

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Blida 1
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés



MEMOIRE

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GENIE DES PROCEDES

Spécialité : Eau- Environnement et développement durable

Intitulé du mémoire

**Préparation d'un charbon actif à partir d'un déchet de nature
végétale en vue l'élimination des nitrates**

Présenté par :
ZAITER SOUAD

Proposé par :
Mme Z. SADAoui

Encadré par :
ALLALOU OUIZA
Co-encadreur :
DJOUADI LILA

Année Universitaire 2016 /2017

يركز هذا العمل على دراسة امتزاز النترات بالفحم المنشط المصنوع من سيقان التمور. والفحم المنشط حضر في الظروف اللازمة للتوليف نسبة 1 من كلورير الزنك و درجة حرارة 500 درجة مئوية مع كربنة ببخار الماء ثم يتم التعامل مع الفحم المنشط ان توصيف الكربون المنشط مع المجهر الإلكتروني الماسح تطورا مهما من المسام وتحليل أطيف الأشعة تحت الحمراء سمح بتحديد المجموعات الكيميائية الموجودة على سطح العينة عن طريق اهتزاز الربط الذي تجلى بواسطة الفرقة الامتزاز الذي يتوافق مع الطول الموجي. تجارب الامتزاز التي اجريت بينت ان وقت التوازن 5 دقائق و نسبة امتصاص النترات هي 70 بالمئة من طرف الفحم المنشط بكتلة 8 غ. تمت دراسة مختلف المعايير من درجة الحرارة والحموضة كتلة الماصة من جهة اخرى الدراسة الحركية تتوافق مع النموذج الثاني. يتم تقييم الخارجية معاملات نقل الجماعي ومعاملات نقل الجسيمات داخل في هذه الدراسة.

كلمات البحث: الكربون المنشط ، سيقان التمور ، الامتزاز

Résumé

Ce travail se concentre sur l'étude de l'adsorption des nitrates sur le charbon actif fabriqué à partir de tiges de dattes. Le CAP élaboré avec un rapport de 1 au $ZnCl_2$, une durée de 2 heures et une température de 500 °C de carbonisation avec le vapeur d'eau, ensuit le CAP à subit un traitement au CTABr 30 mmol à 80°C pendant 4 heures. En fin une caractérisation du charbon actif avec la microscopie électronique à balayage a montré un développement significatif des pores et une analyse des spectres infrarouges permet l'identification de groupements chimiques existants à la surface de l'échantillon, grâce à la vibration de la liaison qui se manifeste par une bande d'adsorption à qui correspond une longueur d'onde. Les essais d'adsorption menés ont montré que le temps d'équilibre était de 5 minutes, et en obtient un rendement de 70% d'élimination de nitrates avec une masse de charbon actif de 8g/l. les différents paramètres la température, la masse de charbon actif et pH ont été étudiés, d'autre part, l'étude cinétique est compatible avec le deuxième modèle. Les coefficients de transfert de masse externe et les coefficients de transfert de particules sont évalués dans cette étude.

Mots clés : charbon actif, tiges de dattes, adsorption.

Abstract

This work focuses on the study of the adsorption of nitrates on activated carbon made from dates stems. The CAP prepared with a ratio of 1 to $ZnCl_2$, a duration of 2 hours and a temperature of 500 °C. of carbonization with steam, followed by treatment with CTABr 30 mmol at 80 °C. for 4 hours . Finally, characterization of activated carbon with scanning electron microscopy showed significant pore development and infrared spectra analysis allows the identification of existing chemical groups on the surface of the sample by the vibration of the bond which is manifested by an adsorption band which corresponds to a wavelength. The adsorption tests carried out showed that the equilibrium time was 5 minutes, and obtained a 70% nitrate removal efficiency with a mass of activated carbon of 8 g / l. The various parameters, temperature, mass of activated carbon and pH were studied, on the other hand, the kinetic study is compatible with the second model. The external mass transfer coefficients and the particle transfer coefficients are evaluated in this study.

Key Words: Activated carbon, date rods, adsorption.

Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens à exprimer mes vifs remerciements

En premier lieu à Allah le tout Puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'il m'a données pour réaliser ce modeste travail.

A madame z. sadaoui, maitre de conférences à USTHB et la directrice du laboratoire "Génie de la réaction " (FGMGP-USTHB), pour m'avoir accueillie dans son laboratoire, avec tous ses conseil, ses encouragements et son suivi tout au long de ce travail.

Aux deux personnes qui ont encadré ce travail : Madame Allalou Ouiza pour ses conseils et sa disponibilité tout au long de mon travail et Madame Djouadi Lila pour avoir dirigé ce travail.

Mes sincères remerciements sont adresses aux membres du jury qui ont accepté d'être les examinateurs de cette mémoire.

Je tiens également à associer à cette œuvre tous mes collègues, ainsi que toutes les personnes qui m'ont accordé un peu de leur temps pendant ce mémoire.

Je tiens également à remercier toute ma famille et mes amis qui ont cru en moi, m'ont encouragé et m'ont donné la force d'aller jusqu'au bout.

Je pense enfin fortement à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

dédicace

Je dédie ce travaille :

A ma famille,

A mes amies,

Et tous ceux qui comptent pour moi.



Zaiter Souad

Nomenclature

Symbole	Grandeur
C_e	Concentration du soluté dans la phase liquide à l'équilibre
C_0	Concentration initiale des nitrates
C	Concentration du soluté dans la solution au temps t
E	Energie d'activation
k_1	Constante de vitesse d'adsorption de pseudo premier ordre
k_2	Constante de vitesse d'adsorption de pseudo second ordre
k_d	Coefficient de la vitesse de diffusion intraparticulaire
k_D	Coefficient de distribution
m	Masse de l'adsorbant
q_e	Quantité de soluté adsorbé par unité de masse de l'adsorbant à l'équilibre
q_t	Quantité de soluté adsorbé par unité de masse de l'adsorbant au temps t , (capacité de fixation)
R	Rendement de l'élimination des nitrates
R	Constante de gaz
S	Surface spécifique de la particule
T	Température
t	Temps
V	Volume de la solution
ΔH_{ads}^0	Enthalpie standard de l'adsorption
ΔG_{ads}^0	l'énergie de Gibbs standard
ΔS_{ads}^0	Entropie standard de l'adsorption
β_1	Coefficient de transfert de matière externe

Nomenclature

Liste des Figures

Liste des figures

Figure I.1	Domaines d'existence d'un soluté lors de l'adsorption sur un matériau microporeux.....	10
Figure II.1	Tiges de dattes lavées, séchées et broyées.....	21
Figure II.2	Tiges de dattes imprégnées au $ZnCl_2$	22
Figure II.3	Les tiges de dattes imprégnées au $ZnCl_2$	22
Figure II.4	Dispositif de carbonisation.....	23
Figure II.5	Opérations de lavage, séchage du charbon actif.....	24
Figure II.6	Dispositif expérimental du traitement du charbon actif avec CTABr.....	25
Figure II.7	Dispositif expérimental.....	26
Figure III.1	Photo de source d'eau	27
Figure III.2	Images MEB pour : a : tiges de dattes brutes, b : charbon actif imprégné par $ZnCl_2$, c : Charbon actif imprégné par $ZnCl_2$ + CTABr avant l'adsorption NO_3^-	30
Figure III.3	Spectre FTIR de tiges de dattes brutes	31
Figure III.4	Spectre FTIR de CA sans CTABr.....	32
Figure III.5	Spectre FTIR du CA traité avec CTABr.....	33
Figure III.6	Spectre EDX des éléments détectés pour le charbon actif traité avec CTABr	35
Figure III.7	Effet de la capacité d'adsorption et le rendement d'élimination des nitrates en fonction du temps de contact.....	37
Figure III.8	Effet de la capacité d'adsorption et le rendement d'élimination des nitrates en fonction de la dose de l'adsorbant	38
Figure III.9	Effet de la capacité d'adsorption et le rendement d'élimination des nitrates en fonction du PH	39

Liste des Figures

Figure III.10	Effet de la capacité d'adsorption et le rendement d'élimination des nitrates en fonction de la température.....	40
Figure III.11	Représentation $\ln (q_e - q_t)$ en fonction du temps pour différentes températures	41
Figure III.12	Représentation t/q_t en fonction du temps pour différentes températures.....	42
Figure III.13	Evolution de q_t en fonction de $t^{0.5}$	44
Figure III.14	Formes linéaires de modèle de diffusion intra Particulaire	45
Figure III.15	Evolution de C_t/C_0 en fonction de t (min).....	46
Figure III.16	Effet de l'agent Chimique	47
Figure III.17	Evolution du taux de désorption des nitrates en fonction de temps.....	48
Figure III.18	Rendement de désorption des nitrates en fonction de la concentration de NaOH.....	49

Liste des Tableaux

Liste des Tableaux

Tableau I.1	Résumé des propriétés de la physisorption et de la chimisorption.....	9
Tableau III.1	Caractérisation de l'eau de Reghaia plage.....	29
Tableau III.2	Identification du spectre infrarouge des tiges de dattes brutes.....	32
Tableau III.3	Identification du spectre infrarouge du charbon actif sans CTABr.....	33
Tableau III.4	Identification du spectre infrarouge du charbon actif avec CTABr.....	34
Tableau III.5	Composition chimique du charbon actif traité avec CTABr.....	35
Tableau III.6	Capacité d'adsorption et rendement d'élimination des nitrates pour les différentes températures.....	40
Tableau III.7	Paramètres Cinétiques de modèle du pseudo second ordre.....	43
Tableau III.8	Paramètres des modèles de transfert de matière.....	46

Sommaire

Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Partie Théorique	3
I.1 POLLUTION PAR LES NITRATES.....	3
I.1.1 Sources des nitrates.....	3
I.1.2 Effet de la pollution par les nitrates.....	4
I.1.2.1 Sur la santé humaine	4
I.1.2.2 Sur l'environnement	4
I.2 NORMES ET REGLEMENTATION	5
I.3 TECHNIQUE D'ELIMINATION DES NITRATES.....	6
I.3.1 Les procédés biologiques.....	6
I.3.2 Les procédés physico-chimiques.....	6
I.3.3 ADSORPTION	7
I.4 LES BASES THEORIQUE SUR L'ADSORPTION.....	8
I.4.1 Type d'adsorption.....	8
I.4.1.1 Adsorption physique	8
I.4.1.2 Adsorption chimique.....	9
I.4.2 Mécanismes D'adsorption	10
I.4.3 Facteurs influençant l'adsorption.....	11
I.4.4 Cinétique d'adsorption	11
I.4.4.1 Modèle du Pseudo Premier Ordre.....	11
I.4.4.2 Modèle du Pseudo Second Ordre	12
I.4.4.3 Modèle de Transfert de Matière Externe	12
I.4.4.4 Modèle de Transfert de Matière Intra Particulaire	14
I.4.5 LES TYPE D'ADSORBANTS.....	14
I.4.5.1 Les adsorbants minéraux	14
I.4.5.1.1 Les argiles	14
I.4.5.1.2 Les zéolithes	14
I.4.5.1.3 Les alumines activées.....	15
I.4.5.1.4 Les gels de silice.....	15

Sommaire

I.4.5.2	CHARBON ACTIF.....	15
I.4.5.2.1	Préparation des charbons actifs	16
I.4.5.2.1.1	Matières premières	16
I.4.5.2.1.2	La Pyrolyse	16
I.4.5.2.1.3	L'Activation	17
I.4.5.2.1.4	Comparaison des deux procédés d'activation	18
Chapitre II : Partie expérimentale / Matériel et Méthodes.....		21
II.1	ETAPES DE SYNTHÈSE DU CHARBON ACTIF.....	21
II.1.1	Préparation de la matière première.....	21
II.1.2	Imprégnation par ZnCl ₂	21
II.1.3	Carbonisation	22
II.1.4	Lavage du carbonisât	23
II.2	Traitement du charbon actif produit avec une solution de CTABr.....	24
II.3	ADSORPTION DES NITRATES.....	25
II.3.1	Points de prélèvements des échantillons d'eau	25
II.3.2	Essais d'adsorption.....	25
Chapitre III : Résultats et Interprétations.....		28
III.1	CARACTERISATION DE L'EAU.....	28
III.2	CARACTERISATION STRUCTURALE DU CHARBON ACTIF.....	29
III.2.1	Analyse par Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	29
III.2.2	Analyse par Transformateur de Fourier Infra-Rouge (FTIR).....	30
III.2.3	Caractérisation physicochimique et l'analyse élémentaire du CA traité au CTABr	35
III.3	ADSORPTION DES NITRATES SUR LE CAP TRAITE A CTABr.....	36
III.3.1	Etude paramétrique.....	36
III.3.1.1	Effet de temps de contact.....	36
III.3.1.2	Effet de la dose de l'adsorbant	37
III.3.1.3	Effet du PH.....	38
III.3.1.4	Effet de la température.....	39
III.3.2	ETUDE CINÉTIQUE.....	41

Sommaire

III.3.2.1	Modèle du Pseudo Premier Ordre	41
III.3.2.2	Modèle du Pseudo Second Ordre.....	42
III.3.4	Modèle basés sur la diffusion moléculaire.....	44
III.3.4.1	Modèle de diffusion Intra Particulaire	44
III.3.4.2	Modèle de diffusion Externe	46
III.4	ETUDE LA CINETIQUE DE DESORPTION.....	47
III.4.1	Effet de l'agent chimique.....	47
III.4.1.1	Cinétique de désorption.....	48
III.4.1.2	Effet de la concentration de NaOH sur la désorption.....	49
	Conclusion Générale.....	51
	Références bibliographiques	
	Annexes	

Introduction générale

Introduction Générale

Introduction Générale

L'eau représente le constituant majeur de la matière vivante. Chez la plupart des êtres vivants, la teneur en eau est de l'ordre de 70% voire davantage. L'eau est un élément vital dont l'importance au niveau planétaire est sans cesse rappelée. Sa pollution par les activités industrielles et agricoles, des pesticides et des engrais d'où résulte la présence des nitrates dans les eaux naturelles (surfaces et souterraines) et dans les eaux résiduaires, constitue un sujet de préoccupation majeur de nos sociétés développées.

Une politique de l'eau efficace et cohérente doit tenir compte de la vulnérabilité des écosystèmes aquatiques et des zones humides, étant donné que leur équilibre fortement influencé par la qualité des eaux de ruissellement et des rejets provenant de son bassin versant. La protection du milieu naturel suppose de protéger la qualité des eaux du bassin versant contre toute pollution urbaine ou industrielle. Le besoin est donc urgent d'une approche intégrée et plus appropriée de la gestion des bassins versants et des eaux à des fins de conservation des zones humides correspondantes.

De nombreux travaux se sont étudiés des différents effets des rejets industriels et urbains sur l'évolution de la qualité des eaux de surface et la pollution des écosystèmes aquatiques [1,2].

Certains travaux de recherches ont été réalisés sur la qualité des eaux souterraines concluent que les pollutions de ces eaux souterraines proviendraient d'une origine géologique et anthropique, notamment d'infiltration des eaux usées et l'utilisation des engrais chimiques en agriculture [3,7].

L'accroissement des teneurs en nitrates dans les ressources en eau devient de plus en plus un problème pour l'approvisionnement en eau potable. Par ailleurs, les ions nitrate présentent des risques à la santé suite à l'ingestion des ions nitrate/nitrites tels que la méthémoglobinémie du nourrisson due à l'action des nitrites ainsi que des risques potentiels de cancérogénicité via la formation de composés N-nitrosés [8].

La législation à ce jour donne une concentration admissible de 50mg/l (OMS) et un niveau guide de 25mg/l (CEE). Ceci a conduit à la mise au point des techniques préventives et curatives afin d'éliminer les nitrates contenus dans les eaux.

Plusieurs procédés ont été développés pour le traitement des eaux souterraines riches en nitrates. Les traitements physico-chimiques et les traitements biologiques sont les plus connus et les plus utilisés. La voie physico-chimique consiste en des opérations de précipitation et de coagulation-floculation. Elle nécessite plusieurs étapes et un contrôle rigoureux du pH [9]; de plus, cette voie emploie des réactifs qui sont souvent coûteux. La voie biologique faisant intervenir des étapes de nitrification et de dénitrification lors du traitement d'enlèvement des nitrates et qui sont émetteurs de produits secondaires indésirables, principalement N₂O connu pour son effet de serre [9].

Introduction Générale

D'où la nécessité de développer des méthodes alternatives rapides, peu coûteuses et dépourvues des produits secondaires, permettant d'éliminer les nitrates et possiblement de les récupérer et les valorisés. Le procédé d'adsorption des ions nitrate sur un matériau adsorbant, pourrait être une des alternatives.

Notre projet de recherche, entre dans le cadre du traitement des eaux polluées par les nitrates, avec la technique d'adsorption, en valorisant les tiges de dattes qui seront utilisées pour synthétiser un charbon actif performant. Nous présentons ce travail en trois parties :

- Une première partie bibliographique regroupe le nécessaire des connaissances théoriques en rapport avec notre thème.
- Une deuxième partie décrit toute la métrologie appliquée pour la synthèse du charbon actif.
- Un chapitre qui se focalisera sur les résultats obtenus et leur interprétation qui comporte, la caractérisation du charbon actif par microscopie électronique à balayage (MEB) et l'infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), et l'étude paramétrique de l'adsorption/désorption des nitrates.

Enfin ; la conclusion à tirer et les suggestions à proposer seront fonction des résultats obtenus.

Chapitre I

PARTIE THEORIQUE

I.1 POLLUTION PAR LES NITRATES

La pollution par les composés azotés présente divers aspects. Les nitrates (sels de l'acide nitrique) existant dans l'eau potable peuvent être la cause de la pollution azotée des eaux; qui peut avoir des conséquences sur la santé humaine ainsi que pour son environnement.

I.1.1 Sources des nitrates

D'un point de vue chimique, les nitrates sont des sels minéraux de l'acide nitrique. Ils sont très solubles dans l'eau, ne sont pas retenus par le sol et migrent vers les eaux superficielles et souterraines. Ils sont ainsi présents dans les eaux de boisson et dans l'alimentation. Substance présentes aussi à l'état naturel dans le milieu, les sources d'apport sont naturelles et intensifiée par l'usage anthropique [10].

En l'absence de toute fertilisation azotée, les nitrates présents dans les sols proviennent de la fixation de l'azote atmosphérique par certaines espèces végétales, les légumineuses. Ces plantes captent l'azote de l'air et le transforment en matière organique azotée dans leurs racines.

Quand la plante a fini son cycle saisonnier, la matière organique azotée est peu à peu décomposée par des bactéries nitrifiantes du sol, et transformée en nitrates, [11].

La source anthropique majeure des nitrates qui perturbe le cycle de l'azote, est attribuable aux activités humaines [12].

