



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique



Université Amar Telidji- Laghouat

FACULTE : TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT : GÉNIE DES PROCÉDÉS

MÉMOIRE DE MASTER

Présenté par :

Khouloud HABATI

Bouchra AMIR

DOMAINE : Sciences et Technologies

FILIERE : Génie des Procédés

OPTION : Génie des Procédés des Matériaux

Thème

**Optimisation du procédé de préparation d'un support
adsorbant par activation chimique d'un déchet agro-
alimentaire**

Jury de soutenance :

Nom et Prénom	Grade	Qualité
TAOUTI Mohamed Benabdallah	Pr	Président
CHEREF Mahmoud	MCB	Examineur
TAOUTI Mohamed Bachir	MAA	Rapporteur

Promotion : JUIN 2023



REMERCIÈME

On remercie dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

*Tout d'abord, ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas avoir le jour sans l'aide et l'encadrement de **TAOUTI Mohamed Bachir**, on le remercie pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa patience, sa rigueur et sa disponibilité durant notre préparation de ce mémoire.*

Nous remercions nos parents qui nous ont soutenus avec amour et supplication et nous ont soutenus tout au long de notre période d'étude depuis notre premier jour jusqu'à la rédaction de cette mémoire.

Enfin, un grand remerciement à l'ensemble des personnes qui ont participé de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.



MERCI

DÉDICACES



Je dédie ce modeste travail aux deux êtres qui me sont très chers dans cette vie, à mon père et à ma mère. Je leur dis merci maman du fond du cœur pour ton éducation, ton sacrifice, ton assistance et pour ce tu m'as fait et qui m'a permis d'arriver à cette réussite et à ce bonheur, avec toute ma fidélité et tout mon amour pour mon père, je te dis merci mille fois mes parents.

A mon grand-père et ma grand-mère.

*A mes sœurs de cœur **Ikram** et ma petite **Khadija**.*

A mes tantes maternelles et paternelles

A mes oncles maternels et paternels

Et tous leurs enfants.

*A mes chers amis **Wiame** et **Fadila**.*

A tous mes amis.

*A mon binôme **Bouchra** et leur famille.*

A ceux qui m'ont soutenu avec amour malgré la distance

***Abdellah** et leur famille.*



Khouloud

DÉDICACES

Tout d'abord, je tiens à remercier DIEU

*A mes très chers parents, ma mère **Chahrazed ghobssi** et
mon père **Saad**,*

Dont le mérite, les sacrifices et les qualités humaines

M'ont permis de vivre ce jour.

A mon grand-père et ma grand-mère.

*A mes chères frères **Kamal** et **Mohammed***

*A mes chères sœur **Nassima**, **Naima** et **Fatima***

*A mon neveu **Yazan Ishak***

*A mes oncles **Attallah** et **Hmaza** merci pour m'avoir aidé*

*A tout la famille **Amir***

*À mon cher binôme **Khouloud***

*A tous mes amis **Karima** et **Nassima***

*Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que
ce travail soit.*

Bouchra

Sommaire

Sommaire

Liste d'abréviations

Liste des figures

Introduction générale : 1

Chapitre I : partie expérimentale

Introduction : 3

I.1 Produits et matériels utilisés : 3

I.2 Préparation des réactifs : 3

I.2.1 Préparation de la solution BM : 3

I.3 Dosage des solutions du colorant BM : 5

I.3.1 Principe de spectrophotométrie UV-Visible : 5

I.3.2 Schéma explicatif la loi de Beer-Lambert : 6

I.4 Préparation et traitement de CA-MC : 6

I.4.1 Purification : 7

I.4.2 Activation chimique : 7

I.4.3 Carbonisation : 8

I.5 Caractérisation du charbon actif préparé : 11

I.5.1 Caractérisation chimique : 11

I.5.1.1 Analyse structurale (IR-TF) : 11

I.5.1.2 Le pH du point de charge zéro (pH_{pzc}) : 11

I.5.2 Caractérisation physique : 12

I.5.1.3 Application de la théorie BET (Brunauer, Emmett, Teller) : 12

I.6 Adsorption du BM sur charbon actif préparé : 13

I.6.1 Description de l'adsorption en mode batch : 13

I.6.2 Isotherme d'adsorption du BM : 14

I.6.3 Modélisation d'isotherme d'adsorption : 15

I.6.3.1 Isotherme de Langmuir : 15

I.6.3.2 Isotherme de Freundlich : 16

Sommaire

I.7. Etude thermodynamique :.....	17
-----------------------------------	----

Chapitre II : Caractérisation et tests d'adsorption

II.1 Propriétés spectrophotométriques d'adsorbat :.....	19
II.1.1 Spectre d'adsorbance en UV-Visible du BM :	19
II.1.2 courbe d'étalonnage du BM :.....	19
II.2 Caractérisations de l'adsorbant :	20
II.2.1 Analyse des fonctions de surface par IR-TF :.....	20
II.2.2 Détermination du point de charge zéro (pH_{pzc}) :.....	22
II.2.3 Détermination de la surface spécifique par BET :.....	23
II.3 Etude de l'adsorption du BM sur le charbon actif :.....	25
II.3.1 Modélisations des isothermes d'adsorption :.....	25
1) <i>Modèle de Langmuir</i> :	26
2) <i>Modèle de Freundlich</i> :	27
3) <i>Comparaison entre les modelés</i> :	27
II.3.2 Etude thermodynamique :.....	27
II.4 Etude comparative :.....	29

Chapitre III : Optimisation des conditions d'activation par les plans d'expériences

III.1 Notion de bas sur les plans d'expériences :.....	31
Introduction :	31
III.1.1 Notion d'espace expérimental :.....	31
III.1.2 Effet d'un facteur :.....	32
III.1.3 Plans Factoriels Complets 2^k :	32
III.2 Application d'un plan factoriel complet :.....	33
III.2.1 Facteur étudiés et domaines de variation :.....	33
III.2.2 Planification des expériences :	33
III.2.3 Réponse expérimentale choisie :	34
1) Détermination des conditions optimales de préparation :	34

Sommaire

III.2.4 Etablissement du modèle mathématique :	34
1) Estimation de coefficient inconnue :	35
III.2.5 Effets principaux et interaction des facteurs :	36
1) Effets principaux :	36
2) Interaction des facteurs :.....	37
III.2.6 Diagrammes de significativité des facteurs :.....	37
1) Diagramme de Pareto :	37
III.2.7 L'analyse de variance ANOVA :.....	38
<i>Conclusion générale</i> :.....	40
<i>Références bibliographiques</i> :	41

Liste d'abréviations

Abréviations :

MC : marc de café.

CA : charbon actif.

BM : bleu de méthylène.

H₃PO₄ : Acide phosphorique.

HCl : Acide chlorhydrique

X_p : Le rapport d'imprégnation.

m_{H₃PO₄} : Masse Acide phosphorique.

m_{MC} : Masse marc de café.

UV-Visible : ultraviolet visible.

IR : infrarouge.

PZC : point zéro charge.

A : absorbance.

ϵ : est une constante nommée absorptivité molaire (L.mol⁻¹.cm⁻¹).

l : est la longueur du trajet parcouru par la lumière dans le milieu considéré (cm).

c : est la concentration de l'entité chimique absorbante (mol/L).

BET : Brunauer, Emmett et Teller

V : Volume adsorbé à la pression d'équilibre P.

V_m : Volume adsorbé au complètement de la monocouche.

P₀ : Pression de vapeur saturante du gaz à la température de l'expérience.

λ : Longueur d'onde.

q_m : capacité maximale d'adsorption (mg/g).

q_e : quantité de soluté adsorbée par unité de masse de l'adsorption à l'équilibre.

C_e : concentration de l'adsorption à l'équilibre dans la phase liquide.

K_f : constantes de Freundlich.

K_l : Constante d'équilibre.

R(%) : Taux d'élimination.

K_L : Constante d'équilibre de Langmuir (l/mg).

Liste d'abréviations

- Q_t : La quantité fixée de polluant en (mg/g) d'adsorbant.
- n : Constante de Freundlich.
- R^2 : Coefficient de corrélation carrée.
- a_{ii} : Le i -ème élément diagonal de $(X^t X)^{-1}$.
- A_i : Effet du facteur « i ».
- C : Concentration massique du composé dose (mg/l).
- C_0 : Concentration initiale du soluté (mg/l).
- C_i : Concentration à l'équilibre du soluté en phase liquide (mg/l).
- ddl : degré de liberté.
- FM : Four à moufle.
- I : Intensité du faisceau émergent.
- I_0 : Intensité du faisceau incident.
- IR-TF : La Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.
- k : Nombre de facteurs étudiés.
- m : La masse de l'adsorbant utilisée (g).
- N : Nombre des essais.
- pH : Potentiel hydrogène.
- abs : absorption.
- T : La température.
- t : Le temps.
- V : Le volume de la solution (L).
- X_i : Facteur « i ».
- Y : La réponse pour un plan d'expérience
- F : La statistique du test.
- S_{BET} : Surface spécifique.
- V_{mic} : Volume des micropores.
- $V_{més}$: Volume des mésopores.
- D_p : Diamètre moyen des pores.

Liste des figures

Liste des figures

Figure I.1 : Structure chimique de bleu de méthylène.	4
Figure I.2 : Solution mère de BM.	4
Figure I.3 : Les solutions diluées de BM.	5
Figure I.4 : Spectrophotométrie UV-Visible.	5
Figure I.5 : Schéma explicatif la loi de Beer-Lambert.....	6
Figure I.6 : Purification du MC.....	7
Figure I.7 : Montage à reflux.	8
Figure I.8 : Le four à moufle.....	9
Figure I.9 : Charbon actif préparé.....	9
Figure I.10 : Protocole expérimentale pour l'activation chimique du marc de café.....	10
Figure I.11 : Spectroscopie IRTF.....	11
Figure I.12 : Analyseur de surface BET (Brunauer, Emmett, Teller).....	12
Figure I.13 : Centrifugeuse.	14
Figure I.14 : les différents types d'isotherme d'adsorption.	15
Figure II.1 : Spectre d'adsorption en UV-visible du BM pour une concentration 15mg/l.	19
Figure II.2 : Courbe d'étalonnage du BM.	20
Figure II.3 : Spectre IR-TF du CA-MC.	21
Figure II.4 : pH de la charge nulle.	22
Figure II.5 : Isotherme d'adsorption-désorption de l'azote à 77 K par le charbon actif préparé.....	23
Figure II.6 : Courbe de linéarisation de l'équation de BET pour l'échantillon de charbon actif préparé.....	24
Figure II.7 : Isotherme d'adsorption du BM sur CA-MC.....	25
Figure II.8 : Transformée linéaire des isothermes d'adsorption de Langmuir.	26
Figure II.9 : Paramètre d'équilibre.	26
Figure II.10 : Transformée linéaire des isothermes d'adsorption de Freundlich.....	27
Figure II.11 : déterminations des paramètres thermodynamique	28
Figure III.1 : domaine de variation du facteur.....	31
Figure III.2 : Illustration de l'effet global et de l'effet moyen.	32
Figure III.3 : Effet des conditions de préparation sur le rendement d'adsorption.....	34
Figure III.4 : Effets des paramètres opératoires.	36
Figure III.5 : Interaction entre facteurs.....	37
Figure III.5 : Diagramme de Pareto des effets normalisés.	39

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau I.1 : matériels utilisés.....	3
Tableau II.1 : les caractéristiques du pic de spectre en UV-visible.....	19
Tableau II.2 : Les bandes infrarouge du CA-MC.....	22
Tableau II.3 : Paramètres structurales du charbon actif préparé.	24
Tableau II.4 : les constantes des isothermes Langmuir et Freundlich d'adsorption du BM sur CA-MC.....	27
Tableau II.6 : paramètres thermodynamique relatifs à l'adsorption du colorant BM sur CA-MC.	29
Tableau II.5 : La capacité d'adsorption du BM sur différent adsorbant.	30
Tableau III.1 : ci-dessous représente les domaines de variation pour les facteurs choisis.	33
Tableau III.2 : matrice des expériences du plan factoriel complet.....	33
Tableau III.3 : analyse statistique de signification des paramètres calculés.	35
Tableau III.4 : résultats de l'analyse de variance ANOVA.....	38

Introduction générale

Introduction générale

Les pollutions de l'eau peuvent se présenter sous différentes formes, notamment chimique, mais aussi bactériologique ou thermique ; les eaux ou masses d'eau concernées peuvent être douces, saumâtres ou salées, souterraines ou de surface. Il peut même s'agir de la pluie ou des rosées, de neige ou de glaces polaires, de nombreuses industries (textile, papeterie, plastique, agroalimentaire...) sont de gros consommateurs d'eau et utilisent des colorants organiques (solubles ou pigmentaires) pour colorer leurs produits. Ces colorants synthétiques sont à la fois toxiques et responsables de la coloration des eaux [1][2]. En effet, il est connu que certains colorants se fixent plus ou moins efficacement malgré l'emploi d'agents fixant. Il en résulte alors des eaux de rejets colorées qu'il est nécessaire de traiter avant leur rejet. Les colorants sont classés en colorants réactifs, azoïques, acides, basiques, directs et dispersants en fonction de leur structure chimique et les méthodes de production appliquées [3]. La pollution de l'eau par les colorants devient un énorme problème environnemental en raison de la grande variété de colorants utilisés dans différentes activités humaines. Les industries colorent leurs produits et rejettent une grande quantité d'effluents dont colorants, de plus, de nombreux colorants sont toxiques et dangereux pour les organismes aquatiques et leurs produits de dégradation peuvent être mutagènes et cancérogènes. Le bleu de méthylène (BM) est un colorant basique avec de larges applications.

