

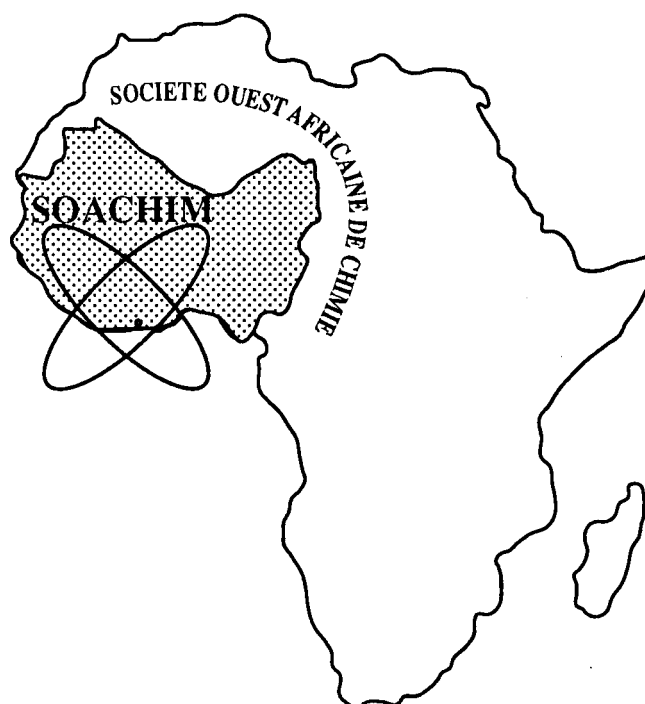
Préparation et caractérisation de charbons actifs à base de coques de noyaux de Balanites Eaglyptiaca et de Zizyphus Mauritiana

**Ousmaila Sanda Mamane , Adamou Zanguina ,
Ibrahim Daou , Ibrahim Natatou**

Journal de la Société Ouest-Africaine de Chimie

J. Soc. Ouest-Afr. Chim.(2016), 041 : 59 - 67

21^{ème} Année, Juin 2016



ISSN 0796-6687

Code Chemical Abstracts : JSOCF2
Cote INIST (CNRS France) : <27680>
Site Web: <http://www.soachim.org>

Préparation et caractérisation de charbons actifs à base de coques de noyaux de Balanites Eagyptiaca et de Zizyphus Mauritiana

Ousmaila Sanda Mamane¹, Adamou Zanguina^{1*}, Ibrahim Daou², Ibrahim Natatou¹

¹*Laboratoire de Physico-chimie des Matériaux et de chimie analytique, Faculté des Sciences et Techniques, Université Abdou Moumouni (UAM), BP 10662 Niamey/Niger*

²*Département de chimie, Ecole des Mines de l'Industrie et de la Géologie (EMIG), Niamey/Niger*

(Reçu le 19/02/2016 – Accepté après corrections le 23/10/ 2016)

Résumé: Ce travail, présente la fabrication de charbons actifs (CA) à partir des coques de noyaux du Balanites Eagyptiaca (BE) et du Zizyphus Mauritiana (ZM) selon la méthode d'activation chimique par l'acide H_3PO_4 et la base KOH à diverses concentrations d'agent activant.

Les analyses immédiates faites sur les deux biomasses, matières premières de fabrication des charbons, ont montré qu'elles ont de faibles taux de cendre (6,66% pour BE et 7,33% pour ZM), de faible taux d'humidité (3% pour BE et 2,66% pour ZM) et une grande quantité de matières volatiles (99,14% pour BE et 97,14% pour ZM), ce qui présage de l'obtention de charbons actifs de qualité à partir de ces matériaux.

Des tests ont été effectués pour déterminer les capacités d'adsorption du diiode (I_2) et du bleu de méthylène (BM) des charbons actifs préparés. Avec certains charbons actifs, des capacités d'adsorption de I_2 de l'ordre de 964mg/g ont été développées. Un taux de décoloration du bleu de méthylène de 95,55% a été obtenu avec le charbon actif préparé par activation du Zizyphus par H_3PO_4 à la concentration de 25%.

Mots clés: Charbon actif, Balanites Eagyptiaca, Zizyphus Mauritiana, capacité d'adsorption, diiode, bleu de méthylène.

Preparation and characterization of activated carbons based on Balanites Eagyptiaca and Zizyphus Mauritiana shell cores

Abstract: This work, presents the manufacturing of activated carbon(CA) starting from the hulls of cores of Eagyptiaca Balanites (BE) and Zizyphus Mauritiana (ZM) according to the method of chemical activation by H_3PO_4 acid and KOH base to various concentrations of activating agent. The immediate analyses carried out on the two biomasses, coal manufacturing raw materials, showed that they have low levels of ash (6.66% for BE and 7.33% for ZM), low level of moisture (3% for BE and 2.66% for ZM) and a great quantity of volatile matters (99.14% for BE and 97.14% for ZM), which predicts obtaining activated carbon of quality starting from these materials. Tests were carried out to determine the capacities of adsorption of the I_2 diiodine and the blue methylene (BM) of the prepared activated carbon. With certain cases, capacities of adsorption of I_2 about 964mg/g were obtained. A rate of discoloration of 95.55% was obtained with the activated carbon prepared by activation of Zizyphus Mauritiana by H_3PO_4 at the concentration of 25%.

