

Adsorption du colorant textile Jaune 11 sur du charbon actif issu de la coque d'arachide

[Adsorption of the Yellow 11 textile dye on activated carbon from the peanut shell]

David Léonce KOUADIO¹, Moussa DIARRA¹, Bi Tra Dieudonné Tra¹, Djamètché Paul valery AKESSE¹, Baba Donafologo SORO², Kouassi Narcisse ABOUA², Ladjji MEITE², Mamadou KONE², Ardjouma DEMBELE³, and Karim Sory TRAORE²

¹UFR Environnement,
Université Jean Lorougnon Guédé,
BP 150 Daloa, Côte d'Ivoire

²UFR Sciences et gestion de l'Environnement,
Université Nangui Abrogoua,
02 B.P 801 Abidjan 02, Côte d'Ivoire

³Laboratoire Central d'Agrochimie et d'Ecotoxicologie (LCAE),
Laboratoire National d'Appui au Développement Agricole (LANADA),
04 BP 612 Abidjan 04, Côte d'Ivoire

Copyright © 2019 ISSR Journals. This is an open access article distributed under the **Creative Commons Attribution License**, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

ABSTRACT: This study consisted in optimizing the adsorption capacity of activated carbon from the peanut shell for the removal of the yellow dye 11 (CJ 11) in solution. The active carbons are derived from the peanut shells of the subspecies *hypogaea* (*Arachis hypogaea* ssp. *hypogaea*) of the Virginia type derived from Mankono and subspecies *fastigiata* (*Arachis hypogaea* ssp. *fastigiata*) of the Spanish type from Kani. and Séguéla. Peanut shells underwent pyrolysis preceded by chemical impregnation with orthophosphoric acid. The analysis of the results indicates that for the preparation of an optimal activated carbon from the Virginia sub-species *hypogaea* (*Arachis hypogaea* ssp. *hypogaea*) from Kani, an acid concentration of 30% are required and carbonization temperature at 600 ° C for 3 h. This active carbon, which has a predominantly acid surface (92.7% of the total surface area), has an ash content of 3.1%, a degree of activation of 24%, an iodine value of 955.04 mg / g and a surface area of 706.92 m² / g. The adsorption tests reveal that the Spanish-derived *fastigiata* (*Arachis hypogaea* ssp. *fastigiata*) derived from kani adsorbs the yellow dye better than the other two. And this adsorption capacity increases with the optimal conditions of preparation.

KEYWORDS: adsorption, peanut shells, yellow dye, activated carbon, adsorption capacity.

RESUME: Cette étude a consisté à l'optimisation de la capacité d'adsorption d'un charbon actif issu de la coque d'arachides pour l'élimination du colorant jaune 11 (CJ 11) en solution. Les charbons sont issus des coques d'arachides de la sous-espèce *hypogaea* (*Arachis hypogaea* ssp. *hypogaea*) du type *Virginia* provenant de Mankono et de la sous-espèce *fastigiata* (*Arachis hypogaea* ssp. *fastigiata*) du type *Spanish* provenant de Kani et de Séguéla. Les coques d'arachides ont subi une pyrolyse précédée d'une imprégnation chimique à l'acide orthophosphorique. L'analyse des résultats indique que pour la préparation d'un charbon optimal à partir de la sous-espèce *hypogaea* (*Arachis hypogaea* ssp. *hypogaea*) du type *Virginia* provenant de Kani, il faut une concentration en acide égale à 30% et une température de carbonisation à 600 ° C pendant 3 h. Ce charbon actif qui a une surface majoritairement acide (8,08 méq/g, soit 92,7% de la surface totale) possède un taux de cendre de 3,1%, un degré d'activation de 24% de, un indice d'iode de 955,04 mg/g et une surface spécifique de 706,92 m²/g. Les essais d'adsorption révèlent que le charbon issu de la sous-espèce *fastigiata* (*Arachis hypogaea* ssp. *fastigiata*) du type *Spanish*

provenant de kani adsorbe mieux le colorant jaune¹¹ que les deux autres. Et cette capacité d'adsorption augmente avec les conditions optimales de préparation.

MOTS-CLEFS: Adsorption, coques d'arachides, Colorant Jaune, charbons actifs, capacité d'adsorption.

1 INTRODUCTION

La communauté scientifique accorde de l'intérêt à la qualité de la vie sur la terre, c'est-à-dire à la préservation de l'environnement, qui est mise à mal par les rejets gazeux, liquides et solides générés par les catastrophes naturelles et les activités humaines [1]. C'est le cas des industries textiles qui génèrent de grandes quantités d'effluents fortement contaminés par des polluants en occurrence les colorants. Très dangereuses, ces substances se retrouvent dans l'environnement, particulièrement dans les cours d'eau sans un traitement préalable. L'impact de ces eaux trop colorées, de pH très variables, et à fortes demandes chimiques en oxygène (DCO) est ressenti par la faune et la flore appartenant aux écosystèmes où sont évacués ces rejets [2]. A cet effet, plusieurs techniques ont été employées pour le traitement des effluents industriels, parmi lesquelles on peut citer : l'adsorption. Ce qui a conduit à la production de charbon actif à partir de nombreuses matières végétales riches en carbone tels que : bois, écorce, pâte de bois, coques de noix de coco, coques ; de cacahuètes, noyaux d'olives, ou bien de houille, tourbe, lignite, résidus pétroliers, etc. [3][4]. L'avantage lié à l'utilisation de ces déchets sont nombreux et nous retenons [5] :

- La valorisation des agro-ressources en tant que matière première disponible, renouvelable et bon marché,
- La répercussion positive sur le prix de revient du ca obtenu,
- Un impact socio-économique certain sur les populations locales : création d'activités génératrices d'emploi et, dans la mesure du possible non polluantes,
- Un impact positif du point de vue écologique et environnemental.

Cependant, pour que l'utilisation de ces adsorbants devienne plus effective, les recherches se sont orientées vers l'étude des mécanismes régissant la fixation des molécules de colorants sur les grains (fibres) des adsorbants et de l'augmentation de la surface spécifique et des pores du charbon actif en agissant sur le mode préparation des adsorbants.

C'est dans ce cadre que s'inscrit ce travail de recherche dont l'objectif général est l'optimisation de la capacité d'adsorption de charbon actif issu de la coque d'arachides pour l'élimination du colorant jaune en milieu aqueux. Spécifiquement il s'agira de :

- Comparer la capacité d'adsorption de trois charbons actifs issus de trois espèces différentes d'arachide ;
- Déterminer les facteurs de production d'un charbon actif à capacité optimale d'adsorption,
- Caractériser et appliquer le charbon actif obtenu à l'élimination du colorant jaune

2 MATÉRIELS ET MÉTHODE

2.1 MATÉRIELS DE LABORATOIRE

L'appareillage comprend : une étuve de marque Memmert, une balance Denver Instrument S-602, un four à moufle de marque Nabertherm, des agitateurs magnétiques Hanna instruments, un pH-mètre de marque Hanna, un spectrophotomètre de marque AL 800 Aqualytic.

