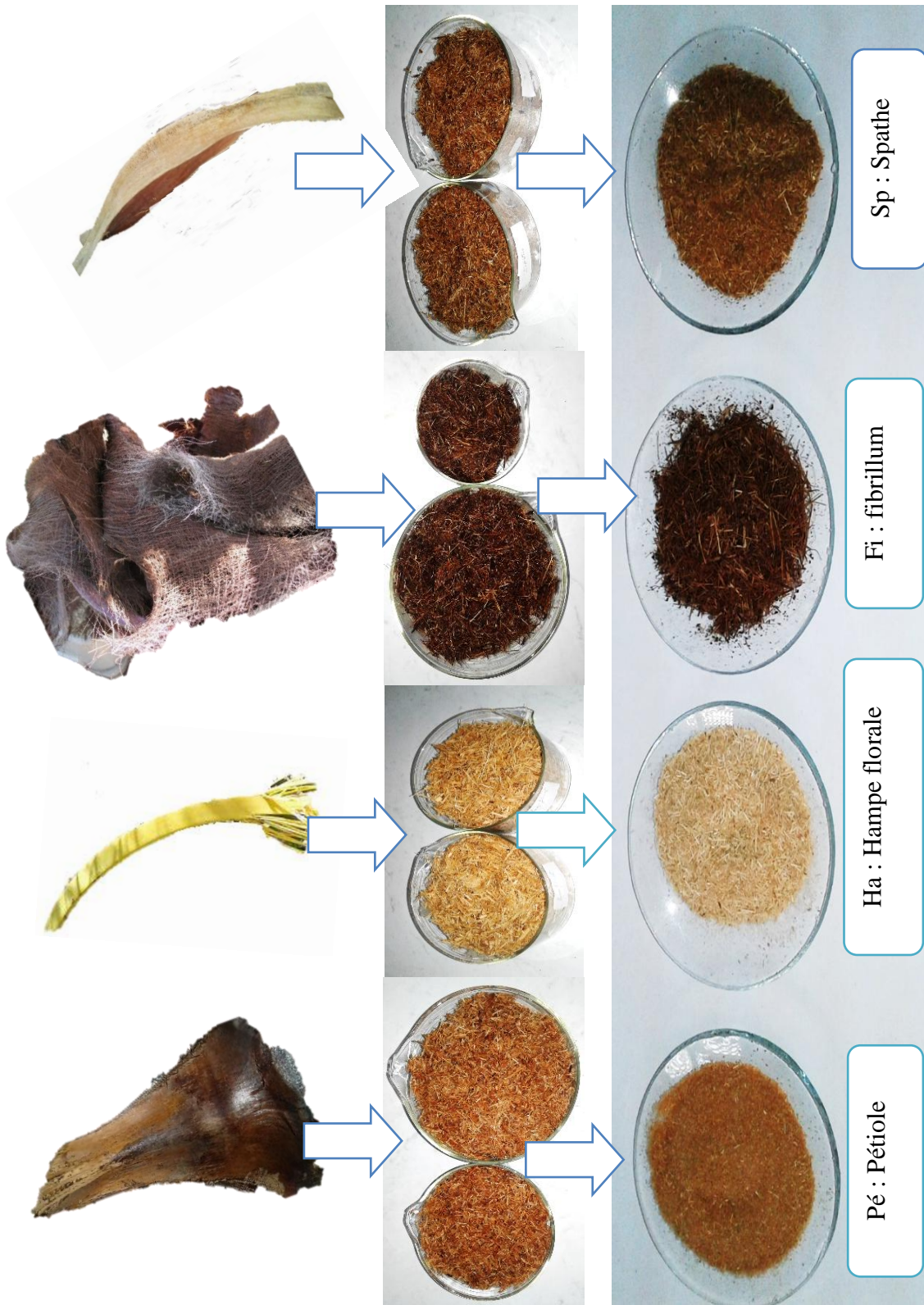
**III.3- Fabrication des charbons actifs****III.3.1-Choix des biomasses**

Dans cette étude, les charbons actifs ont été fabriqués à partir de biomasses issues des déchets agricoles des palmeraies traditionnelles d'Adrar, notamment les pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes. Nous avons choisi, ces biomasses à cause de leur disponibilité.

**III.3.2- Préparation du charbon actif**

Les pétioles, les hampes florales, les fibrillum et les spathes ont été lavés abondamment à l'eau distillée jusqu'à l'obtention d'une eau de rinçage claire. Puis séchés à l'étuve à 110 °C pendant 12 heures. Ils sont ensuite broyés avec un micro-broyeur et tamisés (0.5mm) pour obtenir une poudre (**Photo 09**) (**Sedira,2013**).





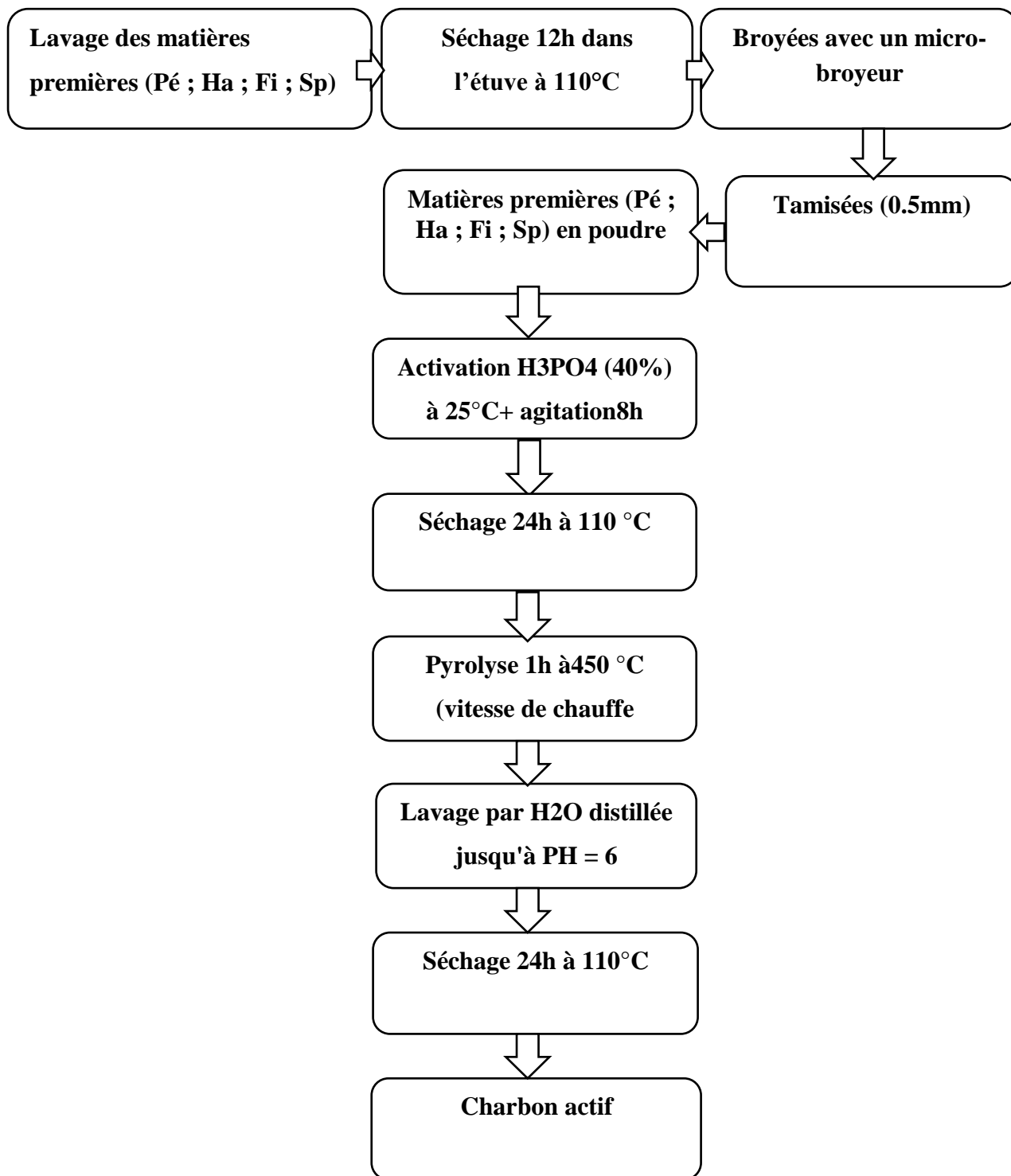
**Photo 09 :** Différentes biomasses des déchets du palmier dattier utilisées avec les poudres correspondantes.

**III.3.3-Activation chimique avec l'acide phosphorique (Tchakalaet *al.*, 2012 et Boukhari 2015)**

Parmi les acides, l'acide phosphorique a été très largement utilisé pour l'activation des charbons (**Baccaretal., 2012 ; Tzong-Horng,2010 et Sun *et al.*, 2012**). Aussi, il est considéré comme l'un des meilleurs oxydants (**Puziy *et al.*, 2002**).

**Mode opératoire**

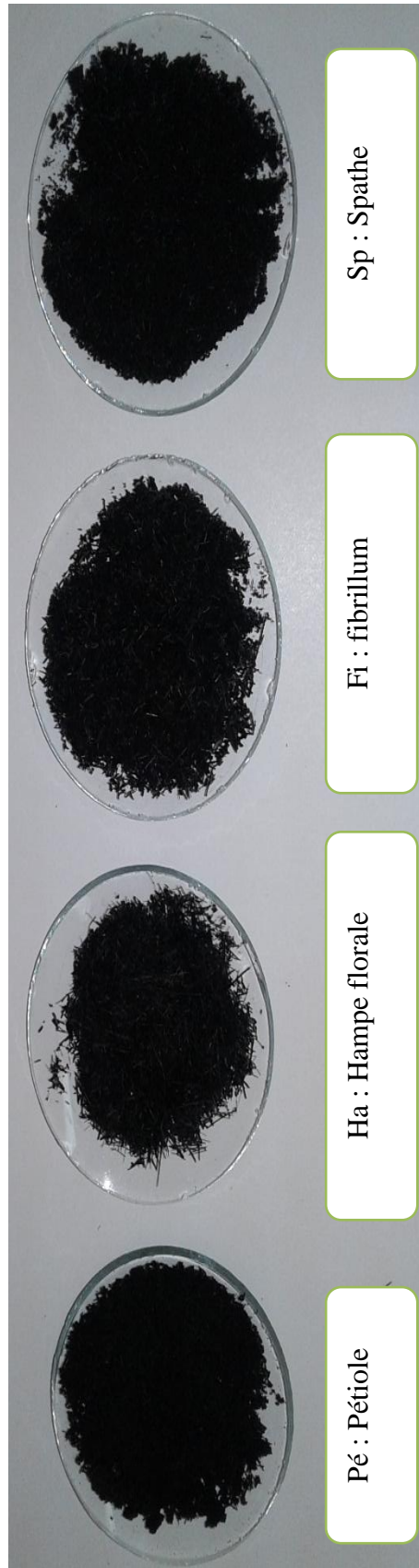
- Mélanger 10 g de chaque échantillon brut avec 20 g de la solution de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (40% en poids) et maintenus sous agitation pendant 8 h. Les mélanges sont mis à l'étuve pendant 24 h à 110°C ;
- Les produits sont ensuite mis dans un four à calcination, avec une vitesse de chauffe de 10°C/min et maintenu à température 450°C pendant une heure (1 h) ;
- Laver les produits obtenus avec l'eau distillée plusieurs fois jusqu'à le pH du surnageant devient 6,5 ;
- Les produits sont ensuite séchés à 110°C pendant 24 h.