Les colorants basiques, comme BM, sont également considérés comme des colorants cationiques car ils forment un sel cationique coloré lors de leurs dissolutions dans l'eau, Les colorants cationiques sont considérés comme plus toxiques que les colorants anioniques, car ils peuvent facilement interagir avec la surface négative chargée des membranes cellulaires, et peut entrer dans les cellules. Certains des effets nocifs que BM peut causer, sont : augmentation du rythme cardiaque, vomissements, choc, cyanose, jaunisse et nécrose tissulaire chez l'homme,

Tous les matériaux bon marché tels que les déchets de la biomasse : peau de pomme, les noyaux des dattes, les noyaux d'olives, les noyaux de pêche, les épis de maïs, les grains de café et le marc de café, les déchets de thé, la bagasse, la coquille de noix de coco et les noyaux d'abricot.

La valorisation des déchets alimentaires, sans générer de polluants est un grand défi et est recommandé pour un développement industriel durable afin de préserver l'environnement.

Les charbons actifs, avec une abondance de micropores, sont des matériaux utilisés méso poreux hautement développés et sont utilisés pour l'adsorption de molécules plus grosses telles que les colorants.

Ces précurseurs moins chers et renouvelables par rapport au charbon actif commercial, une décoloration totale de ces effluents avant de les rejeter dans le milieu naturel est nécessaire.

Introduction générale

Plusieurs techniques physico-chimiques ont été employées pour l'élimination des colorants, telles que coagulation-floculation, l'oxydation chimique, la séparation membranaire, traitement biologique...etc. L'incapacité des procédés conventionnels à éliminer efficacement plusieurs produits industriels réfractaires ou toxiques ou leur coût très élevé fait preuve d'une nécessité de penser à des techniques avec une efficacité avérée et avec un moindre coût. Une des techniques qui a été couronnée de succès dans la diminution des espèces organiques colorées est l'adsorption. « L'adsorption sur des solides poreux est l'une des techniques les plus répandues.

L'objectif de notre travail a pour but d'étudier l'élimination d'un colorant par adsorption sur charbon actif préparé par l'activation chimique du marc de café. Le deuxième objectif de ce mémoire est de faire une étude d'optimisation des conditions de préparation du charbon actif.

- Le premier chapitre présente les méthodes d'analyses, les protocoles expérimentaux et le matériel expérimental utilisé adsorbé le bleu méthylène sur charbon actif préparé.
- Le deuxième chapitre est consacré à la présentation et à la discussion des caractérisations physico-chimiques qui concernent l'analyse structurale par IR-TF et le pH de point de charge nulle (pH_{pzc}) et l'analyse texturale par la méthode BET pour détermination de la surface spécifique. De plus, nous avons étudié les isothermes d'adsorption. Aussi l'isotherme et la thermodynamique d'adsorption ont été étudiées.
- Le troisième chapitre est réservé exclusivement sur l'application de la méthodologie MRE basée sur les plans d'expérience de type factoriel complet 2^3 . Aussi, nous avons opté pour un modèle mathématique afin de représenter la relation entre les facteurs d'influence et notre réponse expérimentale. En fait, le plan factoriel a été effectué pour mesurer l'effet des facteurs choisis et leurs interactions sur le pouvoir adsorbant du charbon actif préparé.

Chapitre I :
Partie expérimentale

Introduction :

Dans cette partie ; on va valoriser les déchets agroalimentaires par l'optimisation des conditions de préparation du CA. À partir du marc de café on produit le CA afin de faire une application à l'adsorption du BM sur CA.

L'objectif principal de ce travail est de chercher les meilleures conditions expérimentales de préparation d'un support adsorbant à partir d'une marque de café permettant de donner les meilleures propriétés d'adsorption d'un colorant cationique (BM).

I.1 Produits et matériels utilisés :

- **Produits chimique utilisés :**
 - Eau distillé (H_2O)
 - Acide phosphorique (H_3PO_4)
 - Bleu de méthylène ($C_{16}H_{18}CLN_3S$)
 - Acide chlorhydrique (HCL)
- **Matériels utilisés :**

Tableau I.1 : matériels utilisés.

Les appareils	Les verreries
Balance de précision	cristalliseur
Agitateur magnétique	Bécher
Etuve	Réfrigérant
Centrifugeuse	Ballon à trois têtes
Spectrophotomètre UV-visible	Fiole +entonnoir
PH-mètre	Cuvette
Four à moufle	Pipete - pro-pipete
Thermomètre	

I.2 Préparation des réactifs :

I.2.1 Préparation de la solution BM :

Le bleu de méthylène, ou chlorure de méthylthioninium, est un dérivé de la phénothiazine à la fois médicament et colorant dont l'action repose sur les propriétés rédox. Il a été préparé pour la première fois par Heinrich Caro en 1876. C'est un solide cristallisé inodore soluble dans l'eau et,

dans une moindre mesure, dans l'éthanol. À l'état pur, il se présente sous la forme d'une poudre vert foncé ; on le trouve commercialement également sous forme d'un sel double avec le chlorure de zinc, de couleur brune.

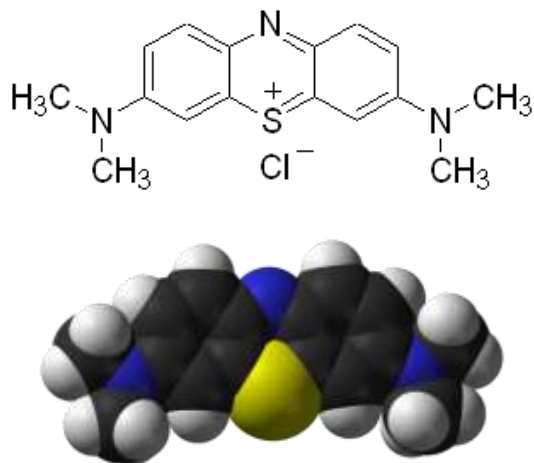


Figure I.1 : Structure chimique de bleu de méthylène.

On prépare une solution mère de bleu de méthylène dans l'eau distillée à une concentration de 1000 mg/l ; après on fait de l'agitation afin de l'obtention d'une solution homogène.



Figure I.2 : Solution mère de BM.

Ensuite nous avons étendus la substance (solution mère BM) dans une eau distillée, ce qui nous permet d'établir la courbe d'étalonnage, par la mesure de l'absorbance de cette solution à l'aide d'une spectrophotométrie UV-Visible.



Figure I.3 : Les solutions diluées de BM.

I.3 Dosage des solutions du colorant BM :

I.3.1 Principe de spectrophotométrie UV-Visible :

La spectrophotométrie est le domaine qui étudie la mesure de l'énergie transportée par les rayonnements électromagnétiques dans le domaine de la lumière visible. Cette technique vise à mesurer l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique en solution. Plus l'échantillon est concentré, plus il absorbe de lumière dans les limites de proportionnalité fixées par la loi de Beer-Lambert. Les analyses sont effectuées dans l'ultraviolet et le visible.

La densité optique des échantillons est déterminée par un spectromètre préalablement étalonné sur la longueur d'onde d'absorption de la substance à étudier.



Figure I.4 : Spectrophotométrie UV-Visible.

I.3.2 La loi de Beer-Lambert :

La loi de Beer-Lambert, aussi connue comme la loi de Beer-Lambert-Bouguer chez les Français et loi de Beer dans la littérature anglo-saxonne, est une relation empirique reliant l'atténuation d'un faisceau de lumière aux propriétés du milieu qu'il traverse et à l'épaisseur traversée.

La loi de Beer-Lambert établit que l'absorbance A d'une solution est proportionnelle, d'une part, à sa concentration c et, d'autre part, à la longueur l du trajet parcouru par la lumière dans la solution :

$$A = \epsilon l c \quad (\text{I.1})$$

Avec :

- A : absorbance.
- ϵ : le coefficient d'absorption molaire en $\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$
- l : la largeur de cuve en cm.
- c : la concentration de la solution en mol/L.

La loi de Beer-Lambert est aussi valable pour décrire l'absorption de tout rayonnement (photons, neutrons, particules α , etc.) par la matière condensée et constitue une solution élémentaire de l'équation de transfert radiatif.

Elle ne décrit pas le phénomène d'extinction par diffusion.

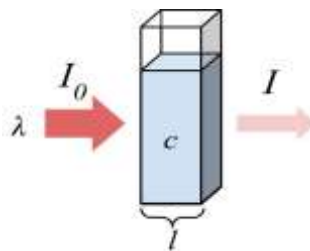


Figure I.5 : Schéma explicatif la loi de Beer-Lambert.

I.4 Préparation et traitement de CA-MC :

Le charbon actif, est un matériau constitué essentiellement de matière carbonée à structure poreuse.

On appelle charbon actif tout charbon ayant subi une préparation particulière et qui, de ce fait, possède à un haut degré la propriété de fixer et de retenir certaines molécules amenées à son contact. Il s'agit d'une structure amorphe composée principalement d'atomes de carbone, généralement obtenue après une étape de carbonisation d'un précurseur à haute température.

Un charbon actif présente en général une surface spécifique élevée qui lui confère un fort pouvoir adsorbant. L'adsorption est un phénomène de surface par lequel des molécules se fixent sur la surface de l'adsorbant par des liaisons faibles : forces de van der Waals, interactions électrostatiques, liaisons hydrogène.

I.4.1 Purification :

On a lavé MC plusieurs fois avec l'eau distillée chaude pour éliminer les impuretés jusqu'à ce que le filtra soit neutralisé (ph=7), puis séché à l'étuve à 110°C pendant 24h.



Figure I.6 : Purification du MC.

I.4.2 Activation chimique :

C'est voie utiliser pour activer un système chimique par l'ajout d'un ou plusieurs constituants chimiques supplémentaires, qui suffiront à transformer un système inerte en système évolutif. On parlera alors d'activation chimique. S'il suffit d'introduire ces composés en très faible quantité, et si on les retrouve non modifiés après la transformation du système, on dira que ce sont des catalyseurs et que l'on a réalisé une activation catalytique.

Cette étape est nécessaire dans le protocole expérimental, et pour avoir des bons résultats on utilise les produits chimiques (acide phosphorique H_3PO_4).

Pour assurer la conservation de la masse pendant l'activation chimique on utilise le montage à reflux.



Figure I.7 : Montage à reflux.

Le rapport d'imprégnation est défini comme le rapport du poids (g) de H_3PO_4 ; au poids au précurseur (g de marc de café séché) et déterminé selon la formule suivante :

$$X_P = \frac{m(H_3PO_4)}{m(MC)} 100\% \quad (I.2)$$

I.4.3 Carbonisation :

La carbonisation, aussi appelée carbonification est la transformation plus ou moins rapide d'une substance organique en charbon (en carbone), gaz et goudrons, sous l'effet de la chaleur.

Le but de la carbonisation est le développement de microporosité, dans cette étape nous avons utilisé le four à moufle.

- **Le four à moufle :**

Le four à moufle est destiné au traitement thermique à haute température. Les applications les plus courantes seront la trempe, le recuit, la détermination de substances volatiles, la simulation de processus industriels en laboratoire. Un four à moufle a généralement une température max. comprise entre 1000 et 1600°C [04].



Figure I.8 : Le four à moufle.

- Notre produit a été mis dans des tasses résistantes à la température
- Après on met dans le four à moufle à température (400 C° - 700 C°) pendant (1h -2h)
- On a obtenu un produit fortement carboné.
- Ensuite on le lave par l'eau distillé plusieurs fois, puis sécher à température 150 C° pendant 6h.
- En fait un deuxième lavage par une solution chlorure d'hydrogène HCL (5 %), par agitation magnétique pendant 30 minutes. Relaver par l'eau distillée et sécher à température $110\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 24h.
- En fin, le produit est à stocker dans des bouteilles fermées.



Figure I.9 : Charbon actif préparé.

La méthodologie de préparation du CA à partir de MC

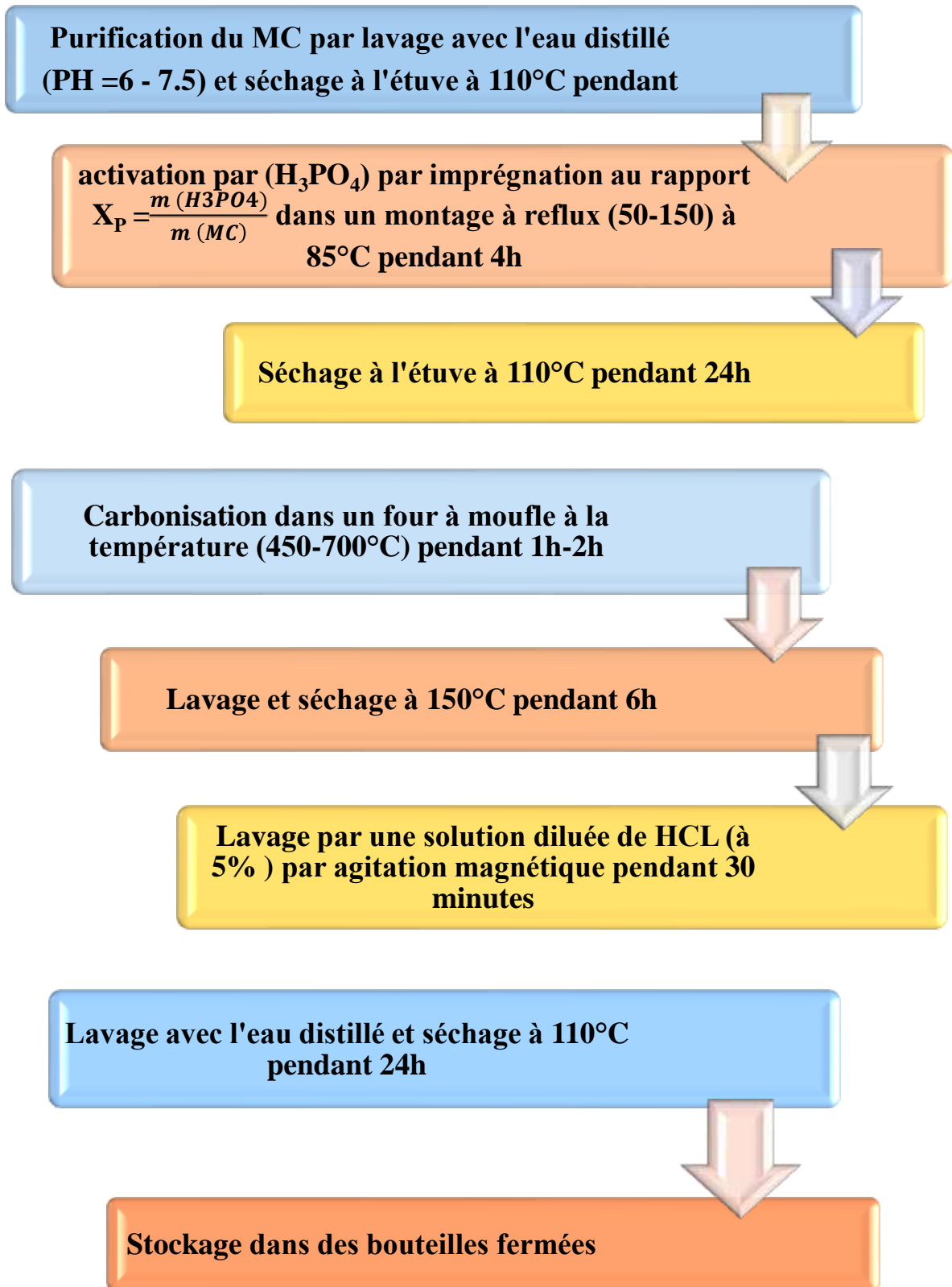


Figure I.10 : Protocole expérimentale pour l'activation chimique du marc de café.

