



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



Université Amar Thelidji- Laghouat

FACULTE : TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT : GÉNIE DES PROCÉDÉS

MEMOIRE DE MASTER

Présenté par : BENGUETTACHE Redouane.

BIRANE Azzeddine.

DOMAINE : Sciences et Technologies

FILIERE : Industries Pétrochimiques

OPTION : Génie Pétrochimique

Thème

**Etude expérimentale de la régénération chimique
d'un charbon actif en grain saturé par l'acide
acétique.**

Jury de soutenance :

Nom et Prénom	Grade	Qualité
HANNACHI Manelle	MCB	Président
MAHDJOUBI Hadj aissa	MAA	Examineur
BRAHIMI Djamila	MCB	Rapporteur

Promotion : Septembre 2021



Remerciements

Remerciements Avant tout nous remercions Allah le tout puissant, de nous avoir guidé tout au long de nos années d'études et de nous avoir donné la volonté, la patience et le courage pour achever ce travail.

Nous tenons à exprimer nos remerciements les plus cordiaux et notre vive reconnaissance à notre encadreur

***BRAHIMI Djamila**, qui a bien voulu accepter de diriger ce travail, pour son encouragement, ses conseils précieux, sa disponibilité, ses suggestions pertinentes, ses critiques constructives et pour sa patience tout au long de ce projet et sans lesquels, ce travail n'aurait pu aboutir.*

Nous remercions les jurys d'avoir accepté et d'évaluer notre travail. Nous adressons nos remerciements à l'ensemble des techniciens de laboratoire de la biologie

de l'université d'AMMAR-TELIDJI. Mes remerciements vont également à tous ceux qui m'ont aidé, à un titre ou un autre, qu'il s'agisse de la fourniture d'informations précieuses, ou du conseil. Notre remerciement s'adresse également à tous les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, et de leurs encouragements. Un grand merci à tous.



DEDICACE

Je dédie ce travail à :

Mon cher père qui m'a aidé à devenir ce que je suis

aujourd'hui.

Ma mère qui est la source de mes joies et le secret de ma force,

tu seras toujours le modèle Merci pour tes sacrifices et ta

patience. C'est à toi que je dédies cette réussite.

mes chères sœurs.

Ma bien-aimée de mon cœur chère Mohamed qui est la joie de

ma vie, Je souhaite que Dieu la protège.

Mes bien chères amies mohamed, belkassem ,Khaled et Khalil.

.

Très cher binôme Azzeddine que j'adore.

Toute ma famille.

Redouane





DEDICACES

Je dédie ce travail à :

Mes chers parents, jamais je ne saurais

m'exprimer quant aux sacrifices que

vous avez consacré à mon éducation et mes études.

A mes sœurs, et mon frère et à tous mes chers amis.

*A mon binôme **Redouane** qui m'a supporté durant*

cette année et avec lequel j'ai trouvé l'aide

dont j'avais besoin.



Azzedine

Liste des figures

Figure I.1 : Schéma de l'adsorption physique.	10
Figure I.2 : Représentation schématique des différents types de pores.	11
Figure II.1 : Tamiseur.....	22
Figure II.2 : Distribution de la taille des particules du CA.....	23
Figure II.3 : Un schéma illustratif de la saturation du CA.....	24
Figure II.4 : Schéma du protocole opératoire pour l'étude de la régénération.....	25
Figure II.5 : Appareillage utilisé pour le dosage	26
Figure III.1 : Evolution de la concentration de l'acide. acétique en fonction du temps	30
Figure III.2 : Effet de la température sur la régénération de charbon actif.	31
Figure III.3 : Effet de temps de contact sur la régénération de charbon actif.	32
Figure III.4 : Effet de la vitesse d'agitation sur la régénération de charbon actif.	33
Figure III.5 : Taux de régénération de charbon actif en fonction de 'C NaOH'	35
Figure III.6 : Taux de régénération de charbon actif en fonction du volume de 'NaOH'.	36
Figure III.7 : Effet de diamètre des particules sur la régénération de charbon actif.....	37
Figure III.8 : Taux de régénération de charbon actif en fonction du temps de contact du lavage.	38
Figure III.9 : Taux de régénération de charbon actif en fonction du volume de lavage.....	39
Figure III.10 : Taux de régénération en fonction du cycle de régénération pour une température de (90 °C).	40
Figure III.11 : Pertes de masses en fonction du cycle de régénération pour une température de (90 °C)	41

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Répartition moyenne des pores dans les charbons actifs.....	3
Tableau I.2 : Aire d'un charbon de noix de coco mesurée à partir des isothermes d'adsorption d'azote à $-183\text{ }^{\circ}\text{C}$, et de butane à $0\text{ }^{\circ}\text{C}$	4
Tableau I.3 : Composition centésimal de quelques 'carbones'	8
Tableau I.4 : Exemple de répartition des pores d'un adsorbant	12
Tableau II.1 : Paramètres expérimentaux de notre expérience.	28
Tableau III.1 : Propriétés des charbon actif.....	29
Tableau III.2 : Conditions optimales.....	41

Liste d'abréviations et symboles

Abréviation	Signification
(%H)	Teneur en humidité
$\rho_{\text{apparente}}$	Masse volumique absolue
ρ_{absolue}	Masse volumique apparente
Φ	La porosité
CA	Charbon actif
CAF	Charbon actif frais
CAS	Charbon actif saturée
CAG	Charbon actif granulé
CAR	Charbon actif régénéré
X_i	Fraction massique
d_i	Diamètre
d_{moy}	Diamètre moyenne
Cr	Concentration d'acide acétique restante
Ar	Taux d'adsorption
pH	Potentiel hydrogène
RE	Taux de régénération
W	Vitesse d'agitation
G.F.E.C	groupe français d'étude des carbones
I.U.P.A.C	International Union of Pure and Applied Chemistry
m_i	la masse initiale
m_2	la masse du creuset rempli après séchage

m₃	la masse du creuset rempli avant séchage
m₁	poids de CA brûlée
m₂	Poids initial de l'échantillon
m_c/m	Masse du CA
V	Volume de CA
m₀₁	La masse (pycnomètre +échantillons)
m₀₂	La masse (pycnomètre+ échantillons + eau)
m₀₃	La masse (pycnomètre +eau)
m₀	La masse de pycnomètre vide
C_{Thio}	Concentration de la solution de thiosulfate de sodium
V_{Thio}	Volume de thiosulfate versé à l'équivalence
M_{I2}	Volume d'iode dosé
V_{ads}	Volume de l'adsorption
V_{eq}	Volume équivalent

Sommaire

Remerciements

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale1

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.1. Généralité sur le charbon actif3

I.1.1. Structure 3

I.1.2. Texture poreuse 3

I.1.2.1. Les pores de transition 5

I.1.2.2. Les macroporeuse 5

I.1.2.3. La forme des pores 5

I.1.3. Composition chimique 6

I.1.3.1. Préparation des charbons actifs 6

I.1.3.2. Le terme d'activation 7

I.1.3.3. La carbonisation 7

I.1.3.4. L'oxydation 7

I.1.3.5. L'activation chimique..... 7

I.2.Généralité sur l'adsorption9

I.2.1. Définition de l'adsorption 9

I.2.2. Les différents types d'adsorption 9

I.2.3. Les caractéristiques physiques d'un adsorbant11

I.2.3.1. Structure poreuse11

I.2.3.2. Surface spécifique des adsorbants12

I.2.4. Les différents types d'adsorbants12

I.2.4.1. Les zéolithes13

I.2.4.2. Les alumines activées13

I.2.4.3. Les gels de silice13

I.2.4.4. Les argiles activées.....13

I.2.4.5. Les charbons actifs13

I.3. Généralité sur la régénération14

I.3.1. Régénération du charbon actif	14
I.3.2. Méthodes de régénération classiques	14
I.3.2.1. Régénération à la vapeur d'eau.....	14
I.3.2.2. Régénération thermique.....	15
I.3.2.3. Régénération par tirage au vide	15
I.3.2.4. Régénération chimique.....	15
I.3.2.5. Régénération biologique.....	16
I.3.3. Régénération par oxydation	16

Chaitre II : procédures expérimentales et méthodes d'analyse

II.1. les propriétés de charbon actif utilisé	18
II.1.1. Teneur en humidité	18
II.1.2. Taux de cendre	18
II.1.3. Masse volumique apparente	19
II.1.4. Masse volumique absolue	19
II.1.5. Détermination de la porosité	20
II.1.6. Détermination du pH.....	21
II.1.7. Détermination du l'indice d'iode.....	21
II.1.8. Distribution de tailles des particules de charbon actif	21
II.2. Procédure expérimentale	23
II.2.1. Saturation du charbon actif	23
II.2.2. Régénération chimique	25
II.2.3. Dosage des solutions.....	26
II.2.4. Taux d'adsorption (Ar)	27
II.2.5. Taux de régénération (RE)	27
II.2.6. Paramètres de régénération étudiés	28

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1. Caractérisation physico-chimique de l'adsorbant.....	29
III.2. Saturation de charbon actif	29
III.3. Effet de différents paramètres sur le taux de régénération	31
III.3.1. Effet de la température	31
III.3.2. L'influence du temps de contact	32
III.3.3. L'influence de la vitesse d'agitation	33
III.3.4. Effet de la concentration d'hydroxyde de sodium.....	34

III.3.5. Effet de volume de NaOH (V_{NaOH})	35
III.3.6. L'influence de la taille de particule de charbon actif	36
III.3.7. L'influence de volume d'eau (lavage)	37
III.3.8. L'influence de la durée de lavage.....	38
III.3.9. les cycles de régénération	39
III.3.10. les paramètres optimaux	41
Conclusion générale	42

Introduction

générale

Introduction générale

Introduction générale :

L'adsorption sur le charbon actif granulaire (CAG) a trouvé une large application en tant que procédé de traitement pour l'élimination de la matière organique naturelle, de l'odeur dans l'eau pendant de nombreuses années. [1]

Pendant le fonctionnement, les contaminants sont adsorbés dans les pores du CAG, qui progressivement se sature avec le temps. Si la qualité du filtrat est inacceptable, l'opération de l'adsorption de CAG ne peut plus se poursuivre, alors il nécessite une régénération à effectuée; c'est une option plus rentable pour allonger la durée de vie du charbon plutôt mieux que l'élimination et le remplacement du charbon. [2]

En ce qui concerne les régénérant inorganiques, plusieurs études ont envisagé des solutions acides et basiques pour atteindre une efficacité de régénération élevée du carbone épuisé par les composés aromatiques, tels que l'aniline et l'acide benzoïque. Dans ces cas, le changement de pH de la solution peut affecter la charge de surface de l'adsorbant, et des réactions chimiques entre les contaminants de l'adsorbat et les solutions régénérâtes peuvent se produire, ce qui facilite plus tard la désorption.

[3]-[4]

Les modifications des propriétés de surface du CAG par l'acide ou la base peuvent affecter à l'adsorption du contaminant après le processus de régénération, ce qui peut être préjudiciable à l'élimination du contaminant. Un avantage de l'utilisation de solutions acides et/ou basiques comme solvant c'est que ces produits chimiques sont couramment utilisés dans le traitement de l'eau pour l'ajustement du pH ou l'adoucissement, et ne présentent que des difficultés pratiques, notamment la possibilité de changer ou de revêtir les matériaux réservoirs et canalisations. Parmi les divers produits chimiques inorganiques potentiels, l'hydroxyde de sodium s'est avéré être une solution régénérant relativement efficace. [5]-[6]

Le but de ce travail est d'étudier expérimentalement la régénération de CAS par l'acide acétique, en utilisant la méthode chimique avec l'étude de l'influence des paramètres opératoire tel que : la température, le temps de contact, la taille des particules, le volume et la concentration initiale d'hydroxyde de sodium.

Introduction générale

Les travaux menés dans le cadre de notre mémoire sont présentés en trois chapitres :

Chapitre I : Définition de charbon actif, de l'adsorption et la régénération.

Chapitre II : Description de l'expérience et ses étapes pour la régénération de CAS, puis détermination des caractérisations physico-chimiques du charbon actif frais (CAF), et finalement calcul du taux de régénération.

Chapitre III : Présentation de l'influence de quelques paramètres opératoires sur le taux de régénération de charbon actif saturé (CAS) par la méthode chimique.

Chapitre I

Etude

Bibliographique

I.1. Généralité sur le charbon actif :

Les charbons actifs sont essentiellement caractérisés par une teneur élevée en carbone et une structure poreuse très développée. Pour ce qui concerne leurs propriétés adsorbantes vis-à-vis des espèces dissoutes (et plus particulièrement des électrolytes), deux paramètres sont déterminants :

- la texture poreuse (surface totale et répartition dimensionnelle des pores),
- la nature chimique de la surface. Seul le premier point sera abordé dans ce chapitre, l'étude de la nature chimique de la surface faisant l'objet du chapitre suivant. [7]

I.1.1. Structure :

Les charbons actifs ont une configuration turbo stratique constituée de couches carbonées elles-mêmes formées de structures identiques à celles de la couche élémentaire du graphite, empilées avec des désorientations mutuelles résultant de rotations variables dans leur plan [7]. Les microcristaux ont quelques couches d'épaisseur et moins de 100 Å de large. Leur degré d'imperfection structurale est extrêmement élevé [8].

I.1.2. Texture poreuse :

Caractéristiques et moyens d'étude. Les pores sont des espaces dont les dimensions et les formes peuvent être très différentes. Il peut s'agir de failles de plusieurs microns aussi bien que d'interstices d'une dizaine d'Angstrom. On en a proposé. [9] Une classification en trois classes, suivant leurs diamètres (**tableau I.1**).

Tableau I.1 : Répartition moyenne des pores dans les charbons actifs, d'après. [9]

	Micropores	Pores de transition	Micropores
Dimensions	Inferieures à quelques dizaines d'Angströms	à Intermédiaires	Supérieurs à 1000 Angströms
Volume $\text{cm}^3.\text{g}^{-1}$	0,1 à 0,5	0,02 à 0,1	0,2 à 0,5
Surface $\text{m}^2.\text{g}^{-1}$	Plusieurs centaines	20 à 50	0,6 à 1,3

La répartition des dimensions des pores n'est, en général, pas uniforme et les courbes de distribution présentent souvent un ou plusieurs pics. [10]-[12] dont la position et l'intensité varient avec le type de charbon actif.

Les micropores, caractéristiques des charbons actifs sont extrêmement fins et abondants. Leur volume est relativement faible, mais leur surface, extrêmement importante, constitue l'essentiel de l'aire spécifique des charbons actifs. L'étude de la surface ne peut donc être dissociée de celle des micropores, qui est très délicate. En effet, compte tenu du fait qu'un grand nombre de ceux-ci ont une dimension de l'ordre de celles des plus petites molécules, on conçoit aisément que l'accessibilité de la surface interne soit fonction des dimensions respectives des micropores et des molécules adsorbées ainsi que de facteurs stériques. Par exemple, ont montré que les aires qui peuvent être atteintes par diverses substances varient de façon considérable avec le volume moléculaire de ces dernières. [12] .De même, [13] a déterminé, à partir des isothermes d'adsorption des aires très différentes, pour un même charbon de noix de coco à différents degrés d'activation, avec de l'azote (- 183 °C) d'une part, du butane (0 °C) d'autre part, en attribuant dans le cas de celui-ci, deux valeurs différentes à l'aire d'encombrement superficiel, qui correspondent à des positions différentes de la molécule allongée de n-butane.

(Tableau I.2)

Tableau I.2 : Aire d'un charbon de noix de coco mesurée à partir des isothermes d'adsorption d'azote à – 183 °C, et de butane à 0 °C. [13]

Durée de l'activation en heures	Aire déterminée en m ² .g ⁻¹ avec			Rapport des aires	
	N ₂	C ₄ H ₁₀ (a)	C ₄ H ₁₀ (b)	N ₂	N ₂
	δ= 17 A° ²	δ= 32.1 A° ²	δ= 48 A° ²	C ₄ H ₁₀ (a)	C ₄ H ₁₀ (b)
12	644	333	500	1,93	1,29
24	749	417	625	1,79	1,20
48	895	553	829	1,62	1,08
72	963	602	903	1,60	1,06
96	1070	703	1050	1,52	1,02
120	1136	737	1100	1,54	1,03

On note de plus, et très souvent, des phénomènes d'hystérésis us au moins partiellement à la condensation capillaire (Loi de Kelvin) qui peuvent être la cause de nombreuses et importantes erreurs dans l'interprétation des isothermes [14]-[15].

