

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique

Faculté des Sciences et
Technologies

جامعة غرداية

كلية العلوم والتكنولوجيا

Département Génies de
Procèdes



قسم العلوم والتكنولوجيا

Université de
Ghardaïa

Mémoire en vue de l'obtention du diplôme Master

Spécialité : Génie chimique

THEME

Evaluation du traitement des rejets de charbon actif

Présenté par :

Mlle Asma OULADSLIMANE

Mlle Lamia NESSIL

Encadreur :

Dr. Khaled MANSOURI

Soutenu publiquement le 17/09/2020

Devant le jury :

M M.S AGGOUNMAA.....	Univ.Ghardaia	Président
M Z. BENARIMAMCB.....	Univ.Ghardaia	Examinature
M S. BENCHIKHMCB.....	Univ.Ghardaia	Examinature
M K.MANSOURIMCB.....	Univ.Ghardaia	Encadreur

Année universitaire : 2019 _ 2020

Remerciement

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

*En second lieu, nous tenons à remercier notre encadreur le **Dr MANSOURI KHALED** Maître-conference -B, pour ses précieux conseils et aides durant toute la période de notre travail*

*Nous tenons remercier aussi notre Co-encadreur le **Dr TABCHOUCHE AHMED** pour avoir amplifié notre penchant pour l'analyse du discours.*

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

Dédicaces

Avec une immense joie je dédie ce modeste travail :

A mes très chers parents à qui je ne rendrais jamais assez pour leurs amours, leurs sacrifices, patiences et affections envers moi, leurs soutiens et soucis pour mon avenir et à qui je dois mes sincères et profonds remerciements.

A mes très chers sœurs et frères et Mon proche Person pour leur appui et leur encouragement permanent, et leur soutien moral.

A tout ma famille et tous mes amis pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire.

Merci d'être toujours là pour moi

LAMIA

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

Mes chers parents qui ont toujours été là pour moi, que nulle dédicace et mes sincères sentiments pour leurs

Patience illimitée,

Leurs encouragements continus,

Leurs aides, en témoignage de mon profond amour et respect pour leurs grands sacrifices.

*Ma sœur : **ROKIA** et mes frères **BONOWA** et **ABDELRAHMENE***

Mes amis (es) pour sa sincère amitié et confiance et à qui je dois ma reconnaissance et mon attachement.

Ma famille et à tous ceux que j'aime

ASMA

Résumé

La pollution par les rejets de charbon actif constitue l'une des inquiétudes majeures en matière d'environnement et de santé publique. Les polluants sont des produits chimiques très toxiques qui sont dans leur grande partie non biodégradable.

Ce travail porte sur l'évaluation et le traitement des rejets de charbon actif par la technique d'extraction par solvant en utilisant des différents solvants et acides. Une étude analytique par CCM a été menée pour tester l'efficacité d'extraction. A la fin de l'extraction une étude d'absorption par UV-visible.

Mots clés :

Charbon actif, polluants, traitement, extraction par solvant.

Abstract

Pollution which came from activated carbon waste is considered as one of the major environmental and public health concerns. These pollutants are sort of a toxic chemicals that are largely non-biodegradable.

Evaluation and treatment of activated carbon discharges using different solvents and acids is what this work focused on by the solvent extraction technique. There was in a CCM analytical study carried out to test the extraction efficiency. A UV-visible absorption study at the end of the extraction.

Key Word:

Activated carbon, pollutants, treatment, solvent extraction.

المخلص

يعتبر التلوث الناتج عن العناصر التي يطررها الكربون المنشط أحد الاهتمامات البيئية والصحية العامة، وهذه الملوثات هي نوع من المواد الكيميائية السامة التي لا تتحلل إلى حد كبير.

تقييم ومعالجة مخلفات الكربون المنشط باستخدام مذيبات وأحماض مختلفة هو ما ركز عليه هذا العمل بتقنية الاستخلاص بالمذيبات ، و لاختبار كفاءة الاستخلاص تم إجراء دراسة تحليلية وهي كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة مع دراسة امتصاص مرئية للأشعة فوق البنفسجية في نهاية التجربة

الكلمات المفتاحية:

الكربون المنشط، مخلفات الكربون ، معالجة ، الاستخلاص بالمذيبات.

Sommaire

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES ABREVIATIONS

INTRODUCTION GENERALE

CHAPITRE I : GENERALITES SUR CHARBON ACTIF

I.1 INTRODUCTION	7
I.2 CHARBON ACTIF ET LEUR APPLICATION	7
I.2.1 Définitions	7
I.2.2 Propriétés de charbon actif.....	7
I.2.3 Propriété texturales	8
I.2.4 Procédé de fabrication du charbon actif	10
I.2.5 Les différentes formes du charbon actif	11
I.2.6 avantages et les inconvenantes du charbon actif (CAP, CAG).....	13
I.2.7 Utilisations du charbon actif	14
I.2.8 la production de charbons actifs : Impacts environnementaux	15
I.2.9 l'analyse du cycle de vie (acv)	16
I.2.10 régénération de charbon actif	17
I.3 L'ADSORPTION EL LEUR APPLICATION	17
I.3.1 Définition	17
I.3.2 Types d'adsorption	18
I.3.3 Comparaison entre la chimisorption et la Physisorption :.....	18
I.3.4 Les adsorbants : les adsorbants industriels les plus utilisés sont :	19
I.3.5 Description du mécanisme d'adsorption	19
I.3.6 Facteurs influençant l'adsorption.....	20
I.4 COCNLUSION.....	20
Référence bibliographies.....	21

CHAPITRE II : DETECTION ET ELIMINATION DES POLLUANTS

II. 1 INTRODUCTION.....	24
II.2 LES TYPES DES POLLUANTS.....	24
II.2.1 Les polluants organiques.....	24
II.2.2 Les méthodes de caractérisations.....	24
II.3 EXEMPLES DES CHERCHEURES SUR LES METHODES DE DETECTION ET ELIMINATION DES POLLUANTS ORGANIQUE	25
II.4 LES POLLUANTS INORGANIQUES.....	27
II.4.1 Les méthodes de caractérisation	27
II.5 EXEMPLES DES CHERCHEURES SUR LES METHODES DE DETECTION ET ELIMINATION DES POLLUANTS INORGANIQUE	29
II.6 CONCLUSION	30
Références bibliographies.....	31

CHAPITRE III : REGENERATION DU CHARBON ACTIF

III.1 INTRODUCTION	33
III.2 PROCEDES DE REGENERATION EXISTANTS	33
III.2.1 Régénération chimique	33
III.2.2 Régénération microbiologique.....	35
III.2.3 Régénération thermique	35
III.3 EXEMPLES DE CHERCHEURS SUR LES METHODES POUR LA REGENERATION DU CHARBON ACTIF.....	37
III.4. CONCLUSION	41
Références bibliographies.....	42

CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTALE

IV.1 INTRODUCTION.....	45
IV. 2 PRODUITS ET MATERIELS UTILISES	45
IV. 2.1 Produits utilisés	45
IV. 2.2 LES INSTRUMENTATION ET APPAREILLAGES	46

IV.3. MODE OPERATOIRE.....	48
IV.3. 1 Procèdes des essais chimique de sole sur le charbonne actif polluant	48
IV.3. 2 Clasification massique des polluants par CCM (La chromatographie sur couche mince).....	50
IV.3. 3 Procède d'extraction par solvant	51
IV.4 RESULTATS ET DISCUSSION	53
IV.4.1 Les essais chimiques des sol sur CA.....	53
IV.4 .2 Etude d'extraction par solvant sur CA polluée.....	53
IV.4.3 Etude de labsarbanche des solution.....	56
V.CONCLUSION GÉNÉRALE.....	59

LISTE DES FIGURES

N° de Figure	Titre des figures	N° de Page
CHAPITRE I		
Figure I-1	Structure des pores du charbon actif.	9
Figure I-2	Charbon actif au Microscope Electronique à Balayage (MEB).	10
Figure I-3	Charbon actif poudre	12
Figure I-4	Charbon actif en grain.	12
Figure I-5	Charbon actif extrudé.	13
Figure I-6	Représentation schématique du phénomène d'adsorption sur charbon actif en grain.	19
CHAPITRE IV		
Figure IV-1	UV-Visible multi cuve	47
FigureIV-2	Agitateur vibrant multiposte	47
Figure IV-3	plaque CCM	48
Figure IV-4	Les étapes d'essai d'élimination des insolubles	49
Figure IV-5	procédé de l'extraction par solvants	52
Figure IV-6	Précipitation des sulfates	53
Figure IV-7	l'évolution de la réaction en fonction de temps d'agitation en cas des différents acides	54
Figure IV-8	l'évolution de la réaction en fonction du temps d'agitation en cas des différents solvants	56
Figure IV-9	Graphe présente le résultat de l'acide nitrique	57
Figure IV-10	Graphe présente le résultat de l'acide sulfurique	57

LISTE DES TABLEAUX

N° de Tableau	Titers des tableau	N° de Page
CHAPITRE I		
Tableau I-1	Principale caractéristiques du charbon active	8
Tableau I-2	Avantage et inconvénient du (CAP, CAG)	13
Tableau I-3	Valeurs indicatives pour des catégories de l'ACV de charbons actifs en grain non utilisés et recyclés.	16
Tableau I-4	Déférence entre chimisorption et physisorption	18
CHAPITRE IV		
Tableau V-1	Caractéristiques des produits utilisée	46

LISTE DES ABRÉVIATIONS

CA	Charbon actif
CAP	Charbon actif poudre
CAG	Charbon actif grain
MEB	Microscope Electronique à Balayage
ACV	Analyse du Cycle de Vie
HAP	hydrocarbures aromatiques polycycliques
COV	Composé organique volatile
PNT	plasma non thermique
SAA	spectrométrie d'absorption atomique
CEI	Chromatographie d'échange d'ions .
EC	L'électrophorèse capillaire
POA	procédés d'oxydation avancée
UV	Ultra-violet.
CCM	chromatographie sur couche mince

INTRODUCTION

GENERALE

I. INTRODUCTION

La protection et la préservation de l'environnement sont l'un des piliers du développement durable, qui constitue actuellement un enjeu majeur pour l'avenir d l'homme et de la planète. Actuellement, L'humanité se trouve devant une croissance alarmante de la pollution du milieu naturel par des matières organiques ou inorganiques diverses : des pesticides, des détergents, des métaux lourds, et autres substances toxiques.

Souvent, les substances chimiques contenues dans les eaux usées des industries sont difficilement biodégradables et le manque ou l'insuffisance de systèmes de traitement mène ainsi à leurs accumulations dans le cycle de l'eau. Mieux produire et moins polluer sont les défis auxquels sont confrontés les industriels de tout secteur.

Les chercheurs scientifiques de différentes disciplines (chimie, géologie, agronomie, physiologie végétale, médecine,...) s'intéressent de plus en plus à l'identification et à l'élimination des éléments polluants impliqués directement dans l'apparition de déséquilibres au niveau des écosystèmes. Pour réduire l'impact de cette pollution plusieurs méthodes ont été utilisées. La prévention de la pollution repose sur les aspects suivants:

- aspect réglementaire qui consiste à fixer des normes,
- aspect scientifique et technologique qui correspond à l'amélioration des procédés de dépollution.

Plusieurs techniques ont été employées pour l'élimination des polluants des effluents industriels. L'adsorption est l'une des techniques les plus utilisées pour cette élimination. Le charbon actif est l'adsorbant le plus communément employé, mais il reste très onéreux et nécessite en plus une régénération par des différentes méthodes.

II. PROBLEMATIQUE

-Pour les installations antipollution qui fonctionnent, leur rendement épuratoire est souvent, en deçà des normes de protection de l'environnement.

-L'insuffisance des moyens humains et matériels.

-La saturation des décharges.

-L'augmentation des coûts d'élimination.

-Le mauvais fonctionnement des services de gestion des déchets

-Le problème de la salubrité publique

Donc. Après ce que nous dit si dessus :

**« COMMENT TRAITER LES REJETS DE CHARBON ACTIF POUR PROTEGER
L'ENVIRONNEMENT ? »**

III. OBJECTIFS

{ Quand on ne sait pas ce qu'on cherche, on ne sait pas ce qu'on trouve }

Les objectifs principal de cette étude est:

1) Évaluation et traitement le charbon actif par des méthodes de détection et élimination, moins couteuse, réalisable et écologique.

2) Comparaison entre les propriétés de charbon régénère et le charbon actif commerciale.

IV. HYPOTHESE

-La réussite de l'expérience est lorsque qu'il conforme aux normes de laboratoire et assure la préservation de l'environnement

-Les techniques utilisées contribuent à l'élimination complète des polluants adsorbés dans CA

- les polluants disparaissaient lors de la combustion

V. CHOIX DE THEME

{ Rien ne se perde reine se crée, tout se transforme }

Donc on peut dire qu'un procédé propre est essentiel au environnement et développement durable.

-En Algérie le système de l'environnement est confronté à une grave crise

-La pollution de l'environnement par les rejetés de charbon actif menace le monde qui nous obligent entant qu'chimistes de penser à des solutions pour contrôler et réduit ca pollution

- Le CA est l'un des produits de l'industrie pétrolière est un domaine sensible, complexe, et coûteux, qui a besoin d'une prise en considération de multitude d'interactions et de paramètres. C'est pour ça que cette étude est un bénéfice dans notre formation académique qui nous aide et ouvre notre vision dans notre future vie professionnelle.