L'utilisation de fertilisants synthétiques et de fumiers, associés aux cultures et à l'élevage intensif, qui seront progressivement transformée en nitrates. Les systèmes de traitements des eaux usées déficients, tout comme la décomposition de matières organiques animales ou végétales issues produites par l'activité humaine, peuvent être une source de contamination par les nitrates [13]. Produits naturellement dans le sol superficiel ou apportés aux activités humaines, les nitrates en excès vont être entraînés vers la profondeur par un phénomène d'écoulement et de pénétration tout à fait naturel. Une fois arrivés dans la nappe phréatique, les eaux d'infiltration s'écoulent des points hauts vers les points bas et finissent par arriver dans les rivières, les lacs ou la mer [14].

I.1.2 Effet de la pollution par les nitrates

I.1.2.1 Sur la santé humaine

Les principaux risques sanitaires à considérer lors de la consommation des ions nitrate en quantité dépassant les limites établies par l'organisation mondiale de la santé (OMS) à 50 ppm NO_3^- sont la méthémoglobinémie et la formation des nitrosamines [15]. En effet, une fois les ions nitrate sont ingérés à fortes doses, l'organisme va facilement les absorber et ils vont être excrétés rapidement par l'urine et la salive [16]. Sous l'action des bactéries, une biotransformation des ions nitrate commence au niveau de la bouche et de l'estomac. Il en résulte les nitrites impliqués dans le phénomène de méthémoglobinémie. Les ions nitrate non toxiques au départ présentent alors une toxicité indirecte. La méthémoglobinémie est la résultante de l'oxydation de l'hémoglobine en méthémoglobine suite à une oxydation du fer ferreux en fer ferrique. De ce fait, l'hémoglobine sous cette forme oxydée ne pourra plus fixer l'oxygène nécessaire aux cellules [17]. Les personnes les plus menacées sont les nourrissons de moins de trois mois, les femmes enceintes ainsi que les personnes déficientes génétiquement en enzymes impliquées dans la réaction de transformation de la méthémoglobine (MetHb) [18]. Toutefois, la méthémoglobinémie n'est pas le seul risque associé à la présence des ions nitrate dans l'eau potable.

Effectivement, on note des risques potentiels de cancérogénicité suite à la formation de nitrosamines et de nitrosamides plus connus sous le nom de composés N-nitroso via une réaction des dérivés des nitrites avec certains acides aminés. Environ 80% des nitrosamines et presque tous les nitrosamides étudiés se sont montrés cancérogènes chez plusieurs espèces animales et donc suspectés de l'être chez l'homme par extrapolation [19].

I.1.2.2 Sur l'environnement

Plusieurs études et recherches ont confirmé que les activités agricoles avec des conditions bien spécifiques peuvent avoir une influence négative sur l'environnement [20]. En effet, les ions nitrates, avec les ions phosphates, sont aujourd'hui la cause majeure de la pollution des eaux. Ces ions très solubles dans l'eau sont facilement drainés par les eaux de pluie, de ruissellement et d'infiltration. La pollution par les ions nitrate conduit à une modification de l'équilibre biologique des milieux aquatiques en provoquant des phénomènes d'eutrophisation des écosystèmes aquatiques, voir dystrophisation, ainsi que des marées vertes qui représentent un type particulier d'eutrophisation marine côtière.

L'eutrophisation se définit comme la manifestation, en terme de métabolisme général (production et respiration) d'un écosystème, d'apports exogènes de nutriments qu'il reçoit. Ces manifestations peuvent revêtir des formes extrêmement diverses selon les secteurs concernés du réseau hydrographique [21]. La présence de concentrations excessives d'ions nitrate et phosphates dans les écosystèmes d'eaux douces conduit à la prolifération non contrôlée des algues et des plantes qui se traduit par une augmentation des dépôts de matière organique au fond des cours d'eau et des lacs. Les bactéries et autres espèces hétérotrophes dégradent cette matière organique en utilisant de grandes quantités d'oxygène. Il s'en suit une hypoxie qui peut parfois engendrer l'asphyxie des poissons dans les systèmes très productifs ou hyper-eutrophes [22]. Aussi, des examens effectués par [23] sur un site atteint du phénomène de marées vertes prouvent que la biomasse maximale atteinte annuellement est contrôlée par les apports d'azote et non par ceux de phosphore. Il en déduit alors que l'azote est l'élément nutritif limitant de la croissance algale en fin de printemps et en été.

I.2 NORMES ET REGLEMENTATION

Afin de définir précisément une eau potable, des normes ont été établies qui fixent notamment les teneurs limites à ne pas dépasser pour un certain nombre de substances nocives et susceptibles d'être présentes dans l'eau. Le fait qu'une eau soit conforme aux normes, c'est-à-dire potable, ne signifie donc pas qu'elle soit exempte de matières polluantes, mais que leur concentration a été jugée suffisamment faible pour ne pas mettre en danger la santé du consommateur [24].

La Directive 98/83/CE du Conseil de l'Union européenne du 3 novembre 1998 stipule qu'une eau destinée à la consommation humaine ne peut pas contenir plus de 50 mg de nitrate par litre d'eau. Cette valeur est impérative, ce qui signifie que si elle n'est pas respectée, l'eau est considérée comme non-conforme. Cette valeur provient des recommandations de l'Organisation Mondiale de la Santé qui mentionne : « La valeur recommandée est de 50 mg/l de manière à protéger les nourrissons alimentés au biberon vis-à-vis de la méthémoglobinémie.

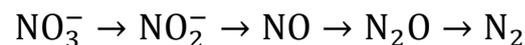
I-3 TECHNIQUE D'ELIMINATION DES NITRATES

Parmi les méthodes de traitements applicables à l'élimination de l'azote dans l'eau, et plus particulièrement des nitrates, nous pouvons citer [25] :

- ✓ Les procédés biologiques.
- ✓ Les procédés physico-chimiques.

I-3.1 Les procédés biologiques

La dénitrification biologique repose sur l'utilisation de certaines bactéries, essentiellement de la famille des pseudomonas, les nitrates comme source d'oxygène à la place de l'air, et qui la transformation en azote gazeux. La chaîne de décomposition des nitrates peut être simplifiée de la façon suivante :



Cette technique est efficace mais délicate à mettre en œuvre.

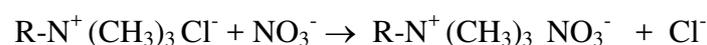
I.3.2 Les procédés physico-chimiques

Plusieurs procédés physico-chimiques sont utilisés pour éliminer les nitrates contenus dans des solutions aqueuses, parmi ces procédés ; on cite : l'échange d'ions, l'osmose inverse, l'adsorption et l'électrodialyse.

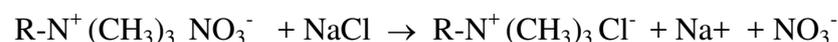
- **Echange d'ions :**

Le principe de ce procédé repose sur l'échange des ions nitrates contre d'autres ions contenus dans une résine échangeuse d'ions. La dénitrations se déroule par cycle, comprenant une étape de fixation ou de production et une phase de régénération [25].

- ❖ **Fixation :**



- ❖ **Régénération :**



En outre, la concentration en ions Cl^- augmente fortement, puisque l'échange se déroule équivalent par équivalent. En conséquence, l'eau traitée présente une forte modification de sa minéralisation ainsi qu'une baisse de pH. L'enrichissement en Cl^- est de l'ordre de 50 mg/l.

- **Osmose inverse :**

- L'osmose est un phénomène naturel de diffusion d'un solvant au travers d'une membrane semi-perméable, séparant deux solutés de concentrations différentes. Le phénomène d'osmose correspond donc à un gradient de concentration qui pousse le solvant à quitter le soluté le moins concentré, à traverser la membrane et à diluer le soluté le plus concentré. Il arrive un moment où il n'y a plus de flux d'eau qui traverse la membrane, le système est en équilibre et la pression d'équilibre est appelée (pression osmotique). L'osmose inverse consiste à exercer sur la solution concentrée une pression supérieure à la pression osmotique, de façon à inverser le flux d'eau et à enrichir ainsi la solution concentrée [26].

Ce procédé de traitement permet d'éliminer 85 des nitrates sous 28 bars et 95 sous 60 bars, mais il modifie la caractérisation physico-chimique de l'eau (la teneur en sels minéraux). Des prétraitements de l'eau brute s'avèrent nécessaires pour protéger les membranes de certaines substances tels que les matières en suspension, les colloïdes, le fer, la silice, le chlore.....etc.

- **Electrodialyse :**

Il s'agit d'un procédé électrochimique qui permet d'extraire les ions contenus dans une solution par migration à travers des membranes sélectives, sous l'influence d'un champ électrique. Une cellule d'électrodialyse est constituée d'une membrane cationique délimitant deux compartiments entre deux membranes anioniques. Dans l'un des compartiments circule la solution à appauvrir, dans l'autre la solution à enrichir. Ainsi, seuls les anions peuvent traverser une membrane anionique, et seuls les cations traversent une membrane cationique [27].

I.3.3 ADSORPTION

L'adsorption est un procédé de traitement, bien adapté pour éliminer une très grande diversité de composés toxiques dans notre environnement. Elle est essentiellement utilisée pour le traitement de l'eau et de l'air.

Au cours de ce processus les molécules d'un fluide (gaz ou liquide), appelé adsorbat, viennent se fixer sur la surface d'un solide, appelé adsorbant. Ce procédé définit la propriété de certains matériaux de fixer à leur surface des molécules (gaz, ions métalliques, molécules organiques, etc.) d'une manière plus ou moins réversible [28].

Les adsorbants utilisés dans la pratique sont caractérisés par une structure microporeuse qui leur confère une très grande surface sur unité de masse. Se sont soit de nature organique (végétal ou animal), soit de nature minérale, et ils sont employés tels quels ou après un traitement d'activation ayant pour but d'augmenter la porosité. Les adsorbants les plus utilisés dans les applications de traitements des eaux sont les suivants : argile, charbon actif, gel de silice, alumine et tamis moléculaire [29].

I.4 LES BASES THEORIQUE SUR L'ADSORPTION

L'adsorption définit la propriété de certains matériaux à fixer à leur surfaces des ions, des molécules, ou des constituants d'une solution de façon plus au moins réversible, permettant ainsi leur séparation. Les medias utilisés ont une structure poreuse leur procurant une grande surface spécifique.

I.4.1 Type d'adsorption

Selon les catégories des forces attractives, l'énergie et la nature des liaisons mises en jeu, on peut distinguer deux types d'adsorption: l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

I.4.1.1 Adsorption physique

L'adsorption physique ou adsorption de Van der Waals est un phénomène réversible qui résulte des forces intermoléculaires d'attraction entre les molécules du solide et celles de la substance adsorbée.

Ce phénomène contrôlé par la diffusion des molécules atteint son équilibre rapidement (quelques secondes à quelques minutes) mais peut se prolonger sur des temps très longs pour les adsorbants microporeux en raison du ralentissement de la diffusion de l'adsorbat dans ses structures de dimension voisines du diamètre des molécules de l'adsorbant.

L'adsorption physique n'est pas un phénomène spécifique, dans ce cas, l'adsorbant retient en général toutes les espèces en quantités plus au moins grandes. Ces quantités étant proportionnelles à la surface réelle de l'adsorbant.

I.4.1.2 Adsorption chimique

L'adsorption chimique ou chimisorption ou encore adsorption activée résulte d'une interaction chimique qui se traduit par un transfert d'électrons entre le solide et l'adsorbat. Il y a alors formation d'un composé chimique à la surface de l'adsorbant. Ce type d'adsorption se développe à haute température et met en jeu une enthalpie de transformation élevée.

Le tableau I.1 regroupe quelques critères de distinction entre l'adsorption physique et chimique.

Tableau I.1 : Résumé des propriétés de la physisorption et de la chimisorption [30].

Physisorption	Chimisorption
Enthalpie d'adsorption inférieure à 40 kJ mole ⁻¹	Enthalpie d'adsorption supérieure à 80 kJ mole ⁻¹ .
L'adsorption est favorisée par de basses températures.	L'adsorption se manifeste à haute températures.
Accroissement de l'adsorption avec la pression de l'adsorbat.	Diminution de l'adsorption avec la pression de l'adsorbat.
La quantité adsorbée sur la surface dépend davantage de l'adsorbat que de l'adsorbant.	La quantité adsorbée sur la surface dépend autant de l'adsorbat que de l'adsorbant.
Possibilité d'adsorption multicouche.	Une seule couche peut être adsorbée.
Processus généralement réversible.	Processus généralement irréversible.
Pas d'énergie d'activation appréciable impliquée dans le processus.	Une énergie d'activation peut être impliquée dans le processus.

I.4.2 Mécanismes D'adsorption

L'adsorption se produit principalement en quatre étapes. La figure I.1 représente un matériau (adsorbant) avec les différents domaines dans lesquels peuvent se trouver les molécules organiques ou inorganiques qui sont susceptibles de rentrer en interaction avec le solide [31].

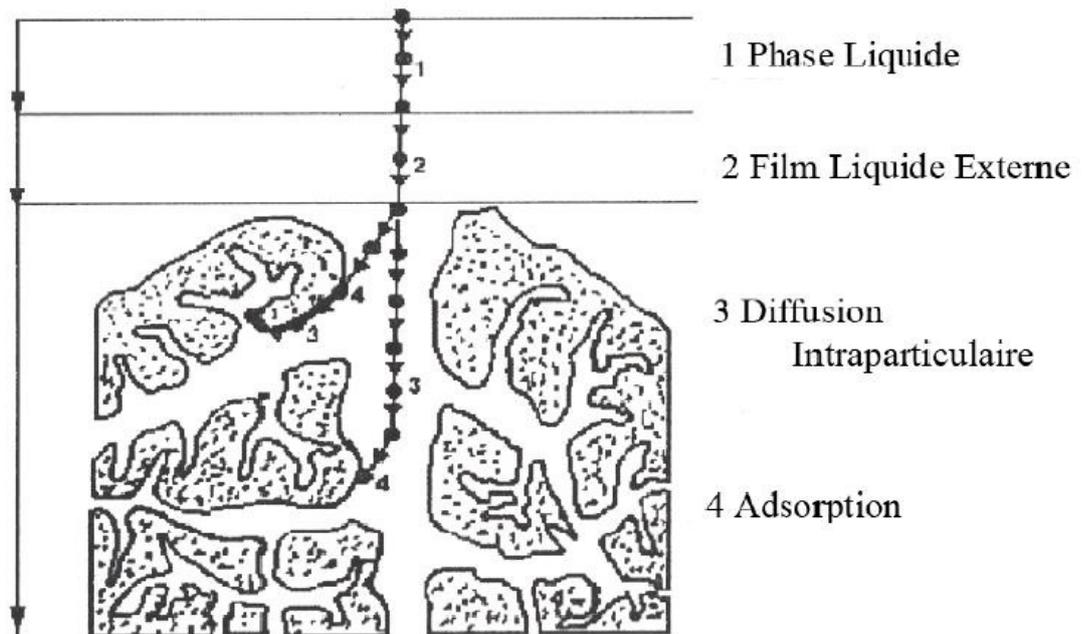


Figure I.1: Domaines d'existence d'un soluté lors de l'adsorption sur un matériau microporeux [32].

Avant son adsorption, le soluté va passer par plusieurs étapes [33]:

- 1- Diffusion de l'adsorbât de la phase liquide externe vers celle située au voisinage de la surface de l'adsorbant.
- 2- Diffusion extragranulaire de la matière (transfert du soluté à travers le film liquide vers la surface des grains).
- 3- Transfert intragranulaire de la matière (transfert de la matière dans la structure poreuse de la surface extérieure des grains vers les sites actifs).
- 4- Réaction d'adsorption au contact des sites actifs, une fois adsorbée, la molécule est considérée comme immobile.

I.4.3 Facteurs influençant l'adsorption

L'efficacité d'un adsorbant vis -à-vis d'un adsorbât dépend d'un nombre important de paramètres dont les principaux sont:

- Les caractéristiques de l'adsorbant: polarité, volume poreux, surface spécifique, fonctions superficielles...
- Les caractéristiques de l'adsorbât: polarité, solubilité, poids et saturation moléculaire...
- Les paramètres physiques : tels que la température et le pH qui ont une influence considérable sur le phénomène d'adsorption.

Lors de l'adsorption, la valeur du pH joue souvent un rôle important, l'adsorption est maximale au point isoélectrique, car les liaisons avec l'eau y sont minimales. [34].

I.4.4 Cinétique d'adsorption

Pour étudier la cinétique d'adsorption, on détermine la capacité de fixation (q_t) en fonction du temps. L'équilibre d'adsorption est pratiquement atteint après un certain temps de contact adsorbant-adsorbât.

I.4.4.1 Modèle du Pseudo Premier Ordre

Lagergren et Panday (1985) [35], a proposé pour une cinétique du premier ordre, l'équation suivante :

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1(q_e - q_t) \quad (1)$$

Où k_1 : constante de vitesse d'adsorption de pseudo premier ordre (min^{-1}).

L'intégration de l'équation (1) donnée par l'équation (2) permet de déduire la constante de vitesse d'adsorption k_1 qui se détermine à partir de la pente du droit représentant $\ln(q_e - q_t)$ en fonction de temps :

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t \quad (2)$$

Ce modèle mathématique a été choisi d'une part pour sa simplicité et d'autre part par son application dans le domaine d'adsorption des composés organiques sur différents adsorbants.

I.4.4.2 Modèle du Pseudo Second Ordre

Ho et al, (1998) [36], ont proposé pour une cinétique du second ordre, l'équation suivante :

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad (3)$$

La constante de vitesse d'adsorption de pseudo second ordre k_2 ($\text{g} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{mg}^{-1}$) est déterminée à partir de l'ordonnée à l'origine de la droite représentant (t/q_t) en fonction de temps.

Avec,

q_e : quantité d'adsorbât par gramme d'adsorbant à l'équilibre (mg/g)

q_t : quantité d'adsorbât par gramme d'adsorbant à un temps t (mg/g)

k_1 : constante de vitesse d'adsorption pour le premier ordre (min^{-1})

k_2 : constante de vitesse d'adsorption pour le pseudo deuxième ordre ($\text{g} \cdot \text{min} / \text{mg}$)

t : temps de contact (min).

I.4.4.3 Modèle de Transfert de Matière Externe

Sous l'effet de l'agitation, la diffusion de l'adsorbat de la solution vers le film liquide entourant la particule d'adsorbant peut être négligée, le transfert externe sera alors limité par la diffusion à travers le film liquide jusqu'à la surface de la particule solide, en tenant compte des hypothèses suivantes :

- La concentration du soluté à la surface de la particule est négligeable à $t = 0$;
- L'épaisseur de la couche limite est constant ;
- La diffusion intra particulaire est négligeable ;
- Le gradient de concentration est constant et proportionnel à l'écart entre la concentration de la solution homogène et la solution à l'interface liquide-solide.