Keywords : Activated carbon, Eagyptiaca Balanites, Zizyphus Mauritiana, Capacity of adsorption, Diiodine, methylene blue.

* Auteur de correspondance: adazangui@yahoo.fr Tél : 00227 90 65 69 29

1. Introduction

Le charbon actif ou charbon activé, c'est tout charbon ayant subi une préparation particulière et qui, de ce fait, possède à un haut degré la propriété d'adsorber des fluides amenés à son contact. Il s'agit d'une structure amorphe composée principalement d'atomes de carbone, généralement obtenue après une étape de carbonisation à haute température et présentant une très grande surface spécifique qui lui confère un fort pouvoir adsorbant^[1]. Il se caractérise aussi par sa thermostabilité^[2].

De nos jours, le charbon actif occupe une place importante dans l'industrie, avec des utilisations diverses par exemple dans l'extraction de l'or, la filtration de l'air et des polluants organiques, le stockage de l'hydrogène, comme supercondensateurs, dans le traitement des eaux, etc.^[3]

De nombreux procédés de fabrication furent mis au point pour permettre une plus grande production de charbon actif à partir de nombreuses matières végétales riches en carbone tels que: bois, écorce, pâte de bois, coques de noix de coco, coques de cacahuètes, noyaux d'olives, ou bien de houille, tourbe, lignite, résidus pétroliers, etc^[3].

Les méthodes les plus généralement utilisées sont composées de deux étapes:

- Une étape de pyrolyse de la matière carbonée, à haute température, qui a pour but d'enrichir le matériau en matière carbone et créer les premiers pores^[4];
- Une deuxième étape d'activation, qui peut être physique ou chimique et dont l'objectif est de développer la structure poreuse.

L'activation chimique est le plus souvent réalisée au moyen de KOH et/ou H₃PO₄

Le Niger, à l'instar de nombreux autres pays sub-sahariens, importe du charbon actif utilisé dans divers domaines. Or nous disposons d'importantes réserves en matière organique, qui, le plus souvent se retrouvent sous forme de déchets, très souvent difficile à gérer notamment ceux produits par les municipalités. C'est pour répondre aux besoins du pays en matière de charbon actif de qualité que nous avons engagé ce travail qui consiste à fabriquer du charbon actif à partir des coques de noyaux de Balanites Eagyptiaca (BE) et de Zizyphus Mauritiana (ZM). Le BE et le ZM sont deux arbres sauvages très répandus au Niger et qui produisent des fruits saisonniers consommés par la population. Les noyaux des fruits consommés sont jetés et se retrouvent dans la décharge municipale comme déchets urbains. L'utilisation de ces matériaux dans ce travail répond donc à un double souci, celui de fabriquer des charbons actifs de qualité à faible coût

à partir de matériaux locaux et celui de valoriser des déchets afin de leur donner une valeur ajoutée.

2. Partie expérimentale

2.1. Les coques de grains de Balanites Eagyptiaca et de Zizyphus Mauritiana

Elles constituent la matière première de fabrication de nos charbons actifs. Les coques de noyaux des fruits de Balanites Eagyptiaca et de Zizyphus Mauritiana proviennent d'un marché de fruits et légumes de la ville de Niamey (Niger), appelé KATAKO. Les fruits sont d'abord épluchés et on récupère les noyaux qui sont ensuite concassés par chute pour séparer les coques du noyau. Les coques sont ensuite broyées par frottement à l'aide de broyeurs à boulets. Après tamisage, nous avons retenus pour la fabrication des charbons actifs, les fractions de diamètre compris entre 80 et 120µm. La fraction retenue est enfin séchée à l'étuve à 105°C pendant 24h, puis refroidie à l'abri de l'humidité dans un dessiccateur.

2.2. L'analyse immédiate

Elle consiste à déterminer certaines caractéristiques de la matière première notamment les teneurs en cendre, en matières volatiles et en carbone fixe, le taux d'humidité. Dans le cadre de ce travail nous avons effectué ces analyses immédiates selon les normes AFNOR XP CEN/TS (14775 pour les cendres), (14774-3 pour l'humidité) et (15148 pour les matières volatiles) Pour s'assurer de la reproductibilité des résultats les expériences ont été répétées à trois reprises.

2.2.1 Taux d'humidité H(%) et de matières volatiles PF

Dans un creuset préalablement séché au four à 1000°C pendant 3h, on place 2g de coque et on pèse l'ensemble, soit P₁. Puis on porte le creuset dans l'étuve à 105°C pendant 24H. Après refroidissement, on pèse à nouveau le creuset contenant la coque, soit P₂. Le creuset est ensuite placé au four à moufle à 1000°C pendant 3H. Après refroidissement on pèse P₃. On détermine respectivement le taux d'humidité et le taux de matières volatiles à l'aide des formules (1) et (2):

$$- H(\%) = \frac{(P_1 - P_2)}{(P_1 - P)} \times 100 \quad (1)$$

$$- PF = \frac{(P_2 - P_3)}{(P_1 + P)} \times 100 \quad (2)$$

P représente le poids du creuset vide.