Il semble donc qu'il faille être extrêmement prudent dans l'application de la méthode BET à la détermination des aires des charbons riches en micropores.

I.1.2.1. Les pores de transition :

Peuvent être étudiés par diverses méthodes, et en particulier par le microscope électronique, l'adsorption, la prosimètre au mercure. Dans les charbons actifs courants, leur volume représente environ 0,02 à 0,1 cm³. g⁻¹ et leur surface 20 à 50 m².g⁻¹, valeurs relativement faibles qui peuvent cependant être plus importantes pour des charbons fortement activés. Ils sont capables d'adsorber des grosses molécules, et parfois des espèces colloïdales.

I.1.2.2. Les macroporeuse :

Sont encore plus aisément étudiés que les précédents et les plus gros peuvent même être observés au microscope optique. Leur volume est, le plus souvent important (0,2 à 0,5 cm³.g⁻¹), mais leur surface (0,6 à 1,3 m².g⁻¹) ne représente qu'une très faible fraction de la surface totale. Ils constituent les voies d'accès à la surface interne des charbons actifs et, comme les pores de transition, ils jouent un rôle important dans la cinétique d'adsorption [16]. En effet, ils gouvernent les vitesses de diffusion qui limitent elles-mêmes la vitesse des phénomènes d'adsorption des espèces dissoutes. [17]

I.1.2.3. La forme des pores :

Est également un paramètre texturologique important d'autant plus qu'elle intervient dans les estimations qui sont faites sur leurs dimensions. L'hypothèse la plus simple et la plus généralement admise est qu'ils sont des cylindres fermés à une extrémité. [18]-[14]

De nombreux chercheurs ont cependant proposé un modèle plus élaboré : [13] propose un réseau du type de celui d'un rayon de miel (pores cylindriques séparés par des parois de carbone de l'ordre de 4 °Å). Mais cette théorie est difficile à concilier avec les résultats des rayons X qui indiquent une structure turbo stratique constituée de plaquettes pseudo graphitiques (10x100 Å environ).

Suggèrent un réseau de pores sillonnant en tous sens le solide, le solide se présentant alors sous forme de cylindres en chevêtres. [19]

Une hypothèse intéressante est celle de WOLFF qui considère les charbons actifs comme formés de grosses particules (empilement de couches carbonées pseudo-graphitiques) bordées par des atomes d'hydrogène ou d'autres groupements. Les macropores seraient des interstices entre ces particules, ou des canaux intérieurs, et les micropores les fissures internes à celles-ci. Cette hypothèse est en accord avec les résultats des rayons X et est de plus corroborée par l'observation qui a été faite que ce sont les molécules planes ou linéaires qui sont le plus facilement adsorbées. D'autres théories basées sur la distribution au hasard de la dimension des pores pourraient être élaborées. Leur structure mathématique serait extrêmement complexe, les rendant sans doute d'un usage limité.

I.1.3. Composition chimique :

Le **tableau I.3** donne un aperçu de la diversité de la composition chimique de différents produits carbonés [20]. On remarque qu'en plus du carbone, les éléments les plus fréquents sont l'hydrogène et l'oxygène qui jouent un rôle important dans les phénomènes de fixation des espèces dissoutes.

I.1.3.1. Préparation des charbons actifs :

Dans l'élaboration des charbons actifs, il y a trois paramètres essentiels qui peuvent déterminer les propriétés chimiques et adsorptives du produit final :

- la nature de la matière première carbonée
- la nature de l'atmosphère d'activation
- la durée et la température de l'activation.

Toute matière carbonée peut être employée pour la préparation des charbons actifs. Toutefois, compte tenu de critères relatifs aux possibilités d'approvisionnement, aux coûts et aux qualités des produits finis, la production actuelle est essentiellement basée sur les coquilles de noix de coco, la lignite, la tourbe, les charbons bitumineux, la sciure de bois, les résidus de l'industrie de la pâte à papier [21] ou divers polymères, qui donnent des charbons [21]-[22]-[14].

La préparation comporte diverses opérations associées les unes aux autres de manière variable, opérations qu'il est utile de définir.

I.1.3.2. Le terme d'activation :

Englobe l'ensemble des opérations dont les combinaisons conduisent à un charbon adsorbant ; on lui donne parfois un sens plus restreint groupe français d'étude des carbones (G.F.E.C) et il s'agit alors d'un chauffage à température suffisante pour éliminer des composés non exclusivement carbonés. Avec MATTSON, on peut lui préférer dans ce cas le terme de coquéfaction qui a donc un sens bien précis dans l'industrie des charbons actifs (chauffage à haute température 1000 °C au moins en atmosphère exempte d'oxygène dans le but d'éliminer les composés volatils non carbonés).

1.3.3. La carbonisation :

("charring") a pour but d'élever la teneur en carbone (environ 90 %) par une oxydation thermique ménagée.

I. 1.3.4. L'oxydation :

Se réalise par des gaz (H_2O , CO_2 , O_2) à 200 °C au moins, ou par des solutions d'oxydants appropriés. Elle joue un rôle déterminant sur la nature des groupements fonctionnels de surface et donc sur les équilibres d'adsorption.

I.1.3.5. L'activation chimique :

Est un traitement thermique (environ 800 °C) par des agents chimiques; on citera, à titre d'exemple, $ZnCl_2$, K_2SO_4 , H_3PO_4 .

L'évolution de la texture poreuse au cours des diverses phases de l'activation [20].

Tableau I.3 : Composition centésimal de quelques ‘carbones’ [20].

	C	H	O	N	S	Cl	Cendres
Charbon de sucre activé à 400 °C avec O₂	75,7	3,2	19	-	-	-	-
Charbon de sucre activé à 500 °C avec O₂	85,2	2,1	10,4	-	-	-	-
Charbon de sucre activé à 800 °C avec O₂	94,3	1,5	3,2	-	-	-	-
Cendres extraites avant l’activation	95,7	1,1	2,2	-	-	-	-
Coke de cellulose carbonisé à 700 °C	95,59	1,96	2,45	-	-	-	-
Coke de cellulose carbonisé à 900 °C	97,26	1,07	1,67	-	-	-	-
Coke de pétrole	99,7	3,11	-	-	-	-	-
Anthracite	92,5	3,5	1,9	1,2	0,9	-	-
Coquille de noix de coco non activé	51,58	5,83	41,58	0,14	0,06	0,32	0,49
Coquille de noix de coco après carbonisation	90,05	1,83	8,12	-	-	-	-
Charbon actif type noix de coco activé à la vapeur	86,7	1,8	9,5	-	-	-	-
Charbon de bois de saule	87,89	2,46	7,47	0,17	0,08	-	1,93
Noir animal (os)	8,99	0,47	3,53	3,53	1,1	0,06	85,85
Charbon noir	91,05	0,57	8,26	-	-	-	-
Charbon activé pour spectroscopie	99,99	0,00	-	-	-	-	-
A 2500 °C	99,77	0,08	-	-	-	-	-

I.2.Généralité sur l'adsorption:

I.2.1. Définition de l'adsorption :

L'adsorption est un phénomène de surface par lequel des molécules de gaz ou de liquide se fixent sur les surfaces solides des adsorbants selon divers processus plus ou moins intenses. Il a son origine dans les forces d'attraction intermoléculaires, de nature et d'intensité variées, qui sont responsables de la cohésion des phases condensées, liquides ou solides. Une molécule attirée inégalement par les autres molécules de deux phases trouvera une position énergétiquement favorable à la surface de la phase qui l'attire le plus ; celle-ci sera appelée l'adsorbant, les molécules ainsi adsorbées constituant l'adsorbat. La technologie de séparation par adsorption constitue aujourd'hui une des technologies de séparation les plus importantes, en particulier parmi les technologies qui ne sont pas basées sur l'équilibre vapeur-liquide. Elle est largement utilisée pour la séparation et la purification des gaz et des liquides dans des domaines très variés, allant des industries pétrolières, pétrochimiques et chimiques, aux applications environnementales et pharmaceutiques. Les applications industrielles typiques sont la production des gaz industriels (oxygène, azote, hydrogène), la séparation des hydrocarbures (paraffines linéaires et ramifiées, par exemple), les traitements de l'air, des eaux et des effluents pour élimination de polluants (composés soufrés, odeurs, COV...), le séchage, la production de médicaments, etc.

I.2.2. Les différents types d'adsorption :

Il existe deux types de processus d'adsorption : adsorption physique ou physisorption et adsorption chimique ou chimisorption.

L'adsorption physique est le type d'adsorption le plus courant, la plupart des procédés d'adsorption séparative étant basés sur la physisorption. L'adsorption physique se produit sans modification de la structure moléculaire et est parfaitement réversible (c'est-à-dire que les molécules adsorbées peuvent être facilement désorbées en diminuant la pression ou en augmentant la température). Contrairement à la chimisorption, la physisorption est un phénomène non spécifique donnant lieu à la formation de multicouches : la première couche est due aux interactions adsorbat/adsorbant alors que les suivantes concernent les interactions adsorbat/adsorbat (**Figure I-1**). Ce processus d'adsorption physique fait intervenir des

forces intermoléculaires relativement faibles (inférieures à 100 KJ.mol^{-1}). Ces forces se divisent en deux catégories :

- les interactions non spécifiques qui existent quelles que soient les molécules adsorbables et le solide (du type des forces de dispersion de London : forces de Van der Waals et forces de polarisation),
- les interactions spécifiques dues à une répartition particulière des charges de l'adsorbant et des espèces adsorbables (de type électrostatique, comme le moment dipolaire, le moment quadripolaire, les interactions entre sites chargés de l'adsorbant et le nuage électronique de l'adsorbat).

Dans le cas de l'adsorption chimique, le processus résulte d'une réaction chimique avec formation de liens chimiques entre les molécules d'adsorbat et la surface d'adsorbant. L'énergie de liaison est beaucoup plus forte (entre 100 et 400 KJ.mol^{-1}) que dans le cas de l'adsorption physique et le processus est beaucoup moins réversible et même parfois irréversible. Comme une seule couche au plus d'adsorbat peut se lier chimiquement à la surface de l'adsorbant, la chimisorption est nécessairement restreinte à une monocouche. De plus, ce phénomène est spécifique car la formation de liens chimiques (pouvant modifier la nature de l'adsorbat puisque des ruptures de liaison peuvent se produire) a lieu entre une molécule adsorbée et une position particulière de l'adsorbant (site chimiquement actif). Ce type d'adsorption est rencontré lors des réactions catalytiques à la surface du solide et lors du stockage de substances par immobilisation chimique des polluants par formation de composés moins solubles.

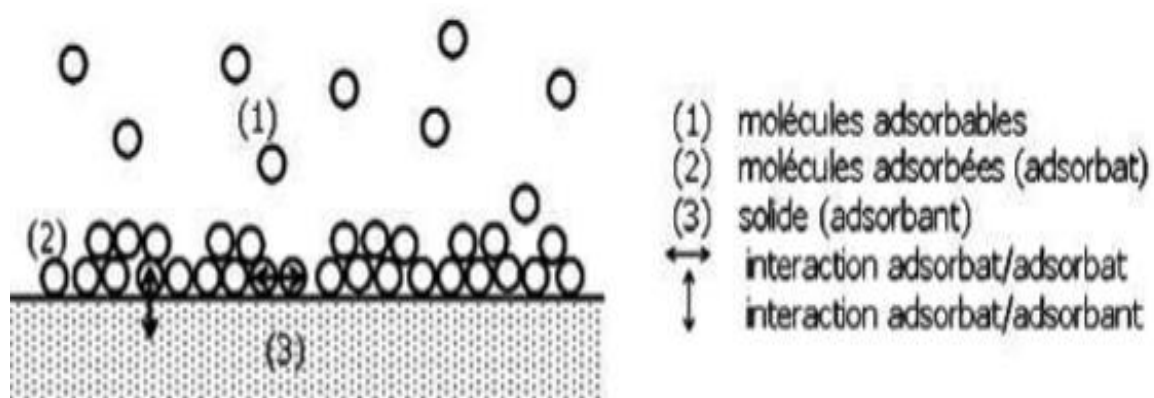


Figure I.1 : Schéma de l'adsorption physique [24].

I.2.3. Les caractéristiques physiques d'un adsorbant :

I.2.3.1. Structure poreuse :

Un solide poreux peut être défini à partir du volume de substance adsorbée nécessaire pour saturer tous les pores ouverts d'un gramme de ce solide. Un pore ouvert est un pore dont l'accès se situe à la surface du grain, il est donc accessible au fluide. Ce volume poreux, en $\text{cm}^3.\text{g}^{-1}$, est donc uniquement caractéristique de la porosité ouverte (**Figure I-2**). Selon la classification I.U.P.A.C. (International Union of Pure and Applied Chemistry), les tailles de pores (**Tableau I.1**) sont réparties en 3 groupes :

- les micropores de diamètre inférieur à 2 nm ;
- mésopores de diamètre compris entre 2 et 50 nm ;
- macropores de diamètre supérieur à 50 nm.

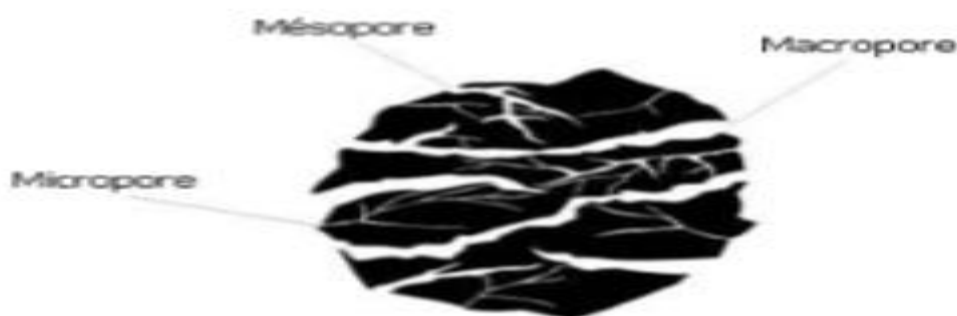


Figure I.2 : Représentation schématique des différents types de pores.

Chaque type de pore joue un rôle particulier dans les phénomènes d'adsorption. Les macropores permettent au fluide d'accéder à la surface interne du charbon actif. Les mésopores favorisent le transport de ce fluide et les micropores sont les sites de l'adsorption. Les micropores déterminent pratiquement à eux seuls la capacité d'adsorption d'un charbon actif : ils représentent presque la totalité de la surface offerte à l'adsorption.

Tableau I.4 : Exemple de répartition des pores d'un adsorbant [25].

Désignation	Rayon des pores (nm)	Volumes poreux (cm ³ .g ⁻¹)	Surface spécifique (m ² .g ⁻¹)
Micropores	< 2	0.2 - 0.6	400 – 900
Mésopores	2-50	0.02 - 0.1	20 - 70
Macropores	>50	0.2 - 0.8	0.5 - 2

I.2.3.2. Surface spécifique des adsorbants :

La surface spécifique ou aire massique (en m².g⁻¹) est la surface totale par unité de masse d'adsorbant accessible aux molécules. La surface spécifique comprend la surface externe et la surface interne d'un adsorbant, toute la surface des particules d'adsorbant est considérée, porosité ouverte comprise. La surface spécifique cumule donc la surface intérieure de tous les pores constituant le grain d'adsorbant. La surface spécifique est calculée en mesurant à l'aide d'un prosimètre à gaz, la quantité d'un gaz adsorbé à basse température (généralement l'azote à 77 °K) et en supposant que la surface est recouverte par une monocouche de molécules. Connaissant le diamètre d'une molécule et donc sa surface, on en déduit la surface d'adsorption. Plus la surface d'adsorption est grande, plus la quantité de matière adsorbable est importante.