VI. DEMARCHE METHODOLOGIQUE ET OUTIL DE TRAVAIL

Le manuscrit de ce mémoire est composé de deux parties principales. La première partie a été consacrée au point d'aperçu théorique. La deuxième partie présente l'étude expérimentale.

Les deux parties comportent 4 chapitres.

- Le premier chapitre concerne une synthèse bibliographique englobant des définitions nécessaires à la compréhension du travail effectué
- Le second chapitre présente les méthodes de détection et d'élimination des polluants.
- Le troisième chapitre décrit la description des procédures de régénération de CA.
- Le quatrième consacrée à la description des procédures expérimentales et des moyens utilisés pour l'ensemble des expériences effectuées et la présentation des résultats obtenus et leurs interprétations.

VIII. LES DIFFICULTES RENCONTREES :

Les difficultés rencontrées dans la recherche

-Comme dans tous les travaux de recherche nous sommes heurtés à un certain nombre de difficultés tant sur le plan théorique ou bien le pratique ou nous avons rencontré beaucoup de problèmes pour collecter les données bibliographiques, choix des exemples.

-Mais la plus grande difficulté est la période de COVID-19 qui provoque :

- Les universités sont fermées nous n'avons pas pu compléter le champ d'application
- Difficulté à rencontrer pour réaliser le travail

-Un exemple de difficultés est : l'essai de CCM nous n'avons pas pu le terminer et obtenir tous les résultats, par exemple le rapport frontal pour continuer les calculs et l'identification des polluants

CHAPITRE I
GENERALITE
SUR
CHARBON ACTIF

I.1 INTRODUCTION

Ce chapitre définit le contexte de ce travail et propose les connaissances nécessaires pour sa compréhension. Dans une première partie, nous proposons l'état de l'art sur le charbon actif pollué par les polluants organiques et inorganiques. Les différentes caractéristiques des polluants, les techniques conventionnelles de leur détection et élimination ainsi que les méthodes de régénération de ce CA polluée y sont également présentées. Dans une deuxième partie, nous nous sommes intéressés au procédé d'extraction par solvant pour l'évaluation et traitement de notre charbon.

I.2 CHARBON ACTIF ET LEUR APPLICATION

I.2.1 Définitions :

Il y a plusieurs siècles les premiers adsorbants utilisés furent les argiles et les terres décolorantes, puis arrivé à la fin du XIX siècle, furent développés les charbons actifs. C'est en 1945 que furent reconnues les propriétés exceptionnelles d'adsorption du charbon actif, Les charbons actifs sont définis comme étant des matériaux carbonés très poreux qui présentent une grande surface spécifique d'une grande porosité, d'où les propriétés d'adsorptions exceptionnelles. Le charbon actif est un matériau solide noir carboné, sans goût, il se distingue du carbone élémentaire par l'élimination de toutes les impuretés non carbonées et l'oxydation de sa surface. Ils sont des adsorbants ayant un très grand nombre d'application surtout dans le traitement des eaux et celles des eaux usées, ils sont utilisés pour purifier l'eau du goût et de l'odeur qui les affecte. Le charbon actif présente une meilleure technologie par son adsorption et ceci pour éliminer une variété considérable de contaminants organiques et inorganiques. Une grande variété de matière première moins coûteuse est utilisée pour la fabrication du charbon actif .¹

I.2.2 Propriétés de charbon actif :

Plusieurs paramètres permettent de caractériser un charbon actif sont regroupées dans le **Tableau I.1.**

¹ M.L.Sekirifa, M.Hadj-Mahammed. Etude comparative de la capacité adsorbant d'un charbon actif issu de noyaux de dattes et un charbon actif commercial, (2005), p. 55-59.

Tableau I. 1 : Principale caractéristiques du charbon active²

Caractéristique	Dedcristique
Diameter Effectif	Poudre : 8-9µm : granules: 0,55-1,05mm. Augmentation du taux d'adsorption et des pertes de charge lorsque la grosseur des grains diminue.
Surface d'adsorption	De 850 à 1500 m ² /g. Plus cette surface est grande plus le charbon activé est efficace
Nombre de mélasse	Il est associé à la capacité du charbon active d'absorber les impuretés de masses moléculaires élevées
Densité brute	Evolution du volume de charbon active utilise

I.2.3 Propriété texturales :

➤ La structure du charbon actif est semblable à celle du graphite. En effet la structure cristalline de ce dernier consiste en un ensemble de couches planes d'atomes de carbone, ordonnés en hexagone réguliers, comparables aux cycles aromatiques

➤ La texture du charbon actif se caractérise essentiellement par deux paramètres qui sont l'aire spécifique et la porosité. Ils sont essentiels pour la détermination des capacités et des cinétiques d'adsorption. Une classification simple permet de distinguer trois sortes de pores il s'agit des .³

- Micropore < 2nm (1nm=10⁻⁹m)
- Mesopore 2 – 50 nm
- Macropore > 50nm

² L. D Benefield, J.F. Judkins, B. L. Weand, Prendice Hall Inc, Englewood Cliff (N.J) 07632, 510, 1982.

³ N. Bouziane. Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. Mémoire de magister en Chimie, Université mentouri de constantine (2007), pp 4-5,16.

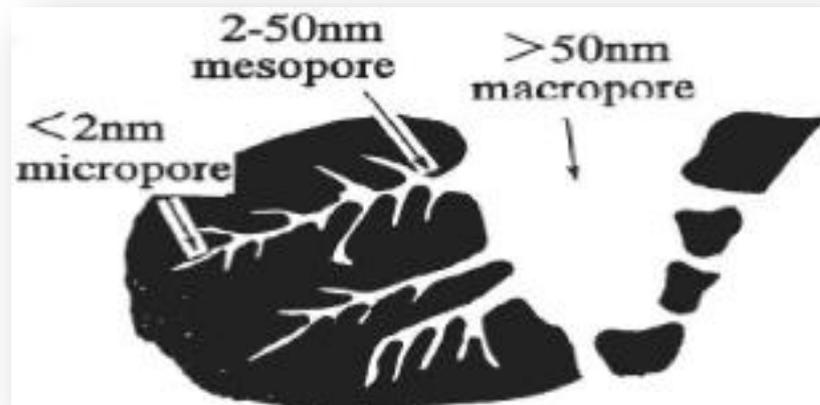


Figure I. 1: structure des pores du charbon actif.⁴

Les charbons actifs ont été observés au Microscope Electronique à Balayage (MEB). Ces images sont visibles sur la **figure I.2** Le plus fort grossissement montre la taille des particules. Des poudres d'AquaSorb 2000 sont ainsi représentées à une granulométrie de 112 à 200 μm , alors que les autres images de charbons actifs ont été prises avec des grains de 1 à 2 mm. La surface des adsorbants est visible sur le plus fort grossissement. Les zones noires correspondent à des trous, c'est-à-dire au début du réseau poreux. Il n'a pas été possible avec cette technique de voir les mésopores et les micropores .⁵

⁴ https://www.memoireonline.com/11/13/7701/m_L-utilisation-industrielle-du-charbon-actif5.html

⁵ Marianne Miguet « adsorption de COV issus d'eaux souterraines et régénération des charbons actifs par voie solaire», Thèse de doctorat , collège doctoral du languedoc roussillon ,2015.

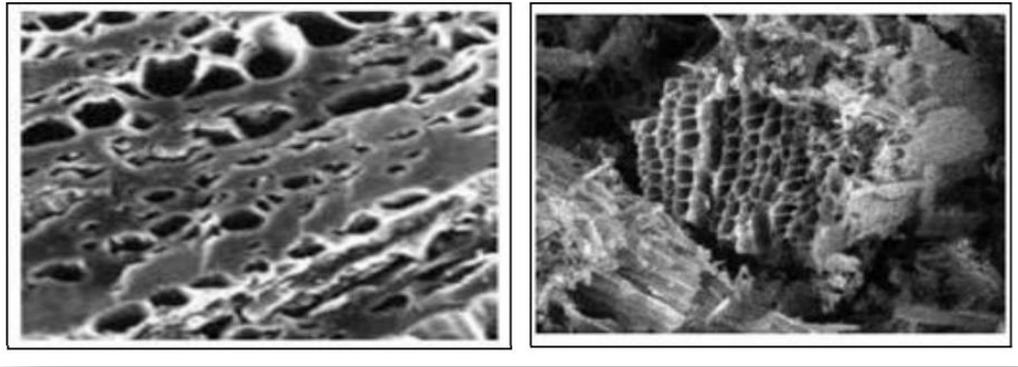


Figure I. 2: charbon actif au Microscope Electronique à Balayage (MEB).⁶

I.2.4 Procède de Fabrication du charbon actif

a. Carbonisation :

La pyrolyse ou carbonisation est la décomposition thermique d'un matériau organique sous vide ou sous atmosphère inerte (on utilise l'azote généralement) à des températures allant de 400 à 1000°C ; les hétéroatomes (oxygène et hydrogène) sont éliminés sous l'effet de la chaleur et le matériau devient plus riche en carbone. Les atomes de carbone se retrouvent dans les feuillets aromatiques possédant une certaine structure planaire. Ces feuillets s'arrangent ensuite de manière irrégulière laissant ainsi des interstices entre eux. Ces interstices donnent naissance à une porosité primaire du produit carbonisé. Les différents paramètres déterminants la qualité, les propriétés et le rendement du carbonisât sont :

- La vitesse du chauffage du four .
- La température finale de pyrolyse .
- Le temps de résidence dans le four .
- La nature du matériau de départ. Le produit de la carbonisation ne possède en général qu'une porosité peu développée et ne peut être employé comme adsorbant sans un traitement supplémentaire d'activation entraînant une augmentation sensible de sa surface spécifique .⁷

⁶ S. M. Monacha et al. Porous carbon, vol 28, 2003, pp 335- 348.

⁷ ATHEBA, Grah Patrick. " Traitement Des Eaux Par Action Combinée De La Photocatalyse Solaire Et De L'adsorption Sur Charbon Actif : Conception Et Réalisation Du Procédé." Thèse De Doctorat Université Paul Verlaine, Metz, (2009), p. 106

b. Activation :

L'activation consiste à développer la structure poreuse en éliminant les goudrons qui obstruent les pores, et à créer des fonctions de surface (généralement oxydées) qui sont à l'origine des interactions entre le solide et les molécules adsorbées. Elle peut être physique ou chimique. L'activation physique permet de développer les pores existants et d'en créer d'autres. Elle est réalisée entre 800°C et 1000°C en présence d'un gaz faiblement oxydant (air), de vapeur d'eau, de CO₂, ou encore d'un mélange de ces gaz. L'activation chimique est plutôt utilisée avec le bois. Elle consiste à imprégner le matériau de départ avec une solution concentrée d'agent très oxydant et/ou déshydratant (acide phosphorique, chlorure de zinc...). Le matériau subit ensuite une pyrolyse entre 400°C et 800°C à l'abri de l'air, puis est lavé et séché. Le charbon actif est ainsi obtenu en une seule étape. C'est le degré d'imprégnation du matériau en matière oxydante qui définit la structure poreuse finale. Suite à l'activation, le charbon actif acquiert une structure poreuse poly disperse : les pores ont différentes formes et dimensions. La répartition poreuse dépend de la nature de la matière première, mais aussi des conditions de l'activation. Les propriétés physico-chimiques d'un charbon peuvent donc varier pour un même précurseur ⁸

I.2.5 Les différentes formes du charbon actif

Selon leurs applications, les charbons actifs sont disponibles soit en poudre, soit en grains, soit sous forme extrudée.

a. Charbon actif en poudre (CAP) : Le charbon actif en poudre prend la forme de grains de taille comprise entre 10 et 50 µm. Sous cette forme, il s'utilise souvent pour le traitement de l'eau et du gaz. Dans le premier cas, il est généralement utilisé en combinaison avec un traitement clarificateur pour augmenter le temps de contact entre le charbon et l'eau. ⁹

⁸ AYRAL, Catherine." Elimination De Polluants Aromatiques Par Oxydation Catalytique Sur Charbon Actif." Thèse De Doctorat. Institut National Polytechnique De Toulouse, (2009), p. 9, 18.

⁹ <https://www.lenntech.fr/francais/charbonactif-grain-poudre.htm>

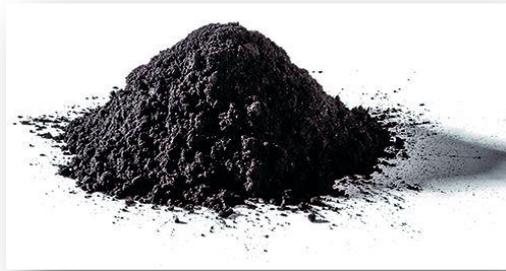


Figure I. 3 : Charbon actif poudre¹⁰

b. Charbon actif en grain (CAG) : La forme du CAG est irrégulière et sa taille est comprise entre 0.2 – 5 mm. Il est majoritairement utilisé pour l'élimination des micro polluants organiques et de la matière organique des eaux, mais il est également appliqué au traitement des gaz. Les caractéristiques physiques du CAG varient considérablement selon les matériaux constitutifs et le mode de fabrication⁹



Figure I. 4 : charbon actif en grain.¹¹

c. Le charbon actif extrudé : comme présentée dans la figure I.4 est de forme cylindrique avec des diamètres allant de 0.8 mm à 5 mm. Il est principalement utilisé pour des applications en phase gazeuse à cause de sa faible perte de charge, de sa grande résistance mécanique et de sa faible teneur en poussières.¹²

¹⁰ <https://www.revue-ein.com/article/oxydation-avancee-in-situ-du-charbon-actif-traitement-des-micropolluants-pesticides-et-matieres-organiques>

¹¹ : <https://www.lenntech.fr/charbon-actifhome.htm>

¹² N .Yahiaoui. Etude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium hydroxyapatite et charbon actif. Mémoire de magistère (2012).