**Figure 18 :** Protocole de production des charbons actifs.



**Photo10** : Différentes poudres de déchets du palmier dattier utilisées dans la fabrication du charbon actif.



**Photo11** : Différents charbons actifs obtenus avec activation chimique.

### III.4- Méthodes de caractérisation des charbons actifs

#### III.4. 1- Teneur en humidité

Le taux d'humidité est un rapport exprimé en pourcentage, il est déterminé par le séchage de l'adsorbant dans une étuve (Ahmed et Dhedan,2012).

- Peser **0.5 g** de charbon actif dans un creuset en céramique ;
- **Sécher** ensuite dans une **étuve à 110°C** jusqu'à ce que son poids reste constant ;
- A sa sortie de l'étuve, on le refroidit à température ambiante puis on le repèse.

Le taux d'humidité (% H) peut être calculé par la formule suivante :

$$H\% = (M_3 - M_4 / M_5) \times 100$$

Où :

**M<sub>3</sub>** : Masse initiale du CA utilisée en (g).

**M<sub>4</sub>** : Masse du creuset rempli après séchage en (g).

**M<sub>5</sub>** : Masse du creuset rempli avant séchage en (g).

#### III.4.2-Rendement massique

Le rendement est une caractéristique quantitative importante pour les charbons actifs. Elle traduit la perte de masse lors de la pyrolyse. Cette perte de masse indique le degré d'activation. L'expression du rendement massique est donnée par la formule suivante :

$$\text{Rendement massique (\%)} = (M_f / M_i) \times 100$$

Où :

**M<sub>f</sub>** :Poids du charbon actif obtenu.

**M<sub>i</sub>** :Poids de la poudre des substrats.

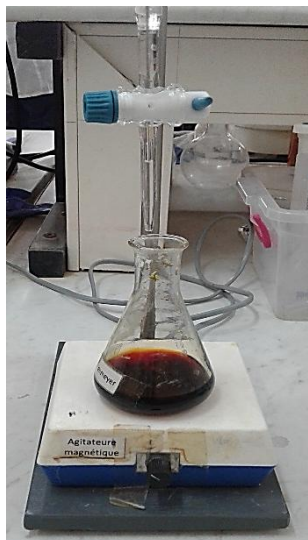
#### III.4.3- Indice d'iode

##### III.4.3.1- Principe

L'indice d'iode permet de mesurer le contenu des micropores d'un charbon actif (Ahmed et Dhedan,2012).

## III.4.3.2- Mode opératoire

- Peser 0.05 g charbon actif avec 15 ml d'une solution d'iode 0.1N puis agiter pendant 4 minutes ;
- Filtrer la solution ;
- Doser par une solution de thiosulfate de sodium **0.1N**, en présence de quelques gouttes d'une solution d'empois **d'amidon comme indicateur** jusqu'à la disparition de la couleur.



**Photo 12** : Détermination de l'indice d'iode par titrage avec la solution de thiosulfate de sodium.

L'indice d'iode est calculé par la formule suivante :

$$Id = [(V_b - V_s) \cdot N \cdot (126,9) \cdot (15/10)] / M$$

Où :

$(V_b - V_s)$  : Différence des résultats du titrage à l'essai à blanc et à l'essai avec adsorbant en (ml de thiosulfate de sodium 0.1N).

$N$  : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium en (mol/l).

**126.9** : Masse atomique d'iode.

$M$  : Masse de l'adsorbant en (g).

### III.5- Test d'efficacité de charbons actifs obtenus

#### III.5.1-Élimination des nitrates par adsorption sur charbon actif (NFT90-012, 1975 décrite IN Rodier et al., 2009)

##### III.5.1.1-Principe

Les nitrates sont réduits en nitrites par une solution d'hydrazine en milieu alcalin et en présence de sulfate de cuivre comme catalyseur.

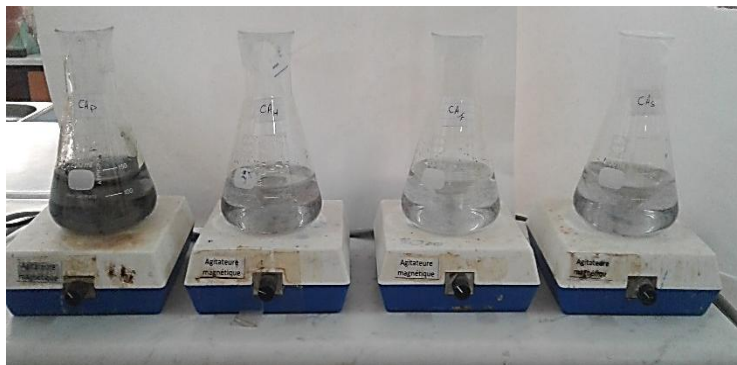
Les nitrites obtenus sont alors dosés par colorimétrie : diazotation avec l'acidesulfanilique et capulation avec l'  $\alpha$  - Naphtylamine. On mesure la densité du colorant ainsi formé à 520 nm.

##### III.5.1.2-Mode opératoire

Effectuer le dosage dans des flacons brun, de préférence.

Réaliser le mélange suivant en introduisant dans le flacon :

- 1 ml prise d'essai ; (Mélanger 0.05g de chaque échantillon avec 100ml de la solution de nitrates et maintenus sous agitation pendant 1h30. Le mélange est filtré dans centrifugeuse pendant 20 min) (**Photo13**).
- 5 ml de solution de soude à 0.05 M ;
- Agiter ;
- 5 ml de mélange réducteur ;
- Agiter ;
- Après une heure, ajouter 40 ml du mélange colorant ;
- Mettre à l'obscurité le mélange préparé pendant  $\frac{1}{4}$ heure ;
- Mesurer la densité à 520 nm.



**Photo 13** : Agitation des échantillons avec la solution de nitrates et filtration avec une centrifugeuse.

**III.5.1.3- Quantités de nitrates adsorbées**

La capacité d'adsorption d'un adsorbant est définie comme étant la quantité de substrat (masse ou volume) adsorbée par unité de poids d'adsorbant pour une température donnée.

Elle peut être généralement exprimée par la relation suivante (Dioum,2013) :

$$Q = [(C_o - C_e) / m] \times V$$

Sachant que :

**Q** : Quantités de nitrates adsorbées (mg/l).

**C<sub>o</sub>** : Concentration initiale de solution de nitrate en (mg/l) ; a t = 0.

**C<sub>e</sub>** : Concentration de solution de nitrates résiduels (mg/l).

**V** : Volume de la solution (litre).

**m** : Masse du support (g).

**III.5.1.4- Rendement d'élimination**

L'évaluation du rendement d'élimination des substances humiques est suivie par le paramètre :

$$\text{Rendement d'élimination}\% = [(C_o - C_e) / C_o] \times 100$$

Avec :

**C<sub>o</sub>** : Concentration initiale de solution de nitrate en (mg/l).

**C<sub>e</sub>** : Concentration de solution de nitrates résiduels (mg/l).

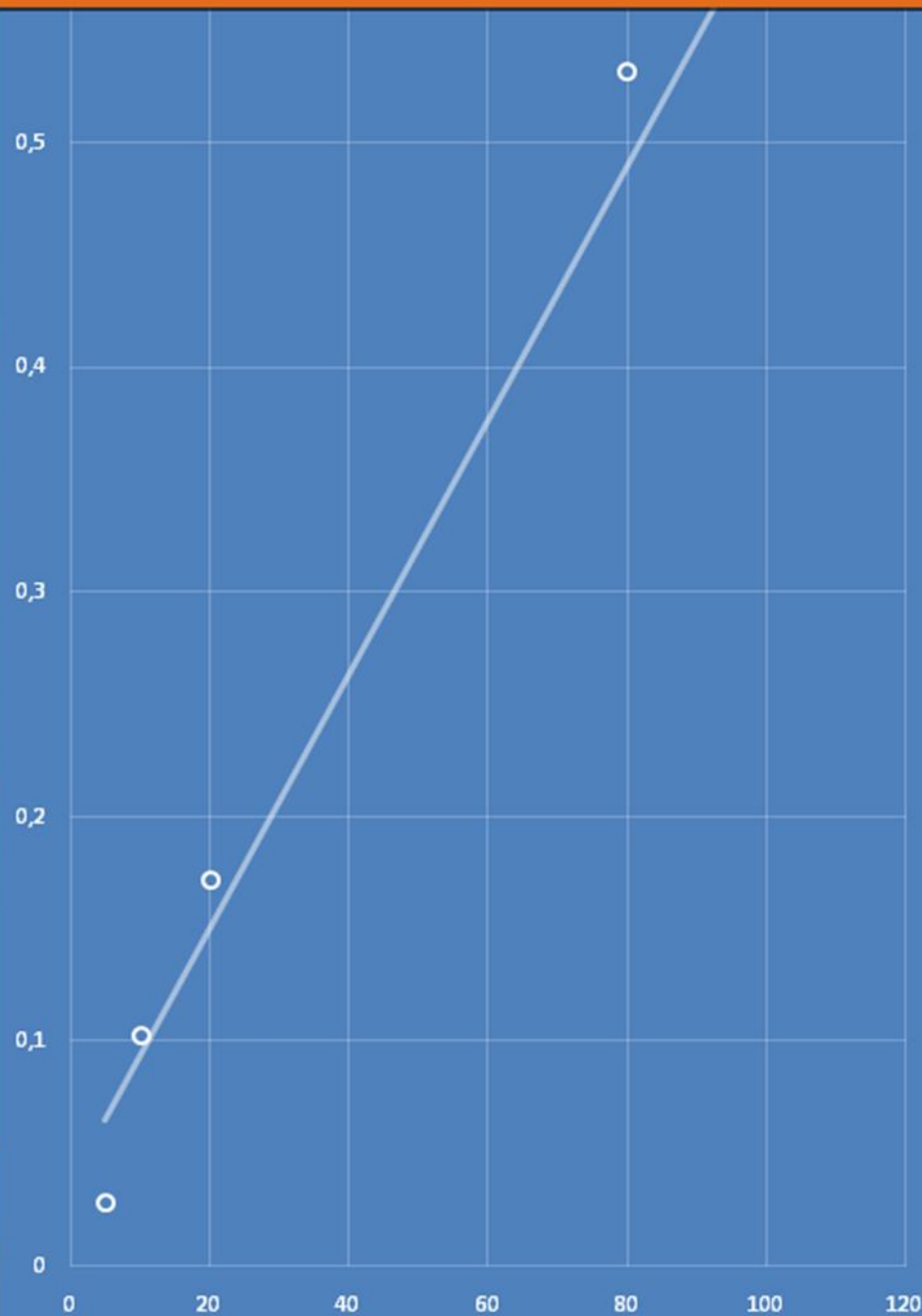
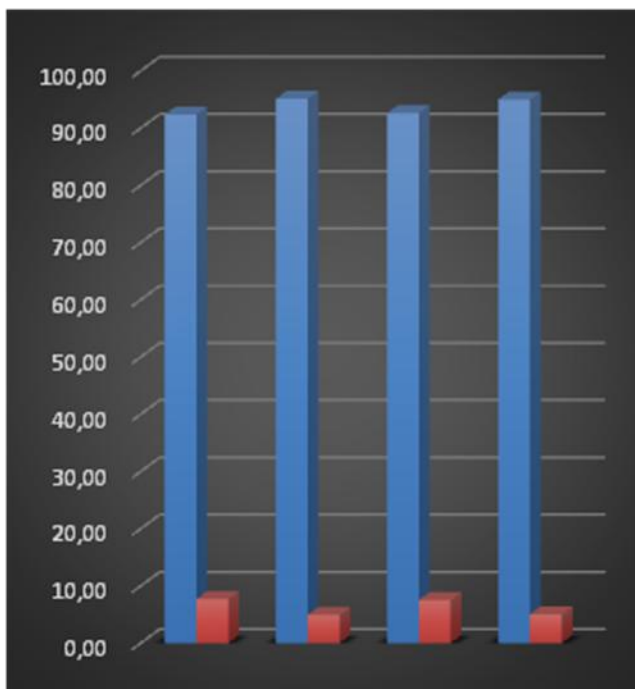