Spahm et Schlunder, (1975), ont établi l'expression mathématique qui décrit le transfert de matière à travers le film liquide [37] :

$$\frac{dC_t}{dt} = -\beta_l S (C_t - C_s) \quad (4)$$

Où ;

S : la surface d'échange concernée par la diffusion externe par unité de volume du liquide à traiter (m^2/m^3),

β_l : le coefficient de transfert externe (m/S)

C , C_s : la concentration de la solution homogène, et la concentration du soluté à l'interface solide-liquide respectivement (mg/l).

Ces auteurs estiment que la concentration peut être considérée comme négligeable aux premiers instants à la surface du matériau.

Dans ces conditions, l'équation s'écrit :
$$\frac{dC_t}{dt} = -\beta_l S C(t) \quad (5)$$

Après intégration, on obtient :
$$d\left(\frac{C_t}{C_0}\right) / dt = -\beta_l S \quad (6)$$

$$S = \frac{6 \cdot C_b}{d_p \cdot \rho_{app}} \quad (7)$$

Avec :

C_b : Concentration de l'adsorbant (g/L),

d_p : diamètre moyen du grain de l'adsorbant (m),

ρ_{app} : Masse volumique apparente (kg/m^3).

Le coefficient global de transfert ($\beta_l \cdot S$) est déterminé par la pente de la courbe $\ln(C/C_0)$ en fonction du temps pour les premiers instants, quand t tend vers 0.

I.4.4.4 Modèle de Transfert de Matière Intra Particulaire

WEBER et MORRIS (1963) [38] ont établi un modèle pour décrire la diffusion intra particulaire qui permet de déterminer le coefficient de la vitesse de diffusion intraparticulaire k_d ($\text{mg/g min}^{0,5}$).

$$q_t = k_d t^{0,5} + A \quad (8)$$

Avec t : temps (min).

q_t : capacité d'adsorption au temps t (mg/g).

I.4.5 LES TYPE D'ADSORBANTS

L'adsorption est un phénomène de surface d'où l'intérêt de connaissance des propriétés physique des matériaux adsorbants tel que, la porosité, la surface spécifique, la densité apparente et réelle.

I.4.5.1 Les adsorbants minéraux

Les adsorbants minéraux peuvent exister à l'état naturel ou synthétisés.

I.4.5.1.1 Les argiles

Les argiles sont des aluminosilicates. Ce sont des produits naturels, qui sont activées pour avoir de meilleures propriétés absorbantes [39].

I.4.5.1.2 Les zéolithes

Les zéolithes sont des adsorbants de squelette cristallin aluminosilicate tridimensionnel constitué de tétraèdres SiO_4 et AlO_4 , de formule globale $(\text{AlO}_2\text{M}, n\text{SiO}_2)$ où M représente le plus souvent un métal alcalin ou alcalino-terreux et $n \geq 1$. Il existe plus de 100 espèces de zéolithes, différant par la valeur de n et la structure cristallographique. Ils ont une structure microporeuse faite de cavités et de canaux qui leur confère des propriétés absorbantes.

Ils sont sous forme de poudre, granulés ou extrudés. La surface spécifique $900 \text{ m}^2/\text{g}$, mais ils présentent une bonne sélectivité [40].

I.4.5.1.3 Les alumines activées

Les alumines activées sont obtenues par thermolyse flash du tri hydroxyde d'aluminium $\text{Al}(\text{OH})_3$ qui conduit à un produit de composition approximative $\text{Al}_2\text{O}_3,0.5\text{H}_2\text{O}$, possédant une structure poreuse résultant du départ de molécules d'eau. La surface des pores est couverte de groupements Al-OH , et l'adsorption se fait préférentiellement par liaison hydrogène. Les alumines activées sont des adsorbants amorphes, moyennement polaires et hydrophiles. Ils ont une surface spécifique de $300 \text{ m}^2/\text{g}$ [40].

I.4.5.1.4 Les gels de silice

Les gels de silice sont préparés à partir de $\text{Si}(\text{OH})_4$ en phase aqueuse, obtenu par acidification d'un silicate de sodium, ou bien à partir d'un sol de silice. Les groupements Si-OH conduisent à des liaisons hydrogène.

Il existe deux types de gels de silice : les microporeux, assez hydrophiles, et les macroporeux, versatiles, qui diffèrent par la taille des pores comme le nom l'indique. Leur surface spécifique peut être de 300 à $800 \text{ m}^2/\text{g}$ [41].

I.4.5.2 CHARBON ACTIF

Le charbon actif est un produit adsorbant [42,43] obtenu à partir de matières premières riches en carbone (le bois la tourbe, le charbon, le lignite, l'écorce de coco...). Toutes matières premières organique qui contient du carbone, est a 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. Néanmoins, les matières premières utilisées conditionneront en grande partie la qualité finale du charbon actif [44]. 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.

I.4.5.2.1 Préparation des charbons actifs

I.4.5.2.1.1 Matières premières

La fabrication du charbon actif passe nécessairement par l'identification et le choix de la matière première. Les matières premières peuvent être obtenues à partir d'un grand nombre de matériaux contenant le carbone d'origine végétale ou minérale.

➤ **Origine végétale :**

Il existe une multitude de produits d'origine végétale qui peuvent intervenir dans la synthèse des charbons actifs et sous différentes formes variées :

- ✓ Déchets agricoles non utilisables exemple : Noyaux de fruit, coque de noix de coco [45], bagasse de canne à sucre [46], coques d'arachide [47].
- ✓ Paille et enveloppes de céréales exemple : blé et riz [48].
- ✓ Arbre sous forme de copeaux ou de sciure de bois exemple : Bouleau, chêne, eucalyptus [49], lignite [50].

Dans le cadre de notre étude, la matière utilisée est les tiges de dattes.

Origine animale :

Les charbons actifs sont essentiellement obtenus. Partir d'ossements d'animaux, mais aussi. Partir de leur sang voir de leur chair.

➤ **Origine minérale :**

Les charbons actifs sont obtenus en grandes majorité à partir de matériaux combustibles comme le charbon minéral (houille, coke) ou la tourbe.

I.4.5.2.1.2 La Pyrolyse

La pyrolyse ou la carbonisation est un craquage thermique sans produits oxydants. Sous l'action de la chaleur, elle décompose la biomasse en en trois principales phases dont l'importance relative varie suivant les conditions opératoires :

- ★ Une fraction de gaz non condensable ;(CO, CO₂, CH₄, C_nH_m).
- ★ Une fraction de gaz condensable, elle-même séparée deux phases : une phase aqueuse et organique ;(les goudrons)
- ★ Une fraction de résidu solide : le char composé majoritairement carboné.

La quantité, la composition et les propriétés des produits de la pyrolyse diffèrent en fonction des paramètres opératoires, en particulier de la température et de la vitesse de chauffage d'après les études [51].

Selon la littérature (Kriz *et al*, 1995), nous distinguons généralement deux types de pyrolyse.

- ↳ La pyrolyse conventionnelle (ou lente), généralement réalisée à des vitesses températures comprises entre 277 et 677°C avec des vitesses de chauffages comprises entre 0,1 et 1°C/s.
- ↳ La pyrolyse rapide (ou flash), généralement réalisée à des températures comprises entre 777 et 977°C avec des vitesses de chauffages supérieures à 727°C/s. Cette pyrolyse est utilisée pour la production d'huile de pyrolyse

La pyrolyse est une étape nécessaire pour transformer la matière en carbone. Le charbon issu de la matière organique d'origine végétale est très caractéristique : c'est une matière fibreuse qui présente une infinité de pores (quelques Angströms) obstrués par la matière organique. Pour être transformée en charbon activé, la matière organique d'origine végétale doit être débarrassée de tous ces pores. Pour cela, on chauffe à de très haute température entre 400 et 1000°C. La matière organique est détruite et on obtient un squelette carboné qui lui possède des propriétés particulières [52].

I.5.5.2.1.3 L'Activation

Deux procédés d'activation peuvent être rencontrés pour la fabrication des charbons actifs. Il s'agit de l'activation physique ou de l'activation chimique.

➤ Activation physique :

Au cours de ce procédé la matière carbonisée est activée à des températures de l'ordre de 850 à 1100 °C dans des fours rotatifs ou des fours à cuve, sous atmosphère oxydante. Les gaz oxydants généralement utilisés sont le dioxyde de carbone, le dioxygène, la vapeur d'eau ou le mélange de ces deux. Yang *et al* (2003) ont comparé l'activation du noyau de pêche et du bois d'eucalyptus, à la vapeur d'eau et du CO₂.

Ils concluent que la vapeur d'eau favorise à la fois le développement des micros et des méso pores tandis que le CO₂ favorise sélectivement le développement des micropores.

Un mélange de CO₂ et de vapeur d'eau est souvent utilisé pour l'activation à l'échelle industrielle.

➤ **Activation chimique :**

L'activation chimique est une activation en phase liquide : le matériau traité préalablement est imprégné dans l'agent activant puis pyrolyse sous atmosphère inerte. Les agents utilisés sont : H₃PO₄ [53,54], ZnCl₂ [55] , KOH[56,57],H₂SO₄ etc.

La carbonisation et l'activation proprement dite sont réunies en une seule étape. Elle ne nécessite qu'un seul traitement thermique. Des températures comprises entre 400 et 800°C, valeurs inférieures aux températures usuelles d'activation physique. L'agent activant, le taux d'imprégnation, la température et la durée de l'activation sont les principaux paramètres de l'activation chimique ; ils conditionnent les propriétés des charbons obtenus en terme de volume poreux, de répartition de taille de pore et de composition chimique de la surface.

Le contrôle de tous ces paramètres et la détermination de leur impact respectif sur les propriétés finales du produit activé ne sont pas aisés ; les caractéristiques chimiques et texturales des charbons activés chimiquement sont en réalité difficilement prévisibles.

L'acide phosphorique, le chlorure de zinc et l'acide sulfurique [58]comptent parmi les agents d'activation chimiques les plus utilisés.

Le choix de l'agent activant est bien souvent dicté par la nature des matériaux précurseurs (pour un précurseur donné certains agents activant sont mieux adaptés) et par les propriétés requises par le produit final.

I.4.5.2.1.4 Comparaison des deux procédés d'activation

L'activation chimique apparaît être une méthode plus avantageuse que l'activation physique pour les raisons suivantes :

Vu leurs températures d'activation, l'activation physique occasionne un coût énergétique plus important. De plus, avec l'activation chimique le rendement de charbon actif est meilleur puisque la carbonisation à très haute température est évitée.

L'inconvénient majeur de cette technique réside dans les traitements de lavage, indispensables pour l'élimination de l'agent activant, qui constituent des étapes supplémentaires dans le procédé d'élaboration des charbons actifs. A partir de ce qui a été détaillé précédemment, nous optons pour la fabrication de nos charbons actifs le procédé d'activation chimique.

Au cours de la préparation des charbons actifs, les facteurs tels que la pyrolyse, le ratio (biomasse/activant), l'activant et le temps d'activation sont des paramètres qui influencent l'efficacité des charbons [59].

Après usage des charbons actifs pour le traitement des effluents riches en polluants ou micro-polluants, ceux-ci peuvent être réutilisés ; mais le processus de réutilisation demande qu'on les régénère afin d'optimiser ses capacités d'adsorption. La régénération des charbons actifs peut se faire suivant trois méthodes à savoir :

- ↪ **Régénération à la vapeur :** Cette méthode est réservée à la régénération des charbons actifs qui ont simplement adsorbé des produits très volatils. Cependant, le traitement à la vapeur peut être utile pour déboucher la surface des grains de charbons et désinfecter le charbon.
- ↪ **Régénération thermique :** Cette opération est réalisée par pyrolyse ou en brûlant les matières organiques adsorbées par les charbons actifs. Dans le but d'éviter d'enflammer les charbons, ils sont chauffés aux alentours de 800 °C au sein d'une atmosphère contrôlée. C'est la méthode de régénération la plus largement utilisée et régénère parfaitement les charbons actifs. Cependant elles présentent quelques désavantages à savoir: très coûteuse avec l'achat de plusieurs fours, il ya une perte de charbon de l'ordre de 7 à 10 %. L'utilisation de fours électriques réduit ces pertes.
- ↪ **Régénération chimique :** Procédé utilisant un solvant utilisé à une température de 100 °C et avec un pH important. L'avantage de cette méthode réside dans la minimisation des pertes de charbons (environ 1%). Les polluants sont ensuite détruits par incinération.

↳ **Régénération biologique [60]** : Procédé utilisant de la matière organique. Cette méthode de régénération n'a pas encore été appliquée à l'échelle industrielle.

Conclusion

Au terme de cette étude bibliographique, nous pouvons conclure que la pollution par les nitrates représente un grand danger sur la santé humaine ou sur le milieu récepteur ; tout en évoquant les normes admissibles établies par les différents organismes.

L'objectif du travail de recherche entrepris, est l'étude de la faisabilité de l'élimination des nitrates par adsorption sur un charbon actif préparé à partir des tiges de dattes.

Chapitre III

Partie expérimentale /Matériel et Méthodes

Introduction

Ce chapitre est consacré à la représentation du matériel et méthodes utilisées dans notre partie expérimentale. L'étude expérimentale de notre travail a été réalisée dans le laboratoire de Génie de la réaction de la faculté Génie Mécanique et Génie des Procédés de l'université d'USTHB.

Dans cette partie, nous avons travaillé par les conditions optimales qui a été étudié déjà permettant la préparation d'un charbon actif ayant un meilleur pouvoir d'adsorption des nitrates en solutions aqueuses à savoir : un taux d'imprégnation au $ZnCl_2$ égal à 1, une température de carbonisation de $500^\circ C$, et un temps de séjour dans le four de 2 heures [61] .

II.1 ETAPES DE SYNTHÈSE DU CHARBON ACTIF

II.1.1 Préparation de la matière première

Les tiges de dattes sont lavées abondamment à l'eau distillée, puis séchées à l'air libre, puis dans l'étuve à température $110^\circ C$ pendant 24 heures. Par la suite, elles ont été découpées en petits morceaux, broyées. Le broyat retenu, et conservées à l'abri de l'air et de l'humidité dans des flacons fermés hermétiquement.



Figure II.1 : Tiges de dattes lavées, séchées et broyées

II.1.2 Imprégnation par $ZnCl_2$

Dans cette étape, on a fixé un rapport d'imprégnation de 1, qui est le rapport de la masse de l'agent chimique sur la masse de l'adsorbant précurseur. La préparation a consisté à peser une quantité de $ZnCl_2$ et une autre des tiges de dattes broyées, qu'on a mélangé dans 100 ml de l'eau distillée, puis agité pendant 4 heures à une température de $60^\circ C$, la matière obtenue a été séchée dans l'étuve à $110^\circ C$ pendant 24 heures. Le mélange ainsi obtenu est conservé hermétiquement à sec à l'abri de la lumière et de l'humidité.



Figure II.2 : Tiges de dattes imprégnées au $ZnCl_2$

II.1.3 Carbonisation

Les tiges de dattes imprégnées au $ZnCl_2$, obtenu préalablement, subissent un traitement thermique qui permet la production du charbon actif, la procédure suivie est présentée dans ce qui suit:

- Peser la masse du matériau à carboniser, et l'introduire dans un tube cylindrique pouvant être introduit dans un four tubulaire (figure II.3).



Figure II.3: CAP imprégnées au $ZnCl_2$

- Introduire le tube ainsi rempli dans le four tubulaire,
- Actionner la température à $500^{\circ}C$ du four et programmer une augmentation de celle-ci de $10^{\circ}C/min$;
- Fixer la température de carbonisation choisie, une fois stabilisée, pendant une durée de 2 heures ;
- Arrêter la carbonisation, une fois le temps requis s'est écoulé;
- Laisser refroidir, ensuite récupérer le charbon activé obtenu et procéder à sa pesée (Figure II.4).



Figure II.4 : Dispositif de carbonisation

II.1.4 Lavage du carbonisât

Après avoir récupéré le charbon actif, on procède à son lavage, qui se fait en deux étapes distinctes, d'abord un lavage avec la solution d'acide chloridrique HCl 0,5N (1 g de charbon pour 25 ml de HCl) pendant 2 heures sous agitation, pour éliminer l'agent chimique résiduel et éventuellement les oxydes métalliques formés pendant le processus de carbonisation. Puis un lavage à l'eau distillée pour neutraliser le pH du charbon, cette étape est relativement lente et consomme beaucoup d'eau distillée, le pH est évalué à l'aide d'un pH-mètre. Après l'opération de lavage, le charbon actif est séché dans l'étuve à la température de 110°C pendant 24 heures. (Figure II.5)



Figure II.5 : Opérations de lavage, séchage du charbon actif

II.2 Traitement du charbon actif produit avec une solution de CTABr

Dans le cadre de cette étude nous avons choisi le plus commun des tensioactifs cationiques : le bromure de cetyltriméthylammonium (CTABr).

Le CTABr (le bromure de cetyltriméthylammonium) est un tensioactif cationique, ayant des caractéristiques spécifiques très intéressantes (voir l'annexe), il joue un rôle important dans l'amélioration du pouvoir adsorbant des charbons actifs, en augmentant les forces d'attraction à leurs surfaces.

Le protocole expérimental suivi pour le traitement du charbon actif consiste à introduire dans un réacteur à double parois (figure II.6) un volume de 100 mL d'une solution de CTABr de concentration 30 mmol/L et d'ajouter une masse de 1 g de charbon actif. La température du mélange a été fixée à 25 °C. Nous procédons à l'agitation magnétique du mélange avec une vitesse de 250 tr/min pendant 4 heures. Ensuite, la suspension est filtrée sur un papier filtre et le charbon actif traité est alors lavé avec de l'eau distillée jusqu'à la disparition totale de l'excédant du tensioactif en particulier les ions Br^- . Enfin, il est séché dans l'étuve à une température de 110°C pendant 24 heures.