Figure I.5 : Charbon actif extrudé.¹³

I.2.6 Avantages et les inconvenantes du charbon actif (CAP, CAG)

Tableau I. 2 : Avantages et inconvénient du (CAP, CAG)⁹

	Avantage	Inconvénient
CAP	<ul style="list-style-type: none"> •Le charbon actif en poudre est 2 à 3 fois moins cher que le charbon actif en granulé. •Leur dosage en quantité réglable peut suivre la concentration des polluants si celle-ci est connue. •Leur cinétique d’adsorption est rapide. 	<ul style="list-style-type: none"> • ne peut pas être régénéré quand il est mélangé avec des boues d’hydroxyde. •Il est difficile d’enlever les dernières traces d’impuretés sans ajouter une quantité très importante de charbon actif en poudre. • La détection des pointes de pollution est problématique et sa concentration applicable est limitée.
CAG	<ul style="list-style-type: none"> •Le charbon actif granulé utilise sous forme de lit filtrant •La durée de vie du charbon actif granulé dépend de l’abattement de la matière organique et du lissage des points de pesticide. Le choix du type de charbon actif est également déterminant sur le rendement de l’élimination. 	<ul style="list-style-type: none"> • Durée de vie limitée • Préfiltration: Les carburants dissous et matières en particules peuvent rapidement encrasser le charbon, nécessitant un prétraitement dans la plupart des cas. • La cinétique d’adsorption est lente • Déchets dangereux : tout le charbon doit être finalement jeté, il peut être jeté comme déchet dangereux, ce qui augmenterait le coût et responsabilité.

¹³ <https://www.donau-carbon.com/Products-Solutions/Aktivkohle?lang=fr-FR>

I.2.7 Utilisations du charbon actif :¹⁴

Le charbon actif est utilisé dans de nombreux domaines :

a. Filtration :

- systèmes de filtration de l'air contaminé notamment dans les abris antiatomiques.
- décontamination de l'eau potable : le charbon actif retient un grand nombre de composés organiques, tels les pesticides. Cet usage représente 20 % du marché mondial .
- masques à gaz .
- filtres à cigarettes .
- filtres utilisés dans les installations de ventilation en circuit fermé (par exemple, hotte de cuisine) .
- filtration de polluants organiques (en particulier les traitements médicamenteux).
- système de filtration pour aquarium.

b. Industrie :

- décoloration des eaux : eau potable et autres liquides alimentaires (bière, boissons gazeuses, etc.).
- traitement des effluents liquides .
- détachage des vins blancs, comme le Champagne produit à partir de pinot noir (raisin noir à jus blanc) : les pigments de la peau du raisin, qui peuvent colorer le jus, sont absorbés par un charbon activé chimiquement et exempt de fer afin d'éviter la casse ferrique du vin .
- décoloration du sucre .
- décaféinassions du café : avec de l'eau .
- stockage de l'hydrogène (nano fibres de charbon actif ou de dérivés du charbon) .
- support pour métaux catalytiques ultra divisés (par exemple : platine ou nickel sur charbon actif) .
- l'élimination des hydrocarbures dans l'eau.

¹⁴ <https://www.chemviron.eu/>

c. Médecine :

- Anti-diarrhéique dans les cas des diarrhées.
- Aigreurs d'estomac, aérophagies, flatulences.
- Epuration digestive et abaissement du taux de cholestérol.
- Traitement de l'intoxication alimentaire.
- ✓ Antidote en cas d'intoxication par médicaments, produits chimiques, métaux lourds, détergents, solvants organiques .¹⁵

d. Catalyseur :

Le charbon peut agir comme catalyseur de différentes réactions (hydrogénation, oxydation et polymérisation) du fait de ses propriétés électroniques tantôt de conducteur, semi-conducteur ou d'isolant.

e. Support catalytique :

Le charbon actif dispose de plusieurs avantages permettant de l'utiliser comme support catalytique : surface spécifique élevée, résistance à l'attrition, stabilité chimique à la fois en milieu acide et basique, stabilité thermique relativement importante, variété de formes (poudre, granules, extrudés, tissus, fibres, ...) et de propriétés physico-chimiques (distribution de taille de pores, polarité de surface ...). De plus, après réaction, le charbon actif peut être brûlé pour récupérer les métaux qui s'accumulent dans les cendres.¹⁶

I.2.8 la production de charbons actifs : Impacts environnementaux

L'adsorption sur charbons actifs est une technologie largement développée et sa production représente de grandes quantités. La consommation de charbons actifs par habitant en 2005 était de 0,5 kg au Japon, de 0,4 kg aux Etats-Unis, de 0,2 kg en Europe et de 0,03 kg dans le reste du monde .¹⁷ Cette répartition est due au fait que les pays asiatiques n'ont pas

¹⁵ Epuration digestive lors des intoxications digestives, Nimes, le 27 novembre (1992).

¹⁶ F Rodriguez-Reinoso, M Molina-Sabio. Advances in Colloid and Interface Science (1998).

¹⁷ Bansal R., Goyal M. Activated carbon adsorption. CRC Press, Boca Raton, 2005.

commencé à utiliser les carbones activés en grandes quantités pour le contrôle des pollutions de l'air et de l'eau. La demande mondiale devrait atteindre 2,3 millions de tonnes en 2017.¹⁸

I.2.9 l'analyse du cycle de vie (ACV)

(ACV) est une approche globale pour quantifier les impacts d'un produit, que ce soit un bien, un service ou un procédé. C'est une méthode adaptée pour estimer les impacts environnementaux d'une filière telle que le procédé d'adsorption sur charbons actifs pour le traitement de l'eau. L'ensemble de la vie de ce produit est pris en compte, de l'extraction des matières premières jusqu'à sa distribution, son utilisation et finalement sa fin de vie (mise en décharge, recyclage...). La réalisation d'une ACV est fastidieuse et se doit d'être aussi exhaustive que possible. Il existe donc peu de publications dans ce domaine. Toutefois, les travaux de Bayer et al. (2005) et de Gabarrell et al. 2012 ont établi une ACV complète des charbons actifs utilisés dans le domaine de la 45 dépollution de l'eau selon le principe du pump and treat ¹⁹. Cette ACV est reportée dans le **Tableau I-3** :

Tableau I. 3: Valeurs indicatives pour des catégories de l'ACV de charbon actif en grain non utilisés et recyclés.¹⁹

Unites		Charbons actifs		
		Recyclés	Non réutilisés	Transport
Epuisement des ressources énergétiques	Kg (éq pétrole brut). KgCAG⁻¹	0,90	0,33	3,5.10⁻²
Risque de réchauffement mondial	KgC02.KgCAG⁻¹	11,0	1,17	1,1.10⁻¹
Risque de création photochimique d'ozone	KgC2H4. KgCAG⁻¹	1,2.10⁻³	5,4.10⁻⁴	2,4.10⁻⁴
Risque d'acidification	KgSO2. KgCAG⁻¹	5,8.10⁻³	1,8.10⁻³	6,6.10⁻⁴
Risque d'eutrophisation terrestre	KgPO43. KgCAG⁻¹	5,2.10⁻⁴	3,0.10⁻⁴	1,3.10⁻⁴
Risque de toxicité humaine	KgAS. KgCAG⁻¹	4,2.10⁻⁸	3,2.10⁻⁸	1,5.10⁻⁸

¹⁸Shah I. K., Pre P., Alappat B. J. Effect of thermal regeneration of spent activated carbon on volatile organic compound adsorption performances. J. Taiwan Inst. Chem. Eng. 2014, 45, 1733–1738.

¹⁹ Bayer P., Heuer E., Karl U., Finkel M. Economical and ecological comparison of granular .

I.2.10 Régénération de charbon actif ²⁰

Le charbon actif est un produit relativement couteux, c'est pourquoi il est très souvent régénéré il existe quatre méthode de régénération :

a. Régénération à la vapeur :

Cette méthode est réservé à la régénération des charbons actifs qui simplement adsorbé des produit très volatils cependant, le traitement à la vapeur peut être utile pour débouché la surface des grains de charbons et désinfecté le charbon.

b. Régénération thermique :

Cette opération est réalisé par pyrolyse ou en brulant 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 de quelques avantages : Très couteuse avec l'achat de plusieurs fours, il y a une perte de charbon de l'ordre de 7 à 10% .L'utilisation de fours électriques réduit ces perte.

c. Régénération chimique :

Procédés utilisant un solvant utilisé à une température de 100°C et avec un pH important. L'utilisation de cette méthode réside dans la minimisation des pertes de charbons (environ 1%). les polluants son ensuite détruit par incinération.

d. Régénération biologique :

Bien que le procédé de la régénération biologique soit remis en question, le fait expérimental demeure : en conditions aérobies les bactéries les bactéries son capable de minéraliser la matière organique du charbon.

²⁰ <https://www.lenntech.fr/francais/charbonactif-regeneration.htm>.

I.3 L'ADSORPTION EL LEUR APPLICATION**I.3.1Définition :**

L'adsorption est un phénomène de surface dans laquelle les molécules (**adsorbat**) se fixent sur une surface (**adsorbant**), elle peut être définie comme étant un procédé de transfert de matière d'une phase à une autre ou bien par une modification de concentration à l'interface (gaz/solide ou liquide/solide).²¹

I.3.2 Types d'adsorption :

- a. L'adsorption physique (Physisorption) :** c'est un phénomène réversible qui met en jeu de très faible interaction et il ne conduit pas à une modification de l'identité chimique de la molécule adsorbée et il se déroule à des basses températures.²²
- b. L'adsorption chimique (chimisorption) :** est un phénomène irréversible qui conduit à une formation de liaison chimique de type covalente ou ionique. Ce type d'adsorption a lieu en général à haute température.²³

²¹ Guettaf f., kennas s. Adsorption du chrome(VI) sur la cellulose modifiée.Mémoire de fin d'étude. universite mouloud mammeri de tizi ouzou.

²² Chitour C E. physico-chimie des surfaces. 2eme edition. alger : office des publications universitaires. (2004).

²³ Gilot B., Guiraud R. Cinétique et catalyse hétérogène. France : ellipses. (Février)

I.3.3 Comparaison entre la chimisorption et la physisorption :

Tableau I. 4 : Différence entre chimisorption et physisorption ²²

Propriétés	Chimisorption	Physisorption
Température de processus	Elevée	Relativement basse
Chaleur	Plus de 20 kcal	2 et 6 kcal
Cinétique	Lente, irréversible	Rapide, réversible
Désorption	Difficile	Facile
Couches formées	Monocouche	Mono ou multicouche s

I.3.4 Les adsorbants : les adsorbants industriels les plus utilisés sont :

- les zéolithes.
- les gels de silice.
- les alumines activées
- les argiles activées.
- le plus utilisé est le charbon actif.²⁴

I.3.5 Description du mécanisme d'adsorption :

Le mécanisme d'adsorption peut être décomposé en plusieurs étapes :

1. Diffusion de l'adsorbât à travers le film liquide entourant les particules de l'adsorbant.
2. Transfert de la solution à l'intra particule sites actifs (diffusion interne).
3. Fixation sur des sites particuliers appelés sites actifs.

²⁴ Sedira N. Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes. MAGISTER. Université Mohamed Chérif Massaadia Souk-Ahras. (2013).

- A l'heure actuelle, il n'existe pas de théorie générale permettant d'expliquer le phénomène d'adsorption.²⁵ La **figure II.1** nous illustre bien ce mécanisme

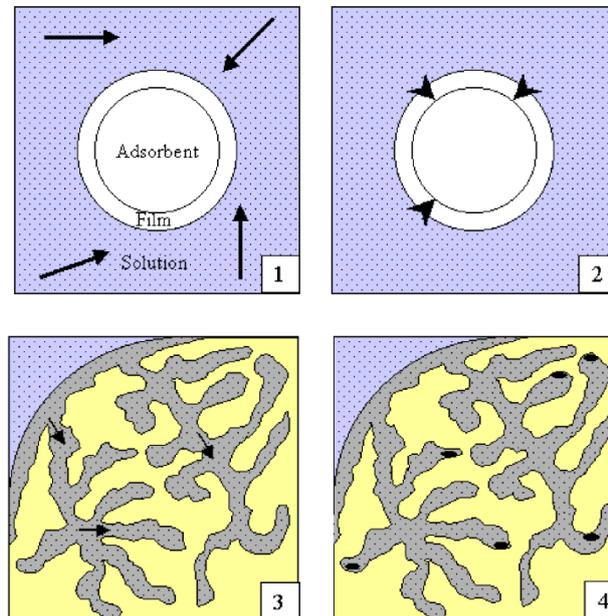


Figure I. 6: Représentation schématique du phénomène d'adsorption sur charbon actif en grain.²⁶

I.3.6 Facteurs influençant l'adsorption

L'efficacité d'un adsorbant vis-à-vis d'un adsorbât dépend d'un nombre important des 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.²⁶

²⁵ Hazourli, « adsorption et électrosorption de composés organiques sur charbon actif en grains », Thèse de doctorat, USTHB 1991.