I.5 Caractérisation du charbon actif préparé :

I.5.1 Caractérisation chimique :

I.5.1.1 Analyse structurale (IR-TF) :

Cette technique permet d'observer les spectres d'oscillation des molécules dans la gamme de 4000 à 400 cm^{-1} . Une excitation qui permet de former un spectre est liée à la vibration des liaisons et au changement d'angles entre les liaisons, à la fois à l'intérieur et à l'extérieur du plan. Le spectre montre la dépendance de la transmission sur le nombre d'onde, et plus la transmission est faible, plus l'absorption est intense.

L'interprétation spectrale permet d'identifier les groupements fonctionnels présents dans la structure et de déterminer la structure générale du composé, y compris son aromaticité et sa saturation éventuelle [05].

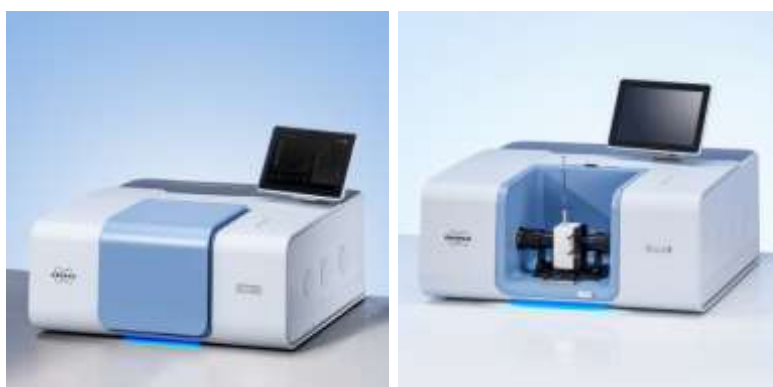


Figure I.11 : Spectroscopie IRTF.

I.5.1.2 Le pH du point de charge zéro (pH_{pzc}) :

La point de charge zéro (ou PZC, la point de charge zéro (ou PZC, acronyme anglais *Le point de charge nulle*), Dans physique chimie, est la valeur de pH dans laquelle la densité de charge puissance net sur surface Il est égal à zéro. Elle est liée à la notion de point isoélectrique, dont il diffère lorsque l'adsorption d'ions d'une partie de la surface est non nulle.

Il est généralement déterminé par immersion d'un solide dans un électrolyte [06].

❖ Conditions expérimentales :

Le point de charge zéro est utilisé pour déterminer le point où la densité de la charge électrique est nulle. La méthode pH Drift [07] est utilisée pour déterminer le point de charge zéro du CA-

MC. On réalise 8 expériences aux différentes valeurs du pH initial de la solution du KNO_3 . Après 2 jours d'agitation continue, on mesure le pH final de chaque solution.

I.5.2 Caractérisation physique :

I.5.1.3 Application de la théorie BET (Brunauer, Emmett, Teller) :

Le modèle BET est appliqué pour déterminer la surface spécifique des solides répondants aux hypothèses suivantes :

- L'adsorption est localisée sur des sites définis.
- La molécule d'adsorbat est suffisamment petite pour bien recouvrir la surface du solide.
- Les interactions entre les molécules adsorbées sont négligeables.
- A partir de la deuxième couche, l'énergie d'adsorption est constante et égale à la chaleur de liquéfaction.



Figure I.12 : Analyseur de surface BET (Brunauer, Emmett, Teller).

On utilise en pratique l'expression linéaire de formation de la monocouche dont le domaine de validité est : $0.05 < P/P^0 < 0.35$. [08]

$$\frac{p}{v(p_0-p)} = \frac{1}{v_m} + \frac{C-1}{C v_m} \times \frac{p}{p_0} \quad (\text{I.3})$$

Où :

V : Représente le volume adsorbé à la pression relative. (cm^3 / g)

V_m : Le volume gazeux nécessaire pour recouvrir toute la surface d'une couche mono moléculaire. (cm^3 / g)

C : La constante BET qui dépend de la température et de la différence entre l'énergie d'adsorption de la première couche et l'énergie de liquéfaction de l'adsorbat. (mg/l)

La surface BET est calculée à partir de V_m par l'équation :

$$S_{\text{BET}} = \frac{V_m \times N_A \times a_m}{m \times V_M} \quad (\text{I.4})$$

Où :

S_{BET} : La surface spécifique en (m^2 / g).

N_A : Constante (nombre d'Avogadro = 6.023×10^{23}).

a_m : La surface occupée par la molécule de N_2 ($0.1627 \text{ nm}^2 / \text{molécule d'azote}$).

m : La masse de l'échantillon (g) et V_M : Le volume molaire de N_2 à TPN ($22414 \text{ cm}^3 / \text{mole}$).

I.6 Adsorption du BM sur charbon actif préparé :

L'adsorption est un phénomène physico-chimique de surface par lequel des atomes, des ions ou des molécules peuvent s'accumuler à la surface d'un solide depuis une phase gazeuse, liquide ou une solution solide [09].

I.6.1 Description de l'adsorption en mode batch :

On pèse la quantité de CA préparé, on la met dans des flacons de verre, après on ajoute la solution BM puis on lui accorde le temps nécessaire pour obtenir l'équilibre.

Enfin on effectue une filtration finale du mélange par papier filtre. Le reste de la solution sera inséré dans la centrifugation à 6000 tr/min pendant 20 min .

La centrifugation consiste à séparer les composés d'une solution aux différentes densités en les exposants à une force centrifuge. Ce procédé de séparation des constituants d'un liquide permet d'isoler deux liquides, ou les particules solides d'un fluide.

La force centrifuge est créée par un mouvement de rotation très rapide dans une centrifugeuse [10].



Figure I.13 : Centrifugeuse.

Le rendement d'élimination des colorants est défini par :

$$R = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100\% \quad (\text{I.5})$$

C_0 : la concentration initiale du BM (mg/l).

C : la concentration à l'équilibre (mg/l).

I.6.2 Isotherme d'adsorption du BM :

Comme leurs noms l'indiquent, les isothermes n'ont de sens qu'à une température constante. Elles ne sont pas des modèles dynamiques car elles ne dépendent pas du temps. Les isothermes communément employées sont l'isotherme de Langmuir et l'isotherme de Freundlich. Les isothermes permettent de déterminer la capacité d'adsorption du solide pour un soluté donné ; elles permettent donc de mettre en évidence si une purification est réalisable ou non. Elles permettent également d'estimer approximativement la quantité de solide nécessaire pour atteindre un rendement de traitement. Les isothermes sont des courbes mettant en relation la quantité de polluants adsorbée par unité de masse de matériau (q_e) et la concentration de polluants restant en solution (C_e). [11].

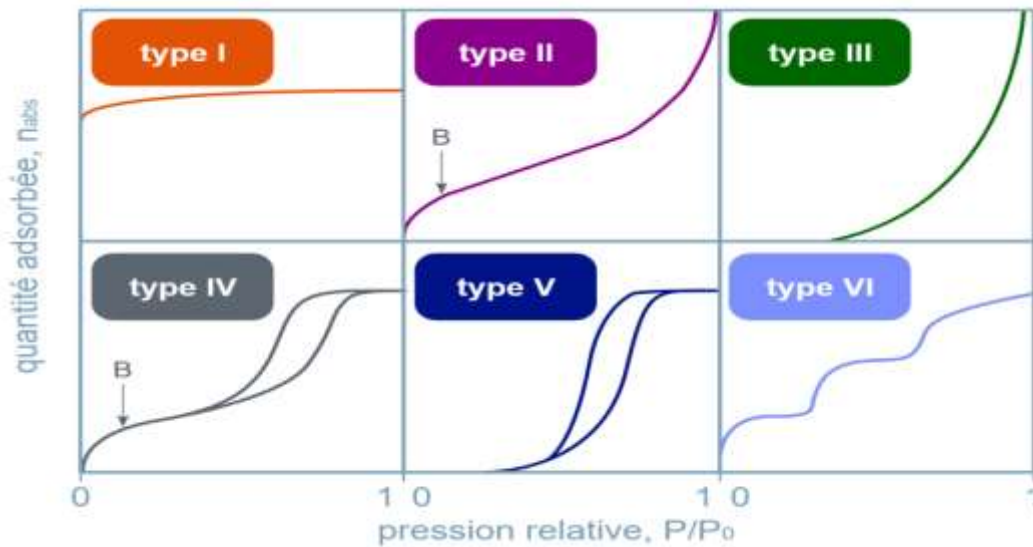


Figure I.14 : Différents types d'isothermes de physisorption (d'adsorption/désorption) d'azote à 77 K (I à VI). Classification selon les isothermes l'IUPAC.

❖ Condition expérimentales :

Pour comprendre le phénomène d'adsorption du BM sur le CA-MC on utilise l'étude des isothermes. Après séparation par papier filtre et la centrifugation de chaque expérience, on mesure l'adsorption à l'équilibre par UV-VIS à la longueur d'onde $\lambda = 675nm$.

I.6.3 Modélisation d'isotherme d'adsorption :

Plusieurs lois ont été proposées pour l'étude d'adsorption, elles expriment la relation entre la quantité adsorbée et la concentration en soluté dans un solvant à une température donnée, nous citons ci-dessous les deux principaux types.

I.6.3.1 Isotherme de Langmuir :

L'isotherme de Langmuir est proposée en 1918. C'est un modèle simple est très largement utilisé afin d'interpréter les résultats. L'équation de Langmuir repose sur les hypothèses suivantes :

- On admet que seule une couche mono moléculaire se forme sur le solide.
- L'adsorption s'effectue sur des sites bien définis uniformément distribués sur la surface solide.

• Tous les sites sont thermodynamiquement identiques, et il n'y a pas d'interaction entre les particules adsorbées, ceci implique que la chaleur d'adsorption est indépendante du degré de recouvrement de la surface. Tout ceci revient à dire que l'adsorption ne concerne qu'une monocouche.

L'équation de l'isotherme de Langmuir est la suivante :

$$q_e = q_m \frac{k_1 c_e}{1+k_1 c_e} \quad (\text{I.6})$$

Avec :

q_m : représente la capacité maximale d'adsorption. (mg/g)

k_1 : constante d'équilibre, égale au rapport des vitesses d'adsorption et de désorption. (L/mg)

Cette équation peut être linéarisée sous la forme suivante :

$$\frac{c_e}{q_e} = \frac{1}{q_m k_1} + \frac{c_e}{q_m} \quad (\text{I.6})$$

I.6.3.2 Isotherme de Freundlich :

En 1926, Freundlich a établi une isotherme très satisfaisante qui peut s'appliquer avec succès à l'adsorption, mais qui a été principalement utilisée pour l'adsorption en solution.

Elle repose sur l'équation empirique suivante :

$$q_e = k_f \cdot c_e^n \quad (\text{I.7})$$

Avec :

q_e : quantité de soluté adsorbée par unité de masse de l'adsorption à l'équilibre. (mol/g)

C_e : concentration de l'adsorption à l'équilibre dans la phase liquide. (mol/l)

k_f : des constantes de Freundlich, k_f : est une indication de la capacité d'adsorption de l'adsorbant. (L/g)

n : représente l'intensité d'adsorption et indique si l'adsorption est favorable. si $n=1$ adsorption linéaire, si $n < 1$ adsorption chimique et si $n > 1$ adsorption physique est favorable.

Les paramètres k_f et n_f sont déterminés à partir de la forme linéaire de l'isotherme en traçant $\text{Ln } q_e = f(\text{Log } C_e)$. La linéarisation de cette équation implique un passage des termes sous forme logarithmique :

$$\text{Log } q_e = \text{Log } k_f + n \text{Log } C_e \quad (\text{I.8})$$

I.7. Etude thermodynamique :

La thermodynamique correspond à une branche de la physique qui étudie le comportement thermique des corps, plus exactement les mouvements de chaleur. De façon plus générale, la thermodynamique s'intéresse à l'étude de l'énergie (en particulier l'énergie interne) et de ses transformations [09].

❖ Condition expérimentales :

L'influence de la température est étudiée dans l'intervalle 23 - 83 °C. Les essais sont réalisés sur des mélanges de 50 ml de solutions de colorant à la concentration de 50 mg/L. On fixe les conditions expérimentales suivantes : $m=20$ mg, $t=60$ min.