Les réactifs utilisés sont : l'acide phosphorique (H_3PO_4) de pureté 85%, l'iodure de potassium de pureté 99-100,5% ; l'acide sulfurique de pureté 95-98% ; l'iode de pureté 99,8-100,5% ; le thiosulfate de sodium de pureté 100% ; l'acide acétique de pureté 98% ; les grumeaux d'hydroxyde de sodium de 100% ; l'acide chlorhydrique (HCl) 0,1N de pureté 98%. Ces produits commerciaux sont pour la plupart fournis par Panreac, Prolabo et Expertise chimique sarl.

2.2 MATÉRIEL BIOLOGIQUE

Le matériel biologique utilisé est la coque d'arachide ou *Arachis hypogaea* (légumineuse originaire de l'Amérique du nord) du fait de sa disponibilité locale en grande quantité. Ces coques proviennent de trois villes du nord de la Côte d'Ivoire : Mankono, Séguéla et Kani représentant trois variétés différentes de coques. Les coques d'arachides de Mankono sont issues

de la sous-espèce *hypogaea* (*Arachis hypogaea ssp. hypogaea*) du type *Virginia* et les coques d'arachides de Séguela et Kani sont issues de la sous-espèce *fastigiata* (*Arachis hypogaea ssp. fastigiata*) du type *Spanish*.

2.3 MÉTHODE

2.3.1 PRÉPARATION DU CHARBON ACTIF ISSU DES TROIS VARIÉTÉS DE COQUES

Les coques d'arachide sont lavées (élimination de résidus) puis séchées 75°C pendant trois jours. Ensuite, une quantité de ce matériau est préalablement découpée en petits morceaux et imprégnée dans une solution d'acide orthophosphorique à 10% pendant 24 heures suivi d'un séchage à l'étuve à 75°C durant 72h. Une fois séché, le matériau subit une pyrolyse à 450°C pendant 1 heure 30 min. Après calcination, le charbon obtenu est refroidi et rincé plusieurs fois avec de l'eau distillée jusqu'à l'obtention d'une eau de rinçage de pH compris entre 6 et 7 puis séché à nouveau à l'étuve à 75°C durant 72h. Enfin, le charbon est broyé à l'aide d'un mortier puis tamisé pour homogénéiser la taille des particules.

2.3.2 PRÉPARATION DU CHARBON ACTIF OPTIMISÉ ISSU DE LA COQUE D'ARACHIDE DE KANI

2.3.2.1 OPTIMISATION PAR LES PLANS D'EXPÉRIENCES

❖ Choix des facteurs

La capacité d'adsorption d'un charbon actif dépend de nombreux facteurs et des conditions de sa préparation [6]. Dans le présent travail, trois (3) facteurs ont été pris en compte dans le cadre du plan d'expériences. Il s'agit : de la teneur en agent d'activation chimique, la durée de pyrolyse et la température d'activation. Le choix de ces facteurs se justifie par l'importance de leur influence sur le pouvoir adsorbant lors de la préparation d'un charbon actif [7].

❖ Domaine expérimental

Les domaines expérimentaux des facteurs variables sont définis dans le **tableau VII**. Pour étudier l'effet de différents facteurs sur la qualité des charbons actifs obtenus, nous avons choisi comme réponse (Y) la capacité d'adsorption d'iode (mg/g).

Tableau 1. Domaine expérimental

| Facteurs | Niveau bas (-) | Niveau haut (+) |
|------------------------------------|----------------|-----------------|
| Température d'activation (X_1) | 400°C | 600°C |
| Concentration en acide (X_2) | 10% | 30% |
| Durée de calcination (X_3) | 1h | 3h |

❖ Construction de la matrice d'expériences

La matrice d'expériences est le tableau qui indique le nombre d'expériences à réaliser avec la façon de faire varier les facteurs et l'ordre dans lequel il faut réaliser les expériences.

Dans le présent travail, avec trois (3) facteurs, la matrice d'expériences factorielle complète est formée de $2^3= 8$ combinaisons décrites dans le **tableau VIII**.

Tableau 2. Matrice d'expériences factorielle 2^3

| Essai | X_1 | X_2 | X_3 |
|-------|-------|-------|-------|
| 1 | -1 | -1 | -1 |
| 2 | +1 | -1 | -1 |
| 3 | -1 | +1 | -1 |
| 4 | +1 | +1 | -1 |
| 5 | -1 | -1 | +1 |
| 6 | +1 | -1 | +1 |
| 7 | -1 | +1 | +1 |
| 8 | +1 | +1 | +1 |

❖ Matrice des effets

La matrice des effets servant au calcul des coefficients du modèle, s'obtient en ajoutant à gauche de la matrice d'expériences, une colonne ne contenant que des +1, correspondant à la variable X_0 . Les autres colonnes qui correspondent aux interactions des différents facteurs s'obtiennent en effectuant le produit ligne à ligne des colonnes des facteurs correspondants.

❖ Calcul des coefficients du modèle

Chaque coefficient se calcule en prenant la somme des réponses, chacune d'elles étant affectée du signe de la colonne correspondante à ce coefficient, divisé par le nombre d'essais.

2.3.2.2 PRÉPARATION DU CHARBON ACTIF

Les coques d'arachide sont lavées (élimination de résidus) puis séchées à 75°C pendant trois jours. Ensuite, une quantité de ce matériau est préalablement découpée en petits morceaux et imprégnée dans des solutions d'acide orthophosphorique à 10% ou 30% pendant 24 heures suivi d'un séchage à l'étuve à 75°C durant 72h. Une fois séché, le matériau subit une pyrolyse à 400 ou 600°C respectivement pendant 1 ou 3 heures. Après calcination, le charbon obtenu est refroidi et rincé plusieurs fois avec de l'eau distillée jusqu'à l'obtention d'une eau de rinçage de pH compris entre 6 et 7 puis séché à nouveau à l'étuve à 75°C durant 72h. Enfin, le charbon est broyé à l'aide d'un mortier puis tamisé pour homogénéiser la taille des particules.