# Chapitre IV

0,7

$$y = 0,005x + 0,036$$
$$R^2 = 0,979$$

## Résultats et discussion



## IV-Résultats et discussion

### IV.1-Caractérisation physico-chimique et biochimique des substrats

#### Ligno-cellulosiques utilisés

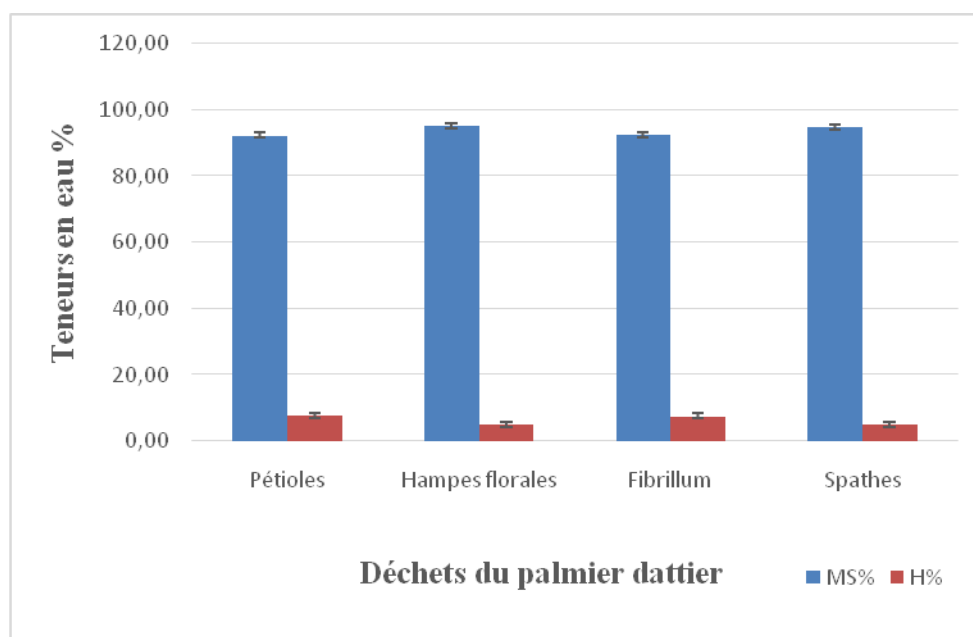
##### IV.1.1-Teneur en eau et matière sèche (%)

Nos résultats démontrent que les substrats issus des déchets du palmier :les pétioles (kornaf) ; les hampes florales (ziwana) ; les fibrillum (lif) et les spathes ont des teneurs en eau faibles, de  $7,68 \pm 0,04$  ;  $4,91 \pm 0,07$  ;  $7,49 \pm 0,25$  et  $5,04 \pm 0,13$  respectivement.

Nous remarquons, que les pétioles et les fibrillum ont les valeurs les plus élevées de l'ordre de 7,68 et de 7,49% respectivement. Ces teneurs s'approchent de celles rapportées dans le noyau de datte du cultivar Takerbucht safra de l'ordre de 7,59 % (**Bendaoud et Baatou,2016**) et du noyau de datte du cultivar Hamraya de l'ordre de 6,79% **Khali et al.,2015**. Les hampes florales et les spathes ont les valeurs les plus faibles de l'ordre de 4.91% et de 5.04% respectivement. Ces teneurs s'approchent de celles rapportées dans la noix de coco de l'ordre de 4.01 % (**Kafack,2015 et Gueye et al., 2011**) et du Bois de jatropa de l'ordre de 5.22% (**Kafack,2015 et Gueye et al., 2011**).

A partir de la teneur en eau, nous avons déterminé les teneurs en matière sèche qui sont pour les substrats : les pétioles, les hampes florales, les fibrillum et les spathes respectivement de  $92,32 \pm 0,04$  ;  $95,09 \pm 0,07$  ;  $92,57 \pm 0,35$  et  $94,96 \pm 0,13$  (**Figure 19**).

Les substrats ligno-cellulosiques étudiés sont très riches en matière sèche, ce qui leur confère une consistance très dure. Les taux faibles en teneur en eau contribueraient ainsi à une bonne conservation des substrats en vue d'un usage ultérieur.



**Figure 19** : Teneurs en eau et matière sèche des différents substrats : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes.

#### IV.1.2-Teneur en cendres et matière organique (%)

Les biomasses ligno-cellulosiques sont connues pour être pauvres en matières minérales, elles représentent donc un substrat de choix pour l'obtention de bons charbons actifs car elles contiennent de faibles teneurs en cendres et de fortes teneurs en matières organiques (**Basta et al., 2011 ; Cyrus et al., 2006 ; Rodriguez-Reinoso et Molina-Sabio,1998**).

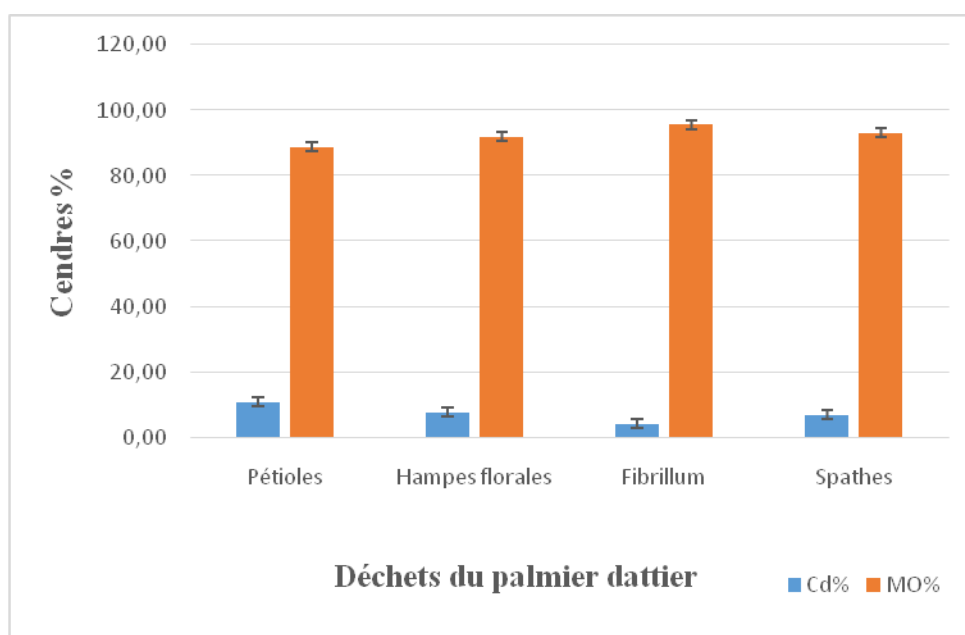
Les teneurs en cendres des substrats : les pétioles, les hampes florales, les fibrillum et les spathes sont respectivement de  $11,08 \pm 0,05$  ;  $7,96 \pm 0,30$  ;  $4,37 \pm 1,31$  et  $7,00 \pm 0,11$ (%).

Les substrats utilisés présentent des teneurs en cendres comprises entre 4,37-11,08%. Les fibrillum présentent la plus faible teneur alors que les pétioles et les hampes florales présentent les valeurs les plus élevées.

Nous remarquons, que les teneurs en cendres des spathes et des hampes florales de 7,00 et 7,96% sont proches de celles rapportées par (**Mokhtari,2016**) pour des fibres de jute dont la teneur en cendres est estimée à 7,6%. Le bois de *Jathropha*, présente une teneur en cendres de 3,83% s'approchant de celle des fibrillum de 4,37% (**Gueye et al., 2011**).

A partir de la teneur en cendres, nous avons déterminé les teneurs en matière organique qui sont pour les pétioles, les hampes florales, les fibrillum et les spathes respectivement de  $88,92 \pm 0,05$  ;  $92,04 \pm 0,30$  ;  $95,63 \pm 1,31$  et  $93,00 \pm 0,11$ (%) (**Figure 20**). Ces teneurs leur confèrent une richesse en matière organique.

Ces teneurs sont proches, des teneurs rapportées sur d'autres biomasses lignocellulosiques, par (**Khali et al., 2015**), sur les noyaux de dattes des cultivars Deglet Nour et Degla Beida qui sont respectivement de 98,92 et 98,99%.