On réalise 5 expériences aux différentes valeurs de température de réaction. Après chaque expérience on fait la séparation des phases par filtration sur papier filtre ensuite par centrifugation à 6000 tr/min pendant 20 min.

On mesure l'absorbance par UV-Vis à la longueur d'onde A_{max} . Les résultats sont résumés dans le λ_{max} .

- Les paramètres thermodynamiques mettant en évidence le changement de l'énergie libre de Gibbs ΔG° , de l'enthalpie ΔH° et de l'entropie ΔS° , permettant de prévoir la spontanéité d'un processus. D'une façon générale, le phénomène d'adsorption est toujours accompagné d'un effet thermique qui peut être, soit exothermique ($\Delta H^\circ < 0$) Ou, endothermique ($\Delta H^\circ > 0$) La mesure de la chaleur ΔH° est le principal critère qui permet de différencier la chimisorption de la physisorption.

Les grandeurs thermodynamiques sont déterminées à partir de l'équation de Van't Hoff :

$$\text{Ln } K_d = (\Delta S^\circ / R) - (\Delta H^\circ / RT) \quad (\text{I.9})$$

Ou :

K_d° : Coefficient de distribution

ΔH° : variation de l'enthalpie standard (J / mole)

ΔS° : variation de l'entropie standard (J/ mole)

ΔG° : l'enthalpie libre standard (J/mole)

R : Constante des gaz parfaits (8,314 J/mole.K)

T : Température (°K)

Le coefficient de distribution représente le rapport entre la quantité adsorbée à l'équilibre et la concentration dans la solution, soit :

$$K_d = q_e / C_e \quad (\text{I.10})$$

Ou :

C_e = concentration d'équilibre.

C_0 = concentration initiale.

A partir du tracé de $\ln K_d$ en fonction de $1/T$, ΔH° et ΔS° sont déduites respectivement, de la pente et de l'ordonnée à l'origine. L'équation suivante donne l'énergie libre de Gibbs ΔG°

$$\Delta G^\circ = -RT \times \ln K_d \quad (\text{I.11})$$

Chapitre II :
Caractérisation et tests
d'adsorption

II.1 Propriétés spectrophotométriques d'adsorbat :

II.1.1 Spectre d'adsorbance en UV-Visible du BM :

La courbe de variation de l'absorbance d'adsorbat BM en fonction de longueur d'onde ($450 \leq \lambda \leq 800 \text{ nm}$) est représentée dans la figure suivante :

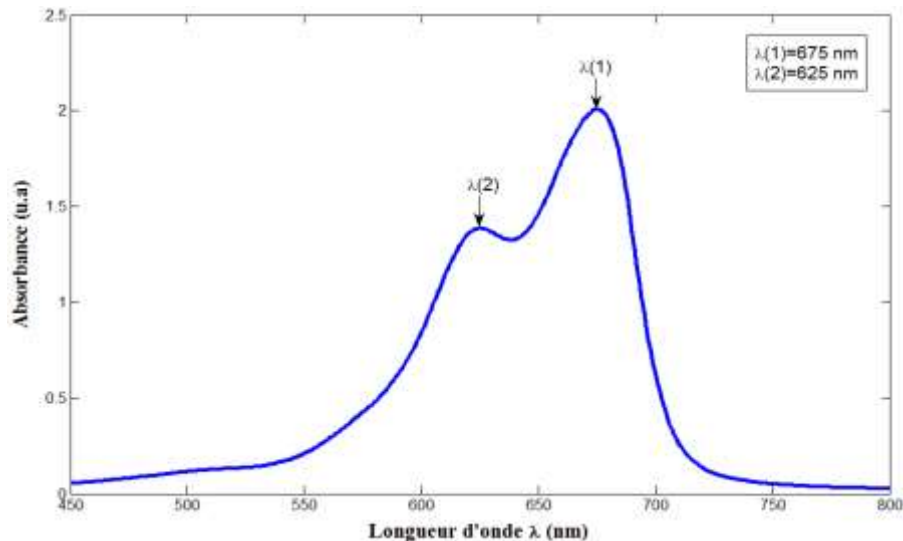


Figure II.1 : Spectre d'adsorption en UV-visible du BM pour une concentration 15mg/l.

Les caractéristiques du pic du spectre sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau II.1 : les caractéristiques du pic de spectre en UV-visible.

Adsorbat	BM
λ_{\max} (nm)	675
Abs	2,03

II.1.2 courbe d'étalonnage du BM :

On prépare une solution diluée de BM de concentration 10 mg/l par dilution de la solution mère dans l'eau distillée. Après la dissolution de la solution mère on obtient une série des solutions filles avec différentes concentrations : (A)=f (concentrations de BM)

Les concentrations à l'équilibre (C_e) du BM sont déterminées à partir de l'absorbance en UV-visible, à la longueur d'onde $\lambda_{\max} = 675 \text{ nm}$, sur un spectrophotomètre.

Le résultat est représenté dans la figure suivante :

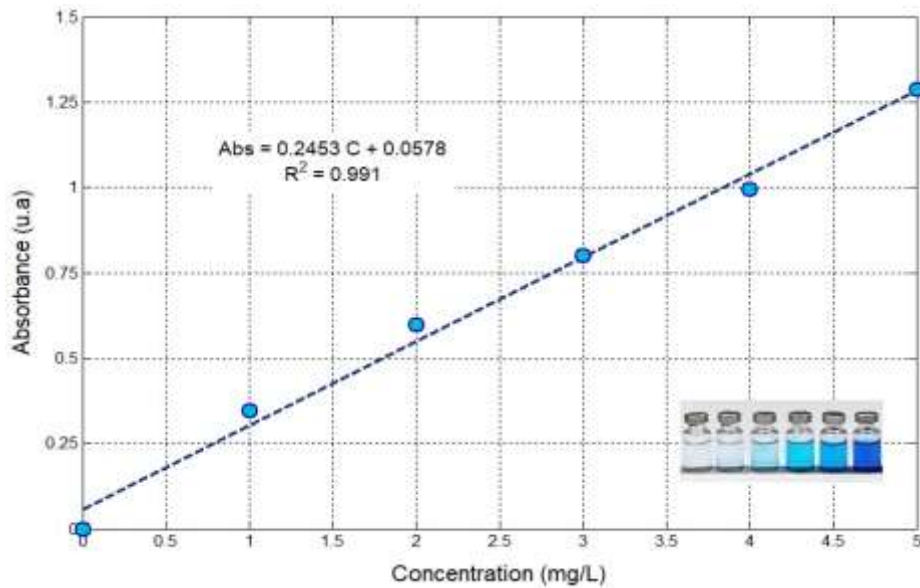


Figure II.2 : Courbe d'étalonnage du BM.

Les résultats expérimentaux dans la figure II indiquent une relation linéaire entre l'absorbance et la concentration avec un coefficient de corrélation $R^2=0.991$.

L'équation obtenue entre la densité optique et la concentration du colorant est :

$$\text{Abs}=0.2453C+0.0578$$

II.2 Caractérisations de l'adsorbant :

II.2.1 Analyse des fonctions de surface par IR-TF :

En vue d'une identification des fonctions de surface de CA-MC, la structure du matériau a été analysée par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

Le spectre infrarouge du CA-MC est enregistré pour la gamme de longueur d'onde variant de $400-4000\text{ cm}^{-1}$, et est illustré dans la figure suivante :

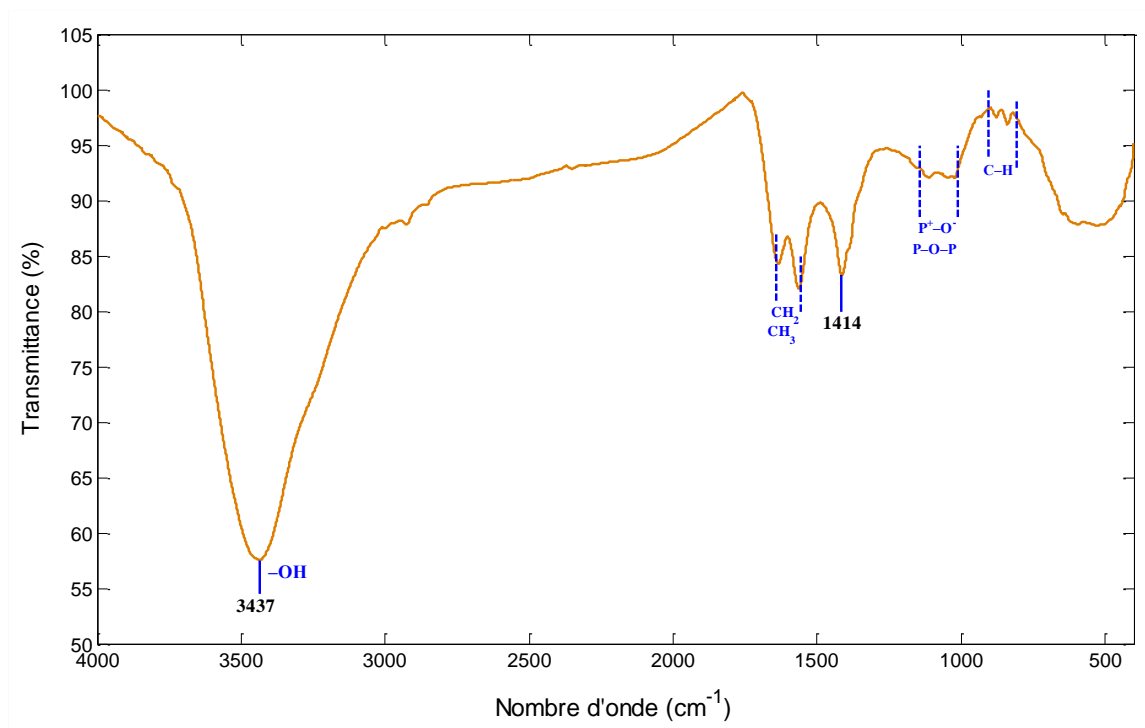


Figure II.3 : Spectre IR-TF du CA-MC.

Les principaux groupes fonctionnels de la poudre du Marc de café peuvent être vus à partir du spectre IR-TF, et les bandes les plus intenses sont signalées dans le Tableau II.2.

La large bande d'absorption à $3600-3200\text{ cm}^{-1}$ avec un maximum à environ 3437 cm^{-1} est caractéristique de la vibration d'élongation des groupes hydroxyles liés à l'hydrogène $-OH$ (à partir des carboxyle, phénols ou alcools) et de l'eau adsorbé dans le charbon actif [10].

La région de $1640\text{ à }1555\text{ cm}^{-1}$ donne une idée de l'abondance relative des groupes CH_2 et CH_3 . Le pic à 1414 cm^{-1} observé sur le spectre peut être affecté à la bande de flexion $O-H$ supportée par l'existence de groupes phénoliques [11].

Le spectre montre également une épaule dans l'empreinte principale de la région spectrale entre $1145-1010\text{ cm}^{-1}$. Cette région est généralement attribué à la liaison ionisée P^+-O^- dans les esters phosphates acides et à la vibration symétrique dans une chaîne $P-O-P$. Ces chaînes caractérisent la structure des charbons activés par l'acide phosphorique [12].

La bande large entre $905-810\text{ cm}^{-1}$ avec des pics à 879 et 839 cm^{-1} sont dues à un mode de déformation hors plan de $C-H$ pour différents cycles benzéniques substitués [13].

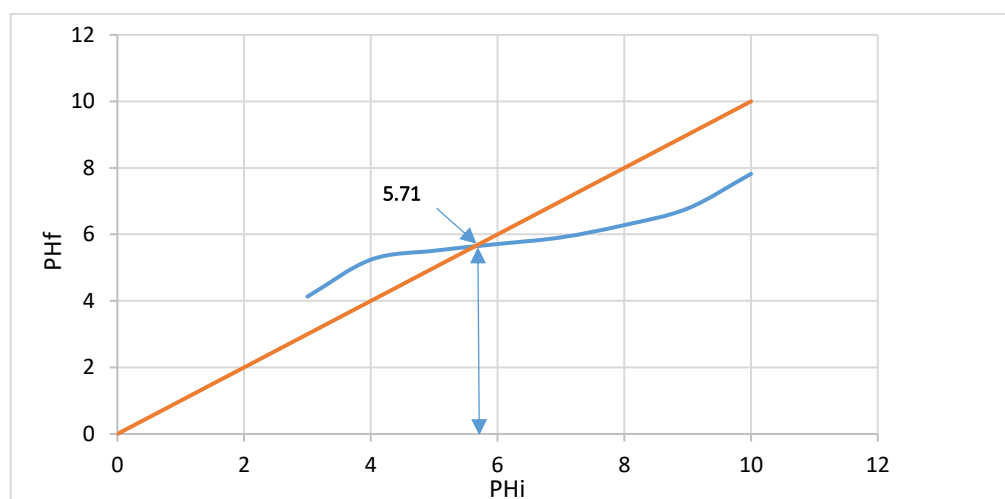
Tableau II.2 : Les bandes infrarouge du CA-MC.

Nombre d'onde (cm^{-1})	Attribution
3437	ν ($-\text{OH}$)
1640–1555	CH_2 , CH_3
1414	δ (Phénol/ $\text{O}-\text{H}$)
1010–1145	ν_s ($\text{P}-\text{O}-\text{P}$, P^+-O^-)
879, 839	γ ($\text{C}-\text{H}$)

ν : élongation, δ ; flexion dans le plan, γ : flexion hors plan, s : symétrique.

