



DEVELOPPEMENT DE CHARBONS ACTIFS A BASE DE COQUES DE BALANITES EN VU DE LA PURIFICATION DU BIOGAZ

MEMOIRE POUR L'OBTENTION DU
MASTER EN INGENIERIE DE L'EAU ET DE L'ENVIRONNEMENT
OPTION : EAU ET ASSAINISSEMENT

Présenté et soutenu publiquement le 23 Juin 2014 par
Linda Dominique Fabiola BAMBARA

Travaux dirigés par : Yohan RICHARDSON
Titre (Docteur)
Daouda KOUOTOU
Titre (Doctorant)
LABORATOIRE BIOMASSE ENERGIE ET BIOCARBURANT

Jury d'évaluation du stage :

Président : Yacouba KONATE

Membres et correcteurs : Igor OUEDRAOGO
Yohan RICHARDSON

Promotion [2013/2014]



DEDICACE

Je dédie ce travail à :

YAHWE Dieu qui n'a jamais failli à sa mission d'excellent père à mon égard et dont la fidélité dure à toujours.

Ma mère Rosine Adèle Hortense KIBORA. Tout le mérite lui revient pour son amour, son affection et ses sacrifices. Sans elle je ne serai certainement pas à ce niveau dans ma vie.

Ma grande mère mes oncles et tantes pour leur soutien tout au long de ces années qu'ils retrouvent ici toute ma reconnaissance.



REMERCIEMENTS

Je tiens particulièrement à remercier :

Ma mère, pour la confiance en moi durant les cinq années écoulées, les encouragements, le suivi sans relâche, les moyens nécessaires et l'accompagnement durant toute ma formation.

Dr Joël BLIN Directeur du LBEB, pour l'accueil chaleureux manifesté à mon égard.

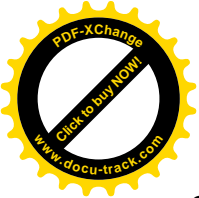
Dr Yohan RICHARDSON et M Daouda KOUOTOU mes encadreurs, pour le suivi et l'encadrement de qualité que j'ai reçu et pour leur disponibilité durant tout le déroulement du stage.

M. Odilon CHANGOTADE et M. Aziz SANOU, techniciens du laboratoire, pour l'accueil chaleureux manifesté à mon arrivée au laboratoire, les conseils, la sympathie et les encouragements prodigués à mon égard, tout au long de mon stage.

Paul KOUTEU, doctorant au LBEB, pour sa sympathie, sa disponibilité à mon égard tout au long de mon stage.

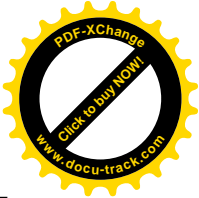
Tout le personnel du laboratoire, pour l'accueil chaleureux manifesté à mon égard ainsi que les conseils prodigués.

Mes camarades stagiaires, pour l'ambiance chaleureuse qui régnait au milieu de nous et qui a contribué à rendre mon séjour au laboratoire agréable.



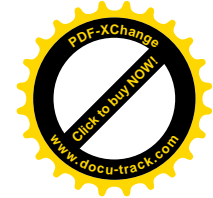
Sommaire

| | |
|---|-----|
| Liste des abréviations | v |
| Liste des tableaux | vi |
| Listes des figures | vii |
| Abstract: | ix |
| INTRODUCTION..... | 1 |
| I. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE..... | 2 |
| I.1. Le sulfure d'hydrogène (H ₂ S) dans le biogaz | 2 |
| I.1.1. Processus de formation du biogaz et du H ₂ S | 2 |
| I.1.2. Problèmes liés à la présence du H ₂ S dans le biogaz | 3 |
| I.1.3. Élimination du H ₂ S | 5 |
| I.2. Les phénomènes d'adsorption..... | 5 |
| I.3. Le charbon actif..... | 6 |
| I.4.1. Propriétés physiques du charbon actif | 6 |
| I.4.2. Propriétés chimiques du charbon actif..... | 7 |
| I.4.3. L'activation physique | 8 |
| I.4.4. L'activation chimique..... | 9 |
| I.5. Description du <i>Balanites</i> et de ses résidus[42][43] | 10 |
| I.6. La méthodologie de la recherche expérimentale | 12 |
| II.1. Matériels | 14 |
| II.2. Quantification des principaux constituants des coques de <i>Balanites aegyptiaca</i> et analyses immédiates | 15 |
| II.2.1. Les extractibles..... | 15 |
| II.2.2. La lignine..... | 16 |
| II.2.3 L'hémicellulose..... | 16 |
| II.2.4 Teneur en eau des résidus de <i>Balanites aegyptiaca</i> | 17 |



Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

| | |
|---|----|
| II.2.5. Taux de matière volatile | 17 |
| II.2.6. Taux de cendre | 18 |
| II.2.7. Taux de carbone fixe | 19 |
| II.3. Détermination des conditions d'imprégnation..... | 19 |
| II.4. La définition du plan d'expérience | 20 |
| II.5 Synthèse des charbons actifs..... | 23 |
| II.5.1. L'imprégnation..... | 23 |
| II.5.2. La pyrolyse | 24 |
| II.5.3. Le lavage | 25 |
| II.6. Caractérisation des charbons actifs..... | 26 |
| II.6.1. Indice d'iode..... | 26 |
| II.6.2. Indice de bleu de méthylène | 27 |
| II.6.3. Le rendement..... | 28 |
| II.7. Test de purification du biogaz..... | 28 |
| III. RESULTATS ET DISCUSSION..... | 30 |
| III.1. Les principaux constituants de la biomasse..... | 30 |
| III.2. L'analyse du plan d'expérience..... | 30 |
| III.2.1 Analyse statistique | 32 |
| III.2.2. Modélisation mathématique des réponses et analyse de l'effet des différents facteurs..... | 33 |
| III.2.3. Les surfaces de réponses | 36 |
| III.2.4. Les valeurs optimums | 38 |
| CONCLUSION | 39 |
| IV. PERSPECTIVES | 40 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES | 41 |
| ANNEXES | a |



Liste des abréviations

BET : Brunauer Emmett Teller

IUPAC : Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée

eV: Electron volt

STEP: Station d'épuration

AGV : acides gras volatils

Indice BM : indice de bleu de méthylène

LBEB : Laboratoire Biomasse Energie Biocarburant

SO_x : Oxyde de soufre

ppm : partie par million

E_x : teneur en extractibles

L_g : teneur en lignine

H_c : La teneur en hémicellulose

H : teneur en eau

V : taux de matière volatiles

C : taux de cendre

CF : taux de carbone fixe

2D : 2 dimensions

3D : 3 dimensions



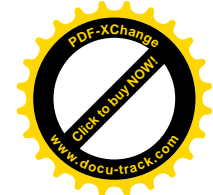
Liste des tableaux

| | |
|---|----|
| Tableau 1 : Seuil d'effets létaux du sulfure d'hydrogène [16]..... | 4 |
| Tableau 2: Exigences sur la qualité du gaz du point de vue de quelques fabricants de moteurs [17] | 4 |
| Tableau 3 : Classification de la taille des différents pores selon l'IUPAC | 7 |
| Tableau 4 : Paramètres d'imprégnation | 19 |
| Tableau 5 : Résultat de de la détermination des conditions d'imprégnation | 20 |
| Tableau 6: Niveaux des facteurs | 21 |
| Tableau 7: Matrice d'expérience..... | 22 |
| Tableau 8 : Matrice d'expérimentation | 22 |
| Tableau 9 : Résultats de l'analyse immédiate et des principaux constituants de la biomasse . | 30 |
| Tableau 10 : Matrice d'expérimentation avec les différentes réponses obtenues | 31 |
| Tableau 11 : Synthèse du tableau de l'ANOVA | 33 |
| Tableau 12 : Valeur optimum des réponses | 38 |



Listes des figures

| | |
|---|----|
| Figure 1 : <i>Balanites aegyptiaca</i> | 11 |
| Figure 2 : Branches de <i>Balanites aegyptiaca</i> portant des fruits | 11 |
| Figure 3 : Distribution du <i>Balanites aegyptiaca</i> en fonction de la pluviométrie annuelle..... | 11 |
| Figure 4: Fruits de <i>Balanites aegyptiaca</i> | 12 |
| Figure 5: Processus d'acquisition des connaissances par les plans d'expériences[48]..... | 13 |
| Figure 6 : Coques de <i>Balanites aegyptiaca</i> | 14 |
| Figure 7 : Coques de <i>Balanites aegyptiaca</i> broyés et tamisés | 14 |
| Figure 8 : Imprégnation de la biomasse | 24 |
| Figure 9 : Charbon actif à la sortie du four | 25 |
| Figure 10 : Etapes de préparation du charbon actif..... | 26 |
| Figure 11 : Broyage du charbon avec le mortier en porcelaine | 26 |
| Figure 12 : Disposition de filtration du biogaz | 29 |
| Figure 13 : Dispositif de piégeage du H ₂ S dans une solution d'eau distillée acidifiée et une solution de sulfate de fer (III)..... | 29 |
| Figure 14 : Graphique de PARETO du rendement | 35 |
| Figure 15: Graphique de PARETO de l'indice d'iode..... | 35 |
| Figure 16 : Graphique de PARETO de l'indice de BM | 35 |
| Figure 17 : Surface de réponse du rendement 3D | 36 |
| Figure 18 : Surface de réponse du rendement 2D | 36 |
| Figure 19 : Surface de réponse de l'indice d'iode 3D..... | 37 |
| Figure 20 : Surface de réponse de l'indice d'iode 2D..... | 37 |
| Figure 21 : Surface de réponse de l'indice de BM 3D | 37 |
| Figure 22 : Surface de réponse de l'indice de BM 2D | 38 |