**Figure 20** : Teneurs en cendres et matière organique des différents substrats : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes.

**Tableau XII** : Caractérisation physico-chimique et biochimique des substrats : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes.

Substrats Paramètres	Pétioles	Hampes florales	Fibrillum	Spathes
Teneur en eau %	7,68± 0,04	4,91± 0,07	7,49± 0,25	5,04± 0,13
MS%	92,32± 0,04	95,09± 0,07	92,57± 0,35	94,96± 0,13
Cendres%	11,08± 0,05	7,96± 0,30	4,37± 1,31	7,00± 0,11
MO%	88,92± 0,05	92,04± 0,30	95,63± 1,31	93,00± 0,11

(MS : matière sèche ; MO : matière organique).

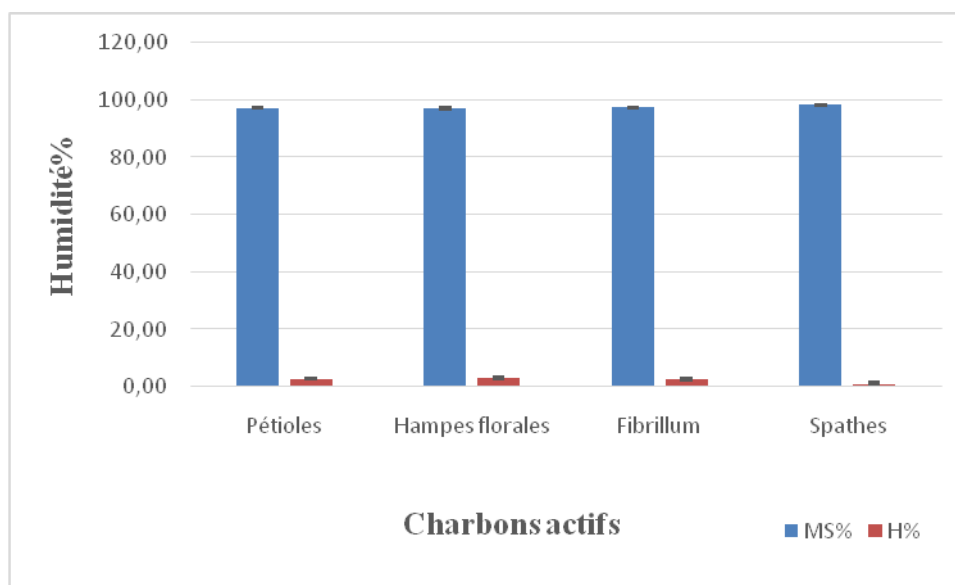
## IV.2-Caractérisation des charbons actifs

### IV.2.1-Humidité

Le taux d'humidité représente la quantité d'eau physiquement liée au charbon actif. La valeur classique de la teneur en eau varie entre 1 à 5 % en masse (**Omlin et Chesaux,2010**).

Les humidités des charbons actifs obtenus à partir des substrats :pétiolles, hampes florales, fibrillum et spathes sont respectivement de  $2,72\pm 0,34$  ;  $2,91\pm 0,48$  ;  $2,57\pm 1,13$  ;  $1,09\pm 0,54$ (%).

Les humidités des charbons actifs issus des quatre substrats : pétiolles, hampes florales, fibrillum et spathes sont faibles (**Figure 21**). Une faible teneur en eau indique une bonne qualité de charbon actif.

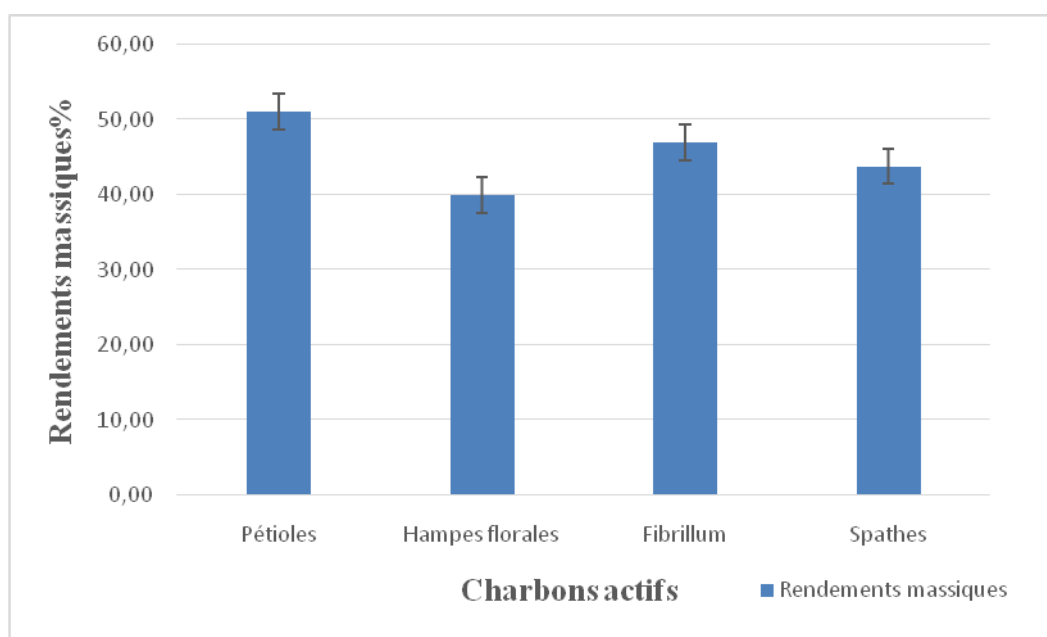


**Figure 21** : Humidités des charbons actifs des différents substrats : pétiolles, hampes florales, fibrillum et spathes.

## IV.2.2- Rendement massique

Le rendement massique est une caractérisation importante des performances du procédé de préparation de charbon actif. Il représente le rapport de la masse du charbon actif par la masse initiale de la biomasse initiale (Tchakala *et al.*, 2012).

Les rendements massiques des charbons actifs des substrats :pétiolles, hampes florales, fibrillum et spathes sont respectivement  $51,11 \pm 3,03$  ;  $39,98 \pm 3,23$ ;  $46,99 \pm 1,96$  et  $43,79 \pm 1,41$  (%).

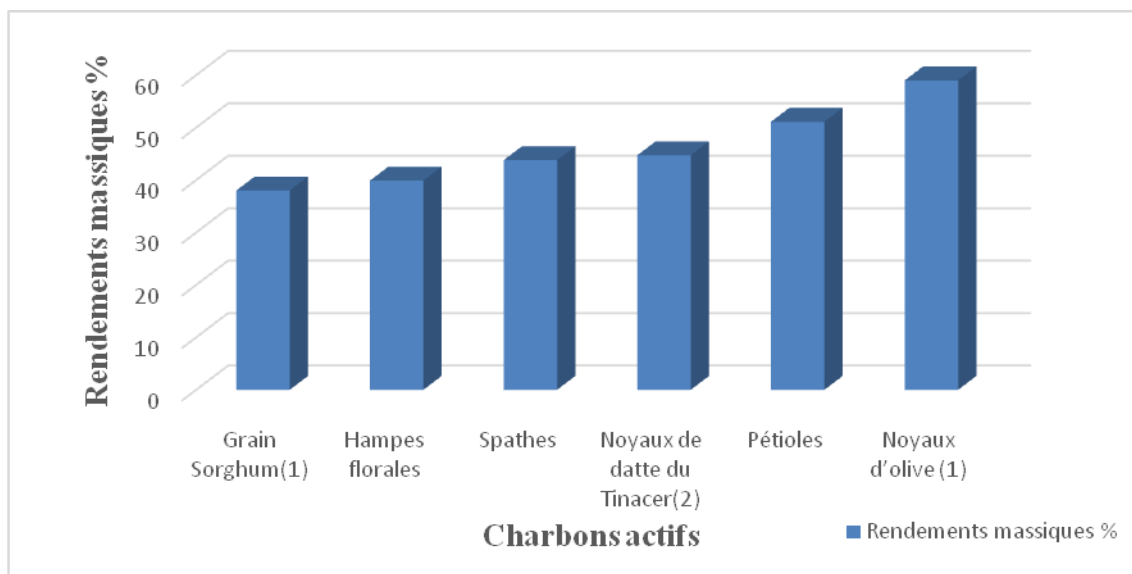


**Figure 22 :** Rendements massiques des charbons actifs des différents substrats : pétiolles, hampes florales, fibrillum et spathes.

Le rendement massique du charbon actif le plus élevé est celui des pétiolles de 51,11% suivi du rendement massique du fibrillum de l'ordre de 46,99% alors que le rendement massique le plus faible est celui des hampes florales de l'ordre de 39,98%.

Gueye *et al.*, 2011, rapportent des rendements massiques de 59% sur les noyaux d'olives ce qui s'approche du rendement massique des pétiolles de l'ordre de 51,11%. Par contre, les rendements massiques des hampes florales et des spathes de 39,98 et 43,79% respectivement, s'approchent de ceux rapportés sur les grains de *Sorghum* entre 38-41% (Gueye *et al.*, 2011), avec le même agent activant ( $H_3PO_4$ ). Les spathes présentent un rendement massique de l'ordre de 43,79% ce qui s'approche du rendement massique

retrouvé dans le charbon actif issu du noyau de datte du cultivar Tinacer de 44.72 % (Baatou et Daoud,2016) (Figure 23).