II.2.2 Détermination du point de charge zéro (pH_{pzc}) :

Les résultats obtenus sont représentés sur la figure suivant :

**Figure II.4** : pH de la charge nulle.

La figure II.4 montre que le pH_{pzc} de CA est égale à 5.71. La charge globale de la surface est positive pour les solutions de pH inférieur à cette valeur et elle est négative lorsque le pH_f sont supérieurs au pH_{pzc} comme le colorant utilisé est basique, sa dissolution dans l'eau fait libérer des ions colorés de charge positive (cations). Le CA du MC contient des groupements polaires tels que les hydroxyles et les carboxyles. Aussi, la charge électrique de l'adsorbant dépende de pH du milieu, de fait de l'ionisation de ces groupements fonctionnels de surface. A remarqué que la rétention du bleu méthylène sur un adsorbant augment avec l'augmentation de la charge négative de la surface. Cela explique que la rétention est plus remarquable quand le pH dépasse la valeur de 5, néanmoins, cette perte d'efficacité au fur et à mesure que le pH augment, montre que la

réaction est plutôt complexe et loin d'être une simple attraction électrostatique entre espèces de charge opposées.

II.2.3 Détermination de la surface spécifique par BET :

L'isotherme d'adsorption de l'azote à 77 K sur le charbon actif issu du Marc de café est présentée sur la figure suivante :

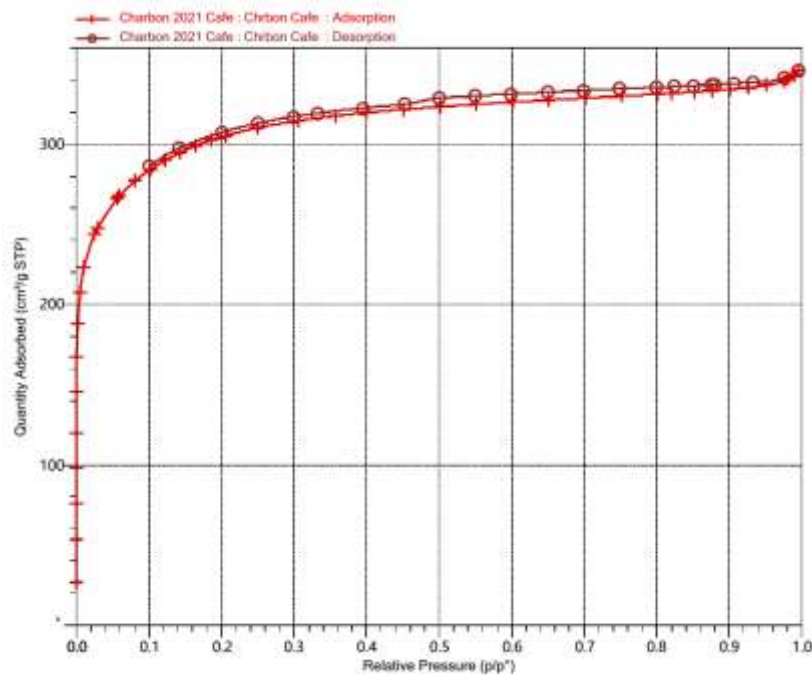


Figure II.5 : Isotherme d'adsorption-désorption de l'azote à 77 K par le charbon actif préparé.

L'isotherme est typique des matériaux microporeux (type I) en basant sur la classification IUPAC ou le remplissage des micropores peut se produire par le remplissage primaire à pression relative P/P_0 très faible [14]. Cela est confirmé par les résultats présentés dans le tableau ci-après.

La figure suivante présente le tracé de la transformée de l'équation de BET. La droite obtenue de

pende $\left(\frac{c-1}{Q_m c}\right)$ et d'ordonnée à l'origine $\left(\frac{1}{Q_m c}\right)$ permettent de déterminer les constantes :

$Q_m=222.1176$ cm³/g STP et $C=-68.1734$.

La connaissance de Q_m permet de déterminer la surface spécifique :

$$S_{BET}=962,43 \text{ m}^2/\text{g}$$

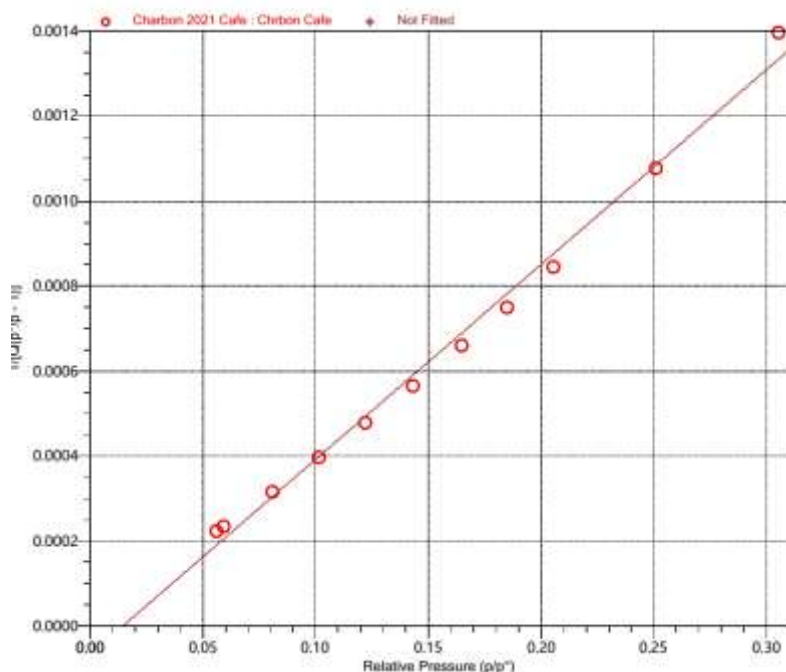


Figure II.6 : Courbe de linéarisation de l'équation de BET pour l'échantillon de charbon actif préparé.

Le volume des pores total (V_T) est déterminé par la quantité de N_2 adsorbée à $P/P_0=0,95$, le volume microporeux (V_{mic}) est déterminé par l'application de la méthode t-plot. Le volume des mésopores ($V_{més}$) a été déduit à partir de la différence entre volume total des pores et le volume des micropores et le diamètre moyen des pores (D_p) est calculé à partir de la surface spécifique (S_{BET}) et le volume total des pores. Les valeurs des différents paramètres texturales sont mentionnées dans le tableau ci-dessus.

Tableau II.3 : Paramètres structurales du charbon actif préparé.

Paramètres texturales	Valeurs
Surface spécifique (S_{BET})	962,43 m ² /g
Volume des micropores (V_{mic})	0,5304 cm ³ /g
Volume des méso pores ($V_{més}$)	0,2790 m ³ /g
Diamètre moyen des pores (D_p)	2,21 nm

D'après les résultats illustrés dans le tableau, nous remarquons que l'échantillon du charbon actif examiné est microporeux (V_{mic}/V_T (%) = 54,6 %).

II.3 Etude de l'adsorption du BM sur le charbon actif :

L'étude des isothermes est effectuée pour essayer de comprendre le phénomène d'adsorption du BM sur le CA-MC.

L'isotherme d'adsorbant représente la relation entre la quantité de soluté adsorbée par unité de masse d'adsorbant et la quantité de soluté restant dans la solution à l'équilibre.

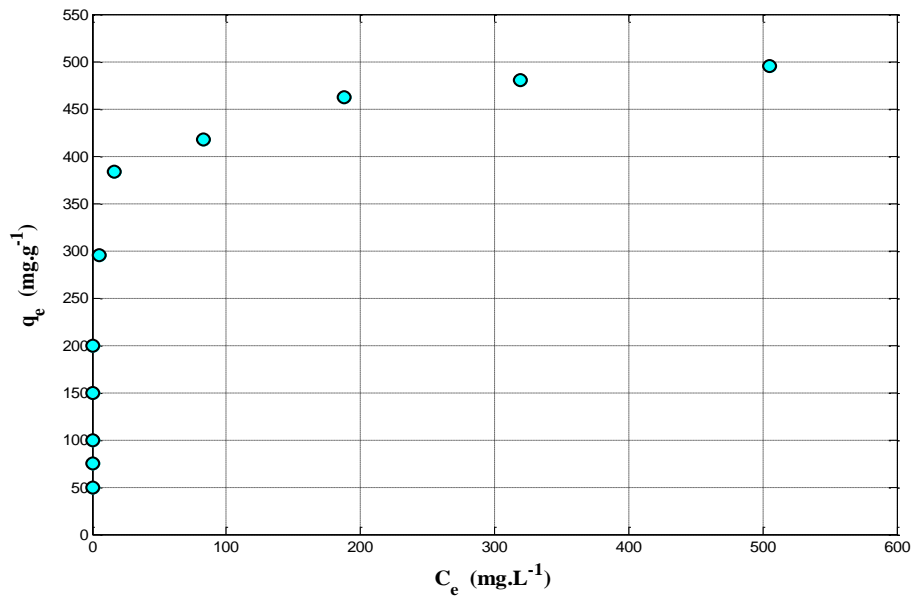


Figure II.7 : Isotherme d'adsorption du BM sur CA-MC.

($m=100\text{mg}$, $V=100\text{ml}$, $T=25^\circ\text{C}$)

Cette figure représente un isotherme d'adsorption de type 1 (mono couche).

II.3.1 Modélisations des isothermes d'adsorption :

Il existe plusieurs modèles des isothermes d'adsorption. Les modèles d'adsorption que nous étudions sont les modèles de Langmuir et Freundlich.

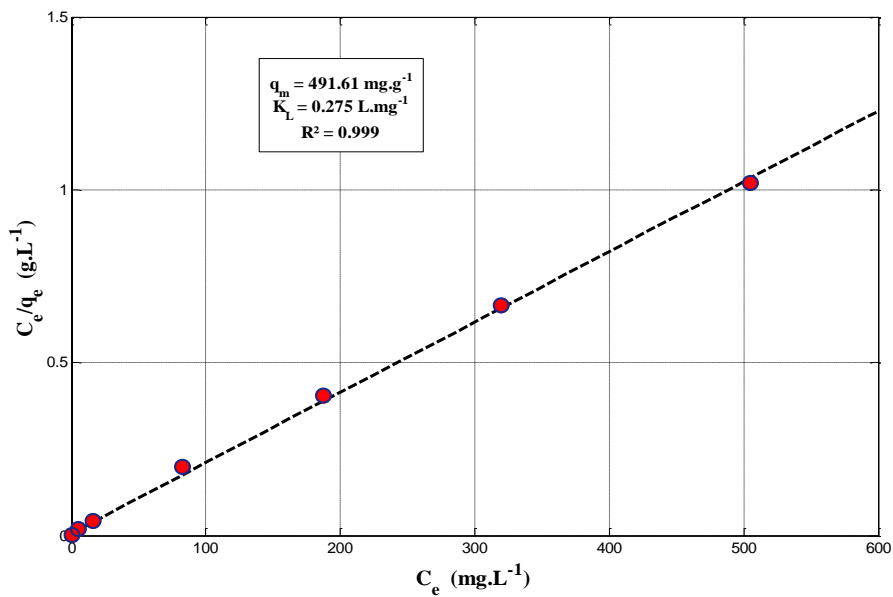
1) *Modèle de Langmuir :*

Figure II.8 : Transformée linéaire des isothermes d'adsorption de Langmuir.

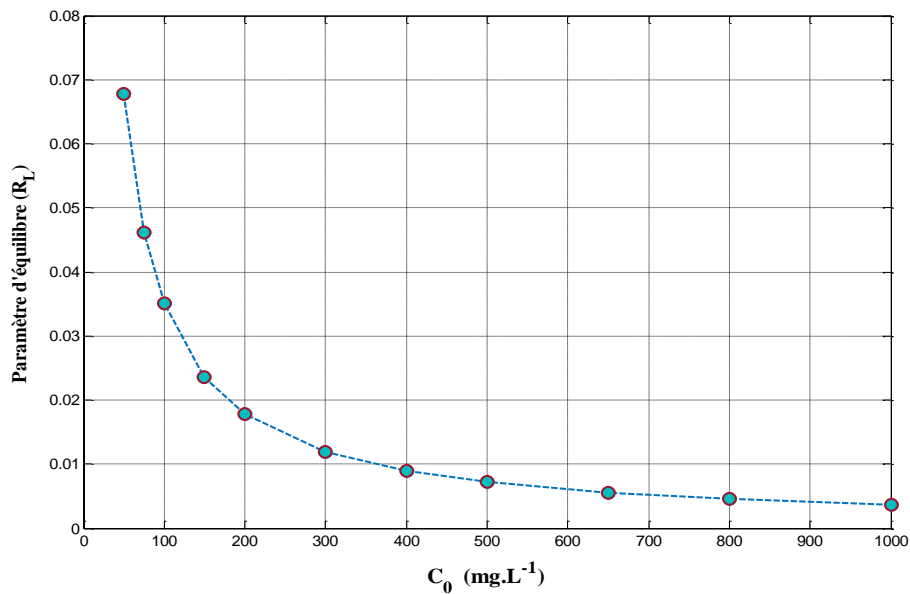
Paramètre d'équilibre :

Figure II.9 : L'effet de la concentration sur le paramètre d'équilibre.

La **figure II.9** représente l'effet de la concentration sur le paramètre d'équilibre. On peut remarquer que les valeurs de son tout comprise entre 0 et 1, ce qui révèle une adsorption favorable.

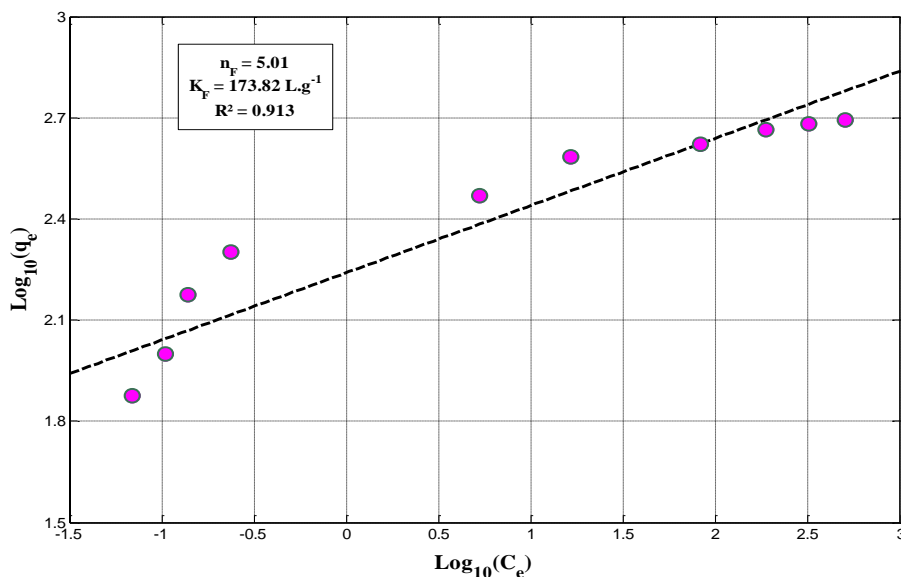
2) *Modèle de Freundlich :*

Figure II.10 : Transformée linéaire des isothermes d'adsorption de Freundlich.