2.3.3 CARACTÉRISATION DU CHARBON ACTIF

L'issue du processus d'optimisation des conditions de préparation de charbons actifs par le plan factoriel complet, on a obtenu un charbon actif CA_{opt} de capacité d'adsorption (indice d'iode) optimale dans le domaine expérimental défini. Des tests physico-chimiques ont été faits sur ce charbon préparé pour apprécier sa qualité et sa performance. Dans cette étude, on a déterminé le degré d'activation, le taux de cendre, la capacité d'adsorption, la surface spécifique, fonction de surface et la porosité par Microscope Electronique à Balayage (M.E.B).

2.3.3.1 DEGRÉ D'ACTIVATION

Le rendement est une caractéristique quantitative importante pour les charbons actifs. Elle traduit la perte de masse lors de la pyrolyse. Cette perte de masse indique le degré d'activation habituellement appelé burn-off [8]. L'expression du rendement massique est donnée par la formule suivante :

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

2.3.3.2 TAUX DE CENDRE

Le taux de cendre est le critère utilisé pour déterminer le taux en matière minérale contenue dans les matières végétales. Il dépend du traitement subi par la matière [9]. Il est déterminé de la manière suivante :

Dans un creuset sec de masse m_0 on place 1g de charbon actif et on pèse m_1 . Le creuset est ensuite placé dans un four à 650°C pendant 3 heures jusqu'à obtention de la cendre. Après refroidissement on pèse m_2 .

Le taux de cendre se détermine à partir de la formule :

$$CT(\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

2.3.3.3 INDICE D'IODE

L'indice d'iode est une des méthodes permettant de mesurer la capacité d'adsorption d'un charbon [10]. Il est déterminé selon le protocole suivant :

Dans un bêcher de 100 mL, on pèse environ $m = 0,5$ g de charbon préalablement séché à l'étuve à 110°C pendant 24 h auquel on ajoute 20 mL de la solution d'iode à 0,02 N. Le tout est agité pendant 5 mn. Le mélange est filtré sur papier filtre

sans cendre et on prélève 10 mL du filtrat que l'on met dans un erlenmeyer. A partir d'une burette, du thiosulfate de sodium de concentration 0,1 mol. L⁻¹ est versé dans l'erlenmeyer contenant le filtrat jusqu'à la décoloration totale de la solution ; soit V_{thio} le volume en mL de thiosulfate juste nécessaire [11].

L'indice d'iode est donné par la relation suivante :

$$\text{Indice d'iode (mg/g)} = 25,4 \times (20 - V_{\text{thio}}) / m$$

2.3.3.4 SURFACE SPÉCIFIQUE

La détermination de la surface spécifique a été faite selon la méthode de l'acide acétique, basée sur l'adsorption de la molécule d'acide acétique [12]. Le protocole est le suivant :

Dans des erlenmeyers, on met une masse (m) de 1g de charbon et un volume d'environ 50 ml d'acide acétique de concentration initiales C_i variable, 0,02 ; 0,05 ; 0,1 et 0,15 mol. L⁻¹ y est ajouté. Ces erlenmeyers sont ensuite fermés puis agités régulièrement pendant 1 h. Le mélange est laissé au repos durant 1 h avant d'être filtré. Après la filtration, un volume de 10 mL de la solution filtrée est titré par une solution d'hydroxyde de sodium de concentration 0,1 mol. L⁻¹, ce qui permet de connaître la concentration à l'équilibre C_e.

La capacité d'adsorption du charbon à l'équilibre Q_e (mol/g) est donnée par :

$$Q_e = \frac{(C_i - C_e) \times V}{m}$$

Avec V, le volume d'acide acétique versé dans chaque erlenmeyer, en Litre.

Pour déterminer la surface spécifique S_L(m²/g), on écrit l'équation de Langmuir sous la forme linéaire suivante :

$$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{C_e}{Q_0} + \frac{1}{K_L \times Q_0}$$

Où

Q₀ : capacité maximale d'adsorption

K_L : constante de Langmuir liée à la température et au système adsorbant-adsorbat.

On peut alors déduire respectivement Q₀ et K_L à partir de la pente et de l'ordonnée à l'origine de la courbe C_e/Q_e=f(C_e). La connaissance de Q₀ permet de déterminer la surface spécifique à travers l'équation suivante :

$$S_L = N_A \times S \times Q_0$$

Avec :

N_A : nombre d'Avogadro (6,022 10²³ mol⁻¹)

S : aire occupée par la molécule de l'acide acétique (21Å²).

2.3.3.5 ANALYSE PAR LE MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. Le principe du MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui en réponse réémet certaines particules. Ces particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface. L'outil utilisé dans le cadre de ce travail est le MEB/EDS à Pression Variable de la D.C.A.R. (MEB FEG Supra 40 VP Zeiss). Ce MEB est équipé d'un détecteur de rayons-X (OXFORD Instruments) relié à une plateforme de microanalyseur EDS (Inca Dry Cool, sans Azote liquide).

2.3.3.6 FONCTION DE SURFACE

Les fonctions de surface ont été déterminées par la méthode de Boehm [13] basée sur le dosage de chaque type de fonction (acide ou basique). Les fonctions carboxyliques, lactones et phénols sont dosées avec des bases de force croissante (NaHCO₃, Na₂CO₃, NaOH). La basicité totale est déterminée selon le même principe, avec de l'acide chlorhydrique HCl. Le protocole expérimental se présente comme suit:

- 0,5 g de charbon actif sec est mis en contact avec 50 mL de chacune des solutions aqueuses à 0,1 M de NaHCO_3 , Na_2CO_3 , NaOH et de HCl . Chaque solution est agitée pendant 24 heures, afin de s'assurer qu'un maximum de groupements de surface du charbon actif a réagi.
- Après filtration, on dose par pH-métrie (dosage en retour) chacune des cinq solutions. Les solutions basiques sont dosées par l'acide chlorhydrique 0,1 M, la solution acide par la soude 0,1 M.

2.3.4 PROCÉDURE D'ADSORPTION

Les essais d'adsorption ont été menés en réacteur batch, une quantité de 0,5 g de charbon actif a été mise en contact avec un volume de 25 mL de la solution de colorant dont la concentration initiale est égale à 250 mg/L. A la température ambiante, le mélange est agité à la vitesse de 150 rpm à l'aide d'un agitateur et à des temps variant de 5 min à 180 min (5 ; 8 ; 10 ; 15 ; 20 ; 30 ; 40 ; 60 ; 80 ; 100 ; 120 ; 140 ; 160 ; 180 min). L'absorbance de la suspension obtenue après centrifugation est mesurée au spectrophotomètre UV-Visible, ensuite la concentration résiduelle C_r du colorant est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage. Le taux d'adsorption du colorant sur le CA est obtenu par :

$$\text{Taux d'adsorption (\%)} = \frac{C_0 - C_r}{C_0} \times 100$$

3 RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1 COMPARAISON DE LA CINÉTIQUE D'ÉLIMINATION DES COLORANTS JAUNE ET BLEU PAR LES CHARBONS ACTIFS CAM, CAS ET CAK

Afin de choisir l'espèce de coques d'arachides la mieux adaptée à l'élimination des colorants (Jaune et bleu), l'on a étudié le comportement des CAK, CAM et CAS placées en suspension. Les **figures 5** indiquent les résultats que l'on a obtenu.