I.2.4. Les différents types d'adsorbants :

Au sens strict, tous les solides sont des adsorbants. Cependant, seuls les adsorbants ayant une surface spécifique suffisante (surface par unité de masse) peuvent avoir des intérêts pratiques. Les adsorbants industriels ont généralement des surfaces spécifiques au-delà de 100 m² /g, atteignant même quelques milliers de m² /g. Les adsorbants industriels les plus courants sont les suivants : les charbons actifs, les zéolites, les gels de silice et les alumines et les argiles activées. Il se fabrique environ 150 000 t.an⁻¹ de zéolithes pour adsorption, 400 000 t.an⁻¹ de charbons actifs, 75 000 t.an⁻¹ d'alumines activées, 400 000 t.an⁻¹ d'argiles et 25 000 t.an⁻¹ de gels de silice.

I.2.4.1. Les zéolithes :

Les zéolithes sont des alumino-silicates cristallisés microporeux de formule globale $(AlO_2M, nSiO_2)$ où M représente le plus souvent un métal alcalin ou alcalino-terreux et $n \geq 1$. Il existe plus de 100 espèces de zéolithes, différant par la valeur de n et la structure cristallographique. La présence de cations dans les micropores génère des champs électriques de l'ordre de 10^{10} V.m^{-1} , ce qui fait de ces corps de puissants adsorbants polaires.

I.2.4.2. Les alumines activées :

Les alumines activées sont obtenues par thermolyse flash du trihydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$ qui conduit à un produit de composition approximative $Al_2O_3, 0,5 H_2O$, possédant une structure poreuse résultant du départ de molécules d'eau. La surface des pores est couverte de groupements $Al-OH$, et l'adsorption se fait préférentiellement par liaison hydrogène. Les alumines activées sont des adsorbants amorphes, moyennement polaires et hydrophiles.

I.2.4.3. Les gels de silice :

Les gels de silice sont préparés à partir de $Si(OH)_4$ en phase aqueuse, obtenu par acidification d'un silicate de sodium, ou bien à partir d'un sel de silice (suspension dans un liquide, tel que l'eau, de microparticules (20 à 100 nm), appelées micelles, stables car trop petites pour décanter, ou bien par hydrolyse d'un alcoxy-silane. La solution fluide obtenue ne tarde pas à polymériser, ce qui conduit à un gel qui conserve sa structure lâche après rinçage et séchage. Les groupements $Si-OH$ conduisent à des liaisons hydrogène. Il existe deux types de gels de silice : les microporeux, assez hydrophiles, et les macroporeux, versatiles, qui diffèrent par la taille des pores comme le nom l'indique.

I.2.4.4. Les argiles activées :

Les argiles activées sont des aluminosilicates de formule brute proche des zéolithes, mais de structure cristalline différente. Ce sont des produits naturels, utilisés surtout pour le séchage.

I.2.4.5. Les charbons actifs :

Les charbons actifs sont préparés par pyrolyse d'une matière contenant du carbone, charbon ou matériau végétal, pour conduire à un charbon de bois qui est ensuite oxydé par la vapeur d'eau dans des conditions contrôlées pour créer une structure microporeuse. Il existe plusieurs centaines de qualités de charbons actifs, suivant le précurseur et les conditions de traitement. On peut aussi trouver des charbons actifs dits « chimiques », car activés à chaud en présence d'agents chimiques déshydratants, acide phosphorique ou chlorure de zinc. Les charbons actifs sont des adsorbants organophiles amorphes. Leur structure n'est donc pas régulière, contrairement à un cristal. Cette structure amorphe se traduit par une répartition continue de taille de pores dont l'étalement (l'écart entre les plus petites et les plus grandes valeurs) peut atteindre plusieurs ordres de grandeur. [26]

I.3. Généralité sur la régénération:

I.3.1. Régénération du charbon actif :

Une fois tous les sites d'adsorption occupés, le charbon actif est dit saturé ou sursaturé. Si le contact avec le fluide à traiter est maintenu, le charbon actif ne pourra plus jouer son rôle : d'une part, l'épuration n'aura pas lieu et, d'autre part, une désorption pourra même se produire lorsque le matériau est mis en contact avec une solution moins concentrée, ou que la température ou l'hygrométrie varie. Il faut donc changer le matériau adsorbant saturé et devenu inefficace ou le rendre de nouveau actif pour une nouvelle application. Il apparaît donc important de pouvoir le régénérer de façon à ce qu'il puisse retrouver ses propriétés initiales d'adsorbant. La régénération appelée aussi réactivation consiste à désorber et/ou à détruire les molécules captées par le charbon actif. Elle est de plus en plus courante dans une démarche environnementale soucieuse de recyclage et de réduction des déchets. Plusieurs procédés existent.

I 3.2. Méthodes de régénération classiques :

I.3.2.1. Régénération à la vapeur d'eau : Cette méthode est réservée à la régénération des charbons actifs qui ont seulement adsorbé des produits très volatils. Cependant, le traitement à la vapeur peut être utile pour déboucher la surface des grains de charbons et désinfecter le charbon. Par cette méthode, le chauffage du charbon actif est très rapide. Les molécules d'eau s'adsorbent et chassent les

molécules préalablement présentes. Un refroidissement à température ambiante du flux sortant provoque la condensation de la vapeur et des composés désorbés.

I.3.2.2. Régénération thermique : La méthode la plus courante est de chauffer à environ 900 °C le charbon actif sous atmosphère contrôlée pour éviter de l'enflammer. Cette opération se fait dans des fours verticaux à plateaux où le temps de séjour est de 90 minutes. Le charbon actif est alors refroidi à l'eau via un trommel (pas de contact direct) tandis que les fumées subissent un traitement d'épuration humide. Cette méthode régénère parfaitement les charbons actifs. Cependant, elle a quelques désavantages. En effet, elle est très coûteuse car nécessite l'achat de plusieurs fours et le transport du CA sur des centaines de km, voire plus. De plus, il y a une perte de charbon de l'ordre de 10 %.

I.3.2.3. Régénération par tirage au vide : Il est possible de tirer sous vide le lit ou la colonne de charbon actif. Cette méthode est réservée à certaines applications où la concentration en espèces adsorbées est très élevée (vapeur pure sans gaz inerte) et s'utilise sur des charbons actifs adaptés. Il s'agit essentiellement de filtrer le ciel (volume gazeux au-dessus du liquide) de réservoirs de stockage d'essences au moment du remplissage.

I.3.2.4. Régénération chimique : Ce procédé fait appel à un solvant utilisé à une température de 100 °C et à pH important. L'avantage de cette méthode réside dans la minimisation des pertes de charbon actif (environ 1 %). Les polluants sont ensuite détruits par incinération. L'inconvénient principal de l'incinération est qu'elle transforme des pollutions liquides en pollutions atmosphériques souvent plus dangereuses.

La matière première a été mise dans une solution d'un réactif d'activation déshydratant tel que l'acide phosphorique concentré, le chlorure de zinc ou de potassium, les sels de magnésium et de sodium, le carbonate de potassium, etc. à une température de 400-600 °C, selon le réactif d'activation utilisé. On utilise ce type d'activation lorsque la matière première est d'origine végétale, l'activation chimique a une grande importance, puisque qu'elle est mieux que l'activation physique par plusieurs avantages, sont [27] :

L'étape de traitement thermique nécessite moins de temps et des températures plus basses.

- _ Le taux en carbone est supérieur à l'activation physique, jusqu'à 30 %.
- _ Donne un bon développement de la structure poreuse. Après activation, le charbon actif devient multi poreuse avec des pores de formes et de dimensions différentes. La répartition poreuse dépend de la nature de la matière première, la nature de l'activateur, les conditions de réaction et de la température lors de cette étape. [28]

I.3.2.5. Régénération biologique : Elle consiste à utiliser des bactéries. Les bactéries sont uniquement aptes à réaliser les fonctions pour lesquelles elles ont été génétiquement programmées. Elles ne peuvent donc dégrader qu'un seul type de polluants. De plus, les conditions environnementales doivent être satisfaisantes pour que les réactions de catalyse enzymatique aient lieu à une vitesse significative. De plus, la dégradation d'un mélange d'hydrocarbures peut faire apparaître des phénomènes de compétition ou de co-métabolisme entre les différents composés.

I.3.3. Régénération par oxydation: Plusieurs travaux font référence à l'oxydation (catalytique ou non) comme technique de régénération des charbons actifs saturés par des polluants organiques. Cette oxydation peut se faire après désorption préalable partielle des molécules. [29] ou directement sur le charbon [30]. Elle utilise soit des oxydants puissants - réactif Fenton [31], ozone [22]. Soit l'oxygène de l'air [32]. Pour accélérer la décomposition des molécules adsorbées, le charbon peut également être imprégné par un catalyseur métallique [33].

Un procédé séquentiel adsorption-oxydation utilisant le charbon sans prétraitement et l'oxygène de l'air [32]. Dans un premier temps, l'adsorption à température ambiante élimine en continu les polluants des eaux à traiter. Puis, la seconde étape sous pression d'air tire profit des propriétés catalytiques du charbon dans l'oxydation de molécules organiques (en particulier aromatiques) pour effectuer la régénération de l'adsorbant à des températures modérées (autour de 150 °C). Par rapport au procédé d'oxydation continue sur charbon, seule une petite partie du flux à traiter doit être chauffée et il n'est pas nécessaire de réaliser une minéralisation poussée des polluants, puisque c'est l'étape d'adsorption qui réalise la purification de l'eau. Par ailleurs, un

drainage/rinçage peut être réalisé entre les deux étapes, permettant le traitement d'effluents salins en milieu moins corrosif.

Chapitre II

Procédures expérimentales et méthodes d'analyse

Dans ce chapitre, nous présenterons les différents aspects pratiques de notre étude, à savoir : les méthodologies employées pour la préparation et les caractérisations des produits utilisés, les techniques de mesure d'analyse ainsi que le mode opératoire suivi pour l'étude du procédé de régénération chimique de charbon actif saturé en acide acétique.

II.1. les propriétés de charbon actif utilisé :

II.1.1. Teneur en humidité :

- **Méthode de mesure :**

Le taux d'humidité est un rapport exprimé en pourcentage, Une masse m_1 est mise dans un creuset et pesée, elle est ensuite séchée dans une étuve à 105 °C. L'échantillon est pesé toutes les 5 heures. L'opération de pesage est répétée jusqu'à ce que le poids de l'échantillon devienne constant. A sa sortie de l'étuve, il est refroidi dans un dessiccateur puis repesé [34]. Le taux d'humidité (% H) est calculé par la formule suivante :

$$(\% \text{ H}) = \frac{[m_3 - m_2]}{m_i} * 100$$

m_i : la masse initiale utilisée en (g).

m_2 : la masse du creuset rempli après séchage en (g).

m_3 : la masse du creuset rempli avant séchage en (g).

II.1.2. Taux de cendre :

- **Définition :**

Résidu incombustible obtenu après l'incinération selon la technique décrite dans la présente méthode. [34]

- **Détermination :**

Un creuset propre est chauffé dans un four à 850 °C pendant 10 minutes, refroidi ensuite dans un dessiccateur et pesé. Une quantité de CA est introduite à l'intérieur du creuset et placée dans le four à 850 °C pendant 3 heures. Le creuset est ensuite refroidi et pesé à nouveau. Le taux de cendre est calculé par la relation suivante : [35]

$$\text{Taux de cendre (\%)} = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

m_1 : poids de CA brûlée en (g).

m_2 : poids initial de l'échantillon en (g) .

II.1.3. Masse volumique apparente :

- **Définition :**

La masse volumique d'une substance, aussi appelée densité volumique de masse, est une grandeur physique qui caractérise la masse de cette substance par unité de volume.[36]

- **Méthode :**

La mesure de la masse volumique apparente a été effectuée à l'aide d'une éprouvette graduée de 20 ml et d'une balance de précision. Un volume de 20 ml de CA est mesuré à l'aide de l'éprouvette graduée et pesé. La masse de l'échantillon est divisée par le volume de l'éprouvette pour donner la masse volumique apparente du CA.

$$\rho_{\text{apparente}} = \frac{m}{v}$$

$\rho_{\text{apparente}}$ =masse volumique apparente en (kg/m³).

m = masse du CA en (kg).

V = volume de CA en (m³).

II.1.4. Masse volumique absolue :

- **Définition:**

La masse volumique absolue est le rapport de la masse du matériau sur le volume réel auquel on a soustrait le volume des pores (ouverts et fermés). Elle est égale à la masse volumique réelle dans le cas des matériaux non poreux.

- **Méthode :**

La mesure de la masse volumique absolue a été effectuée à l'aide d'un pycnomètre de 50 ml et d'une balance de précision. Le principe de cette mesure est de combler les pores ouverts de charbon et l'espace inter particulaire avec un volume d'eau mesuré.

Un volume de charbon actif est mesuré à l'aide d'un pycnomètre et pesé. Dans un pycnomètre de masse connu, le charbon versé en pluie dans une masse d'eau. Cette technique permet de limiter au maximum les poches d'air présentes entre les particules. Le pycnomètre est ensuite complété avec de l'eau jusqu'à ce qu'il devienne plein. La masse de l'ensemble est mesurée. Ces données permettent de déduire plusieurs données caractéristiques de charbon. La masse volumique du lit, qui correspond à la masse volumique d'un lot de particule charbon tassé [36]. La masse volumique absolue est calculée selon la relation suivante :

$$\rho_{\text{absolue}} = \frac{m_{01} - m_0}{(m_{03} - m_0) - (m_{02} - m_{01})}$$

ρ_{absolue} : la masse volumique absolue en kg/m³.

m_0 : la masse de pycnomètre vide en (g).

m_{01} : la masse (pycnomètre + échantillons) en (g).

m_{02} : (la masse pycnomètre + échantillons + eau) en (g).

m_{03} : la masse (pycnomètre + eau) en (g).

II.1.5. Détermination de la porosité :

Selon GRAS (1972), la porosité totale représente le volume des pores contenus dans un volume apparent d'un solide donné. Pour un échantillon de charbon actif, le volume apparent est la somme du volume du solide (volume réel) et du volume des espaces lacunaires.

Volume apparent = volume poral + volume réel. [37].

On peut calculer la porosité totale en se basant sur la densité de la phase solide et la densité du charbon actif d'après et la formule utilisée est la suivante :

$$\Phi = \left(1 - \frac{\rho_{\text{absolue}}}{\rho_{\text{apparente}}}\right) * 100$$

Φ : porosité.en (%)

ρ_{absolu} : masse volumique absolue en (Kg/m³).

ρ_{appr} : masse volumique apparente en (Kg/m³).

II.1.6. Détermination du pH:

Pour déterminer le pH du charbon actif, on met 0,1 g de charbon actif dans 20 ml d'eau distillée et on l'agite pendant 10 minutes, après on mesure le pH.

II.1.7. Détermination du l'indice d'iode:

Le test d'indice d'iode a pour but de déterminer la capacité du charbon à adsorber les petites molécules. Il caractérise les micropores accessibles aux petites particules. Ce test a été réalisé suivant la norme AWWA B 600-78[38]. Dans un bécher de 100 ml, on introduit 0,05 g de charbon. On ajoute à la pipette 20 ml de la solution d'iode à 0.1 N et le mélange est agité pendant 5min avant d'être filtré. Un volume de 10ml du filtrat est prélevé et mis dans un erlenmeyer. A partir de la burette, une solution de thiosulfate de sodium de concentration 0,1 N est ajouté petit à petit dans l'erlenmeyer contenant le filtrat jusqu'à la décoloration totale de la solution. On utilise l'empois d'amidon comme indicateur coloré. L'indice d'iode est donné par la formule suivante:

$$\text{Indice d'iode (mg/g)} = \frac{\left(C_0 - \frac{C_{\text{thio}} \cdot V_{\text{thio}}}{2V_{I_2}}\right) \cdot M_{I_2} \cdot V_{\text{ads}}}{m_c}$$

C_0 : Concentration initiale de la solution d'iode en (mol/l).