A travers les résultats obtenus de linéarisation des isothermes d'adsorption de Langmuir et Freundlich, nous calculons les différents paramètres et les coefficients de corrélation des deux modèles Langmuir et Freundlich

3) *Comparaison entre les modèles :*

Tableau II.4 : les constantes des isothermes Langmuir et Freundlich d'adsorption du BM sur CA-MC.

Langmuir			Freundlich		
q_m (mg/g)	K_L (L/mg)	R^2	n_F	K_F (l/g)	R^2
491.61	0.275	0.999	5.01	173.82	0.913

A travers les résultats obtenus à partir du **Tableau II.4**, nous remarquons que le coefficient de corrélation de Langmuir est élevé par rapport au coefficient de corrélation de Freundlich. En concluons que l'isotherme de Langmuir est meilleur que Freundlich car il nous donne une meilleure valeur. Selon Langmuir la quantité d'adsorption maximale est $q_m = 491.61$ mg/g.

II.3.2 Etude thermodynamique :

L'effet thermodynamique caractérisant la solidité de la liaison du colorant avec les sites actifs de l'adsorbant est représenté sur la figure suivantes :

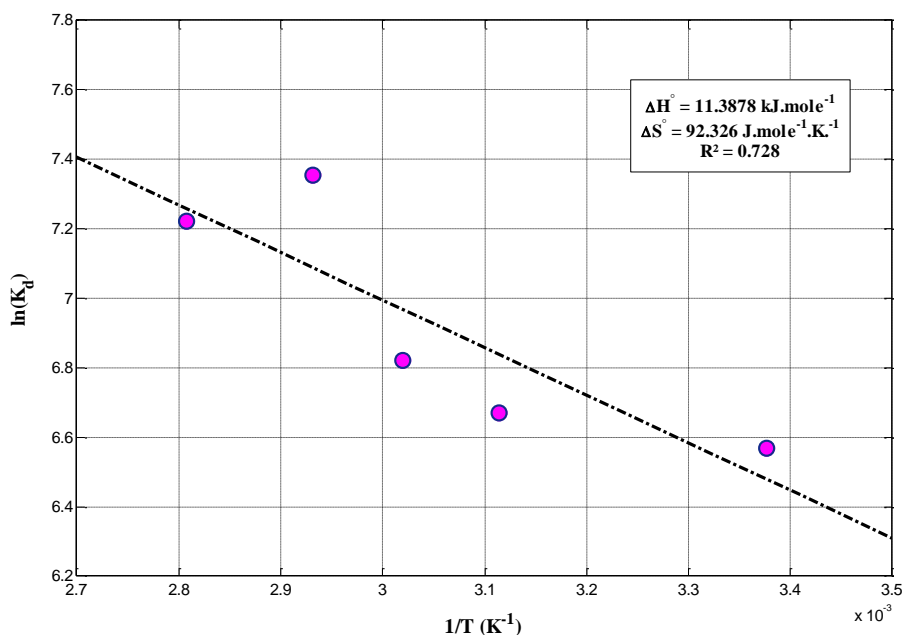


Figure II.11 : déterminations des paramètres thermodynamique.

Tableau II.6 : paramètres thermodynamique relatifs à l'adsorption du colorant BM sur CA-MC.

paramètres thermodynamique	Température (°C)				
	23	48	58	68	83
ΔG° (J/mole)	-16.18	-17.70	-18.72	-21.47	-21.32
ΔH° (J / mole)	-11.3878				
ΔS° (J/ mole)	92.326				

A travers les résultats obtenus dans le **Tableau II.6** la valeur positive ΔH° (**11.3878J / mole**) indique que le processus d'adsorption est exothermique.

La valeur positive d'entropie ΔS° (**92.326J/ mole**) montre que l'adsorption de BM sur le CA est accompagnées par un désordre du milieu (les molécules de colorant adsorbées sur la surface de CA sont organisées d'une façon aléatoire).

La variation d'enthalpie libre ΔG° est négative l'adsorption sur CA est donc faisable et le processus est spontané [15]. Elle indique également la faisabilité et la spontanéité de l'adsorption.

II.4 Etude comparative :

Le choix des adsorbants appropriés pour éliminer le colorant dépende de divers critères tels que sa capacité d'adsorption maximale, sa structure interne et sa texture (la surface spécifique et la porosité).ainsi les propriétés des adsorbants sont simplement liées à la nature de l'adsorbant et la différence de méthode de préparation.

Dans le tableau ce dessous on a comparé les résultats de la capacité d'adsorption maximale $q_{\max}=491.61\text{mg/g}$ de l'adsorbant à base du MC par autre adsorbants avec une base différente, on conclut que le CA prépare à partie du MC est plus favorable pour l'adsorption du BM par rapport quelque adsorbant.

Il a été constaté que les résidus du café peuvent être utilisés parmi les meilleures matières première produire de charbon actif en termes d'efficacité d'adsorption BM dans l'industrie.

Tableau II.5 : La capacité d'adsorption du BM sur différents adsorbants.

Adsorbant	Masse d'adsorbant	PH	Température	q_{max}	Reference
	(g/100ml)		(°C)	(mg/g)	
Coquille de fruit de pin	0.3	8.5	25	529	[16]
Marc de café	0.1	8	20	491.61	Présente étude
Déchets palmier	-	-	20	122	[17]
Kaolin modifié	0.1	11.2	18.5	111	[18]
Déchets de thé	0.1	4.5	-	85.16	[19]
Peaux d'orange	0.4	8	60	83.33	[20]
Fibres de luffa cylindrica	-	-	40	52	[21]
Peaux de pommes de terre	0.02	2	35	10.4	[22]

Chapitre III :

Optimisation des conditions d'activation par les plans d'expériences

III.1 Notion de bas sur les plans d'expériences :

Introduction :

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles [23]. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt, y , et des variables, x_i . Il faut penser aux plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type : $y = f(x_i)$

Avec les plans d'expériences on obtient le maximum de renseignements avec le minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse [24]. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. Les principes fondamentaux de cette science seront indiqués et les principaux plans seront passés en revue.

La compréhension de la méthode des plans d'expériences s'appuie sur deux notions essentielles, celle d'espace expérimental et celle de modélisation mathématique des grandeurs étudiées.

III.1.1 Notion d'espace expérimental :

Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai. Cette grandeur s'appelle la réponse, c'est la grandeur d'intérêt. La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables. Au lieu du terme «variable» on utilisera le mot facteur. La réponse dépend donc de un ou de plusieurs facteurs. Le premier facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté (**Figure III.1**). La valeur donnée à un facteur pour réaliser un essai est appelée niveau. Lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, en général, on limite ses variations entre deux bornes. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut.

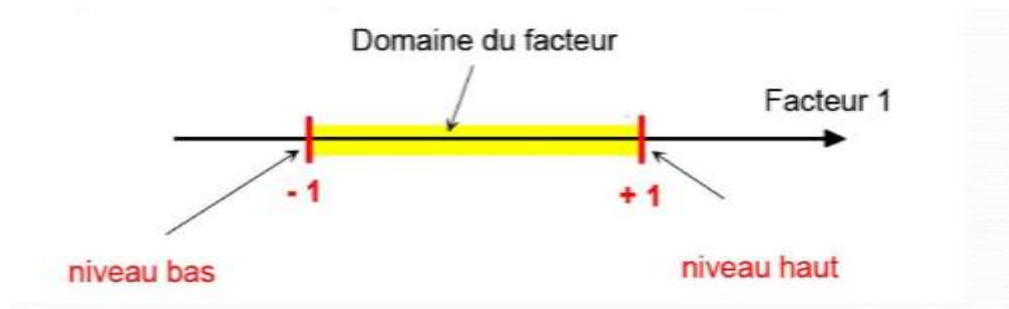


Figure III.1 : domaine de variation du facteur.

III.1.2 Effet d'un facteur :

L'effet d'un facteur «A» sur la réponse «y» s'obtient en comparant les valeurs prises par «y» quand a passé du niveau (-1) au niveau (+1). Soient y_1 et y_2 ces valeurs (**Figure III.2**).

Nous distinguons :

- L'effet global par $(y_2 - y_1)$
- L'effet moyen par $(y_2 - y_1)/2$. [25].

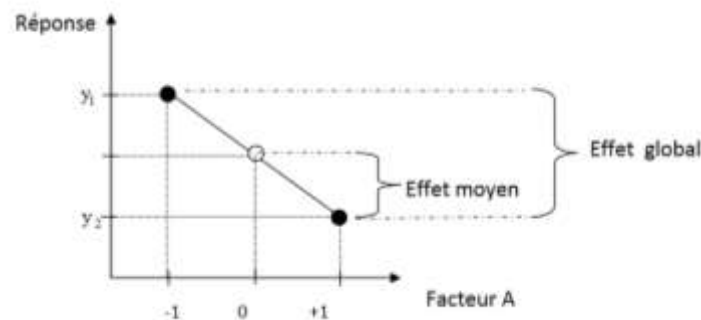


Figure III.2 : Illustration de l'effet global et de l'effet moyen.

III.1.3 Plans Factoriels Complets 2^k :

Ces plans sont les plus simples à réaliser. Ils consistent à prendre pour chaque facteur deux valeurs significatives (ou niveaux) qui correspondent aux limites du domaine de variations de celui-ci. La borne inférieure est le niveau bas (indiqué par -1). La borne supérieure est le niveau haut (indiqué par +1). Toutes les combinaisons de niveaux sont réalisées.

La dénomination 2^k a la signification suivante : le chiffre 2 représente les deux niveaux haut et bas des facteurs, et k indique le nombre de facteurs.

Dans ce travail, le plan factoriel complet a été utilisé afin de réduire le nombre d'expérience à effectuer et de fixer les paramètres optimaux et démontrer l'effet de chaque paramètre sur un autre et sur l'adsorption de charbon actif. On prend ($n=2$ et $k=3$). Ainsi, le nombre total des expériences nécessaires à cette étude est de $2^3=8$. Sachant que les facteurs étudiés sont : le rapport, le temps et la température. [26].

III.2 Application d'un plan factoriel complet :

III.2.1 Facteurs étudiés et domaines de variation :

Les facteurs étudiés accompagnés de leur domaine de variation sont donnés dans le tableau suivant. Notons que, les facteurs : Rapport d'imprégnation (X_P , %), la température et le temps de carbonisation sont les facteurs les plus étudiés en raison de leurs influences sur le procédé de préparation des charbons actifs par voie chimique.

Tableau III.1 : ci-dessous représente les domaines de variation pour les facteurs choisis.

Facteur	Nomination	Niveaux bas (-1)	Niveaux haut (+1)
Rapport X_P (%)	A	50	150
Température (°C)	B	450	700
Temps (h)	C	1	2

III.2.2 Planification des expériences :

Le plan factoriel complet 2^3 comportent 8 expériences pour l'élimination du BM, une matrice a été établie en fonction du niveau haut (+1) et niveau bas (-1) pour chaque facteur étudié, et les résultats de rendement d'adsorption pour chaque expérience sont représentés dans ce tableau :

Tableau III.2 : matrice des expériences du plan factoriel complet.

N° Expérience	X_p	Température	temps	Rendement d'Adsorption (%)
	A	B	C	Y
1	-1	-1	-1	64.63
2	+1	-1	-1	81.87
3	-1	+1	-1	94.06
4	+1	+1	-1	99.70
5	-1	-1	+1	68.42
6	+1	-1	+1	91.44
7	-1	+1	+1	95.12
8	+1	+1	+1	97.49

III.2.3 Réponse expérimentale choisie :

1) Détermination des conditions optimales de préparation :

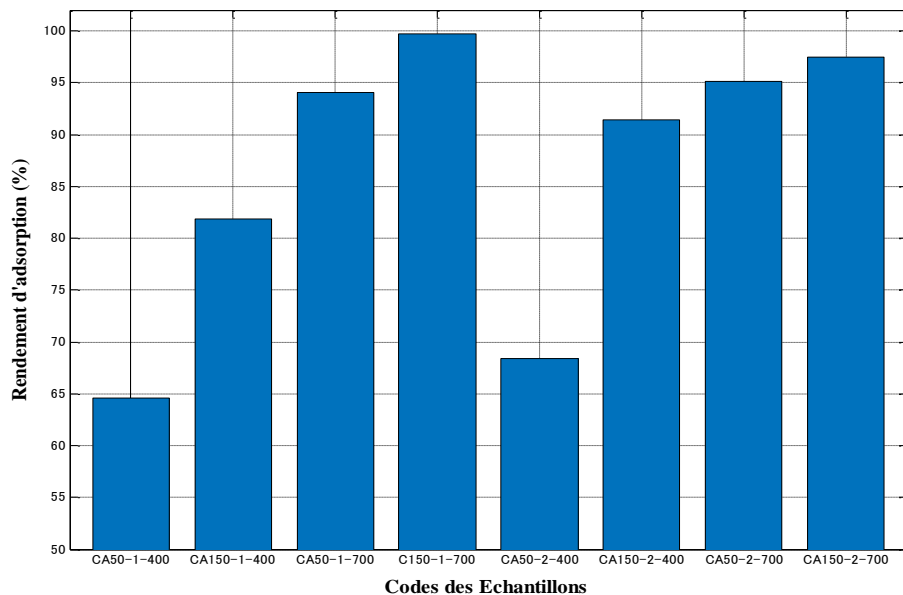


Figure III.3 : Effet des conditions de préparation sur le rendement d'adsorption.