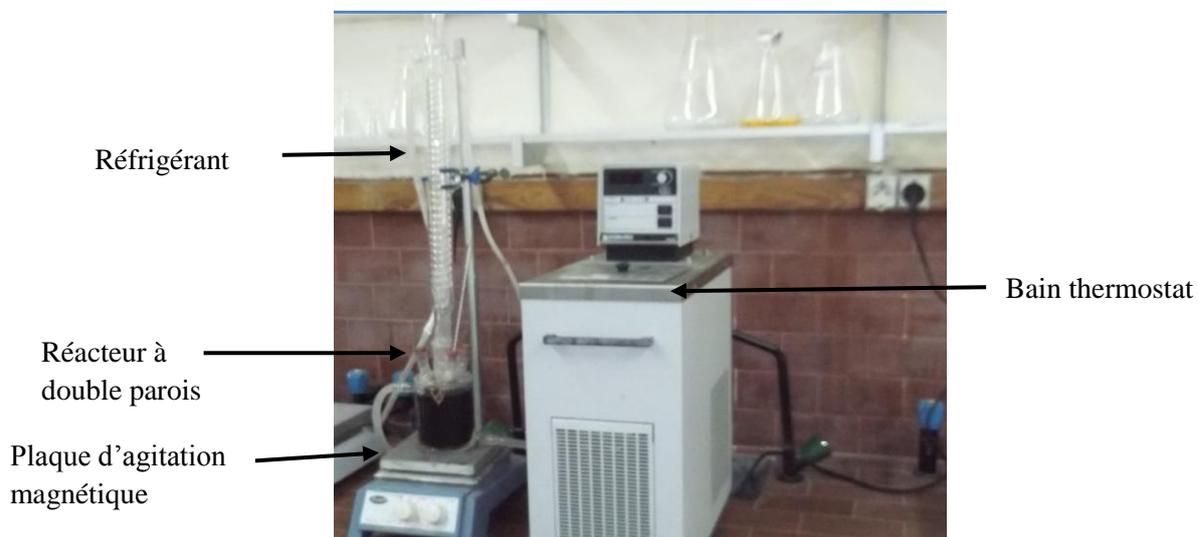


Figure II.6: Dispositif expérimental du traitement du CA avec CTABr

II.3 ADSORPTION DES NITRATES

II.3.1 Points de prélèvements des échantillons d'eau

Dans le cadre de cette étude, on effectuée un échantillonnage dans la région de Réghaia, (Réghaia plage), qui montre les analyses, la teneur en nitrates dépasse largement la norme de potabilité de L'OMS (50 mg /l), nous avons $[\text{NO}_3^-]$ égale a 152 mg /l.

II.3.2 Essais d'adsorption

Les essais d'adsorption des nitrates sur le charbon actif synthétisé sont effectués en mode batch. Les expériences consistent à mettre en contact la solution avec le solide (charbon actif) en suspension dans un bécher de capacité d'un litre et de procéder à l'agitation magnétique de l'ensemble (250) tr/min à une température et pH constants pendant 60min. Effectuer des prélèvements de la solution à des intervalles de temps réguliers, Les solutions prélevées ont été filtrées pour être analysées par la méthode de dosage des nitrates donnée en annexe. L'équipement utilisé à cet effet est représenté sur la figure II.7.

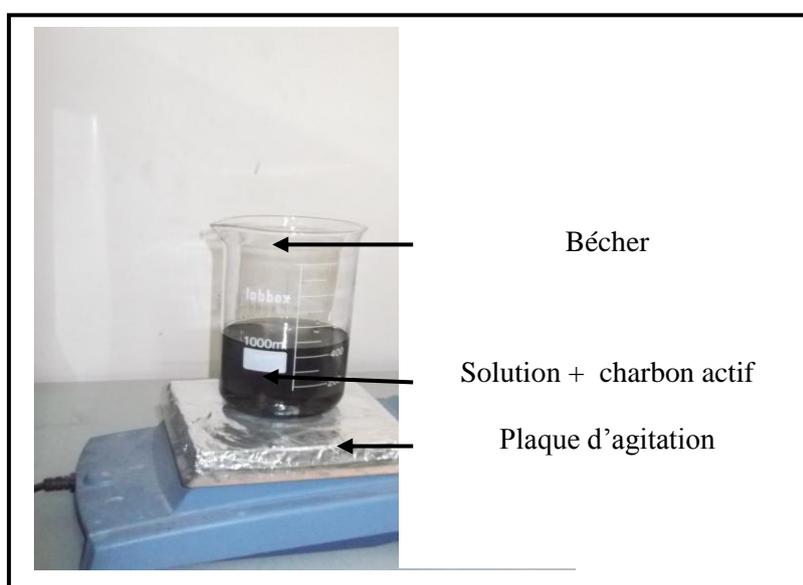


Figure II.7 : Dispositif expérimental

La capacité d'adsorption et le rendement d'élimination sont calculés par ces deux formules :

$$q = \frac{C_0 - C_t}{m} \cdot V \quad (1)$$

$$R = \frac{C_0 - C_t}{C_0} * 100 \quad (2)$$

Avec :

q : capacité d'adsorption (mg/g) ;

R : Rendement de l'élimination des nitrates (%) ;

V : Volume de la solution (L) ;

m : Masse de l'adsorbant (g) ;

C_t : Concentration résiduelle de l'anion nitrate à l'instant t (mg/L);

C_0 : Concentration initiale de l'anion nitrate (mg/L)

Chapitre III

Résultats et Interprétation

Avant d'entreprendre l'étude de l'adsorption des nitrates sur les charbons actifs synthétisés, nous avons d'abord donné dans ce chapitre quelques caractéristiques sur l'eau à traitée et sur le charbon actif synthétisé. La caractérisation de charbon actif à été faite par la méthode microscopie électronique à balayage pour l'observation de la topologie de surface et la spectroscopie infrarouge pour la détermination des fonctions de surfaces, et dans cette partie, nous résumons nos résultats expérimentaux ainsi que leurs interprétations.

III.1 CARACTERISATION DE L'EAU

au utilisée dans cette étude pour être traitée provient de la région de Reghaia de l'est d'Alger et précisément de Reghaia plage, c'est une eau de source souterraine qui rovient du la montagne et qui déverse dans la mer.



Figure III.1 : Photo de source d'eau

D'après le tableau III.1, on constate que la plupart des paramètres sont dans la norme, sauf l'élément nitrate qui dépasse la norme plus que le double. La région de ragmaia est une région agraire d'où l'utilisation des engrais chimiques pour la bonne fertilisation, ces engrais s'infiltré dans les couches de sol jusqu'à arriver au nappe phréatique, d'où la présence des nitrates dans les eaux souterrains, ce qui rend cette eau non potable qui doit être traitée.

Tableau III.1 : Caractérisation de l'eau de Reghaia plage

Paramètre	Unité	Valeur	Norme
pH	-	7,39	6,5-8,5
TAC (Alcalinité complète)	F°	150	Teneur en HCO ₃ ⁻
TH Dureté	F°	33,8	15-25
TDS (totale dessus solide)	mg/L	1027	1500
Conductivité	µs/cm	1465	2800
Turbidité	NTU	0.29	Inferieure a 1
Sulfates (SO ₄ ⁻²)	mg/l	175	250
Chlorure	mg/l	191.7	500
Nitrates (NO ₃ ⁻)	mg/l	152	50

III.2 CARACTERISATION STRUCTURALE DU CHARBON ACTIF

III.2.1 Analyse par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage rend compte de l'état de surface d'un matériau. La grande profondeur du champ optique de cet appareil permet une excellente compréhension de la morphologie, pour cela nous avons utilisé un microscope de type JEOL-JSM 6083 (voir l'annexe), qui a permis d'avoir les clichés illustrés dans la figure III.2.

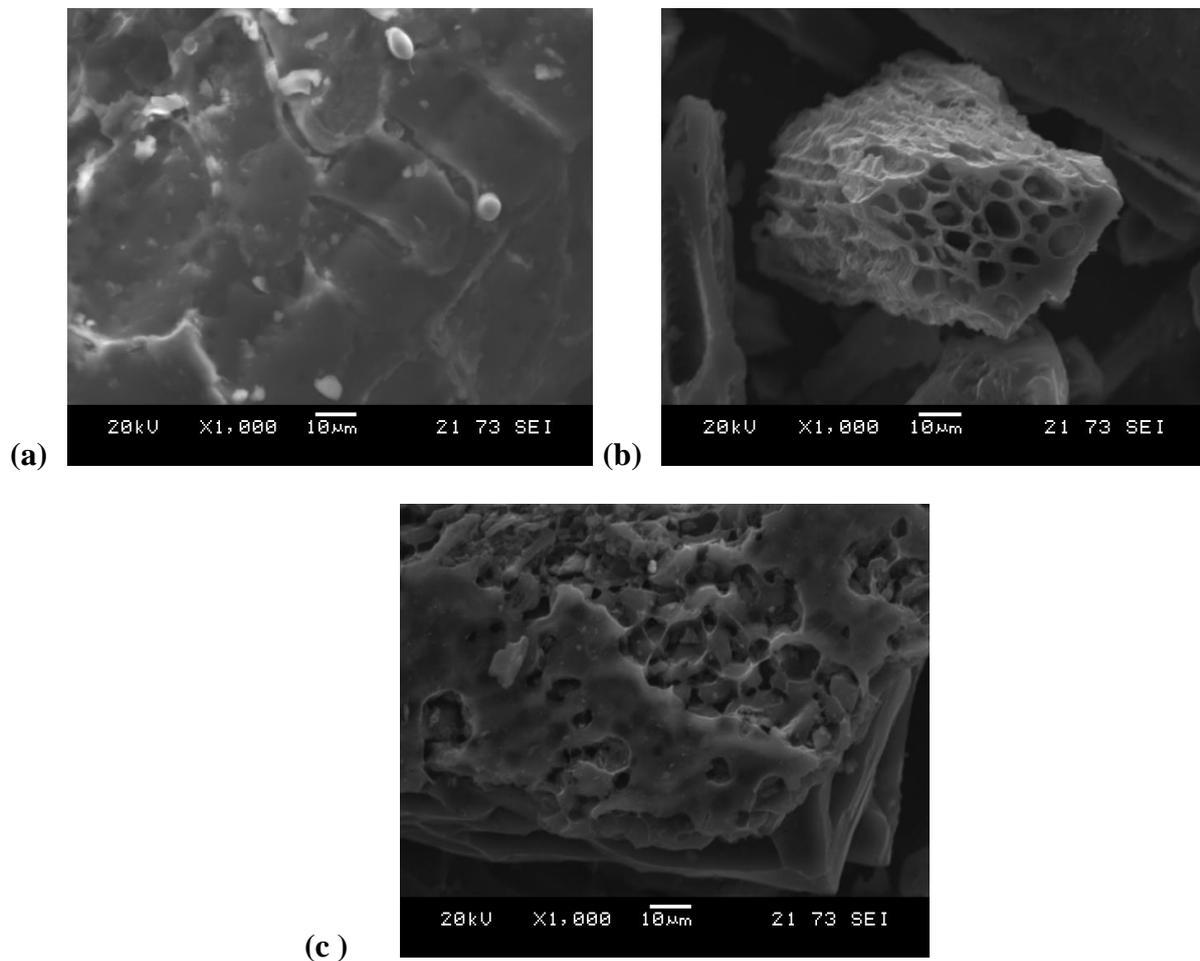


Figure III.2 : Images MEB pour : **a** :T.D.B , **b** : C A/ ZnCl₂ , **c** : C A/ ZnCl₂ + CTABr avant l'adsorption NO₃⁻.

La morphologie des tiges de dattes brutes et celles des charbons actifs préparés sans et avec traitement au CTABr est représentée sur la figure III.2. Il est clair que la texture des tiges de dattes a complètement changée et que les charbons actifs produits présentent une texture poreuse très développée constituée de cavités et de pores de tailles et de formes différentes.

III.2.2 Analyse par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

L'analyse des fonctions de surfaces a été réalisée par spectroscopie infra rouge à l'aide d'un Spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) montré en annexe.

L'analyse effectuée avant adsorption des nitrates des échantillons suivants : tiges de dattes brutes, CA sans CTABr et CA traité avec CTABr permet l'identification de groupements chimiques existants à la surface de l'échantillon, grâce à la vibration de la liaison qui se manifeste par une bande d'adsorption à qui correspond une longueur d'onde qui varie d'une fonction à une autre. Les résultats de cette analyse ainsi obtenus sont présentés sur les figures III.3, III.4 et III.5.

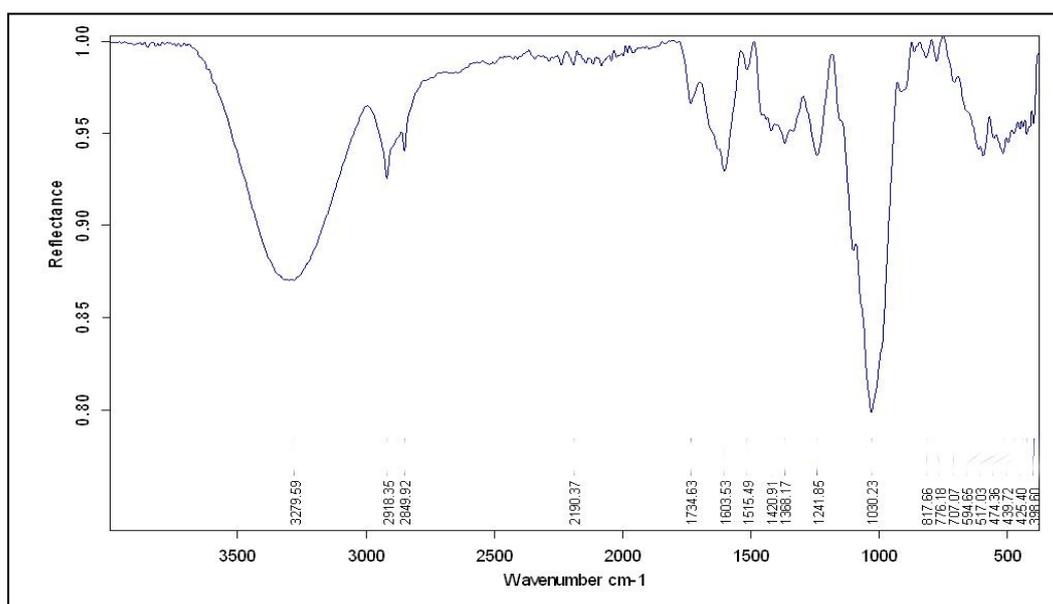
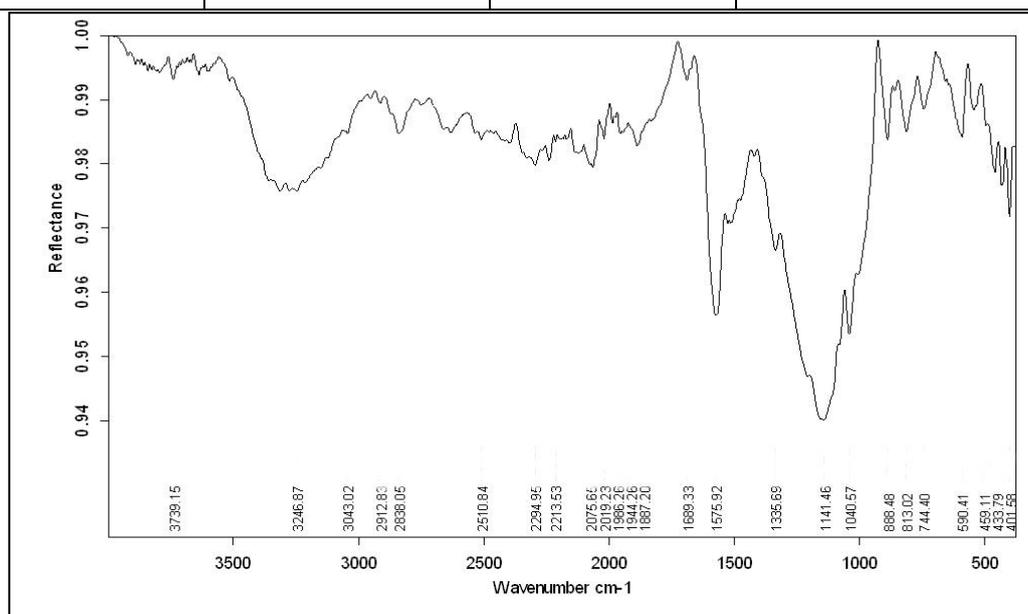


Figure III.3 : Spectre FTIR de tiges de dattes brutes

Le tableau III.2 regroupe les groupements fonctionnel possibles présents à la surface du des tiges de dattes brutes correspondants aux bandes d'adsorption du spectre infrarouge

Tableau III.2 : Identification du spectre infrarouge des tiges de dattes brutes

Bande d'adsorption (cm ⁻¹)	Vibration de la liaison	L'intensité du pic d'adsorption	Identification probable du groupement
3279,59	O-H	Forte	acide carboxylique (cellulose, lignine)
2918,35	C-H (asymétrique)	Moyenne	Aliphatique
2849,92	C-H (symétrique)	Faible	Aliphatique
1734,63	C=O	Faible	Acide carboxylique, cétones
1603,53	C=C	Moyenne	Cycles aromatiques, alcènes
1420,91-1241,85	CH ₂ , CH ₃ (déformation angulaire)	Moyenne	Radicaux alkyles
1030,23	C-O	Très forte	Alcools
817,66-707,07	C-C	Faible	Aliphatiques
594,65	C-H (déformation angulaire)	Moyenne	Aliphatiques

**Figure III.4** : Spectre FTIR de CA sans CTABr

Les principaux groupements fonctionnels identifiés sur le spectre ci-dessus sont regroupés dans le tableau III.3

Tableau III.3 : Identification du spectre infrarouge du charbon actif sans CTABr

Bande d'adsorption (cm ⁻¹)	Vibration de la liaison	L'intensité du pic d'absorption	Identification probable du groupement
3246,87	O-H	Moyenne	Acide carboxylique
2912,83	C-H (asymétrique)	Faible	Aliphatique
2838,05	C-H (symétrique)	Faible	Aliphatique
1734,63	C=O	Faible	acide carboxyliques, cétones
1575,92	C=C	Forte	Aliphatique et aromatique
1335,65	CH ₂ , CH ₃ (déformation angulaire)	Moyenne	Aliphatique
1141,46-1040,57	C-O	Forte	Alcool
433,79	O-Zn	Faible	Due au traitement par ZnCl ₂

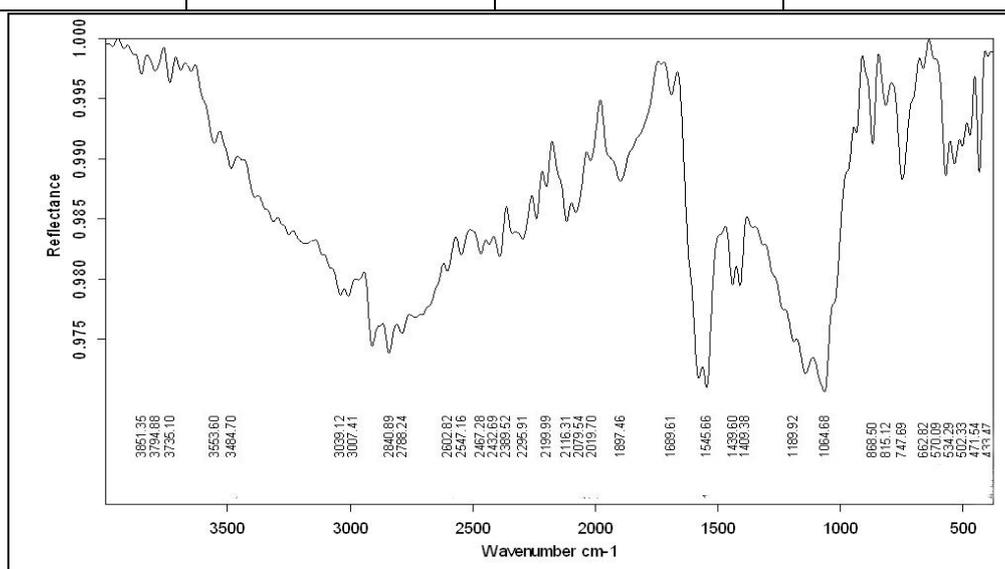


Figure III.5: Spectre FTIR du CA traité avec CTABr

Tableau III.4 : Identification du spectre infrarouge du charbon actif avec CTABr

Bande d'adsorption (cm ⁻¹)	Vibration de la liaison	L'intensité du pic d'adsorption	Identification probable du groupement
3553,60-3484,7	N-H (RNH ₂)	Moyenne	Amines, amides
3039,12-3007,41	=C-H	Faible	Alcènes
2840,89-2788,24	C-H	Moyenne	Aldéhydes
2116,31-2019,7	C≡C	Moyenne	Alcynes
1545,66	N-H (déformation)	Moyenne	Amides
1335,65	CH ₂ ,CH ₃ (déformation angulaire)	Moyenne	Aliphatique
1189,92-1064,68	C-O	Forte	Alcool
868,5	C-C	Faible	Aliphatique
747,69	C-Br	Moyenne	Halogènes
590,41	C-H (déformation angulaire)	Faible	Aliphatique
433,47	O-Zn	Faible	Due au traitement par ZnCl ₂

Les spectres infrarouges des trois matériaux examinés présentent les mêmes groupements de surface seulement l'intensité qui diffère. Par ailleurs, nous notons également l'apparition des nouvelles bandes d'adsorption correspondant aux nouveaux groupements fonctionnels (O-Zn pour le CA non traité au CTABr, N-H, C-Br pour le CA traité au CTABr), selon le traitement préalablement subi par le matériau de départ.