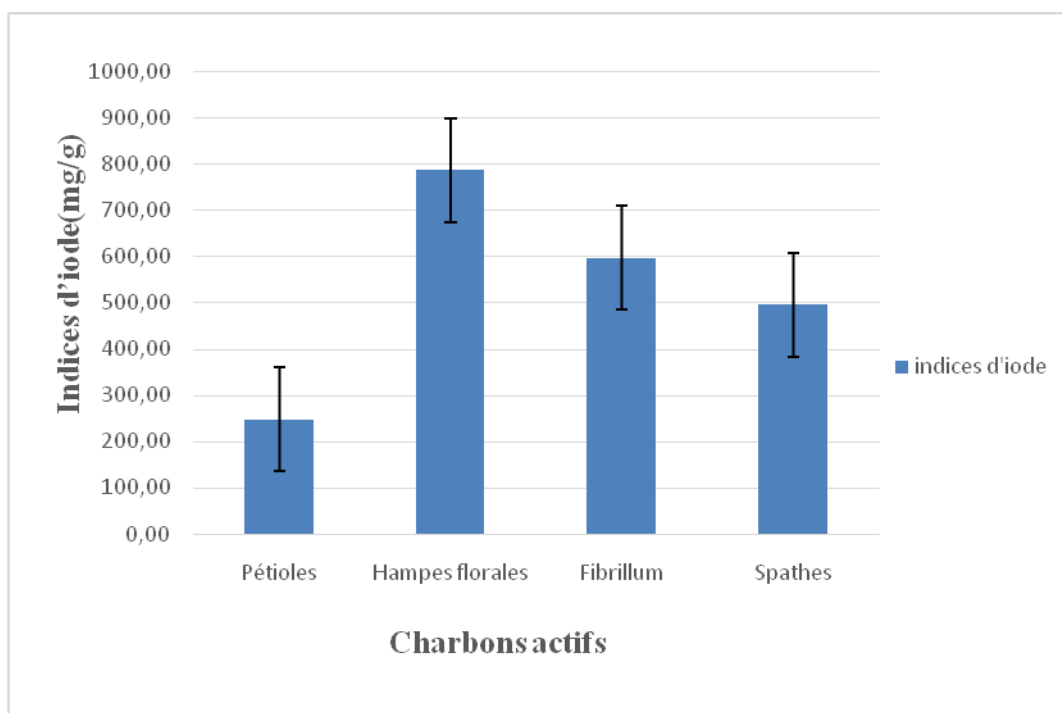
**Figure 23 :** Rendements massiques des charbons actifs des différents substrats comparés avec d'autres biomasses (avec même agent chimique acide phosphorique ( $H_3PO_4$ )).

(1 : Gueye *et al.*,2011 ; 2 : Baatou et Daoud ,2016).

#### IV.2.3- Indice d'iode

Les indices d'iode des charbons actifs issus des substrats : pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes sont respectivement de  $247,46 \pm 80,76$  ;  $786,78 \pm 21,98$  ;  $596,43 \pm 21,98$  ;  $494,93 \pm 38,04$  mg/g.

Les indices d'iode des charbons actifs pour les trois substrats : hampes florales, fibrillum et les spathes sont plus élevés que celui de l'indice d'iode des pétioles de l'ordre 247,46. Celui des hampes florales étant le plus élevé de l'ordre de 786,78% (Figure 24).



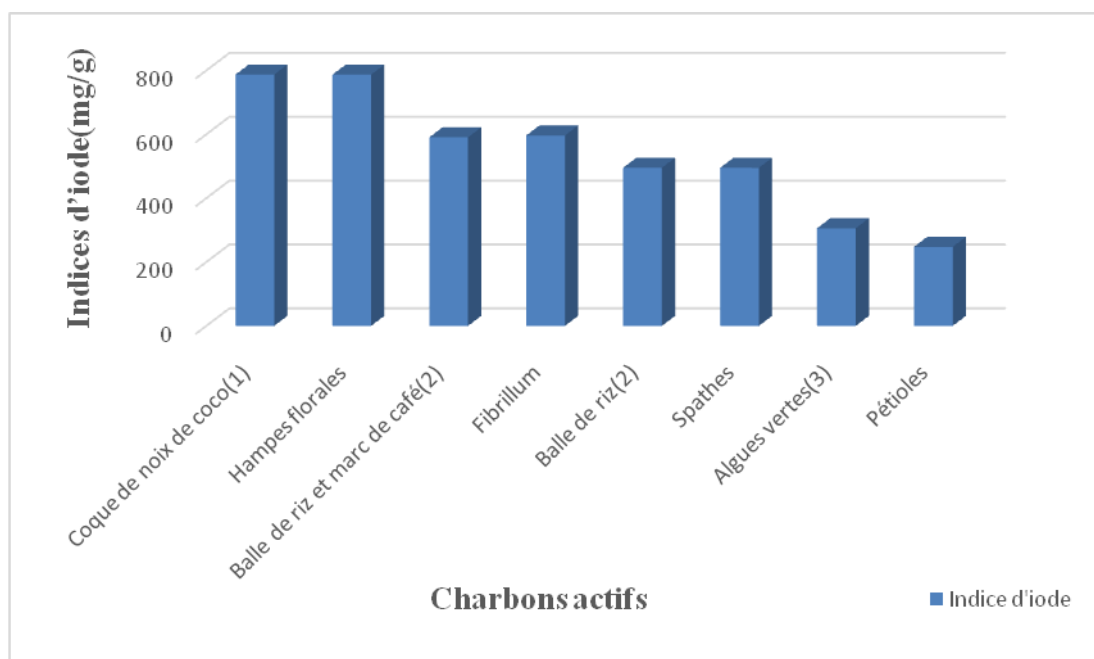
**Figure 24 :** Indices d'iode des charbons actifs des différents substrats : pétiolles, hampes florales, fibrillum et spathes.

Dans les mêmes conditions opératoires, avec le même agent chimique (acide phosphorique) avec une concentration de 40% et une température de pyrolyse de 450-600°C et sur des substrats végétaux différents, **Balagoun *et al.*, 2015**, ont rapporté sur la coque de noix de coco un indice d'iode de 787mg/g ce qui s'approche de celui des hampes florales dont l'indice d'iode est 786,78mg/g.

L'indice d'iode du charbon actif issu du fibrillum de l'ordre 596.43mg /g s'approche de celui du charbon actif produit à partir d'un mélange, composé de balles de riz et de marc de café, dont l'indice d'iode est de 590,55 mg/g. Quant à l'indice d'iode des spathes de 494,93mg/g, il a été rapporté dans les balles de riz dont l'indice d'iode est de 495,30 (**Tchuifon,2016**).

L'indice d'iode du charbon actif des pétiolles de l'ordre de 247,46 mg /g, est assez proche de celui retrouvé dans le charbon actif issu des algues vertes de l'ordre de 305,70mg /g (**Nemchi,2006**).





**Figure 25 :**Indices d'iode des charbons actifs des différents substrats comparés avec d'autres biomasses (avec même agent chimique : acide phosphorique ( $H_3PO_4$ )).  
(1 : Balagoun *et al.*, 2015 ; 2 : Tchuifon, 2016 ; 3 : Nemchi, 2006).

**Tableau XIII :**Caractérisation des charbons actifs des différents substrats.

Substrats	Pétioles	Hampes florales	Fibrillum	Spathes
<b>Humidité%</b>	2,72±0,34	2,91±0,48	2,57±1,13	1,09±0,54
<b>Rendement massique %</b>	51,11 ± 3,03	39,98 ± 3,23	46,99 ± 1,96	43,79± 1,41
<b>Indice iode (mg /g)</b>	247,46 ± 80,76	786,78 ± 21,98	596,43 ± 21,98	494,93± 38,04

### IV.3-Elimination des nitrates par adsorption par les différents charbons actifs

Nous avons testé l'élimination des nitrates en solutions synthétiques d'eau distillée par adsorption sur charbon actif.

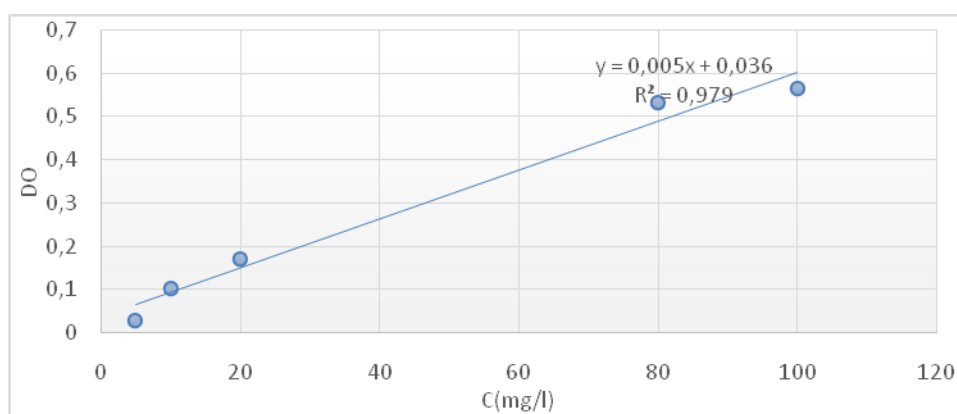
Nous avons fixé la dose introduite du charbon actif en poudre à **0,05 g** et la concentration de nitrates initiale de **100 mg/l**. Les solutions ont été agitées pendant 1h 30 min.

#### Courbe d'étalonnage

Une courbe d'étalonnage de densité optique (DO) en fonction de concentration de nitrate a été obtenue en employant les solutions de nitrate de concentrations comprises entre 5 et 100 mg/l, les densités optiques ont été mesurées par le spectrophotomètre UV-visible à 520 nm.

**Tableau XIV** : Valeurs obtenues pour l'établissement de la courbe d'étalonnage du nitrate  $\lambda_{\max} = 520 \text{ nm}$ .

Concentration de nitrate (mg/l)	5	10	20	80	100
Absorbance, $\lambda = 520 \text{ nm}$	0.0283	0.1024	0.172	0.5321	0.5656



**Figure 26** : Courbe d'étalonnage des nitrates en solution aqueuse.

Les données expérimentales rapportées dans la figure 25, indiquent la relation linéaire entre l'absorbance et la concentration avec un coefficient de régression élevé ( $R^2 = 0,9797$ ).

La concentration en nitrates inconnue est déterminée à partir de l'équation de la droite de régression linéaire suivante :  $C \text{ (mg.l}^{-1}\text{)} = [(DO - 0,0364)/0,0057]$ .

A partir de la courbe d'étalonnage, nous avons déterminé les teneurs résiduelles en nitrates (mg/l) qui sont respectivement pour les différents substrats : pétioles, hampes florale, fibrillum et spathes de 52,66 ; 52,10 ; 56,08 et 56,14% (**Tableau XV**).

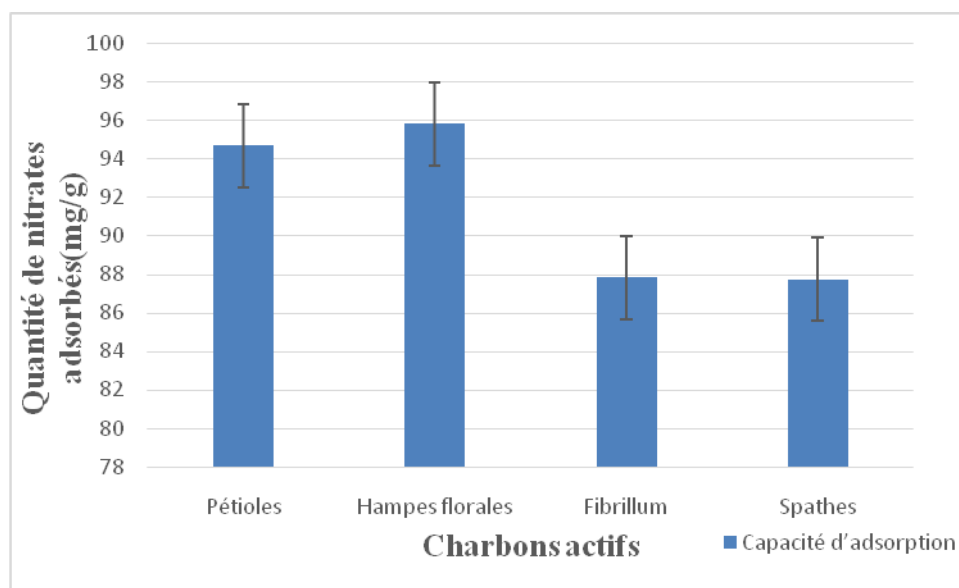
#### IV.3.1- Quantité de nitrates adsorbés

Les quantités de nitrates adsorbés par les charbons actifs issus des : pétioles, hampes florales, fibrillum et les spathes sont respectivement de 94,68 ; 95,8 ; 87,84 et 87,72 (mg/g).