C_{thio} : Concentration de la solution de thiosulfate de sodium en (mol/l)

V_{thio} : Volume de thiosulfate versé à l'équivalence en (ml).

V_{I_2} : Volume d'iode dosé en (ml).

M_{I_2} : Masse molaire d'iode en (g/mol).

V_{ads} : Volume de l'adsorption en (ml).

m_c : Masse de charbon en (g).

II.1.8. Distribution de tailles des particules de charbon actif :

Le CA est un mélange de particules sphériques de tailles très variées, la distribution de taille des particules du CA est une caractéristique fondamentale qui influence ses

propriétés. Souvent une mesure de la distribution de la taille des particules s'effectue à l'aide d'une granulométrie laser, en raison du manque d'appareillage un système de tamisage (**Figure II.1**) a donc été mis en place pour déterminer la distribution de taille des particules du CA. Ce système est composé des tamis reliés à un moteur à arbre désaxé. Ce système permet de générer un mouvement périodique permettant la vibration des tamis.



Figure II.1 : system de tamisage.

La caractérisation granulométrique consiste à définir la masse, le volume ou le nombre de chaque classe de taille de particules. Les résultats seront présentés sous forme de graphique. La figure suivante représente la distribution de tailles des particules de sable (**Figure II.2**). La distribution granulométrique de chaque lot est représentée par répartition en fraction par classe granulométrique ainsi qu'en fraction cumulé de l'échantillon analysé. La taille des particules du CA est variable avec un diamètre compris entre 160 μm et 2 mm.

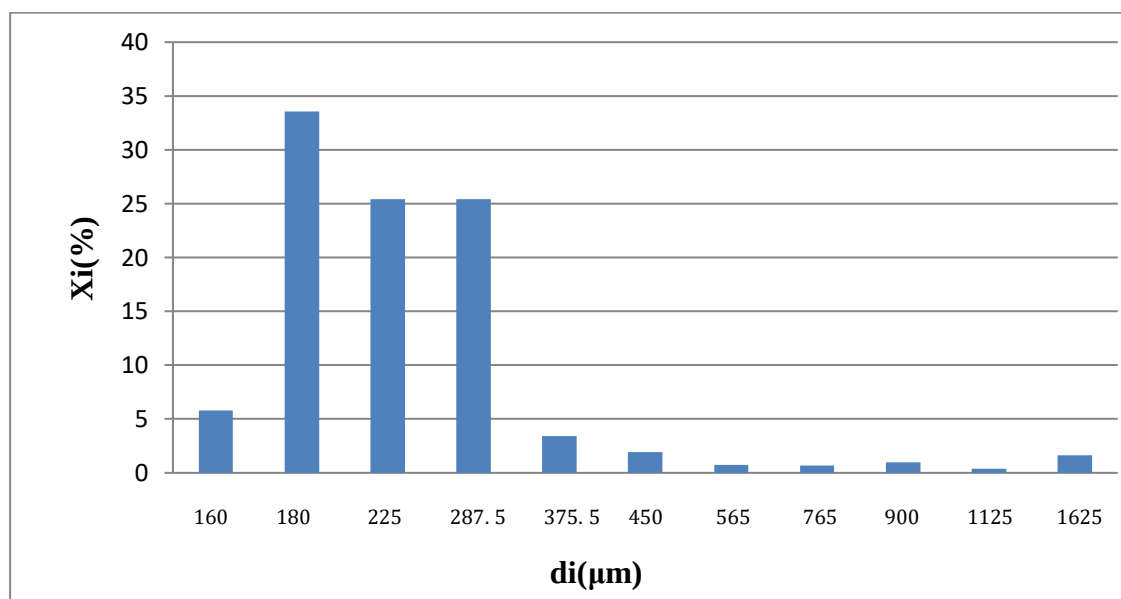


Figure II.2 : Distribution de la taille des particules du CA.

$$d_{moy} = \sum X_i \cdot d_i$$

X_i : Fraction massique en (-).

d_i : Diamètre en (μm).

d_{moy} : Diamètre moyenne en (μm).

II.2. Procédure expérimentale :

II.2.1. Saturation du charbon actif :

Afin de pouvoir déterminer expérimentalement le taux de régénération des échantillons de charbon actif saturé, nous avons procédé à la préparation d'une quantité de charbon totalement saturé en réalisant un mélange de charbon et de la solution d'acide acétique. 70 g de charbon actif en grain sont imprégnés dans 2 L de solutions d'acide acétique de concentration 1 mol/l. le mélange est placé sous agitation à une vitesse de l'ordre de 300 tr/min. Des échantillons sont prélevés à 10 min d'intervalle, ensuite ils sont filtrés pour déterminer ses concentrations. Les concentrations en acide acétique en solution à l'équilibre sont mesurées par dosage acido-basique. Jusqu'à l'obtention d'une concentration constante, qui indique la saturation totale de charbon actif en acide acétique.

II.2.1.a. Lavage :

Lorsque le charbon atteint son état de saturation, le mélange obtenu est jeté sur un filtre, ensuite le filtrat est lavé à l'eau chaude à environ 90 °C dans le but de neutraliser le mélange, l'ensemble est alors placé sous agitation mécanique à 500 tr/min pendant 1 heure. Une mesure de pH, réalisée après chaque 10 minutes jusqu'à l'obtention d'un pH relativement constant.

II.2.1.b. Séchage:

Le rôle du séchage est d'éliminer l'eau de lavage. Nous avons séché le CAS dans une étuve de séchage à 106 °C pendant 24 heures.

Le schéma suivant résume les étapes de la saturation du charbon actif en acide acétique:

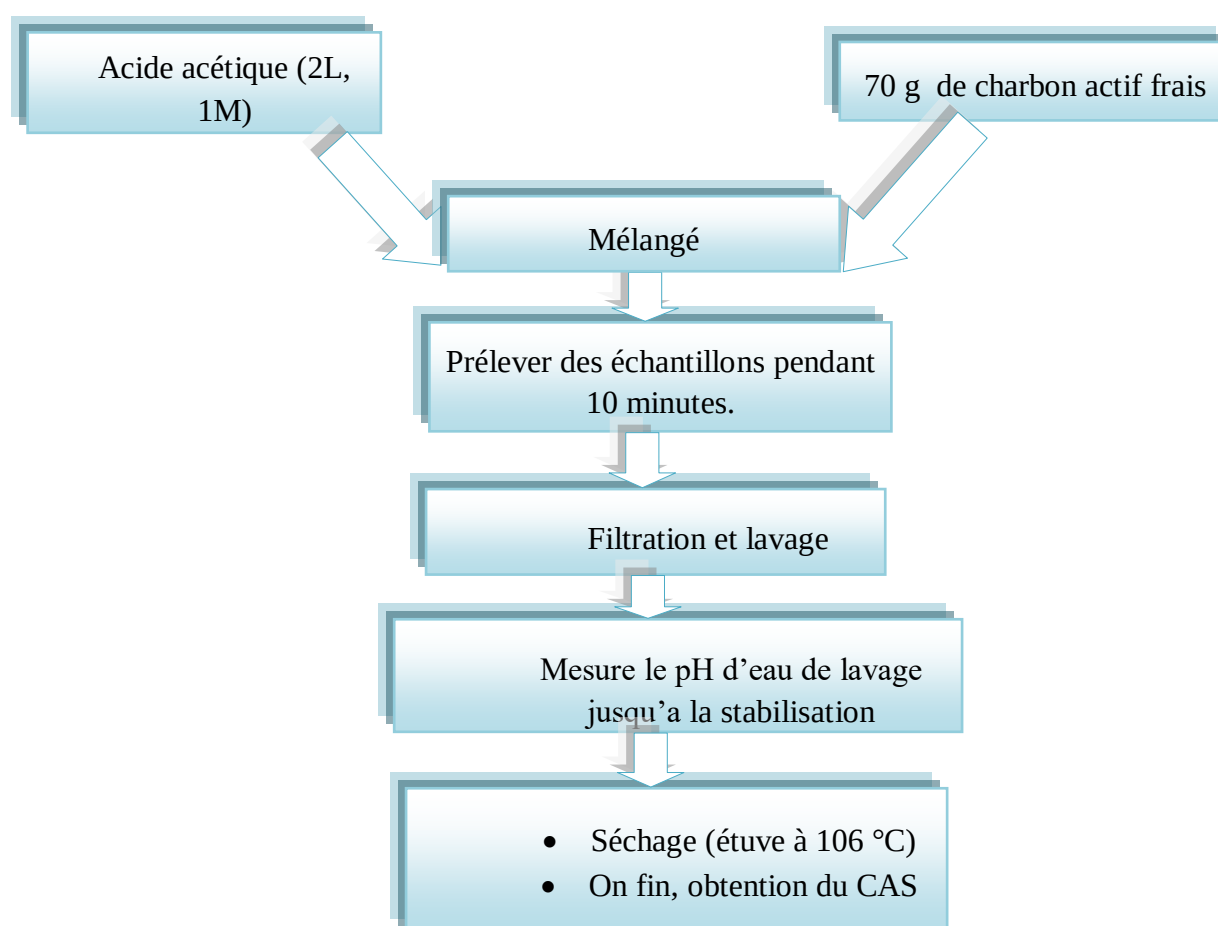


Figure II.3: Un schéma illustratif de la saturation du CA.

II.2.2. Régénération chimique :

Pour étudier la régénération de charbons actifs chargés en acide acétique, il faut tester la capacité d'adsorption avant et après un cycle de traitement. La démarche consiste à successivement saturer les adsorbants en polluant puis à les régénérer. La variation de la capacité d'adsorption des carbones activés permet de qualifier l'efficacité ou le rendement du procédé de régénération.

Des échantillons de 0,6 g de charbon saturé sont régénérés chimiquement par une solution de soude caustique de 6 (mol/l), l'ensemble est alors placé sous agitation mécanique à 500 tr/min pendant 3 heures, au cours de ces essais la température a été gardée constante à 90 °C.

Le mélange obtenu est jeté sur un filtre, lavé avec l'eau chaude, puis séché à 106 °C pendant 2 heures.

Après régénération des charbons actifs, une expérience complémentaire d'adsorption a été réalisée avec l'acide acétique dans le but d'estimer le taux d'adsorption.

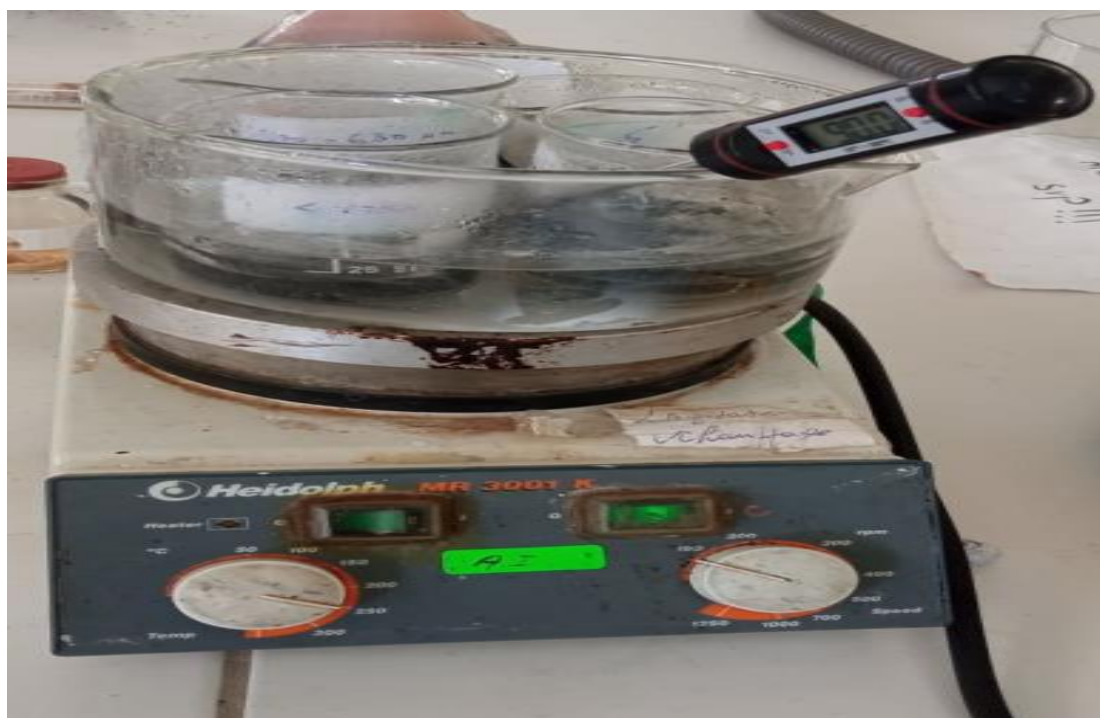


Figure II.4: Schéma du protocole opératoire pour l'étude de la régénération.

II.2.3. Dosage des solutions:

le titrage est une technique courante utilisée pour déterminer quantitativement la concentration inconnue d'un analyte identifié. Dans ce travail, le dosage acido-basique a été effectué avec une solution d'hydroxyde de sodium en présence d'un indicateur coloré (phénolphtaléine). Pour déterminer la concentration résiduelle de la solution, la relation suivante est utilisée :

$$C_r = \frac{C_{NaOH} \times V_{eq}}{V_{acide\ acétique}}$$

$V_{acide\ acétique}$: volume d'acide acétique prélevé en (ml).

V_{eq} : volume 'NaOH' équivalent en (ml).

C_r : la concentration d'acide acétique restante en (mol/l).

C_{NaOH} : concentration de soude utilisé dans le dosage en (mol/l).

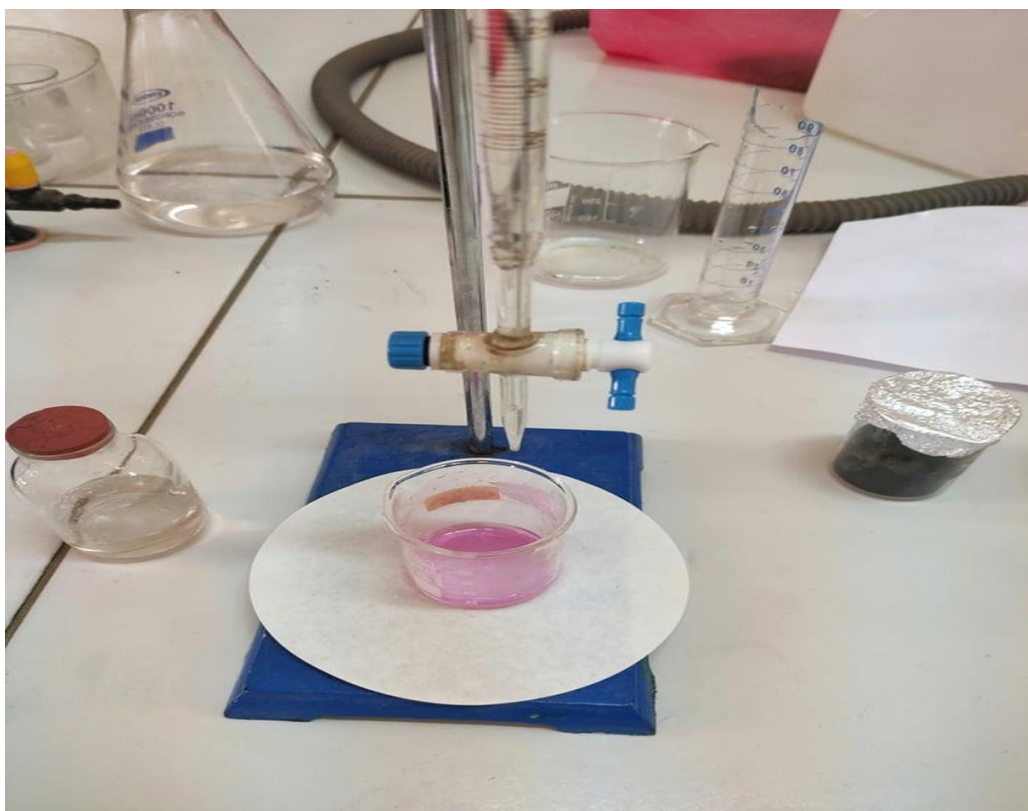


Figure II.5 : Appareillage utilisé pour le dosage.