²⁶ C.E. Chitour, « physico-chimie des eaux », OPU, V02, 1992.

I.4 COCNLUSION :

Comme nous l'avons vu, en raison de ses propriétés physiques et chimiques particulières, le charbon actif peut jouer différents rôles dans la purification de l'eau: adsorbant, mais c'est aussi un catalyseur d'oxydation directe pour certains polluants. On peut en conclure que l'application industrielle du charbon actif dans l'adsorption de certains polluants chimiques qui peuvent être présents dans les eaux usées industrielles liquides et gazeuses est importante en raison de sa grande surface spécifique, de sa grande disponibilité et de son faible coût.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. M.L.Sekirifa, M.Hadj-Mahammed. Etude comparative de la capacité adsorbant d'un charbon actif issu de noyaux de dattes et un charbon actif commercial, (2005), p. 55-59.
2. L. D Benefield, J.F. Judkins, B. L. Weand, Prendice Hall Inc, Englewood Cliff (N.J) 07632, 510, 1982.
3. N. Bouziane. Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. Mémoire de magister en Chimie, Université mentouri de constantine (2007), pp 4-5,16.
4. https://www.memoireonline.com/11/13/7701/m_L-utilisation-industrielle-du-charbon-actif5.html
5. Marianne Miguet « adsorption de COV issus d'eaux souterraines et régénération des charbons actifs par voie solaire», Thèse de doctorat , collège doctoral du languedoc roussillon ,2015.
6. S. M. Monacha et al. Porous carbon, vol 28, 2003, pp 335- 348.
7. ATHEBA, Grah Patrick. " Traitement Des Eaux Par Action Combinée De La Photocatalyse Solaire Et De L'adsorption Sur Charbon Actif : Conception Et Réalisation Du Procédé." Thèse De Doctorat Université Paul Verlaine, Metz, (2009), p. 106
8. AYRAL, Catherine." Elimination De Polluants Aromatiques Par Oxydation Catalytique Sur Charbon Actif." Thèse De Doctorat. Institut National Polytechnique De Toulouse, (2009), p. 9, 18.
9. <https://www.lenntech.fr/francais/charbonactif-grain-poudre.htm>
10. <https://www.revue-ein.com/article/oxydation-avancee-in-situ-du-charbon-actif-traitement-des-micropolluants-pesticides-et- matieres-organiques>
11. <https://www.lenntech.fr/charbon-actifhome.htm>
12. N .Yahiaoui. Etude de l'adsorption des composes phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium hydroxyapatite et charbon actif. Mémoire de magistère (2012).
13. <https://www.donau-carbon.com/Products-Solutions/Aktivkohle?lang=fr-FR>
14. <https://www.chemviron.eu/>
15. Epuration digestive lors des intoxications digestives, Nimes, le 27 novembre (1992).
16. F Rodriguez-Reinoso, M Molina-Sabio. Advances in Colloid and Interface Science (1998).
17. Bansal R., Goyal M. Activated carbon adsorption. CRC Press, Boca Raton, 2005.

18. Shah I. K., Pre P., Alappat B. J. Effect of thermal regeneration of spent activated carbon on volatile organic compound adsorption performances. J. Taiwan Inst. Chem. Eng. 2014, 45, 1733–1738.
19. Bayer P., Heuer E., Karl U., Finkel M. Economical and ecological comparison of granular .
20. <https://www.lenntech.fr/francais/charbonactif-regeneration.htm>.
21. Guettaf f., kennas s. Adsorption du chrome(VI) sur la cellulose modifiée.Mémoire de fin d'étude. universite mouloud mammeri de tizi ouzou.
22. Chitour C E. physico-chimie des surfaces. 2eme edition. alger : office des publications universitaires. (2004).
23. Gilot B., Guiraud R. Cinétique et catalyse hétérogène. France : ellipses. (Février)
24. Sedira N. Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes. MAGISTER. Université Mohamed Chérif Massaadia Souk-Ahras. (2013).
25. Hazourli, « adsorption et électrosorption de composés organiques sur charbon actif rngrains », Thèse de doctorat, USTHB 1991.
26. C.E. Chitour, « physico-chimie des eaux », OPU, V02, 1992.

CHAPITRE II
DETECTION
ET
ELIMINATION
DES POLLUANTS

II. 1 INTRODUCTION

La pollution fait référence à la dégradation de l'environnement causée par des changements dans la concentration des éléments chimiques naturels, il existe de nombreuses origines, mais deux d'entre elles sont toujours importantes: l'origine humaine (qui est la raison principale) et l'origine naturelle. Ce phénomène peut avoir un impact très important sur la santé, les écosystèmes et la biodiversité, et ce qui nous intéresse, c'est la pollution de l'eau causée par les déchets industriels.

II.2 LES TYPES DES POLLUANTS**II.2.1 Les polluants organiques**²⁷

La caractéristique des composés organiques est que les molécules contiennent principalement du carbone, de l'hydrogène et d'autres éléments appelés hétéroatomes: oxygène, azote, soufre, phosphore, chlore, ...

La présence d'hétéroatomes dans des groupes aux propriétés physiques et chimiques particulières confère aux substances organiques certaines fonctions et peut être utilisée pour les classer dans les groupes suivants:

- ✓ hydrocarbures aliphatiques (alcanes, alcènes).
- ✓ hydrocarbures aromatiques monocycliques (benzène, toluène, xylènes).
- ✓ hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) .
- ✓ hydrocarbures halogènes (solvants chlores, chlorobenzènes, dioxines, furannes) .
- ✓ hydrocarbures oxygénés (acides, esters, aldéhydes, alcools) .
- ✓ hydrocarbures azotes (pesticides).
- ✓ hydrocarbures soufre (pesticides) .

II.2.2 Les méthodes de caractérisations

Qu'il s'agisse d'études de composés organiques ou inorganiques, les méthodes utilisées sont pratiquement les mêmes et passent par trois étapes:

- ✓ préparation des échantillons.
- ✓ identification du composé.
- ✓ quantification.

²⁷ Dominique Jullien. La recherche des polluants dans les sols. Séminaire "Sols Pollués", Jun 1997, Paris, France. pp.19-28. ineris-00972101

a. La préparation des échantillons

Une préparation préliminaire des échantillons est souvent nécessaire, en particulier dans le cas des composés solides. Cela comprend la purification, l'extraction, la concentration et l'insertion d'une solution du composé que vous souhaitez trouver qualitativement ou quantitativement. La diversité des composés organiques qui présentent une large gamme de pressions de vapeur oblige les analystes à faire la distinction entre les composés lourds et les composés légers ou volatils.

Les composés légers qui ne doivent pas être perdus entre l'échantillon et le test seront concentrés à l'avance, par exemple, l'échantillon est dégazé, puis le composé de test dans l'échantillon est capturé

Cette étape de préparation doit inclure:

- ✓ la compatibilité entre l'extraction finale et la méthode analytique utilisée,
- ✓ la vérification du rendement d'extraction

b. L'identification des composés

Les moyens couramment utilisés pour identifier les composés organiques sont des moyens spectroscopiques: c'est-à-dire la spectrométrie de masse ou la spectroscopie infrarouge avec transformée de Fourier, ou non associée à la chromatographie en phase gazeuse ou liquide. Pour les micropolluants organiques, la méthode d'identification la plus utilisée et la plus fiable est la chromatographie en phase gazeuse / spectrométrie de masse

c. Le dosage

Dans la plupart des laboratoires d'analyse, la détermination des composés organiques est effectuée par chromatographie en phase gazeuse ou liquide. En choisissant la technologie, le type de colonne chromatographique utilisée ou le type de détecteur, de nombreuses possibilités permettent désormais de quantifier de nombreuses substances même en traces.

II.3 EXEMPLES DES CHERCHEURS SUR LES METHODES DE DETECTION ET ELIMINATION DES POLLUANTS ORGANIQUE

Ce travail présente des exemples des chercheurs, dans le but de comprendre le passage entre la théorie au pratique, et extraire des point essentielles tels que les essais, des technique et principe du fonctionnement.

❖ D'après les chercheurs : Yunlong Guo et al, sur le thème **Progrès récents dans l'élimination des COV par oxydation catalytique technologie sur divers catalyseurs de nanoparticules**, en 2020.

Nous sommes intéressés sur la technologie d'oxydation catalytique a été considérée comme une option très efficace pour le traitement des COV. Cette revue résume systématiquement les processus récents et les avancées sur l'élimination catalytique des COV sur les catalyseurs nanoparticules. Tout d'abord, les performances catalytiques des catalyseurs pour la dégradation des COV sont évaluées et comparées sur la base de mesures de performances unifiées. Deuxièmement, des mécanismes catalytiques d'oxydation des COV, basés sur des études expérimentales et théoriques, sont systématiquement introduits.²⁸

❖ Puis : Khanh Thi Kim Phana et al ,sur le thème **Plasma non thermique pour l'élimination des résidus de pesticides dans la mangue**, en 2018.

Nous sommes concentrés sur L'effet du plasma non thermique sur l'élimination des résidus de pesticides et le changement qualitatif des mangues a été étudié. Les résultats ont montré que le traitement au NTP à un débit de 5 L / min Ar pendant 5 minutes peut réduire avec succès la concentration de rif toxique de 74,0% et la concentration de cyperméthrine de 62,9%. Cependant, il n'y a pas de différence significative dans les paramètres des solides solubles totaux, de la couleur et de la texture.²⁹

❖ Ensuite: Michał Gałol et al ,sur le thème **Processus d'oxydation avancés basés sur la cavitation hydrodynamique: études sur les effets spécifiques des acides inorganiques sur l'efficacité de dégradation des polluants organiques**, en 2020.

On a constaté que le type d'acide utilisé affectait fortement l'efficacité du processus d'oxydation radicalaire des polluants organiques et la formation de polluants secondaires nocifs. L'acide sulfurique est le seul produit chimique utilisé pour l'acidification et peut entraîner un traitement efficace sans formation de types contrôlés de contaminants secondaires. Dans le processus de cavitation de 6 heures, lors de l'utilisation d'acide sulfurique, dans la plupart des cas, la meilleure efficacité de traitement peut être obtenue,

²⁸ Y. Guo, et al (2020) 'Recent advances in VOC elimination by catalytic oxidation technology onto various nanoparticles catalysts: a critical review', *Applied Catalysis B: Environmental*, 281(119447)

²⁹ K.T.K. Phan et al (2018) 'Non-thermal plasma for elimination of pesticide residues in mango', *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 48, pp. (164-171) .

dépassant largement 80%, et le taux d'élimination du COT atteint 90%. L'acide nitrique est moins efficace.³⁰

II.4 LES POLLUANTS INORGANIQUES

Les éléments sous forme de traces, présents à l'état solide dans les sols, sont mis en circulation par l'érosion qui les met en solution ou suspension. Le ruissellement sur les surfaces imperméables (sols, chaussée) ainsi que les sources anthropiques s'ajoutent à ces sources naturelles liées à l'érosion. Les métaux lourds sont présents le plus souvent dans l'environnement sous forme de traces: mercure, plomb, cuivre, arsenic, nickel, zinc, cobalt, manganèse. Les plus toxiques d'entre eux sont le plomb, le cadmium et le mercure. De nombreuses activités industrielles telles l'électronique, les traitements de surface, l'industrie chimique, utilisent des métaux d'où la possibilité de rejets dans l'environnement.³¹ Généralement, l'implantation d'unités industrielles privilégie les sites à proximité des fleuves pour le transport de matières premières, pour l'alimentation en eau de refroidissement des installations et aussi pour les possibilités de rejets des effluents industriels. En effet l'eau a longtemps été l'exutoire qui permettait d'évacuer ces déchets, sans respect des normes.³²

II.4.1 Les méthodes de caractérisation

a. L'analyse des polluants inorganiques:

1) L'analyse en phase solide

Dans le cas de certains composés, les métaux lourds par exemple, il est parfois possible de réaliser des analyses sans préparation préalable de l'échantillon. Les techniques pouvant être mises en œuvre sont les suivantes :

- ✓ fluorescence X.
- ✓ Diffraction des rayons X.
- ✓ microscopie électronique à balayage avec analyseur.
- ✓ spectrométrie infrarouge.

Ces analyses sont généralement qualitatives .Dans certains cas, par fluorescence et diffraction des rayons X, l'analyse est non destructive, de sorte que les échantillons peuvent être récupérés pour des tests supplémentaires ou pour conserver des échantillons bruts.

³⁰ M. Gağol et al (2020) 'Hydrodynamic cavitation based advanced oxidation processes: Studies on specific effects of inorganic acids on the degradation effectiveness of organic pollutants', Journal of Molecular Liquids, 307(113002).