Nous avons comparé les quantités de nitrates adsorbés par les différents charbons actifs étudiés avec les quantités de nitrates adsorbées par d'autres matériaux.

La quantité de nitrates adsorbés la plus élevée est celle du charbon actif issu de la hampe florale de 95,8 mg/g suivie de celle du charbon actif issu des pétioles de l'ordre de 94,68 mg/g. **Rajeswari (et al., 2016) et Dioum (2013)**, rapportent des quantités de nitrates adsorbés avec des matériaux adsorbants : perles de chitosane fonctionnalisées et perles d'hydrogel de chitosane de l'ordre de 90 mg/g et de 92.1 mg/g respectivement, ce qui s'approche des quantités adsorbées par le charbon actif de la hampe florale et des pétioles de l'ordre de 95.8 mg/g et 94.68 mg/g. Par contre, les quantités de nitrates adsorbés par les charbons actifs du fibrillum et des spathes de 87,84 et 87,72 (mg/g) respectivement, s'approchent de celle rapportée sur un autre matériau adsorbant à base de chitosane : le Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> / ZrO<sub>2</sub> /chitosane, de l'ordre de 89.3 mg/g (**Rajeswari et al., 2016**).

**Gossa, (2013)**, rapporte que les fibres de surface de palmier dattier ont un pouvoir d'absorption assez élevé (123.5% en moyenne), avec une surface alvéolaire. Nous avons trouvé que la quantité de nitrates adsorbés par le charbon actif issu du fibrillum est de l'ordre de 87,84 (mg/g).



**Figure 27 :** Quantités de nitrates adsorbés des différents charbons actifs.

#### IV.3.2-Rendements d'élimination

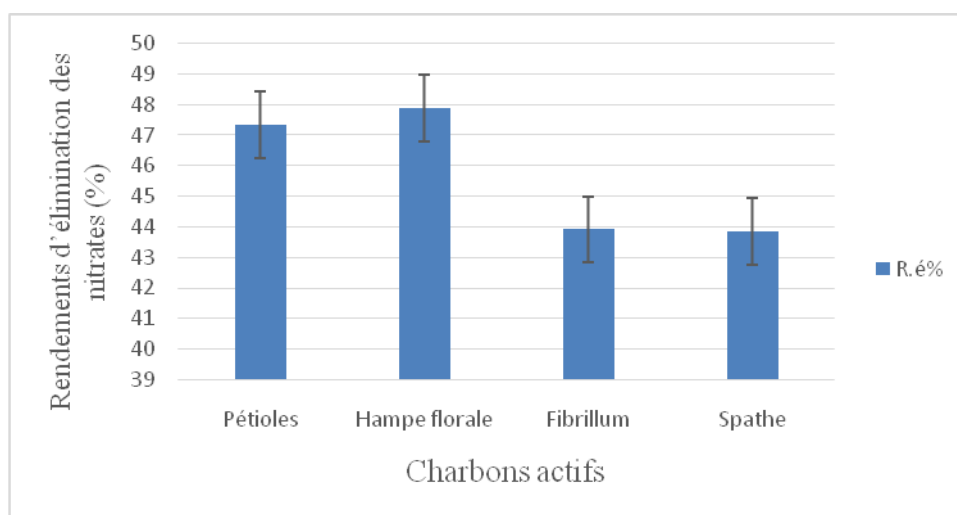
Les résultats (**Tableau XV**), montre qu'il y a une relation inversement proportionnelle entre la teneur résiduelle en nitrates et le rendement d'élimination. Plus la teneur résiduelle est élevée plus le rendement d'élimination diminue.

Le rendement d'élimination des nitrates (%) le plus élevé a été obtenu dans les hampes florales de l'ordre de 47,90 ce qui correspond à la teneur résiduelle la plus faible de l'ordre 52,1% (**Tableau XV**). Le rendement d'élimination des nitrates (%) le moins élevé est celui des spathes de l'ordre de 43,86% ce qui correspond à la teneur résiduelle la plus élevée de l'ordre de 56,14. Le rendement d'élimination le plus élevé de 47,9 %, correspondant à une concentration initiale en nitrates de 100 mg/l. Un rendement d'élimination d'un charbon actif de l'ordre de 53,15% a été rapporté par **Ouakouak (et al ,2013)**.

#### **Conclusion**

- Il est à noter que les indices d'iode les plus élevés sont ceux des hampes florales et des fibrillum de l'ordre de 786,78 et 596,43 mg /g. Toutefois il est à remarquer que le charbon actif des pétiolles, dont l'indice d'iode est le plus faible de l'ordre de 247,46 mg /g, présente les quantités en nitrates adsorbés et un rendement d'élimination les plus élevés.

- Les charbons actifs issus des hampes florales et des pétioles se présentent sous forme de poudre ce qui pourraient correspondre aux rendements d'élimination les plus élevés de l'ordre de 47,9% et 47,34%. En effet, **Masmoudi (2013)**, rapporte que les rendements d'élimination, obtenus par un charbon actif en poudre sont supérieurs à ceux du charbon actif en grains. Ceux-ci pourrait être du probablement aux surfaces spécifiques développées pour chacun de ces charbons. Le charbon actif en poudre est caractérisé par une surface spécifique supérieure à la surface spécifique du charbon actif en grains. Ce qui peut expliquer que, le charbon actif en poudre est un meilleur adsorbant. En effet, nos résultats démontrent que les charbons actifs issus des hampes florales et des pétioles ont les quantités en nitrates adsorbés les plus élevées ce qui est en corrélation avec les rendements d'élimination les plus élevées (Tableau XV).



**Figure 28 :** Rendements d'élimination des nitrates des différents charbons actifs.

**Tableau XV :** Quantités de nitrates adsorbés et rendements d'élimination par les différents charbons actifs.

Charbons actifs	Pétioles	Hampes florales	Fibrillum	Spathes
Masse de CA (g)	0,05g			
Temps d'agitation	90min			
Teneur initiale en nitrates (mg/l)	100mg/l			
<b>Teneurs résiduelles en nitrates (mg/l)</b>	52,66	52,10	56,08	56,14
<b>Quantités de nitrates adsorbées (mg/g)</b>	94,68	95,8	87,84	87,72
<b>Rendements d'élimination des nitrates (%)</b>	47,34	47,9	43,92	43,86

# **Conclusion générale et perspectives**

### Conclusion générale et perspectives

L'objectif de cette présente étude consiste en la production de charbons actifs à partir de déchets issus du palmier dattier: pétioles, hampes florales, fibrillum et spathes afin d'obtenir un produit applicable dans le traitement des eaux pour réduire la pollution de l'environnement.

Nos résultats démontrent que :

- Les biomasses utilisées contiennent de faibles teneurs en cendres et de fortes teneurs en matières organiques et représentent donc un substrat de choix pour la production des charbons actifs.
- Les humidités des charbons actifs issus des quatre substrats sont faibles ce qui indique une bonne qualité de charbon actif.
- Les indices d'iode, des charbons actifs des hampes florales et des fibrillum respectivement de 786, 78 et 596,43 (mg /g) sont les plus élevés ce qui pourraient traduire une capacité d'absorption intéressante.
- Les meilleurs rendements d'élimination sont ceux des charbons actifs issus des hampes florales et des pétioles de 47,9 % et 47, 34% respectivement. Ce qui est en corrélation avec les quantités en nitrates adsorbés dont les plus élevées sont celles des charbons actifs issus des hampes florales et des pétioles avec des quantités de l'ordre de 95,8 mg/g et 94,68 mg/g respectivement.

D'après **Gueye (2015)**, plus la surface spécifique est grande plus la capacité d'adsorption de l'adsorbant est élevée. Ceci peut s'expliquer par le fait que, plus la surface spécifique augmente plus le nombre de sites actifs est grand.

*En perspectives*, il serait donc intéressant de poursuivre ce travail en déterminant la surface spécifique de chaque charbon actif produit afin de pouvoir corréler les surfaces spécifiques déterminées avec les capacités d'absorption et de prouver l'efficacité des charbons actifs étudiés à adsorber d'autres polluants.

# **Références bibliographiques**



## Références bibliographiques

---

### Références bibliographiques

- **ABDELAZIZ. S, A. BOUAZIZ, R. HAMZAOUI ET A. BENNABI (2013).** Valorisation des tiges de dattiers dans la formulation des mortiers : propriétés physiques et mécaniques. *10p.*
- **AGOUDJIL B, BENCHABANE A, BOUDENNE A, IBOS L et FOIS M.** Caractérisation thermophysique du bois de palmier dattier en vue de son utilisation en isolation thermique dans l'habitat.
- **AHMED M. J. AND DHEDAN S. K., (2012).** Equilibrium isotherms and kinetics modeling of methylene blue adsorption on agricultural wastes-based activated carbons. *Fluid Phase Equilibria*, pp.317 -914.
- **ANONYME1.** [http://sidab.caci.dz/?page\\_id=427](http://sidab.caci.dz/?page_id=427).
- **ANONYME2.** Les palmiers dattier au Maroc.
- **ANONYME3. (2003).** L'importance de biomasse dans le développement durable des régions sahariennes. *Revue de la journée biomasse*, 25p.
- **AUDIGIE C.L, FIGARELLE J. and ZONS Z. (1980).** Manipulation d'analyses biochimiques. *Ed. Doin. Paris.*
- **BACCAR R., SARRA M., BOUZID J., FEKI M. AND BLANQUEZ P. (2012).** Removal of pharmaceutical compounds by activated carbon prepared from agricultural by-product. *Chem. Eng. J., Vol.211- 212, pp.310-317.*
- **BADID N, MOUSSAOUI A et BELBRAOUE S. (2001).** Production de protéines d'organismes unicellulaires cultivés sur corn steep liquor et évaluation nutritionnelle de la biomasse. *Rev. Energ. Ren. : Production et Valorisation – Biomasse*, 11-28.
- **BALOGOUN K, MOCTAR L. BAWA, SEMIYOU OSSENI et MARTIN AINA. (2015).** Préparation des charbons actifs par voie chimique à l'acide phosphorique à base de coque de noix de coco. *Université d'Abomey-Calavi 01 BP 2009, Cotonou, Bénin. Int. J. Biol. Chem. Sci. 9(1): 563-580, February. ISSN 1997-342X (Online), ISSN 1991-8631 (Print).*
- **BASTA A. H., FIERRO V., SAIED H. and CELZARD A. (2011).** Effect of de ashing rice straws on their derived activated carbons produced by phosphoric acid activation. *Biomass and bio energy*, 35: 1954-1959.
- **BAYER. (1915) IN** [www.fr.wikipedia.org/wiki/Charbonactif](http://www.fr.wikipedia.org/wiki/Charbonactif).