II.2.4. Taux d'adsorption (A_r) :

Est défini comme étant le rendement de la réaction d'adsorption, est le rapport de la quantité d'acide acétique adsorbé à l'équilibre donné sur celle qui s'y trouve initialement dans la solution aqueuse. On peut déterminer la valeur de A_r par la relation suivante :

$$A_r = \frac{C_0 - C_r}{C_0}$$

A_r : taux d'adsorption en (%).

C_r : la concentration d'acide acétique restante en (mol/l).

C_0 : concentration initial de l'acide acétique (mol/l).

II.2.5. Taux de régénération :

Le taux de régénération représente le rapport de la quantité adsorbée du charbon actif régénéré sur la quantité adsorbée du charbon actif frais à une concentration d'équilibre donnée .Il sert d'indicateur de l'efficacité de la régénération chimique. Il peut également être appelé rendement ou performance du procédé de régénération. [39]

$$RE = \frac{A_{r_{\text{charbon régénéré}}}}{A_{r_{\text{charbon frais}}}} * 100$$

Avec :

RE : taux de régénération en (%).

$A_{r_{\text{charbon régénéré}}}$: taux d'adsorption du charbon actif régénéré en (%).

$A_{r_{\text{charbon frais}}}$: taux d'adsorption du charbon actif frais en (%).

II .2.6. Paramètres de régénération étudiés :

Afin de bien comprendre l'influence des plusieurs paramètres sur la performance de la régénération chimique de CAS (charbon actif saturé), plusieurs séries d'essais ont été réalisées. Le **tableau II.I** résume les conditions expérimentales utilisées pour réaliser ces études :

Tableau II.1 : Les paramètres expérimentaux de notre expérience.

	Paramètres de régénération chimique de 'CAS'						Paramètres du lavage	
	Température (°C)	Temps de Contacte (h)	Vitesse d'agitation (tr/min)	Concentration de NaOH (moll/l)	Volume de NaOH	Diamètre des particules (µm)	Volume d'eau de lavage (ml)	Temps de lavage (h)
Série A ₁ -A ₄	20-90	3	500	6	20	1374.8	100	1
Série B ₁ -B ₅	90	0.33-4	500	6	20	1374.8	100	1
Série C ₁ -C ₆	90	3	0-700	6	20	1374.8	100	1
Série D ₁ -D ₅	90	3	500	0-8	20	1374.8	100	1
Série E ₁ -E ₆	90	3	500	6	5-50	1374.8	100	1
Sérier F ₁ -F ₆	90	3	500	6	20	500-2000	100	1
Série G ₁ -G ₅	90	3	00	6	20	1374.8	5-200	1
Série H ₁ -H ₄	90	3	500	6	20	1374.8	100	0.33-2

Chapitre III

Résultats et discussion

Dans cette partie, nous allons présenter l'influence de plusieurs paramètres opératoires qui sont: la température, le temps de contact, la taille des particules, volume et concentration de solvant et la vitesse d'agitation sur le rendement de la régénération de charbon actif saturé en acide acétique. Ainsi que leurs principales propriétés.

III.1. Caractérisation physico-chimique de l'adsorbant:

Nous avons résumé toutes les caractéristiques mesurées dans le **tableau III.1** :

Tableau III.1 : propriétés de charbon actif.

Propriétés	Valeurs
Taux en humidité (%)	5.34
Taux en cendre (%)	2.77
Masse volumique apparente (g/l)	413.1
Masse volumique absolue (g/l)	721.32
La porosité (%)	74.61
pH	6.63
L'indice d'iode (g/mg)	456.84
Diamètre moyen (µm)	1374.8

Après la révélation des propriétés les plus importantes du charbon actif, on peut dire que la majorité des propriétés se situent entre bonnes et moyennes.

L'indice d'iode du charbon utilisé est relativement bon par rapport aux types premium, qui dépasse 629 mg/g.

Nous constatons également que le taux de cendre du CA est bon, qui à son tour devrait se situer entre 2 et 10 %.

III.2. Saturation de charbon actif :

Des prélèvements ont été effectués au cours du temps de l'étape d'adsorption, et la concentration résiduelle de la solution a été déterminée. La **figure III.1** illustre les résultats expérimentaux obtenus, exprimés en concentration de l'acide acétique en fonction du temps. On remarque d'une manière générale que lorsqu'on augmente le temps, la concentration résiduelle de la solution diminue, puis tend à se stabiliser à

partir du temps de 80 minutes à 0.93 mol/l. Cette diminution est due à l'adsorption de l'acide acétique par le CAF, et la stabilisation de la concentration peut expliquer par la saturation complètement de la quantité du CAF, cela indique que tous les sites poreux sont occupés. Il est important de noter que le temps de 80 minutes est suffisant pour saturer totalement les 70 g du CAF par l'acide acétique de la concentration initiale 1 mol/l.

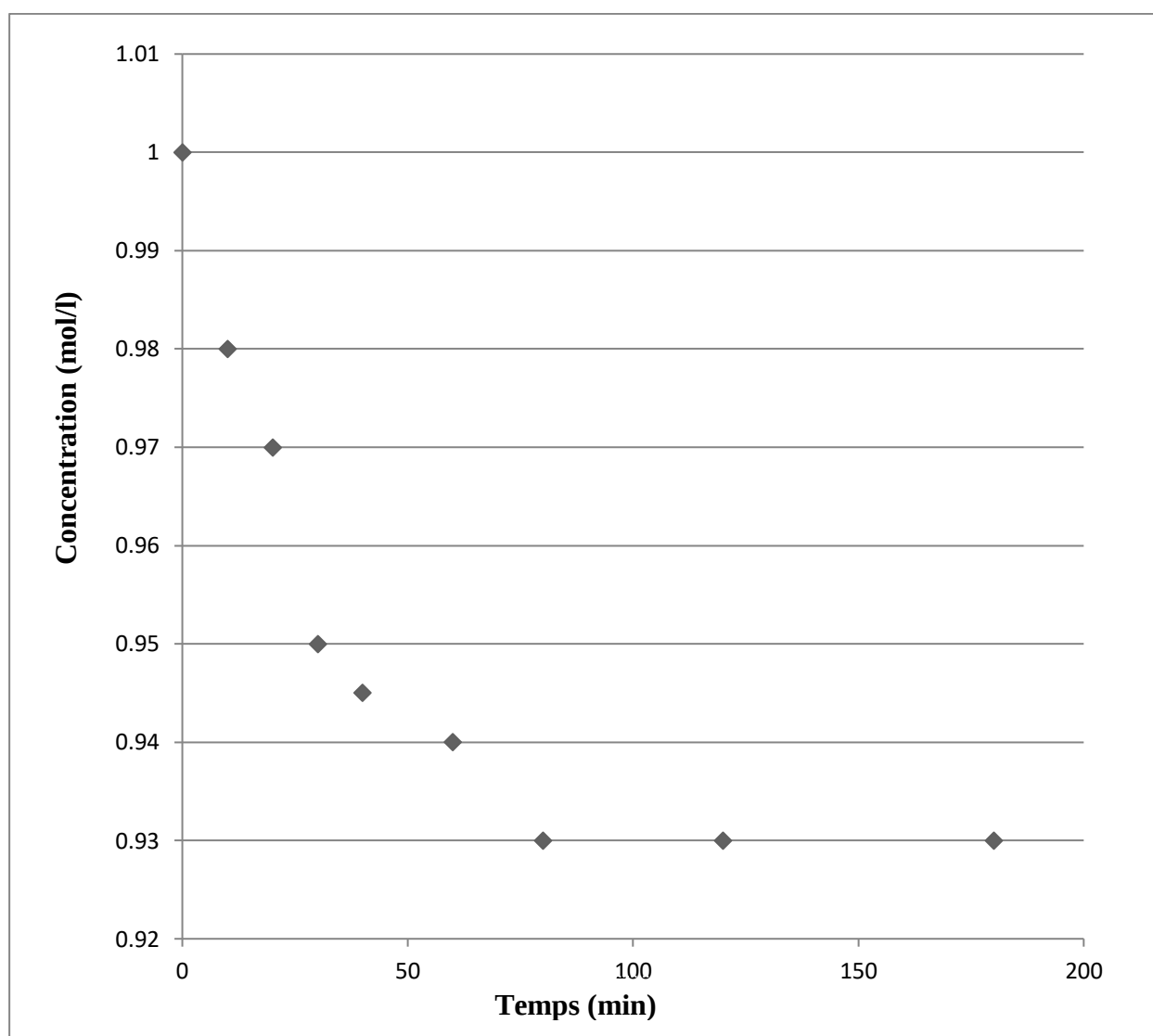


Figure III.1: Evolution de la concentration de l'acide acétique en fonction du temps.

(V=1 L, C=1 mol/l, m_{charbon}=70 g, avec W=500 tr/min)

III .3.Effet de différents paramètres sur le taux de régénération:

III.3.1. Effet de la température :

Une série d'expériences (A_1 - A_4) a été réalisée, pour montrer l'effet de la température sur la régénération de charbon actif saturé (CAS), en variant la température de 20 à 90 °C, 0,6 g de CAS en grain sont imprégnés dans 30 ml de solution de soude caustique de concentration 6 M. Le temps de contact a été fixé à 3 h. La **figure III.2** montre clairement que l'efficacité de la régénération augmente considérablement avec la température, le taux de régénération atteint 92 % à 90 °C, en effet l'augmentation de la température favorise la régénérabilité du CAS. Cela peut être attribué à la vitesse de la réaction qui augmente pour une raison, c'est la rupture accrue des liaisons de transition qui se produisent entre l'adsorbat et l'adsorbant, dont la température joue un rôle majeur dans le craquage [40]. Par conséquent, à basse température, on remarque un faible taux résultant du manque de déchargement des sites poreux dans le charbon actif.

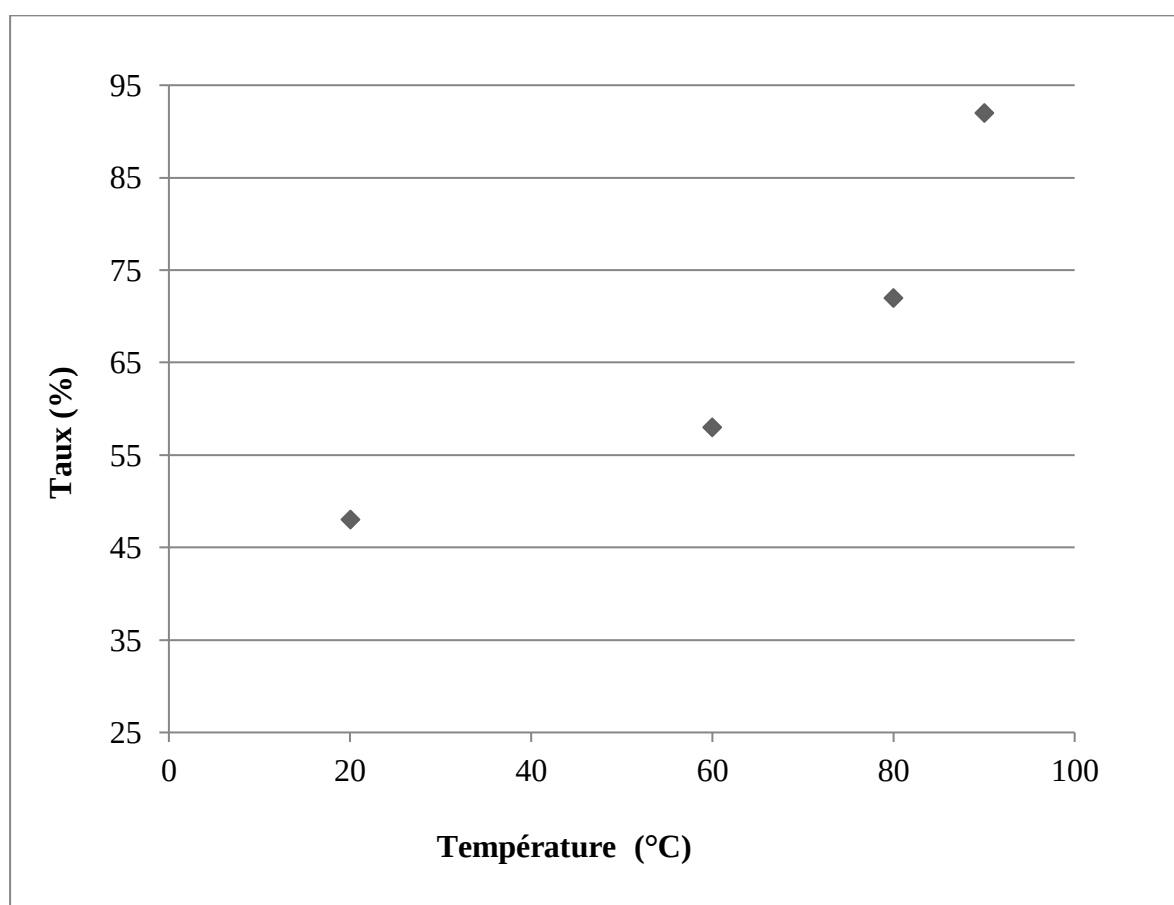


Figure III.2: Effet de la température sur la régénération de charbon actif.

III.3. 2.L'influence du temps de contact :

Dans le but de montrer l'effet du temps de contact sur la régénération chimique de charbon actif, des essais (B₁- B₅) ont été réalisés. La température a été fixée à 90 °C, la taille des particules moyenne à 1374.8 µm, le volume et concentration de solvant à (20 ml, 6 mol/L) respectivement, et la vitesse d'agitation à 500 (tr/min). Les résultats obtenus sont rassemblés sur la **figure III.3**. Ces résultats montrent clairement que le taux augmente significativement avec le temps de contact, On remarque d'une manière générale que lorsqu'on augmente le temps, le taux de régénération augmente, puis tend à se stabiliser à partir du temps de 3 heures à 96 %. Ceci est interprété comme atteignant le vidage de tous les sites absorbants, avec une perte de 4 % de capacité initiale d'adsorbant, due soit à une destruction partielle de la structure poreuse, soit à d'autres facteurs qui ont affecté le non-vidage des 4 % restants du site.

Le temps de contact de 3 heures est considéré comme un temps optimal pour assurer une régénération maximale de CAS. [41]

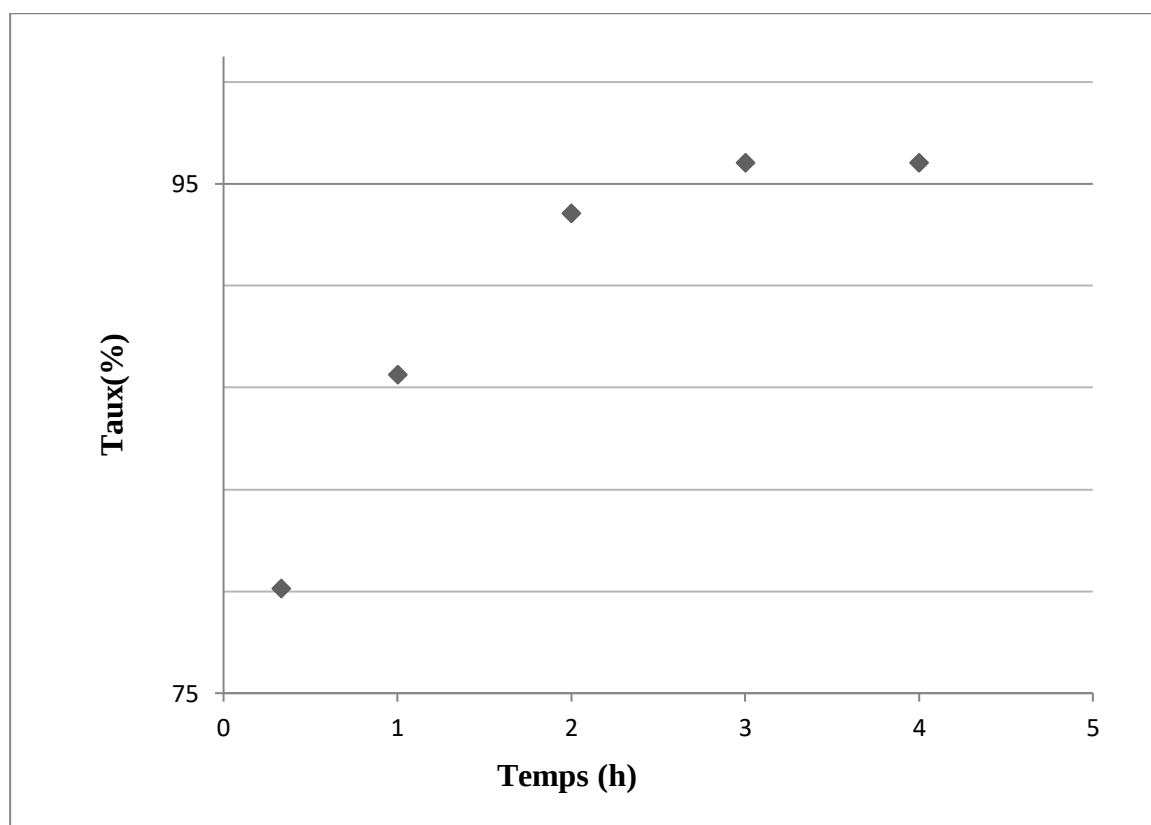


Figure III.3: Effet du temps de contact sur la régénération de charbon actif.