RESUME

La valorisation des déchets des industries de transformation des produits agricoles est une solution attractive à la problématique de leur gestion. Ainsi, les résidus agricoles de nature lignocellulosique peuvent être utilisés pour la production de charbon actif servant à la purification du biogaz. En effet, le biogaz produit par digestion anaérobie de certains déchets de biomasse humides ou de boues de station d'épuration contient du sulfure d'hydrogène qu'il est nécessaire d'éliminer avant son introduction dans un moteur à gaz pour la production d'électricité. La présente étude a pour objectifs, l'optimisation de la méthode de préparation des charbons actifs par activation chimique à l'aide de la méthodologie de la recherche expérimentale, et l'évaluation des performances des charbons actifs préparés pour l'adsorption de H_2S présent dans le biogaz. La matière première utilisée est constituée de coques de *Balanites aegytiaca*, résidus agricoles disponible en Afrique de l'Ouest. Une série de charbons actifs a ainsi été préparés par activation chimique avec de l'hydroxyde de potassium suivant un plan d'expérience factoriel à trois facteurs, la température de carbonisation, la durée de carbonisation et le ratio d'imprégnation. L'influence des différents facteurs sur le rendement et les propriétés d'adsorption mesurées par les indices d'iode et de bleu de méthylène a pu être modélisée de façon satisfaisante par un modèle de régression linéaire multiple avec interactions d'ordre deux. Les facteurs température et le temps de séjour ont des effets synergiques positifs sur l'indice d'iode. Les charbons actifs préparés à la température de $800^{\circ}C$, avec une durée de carbonisation de 2h et un ratio d'imprégnation de 1/2, présentent des textures très microporeuses et des propriétés de surface potentiellement favorables à une adsorption efficace du H_2S . Un dispositif de collecte du biogaz intégrant un module de filtration sur charbon actif directement connecté au réacteur de digestion anaérobie des boues de la STEP de 2iE a été élaboré. Les performances des charbons actifs pour adsorber le H_2S présent dans le biogaz sont en cours d'évaluation.

Mots clés : charbon actif, activation chimique, plan d'expérience, adsorption du H_2S , biogaz, *Balanites aegytiaca*.



Abstract:

The valorization of waste from processing units of agricultural products is an attractive solution to their associated management issue. Actually, lignocellulosic agricultural waste can be used for the production of activated carbon useful for the purification of biogas. Indeed, the biogas produced by the anaerobic digestion of wet biomass waste or sludge from wastewater treatment plants (WWTP) contains hydrogen sulfide which has to be removed prior to its introduction into a gas engine for power production. This study aims at optimizing the preparation of activated carbon by chemical activation using the methodology of experimental design, and secondly at assessing the performances of the activated carbons prepared for the adsorption of H₂S present in biogas. The biomass precursor derived from shells of *Balanites aegyptiaca*, an agricultural waste available in West Africa. A series of activated carbons has been prepared by chemical activation using potassium hydroxide according to a factorial experimental design with three factors, the carbonization temperature, the residence time at the carbonization temperature and the impregnation ratio. The influence of these factors on the mass yield and adsorption properties measured by iodine and methylene blue indexes could be modeled successfully by a multiple linear regression with two order interactions. The factors temperature and residence time revealed positive synergistic effects on the iodine index. Activated carbons prepared at 800 °C, with a residence time of 2 hours and an impregnation ratio of 1/2, exhibited highly microporous textures and surface properties, expected to be potentially favorable to an efficient adsorption of H₂S. A biogas sampling device incorporating an activated carbon filtration module directly connected to the anaerobic digestion reactor of the 2IE's WWTP was developed. The assessment of the activated carbons performances for the adsorption of H₂S present in biogas is in progress.

Keywords: activated carbon, chemical activation, methodology of experimental design, H₂S adsorption, *biogas*, *Balanites aegyptiaca*.



INTRODUCTION

La production des déchets est en croissance dans le monde [1]. La gestion de ces déchets sans cesse croissants est problématique et leur accumulation génère des dommages environnementaux tels que la pollution de l'air et des eaux [2]. Ce problème est plus prononcé pour les grands producteurs de déchets tels que les industries de transformation de produits agricoles qui, pour cette raison, s'intéressent de plus en plus à la valorisation des déchets qu'ils génèrent. La valorisation consiste à considérer les déchets non comme des rebuts dont il faut se débarrasser, mais comme une matière première exploitable.