³¹ Actes d'une réunion d'experts de l'OCDE, « indicateurs environnementaux pour l'agriculture » volume 3, édition OCDE, Zurich, Suisse, novembre (2001).

³² Emilian Koller « Traitement de pollutions industrielles », (2004).

2) L'analyse en phase liquide

Dans la plupart des cas, les éléments à étudier et à évaluer doivent être dissous sous forme d'ions libres pour résoudre le problème de compatibilité avec l'équipement

❖ La préparation des échantillons

En général, il est nécessaire d'opérer un broyage préalable de l'échantillon brut permettant ainsi d'obtenir un échantillon homogène, mais cette phase doit être effectuée avec prudence dans le cas de recherche de composés minéraux particulièrement volatils comme le mercure ou le sélénium.

En fonction des éléments à doser, les procédés de préparation peuvent être différents :

- ✓ attaque acide.
- ✓ minéralisation spécifique.
- ✓ fusions alcalines ou salines.
- ✓ combustion à haute température sous oxygène.

c. L'analyse des cations

Les analystes peuvent utiliser diverses techniques. Choisissez en fonction de la sensibilité requise et des problèmes d'interférences possibles

- mesures par titration.
- mesures colorimétriques.
- spectrométrie d'absorption atomique (SAA) .
- spectrométrie d'émission atomique associée à une torche à plasma d'argon.
- couplage spectrométrie d'émission atomique avec la spectrométrie de masse.

d. L'analyse des anions

Les principaux anions trouvés, à savoir les halogènes (chlorure, bromure, iodure, fluorure), phosphate, nitrate, nitrite, cyanure et sulfate, sont généralement ajoutés aux doses suivantes:

- Chromatographie d'échange d'ions (CEI).
- L'électrophorèse capillaire (EC).²¹

II.5 EXEMPLES DES CHERCHEURES SUR LES METHODES DE DETECTION ET ELIMINATION DES POLLUANTS INORGANIQUE

Ces travaux fournissent aux chercheurs des exemples pour comprendre la transition entre la théorie et la pratique et pour en extraire des points clés tels que les tests, la technologie et les principes opérationnels.

❖ D'après les chercheurs : Ashish Guleriaa et al ,sur le thème **Adsorbant polymère cellulose-g-poly- (acrylamide-co-acide acrylique) pour l'élimination des polluants inorganiques toxiques des eaux usées**, en 2020.

Ils ont utilisé divers paramètres d'adsorption, tels que le pH, le temps de contact, la température et la concentration en ions métalliques, l'adsorption du polymère cellulose-g-poly a été optimisée. Le copolymère greffé-g-poly- peut potentiellement être utilisé pour éliminer les contaminants dans l'eau.³³

❖ En second : Da Pang et al sur le thème **Élimination supérieure des polluants inorganiques et organiques de l'arsenic de l'eau avec MIL-88A (Fe) décoré sur des fibres de coton**, en 2020

En raison de la toxicité de l'arsenic et de la menace grave pour l'homme et l'environnement, la pollution par l'arsenic a attiré l'attention du monde entier. L'interaction de coordination As-O-Fe entre les polluants de l'arsenic et MIL-88A a été proposée pour promouvoir une excellente activité d'adsorption. arsenic. Ces travaux offrent une nouvelle option pour la structure organique du métal afin de réaliser des applications potentielles à grande échelle pour purifier l'eau contaminée par l'arsenic.³⁴

❖ Ensuite : Guo et al sur le thème **Une plate-forme de bandelettes de test basée sur un biocapteur microbien à cellules entières pour la détection simultanée sur site des polluants inorganiques totaux de mercure dans les cosmétiques sans avoir besoin de prédigestion Mingzhang**, en 2019

Les polluants au mercure se trouvent souvent dans les cosmétiques, tels que le chlorure de mercure, le chlorure d'ammonium. Les prétraitements complexes et dangereux qui convertissent diverses formes de mercure en ions Hg ont entravé les tentatives précédentes de détection du mercure sur le terrain. Le circuit génique avec Merr a été exprimé sous forme de

³³ A. Guleria, et al (2020) 'Cellulose-g-poly-(acrylamide-co-acrylic acid) polymeric bioadsorbent for the removal of toxic inorganic pollutants from wastewaters', *Carbohydrate Polymers*, 228(115396).

³⁴ D. Pang et al (2020) 'Superior removal of inorganic and organic arsenic pollutants from water with MIL-88A(Fe) decorated on cotton fibers', *Chemosphere*, 245(126829) .

protéine sensorielle et la protéine fluorescente rouge inductible a été introduite en tant que molécule de gène rapporteuse dans *Escherichia coli* pour construire un biocapteur pour détecter le mercure. Les résultats du transcriptome ont confirmé la capacité de conversion du mercure de l'ensemble du biocapteur cellulaire à partir d'une expression génique réussie. Le biocapteur est intégré sur du papier filtre pour former une bandelette de test, qui peut être utilisée pour déterminer si le total des contaminants inorganiques au mercure dans les cosmétiques dépasse 1 mg / kg.³⁵

II.6 CONCLUSION

En conclusion, les polluants affectent bien sur énormément les propriétés et le fonctionnement de charbon actif et cela menace l'environnement

Par conséquent, de nombreux experts étudient la capacité de détecter et d'éliminer les polluants, et nous cite quelque exemple sur ces méthodes.

³⁵ M. Guo et al (2019) 'a test strip platform based on a whole-cell microbial biosensor for simultaneous on-site detection of total inorganic mercury pollutants in cosmetics without the need for predigestion', *biosensors and bioelectronics* , 150(111899)

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

27. Dominique Jullien. La recherche des polluants dans les sols. Séminaire "Sols Pollués", Jun 1997, Paris, France. pp.19-28. ineris-00972101
28. Y. Guo, et al (2020) 'Recent advances in VOC elimination by catalytic oxidation technology onto various nanoparticles catalysts: a critical review', *Applied Catalysis B: Environmental*, 281(119447)
29. K.T.K. Phan et al (2018) 'Non-thermal plasma for elimination of pesticide residues in mango', *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 48, pp. (164-171) .
30. M. Gałol et al (2020) 'Hydrodynamic cavitation based advanced oxidation processes: Studies on specific effects of inorganic acids on the degradation effectiveness of organic pollutants', *Journal of Molecular Liquids*, 307(113002).
31. Actes d'une réunion d'experts de l'**OCDE**, « indicateurs environnementaux pour l'agriculture » volume 3, édition OCDE, Zurich, Suisse, novembre (**2001**).
32. Emilian Koller « Traitement de pollutions industrielles », (**2004**).
33. A. Guleria, et al (2020) 'Cellulose-g-poly-(acrylamide-co-acrylic acid) polymeric bioadsorbent for the removal of toxic inorganic pollutants from wastewaters', *Carbohydrate Polymers*, 228(115396).
34. D. Pang et al (2020) 'Superior removal of inorganic and organic arsenic pollutants from water with MIL-88A(Fe) decorated on cotton fibers', *Chemosphere*, 245(126829) .
35. M. Guo et al (2019) 'a test strip platform based on a whole-cell microbial biosensor for simultaneous on-site detection of total inorganic mercury pollutants in cosmetics without the need for predigestion', *biosensors and bioelectronics* , 150(111899)

CHAPITRE III
REGENERATION
DE
CHARBON ACTIF

III.1 INTRODUCTION

Les quantités du charbon actif pollué souvent nocifs à l'environnement. Les institutions internationales se mobilisent ainsi pour préserver l'environnement et réduire la pollution générée par CA contenant des micros polluants L'intérêt et/ou la toxicité de ces derniers font que leur régénération est indispensable.

Parmi les procédés de régénération plus utilisés on cite régénération chimique, microbiologique et régénération thermique..etc .

III.2 PROCEDES DE REGENERATION EXISTANTS

Lorsqu'il est utilisé en tant qu'adsorbant, le CA se sature progressivement et il finit par ne plus pouvoir fixer les molécules a sa surface. Afin de valoriser au mieux ce matériau et ne pas en faire un déchet ultime, il apparait donc important de pouvoir le régénérer de façon à ce qu'il puisse retrouver ses propriétés initiales d'adsorbant. Les méthodes de régénération sont aujourd'hui basées sur la désorption (augmentation de la température ou extraction avec un solvant) et/ou sur la décomposition du polluant (procédé chimique, électrochimique ou microbiologique).

Il existe des différent techniques pour effectuer cette régénération et se classent selon trois familles, à savoir : les procédés thermiques, chimiques et biologiques.

III.2.1 Régénération chimique

La régénération chimique emploie un vaste panel de réactifs. Après la régénération thermique, c'est la méthode la plus courante. Elle a été mise en place pour réduire les coûts énergétiques et améliorer le rendement de la méthode thermique.³⁶

a. Extraction en solution aqueuse et solvant organique

1) La régénération la plus simple est avec de l'eau à température ambiante et pression atmosphérique. L'eau se comporte comme un solvant et extrait les composés adsorbés. Même si la concentration en polluant dans cette eau d'extraction est plus élevée que celle de l'étape d'adsorption, l'opération consiste à polluer à nouveau de l'eau, ce qui n'est pas satisfaisant. Les rendements de ce type de régénération sont faibles. Cette technique est très peu répandue.

³⁶ Sontheimer H., Crittenden J. C., Summers R. S. Activated carbon for water treatment. DVGWForschungsstelle, Karlsruhe, 1988 .

Pour pallier à ces inconvénients, des solutions salines sont employées. Il a par exemple été montré qu'une solution de chlorure de sodium peut faire résorber de l'arsenic fixé sur des charbons actifs pour restaurer jusqu'à 80% de la capacité d'origine³⁷

2) L'extraction par solvant organique s'appuie sur le fait que des substances ont plus d'affinités et sont plus solubles avec des solvants organiques qu'avec l'eau.

Des solvants organiques très différents peuvent être utilisés : des alcools, des acides carboxyliques, des amines ou encore du benzène. Un lavage en fin de procédé est nécessaire pour faire désorber le solvant fixé sur le carbone activé. Un rendement élevé est obtenu avec cette technique. Plus de 80 à 90% de la capacité d'adsorption est restaurée en utilisant comme solvant du méthanol, de l'acétone ou de l'éthanol avec comme polluant cible le phénol³³. La plupart des solvants sont généralement polluants et toxiques. Par conséquent, cette alternative intéressante du point de vue de l'efficacité n'est pas en accord avec une démarche générale de développement durable. De plus, le recours aux solvants organiques augmente le coût du procédé.

✓ L'utilisation des fluides supercritiques tire avantage de leurs propriétés remarquables :

viscosité faible et diffusivité importante. Ils sont de bons solvants pour l'extraction des composés organiques.³⁸

b. Régénération électrochimique

La régénération électrochimique utilise le courant électrique dans une cellule électrochimique.³⁹ Le charbon actif est placé sur l'une des électrodes, habituellement la cathode. L'électrolyte est en général du NaCl ou du NaOH. L'intérêt de cette méthode est son fonctionnement à température ambiante et la non-production ou utilisation de produits chimiques. Des rendements élevés autour de 80 à 90% sont obtenus avec du toluène et du phénol par électrochimie. Toutefois, la régénération électrochimique implique que les

³⁷ Di Natale M., Erto A., Lancia A. Desorption of arsenic from exhaust activated carbons used for water purification. *J. Hazard. Mater.* 2013, 260, 451–458. using supercritical fluids extraction: A review. *J. Hazard. Mater.* 2009, 160, 1–20.

³⁸ Sheintuch M., Matatov-meytal Y. I. Comparison of catalytic processes with other regeneration methods of activated carbon. *Catal. Today.* 1999, 53, 73–80.

³⁹ Cecen F., Aktas O. *Activated carbon for water and wastewater treatment: Integration of adsorption and biological treatment.* Wiley, Weinheim, 2011

charbons actifs soient en contact direct avec l'électrode, ce qui le rend rédhibitoire pour une application industrielle afin de régénérer des quantités importantes d'adsorbants ⁴⁰.

C. Régénérations oxydantes à température ambiante

Les régénérations oxydantes consistent à utiliser un agent oxydant capable de dégrader les polluants. Elles peuvent être couplées à un traitement thermique pour accélérer le processus d'oxydation. Ces dernières seront décrites dans la partie consacrée à la régénération thermique. Les procédés d'oxydation avancée (POA) sont les principales techniques oxydantes à température ambiante. Les principaux POA sont l'ozonation, la photocatalyse, le peroxyde couplé UV et le Fenton. Ces techniques permettent la régénération en se basant sur la production d'espèces radicalaires extrêmement active pour dégrader les polluants en surface des charbons actifs.