III.2.3 Caractérisation physicochimique et l'analyse élémentaire du CA traité au CTABr

L'analyse physicochimique du charbon actif produit dans cette étude, indique une humidité de 0,11%, ce qui prouve un séchage efficace du charbon actif. Par ailleurs, le pH piézométrique du CA déterminé est de l'ordre de 4, ce qui renseigne sur la présence de fonctions acides à la surface du CA comme les groupements carboxyliques, phénoliques, carbonyles et les lactones.

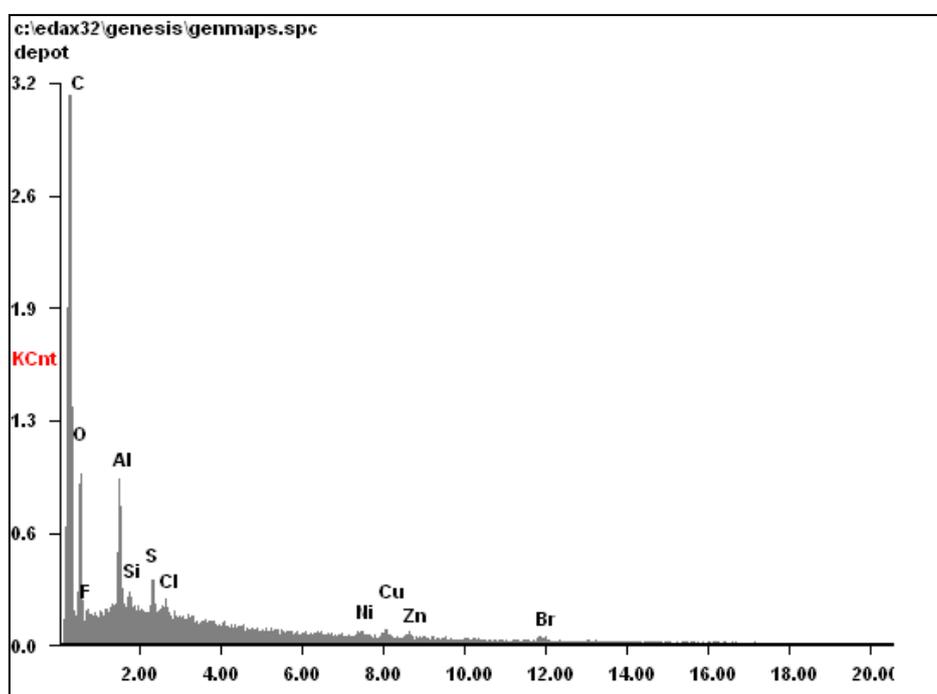


Figure III.6: Spectre EDX des éléments détectés pour le charbon actif traité avec CTABr

Tableau III.5 : Composition chimique du charbon actif traité avec CTABr

Élément	C	O	F	Al	Si	S	Cl	Ni	Cu	Zn	Br
Pourcentage massique (%)	88,15	8,51	0,61	0,76	0,12	0,2	0,09	0,22	0,31	0,22	0,81

Par ailleurs, l'analyse élémentaire du charbon actif élaboré, illustrée dans le tableau III.5 révèle une composition majoritaire en carbone (88,99%). La composition non négligeable de l'oxygène démontre la présence de groupements fonctionnels oxygénés sur la surface. Nous notons également la présence de quelques éléments minéraux sous formes de traces.

III.3 ADSORPTION DES NITRATES SUR LE CAP TRAITE A CTABr

Le but de cette partie d'étude est d'étudier l'influence de certains paramètres opératoires sur la capacité d'adsorption et le rendement d'élimination des nitrates. Les paramètres envisagés sont :

- La masse de l'adsorbant ;
- Le pH du milieu ;
- La température.

III.3.1 Etude paramétrique

III.3.1.1 Effet de temps de contact

Des expériences d'adsorption ont été réalisées pour différents temps de contact (de 0 mn à 120mn) et ce dans l'objectif de déterminer le temps nécessaire à l'obtention de l'équilibre. Les expériences d'adsorption ont été réalisées dans les conditions opératoires suivantes :

- Masse de l'adsorbant0.5 g
- Concentration initiale de NO_3^- 152 mg/L
- pH de la solution 7.38
- Volume de la solution 1L
- Vitesse d'agitation fixe..... 250 tr/min
- Température 25 °C

Nous avons représenté sur la figure III.7 effet de la capacité d'adsorption et le rendement d'élimination des nitrates en fonction du temps de contact.

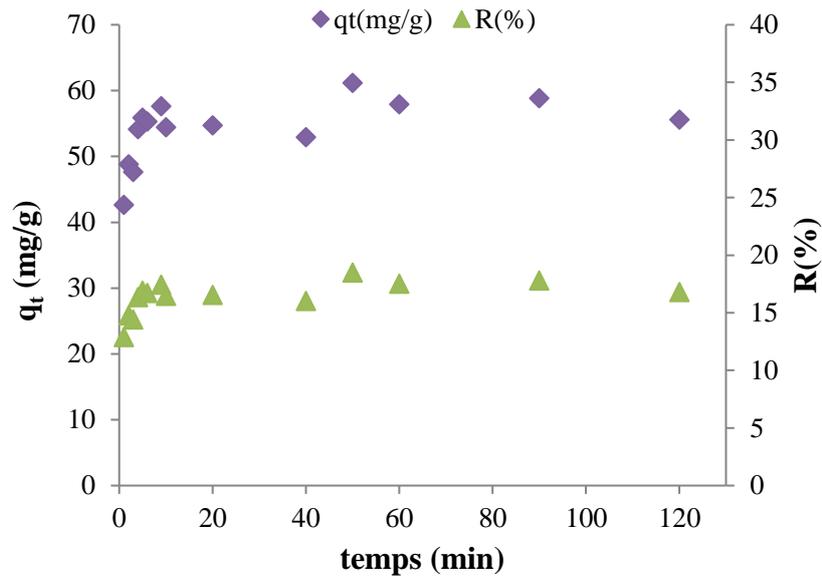


Figure III.7: Effet de la capacité d'adsorption et le rendement d'élimination des nitrates en fonction du temps de contact ($m = 0.5g$ $C_0 = 152mg/l$, $pH = 7,38$, $T = 25^\circ C$.)

Nous considérons d'après la figure III.7 que l'adsorption de nitrates sur le charbon actif est un processus rapide, puisque on obtient un temps d'équilibre avoisinant de 5 min. Au-delà la quantité adsorbée reste pratiquement constante jusqu'à 120 min de réaction. Dans la suite de notre étude, nous travaillerons avec un temps de 60min.

III.3.1.2 Effet de la dose de l'adsorbant

Dans cette étude, nous avons examiné l'influence de la masse de l'adsorbant sur la capacité de l'adsorption des nitrates sur le charbon actif. Les essais de l'adsorption ont été réalisés en considérant des masses de l'adsorbant de 0.5, 1,2, 3,4, 5, 6 et 8g/L et en maintenant les autres paramètres opératoires constants :

- Concentration initiale de NO_3^- 152 mg/L
- pH de la solution7.38
- Volume de la solution1 L
- Vitesse d'agitation fixe.....250 tr/min
- Température 25 °C
- Temps de contact.....60 minutes

Les résultats obtenus sont illustrés par les figures III.8.

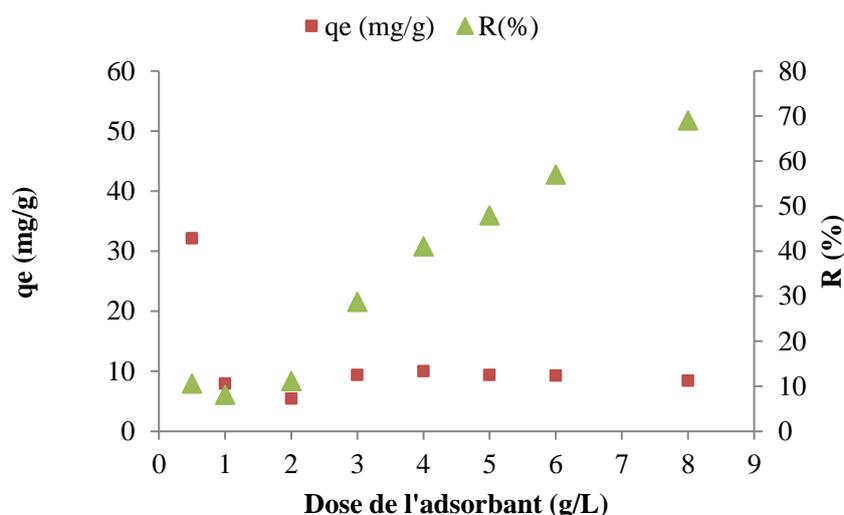


Figure III.8 : Effet de la capacité d'adsorption et le rendement d'élimination des nitrates en fonction de la dose de l'adsorbant ($C_0 = 152\text{mg/l}$, $\text{pH} = 7.38$, $T = 25^\circ\text{C}$).

La figure III.8 montré que le rendement augmente dans le sens inverse que la capacité d'adsorption des nitrates, avec l'augmentation de la masse de charbon actif, du à l'augmentation dû nombre des sites disponibles, un meilleur rendement est obtenu 70% pour une masse de 8 g/L du charbon actif.

III.3.1.3 Effet du pH

Le pH est un facteur qui joue un rôle très important dans le mécanisme de l'adsorption. Il s'agit sur le comportement chimique de la surface de l'adsorbant, donc sur la nature et le nombre des groupements fonctionnels disponibles pour la fixation des ions. Nous avons étudié l'effet du pH sur la capacité d'adsorption et sur le rendement d'élimination des nitrates, les valeurs du pH considérées sont 2, 3, 5, 7 et 10. Les autres paramètres sont maintenus constants comme suit:

- Masse de l'adsorbant5g
- Concentration initiale de NO_3^- 152 mg/L
- Volume de la solution1L
- Vitesse d'agitation fixe..... 250 tr/min
- Température 25 °C
- Temps du contact.....60 minutes

Ajuster à l'aide de la micropipette le pH des solutions avec la solution HCl pour obtenir les pH acides 2, 4, 5 et avec la solution NaOH pour les pH basiques 8, 10.

Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure III.9

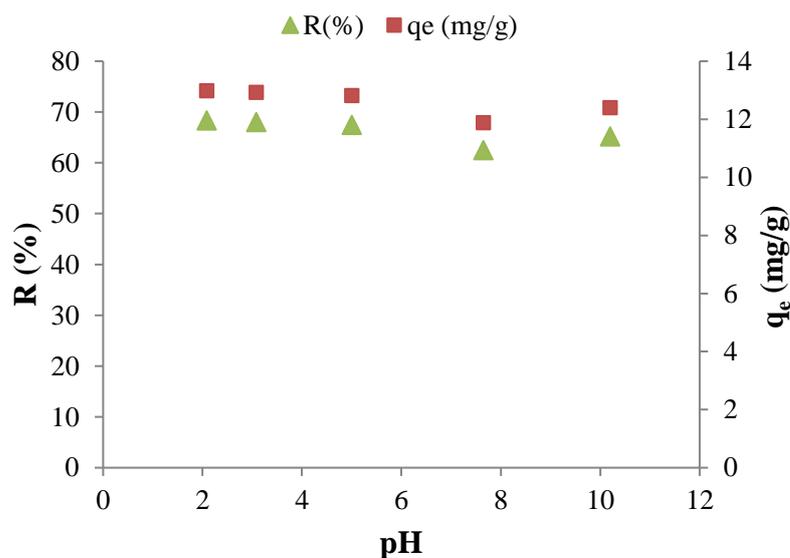


Figure III.9 : Effet de la capacité d'adsorption et le rendement d'élimination des nitrates en fonction du PH ($m = 5\text{g}$, $C_0 = 152\text{mg/l}$, $T = 25^\circ\text{C}$).

Nous remarquons d'après la figure III.9 que le pH de la solution n'a pas influé sur la capacité d'adsorption et aussi le rendement d'élimination de l'adsorption des nitrates sur le charbon actif. Nous enregistrons un rendement de 68 % pour le pH égal à 2.

III.3.1.4 Effet de la température

Pour observer l'effet de la température sur l'adsorption des nitrates par le charbon actif, les expériences ont été faites à différentes températures (10, 25, 40 et 50°C), et les autres conditions de l'expérience sont :

- Masse de l'adsorbant5g
- pH de la solution7.38
- Volume de la solution1 L
- Vitesse d'agitation fixe.....250 tr/min
- Temps de contact..... 60 minutes

Les résultats obtenus sont représentés sur la figure III.10.

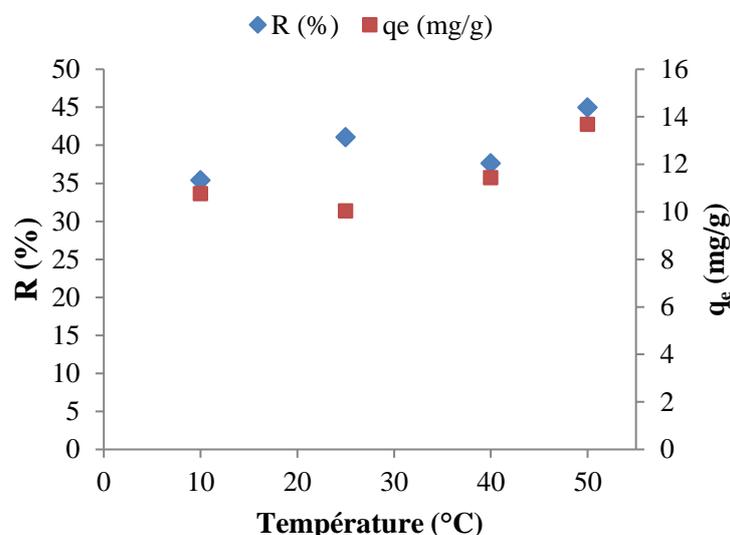


Figure III.10 : Effet de la capacité d'adsorption et le rendement d'élimination des nitrates en fonction de la température ($m = 5\text{g}$, $C_0 = 152\text{mg/l}$, $\text{pH} = 7,38$).

La représentation graphique de la capacité d'adsorption des nitrates et le rendement d'élimination sur le charbon élaboré montre une faible augmentation avec la température, ce qui signifie que de cette adsorption n'a pas une influence par la température. Les principales valeurs obtenues sont regroupées dans le tableau III.6.

Tableau III.6 : Capacité d'adsorption et rendement d'élimination des nitrates pour les différentes températures.