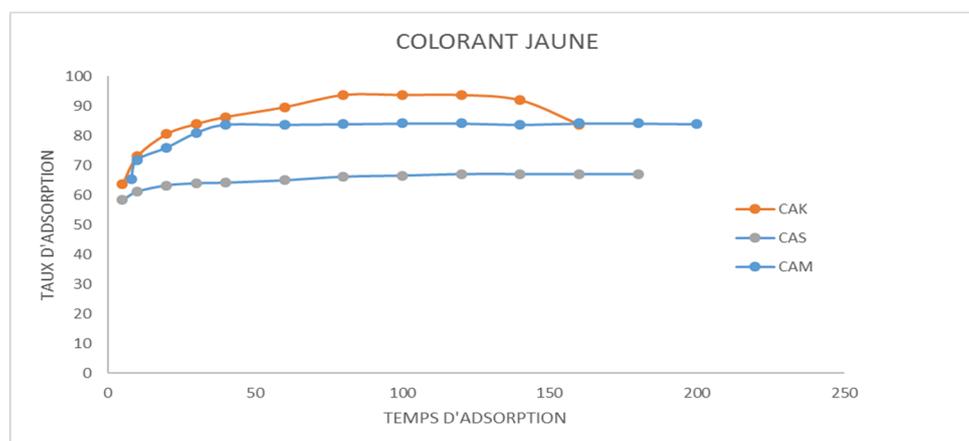


Fig. 1. Temps d'équilibre du colorant jaune

La **Figure 5** présente l'évolution du taux d'adsorption du colorant jaune sur trois charbons actifs (CAK, CAM et CAS) en fonction du temps. L'équilibre est atteint à partir 80 minutes.

L'évolution des courbes de rétention des charbons actifs comprend trois phases. L'on note une première phase très rapide, puis d'une seconde de rapidité moyenne, pour enfin aboutir à un palier de saturation. **Monarez (2004)[14]** explique le phénomène par l'existence d'une première étape d'adsorption de colorant sur des sites facilement accessibles, suivie d'une diffusion moléculaire de ces colorants vers des sites d'adsorption moins accessibles avant d'atteindre un équilibre d'adsorption où tous les sites sont occupés.

Des résultats, l'on pourrait observer que le taux de décoloration du colorant jaune atteint dans cette expérience est de 93,79% pour le CAK, de 84,2% pour le CAM et de 66,2% pour le CAS. Le charbon CAK adsorbent mieux que les charbons actifs

CAS et CAM. Ces différences de capacité d'adsorption sont expliquées par une différence au niveau de l'aire spécifique et de la porosité qui interviennent au niveau du nombre de sites d'adsorption disponible ainsi qu'au niveau de l'accessibilité aux sites [15]. Pour la suite, l'on utilisera les coques d'arachides de Kani pour l'étude.

3.2 PARAMÈTRES D'OPTIMISATION DU CHARBON ACTIF

3.2.1 ETABLISSEMENT DE L'ÉQUATION DU MODÈLE

Une équation du modèle a été établie dans le but d'analyser la corrélation entre les variables (température de carbonisation, concentration en agent activant et durée de carbonisation) et la réponse (indice d'iode). Trois essais au centre du domaine ont été réalisés, pour déterminer l'erreur expérimentale et aussi pour la reproductibilité de chacune des expériences. La matrice d'expérience et des réponses est donnée dans le **tableau X** ci-dessous.

Tableau 3. Matrice d'expérience et des réponses

| Essai | X ₁ | X ₂ | X ₃ | Y(mg/g) |
|-------|----------------|----------------|----------------|---------|
| 1 | -1 | -1 | -1 | 873,76 |
| 2 | +1 | -1 | -1 | 838,20 |
| 3 | -1 | +1 | -1 | 934,72 |
| 4 | +1 | +1 | -1 | 899,16 |
| 5 | -1 | -1 | +1 | 914,40 |
| 6 | +1 | -1 | +1 | 833,12 |
| 7 | -1 | +1 | +1 | 955,04 |
| 8 | +1 | +1 | +1 | 944,88 |

Toutes les réponses ont été utilisées pour développer une équation du modèle linéaire avec interaction d'ordre deux entre chaque réponse et les trois variables codées. Ce modèle s'écrit sous la forme suivante ;

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3$$

Les estimations et les statistiques des différents coefficients du polynôme sont présentées dans le **tableau XI**. Le test de significativité de chaque coefficient du modèle a été exécuté en considérant qu'un coefficient est statistiquement significatif si sa valeur absolue est supérieure à deux fois l'écart-type [16].

Tableau 4. Estimation et statistiques des coefficients

| Nom | Coefficient | Ecart-type |
|-----------------|-------------|------------|
| b ₀ | 899,16 | 5,86 |
| b ₁ | -20,32 | 5,86 |
| b ₂ | 34,29 | 5,86 |
| b ₃ | 12,7 | 5,86 |
| b ₁₂ | 8,89 | 5,86 |
| b ₁₃ | -238,76 | 5,86 |
| b ₂₃ | 104,0 | 5,86 |

L'équation du modèle complet s'écrit :

$$Y = 899,16 - 20,32X_1 + 34,29X_2 + 12,7X_3 + 8,89X_1X_2 - 238,76X_1X_3 + 104X_2X_3$$

L'analyse du tableau montre que les trois facteurs ont une influence significative sur la capacité d'adsorption des charbons préparés. En effet, on note qu'en valeur absolue, les coefficients principaux sont tous supérieurs à deux fois la valeur de l'erreur-type expérimentale (11,72). Par ailleurs, les effets d'interaction (X₁X₃ et X₂X₃) sont significatifs sur l'adsorption. En définitive, l'équation de la capacité d'adsorption en fonction des différents facteurs est indiquée par le modèle mathématique :

$$Y = 899,16 - 20,32X_1 + 34,29X_2 + 12,7X_3 - 238,76X_1X_3 + 104X_2X_3$$

3.2.2 DÉTERMINATION DES VALEURS DES PARAMÈTRES D’OPTIMISATION DU CHARBON ACTIF CAK

3.2.2.1 INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE DE CARBONISATION

Lorsque la température d’activation passe de 400°C à 600°C, la capacité d’adsorption diminue de 40,64 mg/g ($2 \times b_1$). Il ressort ainsi qu’une élévation de la température entraîne une diminution de la capacité d’adsorption du charbon actif. Ceci serait dû au fait que la coque d’arachide est un matériau moins dense et de texture plus friable [17]. En effet, en comparant la capacité d’adsorption de la noix de coco, du bois d’eucalyptus et la coque d’arachide, **Gueye (2015)[7]** a mis en évidence l’augmentation de la capacité d’adsorption du charbon actif issus de la noix de coco et du bois d’eucalyptus par une élévation de la température de pyrolyse, au contraire de la coque d’arachide moins dense que les deux autres matériaux. Ces résultats sont également en accord avec ceux trouvés par **Sido-Paabyan et al, (2009) [17]**.