III.2.2 Régénération microbiologique

La régénération microbiologique a recours aux microorganismes qui dégradent les substances polluantes. Deux grandes variantes existent. L'introduction des microorganismes sur les carbones activés peut avoir lieu avant l'adsorption, cette technique s'appelle les charbons actifs biologiques. Si le contact entre les microorganismes et les adsorbants se déroule après l'adsorption, il s'agit de bio régénération. Dans le cas où les microorganismes sont inoculés avant l'adsorption avec les charbons actifs biologiques, un biofilm se développe autour du charbon actif. Ce biofilm permet la dégradation des polluants biodégradables, mais est un frein à l'adsorption en bloquant l'accès au réseau poreux. Lorsque ces charbons actifs recouverts de biofilm sont en contact avec l'eau à traiter, une partie des polluants est directement dégradée par les microorganismes. La fraction restante est adsorbée sur le carbone activé. Après un certain temps, la concentration en polluant dans la phase aqueuse diminue en raison du couplage des cinétiques d'adsorption et de l'activité microbienne. ⁴¹

III.2.3 Régénération thermique

La régénération thermique est une désorption accélérée par un traitement thermique à haute température (700 à 1 000°C) en présence de gaz inertes ou oxydants (vapeur d'eau ou CO₂). ⁴²

⁴⁰ Salvador F., Martin-Sanchez N., Sanchez-Hernandez R., Sanchez-Montero M. J., Izquierdo C. Regeneration of carbonaceous adsorbents. Part I: thermal regeneration. *Microporous Mesoporous Mater.* 2015, 202, 259–276.

⁴¹ Salvador F., Martin-Sanchez N., Sanchez-Hernandez R., Sanchez-Montero M., Izquierdo C. Regeneration of carbonaceous adsorbents. Part II: chemical, microbiological and vacuum regeneration. *Microporous Mesoporous Mater.* 2015, 202, 277–296.

⁴² Le Cloirec P. Adsorption en traitement de l'air. *Techniques de l'ingénieur*, 2003

Le principe repose sur le transfert des polluants en phase gazeuse. C'est le procédé industriel le plus largement utilisé. Les unités de régénération ne sont souvent pas sur le site d'utilisation des carbones activés, car les températures élevées nécessitent des équipements spéciaux (four à soles étagées ou four rotatif). Il faut donc assurer le transport des charbons actifs. Deux étapes sont généralement utilisées dans la régénération thermique. La première est une pyrolyse réalisée avec une atmosphère inerte. La seconde est une étape oxydante avec une atmosphère contenant un oxydant pour effectuer une gazéification contrôlée. Les polluants sont transférés en phase gazeuse mais pas systématiquement dégradés. Les conditions opératoires sont similaires à celles de la production des charbons actifs avec l'activation par voie physique. Cette étape dégrade également l'adsorbant. Il en résulte une fragilité dans la structure des carbones. La perte de masse à chaque cycle est estimée entre 10% et 15% qu'il faut remplacer par de nouveaux charbons actifs.⁴³

a. Régénération thermique avec un agent oxydant

La régénération thermique oxydante est le passage d'un air chaud, environ 500°C, à travers les charbons actifs. Le dioxygène de l'air est adsorbé puis oxyde les polluants. Ce traitement endommage la structure poreuse et induit une perte de masse. Les conditions expérimentales (temps et température) efficaces sans dégradation de la structure du carbone activé sont délicates à établir. Le charbon actif est imprégné avec des oxydes métalliques (Fe_2O_3 , CuO , Al_2O_3) ou des métaux (Pt, Pd). Le but est d'obtenir des températures de régénération plus basses avec le catalyseur, de 150°C à 300°C.

1) La régénération par oxydation à l'air humide met en contact le carbone activé avec de l'eau et du dioxygène ou de l'air à environ 150 à 200°C à plusieurs dizaines de bars (50 à 70 bars). L'avantage d'utiliser l'eau est sa capacité calorifique, plus grande que les gaz inertes. Bien qu'efficace et mature, cette méthode est coûteuse et endommage rapidement l'adsorbant car elle a recours à la fois à des températures et à des pressions élevées avec une atmosphère oxydante.³⁶

2) Le procédé de gazéification utilisant de la vapeur ou du CO_2 est employé en général après une première étape de régénération thermique sous atmosphère inerte³⁷. Il désorbe les adsorbats et retire les dépôts carbonisés. Ces derniers sont formés par la décomposition des

⁴³ Miguel G. S., Lambert S. D., Graham N. J. The regeneration of field-spent granular-activated

adsorbats lors de traitements thermiques précédents. La température du gaz est de l'ordre de 800 à 900°C.

b. Régénération thermique – Gaz inerte

Régénération thermique – Gaz inerte C'est la méthode la plus utilisée dans l'industrie pour régénérer les charbons actifs. Le gaz inerte est en général de l'azote ; l'hélium et l'argon étant moins employés. Le gaz joue plusieurs rôles. Il assure une atmosphère non oxydante qui rend la pyrolyse possible. Ensuite, l'écoulement du gaz permet de purger les polluants désorbés. Certains polluants peuvent être désorbés en dessous des 400°C, mais les procédés industriels fonctionnent à une température minimale de 700°C et jusqu'à 1 000°C, ce qui facilite également le traitement thermique (décomposition) d'une partie des polluants. Mais ces très hautes températures endommagent les charbons actifs de manière irréversible. Une perte de masse entre 2 et 5% a été observée avec une diminution de la surface spécifique et du réseau microporeux.⁴⁴

III.3. EXEMPLES DE CHERCHEURS SUR LES METHODES POUR LA REGENERATION DU CA

Ces travaux fournissent aux chercheurs des exemples pour comprendre la transition entre la théorie et la pratique et pour en extraire des points clés tels que les tests, la technologie et les principes opérationnels.

❖ D'après les chercheurs: Donghai Ana et al sur le thème **Performances de régénération du coke activé pour l'élimination du mercure élémentaire par micro-ondes et méthodes thermiques** en 2019.

On a extrait à partir de ce article les caractéristiques de régénération du courant alternatif comme adsorbant Hg^0 ont également été étudiées par des méthodes hyperfréquence et thermique. Dans ces deux méthodes de régénération, le chauffage par micro-ondes montre une vitesse de chauffage plus rapide pour obtenir une régénération complète. Après régénération, grâce à la réactivation du micro AC, les performances d'adsorption du AC régénéré sont améliorées. Les résultats montrent que la régénération affectera considérablement les performances du CA, telles que la surface spécifique, la

⁴⁴ Ledesma B., Román S., Álvarez-Murillo A., Sabio E., González J. F. Cyclic adsorption/thermal regeneration of activated carbons. J. Anal. Appl. Pyrolysis. 2014, 106, 112–117

structure des pores, les groupes fonctionnels chimiques de surface et la taille moyenne des particules.⁴⁵

❖ Par les chercheurs: Dongsheng Guoa et al, sur le thème **différents solvants pour la régénération du charbon actif épuisé utilisé dans le traitement des eaux usées de cokéfaction en 2010** .

Les auteurs a été utilisé une solution de n-pentane, de dichlorométhane, d'éther et de dodécylbenzènesulfonate de sodium $C_{18}H_{29}NaO_3S$ pour régénérer le charbon actif appauvri utilisé dans le processus de traitement de l'eau de cokéfaction, ainsi que l'efficacité, la capacité et les conditions optimales du solvant utilisé pour la régénération. Les résultats montrent que le n-pentane peut éliminer efficacement la matière organique réfractaire adsorbée à la surface du charbon actif dans l'eau usées de cokéfaction peut régénérer à plusieurs reprises le charbon actif usé pour restaurer son adsorption. Les résultats de l'analyse par spectrométrie de masse ont montré que les propriétés du charbon actif régénéré par des solvants organiques ne modifiaient pas de manière significative l'apport de composés organiques majeurs dans la solution des eaux usées de cokéfaction.⁴⁶

❖ Par les chercheurs : Danilo H.S. Santosa et al sur le thème **Régénération de charbon actif saturé par réaction aux rayons UV, H_2O_2 et Fenton**

on a déduire que L'efficacité de régénération de ces méthodes a été évaluée et les matériaux ont été caractérisés par microscope électronique à balayage , spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier , diffraction des rayons X et énergie de diffusion. Le taux de régénération maximal atteint 71%. De plus, la stabilité du matériau a été évaluée par le cycle d'adsorption-régénération, et les résultats ont généralement montré que la réaction de Fenton avait une stabilité plus élevée et la capacité d'adsorption du matériau a été restaurée en 7 cycles.⁴⁷

⁴⁵ D. An, et al. (2020) 'Regeneration performance of activated coke for elemental mercury removal by microwave and thermal methods', *Fuel Processing Technology*, 199(106303).

⁴⁶ . Guo et al (2011) 'Different solvents for the regeneration of the exhausted activated carbon used in the treatment of coking wastewater', *Hazardous Materials*, 186(2–3), pp. 1788-1793

⁴⁷ D.H.S. Santos, et al. (2020) 'Saturated activated carbon regeneration by UV-light, H_2O_2 and Fenton reaction', *Separation and Purification Technology*, 250(117112).

❖ D'après: Emine Yagmur et al sur le thème **La performance relative des charbons actifs régénérés par micro-ondes sur l'élimination des polluants phénoliques** en 2017 L'article exprime l'adsorption de réactifs à la surface de matériaux poreux et la régénération de matériaux poreux sont des procédés importants largement utilisés dans l'industrie chimique. L'échantillon de charbon actif est régénéré par une courte période d'énergie micro-ondes . L'effet du processus de régénération par micro-ondes sur la surface et le volume des pores a été étudié à l'aide de techniques de caractérisation en laboratoire. En ce qui concerne la capacité d'adsorption de l'adsorbant et les caractéristiques de surface du matériau poreux, le processus d'adsorption et de régénération est expliqué.⁴⁸

❖ Par les chercheurs : G. SAN MIGUEL et al sur le thème **la régénération des carbons granulaires utilisés sur le terrain** en 2011.

Ce travail est concerné la régénération thermique du charbon actif granulaire pauvre est de plus en plus utilisée comme alternative rentable à l'élimination. La teneur en cendres et les composés inorganiques du carbone ont été initialement étudiés pour déterminer la structure des espèces métalliques qui affectent le processus de régénération. Les résultats montrent que lorsqu'ils sont chauffés à 8008 ° C dans des conditions inertes, les déchets de charbon peuvent récupérer la plupart de leurs performances d'adsorption. La vapeur de gaz à 5-10% de la fréquence de reburning a un effet positif sur les caractéristiques du carbone, et les caractéristiques du carbone sont généralement neutralisées en raison de la production réduite de carbone.⁴⁹

❖ De ces chercheurs : Jumoke Oladejoa,b et al , **Clôture du cycle du charbon actif: régénération du charbon actif usé d'une station d'épuration pour l'optimisation des ressources** en 2020 .

L'objectif de cette recherche est d'utiliser des réacteurs conventionnels et des réacteurs micro-ondes avec des paramètres de réaction similaires pour régénérer les déchets de charbon actif des usines de purification d'eau. Le charbon actif est caractérisé par

⁴⁸ E. Yagmur et al (2017) 'The relative performance of microwave regenerated activated carbons on the removal of phenolic pollutants', *Cleaner Production*, 149, pp. 1109-1117.

⁴⁹ G. San Miguel et al (2001) 'The regeneration of field-spent granular-activated carbons', *Water Research* , 35(11), pp. 2740–2748.

l'adsorption d'iode et de bleu de méthylène comme mesure des micropores et des mésopores. Par rapport aux déchets de charbon actif, les valeurs d'adsorption de l'iode et de la méthylène cyanine ont augmenté respectivement de 17,1% et 141%. Cela indique que la capacité d'adsorption du charbon actif frais a récupéré environ 83% et 90%.

Dans le réacteur micro-onde, sous atmosphère de CO₂, les performances d'adsorption du charbon régénéré sont améliorées⁵⁰

❖ Ensuite: A. NAMANE et al, sur le thème **biorégénération in situ de filtre de charbon actif en grains** en 2008.

Ce travail était intéressé a les travaux qui comprennent la régénération de filtres granulaires à charbon actif en ajoutant une bactérie qui peut dégrader le phénol: *Pseudomonas aeruginosa*. Enfin, le modèle Thomas est utilisé pour déterminer la dynamique du processus.⁵¹

❖ Suivant le chercheur: Robert Cherbański, sur le thème **Régénération de charbon actif granulaire chargé de toluène - Comparaison micro-ondes et chauffage conducteur aux mêmes puissances actives** en 2017.

Cet article présent la comparaison de la micro-régénération et du chauffage par conduction de charbon actif granulaire chargé de toluène sous la même puissance active. Le but de cette étude est de comparer les profils de désorption et de température locale des deux méthodes de régénération. On a constaté que lorsque la même puissance active et le même récipient non isolé étaient appliqués, la distribution de masse de toluène désorbé entre les deux méthodes de régénération se chevauchait presque. En outre, d'autres comparaisons montrent qu'en termes de faisabilité économique, une isolation thermique adéquate peut être un facteur décisif dans le choix d'une régénération particulière.⁵²

⁵⁰ J. Oladejo, et al. (2020) 'Closing the active carbon cycle: Regeneration of spent activated carbon from a wastewater treatment facility for resource optimization', *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, 150(107878).

⁵¹ A. Namane Y, Chergui, A. Hellal, bioregeneration in situ de filtre de charbon actif en grains, sciences & technologie a – n°27 volume-b, juin. (2008), pp. 79-83.

⁵² R. Cherbański (2018) 'Regeneration of granular activated carbon loaded with toluene – Comparison of microwave and conductive heating at the same active powers', *Chemical Engineering & Processing: Process Intensification*, 123, pp. 148–157

III.4. CONCLUSION

Compte tenu de l'importance du charbon actif, les chercheurs ont appliqué plusieurs expériences pour régénérer le CA par divers processus.