## Références bibliographiques

---

- **BELGUEDJ N. (2014)** Préparations alimentaires à base de dattes en Algérie Description et diagrammes de fabrication .*Mémoire de Magister, Université Constantine, Algérie, 182p.*
- **BEN CHEIKH A. (2011).** Les Champignons Accompagnés De L'embryon Du Palmier Dattier. *Mémoire de magister, Université KasdiMerbah, Ouargla, Algérie, 75p.*
- **BEN MBAREK SALIMA ET DEBOUB IMAN. (2015).** Valorisation des sous-produits du palmier dattier et leurs utilisations. Mémoire de Master, Université EL Oued, Algérie, 62p.
- **BENAMRAOUI F. (2014).** Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture. *Mémoire de magister, Université Ferhat Abbas setif-Iufas, Algérie, 90p.*
- **BENDAOUD et BAATOU (2016).** Valorisation d'une biomasse ligno-cellulosique locale : noyaux de dattes en charbon actif. *Mémoire de Master, Université d'Adrar, Algérie, 58p.*
- **BEZATO TSARANOFY ZITA FREDO. (2013).** Les palmiers dattiers « phoenixdactylifera » à toliara : étude de la filière, utilisation et diversité variétale. *Thèse de doctorat, Université de toliara.72p.*
- **BOONAMNUAYVITAYA V., CHAIYA C., TANTHAPANICHAKOON W. (2004).** The preparation and characterisation of activated carbon from coffee residue, *J. Chem. Eng. Japan, 37 (12), 1504-1512.*
- **BOUACHERINE S. (2013).** Eliminations des polluants spécifiques par adsorption sur charbon actif et argile traitée et non traitée. *Mémoire de Magister, UniversitéMohamed Chérif Messaadia –Souk-Ahras, Algérie.*
- **BOUKHARI B. (2015).** fabrication et application du charbon actif (carbone activé) à partir des noyaux des dattes. *Mémoire de Master, Université Mohamed Khider,33p.*
- **BOUZIANE N.(2007).** Élimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. *Mémoire de Magister, Université Mentouri de Constantine,187p.*
- **CHEHMA A. et LONGO HF. (2001).** Valorisation des sous-produits du palmier dattier en vue de leur utilisation en alimentation du bétail.*Rev. energ. ren. : production et valorisation – Biomasse, pp. 59-64.*
- **CHERRAYE R. (2012).** Préparation par voie chimique d'un charbon actif à partir des déchets de café (effet de taux d'adjuvant).*Mémoire de Master, UniversitéKasdiMerbah Ouargla, 21p.*

## Références bibliographiques

---

- **COLIN-CRUZ A., BARRERA-DIAZ C., JIMENEZ MALEON M.C.M., CHEICK FALL (2003).** Activated Carbon from Sewage Sulldges. *4th European Congress of Chemical Engineering ECCE 4. GRANADA (Spain). 21-25.*
- **CYRUS A., TAHEREH K., SEYED M.L. and MANSOOREH S. (2006).** Chemical Production of Activated Carbon from Nutshells and Date Stones. *Chem. Eng. Technol., 29(8): 986–991.*
- **D.S.A. D'ADRAR. (2013).** Direction des Services Agricoles de la wilaya d'Adrar.
- **DIOUM A. (2013).** Elimination des nitrates en solution aqueuse par adsorption sur un organosilcatemésoporeux de type SBA-15. *Mémoire de Magister, Université Laval Québec (m.sc.).109p.*
- **DJIDEL. (2011).** Étude de la préparation d'un charbon actif à partir des grains d'olives et application sur des rejets industriels. Mémoire de Magister. *Université des Sciences et de la Technologie Med-Boudiaf d'Oran, Algérie ,86p.*
- **DJOUDI. (2013).** Contribution à l'identification et à la caractérisation de quelques accessions du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) dans la région de Biskra. *Mémoire de Magister, Université Mohamed Kheider, Biskra, 97p.*
- **ELENA FERNANDEZ IBAÑEZ. (2002).** Étude de la carbonisation et l'activation de précurseurs végétaux durs et mous. Doctorat en Sciences. *Université de Granada.*
- **GOSSA. (2013).** Elaboration et caractérisation expérimentale du comportement mécanique du béton à base de fibres de palmier dattier. *Mémoire de master professionnel. Université KasdiMerbah, Ouargla, Algérie, 33p.*
- **GUERRADI I, HECHACHNA A (2013).** - L'utilisation industrielle du charbon actif. *Mémoire de Licence, Université Amar Thladji, Algérie, 26p.*
- **GUEYE M. BLIN J and BRUNSCHWING C. (2011).** Etude de la synthèse des charbons actifs à partir de biomasses locales par activation chimique avec  $H_3PO_4$ . *Journées Scientifiques du 2iE Ouagadougou ,6p.*
- **GUEYE. M. (2009).** Synthèse et étude des charbons actifs pour le traitement des eaux usées d'une tannerie. *Institut International de l'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement (2iE). Mémoire de Master. 51p.*
- **GUEYE M. (2015).** Développement de charbon actif à partir de biomasses lignocellulosiques pour des applications dans le traitement de l'eau . *Thèse de Doctorat, Institut International de l'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement (2iE) ,212p.*
- **HANNACHI et al, (2005).** Descripteurs du palmier dattier *Phoenix dactylifera L.* *International Plant Genetic Resources Institute. 69p.*

## Références bibliographiques

---

- **HANNACHI S., KHITRI D., BENKHALIFA A. et BRAC DE LA PERRIERE (1998).** Inventaire variétal de la palmeraie algérienne. *Edition ANEP Rouiba, Algérie, 225p.*
- **HAZOURLI S, ZIATI M, HAZOURLI A et CHERIFI M. (2007).** Valorisation d'un résidu naturel ligno-cellulosique en charbon actif exemple des noyaux de dattes. *Revue des Energies Renouvelables ICRES-07 Tlemcen (2007) 187 – 192.*
- **KACHMOULA T. (1982).** Etude du Papier Fabriqué des Palmes de Dattier selon la Méthode de Polysulfide. *Proceeding du 1<sup>er</sup> Symposium sur le Palmier Dattier, Université. El Hassa, Arabie Saoudite.*
- **KAFACK T. (2012).** Étude des performances des charbons actifs préparés à partir de biomasses tropicales pour l'élimination du chrome et diuron en milieu aqueux. *Mémoire de Master. 54p.*
- **KAIDI F et TOUZI A. (2001).** Production de bioalcool à partir des déchets de dattes. *Rev. Energ. Ren. : Production et Valorisation, Numéro spécial Biomasse, 75-78.*
- **KANIA N. (2010).** Utilisations de charbons actifs dans des procédés d'adsorption de composés organiques volatils et des procédés de catalyse dans l'eau. *Thèse de Doctorat. Université d'Artois, 148p.*
- **KHALI M, BOUSSENA Z et BOUTEKRABT L. (2013).** Effet de l'incorporation de noyaux de dattes sur les caractéristiques technologiques et fonctionnelles de la farine de blé tendre. *Revue « Nature & Technologie ». B- Sciences Agronomiques et Biologiques, n°12, 16-26pp.*
- **KRIKER A. (2005).** Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud sec. *Thèse de doctorat d'état. ENP.*
- **KROU N J. (2010).** Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques. *Thèse doctorat. Université de Toulouse, 191p.*
- **MARK R. (2006).** Introduction to fruit corps.
- **MASMOUDI T. (2013).** Etude de l'incidence de la présence simultanée de la cytosine et de la caféine au cours de la chloration et de l'adsorption sur charbon actif des substances humiques en eaux minéralisées. *Mémoire de Magister. Université Mohamed Khider – Biskra. Algérie, 143p.*
- **MELJAC L. (2004).** Etude d'un procédé d'imprégnation de fibres de carbone activeesmodélisation des interactions entre ces fibres et le sulfure d'hydrogene. *Thèse de doctorat. Université de Jean Monnet, St-Etienne.*

## Références bibliographiques

---

- **MOKHTARI A. (2016).** Influence des ajouts de fines minérales sur les performances mécaniques des bétons renforcés de fibres végétales de palmier dattier. *Mémoire de Magister, Université de KasdiMerbah, Ouargla, Algeria, 80p.*
- **MOUHAMED LAMINE BA. (2008).** Adsorption de métaux lourds dans des eaux usées par des charbons actifs préparés à partir de biomasses locales. *Mémoire d'ingénieur, 49p.*
- **MUNIER P. (1973).** Le palmier dattier, *Maison neuve et larose, Paris. 367p.*
- **NEMCHI F. (2006).** Modification physique-chimique de deux algues marines *Ulvalactuca* et *Cystoseira stricta* en vue de l'élimination par adsorption du bleu de méthylène. *Mémoire de Magister, Université d'Oran, 95p.*
- **OMLIN J ET CHESAUX L. (2010).** Évaluation de charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines. *Ecole Polytechnique, Lausanne, 54p.*
- **OSTREIJKO. (1990 et 1991)** [www.fr.wikipedia.org/wiki/Charbon\\_actif](http://www.fr.wikipedia.org/wiki/Charbon_actif).
- **OUAKOUAK AEK, YUCEF L et ACHOUR S. (2013).** Elimination des nitrates par adsorption sur charbon actif en poudre. *Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie, pp.93-97.*
- **OULD EL HADJ M D, SEBIHI A H et SIBOUKEUR O. (2001).** Qualité hygiénique et caractéristiques physico-chimiques du vinaigre traditionnel de quelques variétés de dattes de la cuvette de Ouargla. *Rev. Energ. Ren. : Production et Valorisation – Biomasse, 87-92.*
- **PELÁEZ CID, A.A. ET M.M.M. TEUTLI-LEÓN. (2011)** .Lignocellulosic precursors used in the elaboration of activated carbon. *chapter 1: p. 10-11.*
- **PEYRON. (2000).** Cultiver le palmier dattier, *ed. groupe de recherche et d'information pour le développement de l'agriculteur d'oasis gridaou, P15-20.*
- **PUZIY A.M., PODDUBNAYAO.I., MARTINE -ALONSO A., SA E -GARCIA IAF et TASCONEJ.M.D. (2002).** Synthetic carbons activated with phosphoric acid: I. Surface chemistry and ion binding properties. *Carbon, 40, pp.1493–150.*
- **RAJESWARI, AUGUSTINE AMALRAJ, ANITHA PIUS. (2016).** Adsorption studies for the removal of nitrate using chitosan/PEG and chitosan/PVA polymer composites, Tamil Nadu, India. *Journal of Water Process Engineering. University Gandhigram, Dindigul 624 302.*
- **RHOUMA A, NOURDDINE N, BEN SALAH M et MEHREZ A (2005).** Analyse de la diversité génétique du palmier dattier dans les îles Kerkennah.