Température (°C)	Capacité d'adsorption (mg/g)	Rendement d'élimination (%)
10	11,037	35,40
25	9,264	43,5
40	12,005	38,20
50	13,14	44,97

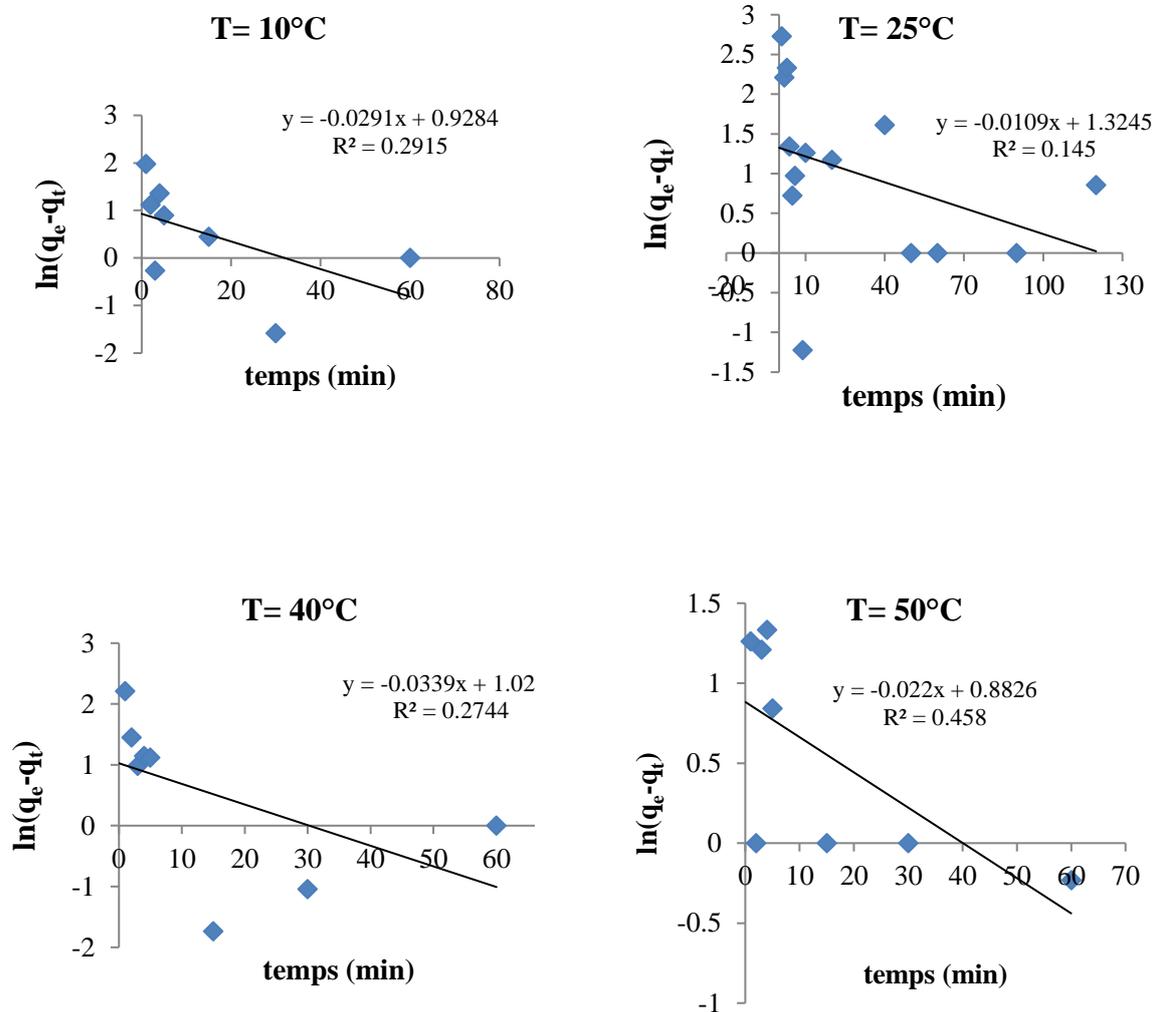
III.3.2 ETUDE CINETIQUE

III.3.2.1 Modèle du Pseudo Premier Ordre

Constante de vitesse de l'adsorption

La constante de vitesse k_1 est obtenue par l'équation du pseudo premier ordre :

$$\log(q_e - q_t) = \log q_e - \frac{k_1 t}{2.3} \tag{1}$$



$q_e - q_t$

températures (m = 5g, $C_0 = 152\text{mg/l}$, pH = 7,38).

Les coefficients de corrélations obtenues sont faibles, ce qui nous permet de conclure que le modèle du pseudo premier ordre n'est pas en accord avec l'expérience.

III.3.2.2 Modèle du Pseudo Second Ordre

Constante de vitesse de l'adsorption

La constante de vitesse k_2 est obtenue par l'équation du pseudo second ordre :

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad (2)$$

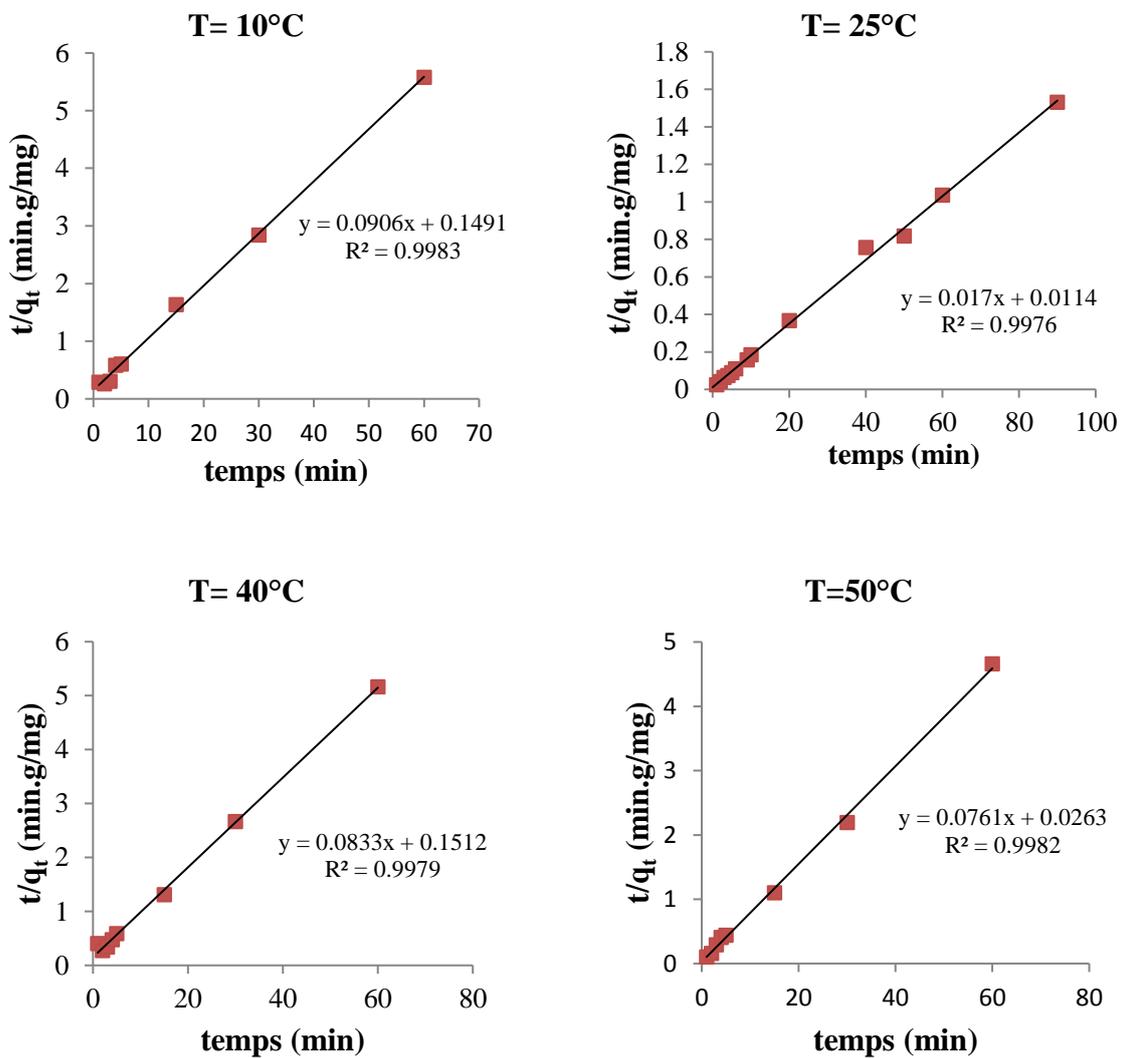


Figure III.12 : Représentation t/q_t en fonction du temps pour différentes températures

($m = 5\text{g}$, $C_0 = 152\text{mg/l}$, $\text{pH} = 7,38$).

Les paramètres cinétiques déterminés pour modèle du pseudo second ordre sont regroupés dans le tableau III.7

Tableau III.7 : Paramètres Cinétiques de modèle du pseudo second ordre

T°C	k_2 (g/min.mg)	q_e (mg/g)	q_{exp} (mg/g)	R^2
10	0,055	11,037	10,764	0,9983
25	0,025	58,82	57,94	0,9976
40	0,046	12,005	11,617	0,9979
50	0,22	13,14	13,676	0,9982

Le résultat obtenu pour la modélisation cinétique indique que l'adsorption des nitrates sur le charbon actif élaboré suit la cinétique du pseudo second ordre, avec un coefficient de régression R^2 de l'ordre 0,99 pour les différentes températures.

III.3.4 Modèle basés sur la diffusion moléculaire

III.3.4.1 Modèle de diffusion Intra Particulaire

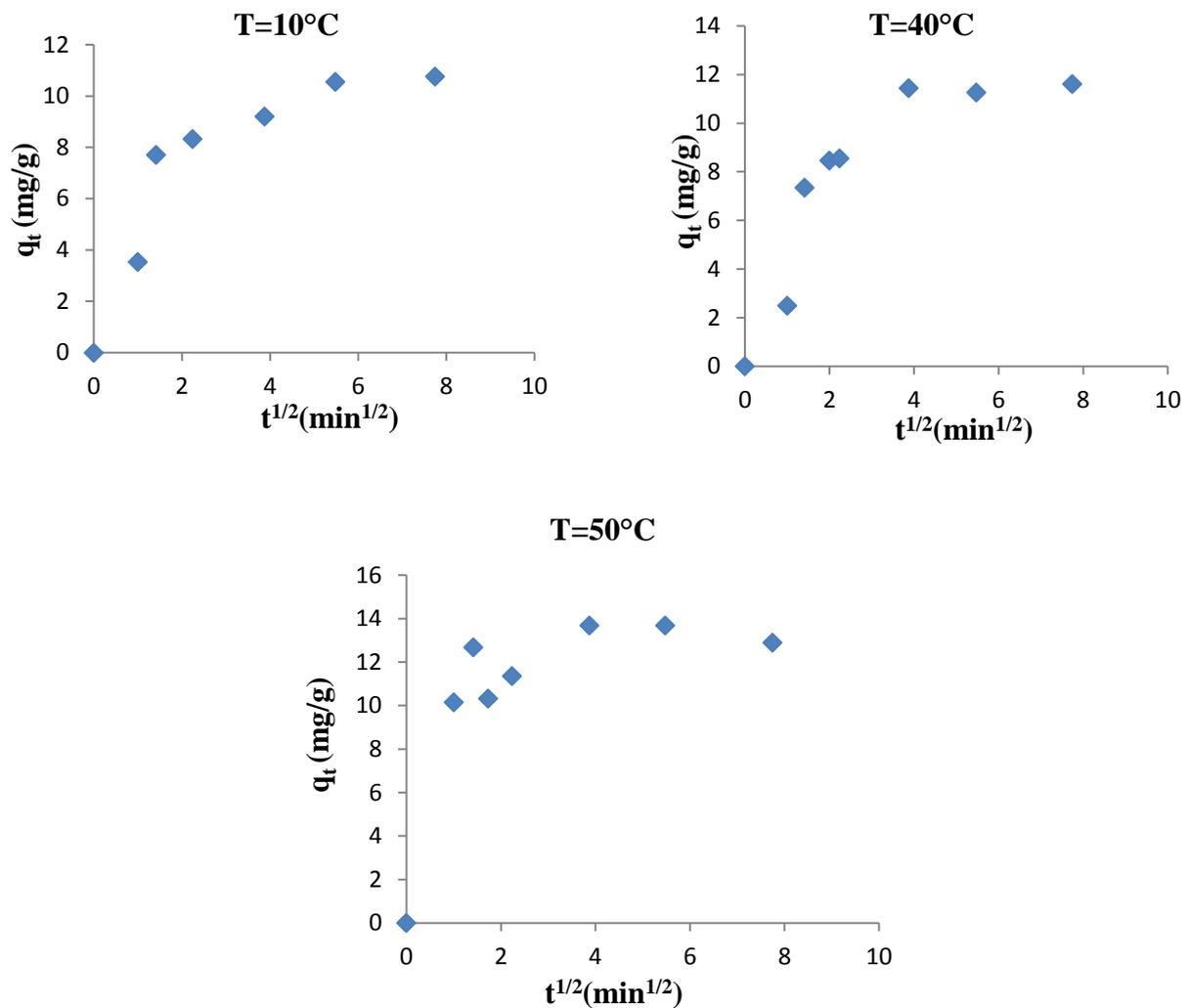
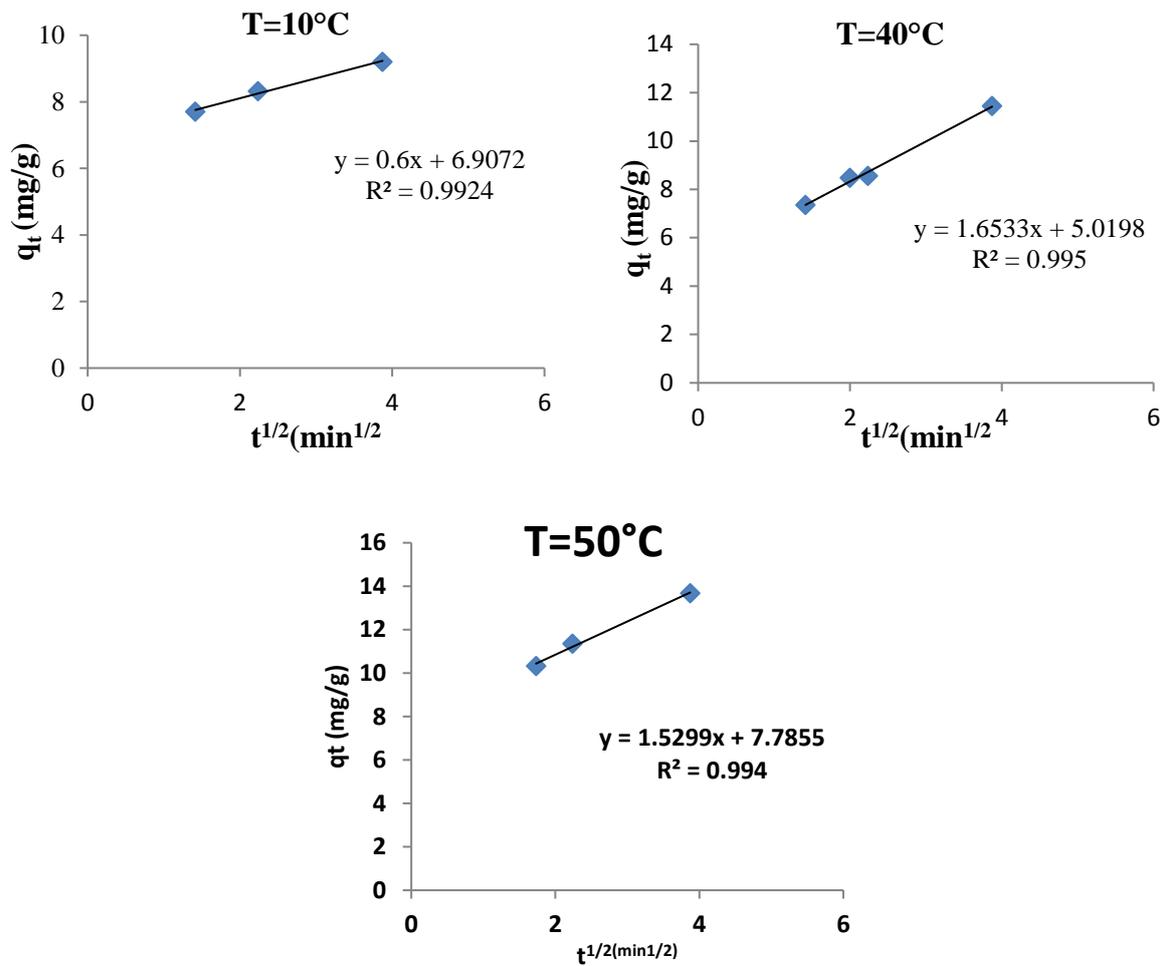
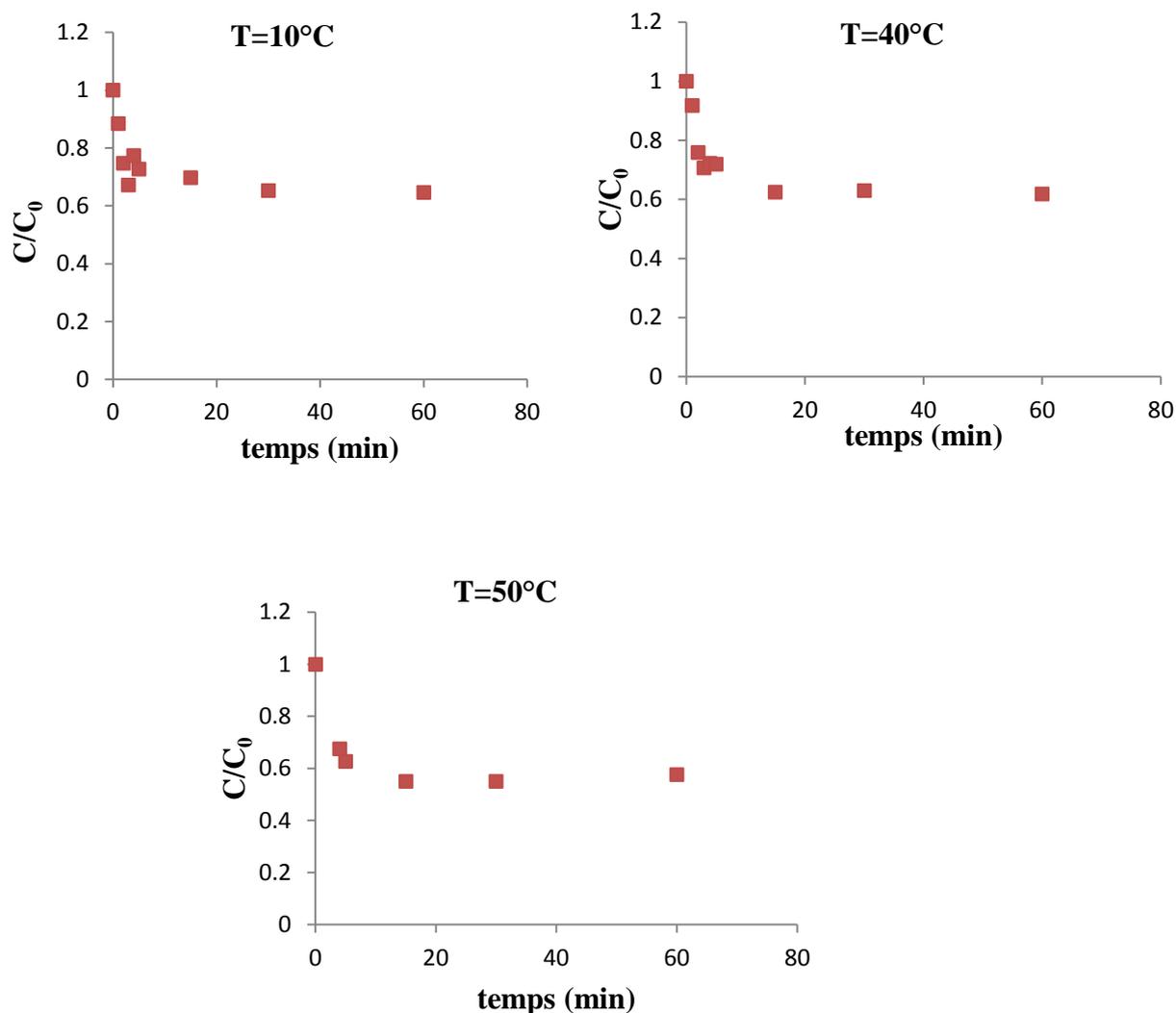


Figure III.13 : Evolution de q_t en fonction de $t^{0,5}$

La représentation de q_t en fonction de $t^{0,5}$ peut présenter deux portions linéaires indiquant que le phénomène d'adsorption est régit par deux étapes.