Diagramme représentant l'effet des conditions de préparation sur le rendement d'adsorption. Nous concluons que les meilleures conditions pour sa préparation sont l'expérience numéro 4.

III.2.4 Etablissement du modèle mathématique :

On choisit a priori une fonction mathématique qui relie la réponse aux facteurs. On prend un développement limité de la série de Taylor-Mac Laurin. Les dérivées sont supposées constantes et le développement prend la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ij} x_i^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z \quad (\text{III.1})$$

Où

- y est la réponse ou la grandeur d'intérêt. Elle est mesurée au cours de l'expérimentation et elle est obtenue avec une précision donnée.
- x_i représente le niveau attribué au facteur i par l'expérimentateur pour réaliser un essai. Cette valeur est parfaitement connue. On suppose même que ce niveau est déterminé sans erreur (hypothèse classique de la régression).
- $a_0, a_i, a_{ij}, a_{ij\dots z}$ sont les coefficients du modèle mathématique adopté a priori. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences.

L'intérêt de modéliser la réponse par un polynôme est de pouvoir calculer ensuite toutes les réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences. [26].

1) Estimation de coefficient inconnue :

Un test de Student, également connu sous le nom de test t de Student, est un outil permettant d'évaluer les moyennes d'une ou deux populations à l'aide d'un test d'hypothèse. Un test de Student peut être utilisé pour évaluer si un seul groupe diffère d'une valeur connue (test t à un échantillon), si deux groupes diffèrent l'un de l'autre (test t à deux échantillons indépendants), ou s'il existe une différence significative dans des mesures appariées (test de Student apparié ou à échantillons dépendants) [27].

Tout d'abord, vous définissez l'hypothèse que vous allez tester et spécifiez un risque acceptable de tirer une conclusion erronée. Par exemple, lorsque vous comparez deux populations, vous pouvez émettre l'hypothèse que leurs moyennes sont les mêmes, et vous décidez d'une probabilité acceptable de conclure qu'il existe une différence alors que ce n'est pas le cas. Ensuite, vous calculez une statistique de test à partir de vos données et vous la comparez à une valeur théorique issue d'une distribution t . Selon le résultat, vous rejetez ou non l'hypothèse nulle [27].

La statistique de test est une variable aléatoire, fonction de l'échantillon, dont on connaît la loi sous l'hypothèse à tester (hypothèse nulle) [28].

Tableau III.3 : analyse statistique de signification des paramètres calculés.

Terme	Effet	Coefficient	Ecart Type	Statistique	Quantile Critique
Constant		86,59	1,130	76,65	3,078
A	12,07	6,04		5,34	
B	20,00	10,00		8,85	
C	3,05	1,53		1,35	
AB	-8,06	-4,03		-3,57	
AC	0,63	0,31		0,28	
BC	-3,62	-1,81		-1,60	
R ²	99,20 %				

$$Y = 86,59 + 6,04X_1 + 10,00X_2 + 1,53X_3 - 4,03X_1X_2 + 0,31X_1X_3 - 1,81X_2X_3$$

III.2.5 Effets principaux et interaction des facteurs :

1) Effets principaux :

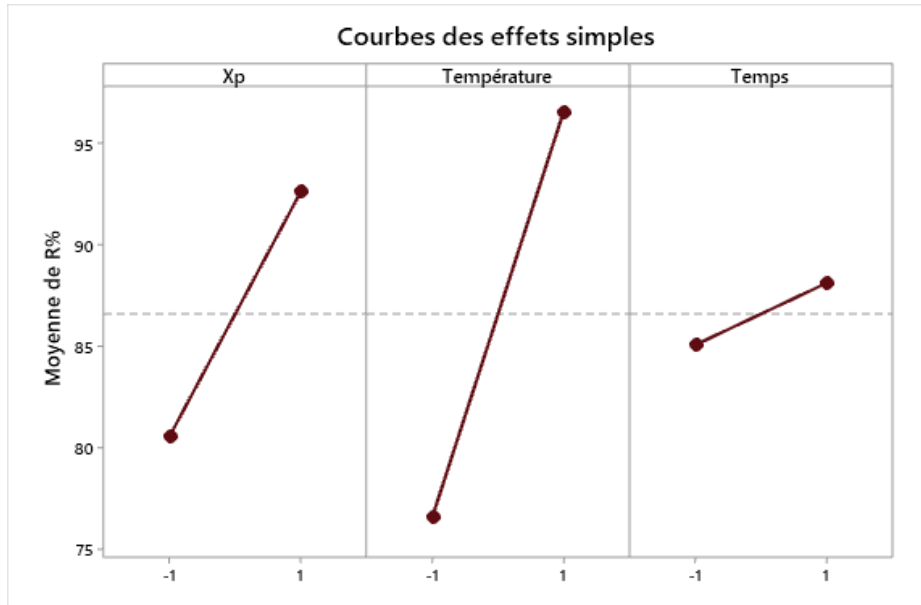


Figure III.4 : Effets des paramètres opératoires.

Lorsque la ligne est horizontale, il n'existe aucun effet principal. Chaque niveau de facteur influence la caractéristique de la même façon et la moyenne de la caractéristique est la même, quel que soit le niveau de facteur. Lorsque la ligne n'est pas horizontale, il existe un effet principal. Les différents niveaux du facteur influent différemment sur la caractéristique. Plus la différence entre les points relevés sur les ordonnées est grande (c'est-à-dire, moins la ligne est parallèle à l'axe des X), plus l'effet principal est important [29].

Dans la **figure III.4** on remarque que la température est le plus influençant suivi du le rapport d'imprégnation X_P puis le temps.

2) Interaction des facteurs :

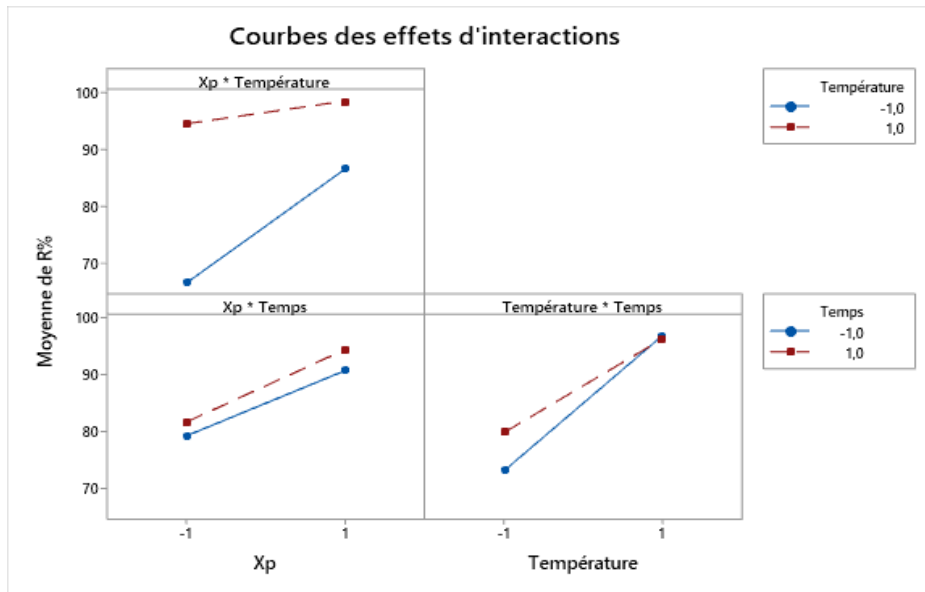


Figure III.5 : Interaction entre facteurs.

Si les lignes sont parallèles entre elles, il n'existe aucune interaction entre les deux facteurs. Si les lignes ne sont pas parallèles entre elles, il y a donc interaction entre les deux facteurs [29].

Dans la figure III.5 on remarque qu'un effet d'interaction forte entre la température et le temps. Il a été observé que l'effet d'interaction faible entre le rapport d'imprégnation X_P et la température, et pas d'interaction entre le rapport d'imprégnation X_P et le temps.

III.2.6 Diagrammes de significativité des facteurs :

1) Diagramme de Pareto :

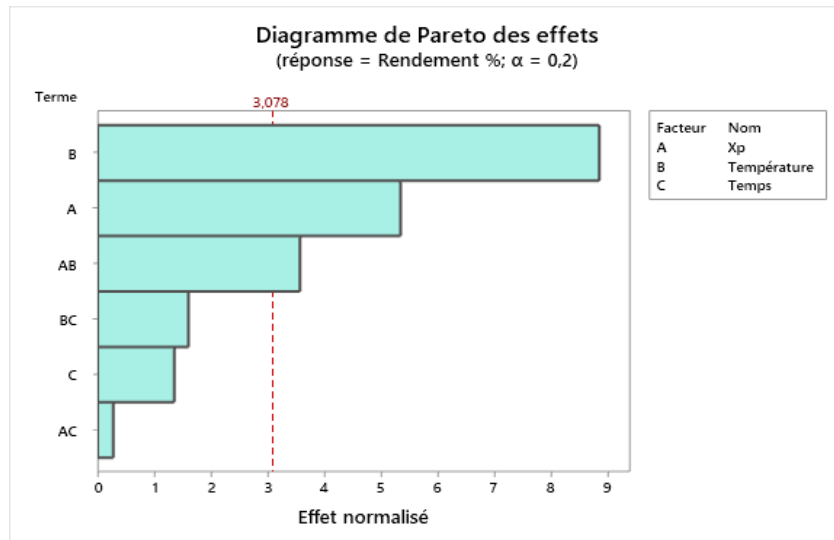


Figure III.5 : Diagramme de Pareto des effets normalisés.

L'importance relative des effets principaux et d'interactions a été donnée par le diagramme de Pareto des effets sur la figure III.5. Afin d'identifier si les effets calculés étaient significativement différents de zéro (accepté l'hypothèse alternative H_1). Le test de STUDENT a été effectué et les colonnes horizontales du diagramme de Pareto ont montré ces valeurs pour chaque effet. Pour un niveau de confiance de 80% et un degré de liberté $ddl=1$, la valeur du quantile critique de STUDENT était égale à 3.078.

L'amplitude minimale de l'effet statistiquement significatif pour un niveau de confiance de 80% est représentée par la ligne verticale dans le graphique. Trois (03) valeurs supérieures à 3.078 ($P=0,2$) étaient situées à droite de la ligne pointillée et étaient significatives, qui sont par ordre : AB, A et B, et les autres qui sont situés à gauche, qui sont : BC, AC et C, ont un effet non significatif sur le rendement d'adsorption.

III.2.7 L'analyse de variance ANOVA :

Tableau III.4 : résultats de l'analyse de variance ANOVA.

Source	ddl	Somme des Carrés	Moyenne des Carrés	F	f
Régression	6	1267,2	211,2	20,688	14,258
Résidus	1	10,209	10,209		
Totale	7	1277,4			

Ce tableau représente l'analyse de validation de modèle basée sur un test statistique de FISHER, d'après l'analyse de tableau on remarque que statistique du test F est supérieure au quantile critique de Fisher f .

Donc on peut confirmer la validité du modèle avec un niveau de confiance de 80%.

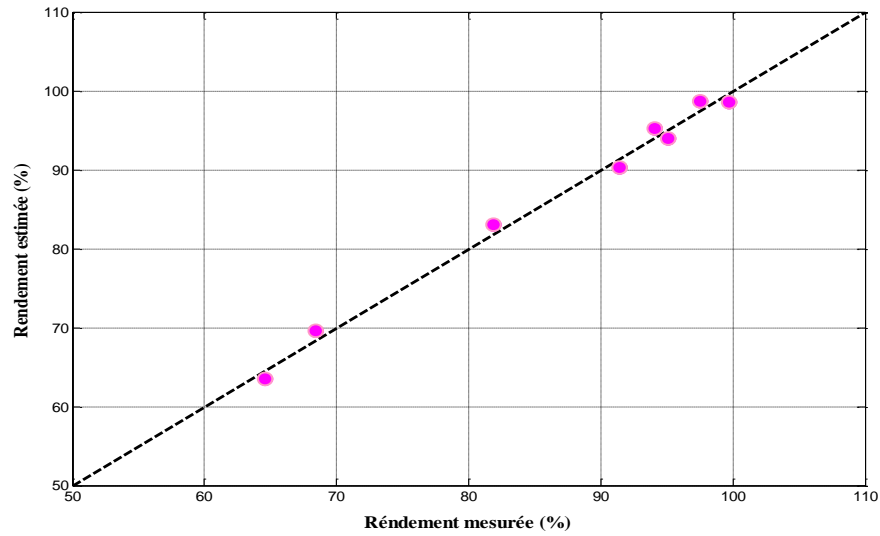


Figure III.5 : Relation entre rendement mesurée et estimé.

La courbe représente la relation entre le rendement mesuré et le rendement estimé, on remarque que les valeurs de rendement mesurées presque les mêmes valeurs de rendement estimé, donc on peut dire que ce modèle est valide.

Conclusion générale

Conclusion générale

Notre présente étude a pour objectif principale d'évaluer la capacité d'élimination du bleu de Méthylène sur un charbon actif préparé à partir du marc de café.

Nous avons fait une activation chimique du marc de café par un acide H_3PO_4 avec des rapports d'imprégnation différents. Le meilleur rapport d'imprégnation qui donne un meilleur rendement d'adsorption du BM sur le CA est $X_p = 150 \%$, à une température de carbonisation $700 \text{ }^\circ\text{C}$ et un temps 1h.