Nous avons fourni quelques exemples qui expliquent les technique el les principes de ces processus.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

36. Sontheimer H., Crittenden J. C., Summers R. S. Activated carbon for water treatment. DVGWForschungsstelle, Karlsruhe, 1988 .
37. Di Natale M., Erto A., Lancia A. Desorption of arsenic from exhaust activated carbons used for water purification. *J. Hazard. Mater.* 2013, 260, 451–458. using supercritical fluids extraction: A review. *J. Hazard. Mater.* 2009, 160, 1–20.
38. Sheintuch M., Matatov-meytal Y. I. Comparison of catalytic processes with other regeneration methods of activated carbon. *Catal. Today.* 1999, 53, 73–80.
39. Cecen F., Aktas O. Activated carbon for water and wastewater treatment: Integration of adsorption and biological treatment. Wiley, Weinheim, 2011
40. Salvador F., Martin-Sanchez N., Sanchez-Hernandez R., Sanchez-Montero M. J., Izquierdo C. Regeneration of carbonaceous adsorbents. Part I: thermal regeneration. *Microporous Mesoporous Mater.* 2015, 202, 259–276.
41. Salvador F., Martin-Sanchez N., Sanchez-Hernandez R., Sanchez-Montero M., Izquierdo C. Regeneration of carbonaceous adsorbents. Part II: chemical, microbiological and vacuum regeneration. *Microporous Mesoporous Mater.* 2015, 202, 277–296.
42. Le Cloirec P. Adsorption en traitement de l'air. Techniques de l'ingénieur, 2003
43. Miguel G. S., Lambert S. D., Graham N. J. The regeneration of field-spent granular-activated
44. Ledesma B., Román S., Álvarez-Murillo A., Sabio E., González J. F. Cyclic adsorption/thermal regeneration of activated carbons. *J. Anal. Appl. Pyrolysis.* 2014, 106, 112–117
45. D. An, et al. (2020) 'Regeneration performance of activated coke for elemental mercury removal by microwave and thermal methods', *Fuel Processing Technology*, 199(106303).
46. Guo et al (2011) 'Different solvents for the regeneration of the exhausted activated carbon used in the treatment of coking wastewater', *Hazardous Materials*, 186(2–3), pp. 1788-1793
47. D.H.S. Santos, et al. (2020) 'Saturated activated carbon regeneration by UV-light, H₂O₂ and Fenton reaction', *Separation and Purification Technology*, 250(117112).
48. E. Yagmur et al (2017) 'The relative performance of microwave regenerated activated carbons on the removal of phenolic pollutants', *Cleaner Production*, 149, pp. 1109-1117.

49. G. San Miguel et al (2001) 'The regeneration of field-spent granular-activated carbons', *Water Research* , 35(11), pp. 2740–2748.
50. J. Oladejo, et al. (2020) 'Closing the active carbon cycle: Regeneration of spent activated carbon from a wastewater treatment facility for resource optimization', *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, 150(107878).
51. A.Namane Y, Chergui, A. Hellal, bioregeneration in situ de filtre de charbon actif en grains, sciences & technologie a – n°27 volume-b, juin. (2008), pp. 79-83.
52. R. Cherbański (2018) 'Regeneration of granular activated carbon loaded with toluene – Comparison of microwave and conductive heating at the same active powers', *Chemical Engineering & Processing: Process Intensification*, 123, pp. 148–157

CHAPITRE IV
PARTIE
EXPERIMENTALE

IV.1. INTRODUCTION

Dans ce travail on s'est intéressé à l'évaluation et traitement de charbon actif pollué à partir le teste des essais chimique de sole, sur le CA. polluée et la méthode de l'extraction par solvants pour la détection et l'élimination des polluants organique et inorganique .Les solutions obtenu sont analysées par spectrophotométrie UV-Visible.

IV.2 PRODUITS ET MATERIELS UTILISES

IV.2.1 Produits utilisés

Les produits chimiques utilisés durant cette étude à différent marque (Chemopharma, Sigma-Aldrich, RECTAPUR) sont de qualité analytique. Ils ont été manipulés sans purification préalable

Tableau IV. 1:Caractéristiques des produits utilisé

Produit Chimique	Formule brute	Poid moléculaire g/mol	Point d'ébullition (°C)	Point De fusion (°C)
Méthanol 99%	CH ₃ OH	32	64.7	-98
Ethanol 96%	C ₂ H ₅ OH	46	79	-114
Dichloro-methaene 97%	CH ₂ Cl ₂	84.9	40	-95.1
n-_hexane 99%	C ₆ H ₁₄	86	68.73	-95.3
Toluene 99%	C ₇ H ₈	92	110.58	-95
Benzène 95%	C ₆ H ₆	78	80.1	5.5
Acide acétique	CH ₃ COOH	48	117.9	16.64
Acide sulfurique 95%	H ₂ SO ₄	98.07	337	10.31
Acide chloridrique 36.8- 38%,	HCl	36.46	-85	-114
Acide nitrique 65%	HNO ₃	63.01	121	-41.6
Acide orthophosphorique	H ₃ PO ₄	99.97	213	42.35

IV.2.2 LES INSTRUMENTATION ET APPAREILLAGES

a. UV-VISIBLE

En raison de ces avantages (rapidité, haute précision, large éventail d'applications ...), cette méthode est utilisée pour l'analyse quantitative. Le domaine de longueur d'onde de l'UV se situe entre 10 nm à 400 nm, celui du visible se situe entre 400 nm à 800 nm .

L'UV Visible que nous avons utilisé est de type (Uvline9400C by SECO MAM) Présente sur la figure (IV.1).



Figure IV. 1 :UV-Visible multi cuve

b. Agitateur vibrant multiposte

L'homogénéité du milieu est assurée par un agitateur vibrant multiposte son chauffant avec faible vitesse de 30t/min et temps varie (30 min ont 24 h) l'agitateur nous avons utilisé est présenté dans la figure IV.2.



Figure IV. 2 : Agitateure vibrant multiposte

c. Chromatographie sur couche mince (CC M)

Cette technique de chromatographie est généralement utilisée pour suivre les étapes de réaction

Effectué généralement à 2 phases:

- ✓ Phase stationnaire : fine couche de matière adsorbante comme le gel de silice.
- ✓ Phase mobile ou éluant : un solvant ou mélange



Figure IV. 3 : plaque CCM

IV.3. MODE OPERATOIRE

IV.3.1 Procédés des essais chimiques de sol sur le charbon actif polluant

a. Essai d'élimination des insolubles :

On mesure la quantité de charbon actif grain et on pose dans un bécher de 250 ml puis on ajoute 150 ml de HCl à 10 % après cette solution placée dans la hotte pour aspirer les gaz (les impuretés) et en même temps les béchers vont poser sur un bain de sable à 65 °C. On arrête le chauffage une fois HCl est disparu. À la fin on fait la filtration pour obtenir les insolubles est une solution nette

Les étapes d'essai d'élimination des insolubles sont présentes sur la figure (IV.4)

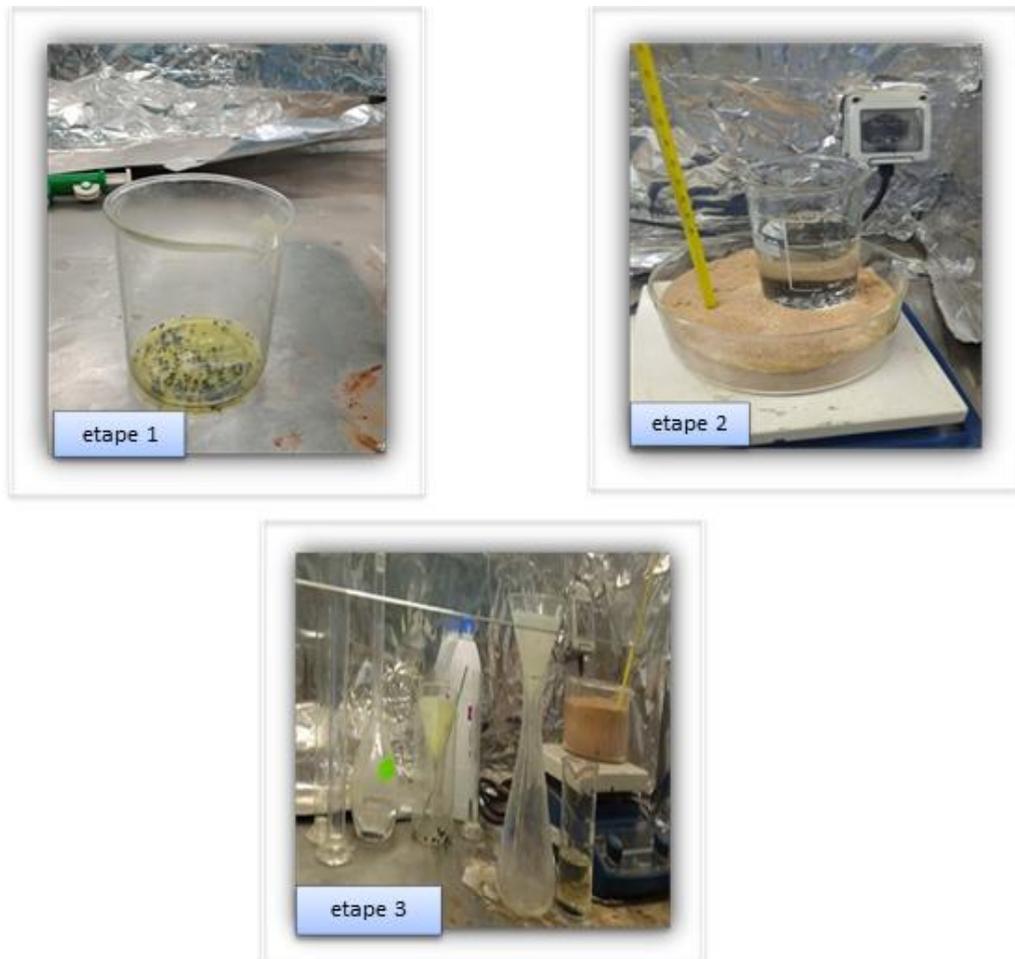


Figure IV. 4: Les étapes d'essai d'élimination des insolubles

b. Essai de détection des sulfites SO_3 à partir solution de CAG :

Dans cette expérience on utilise la solution nette qui est obtenue à travers la première expérience (les insolubles) on ajoute 25 ml de Chlorure de baryum BaCl_2 à 5%. Puis on rentre les béchers dans la hotte 24H.

c. Préparation des solutions

1) Préparation 150 ml du HCl a10% :

Le volume obtenu de HCl et compléter par l'eau distillée jusque à 150 ml

- Les données: $d=1.19 \text{ kg/L}$, $M=36.46 \text{ mg/Mole}$, pureté de 37% .

On a loi de dilution :

$$C1 * V1 = C2 * V2$$

$$V1 = \frac{10 * 150}{37}$$

$$V1 = 40,54 \text{ ml}$$

Avec :

- C1: concentration molaire de HCl à 37%
- C2 : concentration molaire de HCl 10%
- V2=volume de HCl 150ml
- V1=volume de HCl a 10%

2) Préparation de Chlore de baryum déshydrate $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ à 5%

- ✓ Mesuré un 5,05g de BaCl_2 est dissoudre dans 100ml d'eau distillé.
- ✓ La pureté de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 99%

$$m \text{ BaCl}_2 = \frac{5 * 100}{99}$$

IV.3.2 Classification massique des polluants par CCM (La chromatographie sur couche mince)

On prend goutte à l'aide d'un capillaire de mélange à étudier (acides et solvants) environ 1 cm du bord de CCM puits placé dans une cuve contenant l'éluant 50/50 éthanol /dichlorométhane, On laisse l'éluant migrer sur la plaque de silice par capillarité et entraîne les composés du mélange étudié . À la fin en utilise l'iode comme révélateurs chimique pour l'identification des traces des composants et on trace le front du solvant de la plaque

a. Le choix de l'éluant

Pour savoir la disponibilité ou non d'un produit où plusieurs et leurs quantités, nous effectuons un processus de choix de l'éluant qui est lié à la polarité des solvants

- Nous choisirons d'abord le dichlorométhane comme solvant **apolaire**. quand la migration des spots est réalisée.
- En réalise l'essai à diffère fraction d'éluant pour augmenter la polarité à chaque fois et confirme est ce que les produits existent dans la solution ou non jusqu'à l'éluant est polaire qui est éthanol.

IV.3.3 Procède d'extraction par solvant

L'extraction par solvant des polluants organique et inorganique est réalisée dans des tubes à essais par le mélange de 0.1g de CAG pollué avec 10ml (des solvant a déférent polarité et des acides a déférent pH) on porte le tout sous une agitation mécanique de 30 t/min pendant le temps de séjour nécessaire (**30 min,1h, 1h:30 , 2h , 2:30 , 3h et 24h**)

A la fin de l'extraction par solvant, les deux phases organique et aqueuse sont séparées par filtration .En suit on fait le dosage des solutions extraire par l'ajout de quantité bien pour quantifier la concentration des polluants par spectrométrie UV-Visibl multicuve.

a. Dosage des solvants et des acides :

Le dosage des solutions obtenues et effectue par UV-Visible de baliage [400 - 800] nm.