3.2.2.2 INFLUENCE DE LA CONCENTRATION EN AGENT ACTIVANT (H₃PO₄)

Lorsque la concentration en acide phosphorique passe de 10% à 30%, la capacité d’adsorption augmente de 68,58mg/g. En effet, l’augmentation de la concentration en H₃PO₄ favorise une élévation de l’indice d’iode. Cette assertion est soutenue par certains auteurs [18] qui ont étudié l’effet de la concentration en H₃PO₄ sur l’indice d’iode.

3.2.2.3 INFLUENCE DE LA DURÉE DE CARBONISATION

La capacité d’adsorption augmente de 25,4 mg/g lorsque la durée de carbonisation passe de 1h à 3h. Une augmentation du temps a donc une action positive sur les propriétés d’adsorption du charbon actif. Des résultats similaires ont été trouvés par **Benrachedi (1998) [19]**.

3.2.2.4 ETUDE DES INTERACTIONS

Les diagrammes ci-dessous (**figure 7**) permettent de visualiser les interactions entre la température et la durée de carbonisation puis entre la concentration en H₃PO₄ et la durée de carbonisation.

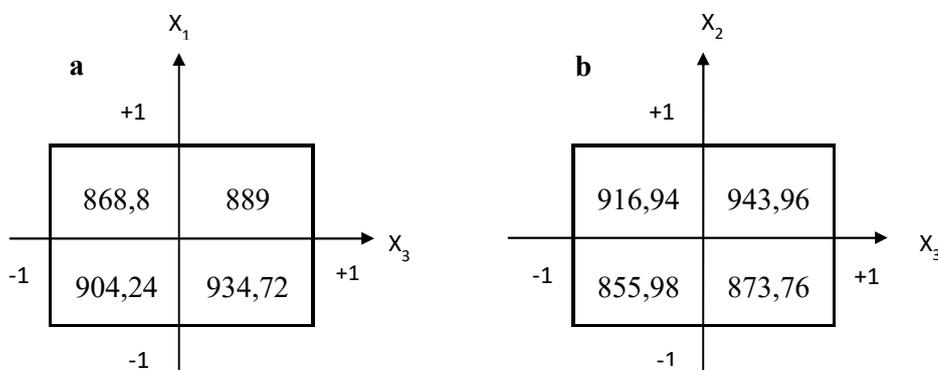


Fig. 2. Diagramme des interactions

L’interaction entre la température et la durée de carbonisation est maximale pour $X_1 = -1$ et $X_3 = +1$ en outre celle entre la concentration de l’agent activant et la durée de carbonisation est maximale pour $X_2 = +1$ et $X_3 = +1$.

3.2.3 VALEURS DES PARAMÈTRES D’OPTIMISATION DU CHARBON ACTIF CAK

En conséquence, les conditions expérimentales optimales de préparation de charbon actif possédant la meilleure capacité d’adsorption possible déterminée à partir de l’indice d’iode, sont consignées dans le **tableau XII**.

Tableau 5. Conditions optimales préparation du charbon actif

| Température de carbonisation | Concentration de l'agent activant | Durée de carbonisation |
|------------------------------|-----------------------------------|------------------------|
| 400°C | 30% | 3h |

3.3 CARACTÉRISATION DU CHARBON ACTIF CAK OPTIMISÉ

3.3.1 CARACTÉRISATION PHYSIQUE DU CHARBON ACTIF CAK OPTIMISÉ

Les résultats pour la caractérisation du charbon sont résumés dans le **tableau XIII**.

Tableau 6. Propriété physico-chimiques du C.Aopt

| Paramètres | Taux de cendre (%) | Degré d'activation (%) | Indice d'iode (mg/g) | Surface spécifique (m ² /g) |
|------------|--------------------|------------------------|----------------------|--|
| Résultats | 3,1 | 24 | 955,04 | 706,92 |

3.3.1.1 TAUX DE CENDRE

La valeur obtenue pour le taux de cendre est 3,1%. Cette valeur est inférieure à celle (2,71%) obtenue par Nait-Merzoug et al. (2016)[20] avec du charbon actif issu des grignons d'olives. Les cendres sont constituées de sels de calcium et d'oxydes métalliques. Plus le taux de cendre est bas, meilleur est le charbon actif. Ce taux augmente généralement avec l'étape de régénération. [21].

3.3.1.2 DEGRÉ D'ACTIVATION

Le taux du degré d'activation obtenue au cours de cette étude est de 24%. Cette valeur est inférieure 50% ; ce constat indique que le charbon actif issu de la coque d'arachide aurait une tendance à la microporosité et à la mésoporosité [22]. Mais, selon **Meljac (2004) [23]**, la mésoporosité serait plus probable, car ce charbon actif provient de la coque d'arachide qui est un matériau de faible densité.

3.3.1.3 INDICE D'IODE

L'indice d'iode est mesuré pour évaluer la capacité d'adsorption du charbon actif, notamment la capacité d'adsorption dans les micropores, pores de dimensions comprises entre 1,0 et 1,5 nm [24]. Pour qu'un charbon actif ait la capacité d'adsorber les petites molécules, son indice d'iode doit être compris entre 600 et 1100 mg/g. La valeur de l'indice d'iode obtenue au cours de cette étude est de 955,04 mg/g ; ainsi ce charbon actif serait capable d'éliminer des eaux contaminées par de grosses, moyennes et petites molécules. Cette valeur est comparable à celle obtenue par **Mamane et al (2016)[4]**. En effet, à partir de charbons préparés avec les coques de *Balanites Eagyptiaca* par activation par H₃PO₄ à 600°C, ces derniers ont obtenu une valeur de 964,47 mg/g. c'est aussi le cas de **Mohammad et al (2007) [25]** qui ont obtenu des résultats similaires avec du charbon actif issu de coque du pistache, de la noix, de l'amande et de la datte imprégnées par l'acide phosphorique. Les valeurs obtenues sont respectivement de 955, 953, 1070 et 891 mg/g.