2.2.2 Taux de cendre

Dans un creuset sec de masse m_1 on place 1g d'échantillon de coque et on pèse m_2 . Le creuset est ensuite placé dans le four à 815°C jusqu'à obtention de la cendre. Après refroidissement on pèse m_3 .

On détermine le taux de cendre à partir de la formule (3):

$$C(\%) = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} \times 100 \quad (3)$$

2.3. Fabrication des charbons actifs

La méthode utilisée est l'activation chimique par l'acide phosphorique H_3PO_4 selon la méthode décrite par Gueye ^[5] et par l'hydroxyde de potassium KOH selon la méthode décrite par Drissa ^[6]. Elles consistent en deux étapes:

- La première étape consiste à imprégner la biomasse dans des solutions aqueuses de l'activant. Elle a été réalisée à trois concentrations différentes pour chaque agent activant.
- La deuxième étape consiste à la carbonisation de la biomasse qui est effectuée à deux températures différentes.

2.3.1. Imprégnation

Solutions de H_3PO_4 : 5% ; 15% ; 25%

Nous avons utilisé la méthode mise au point par GUEYE ^[5]. Dans trois béchers de 250 mL chacun, on introduit 10g de coque broyée et 100ml de solution d'acide. Le mélange obtenu est agité pendant 24h sur agitateur magnétique à la température ambiante. Après filtration au Büchner sur papier filtre sans cendre, l'échantillon est lavé abondamment à l'eau distillée jusqu'à pH 6 – 6,5 puis séché à l'étuve pendant 24h. A la sortie de l'étuve l'échantillon est refroidi dans un dessiccateur pendant 15min.

Solutions de KOH: 10% ; 15% ; 20%

Pour l'activation basique au KOH, nous avons utilisé la méthode de Drissa et al. ^[6]. Dans trois béchers de 250 mL on place 10g de coque broyée dans 50ml de solution de KOH. Les trois solutions de KOH 10 ; 15 et 20% sont obtenues respectivement à partir de 5 ; 7,5 ; 10 g de KOH dans 50 mL d'eau distillée. Le mélange est ensuite agité, puis placé dans l'étuve à 105°C jusqu'à évaporation totale de l'eau distillée. Après refroidissement, l'échantillon est lavé à l'eau chaude pour éliminer le maximum de trace de KOH (pH 6,5 -7) et enfin séché à l'étuve à 105°C.

2.3.2. Pyrolyse

C'est la deuxième étape dans le processus de fabrication de nos charbons actifs. Elle a été réalisée de la même manière pour tous échantillons. L'échantillon sec obtenu après imprégnations, est placé dans un four à mouflon, programmable à haute température, de marque TACHETE.

Deux températures finales ont été retenues, 400°C et 600°C avec des vitesses de chauffe respectives de 2,66 et 1,81°C/min et un palier isotherme de 2 heures à la fin du chauffage qui représente le temps de pyrolyse. A la fin de la synthèse le charbon actif obtenu est refroidi, lavé abondamment à l'eau distillée, puis séché à 105°C à l'étuve ^[5].

2.3.3 Calcul du rendement

Les valeurs des rendements de la fabrication des charbons actifs sont déterminées par application de la formule (4):

$$R(\%) = \frac{\text{masse finale}}{\text{masse initiale}} \times 100 \quad (4)$$

2.4 Détermination de l'indice d'iode

L'indice d'iode, exprimé en **mg/g**, est la quantité d'iode (en mg) adsorbée par 1 g de charbon actif dans une solution aqueuse de I_2 de normalité 0,02 N ^[5]. Il caractérise les zones accessibles à toute particule de taille inférieure ou égale à celle de la molécule I_2 . Pour déterminer l'indice d'iode nous avons utilisé une méthode qui est une adaptation de la méthode CEFIC 1989 et de la norme AWWA B600-76.

Dans un bécher de 100mL, on place 0,2g de poudre de charbon actif (granulométrie inférieure à 0,1mm), puis on ajoute à la pipette 20mL d'une solution de I_2 0,02 N. Le mélange est agité pendant 4 à 5 min, puis on filtre au Büchner sur papier filtre sans cendre. On dose 10mL du filtrat par une solution de $Na_2S_2O_3$ 0,1N. L'indice d'iode Q_{I_2} est déterminé à partir de la formule (5) suivante ^[7]:

$$Q_{I_2} = \left(C_0 \times C_{th} \times V_{th} / 2V_{I_2} \right) \left(M_{I_2} \times V_{ads} / m_{ca} \right) \quad (5)$$

C_0 concentration initiale en I_2
 C_{th} concentration de $Na_2S_2O_3$
 V_{th} volume de $Na_2S_2O_3$ versé à l'équivalence
 V_{I_2} volume de I_2 dosé
 M_{I_2} masse molaire de I_2
 V_{ads} volume d'adsorption
 m_{ca} masse de charbon actif

2.5. Détermination de l'indice de bleu de méthylène (BM)

L'indice de BM permet d'évaluer les mésopores et les macropores, ce qui est synonyme d'une forte capacité d'adsorption de grosses molécules^[8,9]. Il est défini comme étant le volume, en millilitre (mL), de la solution standard de bleu de méthylène décolorée par 0,1 g de charbon actif anhydre. La méthode utilisée pour déterminer l'indice de BM est celle du Conseil Européen des Fédérations de l'Industrie Chimique (CEFIC)1989.