Formes linéaires modèle de diffusion intra Particulaire

**Figure III.14** : Formes linéaires de modèle de diffusion intra Particulaire

III.2.4.2 Modèle de diffusion Externe**Figure III.15 :** Evolution de C_t/C_0 en fonction de t (min)

Les résultats des paramètres des modèles de transfert de matière ont été résumés dans le tableau III.8.

Tableau III.8 : Paramètres des modèles de transfert de matière

Model	Transfert de matière externe		Transfert de matière intra particulaire		
	βS (min^{-1})	R^2	K_d ($(\text{mg/g min}^{0,5})$)	A	R^2
10	0,1267	0,997	0,6	6,9	0,992
40	0,1209	0,967	1,653	5,019	0,995
50	0,07	0,995	1,529	7,785	0,994

D'après les résultats obtenus, nous remarquons que les valeurs de βS sont presque identiques, ce qui indique que l'augmentation de la température n'influe pas sur le transfert de matière externe.

III.4 ETUDE LA CINETIQUE DE DESORPTION

Dans cette partie d'expérience nous avons récupéré le charbon actif de la première partie de l'adsorption par filtration en papier filtre et séchées dans l'étuve pendant 24 heures à 60 °C, et conservées à l'abri de l'air et de l'humidité dans des flacons fermés hermétiquement.

III.4.1 Effet de l'agent chimique

Dans cette étude, nous avons examiné l'influence de l'agent chimique sur la capacité de la désorption des nitrates par le charbon actif. Les essais de désorption ont été réalisés en mode batch considérant des différents agents chimiques : H₂O, NaCl, KCl, Na₂SO₄, Na₂SO₃, NaOH, HCl (0.1N) et en maintenant les autres paramètres opératoires constants :

- Masse de charbon.....0,1 g
- Volume de la solution100 mL
- Vitesse d'agitation fixe..... 250 tr/min
- Température 25 °C
- Temps de contact..... 60 minutes

Le pourcentage de désorption sont calculés par l'équation suivante :

$$\% \text{ désorption} = \frac{\left(\frac{\text{Concentration désorbé}}{\text{masse}} \right) * v}{\left(\frac{C_0 - C_e}{\text{masse}} \right) \text{adsorbé} * v} * 100 \quad (8)$$

Les résultats obtenus sont portés sur la figure III.16.

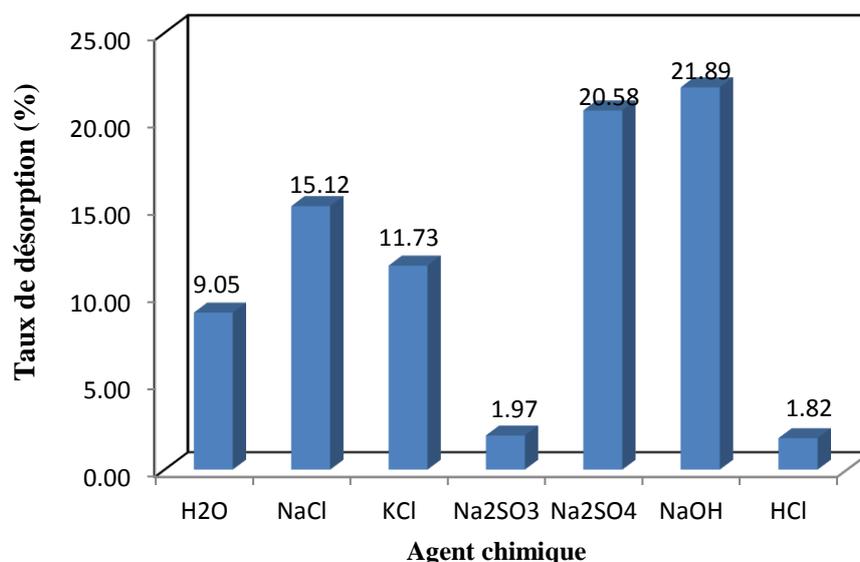


Figure III.16 : Effet de l'agent Chimique.

D'après la figure III.16 nous constatons que le meilleur agent chimique est le NaOH avec un pourcentage de désorption de 22% par rapport aux autres agents chimiques.

III.4.1.1 Cinétique de désorption

Afin d'évaluer le temps de contact suffisant pour l'établissement de l'équilibre de désorption, nous avons travaillé dans ces conditions opératoires :

- Masse de l'adsorbant0, 5 g
- pH de la solution 12,55
- Volume de la solution de NaOH (0,1N)500mL
- Vitesse d'agitation fixe..... 250 tr/min
- Température25 °C
- Temps de contact..... 60 minutes

Les résultats relatifs à l'évolution du taux de désorption des nitrates en fonction de temps sont présentés sur la figure III.17.

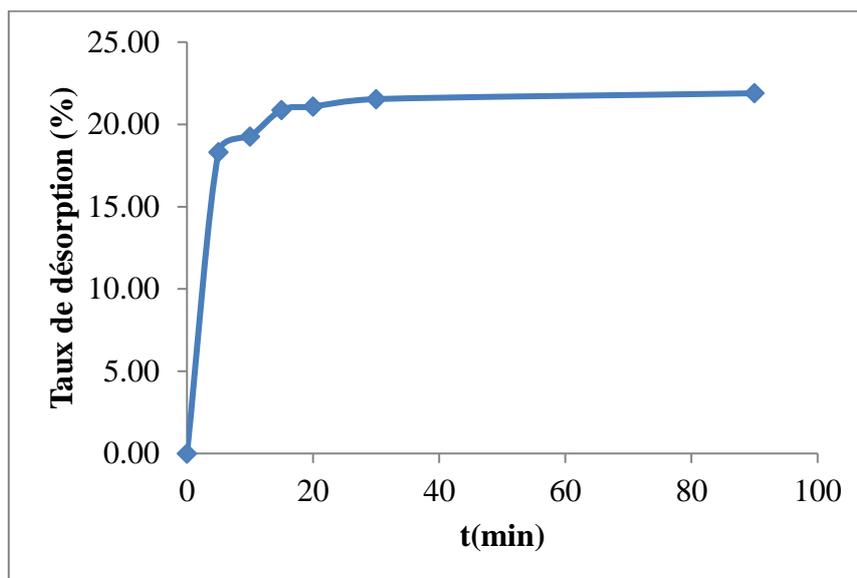


Figure III.17 : Evolution du taux de désorption des nitrates en fonction de temps

(m=0, 5g, pH=12,55, T=25 °C.)

La représentation graphique de l'évolution du taux de désorption des nitrates en fonction de temps sur le charbon élaboré montre une augmentation de taux de désorption jusqu'à 20 min avec un pourcentage de 22%.

III.4.1.2 Effet de la concentration de NaOH sur la désorption

Pour examiner l'influence de la concentration de NaOH sur la désorption des nitrates par le charbon actif traitée, nous avons réalisé une série d'expériences pour des concentrations de NaOH : 0,01 ; 0,025 ; 0,05 ; 0,1 ; 0,25 ; 0,5 et 1N. Les autres conditions opératoires ont été maintenues constantes :

- Masse da charbon actif 0,05 g
- Volume de la solution50 ml
- Vitesse d'agitation250 tr/min
- Température25 °C
- Temps de contact60 minute

Les résultats obtenus sont illustrés par la figure III.18.

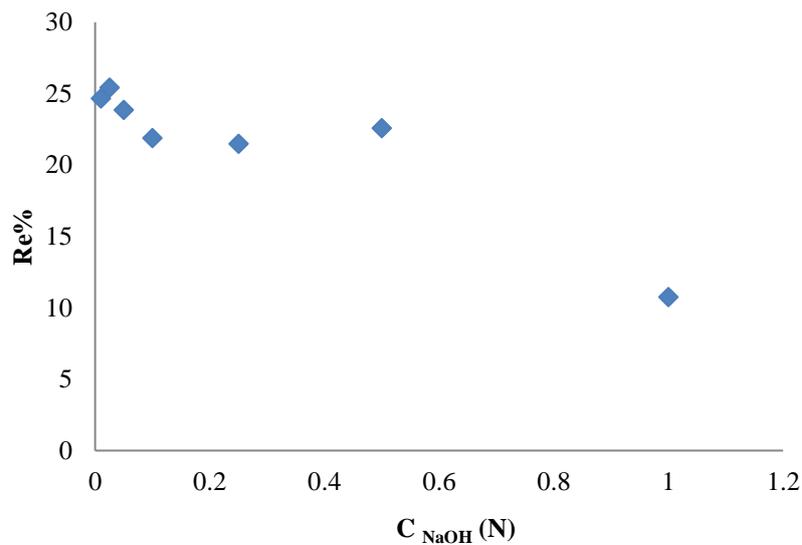


Figure III.18 : Rendement de désorption des nitrates en fonction de la concentration de NaOH ($m=0,05\text{g}$, $\text{pH}=5,9$, $T=25\text{ }^\circ\text{C}$.)

D'après la figure III.18 on remarque que l'effet de concentration de NaOH sur la désorption des nitrates par le charbon actif traité pas très importants, la désorption elle est favorable pour les faibles concentrations de NaOH.

Conclusion

Il ressort des résultats de la préparation et de l'étude des propriétés physico-chimiques et structurales du charbon actif ainsi que de celle de la capacité d'adsorption que ce dernier pourrait être considéré comme un matériau prometteur qui peut être utilisé en tant qu'adsorbant efficace pour l'élimination de nombreux polluants.

Conclusion générale

Conclusion Générale

Conclusion Générale

L'étude réalisée dans ce travail concerne l'élaboration d'un charbon actif issu d'un matériau d'origine végétale qui les tiges de dattes, en vue l'utiliser dans l'élimination des nitrates par adsorption.

Nous avons obtenus les résultats suivant:

- La caractérisation du charbon actif au microscope électronique à balayage a montré un développement important de pores et l'analyse des spectres infrarouges permet l'identification de groupements chimiques existants à la surface de l'échantillon, grâce à la vibration de la liaison qui se manifeste par une bande d'adsorption à qui correspond une longueur d'onde.
- Etude paramétrique de l'adsorption des nitrates sur le charbon actif synthétisé, les facteurs influençant l'adsorption, tels que le temps de contact, la variation de la température, la variation de la masse du charbon, et l'effet de pH. Les résultats suivants on été observés :
 - ✓ L'équilibre et atteint au bout de 5 minute de contact.
 - ✓ L'effet de la masse de l'adsorbant a révélé qu'une concentration de 8 g/l de charbon actif pour une bonne l'élimination de nitrates avec un rendement de 70%.
 - ✓ La température et le pH n'a pas influé sur la capacité d'adsorption des nitrates sur le charbon actif.

L'étude cinétique nous a permis de confirmer que le modèle du pseudo-second-ordre est celui qui décrit mieux le processus d'adsorption des nitrates sur le charbon actif avec de coefficients de corrélation proches de 1. Les coefficients de transfert de matière externe et les coefficients de transfert de matière intra particulaire sont également évalués dans cette étude.

Par ailleurs, l'étude de désorption n'est pas encourageante puis le pourcentage de désorption de nitrate par le charbon ne dépasse pas 22 %.

Conclusion Générale

En fin, les résultats obtenus lors de cette étude confirment l'intérêt technique et économique du procédé d'adsorption sur le charbon actif préparé à partir d'un matériau abondant et accessible comme les tiges de dattes. Dans le cadre des études de recherche, des perspectives à l'avenir sont envisageables surtout pour faire :

- ↳ Une étude Hydrodynamique.
- ↳ Une application à l'échelle industrielle au niveau des stations de traitement des eaux.
- ↳ Une étude technico-économique du procédé de dépollution.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] A. Bengherbia, F. Hamaidi, R. Zahraoui, M. S. Hamaidi et S. Megateli. Impact des rejets des eaux usées sur la qualité physico-chimique et bactériologique de l'oued Beni Aza (Blida, Algérie) *Lebanese Science Journal* 2014, Vol. 15, No.2.
- [2] Reggam A., Bouchelaghem H., Houhamdi M., Qualité Physico-Chimique des Eaux de l'Oued Seybouse (Nord-Est de l'Algérie): Caractérisation et Analyse en Composantes Principales, *J. Mater. Environ. Sci.*6 (5) (2015) 1417-1425.
- [3] Boualla N., Saad F.H.,*Sci. Lib.Edit. Mersen.* 3(2011) 1-10.
- [4] Aka N., Bamba S.B., Soro G., Soro N.,Ecoulement et transport de matière dans le bassin versant du N'ZI, affluent de rive gauche du fleuve Bandama (Cote D'ivoire),*Larhy. Journ.*16 (2013)31-52.
- [5] Ahoussi K.E., Koffi Y.B., Kouassi A.M., Soro G., Biemi J., Étude hydrochimique et microbiologique des eaux de source de l'ouest montagneux, Cote d'Ivoire, *Journal of Applied Biosciences* 63(2013) 4703 – 4719.
- [6] Lagnika M., Ibikounle M., Montcho J.C. Wotto V.D., Sakiti N.G.Caractéristiques physico-chimique de l'eau de puits dans la commune de Pobé (Bénin Afrique de l'ouest).*Journal of Applied Biosciences.* 79 (2014) 6887 -6897.
- [7] Amadou H., Laouali M.S., Manzola A. Analyse Physico-chimiques et Bactériologiques des eaux de trois Aquiferes de la région de TILLABERY : Application des méthodes d'analyses statistiques multi variees, *Larhyss Journal*, ISSN 1112-3680, n°20, Décembre 2014, pp. 25-41.
- [8] Levallois, P. et Phaneuf, D. 1992. Risques associés à la contamination de l'eau potable par les nitrates, Réseau de la santé publique du Québec, Bulletin d'information en santé environnementale, Vol.3, Iss.3, p. 1-3.
- [9] MOLETTA R. (2002). Gestion des problèmes environnementaux dans les industries agroalimentaires, Editions: Techniques et documentation, Paris.
- [10] DGS (Direction générale de la santé). (2005). L'eau potable en France. Guide technique Eau et santé, 53.
- [11] DE MARSILY G. (2003). La qualité de l'eau et de l'assainissement en France. Assemblée nationale N°705, Sénat N°215, Tome 1, 195.
- [12] SANTE CANADA (1992). Le nitrate et le nitrite. Recommandations pour la qualité de l'eau potable au Canada- Documentation à l'appui, Accessible à : www.hcsc.gc.ca/ehp/dhm/catalogue/dpc-pubs/rqepdoc-appui/nitrate.pdf.

Références bibliographiques

- [13] LEVALLOIS P., PHANEUF D. (1994). La contamination de l'eau potable par les nitrates : analyse des risques à la santé, *Revue Canadienne de santé publique*, Vol.85, N°3, 192-196.
- [14] LE CLECH B. (1995). *Environnement et agriculture*. Bordeaux. Synthèse Agricole, 290.
- [15] Golden, P.J. et Weinstein, R. 1998. Treatment of high-risk, refractory acquired methemoglobinemia with automated red blood cell exchange, *J. Clin. Apher.*, Vol.13, Iss.1, p.28-31.
- [16] SBSC (Santé et Bien-être Social Canada). 1992. Le Nitrate et le nitrite. Recommandations pour la qualité de l'eau potable au Canada, Health and welfare Canada, Direction générale de la protection de la santé, Ottawa, 9p.
- [17] Levallois, P. et Phaneuf, D. 1992. Risques associés à la contamination de l'eau potable par les nitrates, Réseau de la santé publique du Québec, *Bulletin d'information en santé environnementale*, Vol.3, Iss.3, p. 1-3.
- [18] Casarett, L., Doull, J., Klaassen, C. D., Amdur, M. O. 1980. *Toxicology: The Basic Science of Poisons*, 2nd Revised edition, Harcourt Publishers, 778 p.
- [19] Dewes, T. 1995. Nitrogen losses from manure heaps, *Nitrogen Leaching in Ecological Agriculture*, p.309-317.
- [20] Sapek, A. 1997. The effects of agriculture on water quality: A Polish perspective, *Baltic Basin Agriculture and Environment Series*, Ames: Center for Agricultural and Rural Development, Report 97-BB, Vol. 6, p. 1-22.
- [21] Es-Salhi, M.A. 2007. Contrôle de la contamination et de l'eutrophisation des lacs dans une approche par bassin versant : Cas de la Baie Missisquoi Lac Champlain Montérégie, 3^e colloque étudiant de l'ITHQEDS, Québec, 142 p.
- [22] Adriano, D.C. 1992. *Biogeochemistry of trace metals*, USA : Lewis Publishers, 513 p.
- [23] Ménesguen, A. 2003. Les "marées vertes" en Bretagne, la responsabilité du nitrate, Ifremer, direction.
- [24] Desjardins., 1990 ; El Azzouzi., 1999 ; Arias et coll. 2002.
- [25] H.Moreaud et D.Gills, Elimination de l'azote ammoniacal dans les eaux usées, TMS l'eau, Avril 1973.
- [26] C.CARDOT. Les traitements de l'eau ,procédés physico-chimiques et biologiques, Ellipse, édition Marketing, Paris 1999.