III.3.3.L'influence de la vitesse d'agitation :

Une série d'essais (C₁-C₆) a été réalisée dans les mêmes conditions précédentes mais en variant la vitesse d'agitation entre 0 à 700 tr/min. La **figure III.4** montre que la vitesse d'agitation a un effet important sur l'efficacité de la régénération, les résultats expérimentaux révèlent que le taux reste inchangé au-delà d'une vitesse d'agitation de 500 tr/min. Les faibles valeurs de taux de régénération observées pour des vitesses d'agitation de 0 et 300 tr/min sont dues à une dispersion incomplète des particules de l'adsorbant ce qui a pour conséquence une agglomération des particules de l'adsorbant et donc une diminution de la surface de contact entre l'adsorbant et l'adsorbant induisant une augmentation de la résistance au transfert de matière à l'intérieur du film d'interface liquide-solide.[42]

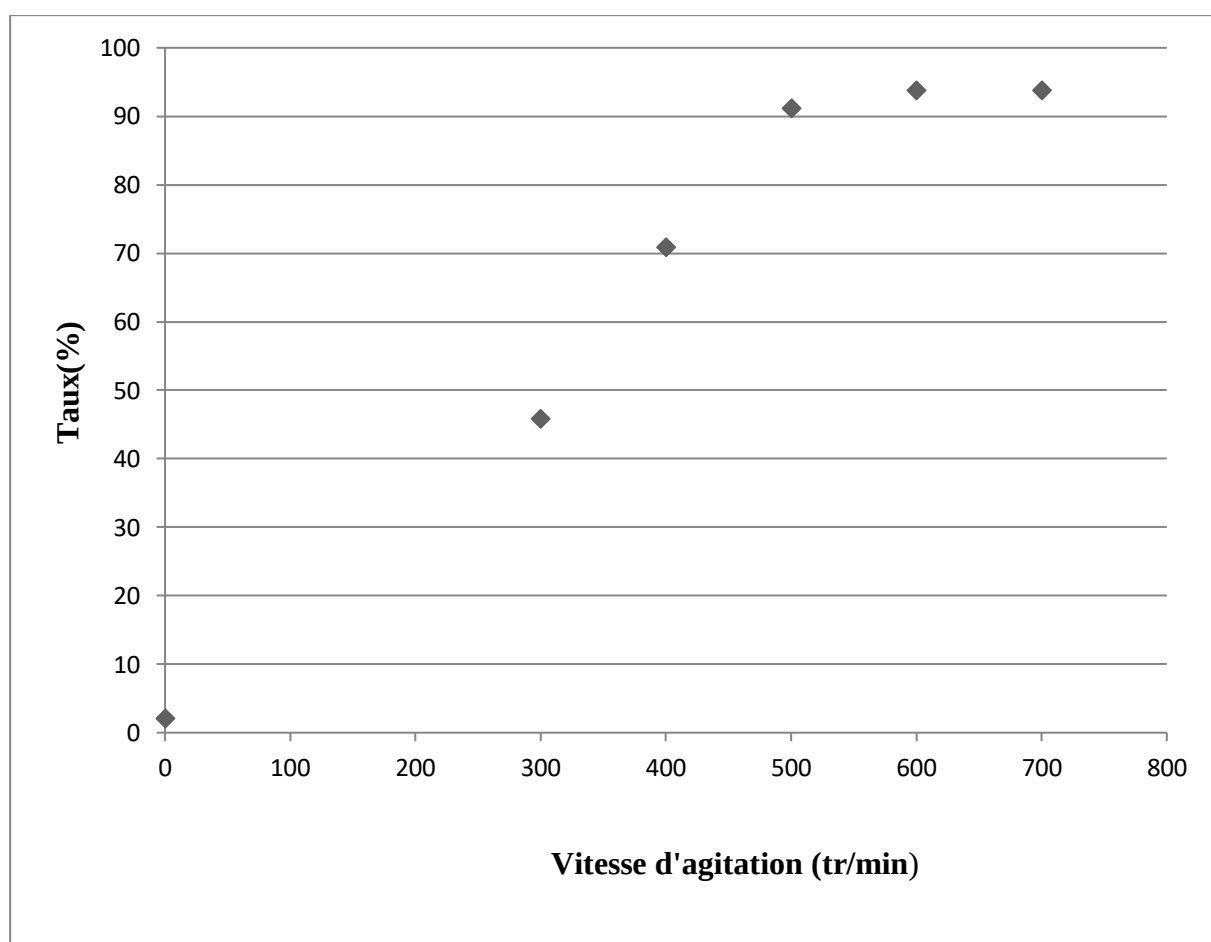


Figure III.4: Effet de la vitesse d'agitation sur la régénération de charbon actif.

III.3.4.Effet de la concentration d'hydroxyde de sodium:

Une série d'expériences (D₁-D₆) a été réalisée, pour montrer l'effet de la concentration initiale de soude sur la régénération de CAS, en variant la concentration de 2 à 8 mol/l. Le temps de contact a été fixé à 3 h, et la taille des particules de diamètre moyenne à ($D_{\text{moy}}=1374.8\mu\text{m}$) avec le volume (20 ml) et vitesse d'agitation (500 tr/min), dans le lavage on utilise 100 ml d'eau distillée pendant de 1 heure. La **figure III.5** montre que le taux de régénération augmente avec l'augmentation de la concentration, ceci est dû à l'équilibre de l'acide qui se dégage du charbon saturé, avec la base dans le milieu extérieur, Cela garantit qu'il n'est pas réabsorbé. On note qu'une fois le protocole appliqué en présence de concentration nulle de NaOH (seule l'eau distillée) entraîne un taux de 20 %, le taux le plus élevé est atteint à une concentration de 6 mol/l, puis il se stabilise même que nous avons augmenté la concentration, ceci est attendu car lorsque la concentration diminue, les ions libres présents dans la solution diminuent, et donc la compétition pour la liaison entre l'ion chargé positivement et les sites actifs constituant le matériau d'adsorption est plus grande et donc la liaison est plus facile.[42]

Ce phénomène peut être expliqué par l'existence d'une première étape de désorption de l'acide acétique sur des sites facilement accessibles, probablement localisés sur les surfaces externes des supports solides (charbon actif) suivie d'une diffusion moléculaire vers les sites de désorption que sont moins accessibles tels que, les espaces inter foliaires des solides, ou à l'intérieur de la matière organique avant d'atteindre un équilibre de désorption où tous les sites deviennent vidés.

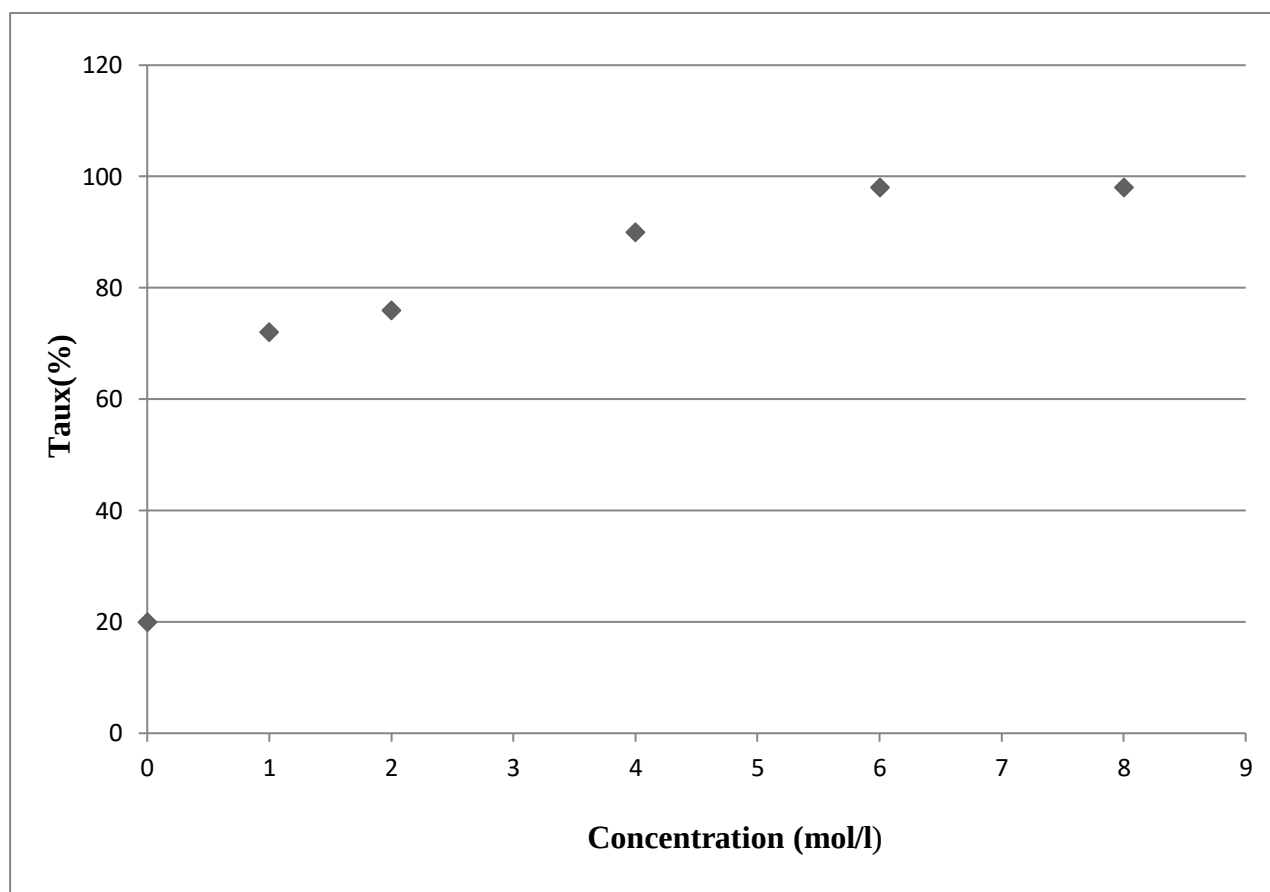


Figure III.5: Taux de régénération de charbon actif en fonction de la concentration initiale (C_{NaOH}).

III.3.5. Effet du volume de NaOH (V_{NaOH}) :

Une série d'expériences (E_1 - E_5) a été réalisée, pour montrer l'effet du volume de 'NaOH' sur la régénération de CAS, en variant la volume de 5 à 50 ml. Le temps de contact a été fixé à 3 h, et la taille des particules de diamètre moyenne, ($D_{moy}=1374.8 \mu m$) avec vitesse d'agitation et concentration optimal, dans le lavage on utilise 100 ml d'eau distillé pendant 1 h. Les resultats experimentaux sont presentées sur la **figure III.6**, le taux de régénération augmente comme prévu avec l'augmentation du volume ceci explique le fait que le volume joue le rôle de la circonférence externe, qui offre une plus grande surface de contact avec son augmentation. Lorsque l'on utilise de petits volumes, on constate un taux quasi inexistant de 10 %. Avec l'augmentation du volume, on constate une augmentation du taux, ce qui indique l'importance du volume, ce dernier joue le rôle de milieu extérieur car il fournit l'idéal surface de contact pour chaque interaction. La stabilisation du taux indique que le volume réactif

idéal est de 20 ml, auquel le charbon actif est en mesure de lui permettre d'entrer en parfait contact avec le milieu réactionnel (soude).

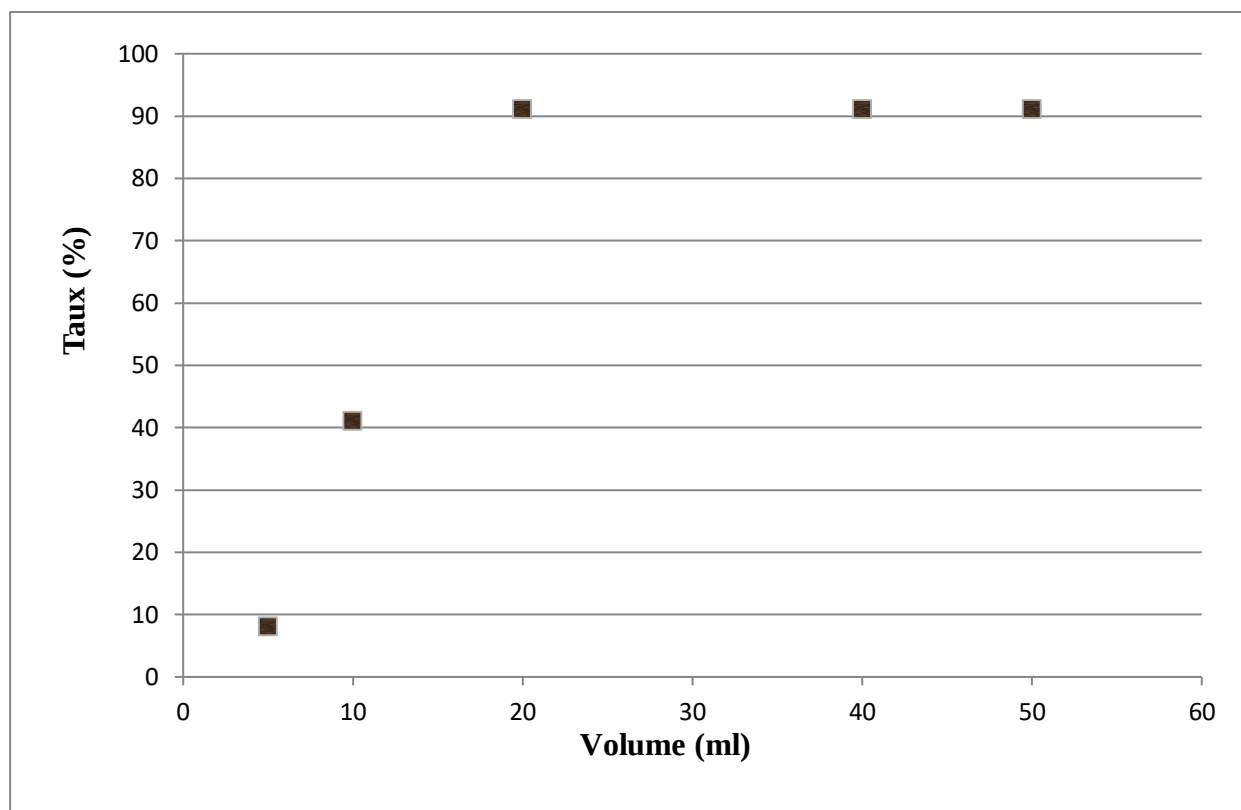


Figure III.6: Taux de régénération de charbon actif en fonction du volume de NaOH.