2.5.1. Solution standard

Dans une fiole jaugée de 1L, on introduit 1,2 g de BM et on ajoute de l'eau distillée jusqu'au trait de Jauge. La solution est laissée au repos pendant une nuit. La solution est testée à l'acide acétique 0,25% (5mL pour 1L de solution). La concentration de la solution est déterminée par colorimétrie sur un spectromètre UV de marque CECIL (CE2011; 2000 Série S) à $\lambda = 620$ nm.

2.5.2. Détermination de l'indice de BM

Dans un bécher de 250mL, on mélange 100 mg de poudre sèche de charbon actif et 100mL de la solution standard et on porte le mélange sous agitation magnétique pendant 20 min. Après filtration, on mesure la concentration résiduaire de BM au spectromètre UV à la longueur d'onde $\lambda = 620$ nm.

L'indice Q_{BM} est donné par la relation (6):

$$Q_{BM} = 100 \times V \times M(C_i - C_r) / m_{ca} \quad (6)$$

avec:

V = volume de la solution de BM

M = masse molaire de BM (295,5g/mol)

C_i = concentration initiale de la solution de BM

C_r = concentration résiduaire de la solution de BM

m_{ca} = masse du charbon actif utilisée

2.5.3. Détermination du temps d'équilibre des charbons actifs avec le BM

La migration de l'espèce adsorbée dans un grain adsorbant poreux induit une cinétique dite

d'adsorption ou temps d'équilibre. C'est le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre d'adsorption^[5]. Le principe consiste à suivre la décoloration de la solution de BM par le charbon actif en fonction du temps selon le protocole ci-dessous:

Dans 500mL de la solution de BM on introduit 500 mg de charbon actif et on place le mélange sous agitation magnétique. A des intervalles de temps précis on prélève 5 mL de la solution du mélange, à l'aide d'une seringue munie d'un filtre à son embout, et on mesure la concentration par colorimétrie.

3. Résultats et discussions

3.1 Analyse immédiate

Le **tableau I** rassemble les résultats de l'analyse immédiate effectuée sur les coques de noyaux de Balanites Eagyptiaca et de Zizyphus Mauritiana. Il présente les taux d'humidité, de cendre, la perte au feu et la densité réelle.

Les résultats de l'analyse immédiate rassemblés dans le tableau 1 montrent que:

Les taux d'humidité obtenus sont très faibles, 3% pour BE et 2,66% pour ZM. Cela peut être un avantage pour l'obtention de charbons actifs à haut pouvoir calorifique supérieur.

Les taux de cendre (6,66% pour BE et 7,33% pour ZM) sont relativement faibles. Ce paramètre a un effet significatif sur la qualité des CA. Il ressort qu'un taux de cendre élevé diminue la surface spécifique. En effet, la nature inorganique des cendres, rend le processus d'activation difficile car elles bouchent les pores de la structure carbonée^[11].

Les valeurs -enregistrées dans cette étude est un présage de la bonne qualité sur les charbons actifs que nous avons préparé.

Les valeurs de la perte au feu ou matière volatile obtenues sur nos échantillons sont très élevées. Elles sont de 99,14% pour BE et 97,28% pour ZM. De telles valeurs constituent un bon indicateur pour l'obtention de CA de haut degré de graphitisation, haut pouvoir calorifique Supérieur et grande quantité de groupements fonctionnels^[5].

Tableau I: Caractéristiques des matières premières

Biomasse	Taux d'humidité %	Taux de cendre %	Perte au feu PF %
Balanites Eagyptiaca	3	6,66	99,14
Zizyphus Mauritiana	2,66	7,33	97,14

3.2. Rendements massiques

Les rendements massiques des charbons actifs préparés à partir de coques de *Balanites Eagyptiaca* et de *Zizyphus Mauritiana* sont consignés dans les tableaux II et III en fonction de l'agent activant. Les différents essais effectués ont donné des résultats reproductibles.

Les résultats obtenus (**Tableaux II et III**) montrent que:

- dans les deux cas d'activation, on constate que les meilleurs rendements sont obtenus à la température de pyrolyse de 400°C; 73% dans le cas de l'activation acide (Tableau II) et 47,9% lorsque l'agent d'activation est la base KOH (**Tableau III**).
- quelles que soient la biomasse et la température de pyrolyse, le meilleur rendement est obtenu par activation acide à la concentration de 25%. Ces rendements sont de 73,5 et 57,4% pour le *Balanites*, 27,4 et 33,2% pour le *Zizyphus* respectivement à 400 et 600°C (Tableau II). Ceci peut s'expliquer par le fait que l'acide H₃PO₄ étant un agent déshydratant, il retarde de ce fait la décomposition thermique tout en limitant la

perte de matières volatiles ce qui conduit à la formation d'une matrice carbonée rigide ^[12].