3.3.1.4 SURFACE SPÉCIFIQUE

Tableau 7. Paramètres du modèle de Langmuir

| R ² | Q _o (mol/g) | K _L (L/mg) | S (m ² /g) |
|----------------|------------------------|-----------------------|-----------------------|
| 0,9784 | 0,00559 | 1,8564 | 706,92 |

La valeur de la surface spécifique du charbon actif optimisé est de 706,92 m²/g. Cette valeur est comprise entre 500 à 1500 m²/g indiquée dans la littérature comme étant l'intervalle des valeurs indicatives de charbons actifs possédant un bon pouvoir adsorbant [26]. Ainsi, ce charbon actif optimisé serait conforme aux normes de la surface spécifique des CA ayant un bon pouvoir adsorbant. Cependant la valeur obtenue dans la présente étude n'est pas très proche de celle obtenue par **Gueye (2009)[27]** qui a produit des charbons actifs de coques d'arachides par imprégnation à l'aide de H₃PO₄. Cette différence pourrait s'expliquer par la méthode d'activation et la technique d'évaluation de la surface spécifique utilisées. **Gueye (2009) [27]** a

activé les coques d'arachide avec H_3PO_4 (25% et 35%) à 450°C puis 600°C. Le procédé utilisé dans la présente étude est l'imprégnation avec H_3PO_4 à 30% suivi de la calcination à 400°C. La technique d'évaluation de la surface spécifique utilisée par **Gueye (2009) [27]** pourrait être, également, une des causes de l'écart constaté. La technique de **Gueye (2009) [27]** est basée sur la méthode de bleu de méthylène. Cette méthode utilise le bleu de méthylène liquide dont le diamètre est plus grand que celui de l'acide acétique. L'acide acétique mesure toute la surface spécifique du charbon actif y compris celle des mésopores majoritaires. Le bleu de méthylène ne mesure que les surfaces des méso et macropores.

3.3.1.5 ANALYSE PAR LE MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE PAR BALAYAGE

Une étude morphologique, par observation au microscope électronique à balayage (MEB), a été réalisée afin d'analyser la structure des particules de charbon et leur texture. Les observations à différents grossissements du charbon sont présentées sur les figures 8.

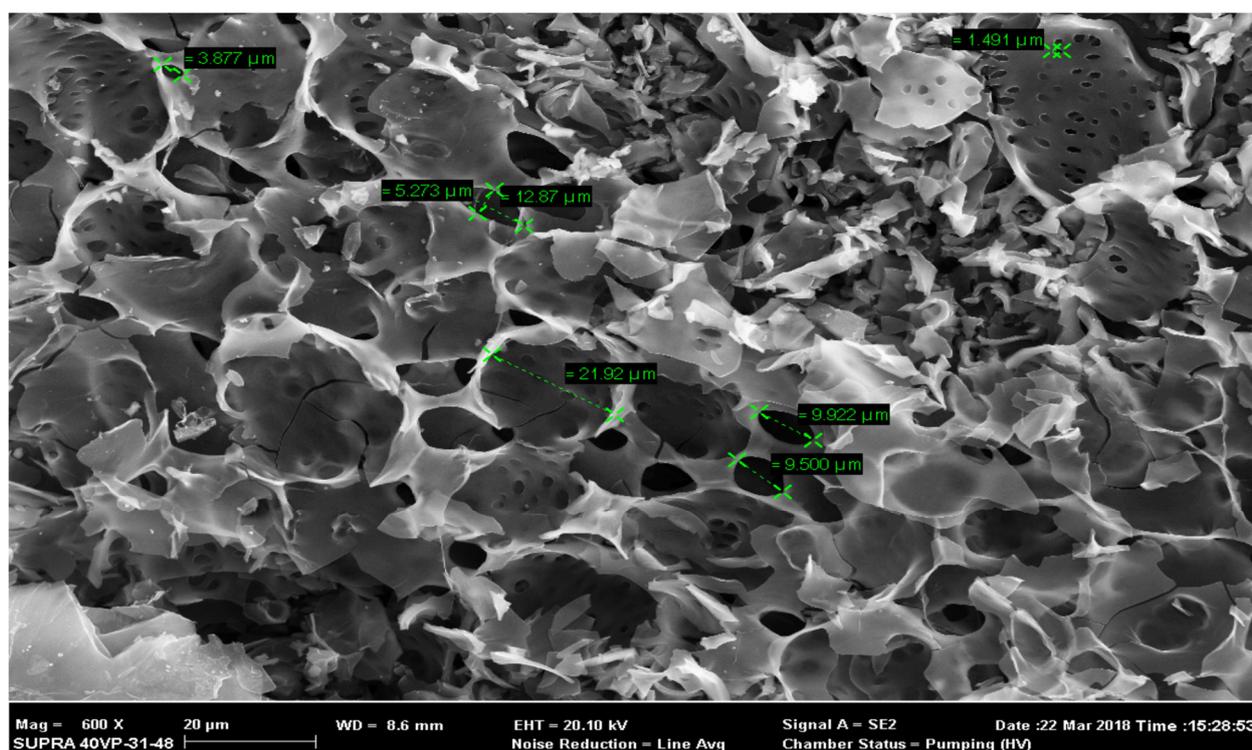


Fig. 3. Image MEB du C.Aopt à l'échelle 20 μm.

Les images font apparaître une distribution hétérogène de pores sur les particules de charbon, avec des tailles allant de 1 à 25 μm. En effet, le but de l'examen par la MEB est d'illustrer la porosité, surtout celle créée par l'activation. Une porosité développée permet d'augmenter la surface spécifique du charbon et, en conséquence, le nombre de sites actifs sur lesquels peuvent se fixer éventuellement les molécules [5]. De même, une observation à fort grossissement révèle la présence d'une porosité interne avec des tailles de pore de l'ordre du μm. Cette porosité interne va contribuer à accroître la surface spécifique et contribuer à augmenter la capacité d'adsorption.

3.3.2 CARACTÉRISATION CHIMIQUE DU CHARBON ACTIF CAK OPTIMISÉ : FONCTIONS DE SURFACE

Les fonctions de surface du charbon actif ont été déterminées par la méthode de **Boehm [13]**. Les résultats sont consignés dans le **tableau XV**.

Tableau 8. Fonctions de surface du charbon actif

| Carboxyliques (még/g) | Lactoniques (még/g) | Phénoliques (még/g) | Acidité totale (még/g) | Basicité totale (még/g) |
|-----------------------|---------------------|---------------------|------------------------|-------------------------|
| 5,76 | 0,28 | 2,04 | 8,08 | 0,64 |
| 71,3% | 3,5% | 25,2% | 92,7% | 7,3% |

L'analyse du **tableau XV** montre que le charbon présente des fonctions de surfaces mixtes : acide et basique. Cependant, la présence de sites acides et de sites basiques sur le charbon actif suggère pour le charbon la possibilité d'adsorber aussi bien des adsorbats anioniques que cationiques. Ces mêmes observations ont été faites par **Bamba et al (2009) [28]**. Selon **Mezerette et Vergnet (1994) [29]**, Les groupements fonctionnels à la surface du charbon actif pourraient trouver leur origine dans les processus d'activation.