Les études expérimentales sur l'échantillon choisi nous ont permis de tirer ces conclusions :

- Avant d'étudier la possibilité d'éliminer le colorant, le matériau a été caractérisé par : la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IR-TF), et le pH au point nul. Les Caractérisations physico-chimiques du charbon actif en poudre sont déterminées.
- la détermination de la surface spécifique BET représente une tâche majeure pour la caractérisation de solides poreux, et la valeur de la surfacée BET est $S_{BET} = 962,43 \text{ m}^2/\text{g}$.
- L'isotherme de Langmuir est le modèle le plus crédible qui décrit mieux nos résultats expérimentaux avec une ($R^2 = 0.999$).
- La capacité d'adsorption maximale $q_{max} = 491.61 \text{ mg/g}$.
- Les paramètres thermodynamiques tels que l'enthalpie libre standard (ΔG°), l'enthalpie standard (ΔH°) et l'entropie standard (ΔS°) ont été déterminés, ceci a montré que la réaction était exothermique et spontanée, elle s'agit d'une physisorption et le système est désordonné.
- Le modèle mathématique basé sur un plan factoriel complet 2^3 de deux niveaux à trois facteurs est appliqué pour essayer d'optimiser les conditions expérimentales de préparation d'un support adsorbant à partir du Marc de café.

Les différents facteurs : le rapport X_p , température et temps de carbonisation, jouent un rôle très important dans le procédé de préparation du charbon actif à partir du marc de café, et permettent de modifier le pouvoir d'adsorption du charbon actif préparé dans l'élimination du BM. L'effet du temps de carbonisation est non significatif sur le rendement d'adsorption par contre la température et le rapport d'imprégnation X_p ont un effet significatif sur l'adsorption BM au niveau de risque 20%.

Tous ces résultats expérimentaux ont montré l'efficacité d'adsorption du CA préparé à partir du MC, pour adsorber le bleu du méthylène.

Références bibliographiques :

- [01] Rana, T, Gupta, S, Kumar, D, Sharma, S, Rana, M, Rathore, VS, Pereira, Ben M.J, 2004, Toxic effects of pulp and paper-mill effluents on male reproductive organs and some systemic parameters in rats, *Environ, Toxicol, Pharmacol*, 18 (1), 1-7.
- [02] Ali, M., Sreekrishnan, T.R, 2001, Aquatic toxicity from pulp and paper mill effluents, *Adv, Environ, Res*, 5 (2), 175-196.
- [03] Baghapour, M.A., Pourfadakari, S., Mahvi, A.H.: Investigation of Reactive Red Dye 198 removal using multiwall carbon nanotubes in aqueous solution. *J. Ind. Eng. Chem.* (2014).doi:10.1016/j.jiec.2013.11.029
- [04] <https://www.laboandco.com/c/four-a-moufle-1100-a-1600degc>
- [05] <https://www.products.pcc.eu/fr/academy/analyse-structurelle/>
- [06] <https://boowiki.info/art/biochimie/charge-au-point-zero.html>
- [07] L.-S. Balistrieri et J. W. Murray, 1981. **The surface chemistry of Goethite (αFeOOH) in major ion seawater.** *American Journal of Science*, 281, pp.788-806. DOI :10.2475/ajs.281.6.788.
- [08] N. Nasuha, B.H. Hameed. Adsorption of methylene blue from aqueous solution onto NaOH-modified rejected tea. *Chem. Eng. J.* 166 (2011) 783-786.
- [09] F. Ramade. « Dictionnaire encyclopédique des pollutions ». Editions Edi science Intrnational, Paris, 2000, P 110.
- [10] <https://www.legarrec.com/entreprise/centrifugation/>
- [11] Giles C.H., MacEwan T.H., Nakhwa S.N., Smith D. Studies in adsorption. Part XI. A system of classification of solution adsorption isotherms, and its use in diagnosis of adsorption mechanisms and in measurements of specific surface areas of solids. *J. Chem. Soc.* 10, 3973-3993, 1960.
- [12] <https://www.futura-sciences.com/sciences/definitions/physiquethermo-dynamique-3894/>
- [13] **Reffas A., Bernardet V., David B., Reinert L., Bencheikh Lehocine M., Dubois M., Batische N. et Duclaux L.**, 2010. Carbons prepared from coffee grounds by H_3PO_4 activation:

Références bibliographiques

Characterization and adsorption of methylene blue and Nylosan Red N-2RBL. *Journal of Hazardous Materials* (175), pp. 779–788

[14] **Puziy A. M., Poddubnaya O. I., Martinez-Alonso A., Suarez-Garcia F. et Tascon J. M. D.**, 2002. Synthetic carbons activated with phosphoric acid I. Surface chemistry and ion binding properties. *Carbon* (40), pp. 1493–1505.

[15] **Bourbigot S., Le Bras M. et Delobel R.**, 1995. Carbonization mechanisms resulting from intumescence. II. Association with an ethylene terpolymer and the ammonium polyphosphate-pentaerythritol fire retardant system. *Carbon* 33 (3), pp. 283–294.

[16] **Coates J.**, 2000. Interpretation of infrared spectra, a practical approach, in: R.A. Meyers (Ed.), *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, Chichester John Wiley & Sons Ltd., pp. 10815–11037.

[17] **Gherbi, N.**, Thèse de Doctorat, Faculté des sciences de l'Ingénieur, Département de Chimie Industrielle, Université de Constantine, Algérie, (2008).

[18] **Hourieh, M.A., Alaya M.N., Youssef A.M. et El-Sejarah F.** 1999 . Analysis of Nitrogen Sorption Data of Chemically Activated Carbon by the Application of Adsorption Models Based on Surface Coverage and Volume Filling of Micropores: 1. Phosphoric Acid Activated Carbons. *Adsorption Science & Technology*, 17 (8): 675-688.

[19] **Royer B., Cardoso N.F., Lima E.C., Vaghetti J.C.P. et Veses R.C.**, 2009. Applications of Brazalin pine-fruit shell in natural and carbonized forms as adsorbents to removal of methylene blue from aqueous solutions: Kinetics and equilibrium study. *J. Hazard. Mater*, 164, pp. 1213–1222.

[20] **Guiza S., Ghiloufi K. et Bagane F. M.**, 2014. Utilization of waste Tunisian palm tree date as low-cost adsorbent for the removal of dyes from textile wastewater. *Mediterranean Journal of Chemistry*, 3(5), pp. 1044-1052.

[21] **Boukhemkhem A. et Rida K.**, 2017. Improvement adsorption capacity of methylene blue onto modified Tamazert kaolin. *Adsorption Science & Technology*, 35(9–10), pp. 753–773.

[22] **Tames Uddin M., Akhtarul I. M., Shaheen M. et Rukanuzzaman M.**, 2009. Adsorptive removal of methylene blue by tea waste. *Journal of Hazardous Materials*, 164, pp. 53–60.

[23] **Senthil Kumar P., Sebastina Anne F. P., Tanvir A. R., Srinath R., Priyadharshini M., Vignesh A. M. et Thanjiappan A.**, 2014. Effect of temperature on the adsorption of methylene blue dye onto sulfuric acid-treated orange peel. *Chemical Engineering Communications*, 201 (11), pp. 1526-1547.

Références bibliographiques

- [24] **Demi H., Top A., Balkose D. et Ulku S.**, 2008. Dye adsorption behavior of *Luffa cylindrical* fibers. *Journal of Hazardous Materials*, 153, pp. 389–394.
- [25] **Sharma N., Tiwari D.P. et Singh S.K.**, 2014. The efficiency appraisal for removal of malachite green by potato peel and neem bark: Isotherm and kinetic studies. *Int. J. Chem. Environ. Eng.*, 5, pp. 83–88.
- [26] GOUPY Jacques «Introduction aux Plans d'expériences». Dunod. Paris. 303 pages. (2001).
- [27] BOX George.E. P. , HUNTER William G. , HUNTER J. Stuart «Statistics for Experimenters» deuxième édition. John Wiley and Sons. New-York. 633 pages. (2005).
- [28] https://univ.ency-education.com/uploads/1/3/1/0/13102001/st06_lessons_gp_plans_experience.pdf
- [29] Tutoriel - LES PLANS D'EXPERIENCES -Jacques GOUPY
- [30] https://www.jmp.com/fr_ca/statistics-knowledge-portal/t-test.html
- [31] https://mistis.inrialpes.fr/software/SMEL/lexique/stat_test/stat_test.html
- [32] <https://support.minitab.com/fr-fr/minitab/20/help-and-how-to/statistical-modeling/doe/how-to/taguchi/analyze-taguchi-design/interpret-the-results/key-results/>

عنوان المذكرة: تحسين عملية تحضير دعامة ماصة عن طريق التنشيط الكيميائي لمخلفات الأغذية الزراعية.

اللقب: هياطي- أمير الاسم: خلود- بشرى المؤطر: د.تاوتي محمد بشير

ملخص: الهدف من هذا البحث هو تنمية القهوة المطحونة وتطبيق امتزاز صبغة الميثيلين الأزرق. لهذا الغرض، تسمح لنا المخلفات الوفيرة وغير المكلفة بإنتاج مواد جديدة يمكنها منافسة المواد التقليدية.

في عملنا، تم تحضير مادة الامتصاص الحيوي (الكربون المنشط) عن طريق التنشيط الكيميائي لبقايا القهوة باستخدام حمض الفوسفوريك. تم إجراء التوصيف الكيميائي بواسطة الأس الهيدروجيني عند نقطة الصفر الشحنة والتحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء الذي حدد المجموعات الوظيفية للسطح المميز. تم تطبيق الخصائص الفيزيائية عن طريق تحليل BET الذي حدد السطح المحدد للمادة بترتيب 962.43 متر مربع / غ. ثم درسنا متساوي الحرارة والديناميكا الحرارية للامتصاص. أظهرت النتائج أن الكربون النشط المحضر منه قادر على التخلص من أزرق الميثيلين بأقصى قدر من الامتصاص $q_{max} = 491.61$ ملغ/غ. بالإضافة إلى ذلك، قمنا بدراسة تأثير العوامل المختلفة ودرجة الحرارة ووقت الكربنة ونسبة التشريب X_p على قوة امتصاص الكربون المنشط المعد لإزالة أزرق الميثيلين. لقد ثبت أن درجة الحرارة ونسبة X_p لهما تأثير كبير على امتصاص أزرق الميثيلين، ومن ناحية أخرى فإن تأثير زمن الكربنة ليس معنويًا على محصول الامتزاز عند مستوى المخاطرة 20%. سمحت لنا هذه المعلومات باختيار أفضل الظروف التجريبية لتحضير الكربون المنشط من نفايات القهوة.

كلمات مفتاحية: القهوة المطحونة، الكربون المنشط، الميثيلين الأزرق، التنشيط الكيميائي.

Memory title : Optimization of the process for preparing an adsorbent support by chemical activation of agro-food waste.

Name: Habati-Amir **First name:** Khoulood-Bouchra **Directed by:** Dr.TAOUTI Mohamed Bachir

Abstract: The objective of this research is the valorization of coffee grounds and the application of the adsorption of the dye of methylene blue. For this, the abundant and inexpensive residues allow us to produce new materials that can compete with traditional materials.

In our work, the biosorbent (activated carbon) was prepared by chemical activation of coffee residues with phosphoric acid. Chemical characterization was performed by pH at point of zero charge (pH_{PZC}) and infrared spectroscopy (IR-TF) which determined the characteristic surface functional groups. The physical characterization was applied by BET analysis which determined the specific surface of the material in the order of 962.43 m^2/g . Then we studied the isotherms and the thermodynamics of adsorption. The results showed that the activated carbon prepared from it is able to eliminate BM with a maximum amount of adsorption $q_{max}=491.61$ mg/g. In addition, we studied the effect of different factors, temperature, carbonization time and X_p impregnation ratio on the adsorption power of activated carbon prepared for MB removal. It has been shown that the temperature and the X_p ratio have a significant effect on the adsorption of BM, on the other hand the effect of the carbonization time is not significant on the adsorption yield at the 20% risk level. This information allowed us to choose the best experimental conditions for the preparation of activated carbon from coffee waste.

Key words: Coffee grounds, activated carbon, methylene blue, chemical activation.

Titre du mémoire : Optimisation du procédé de préparation d'un support adsorbant par activation chimique d'un déchet agro-alimentaire.

Nom : Habati-Amir **Prénom :** Khoulood-Bouchra **Encadreur :** Dr.TAOUTI Mohamed Bachir

Résumé : L'objectif de cette recherche est la valorisation du Marc de café et la mise en application de l'adsorption du colorant du bleu de méthylène. Pour cela, les résidus en abondance et peu onéreux, nous permettent de produire de nouvelles matières qui peuvent concurrencer les matériaux traditionnels.

Dans notre travail le biosorbant (charbon actif) a été préparé par activation chimique de résidus de café par l'acide phosphorique. La caractérisation chimique a été réalisée par le pH au point de charge zéro (pH_{PZC}) et par spectroscopie infrarouge (IR-TF) qui a déterminé les groupes fonctionnels caractéristiques de surface. La caractérisation physique a été appliquée par l'analyse de BET qui a déterminé la surface spécifique du matériau de l'ordre de 962,43 m^2/g . Puis nous avons étudié les isothermes et la thermodynamique d'adsorption. Les résultats ont montré que le Charbon actif préparé à partir est capable d'éliminer le BM avec une quantité maximale d'adsorption $q_{max}=491.61$ mg/g. Par ailleurs, nous avons étudié l'effet de différents facteurs, la température, le temps de carbonisation et le rapport d'imprégnation X_p sur le pouvoir l'adsorption du charbon actif préparé pour l'élimination du BM. On a montré que la température et le rapport X_p ont un effet significatif sur l'adsorption du BM, par contre l'effet du temps de carbonisation est non significatif sur le rendement d'adsorption au niveau de risque 20%. Ces informations nous ont permis de choisir les meilleures conditions expérimentales pour la préparation du charbon actif à partir des déchets de café.

Mots clés : marc de café, charbon actif, bleu de méthylène, activation chimique.

Le résumé doit être rédigé en deux langues différentes au moins