- dans le cas de l'activation basique par KOH le rendement diminue lorsque la concentration de la base augmente. De façon globale, les rendements des charbons actifs préparés par activation basique (**Tableau III**) sont faibles comparés à ceux obtenus par activation acide (**Tableau II**).

Le meilleur rendement est obtenu avec le *Balanites Eagyptiaca* par activation acide H₃PO₄, à la température de pyrolyse de 400°C et à la concentration de 25%.

Quelle que soit la biomasse considérée, on remarque que lorsque la température de pyrolyse est élevée le rendement diminue (**Tableaux II et III**). D'autres auteurs ^[13] ont fait les mêmes constats sur des CA fabriqués à partir des grains de sorgho par activation par H₃PO₄. Ils ont expliqué cela par le fait que, lorsque la température de pyrolyse est élevée, on assiste à la dégradation de la biomasse qui s'accompagne de la production d'une grande quantité de matières volatiles et une faible quantité de CA.

Tableau II: Rendement massique / Activation H₃PO₄

Biomasse	% H ₃ PO ₄	Température de pyrolyse °C	Vitesse de chauffe °C/min	Rendement %
<i>Balanites Eagyptiaca</i>	5	400	2,66	27,5
	15	400	2,66	36,6
	25	400	2,66	73,5
<i>Zizyphus Mauritiana</i>	5	400	1,81	17,8
	15	400	1,81	23,5
	25	400	1,81	27,4
<i>Balanites Eagyptiaca</i>	5	600	2,66	25,6
	15	600	2,66	39,5
	25	600	2,66	57,4
<i>Zizyphus Mauritiana</i>	5	600	1,81	29,4
	15	600	1,81	32,7
	25	600	1,81	33,2

Tableau III: Valeurs des rendements / Activation au KOH

Biomasses	% KOH	Température Pyrolyse °C	Vitesse de chauffe °C/min	Rendement %
<i>Balanites Eagyptiaca</i>	10	400	2,66	27,5
	15	400	2,66	25,6
	20	400	2,66	23
<i>Zizyphus Mauritiana</i>	10	400	2,66	47,9
	15	400	2,66	44,1
	20	400	2,66	29,8
<i>Balanites Eagyptiaca</i>	10	600	1,81	20,4
	15	600	1,81	12,1
	20	600	1,81	11,9
<i>Zizyphus Mauritiana</i>	10	600	1,81	14,9
	15	600	1,81	12,7
	20	600	1,81	10,8

3.3 Détermination de l'indice d'iode

Les résultats de la détermination de l'indice d'iode sont rassemblés dans les tableaux IV et V. Les capacités d'adsorption déterminées dans ce travail ont été obtenues en utilisant la formule décrite dans la partie résultats et méthodes et pour un temps de séjour de 2 heures dans le four. Pour référence, nous avons déterminé par la même méthode que pour nos échantillons, la capacité d'adsorption du diiode I₂ d'un charbon actif commercial de marque KGA; elle est de 977,16mg/g.

De manière générale, les capacités d'adsorption de diiode I₂ augmentent avec la concentration de l'agent activant aide (**Tableau IV**). Par contre, elles diminuent lorsque la concentration de l'agent activant basique augmente tandis que certains ne développent aucune capacité d'adsorption de diiode I₂ (**Tableau V**). Ce sont les charbons actifs préparés par activation acide qui développent les meilleures capacités d'adsorption du diiode notamment ceux obtenus à la concentration de 25%. Elles sont de

939 et 964 pour le BE, 939 et 853 pour le ZM respectivement à 400 et 600°C. Gueye ^[5] a étudié l'effet de la concentration de l'agent activant H₃PO₄ sur la capacité d'adsorption de diiode I₂ des CA préparés à partir des noyaux d'olive. Il a constaté que l'indice d'iode augmente avec le ratio d'imprégnation.

Des CA que nous avons préparé, c'est celui préparé à partir des coques de Balanites Eagyptiaca par activation par H₃PO₄ à 25% et à la température de pyrolyse de 600°C qui a développé la plus grande capacité d'adsorption de I₂; elle de 964,47 mg/g. Cette valeur est comparable à celle, déterminée, sur le charbon actif commercial de marque KGA (977,16 mg/g).

Il ressort de la littérature que les charbons actifs qui ont un indice d'iode supérieur à 950 mg/g ont un pouvoir d'adsorption de petites molécules telles que celles qui sont responsables des goûts et des odeurs ^[14]. Or nous avons obtenu dans un cas un indice d'iode de 964,47 mg/g, valeur supérieurs à 950 mg/g.