III.3.6. L'influence de la taille de particule de charbon actif :

La taille des particules de charbon actif est variée pour une série d'expériences (F_1 - F_4). La température a été fixée à 90 °C. Le temps de contact à 3 h, avec tous les paramètres optimaux de régénération, dans le lavage on utilise 100 ml d'eau distillée de durée 1h. Les résultats obtenus sont résumés dans la **figure III.7**. On remarque que la variation de la taille de particules affecte sur le taux de régénération, c'est-à-dire que plus les particules sont fines, plus le taux est élevé. Pour obtenir un taux de 108 %, les fines particules entre 500 et 630 μm doivent être utilisées. Par contre l'augmentation de diamètre effectue négativement sur le taux pendant que la grande particule ne dépasse pas le 20 %.

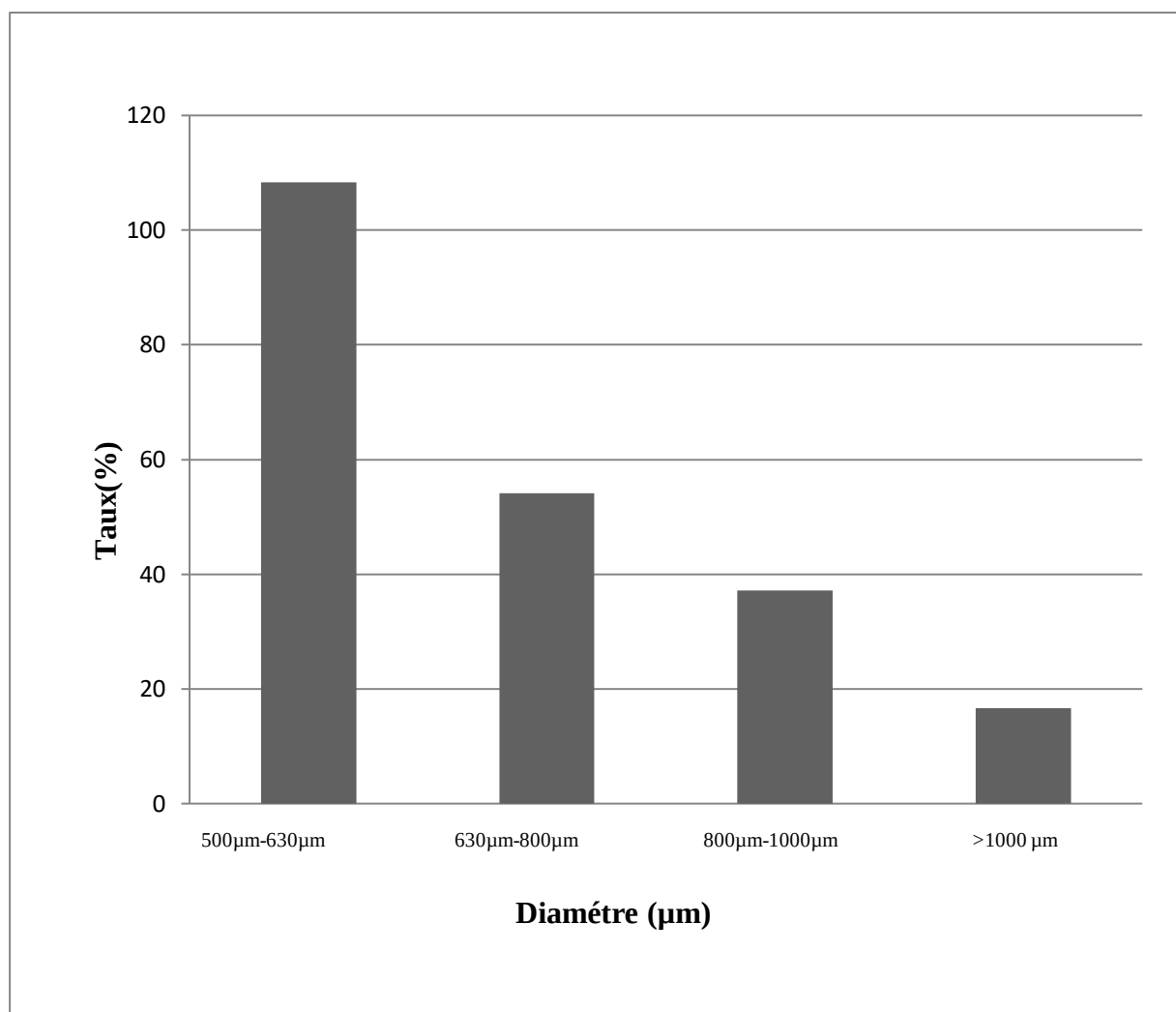


Figure III.7: Effet de diamètre des particules sur la régénération de charbon actif.

III.3.7. L'influence du volume d'eau (lavage) :

Pour montrer l'importance de l'étape de lavage expérimentalement, une série d'expériences (G₁-G₆) a été menée sur le CAS. Les conditions de travail sont les conditions expérimentales optimales, mais avec des volumes d'eau différents. Les résultats obtenus sont présentés sur la **figure III.8**, lorsque le volume de lavage augmente, le taux augmente comme prévu, car on constate que dans un petit volume, le taux est faible, ne dépassant pas 60 %. On explique que le volume utilisé n'est pas suffisant pour balayer le résidu et donc affecte négativement sur l'efficacité de la régénération. Alors lorsqu'on augmente le volume plus, le taux reste relativement constant.

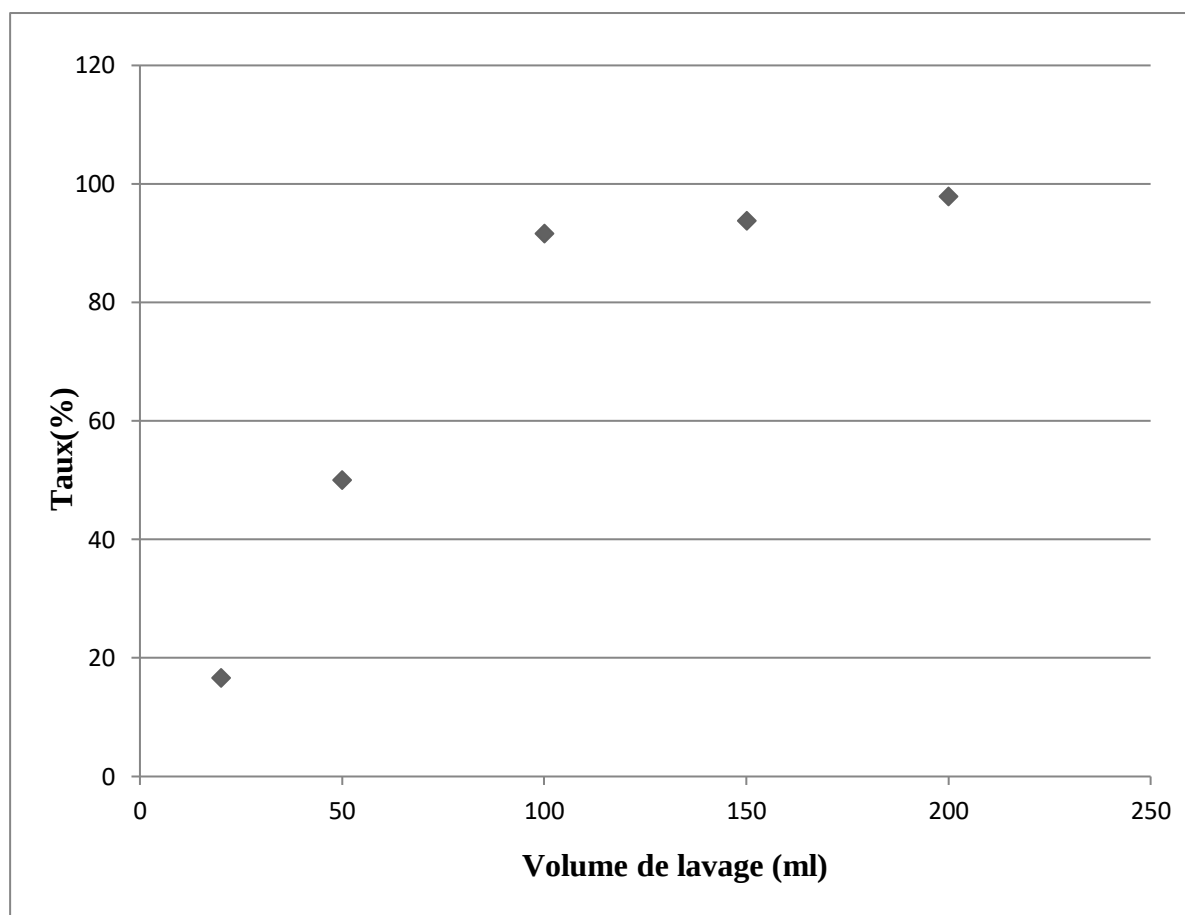


Figure III.8: Taux de régénération de charbon actif en fonction du volume de lavage.

III.3.8. L'influence de la durée de lavage :

Une série d'essais (H₁-H₆) a été réalisée dans les conditions optimales mais en variant le temps de lavage entre 20 min et 2 h, et en fixant le volume d'eau à 100 ml. La **figure III.4** montre que le taux de régénération croît avec le temps de lavage en suivant deux pentes différentes. La première est rapide et se situe dans les 60 premières minutes, tandis que la seconde est lente, ou le taux de régénération ne dépasse pas 50 % à des courtes périodes de lavage, Cela peut être justifié par la nécessité du temps suffisant pour éliminer tous les impuretés sur la surface du CAR. Tandis qu'à des longues périodes de lavage, on obtient des taux de régénérations élevées. En effet, l'augmentation du temps de lavage favorise l'efficacité de la régénération.

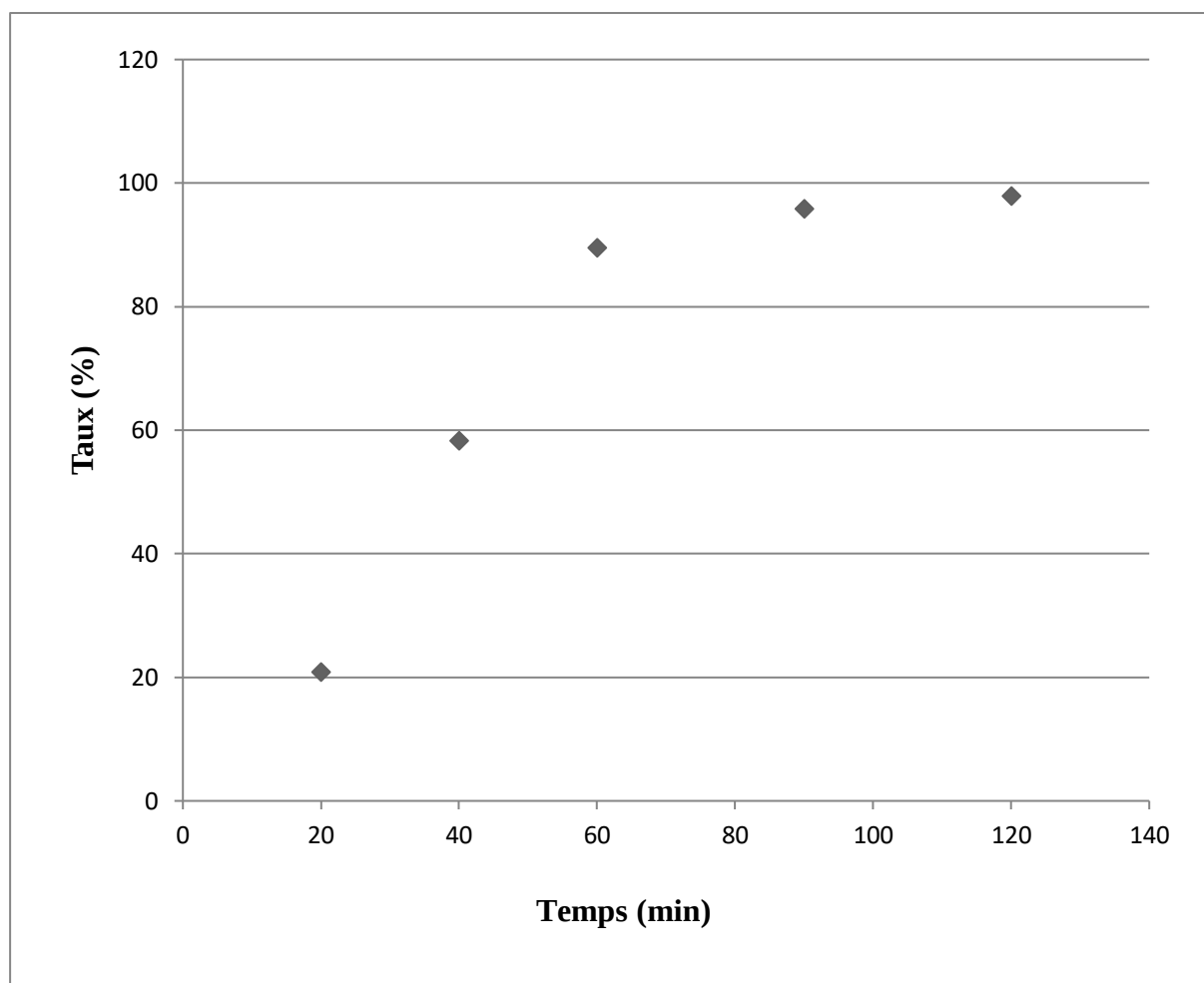


Figure III.9: Taux de régénération de charbon actif en fonction de la durée de lavage.

III.3.9. les cycles de régénération :

Des expériences d'adsorption/régénération sur cinq cycles successifs ont été menées sur le CAG d'un même échantillon. Les conditions de travail sont les conditions expérimentales optimales. Les résultats obtenus sont présentées sur la **figure III.10**

On constate que le taux de régénération est diminué de 60 % après 4 cycles. De plus, le charbon ne peut plus adsorber après le quatrième cycle. Cette diminution est due à la destruction provoquée par le frottement entre le charbon actif et le barreau magnétique, qui provoque une perte du matériau, et la température avec la concentration de la base joue un rôle important dans la destruction de la structure formelle du charbon actif. Au final, on peut dire que le nombre maximum d'anneaux cycliques est de 4 cycles.

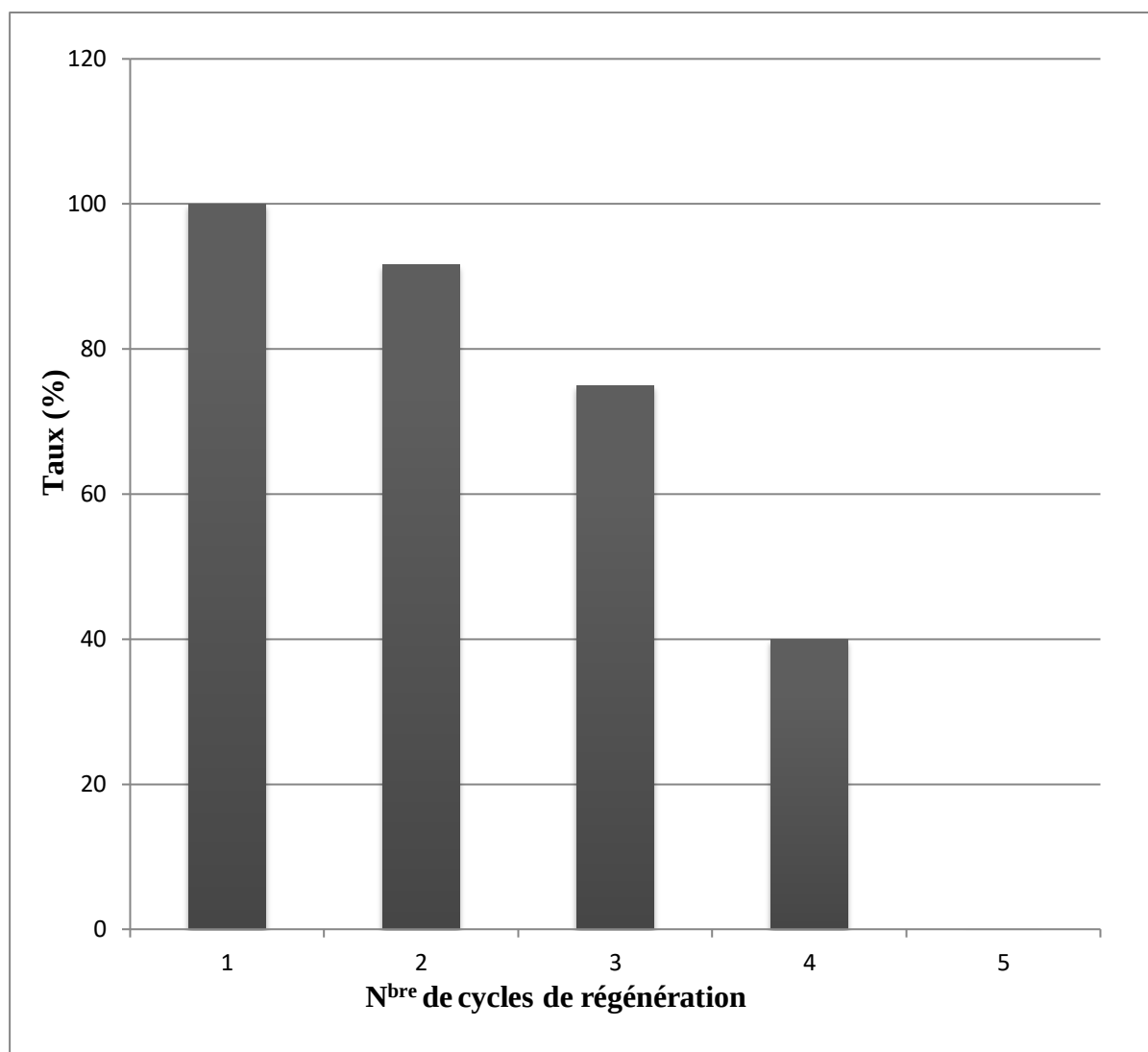


Figure III.10: Taux de régénération en fonction du cycle de régénération pour une température de 90 °C.