Références bibliographiques

- [27] A.Calders, Eliminer l'azote des eaux résiduaires contenant des nitrates et de l'ammoniac, Industrie technique et management ; septembre 2004.
- [28] BENAÏSSA A., (2012). Étude de la faisabilité d'élimination de certains colorants textiles par certains matériaux déchets d'origine naturelle. Thèse Université Abou Bakr Balkaid, Tlemcen, Algérie, p 15-36.
- [29] Dae Jung K., Namgoo K., Wang G.S., Seoung H.K., Isothermal adsorption equilibrium and dynamics of binary mixture gasoline constituents on honeycomb monoliths. Chemical Eng. Journal 137, 244–250 (2008).
- [30] Sharma Y.C., Weng C.H., Removal of chromium (VI) from water and wastewater by using riverbed sand: Kinetic and equilibrium studies. Journal of Hazardous Materials 142, 449–454 (2007).
- [31] OUBAGHA N., (2012). Décontamination des eaux contenant les colorants textiles et les adjuvants par des matériaux naturels et synthétique. Thèse de Doctorat, université mouloud mammeri, tizi ouzou, p22-23.
- [32] ROBERT D., PARRA S., PULGARIN C., KRZTON A., WEBER J.V., (2000). Appl. Surf. Sci, Vol 167, p51-58.
- [33] BARKA N., (2008). L'élimination des colorants de synthèse par adsorption sur un phosphate naturel et par dégradation photocatalytique sur TiO₂ supporté. Thèse Université Ibn zohr Agadir, N°65, p40-65.
- [34] C.E. Chitour, «physico-chimie des eaux», OPU, V02, 1992.
- [35] Panday .k.k, parasad.G, Singh.V.N(1985) .Coper(II) removal from aqueous solution by Fly ash Water .Rees, 19:869-873.
- [36] Ho.Y.S, McKay.G(1998) Kinetic models for the sorption of drey from aqueous solution by wood process. Saf. Environ. port. 76(B): 183-191.
- [37] Spaham.H.j, Schluder.E.U (1975).The scale-up of active carbon columns for water purification, based on results from batch test II. Chem.Eng .Sc(30): 539-548.
- [38] H.Spahn and E.U.Schluder. E.U (1975).The scale-up of active carbon columns for water purification, based on results from batch tests,. Chem.Eng .Sc(30) (1957) :529-537.
- [39] Barrer. Zeolites and clay minerals as sorbents and molecular sieves. Academic Press.
- [40] BOULKRAH Hafida ; Etude comparative de d'adsorption des ions plomb sur différents adsorbants; Thèse de Magister, l'université du 20 août 1955 SKIKDA (Année 2008) p 44, 45.

Références bibliographiques

- [41] Merino-castila,C.Adsorption of organic molecules from aqueous solution en carbon materials, carbon ,42, 83, 94 .2004.
- [42] Zhang, K., W.H. Cheung, and M. Valix, *Roles of physical and chemical properties of activated carbon in the adsorption of lead ions*. Chemosphere, 2005. **60**(8): p. 1129-40.
- [43] KIM, J. W., SOHN, M. H., KIM, D. S., SOHN, S. M. et KWON, Y. S., 2001. Production of granular activated carbon from waste walnut shell and its adsorption characteristics for Cu²⁺ ion. In : *Journal of hazardous materials*. 2001. Vol. 85, n° 3, pp. 301–315.
- [44] KALDERIS, D., BETHANIS, S., PARASKEVA, P. et DIAMADOPOULOS, E., 2008. Production of activated carbon from bagasse and rice husk by a single-stage chemical activation method at low retention times. In : *Bioresource technology*. 2008. Vol. 99, n° 15, pp. 6809–6816.
- [45] GIRGIS, B. S., YUNIS, S. S. et SOLIMAN, A. M., 2002a. Characteristics of activated carbon from peanut hulls in relation to conditions of preparation. In : *Materials Letters*. 2002. Vol. 57, n° 1, pp. 164–172.
- [46] SATONAKA, S., ISOBE, T. et KAYAMA, T., 1984. Preparation of Activated Carbon with Phosphoric Acid from Waste Liquors, Waste Sludges and Waste from Deinking. In : *RESEARCH BULLETINS OF THE COLLEGE EXPERIMENT FORESTS HOKKAIDO UNIVERSITY*. 1984. Vol. 41, n° 2, pp. 551–561.
- [47] ARJMAND, C., KAGHAZCHI, T., LATIFI, S. M. et SOLEIMANI, M., 2006a. Chemical production of activated carbon from nutshells and date stones. In : *Chemical engineering & technology*. 2006. Vol. 29, n° 8, pp. 986–991.
- [48] ÁLVAREZ CENTENO, T., STOECKLI, F. et OTHERS, 2006. Method of producing activated carbons from apple pulp for use as electrodes in electric double-layer capacitors (EDLC). In : 2006.
- [49] KRIZ, W., ELGER, M., MUNDEL, P. et LEMLEY, K. V., 1995. Structure-stabilizing forces in the glomerular tuft. In : *Journal of the American Society of Nephrology*. 1995. Vol. 5, n° 10, pp. 1731–1739.
- [50] SATONAKA, S., T. ISOBE, and T. KAYAMA, *Preparation of activated carbon with phosphoric acid from waste liquors, waste sludges and waste from deinking Research Bulletins of the college Experiments Forests*. . 2, 2000. **41**: p. 551-560.
- [51] ÁLVAREZ CENTENO, T., STOECKLI, F. et OTHERS, 2006. Method of producing activated carbons from apple pulp for use as electrodes in electric double-layer capacitors (EDLC). In : 2006.

Références bibliographiques

- [52] Frank Thierry KAFACK, juin 2012, Etude des performances des charbon actifs préparé a partir de Biomasses tropicales pour l'élimination du chrome et diuron en milieu aqueux.
- [53] SATONAKA, S., T. ISOBE, and T. KAYAMA, *Preparation of activated carbon with phosphoric acid from waste liquors, waste sludges and waste from deinking Reseerch Bulletins of the college Experiments Forests. . 2*, 2000. **41**: p. 551-560.
- [54] Diao, Y., W.P. Walawender, and L.T. Fan, *Activated carbons prepared from phosphoric acid activation of grain sorghum*. *Bioresour Technol*, 2002. **81**(1): p. 45-52.
- [55] Onal, Y., et al., *Textural development of sugar beet bagasse activated with ZnCl₂*. *J Hazard Mater*, 2007. **142**(1-2): p. 138-43.
- [56] TSENG, R.L. and S.K. Tsng, *Pore structure performance of the KOH-activated carbons prepared from corncob*. 428-437, 15 july 2005. **287**(2).
- [57] Lua, A.C. and T. Yang, *Effect of activation temperature on the textural and chemical properties of potassium hydroxide activated carbon prepared from pistachio-nut shell*. *J Colloid Interface Sci*, 2004. **274**(2): p. 594-601.
- [58] Valix, M., W.H. Cheung, and G. McKay, *Preparation of activated carbon using low Temperature carbonisation and physical activation of high ash raw bagasse for acid dye adsorption*. *Chemosphere*, 2004. **56**(5): p. 493-501.
- [59] KARAGÖZ, S., TAY, T., UCAR, S. et ERDEM, M., 2008. Activated carbons from waste biomass by sulfuric acid activation and their use on methylene blue adsorption. In: *Bioresource technology*. 2008. Vol. 99, n° 14, pp. 6214–6222.
- [60] AKTAŞ, Ö et ÇEÇEN, F., 2007. Bioregeneration of activated carbon: A review. In: *International biodeterioration & biodegradation*. 2007. Vol. 59, n° 4, pp. 257–272.
- [61] Karima AKSIL, JUIN 2014 ,Elaboration d'un charbon actif à partir des tiges de dates Application à l'adsorption des Nitrates.

Annexes

I. Méthode de dosage des nitrates

Principe :

La méthode de dosage des nitrates adoptée repose sur le principe de complexations, en utilisant la solution de salicylate de sodium, en présence de cette dernière les nitrates donnent du paranitrosalicylate de sodium, coloré en jaune et susceptible d'un dosage colorimétrique.

Réactifs :

- ✚ Solution de salicylate de sodium [$\text{HO-C}_6\text{H}_4\text{COONa}$] à 0,5 % à renouveler toutes les 24 heures.
- ✚ Acide sulfurique [H_2SO_4] concentré [98%] ($d=1,84$).
- ✚ Solution de tartrates double de sodium et de potassium :
 - Hydroxyde de sodium [NaOH]400 g
 - Tartrate double de sodium et de potassium60 g
 - Eau distillée1000 ml

Dissoudre les sels dans de l'eau distillée, Laisser refroidir et compléter à 1000 ml, conserver la solution dans un flacon en polyéthylène.

- ✚ Nitrates de potassium anhydre [KNO_3].....0,165 g
- ✚ Eau distillée1000 ml

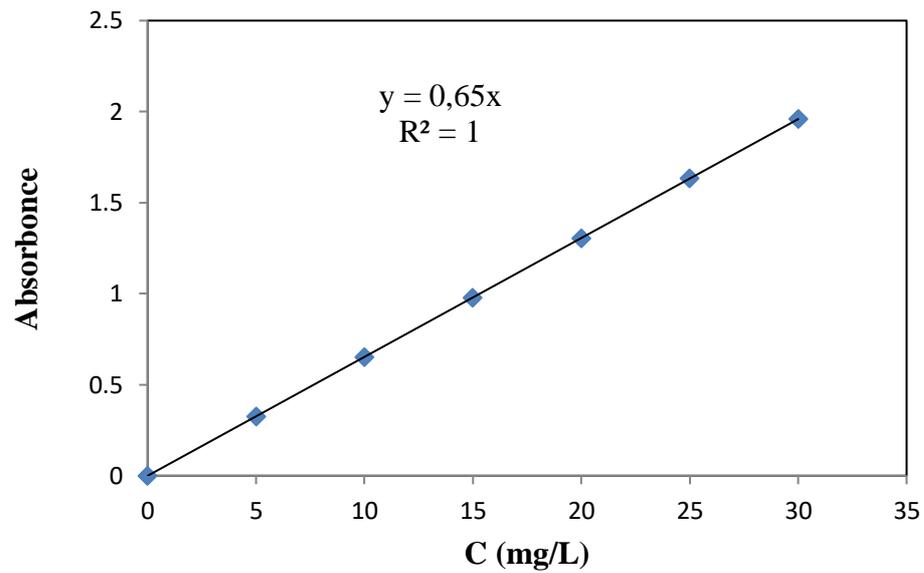
La concentration de la solution des nitrates de potassium préparée est de 100 mg /l.

Mode opératoire :

- ✓ Prélever 10 ml de la solution des nitrates de potassium ; ainsi pour l'eau distillée qui est une solution témoin.
- ✓ Ajouter 1ml de la solution salicylate de sodium.
- ✓ Evaporer à sec, sur une plaque chauffante (ou dans une étuve) portée à 70-80°C.
- ✓ Laisser refroidir, reprendre le résidu par 2 ml d'acide sulfurique concentré en prenant le soin de l'humecter complètement.
- ✓ Attendre 10 minutes, avant de diluer avec 15ml d'eau distillée, puis ajouter la solution tartrates double de sodium et de potassium qui développe une couleur jaune.
- ✓ Evaluer l'absorbance à l'aide d'un Spectrophotomètre UV – Visible à la longueur d'onde 415 nm, sans oublier de soustraire l'absorbance de la solution témoin.
- ✓ Correspondre l'absorbance évaluée à la concentration adéquate en utilisant la courbe d'étalonnage effectuée au préalable.

Tableau 1 : Courbe d'étalonnage des nitrates

Concentration des nitrates (mg /l)	5	10	15	20	25	30
Absorbance	0,3265	0,653	0,9795	1,306	1,6325	1,959

**Figure 1** : Courbe d'étalonnage des nitrates

Le spectrophotomètre utilisé est représenté dans la figure ci-dessous :

**Figure 2** : Photo spectrophotométrie UV Optizen

II. Caractéristiques physicochimiques du CTABr

II.1 Les tensioactifs :

Les tensioactifs sont des agents de surface (surfactants), ils agissent en modifiant la tension superficielle entre deux surfaces. Cette particularité est due à la structure amphiphiles (lipophile, et hydrophile) que présente la molécule du tensioactif, Cette affinité particulière pour les interfaces de type air/eau et eau/huile, leur donne la capacité d'abaisser l'énergie libre de ces interfaces. Ce phénomène est à la base de la stabilisation de systèmes dispersés. Un agent tensio-actif est un corps qui, même utilisé en faible quantité, modifie de façon importante la tension superficielle, en particulier celle de l'eau.

II.2 Mode d'action de tensioactif :

Aux interfaces eau-matière grasse, les tensioactifs se concentrent, leur partie lipophile s'immergeant dans le corps gras et leur partie hydrophile dans l'eau. Ces agrégats de molécules de tensioactifs ainsi formés s'appellent des micelles.

II.3 Effet micellaire

L'effet micellaire est caractérisé par :

II.3.1 Concentration Micellaire Critique (CMC) :

En dessous de la quelle, le tensioactif forme une couche en surface du liquide et le reste est dispersé dans la solution. Lorsqu'on augmente la quantité de tensioactif, sa concentration augmente de manière proportionnelle jusqu'à atteindre une valeur limite: la CMC. À partir de cette dernière le tensioactif ajouté forme des micelles sphériques, les micelles peuvent ne pas être purement sphériques et on se place dans l'hypothèse où la température de kraft est atteinte.

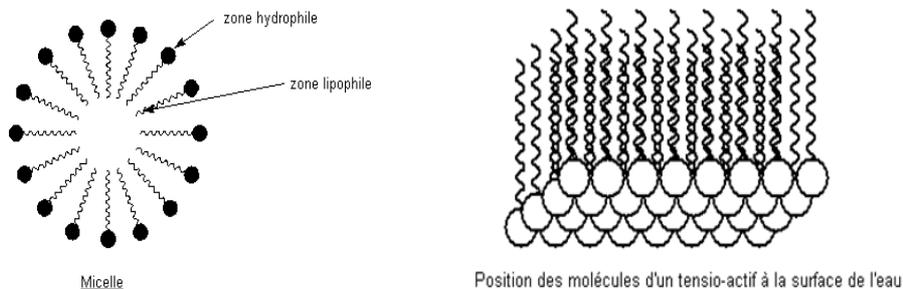


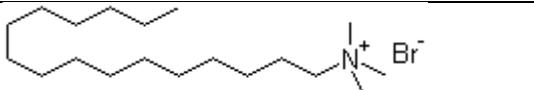
Figure 3 : micelle du tensioactif

II.3.2 Température de Krafft (ou point de Krafft) :

Est la température à laquelle la concentration micellaire critique est égale à la limite de solubilité, la CMC augmente avec la température mais si la température est trop basse, un tensioactif possédant une température de Krafft ne forme plus de micelles, même au-dessus de la CMC. En dessous de la température de Krafft, le tensioactif précipite au lieu de former des micelles.

Pour notre étude, nous avons utilisé un tensioactif cationique bromure de cetyltriméthylammonium CTABr. Le CTABr est agent tensioactif cationique, utilisé comme agent complexant de surface, étant un sel d'ammonium, le CTABr, du fait de sa charge positive, il se comporte comme des précipitant ou flocculant, en s'associant fortement aux ions de la solution par les extrémités des chaînes anioniques des acides aminés, Ces caractéristiques sont :

Tableau 2 : Caractéristiques du CATBr

Structure moléculaire	
Formule moléculaire	$C_{19} H_{42} BrN$
Poids moléculaire	364,45
Point de fusion	248-250 ° C
Solubilité dans l'eau	13 g / L (20 ° C)
Température de Krafft	25°C
CMC	1 milli mole/L

III. Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)-Réflectance Totale Atténuée (ATR).

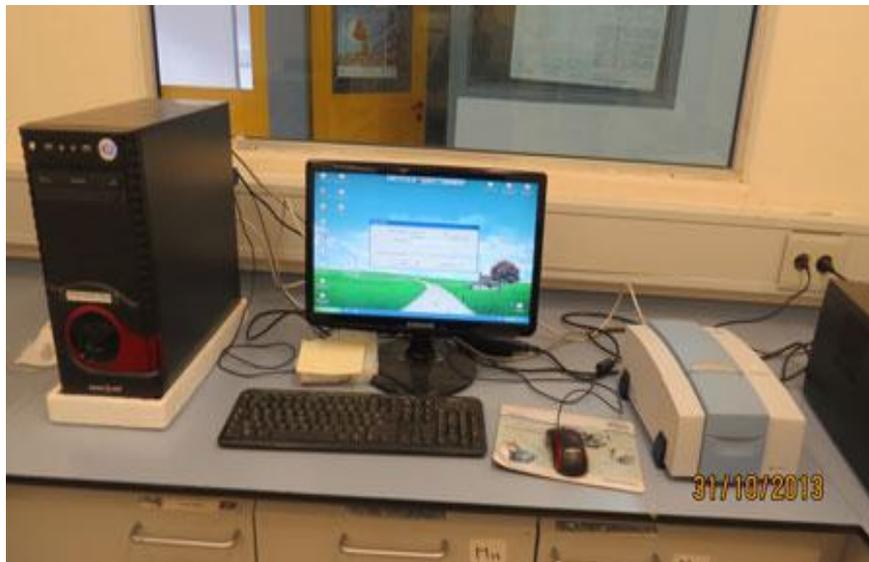


Figure 3 : Spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau.

Nous avons effectué les spectres infrarouges au niveau de Centre de Recherche des Analyses Physico-Chimiques (CRAPC), Nom de l'instrument: Réflectance Totale Atténuée (ATR).

L'ATR est un accessoire de diamant, d'imagerie simple qui est conçue pour faciliter de façon significative votre analyse quotidienne. Le mécanisme de fixation à un seul doigt ergonomique simplifie l'analyse infrarouge des échantillons solides et liquides. Le cristal de diamant robuste permet d'analyser tout type d'échantillons liquides et solides pour l'infrarouge proche, moyen et lointain.

L'instrument ATR est caractérisé par : Gamme spectrale: $375 - 7500 \text{ cm}^{-1}$, Résolution spectrale : meilleure que 2 cm^{-1} , Précision en nombre d'ondes : 0.01 cm^{-1} , Interféromètre: RockSolid, alignement permanent, haute stabilité, Optique : Miroirs Revêtement Or, Détecteur : DTGS à haute sensibilité, Modes de mesure disponibles : Transmission, ATR, Réflexion, Dimensions : $22 \times 30 \times 25 \text{ cm}$ (l x L x h), Poids : 7kg, Gamme de température : $18 - 35^\circ \text{ C}$, Liaison informatique : Internet, Système d'exploitation : Windows XP, Puissance électrique : 100 - 240 VAC, 50 - 60 Hz, 20 W, FTIR-ATR est un outil idéal pour la caractérisation des échantillons films(1) poudre (2), liquides(3) et solide.

VI. Microscopie à balayage électronique (MEB)

L'appareil utilisé est un JEOL JSM-5500. Pour pouvoir l'utiliser, l'échantillon doit être conducteur. L'analyse au microscope à balayage électronique consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives donc sous l'impact du faisceau d'électrons accélérés, des électrons rétrodiffusés et des électrons secondaires émis par l'échantillon sont recueillis sélectivement par des détecteurs qui transmettent un signal à un écran cathodique dont le balayage est synchronisé avec le balayage de l'objet.

Les microscopes à balayage utilisent un faisceau très fin qui balaie point par point la surface de l'échantillon. Cette technique permet d'analyser la topographie des échantillons. La microscopie électronique à balayage consiste à observer la surface d'un échantillon. Contrairement à la microscopie optique, le MEB ne nous donne pas d'image réelle de l'objet. Une image virtuelle est construite point par point à partir d'un signal émis par l'échantillon.



Figure 5 : L'appareil MEB (JEOL JSM-5500)