Tableau IV: Capacités d'adsorption de I₂ des CAs (mg/g) / Activation par H₃PO₄

Charbons actifs	% H ₃ PO ₄ / Température de pyrolyse (°C)	Vitesse de chauffe °C /min	Capacité d'adsorption de I ₂ (mg/g)
CA-BE	5% / 400°C	2,66	710,66
	15% / 400°C	2,66	888,33
	25% / 400°C	2,66	939,09
CA-ZM	5% / 400°C	2,66	837,57
	15% / 400°C	2,66	862,95
	25% / 400°C	2,66	939,09
CA- BE	5% / 600°C	1,81	837,57
	15% / 600°C	1,81	913,71
	25% / 600°C	1,81	964,47
CA- ZM	5% / 600°C	1,81	482,23
	15% / 600°C	1,81	786,81
	25% / 600°C	1,81	852,95

Tableau V: Capacités d'adsorption de I₂ des Cas (mg/g) / Activation par KOH

Charbons actifs	% KOH/Température de pyrolyse (°C)	Vitesse de chauffe °C/min	Capacité d'adsorption de I ₂ (mg/g)
CA-BE	10 % / 400°C	2,66	812,19
	15% / 400°C	2,66	964,47
	20% / 400°C	2,66	-
CA-ZM	10 % / 400°C	2,66	-
	15% / 400°C	2,66	-
	20% / 400°C	2,66	-
CA- BE	10% / 600°C	1,81	964,47
	15% / 600°C	1,81	888,33
	20% / 600°C	1,81	-
CA- ZM	10% / 600°C	1,81	761,43
	15% / 600°C	1,81	812,19
	20% / 600°C	1,81	939,09

3.4 Détermination de l'indice de bleu de Méthylène (BM)

Nous avons d'abord déterminé la concentration de la solution standard de BM utilisée dans cette étude par colorimétrie et en utilisant une courbe d'étalonnage. La concentration est de $1,944 \cdot 10^{-5}$ mol/L pour une absorbance de 0,840 à une longueur d'onde $\lambda = 620$ nm, sur une couche de 1cm^[5].

3.4.1. Les capacités d'adsorption du BM

Les résultats obtenus sur nos différents charbons actifs sont rassemblés dans les tableaux VI et V. La capacité d'adsorption du bleu de méthylène du charbon actif commercial, étudié dans ce travail, est de 517,53 mg /g.

Les résultats obtenus, montrent que les charbons actifs préparés par activation à l'acide H₃PO₄ développent de meilleures capacités d'adsorption de BM quelles que soient la biomasse et les conditions opératoires (Tableaux VI et VII). Dans le cas de BE, la capacité d'adsorption du BM diminue lorsque la température augmente (523,81 mg/g à 400°C et 490,23 mg/g à 600°C). Par contre pour le ZM c'est le contraire, la capacité augmente avec la

température (506,97 mg/g à 400°C et 516,57mg/g à 600°C). De manière générale, la capacité d'adsorption de BM, développée par les charbons actifs obtenus par activation par H₃PO₄, augmente avec la concentration de l'agent activant ; les valeurs maximales sont obtenues à la concentration de 25% (Tableau VI). Le charbon actif qui a développé la meilleure capacité d'adsorption du BM est obtenu avec le Zizyphus Mauritiana par activation acide à 25% et à la température de pyrolyse de 600°C. Des résultats similaires ont été rapportés dans la littérature, par TRACHI et al.^[15] sur un charbon actif obtenu à partir de coquille d'amande amère et par Gueye^[5] sur des charbons actifs obtenus à partir de grains d'olive.

Il est rapporté que l'indice du Bleu de Méthylène est un paramètre qui permet d'évaluer les mésopores et/ou les macropores nécessaires pour l'adsorption des molécules de taille moyenne^[16].

Dans le cas de l'activation par KOH, la capacité d'adsorption de BM diminue lorsque la concentration de l'activant augmente (Tableau VII) et les valeurs obtenues sont relativement faibles comparativement à celles obtenues par activation acide.

Tableau VI: Capacité d'adsorption de BM /Activation H₃PO₄ / C_i = 1,944.10⁻⁵ mol/L

Charbons actifs	% H ₃ PO ₄ / Température Pyrolyse (°C)	Concentration résiduelle de BM C _r (10 ⁻⁵ .mol/L)	Capacité d'adsorption de BM (mg/g)
CA-BE à 2,66°C/min	5%/400°C	0,473	470,51
	15%/400°C	0,525	453,88
	25%/400°C	0,307	523,61
CA-ZM à 2,66°C/min	5%/400°C	0,804	364,64
	15%/400°C	0,492	464,43
	25%/400°C	0,359	506,97
CA- BE à 1,81°C/min	5%/600°C	0,553	444,92
	15%/600°C	0,489	465,39
	25%/600°C	0,411	490,34
CA- ZM à 1,81°C/min	5%/600°C	0,577	437,24
	15%/600°C	0,598	430,53
	25%/600°C	0,329	516,57

Tableau VII :Capacité d'adsorption de BM/ Activation KOH / C_i = 1,944.10⁻⁵ mol/L