Les groupements fonctionnels à la surface du charbon pourraient également, être nés des liaisons entre l'oxygène et les différents atomes présents dans le matériau précurseur : hydrogène, chlore, soufre, azote, etc. Plusieurs auteurs dont **Crini et Bardot (2008) [30]** soutiennent cette assertion. Selon eux, ces éléments deviennent partie intégrante de la structure chimique pendant le processus d'activation, sous la forme de fonctions de surface.

Les caractéristiques déterminées dans ce chapitre permettent d'apprécier la qualité du charbon obtenu. En effet, l'échantillon est d'autant meilleur qu'il a un faible taux de cendre et une grande surface spécifique. Cependant, il est indispensable de mener des tests d'adsorption avec celui-ci afin d'être situé sur sa réelle capacité d'adsorption.

3.4 ETUDE DE L'ADSORPTION SUR LE CHARBON ACTIF OPTIMISÉ

Les **figures 12** présentent la cinétique de rétention des colorants Jaune et Bleu sur le charbon actif optimisé.

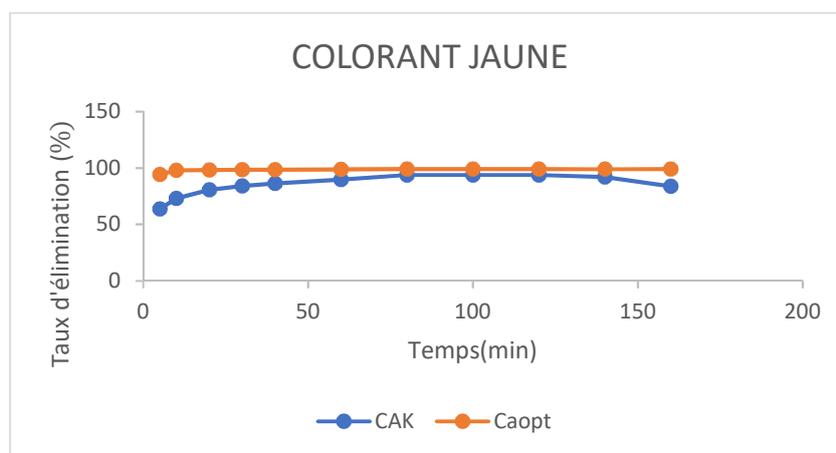


Fig. 4. Evolution du taux d'adsorption du CJ

L'observation de la figure 12 permet de noter une capacité plus importante du CAopt à adsorber les colorants que CA non optimisé. En effet, le taux de rétention du colorant Jaune passe de 93,79% à 98,93%. Cette amélioration de la cinétique d'élimination est due à la surface spécifique et du volume des pores du C.Aopt qui serait plus important par rapport à celui du CAK. En un mot, cette amélioration est liée à l'opération d'optimisation. En effet, Selon **Kouadio et al. (2017) [22]**, l'activation a pour objet de créer des pores dans la matière carbonée, l'augmentation de la température et du temps de la réaction aurait pour effet la création de nouveaux pores et l'élargissement des volumes de pores existants. Par conséquent la surface spécifique devient de plus en plus importante avec l'accroissement de la température et du temps d'activation. Il en est de même pour le ratio d'imprégnation pour l'activation par voie chimique [24].

4 CONCLUSION

L'objectif général de cette étude étant l'optimisation de la capacité d'adsorption de charbon actif issu de la coque d'arachides pour l'élimination du colorant jaune 11 en milieu aqueux, l'étude a été réalisée suivant trois articulation : Comparaison de la cinétique d'élimination des colorants jaune et bleu en milieu aqueux au contact de charbons actifs issus de

trois espèces de coques d'arachide, détermination des facteurs de production d'un charbon actif à capacité d'adsorption optimale ; enfin, caractérisation et application du charbon actif obtenu à l'élimination des colorants jaune et bleu en milieu aqueux.

Au terme des travaux nous avons pu relever les constatations et conclusions suivantes :

- L'équilibre d'adsorption du colorant jaune sur les trois types de charbons actifs est atteint à partir 80 minutes,
- La rétention des colorants par les trois charbons actifs montre que, d'une manière générale, le CAK a une grande capacité d'adsorption que CAM et CAS,
- Quel que soit le charbon actif, le phénomène d'adsorption comprend trois phases : une première phase très rapide ; puis, une seconde de rapidité moyenne et un troisième aboutissant à un palier de saturation,
- Les conditions de production d'un charbon actif à capacité de rétention optimale à partir de la coque d'arachide est de :400°C pour la température de carbonisation, 30% pour la concentration de l'agent activant (H₃PO₄) et de 3 heures pour le temps de carbonisation.
- Le charbon préparé dans les conditions optimales présente les caractéristiques suivantes : 3.1% de taux de cendre, 24% de degré d'activation, l'indice d'iode est de 955.04 mg/g et la surface spécifique est de 706.92 m²/g.
- Le dosage des fonctions de surfaces révèle que le charbon actif a une surface majoritairement acide (8,08 méq/g, soit 92,7% de la surface totale). Les sites basiques représentent 7,3% de la surface. Ce fort caractère acide provient des acides carboxyliques (71.3% environ), des phénols (25.2% environ).
- Les résultats de l'essai d'adsorption montrent que le taux d'adsorption du colorant est élevé et atteint environ 99% et peuvent justifier l'utilisation de ce charbon dans le traitement des eaux notamment en ce qui concerne l'élimination de micropolluants de l'eau.

En définitive, on retient que le charbon obtenu à partir des coques d'arachides de Kani imprégnés dans de l'acide orthophosphorique 30%, préparé à 400°C pendant 3h est tout à fait adapté à la récupération d'importantes quantités de colorants jaune avant qu'il ne soit rejeté dans la nature.