D'autre part, l'efficacité de la régénération chimique de CA est fortement affectée par le nombre de cycles d'adsorption/régénération, elle implique une perte de masse plus importante et se produisent fréquemment, mais de manière irrégulière entre les cycles comme le montre la **figure III.11**. Pour compenser ces pertes de masse, et aussi pour maintenir les performances du CAR qui vieillit, il est nécessaire d'ajouter un CAF après chaque cycle de régénération.

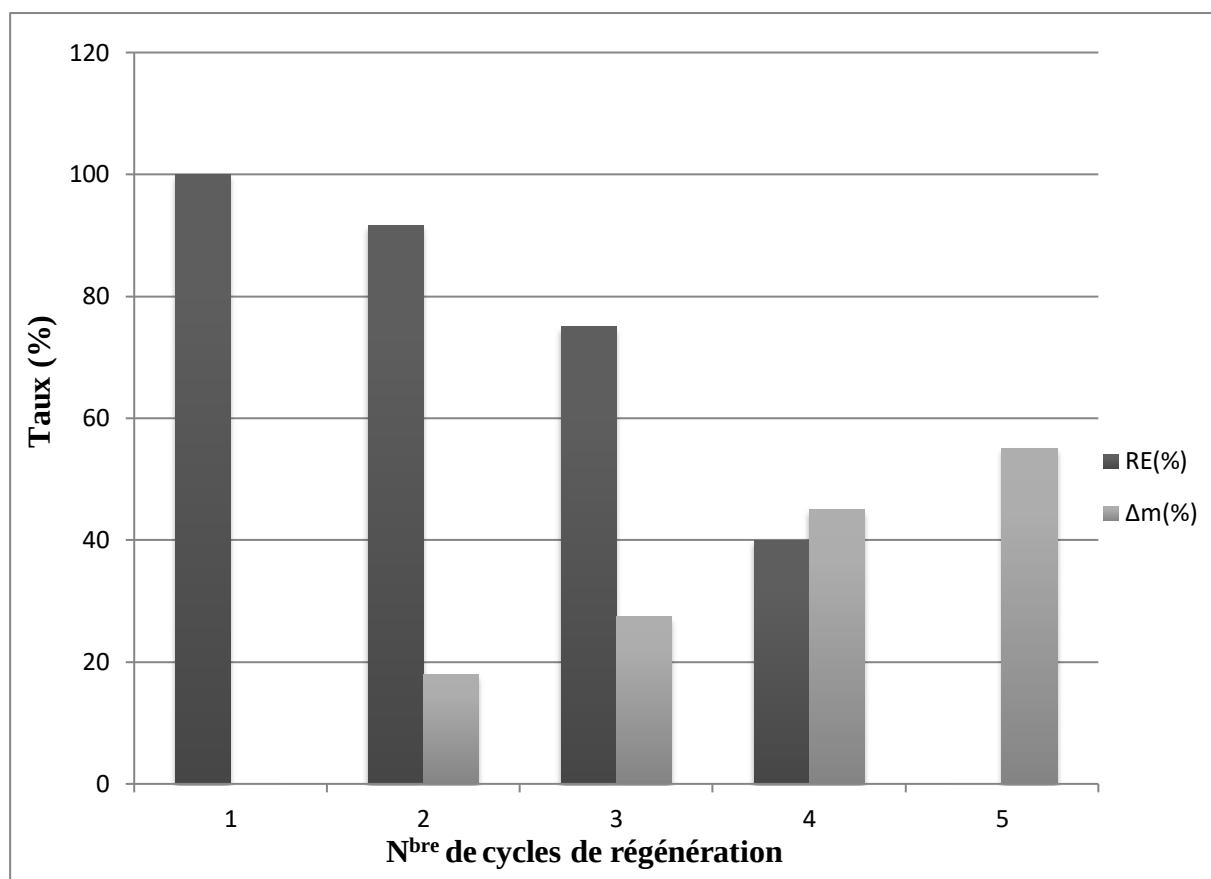


Figure III.11: Pertes de masses en fonction du cycle de régénération pour une température de 90 °C.

III.3.10. les paramètres optimaux :

Les conditions expérimentales optimales de la régénération du CAS par l'acide acétique ont été déterminées, afin de maximiser le taux de régénération et de minimiser la consommation d'énergie et de matières. Le **tableau III.1** résume ces conditions.

Tableau III.2 : les conditions optimales.

les conditions opératoires	
régénération	
T(°C)	90
Vitesse (tr/min)	500
t (min)	180
C _{NaOH} (mol/l)	6
V _{NaOH} (ml)	20
Diamètre (μm)	1374.8
lavage	
T (°C)	90
t (min)	60
V _{eau} (ml)	100

Conclusion

générale

Conclusion générale :

Le principal objectif de cette étude a été atteint à travers la réutilisation des adsorbants par une voie chimique. Les résultats expérimentaux montrent clairement que l'efficacité de la régénération de charbons actifs chargés en acide acétique augmente significativement avec la température, le temps du contact, et la vitesse d'agitation, ils montrent aussi que le volume et la concentration initiale de la soude caustique favorisent le taux de régénération. De plus, plus les particules de charbon sont fines plus la régénération est efficace.

L'étape de lavage avec de l'eau chaude joue également un rôle important dans l'amélioration de l'efficacité de la régénération.

Les préparations de lavage ne sont pas à négliger, ce qui est une étape importante de la régénération chimique. Ces derniers paramètres ont aussi une influence importante sur la durée de vie.

Les cycles successifs d'adsorption/régénération ont montré que le CA peut être régénéré jusqu'à trois fois avec des taux comparables à celui de CAF.

Pour compenser les pertes de masse, et aussi pour maintenir les performances du CAR qui vieillit, il est nécessaire d'ajouter un CAF après chaque cycle de régénération.

- [1]. UK Water Industry Research, GAC management (and alternative technologies) to meet future water quality standards (Final Report), London, 2017.
- [2]. P. C. Chiang and J. S. Wu, Evaluation of chemical and thermal regeneration of activated carbon, *Water Sci. Technol.*, 1989, 21, 1697–1700.
- [3]. R. J. Martin and W. J. Ng, Chemical regeneration of exhausted activated carbon - I, *Water Res.*, 1984, 18, 59–73.
- [4]. C.-C. Leng and N. G. Pinto, An investigation of the mechanisms of chemical regeneration of activated carbon, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 1996, 35, 2024–2031.
- [5]. K. J. Himmelstein, Regeneration of Activated Carbon with A Solution of Sorbed Species in A Solvent, US Pat., 3965036, 1976.
- [6]. R. J. Martin and W. J. Ng, Chemical regeneration of exhausted activated carbon - II, *Water Res.*, 1985, 18, 1527–1535.
- [7]. G.F.E.C. (Groupe français d'étude des carbones) *Les carbones*, Paris, Masson, 1965
- [8]. MATTSON J.S. J MARK B. *Activated carbon; surface chemistry and adsorption from solution* New York; Dekker, 1971.
- [9]. DUBININ M.M. et al. *J. Khim* 341 1960, p. 2019 à 2029.
- [10]. Me DERMONT j ARNELL *Can. J. chem*, 30, 3, 1952, p. 177 à 18.
- [11]. B.R.G.M. 1975 - résultats non publiés.
- [12]. BOND R.L. et SPENCER D.H.T. *Proc. 3rd conf on carbon*. Buffalo (1958) Pergamon Press, p. 357 à 365.
- [13]. EMMETT *Chem. Rev.* 43., 1948 p. 9 à 148.
- [14]. KIPLING J.J. et al. *Carbon*, J, 1964, p. 321 à 328.
- [15]. SOUCHAY G. J PANNETIER *PCinétique*, Paris, Masson, 1971.
- [16]. G.F.E.C. (Groupe français d'étude des carbones) *Les carbones*, Paris, Masson, 1965.
- [17]. MATTSON J.S. J MARK B. *Activated carbon ; surface chemistry and adsorption from solution* New York ; Dekker, 1971.
- [18]. FOSTER P.J. *Trans. Faraday Soc.*, 28, 1932, p. 645.
- [29]. CADEHEAD et EVERETT *Ind. carbon and graphite ; Londres ; Soc. chim. Ind.* 1958 p. 272 à 282.
- [20] KIPLING J.J. *Quart. rev.*, J, 1956 p. 1 à 26.
- [21] DACEY et al. *Carbon*, 2, 1964 p. 41 à 51.

[22] DACEY et CADEME ADProc. 4th conf. on carbon. Buffalo (1959)Pergarmon Press (1960) p. 315 à 319.

[23]. VANTHOOR et alMaterials and technology, Londres, Longman, 1971.

[24]. Lemaire F. (2004). Adsorption selective et diffusion de paraffines lineaires et branchees en C6 sur la zeolithe ZSM-5. These de doctorat, Universite de Bourgogne.

[25]. M. M. Dubinin .Bulletin of the Academy of Sciences of the USSR , Division of chemical science volume 28, pages 1560–1564 (1979).

[26]. N’guessan Joachim KROU. Thèse Le 12 Mars 2010, p. 24 à 27.

[27]. Mme.MANOLE CREANGĂ.C, Procédé AD-OX d’élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique), thèse doctorat, École doctorale: Transferts, Dynamique des Fluides, Energétique et Procédés, 14 mai 2007.

[28]. SAMAN.M, PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF ACTIVATED CARBON FROM COTTON STALKS AND THEIR APPLICATION ON ADSORPTION OF SOME DYES AND PHENOLS FROM AQUEOUS SOLUTIONS, Thèse de doctorat, University of Jordan. . 2009.

[29]. Levec J., Pintar A. (1995). Catalytic oxidation of aqueous solutions of organics. An effective method for removal of toxic pollutants from waste waters. Catalysis Today, 24, 51-58.

[30]. Matatov-Meytal Y.I., Sheintuch M. (1998). Catalytic abatement of water pollutants, Ind. Eng. Chem. Res., 37, 309-326.

[31]. Henning K.D., Degel J., (1990). Purification of air, water and off gas- solvent recovery. Activated carbon for solvent recovery, Meeting of the European Rotogravure Association Engineers Group a Mulhouse (France).

[32]. Polaert I., Wilhelm A.M., Delmas H. (2002). Phenol wastewater treatment by a two step adsorption–oxidation process on activated carbon. Chemical Engineering Science, 57, 1585-1590.

[33]. Matatov-Meytal Y.I., Sheintuch M. (1998). Catalytic abatement of water pollutants, Ind. Eng. Chem. Res., 37, 309-326.

[34]. Sophie R, Barthe,W .2012 .Les colorants organiques utilisés en Teinturerie: aspects physico-chimiques », Museum national d’histoire naturelle

- [35]. Ben Mharek S 2015 .valorisation des sous-produits de palmier et leurs utilisation.
- [36]. Merle T. (2009). These du LISBP a l'INSA de Toulouse (France).
- [37]. Jacques Liboid, Guide des unités de mesure : Un mémento pour l'étudiant, Bruxelles/Paris, De Boeck Université, 1999, 150 p. (ISBN 2-8041-2055-4, lire en ligne [archive]), p. 59.
- [38]. Gazéification de la biomasse en lit fluidisé , Thème le JUIN 2017,P23.
- [39]. Adsorption de COV issus d'eaux souterraines et régénération des charbons actifs par voie solaire Mari . thèse le 02 Dec 2015, P149.
- [40]. Maazou B. D. S., Hima I. H., Malam A. M. M., Adamou Z. et Natatou I. (2017). Elimination du chrome par du charbon actif élaboré et caractérisé à partir de la coque du noyau de Balanites Aegyptiaca. Int. J. Biol. Chem. Sci.11(6) : 3050-3065.
- .la température sur l'adsorption et la libération de potassium dans le sol. Journal agricole d'Al-Rafidain, vol. 33, p. 4.
- [41]. Adsorption du colorant cristal violet à partir de ses solutions aqueuses par les argiles illite par méthode batch et colonne : vallée, thèse le 30 juin 2019, P39.
- [42]. Muhannad Hazem Naji : Etude de la possibilité d'éliminer le dioxyde de cadmium des eaux industrielles polluées par la méthode d'adsorption et en utilisant de l'argile bentonite. Journal scientifique de l'Université de Karbala, 2008, volume VI, numéro I.

عنوان المذكرة : دراسة تجريبية حول التجديد الكيميائي للكربون الحبيبي النشط المشبع بحمض الخليك.

المؤطر: ج. براهيم

الاسم: رضوان

اللقب: بن قطش

الإسم: عز الدين

اللقب: بيران

ملخص: يعتبر استخدام الكربون النشط في امتزاز المواد العضوية هاما نظرا لمساميته الكبيرة . يتم رمي هذا الأخير بعد تشبعه مباشرة مما يؤدي الى استهلاكه بكميات كبيرة ، في هذا العمل درسنا طريقة تجديد الكربون النشط بالطريقة الكيميائية. كما تم تحديد بعض خصائص الكربون النشط المستعمل في هاته الدراسة.

كلمات مفتاحية : **الكربون النشط ، التجديد الكيميائي ، معدل التجدد.**

Memory title: Experimental study of chemical regeneration of granular activated carbon saturated by acetic acid.

Abstract: The use of activated carbon in the adsorption of organic materials is important due to its large porosity. The latter is discarded immediately after its saturation, which leads to its consumption in large quantities. In this work, we have studied the chemical regeneration of the activated carbon saturated by acetic acid, to determine the optimal conditions of this method of regeneration. The properties of the activated carbon used in this study are also determined.

Keywords: **Activated carbon, chemical regeneration, the rate of regeneration.**

Titre du mémoire : Etude expérimentale de la régénération chimique d'un charbon actif en grain saturé par l'acide acétique.

Résumé : L'utilisation du charbon actif dans l'adsorption de matériaux organiques est importante en raison de sa grande porosité. Ce dernier est jeté immédiatement après sa saturation, ce qui entraîne à sa consommation en grandes quantités. Dans ce travail, nous avons étudié la méthode de la régénération chimique d'un charbon actif en grain saturé par l'acide acétique, afin de déterminer les conditions optimum de cette méthode. Les propriétés du charbon actif utilisé dans cette étude sont également déterminées.

Mots clés : **Charbon actif, régénération chimique, le taux de régénération.**