Charbons actifs	% KOH/ Température pyrolyse (°C)	Concentration résiduelle de BM C _r (10 ⁻⁵ .mol/L)	Capacité d'adsorption de BM (mg/g)
CA-BE à 2,66°C/min	10%/400°C	0,872	342,88
	15%/400°C	1,220	231,57
	20%/400°C	1,114	265,48
CA-ZM à 2,66°C/min	10%/400°C	0,695	399,50
	15%/400°C	0,896	335,21
	20%/400°C	1,506	140,09
CA- BE à 1,81°C/min	10%/600°C	0,662	410,06
	15%/600°C	0,738	385,75
	20%/600°C	1,535	130,82
CA- ZM à 1,81°C/min	10%/600°C	0,487	466,03
	15%/600°C	0,898	334,57
	20%/600°C	0,705	396,30

3.5 Temps d'équilibre avec le Bleu de Méthylène

La **figure1** présente l'évolution du taux de décoloration du BM par des charbons actifs préparés à partir du Zizyphus Mauritiana à 400°C et par activation par H₃PO₄ ((CA-ZM-400°C-X% H₃PO₄, X = 5 ; 15 ou 25).

Les résultats montrent que le taux de décoloration du BM augmente rapidement dans les 20 premières minutes. Les équilibres (taux de décoloration constant) entre CA et BM s'établissent:

- après 40 minutes pour les CA-5% et 15% H₃PO₄
- après 60min pour le CA-25% H₃PO₄.

Les taux de décoloration maximale atteints dans cette expérience sont de 88,46% pour le CA-ZM-5% H₃PO₄, de 93,48% pour le CA-ZM -15% H₃PO₄ et de 95,55% pour le CA-ZM -25% H₃PO₄. La **figure 2** présente le taux de décoloration du BM par

les charbons actifs préparés à partir de Balanites Eagyptiaca par activation de H₃PO₄ à 600°C (CA-BE-400°C-X% H₃PO₄, X = 5 ; 15 ou 25). Les résultats obtenus montrent que les équilibres sont beaucoup plus rapidement atteints avec les charbons actifs de Balanites soit après 25 min qu'avec ceux de Zizyphus atteint après 40 min. Toutefois les taux de décoloration enregistrés avec les CA-BE sont plus faibles que ceux obtenus avec les CA-ZM. Ils sont de 65 % pour CA-BE-5 % H₃PO₄, 32 % pour CA-BE-15 % H₃P₄ et 57 % pour CA-BE-25 % H₃PO₄. Ceci indique que les charbons actifs de Zizyphus Mauritiana adsorbent mieux le Bleu de Méthylène que les charbons actifs de Balanites Eagyptiaca ce qui est en accord avec la capacité d'adsorption du BM (516,57 mg/g) développée par le CA-ZM-25%-600°C (**Tableau VI**).

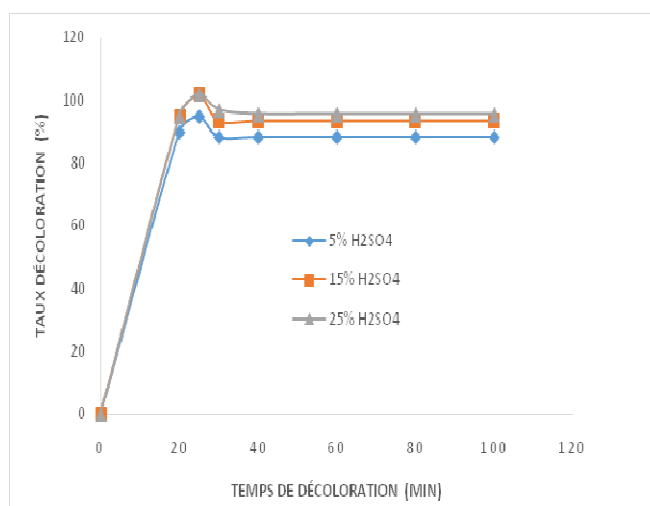


Figure 1: Temps d'équilibre du BM avec CA-BE-H₂SO₄-400°C

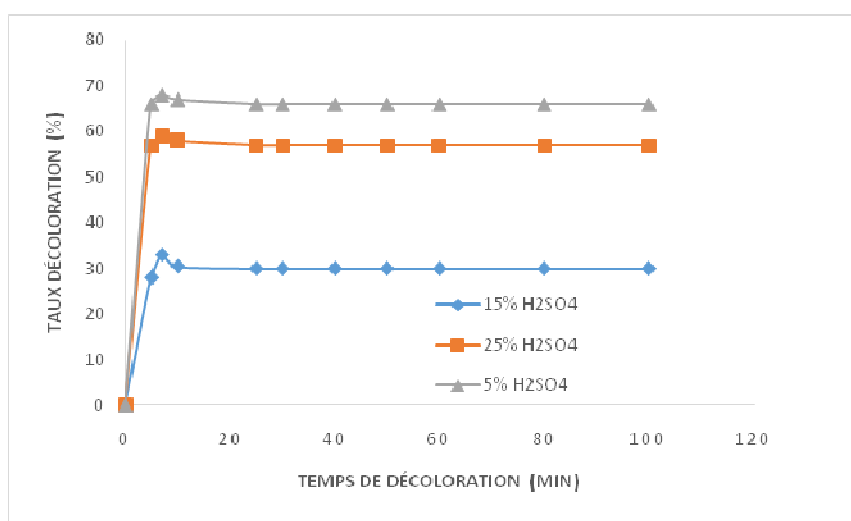


Figure 2: Temps d'équilibre du BM avec CA-BE-H₂SO₄-600°C

4. Conclusion

Nous avons préparé et caractérisé une série de charbons actifs à partir de deux biomasses: les coques de noyaux de *Balanites Eagyptiaca* et de *Zizyphus Mauritiana* par activation chimique par l'acide H_3PO_4 et par la base KOH.