- ✓ Pour (solvants +polluants) cela on met dans des tubes à essai 6ml de la solution et complète par 4ml d'eau distille.
- ✓ Pour (acides +polluants) cela on met dans des tubes à essai 4ml de la solution et complète par 6ml d'eau distille.

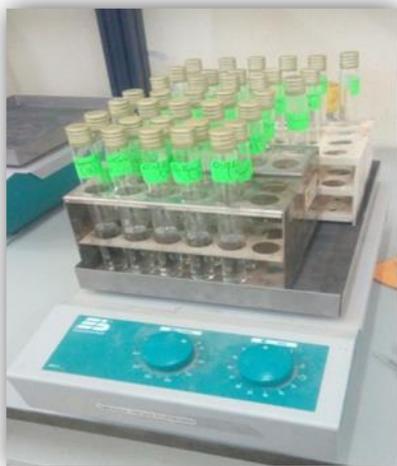
Les étapes d'extraction par solvant sont présentes sur **la figure (IV.5)**



Etape 1



Etape 2



Etape 3



Etape 4



Etape 5

Figure IV. 5: procédé de l'extarction par solvants

IV.4 . Resultats et discussion

l'ensemble des résultats réalisés dans la même condition opératoire

IV.4.1 les essais chimiques des sol sur CA

a. Pour lessai élimination des insolubles :

- Changement de couleur de la réaction de la solution en jaune, cela signifie que HCl est-il a disparu et la réaction final

b. Pour l'essai de détection des sulfite SO_3 :



Figure IV. 6: Précipitation des sulfites

D'après la figure précédente, on peut remarquer que l'échantillon de CA est contenant un effluent qui est les sulfates

IV.4.2 Etude d'extraction par solvant sur CA polluée

a. Etude de l'évolution des reactions des acides et solvants au cour de temps d'agiatio

1) cas des acides

Nous avons réalisé l'essai de charbon actif à différents pH d'acide ,de fort a faible la figure (IV.7)donne l'évolution de la reaction en fonction de temp d 'agitaion.

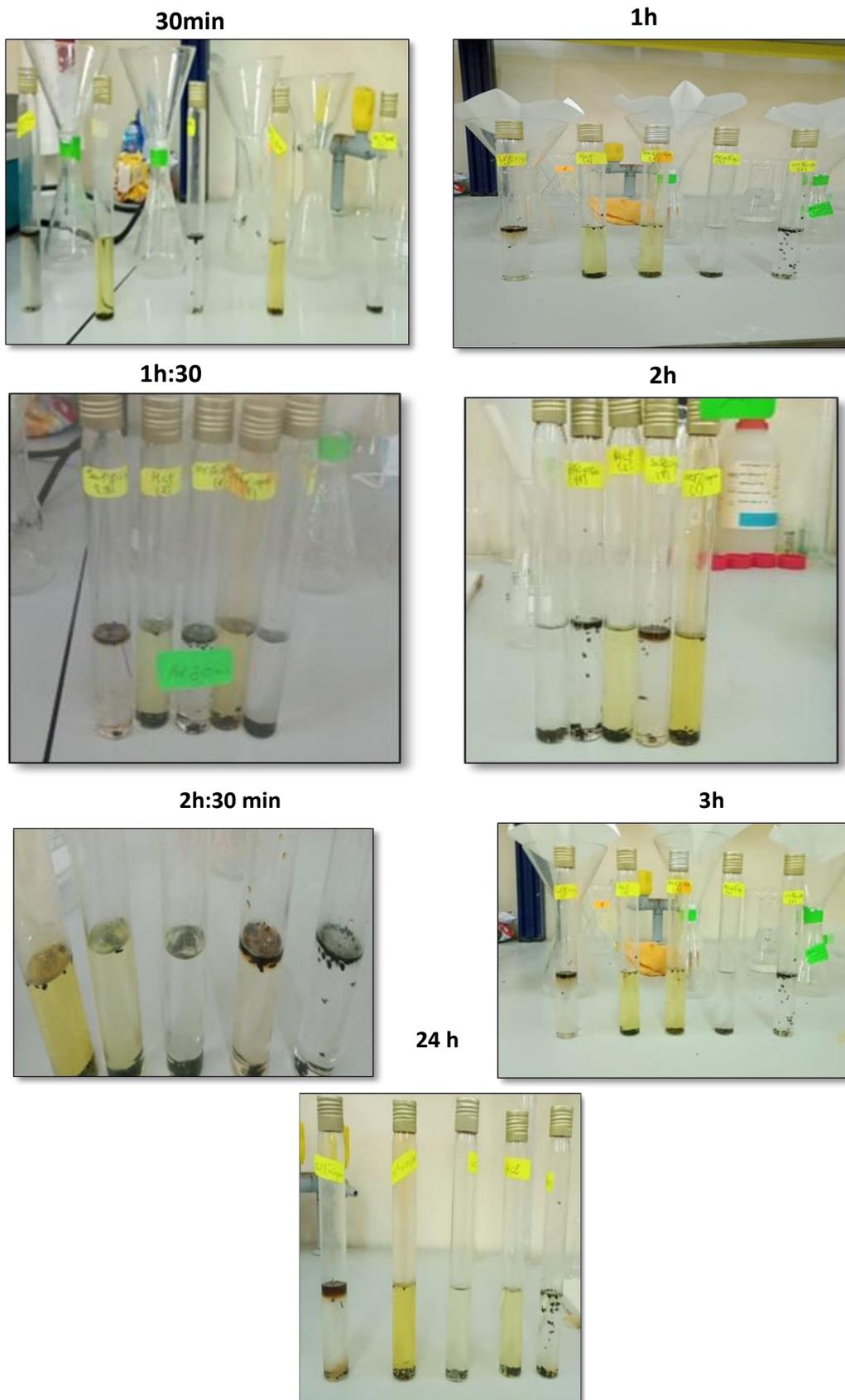


Figure IV. 7: l'évolution de la réaction en fonction du temps d'agitation en cas des différents acides.

- Les remarques qui ont observé au durant de l'essai dans les temps (30min a 3h) sont suivants :

1. Acide HCl et nitrique: changement de couleur et précipitation de CAG
2. Acide acétique : aucun changement de couleur et précipitation de CAG
3. Acide ortho phosphorique: une formation d'une couche noire au-dessus
4. Acide sulfurique: une bulle s'est formée à l'intérieur du tube et sa taille a augmenté avec tous le temps d'agitation avec observation d'une couche noire au-dessus.

- Notre observation à la fin de l'expérience est concernée tous les acides à 24 h

1. Acides nitrique : nous remarquerons la couleur est devenue sombre et précipitation de CAG aussi ont distingué des bulles et changement de couleur de tube qui signifie une réaction exothermique entre le CAG polluée et cet acide.

2. Acide acétique et orthophosphorique : un petit changement de couleur et précipitation de CAG .

3. Acide chlorhydrique : on observe la couleur et devenue claire et précipitation de CAG .

4. L'acide sulfurique : la couleur est devenue sombre et formation de deux phases hétérogènes et augmentation de l'épaisseur de la couche au-dessus.

2) cas des solvants

Nous avons réalisé l'essai de charbon actif à différentes polarités des solvants, figure IV. 8 donne l'évolution de la réaction en fonction du temps d'agitation.



Figure IV. 9: l'évolution de la réaction en fonction du temps d'agitation en cas des différents solvants

- Les remarques qui ont été observées au cours de l'essai dans les temps (30 min à 24 h) sont les suivantes :

1. Eau distillée : on remarque une masse de CA précipitante
2. Méthanol : on observe un petit changement de couleur et précipitation de CA
3. Dichlorométhane : après 5 minutes de l'expérience, on remarque une bulle s'est formée à l'intérieur du tube et sa taille a augmenté avec tout le temps d'agitation et le volume de solvant augmente. Avec une formation de phase hétérogène
4. Benzène et n-hexane : On remarque un changement de couleur et la précipitation de CA se forme en masse, avec une formation de phase hétérogène.
5. Toluène : on observe un changement de couleur, et la présence de grumeaux répartis dans le milieu de la solution.

IV.4.3 Etude de l'absorbance des solutions :

Les courbes d'étalonnage sont obtenues par la mesure de l'absorbance de différentes solutions. Les résultats obtenus sont représentés dans les figures suivantes

a. l'analyse de l'acide nitrique :

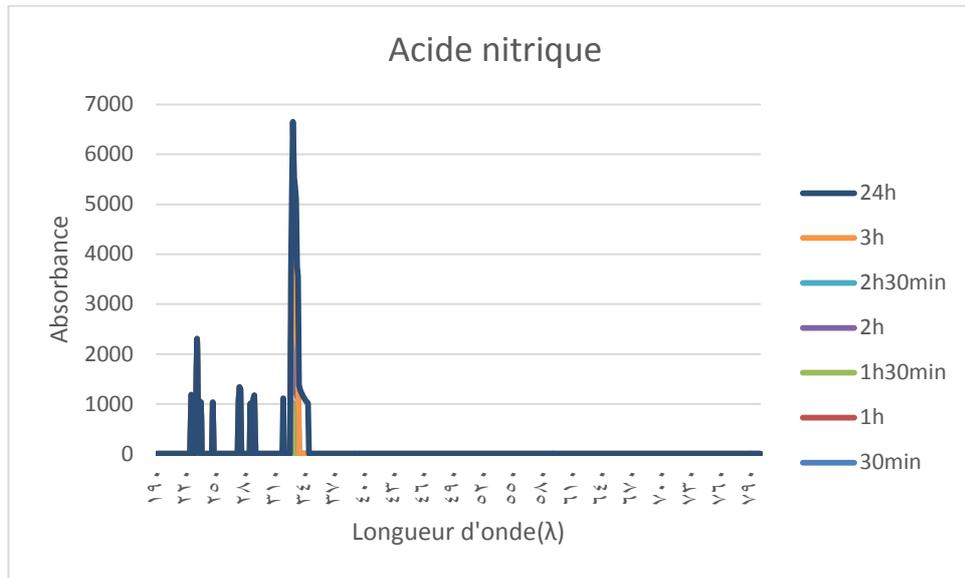


Figure IV. 10 : Graphe presente le resultat de l'acide nitrique

b. l'analyse de l'acide sulfurique:

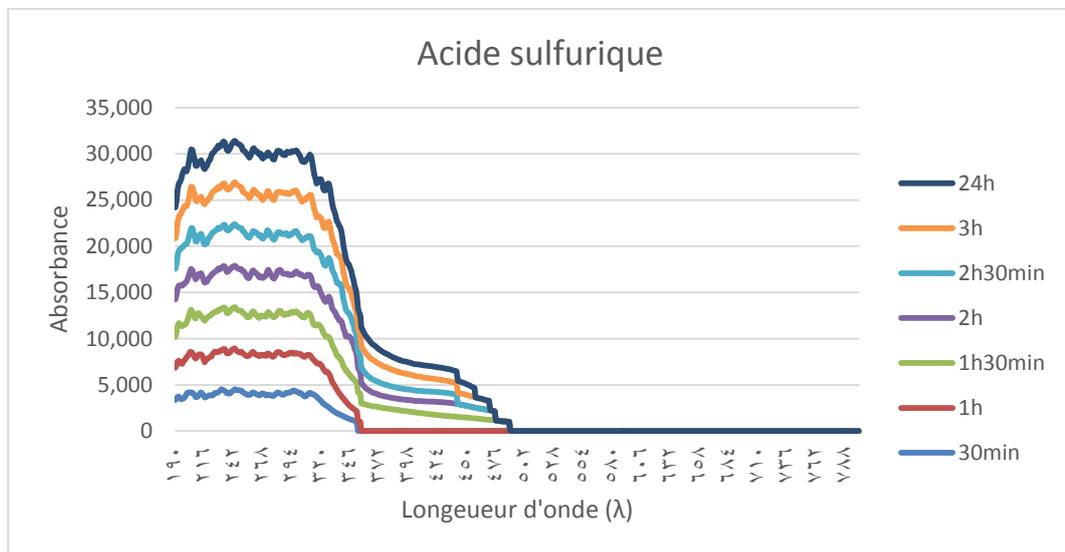


Figure IV. 11: Graphe presente le resultat de l'acide sulfurique

***CONCLUSION
GENERALE***

CONCLUSION GENERALE

Dans le but d'apporter une contribution à la protection de l'environnement en général et en particulier au traitement des eaux, nous avons orienté ce travail vers la régénération de charbon actif via le processus d'extraction par solvant sur charbon actif pour l'élimination et détection des polluants adsorbé sur CA.

L'étude expérimentale menée de l'ensemble des résultats obtenues, il est évident que:

- Les résultats obtenus, à partir les changements physique dans les tubes, ont montré que le charbon actif contamine présent des réactions rapides avec les acides et lente qu'avec les solvants.
- Le pouvoir d'acidité donne, un liquide hétérogène avec charbon actif
- A partir les résultats mené, nous pouvons constater que le dichlorométhane affecter un bon effet sur le charbon actif polluée.

Quelques recommandations peuvent être avancées sur notre thème dont l'étude:

- ✓ CCM pour une classification massique des polluants.
- ✓ Une régénération thermique pour dégager les COV et récupère les métaux lourd.
- ✓ Une comparaison entre CA après régénération et CA commerciale par un test électrochimique, en utilisent les électrodes de pate paraffine pour confirme les propriétés de CA régnez.