REFERENCES

- [1] Z. M. Mexent, Elimination des ions Mn (II) des solutions aqueuses par adsorption sur des charbons actifs préparés à partir des coques de noix de noisette. Mémoire de Master, Ecole Normale Supérieure de Libreville, Gabon, 2012.
- [2] T. Hassen, Etude de la dégradabilité et de la toxicité des colorants par ozonation et photocatalyse, Thèse de doctorat, Université de Monastire, 2014.
- [3] D. Wintgens, A. Lavanchy, H. F. Stoeckli, "Static Adsorption by active Carbons of vapour Mixtures corresponding to immiscible Liquids," *Adsorption Science and Technology*, vol 17, 9, pp. 761-769, 1999.
- [4] O. S. Mamane, Z. Adamou, D. Ibrahim, N. Ibrahim, "Préparation et caractérisation de charbon actifs à base de coques de Balanites Eagyptiaca et de Zizyphus Mauritiana," *J. Soc. Ouest-Afr. Chim*, 41, pp. 59-67, 2016.
- [5] M. Trachi, N. Bourfils, S. Benamara, H. Gougam, "Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de la coquille d'amande (*Prunus amygdalus*)," *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 18, pp. 492-502, 2014.
- [6] S. Gueu, Traitement de la pollution métallique et organique par les charbons actifs des coques de noix et des grains de palmistes, Thèse de doctorat, Université de Cocody-Abidjan, Côte-d'Ivoire, 2007.
- [7] M. Gueye, Développement de charbon actif à partir de biomasses lignocellulosiques pour application dans le traitement de l'eau. Thèse de doctorat, 2IE ouagadougou, 2015.
- [8] I. E. Fernandez, Etude de la carbonisation et de l'activation de précurseurs végétaux durs et mous ; Thèse de Doctorat ; Université de Neuchatel ; Institut de chimie, Décembre 2002.
- [9] B. Faouzia, Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture, mémoire de magister, Université Ferhat Abbas Setif-1, Algérie, 2014.
- [10] K. N. Aboua, Optimisation par le plan factoriel complet des conditions de production de charbon actif et son utilisation pour l'élimination de colorants et métaux lourds en solution aqueuses, Thèse de Doctorat, Université Felix Houphouet Boigny d'Abidjan, Cote- d'ivoire, 2013.
- [11] M. L. Ba, Adsorption des métaux lourds dans les eaux usées par des charbons actifs préparés à partir de biomasses locales. Mémoire de Master, Institut International d'Energie de l'eau et de l'environnement, Ouagadougou, Burkina Faso, 2008.

- [12] J. Avom, J. M. Ketcha, M. R. L. Matip, P. GERMAIN, "Adsorption isotherme de l'acide acétique par des charbons d'origine végétale," African Journal of Science and Technology (AJST), Science and Engineering Series Vol. 2, No. 2, pp. 1-7, 2001.
- [13] H.P. Boehm, "Some aspects of the surface chemistry of carbon black and other carbon," Carbon, 32, pp. 759-769, 1994.
- [14] I. M. Monarez, Rétention de pesticides dans les sols des dispositifs tampon, enherbés et boisés rôle des matières organiques. Thèse de doctorat, institue agronomique Paris-Grignon, France, 2004.
- [15] N. Bouziane, Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. Magister en chimie. Département de Chimie. Faculté des Sciences Exactes. Université Mentouri de Constantine. Algerie, 2007.
- [16] E. Assidjo, B. Yao, E. Akou and G. Ado, "Optimisation of the treatment conditions of cocoa butter in order to reduce non-quality," J Chemometrics 2005 ; 19, pp. 543-548, 2000.
- [17] M. Sido-Paabyan, M. Gueye, J. Blin, E. Somé, "Valorisation de résidus de biomasse en charbons actifs-Tests d'efficacité sur des bactéries et dérivés de pesticides," Sud Sciences et Technologies, n°17, 2IE, pp. 67, 2009.
- [18] M. Gueye, J. Blin et C. Brunswig, "Etude de la synthèse des charbons actifs à partir des biomasses locales par activation chimique avec H₃PO₄," campus 2IE, 6^e édition, Ouagadougou, pp. 1 4, 2011.
- [19] K. Benrachedi, "Préparation d'un charbon actif à partir d'un déchet de café," La tribune de l'eau, vol :51, pp. 35-40, 1998.
- [20] A. Nait-Merzoug, A. Benjaballah et O. Guellati, "Préparation et caractérisation d'un charbon actif a base d'un déchet agricole, Third International Conference on Energy, Materials," Applied Energetics and Pollution, ICEMAEP2016, pp. 1-6, October 30-31, 2016.
- [21] N. Sedira, Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes, MAGISTER, Faculté des Sciences et De Technologie, Département de sciences de la matière, Université Mohamed Chérif Massaadia Souk-Ahras, Alger, Algérie, 2013.
- [22] N. A. Kouadio, D. O. KRA, G. P. Atheba, P. Drogui, A. Trokourey, "Degré d'activation, surface spécifique et fonctions de surfaces de charbons actifs d'*Acacia auriculaeformis* et d'*Acacia mangium*," International Journal of Innovation and Applied Studies, Vol. 20 No. 2 May 2017, pp. 568-574, 2017.
- [23] L. Meljac, Etude d'un procédé d'imprégnation de fibres de carbone activées : Modélisation des interactions entre ces fibres et le sulfure d'hydrogène ; Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne et de l'Université Jean Monnet de Saint Etienne, Spécialité : Génie des Procédés, France, 2004.
- [24] C. K. Balogoun, M. L. Bawa, S. Osseni et M. Aina, "Préparation des charbons actifs par voie chimique à l'acide phosphorique à base de coques de noix de coco," Int. J. Biol. Chem. Sci 9(1), pp. 563-580, Février 2015.
- [25] A. Mohammad, A. R. Mohammad, A. M. Mohammad, B. S. Mohammad, "Adsorption Studies on Activated Carbon Derived Steam Char. Indian Society for Surface Science and Technology," India, 23(1-2), pp. 73-80, 2007.
- [26] O. Julien et C. Lydie, Évaluation de charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines, EPFL, Suisse, 2010.
- [27] M. Gueye, Système et étude des charbons actifs pour le traitement des eaux usées d'une tannerie, Mémoire de Master, Institut International d'Énergie de l'Eau et de l'Environnement, Ouagadougou, Burkina Faso, 2009.
- [28] D. Bamba, B. Dongui, A. Trokourey, G. E. Zoro, G. P. Atheba, R. Didier et J. V Weber, "Etudes compares des méthodes de préparation du charbon actif, suivies d'un test de dépollution d'une eau contaminée au diuron," J. Soc. Ouest-Afr. Chim 28, pp. 41-52, 2009.
- [29] C. Mezerette et L. F. Vergnet, "La voie thermochimique". In : ANONYME. Guide Biomasse Energie. Collection Etudes et filières, pp. 144-198, 1994.
- [30] G. Crini et M. P. Badot, "Traitement et épuration des eaux industrielles polluées : Procédés membranaires, bioadsorption et oxydation chimique," Presses universitaires de France-Comté, pp. 283-285, 2008.