Il ressort que l'activation acide est la plus adoptée pour fabriquer des charbons actifs avec des rendements plus élevés (73%) et de meilleures capacités d'adsorption de diiode I_2 (supérieures à 964mg/g) et de BM (523,61mg/g).

Les charbons actifs préparés dans ce travail et qui ont des indices d'iode supérieur à 930mg/g peuvent avoir des applications dans le traitement des eaux usées pour éliminer les petites molécules responsables des goûts et odeurs.

C'est le *Balanites Eagyptiaca* activé par l'acide H_3PO_4 à la concentration de 25% et à la température de pyrolyse de 400°C qui a donné le meilleur résultat: rendement massique 73,5%, indice d'iode 939,09 mg/g, capacité d'adsorption de BM 523,61mg/g

5. Remerciements:

Nous remercions:

- l'Université Abdou Moumouni de Niamey pour nous avoir offert le cadre où ce travail a été réalisé
- l'Ecole de Mines de l'Industrie et de la Géologie de Niamey (EMIG) qui nous autorisée à utiliser ses laboratoires pour effectuer les différentes analyses.

6. Références bibliographiques

- [1] Soleimani M, Kaghazchi T. Adsorption of gold ions from industrial wastewater using activated carbon derived from hard shell of apricot stones. *An agricultural waste. Bioresourtechno* (2008)99, 5374-5383.
- [2] Chen Y et al. Application studies of carbon derived from rice husks produced by chemical- thermal process. *A review Adv. Colloid interface Sci* (2011)163, 39-52.
- [3] Société Anonyme de Gestion des Eaux de Paris. Traitement de potabilisation des eaux de surface, adsorption sur charbon actif. *Conf* (2006).
- [4] Prakash KBG, shivakami K, Miranda LR, Velan M. Preparation of steam activated carbon from Rubberwood

sawdust (*Hevea brasiliensis*) and its adsorption kinetics. *J. Hazard. Matter. B* (2006)136, 133-142.

[5] Gueye M. Développement de charbon actif à partir de biomasses lignocellulosiques pour des applications dans le traitement de l'eau. Thèse-Institut International de l'Ingénierie de l'Eau et l'Environnement (2IE) - Ouaga /B Faso (2015).

[6] Drissa B et al. Etude comparée des méthodes de production de charbon actif, suivie d'un test de dépollution d'une eau contaminée au diuron. *J. Soc. Ouest-Afr. Chim* (2009)28, 41-52.

[7] Jean François M. Fabrication et caractérisation d'un charbon actif rustique issu de la biomasse. Université de Technologie de Compiègne – option Génie des Procédés Industriels (1995)96, 29-32.

[8] Reffas A. Etude de l'adsorption de colorants organiques (Rouges Nysolan et Bleu de Méthylène) sur des charbons préparés à partir du Marc de Café. Thèse-Université Mentouri-Constantine (Algérie) (2010).

[9] Sido-Pabyam M, Gueye M, Blin J, Some E. Valorisation de résidus de Biomasse en charbons actifs – Tests d'efficacité sur des bactéries et dérivés de pesticides. *Revue Sud Sciences et Technologies* (2009)17, 65-73.

[10] Mayeko KK, Wa Muanda M. Adsorption de bleu de Méthylène en solution aqueuse sur charbon actif obtenu à partir des Sciures végétales. *Revue Congolaise des Sciences Nucléaires* (2004)20, Cité par Sido-Pabyam M, Gueye M, Blin J, Some E. Valorisation de résidus de Biomasse en charbons actifs – Tests d'efficacité sur des bactéries et dérivés de pesticides. *Revue Sud Sciences et Technologies* (2009)17, 65-73.

[11] Demirbas A. Effect of initial moisture content on the yields of oily products from pyrolysis of biomass. *J. of analytical and applied pyrolysis*(2004)2, 803-815.

[12] Zhao J et al. Pore structure control of mesoporous carbon as supercapacitor materials *Letters*(2007)61, 4639-4642.

[13] Diao Y, Walawender WP, Fan LT. Activated carbons prepared from phosphorus acid of grain sorghum. *Bioresource Technology* (2002)81, 45-52.

[14]. Silex International. Charbon actif haute qualité, T2, Activ'OG8*30. www.silexinternational.com.

[15] Trachi M, Bourfis N, Benamara S, Gougam H. Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de la coquille d'amande (*Prunus amygdalus*). *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement* (2014)18, 492-502.

[16] Omlin J, Chesaux L, Magnet MA, De Alencastro LF. Evaluation de charbon actif en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines. *Mémoire de Master. Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne* (2010).