## Références bibliographiques

---

- **ROBEL. (1989).**Opération unitaire (adsorption) technique d'ingénieur *J2.J2730*.
- **RODIER J, LEGUBE B, MERLET N. (2009).**L'analyse de l'eau, Ed. *Dunod*, 78-1368.
- **RODRIGUEZ-REINOSO F, MOLINA-SABIO M. (1998).**Textural and chemical characterization of microporous carbons. *Advances in Colloid and Interface Science*, 76-77, 271-294.
- **SEDIRA N. (2013).** Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes. *Mémoire de Magister, Université. Mohamed-Chérif Messaidia*,119p.
- **SEDRA MOULAY HASSAN. (2003).** Le Palmier Dattier base de la mise en valeur des oasis au Maroc International Plant. *Genetic Resources Institute*.254p.
- **SEKIRIFA M L. (2013).** Étude des propriétés adsorbants des charbons activés issus des noyaux de dattes application au traitement d'effluent aqueux. *Thèse de Doctorat. Université Badji Mokhtar.Algerie*,99p.
- **SOME S. (2010).** Evariste synthèse et caractérisation des charbons actifs a propriétés antiseptiques – tests sur des cultures de bactéries. *Mémoire de Master*,45p.
- **SUN Y., YUE Q., GAO B., HUANG L. XU X., LI. Q. (2012)** Comparative study on characterization and adsorption properties of activated carbons with H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> and H<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> activation employing *Cyperus alternifolius* precursor. *Chem. Eng. J.* 181-182 790-797.
- **TAALLAH. (2014).** Étude du comportement physico-mecanique du bloc de terre comprimée avec fibres. *Thèse de doctorat, Université Mohamed khider, Biskra. Algérie*.182p.
- **TCHAKALA I, MOCTAR BAWA L, DJANEYE BOUNDJOU G, DONI K S et NAMBO P. (2012).**Optimisation du procédé de préparation des charbons actifs par voie chimique (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) à partir des tourteaux de karité et des tourteaux de coton.*International Journal Biological and Chemical Science*, 461-478pp.
- **TCHAKALA I, MOCTAR BAWA L., DJANEYE-BOUNDJOU G, DONI K. S.et NAMBO P. (2012).**Optimisation du procédé de préparation des Charbons Actifs par voie chimique (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) à partir des tourteaux de Karité et des tourteaux de Coton.*International Journal Biological and Chemical Science*, 461-478.
- **TCHUIFON T D. (2016).** Adsorption des composés phénoliques sur des charbons actifs préparés par activation chimique des balles de riz et des marcs de café.*Thèse de doctorat. Université de dschang*,152p.

## Références bibliographiques

---

- **TZONG-HORNG L. (2010).** Development of mesoporous structure and high adsorption capacity of biomass-based activated carbon by phosphoric acid and zinc chloride activation. *Chem. Eng. J.* 158,129–142.
- **YAHIAOUI N. (2012).** Etude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium, hydroxyapatite. *Mémoire de Magister, Université Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou.*
- **ZANGO. (2011).** Étude comparative de l'architecture et de la géométrie de l'inflorescence mâle et femelle du palmier dattier. *Biodiversité végétale tropicale (BVT).* Pp. 1-47.

# **Annexes**



## Annexes

### Préparation des solutions

#### A-Solution d'iode

Pour préparation une solution d'iode ( $I_2$ ) de concentration 0.1N :

- Peser 30g d'iodure de potassium (IK) cristallisé et on dissoudre dans la quantité d'eau distillée la plus petite possible ;
- Peser 12.69 g d'iode sublimé et rajouter l'iodure de potassium se trouvant dans la fiole jaugée ensuite agiter jusqu' à ce que l'iode se dissolve (la fiole étant fermée) ;
- Compléter alors avec l'eau distillée jusqu'au trait jaugé (1L) ;
- Enfin laisser la solution à l'abri de la lumière.

#### B-Solution de thiosulfate de sodium

Pour préparation une solution thiosulfate de sodium ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ) de concentration 0.1N :

- Peser 24,82 g de ce sel dans une fiole jaugée à 1L ;
- Ajouter un peu d'eau distillée jusqu' à ce que le thiosulfate de sodium se dissolve ;
- Compléter alors de l'eau distillée jusqu'au trait jaugé :1L

#### C-Solution d'empois d'amidon

- Peser 1g d'empois d'amidon dissout dans une petite quantité d'eau ;
- Dans un cristalliseur chauffer l'eau distillée à un point d'ébullition ;
- Ajouter la solution d'empois d'amidon à dissolver dans un cristalliseur pendant 2 minutes ;
- Après refroidissement à température ambiante, on filtre la solution d'empois d'amidon dans une centrifugeuse à 20 min.

### Dosage des nitrates

Les nitrites obtenus sont alors dosés par colorimétrie : diazotation avec l'acide sulfanilique et capulation avec l' $\alpha$  - Naphtylamine. On mesure la densité du colorant ainsi formé à 520 nm.

#### Réactifs :

- **Solution de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) :**

2.6 g de  $\text{Cu SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  additionnée de 40 ml d'acide sulfurique 1 N.  
Eau distillée Q.S.P 1000 ml.

- **Solution d'hydrazine ( $\text{NH}_2\text{-NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ) à 0,1 N :**

13 g de  $\text{NH}_2\text{-NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ .  
Eau distillée Q.S.P 1000 ml.

Conserver en flacon brun bien bouché.

- **Solution de Soude (NaOH) à 0,05 N :**

50 ml d'après la solution de NaOH de concentration 1 N a 1000 ml.

- **Solution d'acide sulfanilique ( $\text{H}_2\text{N SO}_3$ ) :**

6 g d'acide sulfanilique  $\text{H}_2\text{N SO}_3$   
200 ml acide chlorhydrique concentrée  
Eau distillée Q.S.P 1000 ml.  
Conserver en flacon brun.

- **Solution  $\alpha$  -Naphtylamine :**

6 g de  $\alpha$  -Naphtylamine  
40 ml acide chlorhydrique concentrée  
Eau distillée Q.S.P 1000 ml.

Verser la poudre dans l'eau froide, en agitant. Ajouter quelque ml d'acide chlorhydrique concentrée .Achever la dissolution en chauffant très légèrement.

Verser ensuite le reste d'acide et compléter à 1 litre d'eau distillée.

Conserver en flacon brun.

- **Solution d'E.D.T.A :**

Dissoudre 5 g d'E.D.T.A dans 1000 ml d'eau distillée. Cette solution est destinée à complexer le fer et les métaux lourds qui peuvent provoquer des interférences.

## Annexes

---

- **Solution d'acétate de sodium ( $\text{NaCOO-CH}_3, 3\text{H}_2\text{O}$ ).**

Dissoudre 272 g d'acétate de sodium  $\text{NaCOO-CH}_3, 3\text{H}_2\text{O}$

Eau distillée Q.S.P 1000 ml.

- **Solution mère de nitrate à 1000 mg/l.**

Dissoudre 1,631 g de Nitrate de Potassium préalablement séché au dessiccateur et compléter à 1000 ml par de l'eau distillée.

- **Solutions étalons :**

Prendre successivement : 0,5, 1, 2, 4, 6, 8, 10 et 15 ml de la solution mère de nitrate et compléter chaque prélèvement à 100ml par de l'eau distillée.

On obtient alors des solutions étalons contenant respectivement : 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100 et 150 mg/l de nitrates.

### **Préparation des solutions de travail :**

#### **Mélange réducteur à préparer au moment de l'emploi :**

- 5 ml de la solution de Sulfate de Cuivre
- 5 ml de la solution d'hydrazine
- Eau distillée Q.S.P 200 ml

#### **Mélange colorant (conserver en flacon brun) :**

- 10 ml d'acétone.
- 20 ml d'acide sulfanilique.
- 20 ml d'E.D.T.A.
- 20 ml d'acétate de sodium.
- 20 ml d' $\alpha$ -Naphthylamine.
- Eau distillée Q.S.P 1000 ml.

Ajouter l' $\alpha$ -Naphthylamine en dernier et après dilution pour éviter la formation d'un précipité blanc laiteux.

## Annexes

---

### Mode opératoire

Effectuer le dosage dans des flacons brun, de préférence.

Réaliser le mélange suivant en introduisant dans le flacon :

- 1 ml prise d'essai ;
- 5 ml de solution de soude à 0.05 M ;
- Agiter ;
- 5 ml de mélange réducteur ;
- Agiter ;
- Après une heure, ajouter 40 ml du mélange colorant ;
- Mettre à l'obscurité le mélange préparé pendant  $\frac{1}{4}$  heure ;
- Mesurer la densité à 520 nm.

Laisser la coloration se développer dans l'obscurité pendant  $\frac{1}{4}$  heure.

Mesurer sa densité à 520 nm.

Le passage à la colorimétrie ne doit intervenir que juste avant la mesure optique afin que la solution soit exposée un minimum de temps à la lumière à laquelle est très sensible.

La réduction des nitrates est partielle et varie avec le temps et la température. Il importe donc que la mesure des échantillons soit toujours accompagnée d'une mesure des solutions étalons, traitées dans les mêmes conditions.

**Remarque :** Essayer de ne pas exposer les flacons à la lumière avant leur passage au colorimètre.

Il faut traiter les solutions étalons en même temps que les échantillons et dans les mêmes conditions car la réduction des nitrates en nitrites est une fonction du temps.

### Expression des résultats

La courbe d'étalonnage donne directement les teneurs des échantillons de nitrates en mg/l.