L'accès à l'énergie est un autre problème auquel sont toujours confrontés de nombreux pays en développement. Les intérêts se portent de plus en plus vers la recherche de sources d'énergie alternatives telle que le biogaz pour réduire la dépendance actuelle à l'énergie fossile [3].

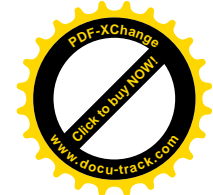
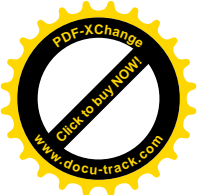
Ainsi, la mise en œuvre de techniques économiques et écologiques satisfaisantes pour valoriser ces déchets en énergie ou en matériaux à plus grandes valeurs ajoutées, et la nécessité de trouver des sources d'énergie durables et sans dommages pour l'environnement, sont autant d'enjeux économiques et environnementaux qui motivent et orientent les chercheurs dans la recherche de solutions innovantes, durables et économiques

Dans ce contexte, l'élaboration de charbons actifs à partir de ces résidus agricoles est une solution, étant donné que sa demande est en croissance dans le monde [3], et que c'est une voie de valorisation éprouvée industriellement pour de nombreux résidus tels que les noyaux de mangues [4], les balles de riz, les coques de karité, les coques d'arachides, ou de noix de coco. [5].

D'autre part, le charbon actif, grâce à ses propriétés d'adsorption, peut être utilisé pour épurer le biogaz, notamment pour éliminer le sulfure d'hydrogène qu'il contient. En effet le H_2S est un gaz toxique et indésirable dont la présence dans le biogaz comporte certains risques sanitaires, environnementaux et techniques, notamment pour la production d'électricité

Les coques de *Balanites aegyptiaca* sont des résidus agricoles de nature lignocellulosique qui peuvent être utilisés pour la production de charbon actif.

Balanites aegyptiaca est une espèce particulièrement abondante dans les régions sahéliennes et qui fait l'objet d'une importante utilisation. Cette plante a été beaucoup étudiée, notamment dans le domaine de l'alimentation humaine [6] et animale [7] ainsi que dans le domaine médical [8].



Pour l'obtention d'un charbon actif de qualité, il est cependant nécessaire d'avoir des connaissances approfondies sur le matériau précurseur, sur les propriétés physico-chimiques du charbon actif, et sur les mécanismes d'adsorption à l'interface solide/gaz.

Ce travail de stage porte sur la valorisation de l'endocarpe du fruit du *Balanites aegyptiaca* (coque) en charbon actif, pour la purification du biogaz. Il s'intègre dans l'un des axes de recherches du LBEB concernant la valorisation de la biomasse lignocellulosique par voie thermochimique.

L'objectif global de ce travail est d'étudier la valorisation des coques de balanites en charbon actif, notamment pour des applications de purification du biogaz.

Les objectifs spécifiques sont :

- Optimiser la méthode de préparation des charbons actifs par activation chimique (KOH) à l'aide de la méthodologie de la recherche expérimentale ;
- Caractériser les différents charbons actifs obtenus ;
- Mettre au point un système d'évaluation de la capacité des charbons actifs à adsorber le sulfure d'hydrogène.

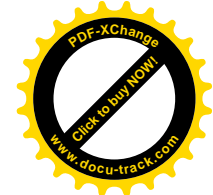
I. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Le sulfure d'hydrogène (H₂S) dans le biogaz

I.1.1. Processus de formation du biogaz et du H₂S

Le biogaz est le gaz obtenu lors du processus naturel de dégradation de la matière organique par des microorganismes dans des conditions d'anaérobiose. Sous l'effet de certains microorganismes qui sont des bactéries anaérobies strictes ou facultatives, ce phénomène se déroule selon 4 étapes biochimiques qui sont : l'hydrolyse, l'acidogénèse, l'acétogénèse et la méthanogénèse [9] :

- L'hydrolyse : durant cette phase, les polymères sont hydrolysés en molécules de plus petites tailles que sont les oligomères et les monomères, qui seront utilisés par la suite comme substrat pour les microorganismes.
- L'acidogénèse : durant cette phase, les bactéries acidogènes qui sont des bactéries anaérobies facultatives ou stricts, dégradent les acides gras, les acides aminés, et les



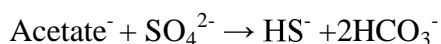
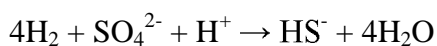
Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

sucres en acides gras volatils (AGV), en alcools, en dioxyde de carbone ou en dihydrogène.

- L'acétogénèse : les AGV et les alcools formés lors de la phase précédente sont transformés en acétate (substrat permettant la synthèse de méthane), en dioxyde de carbone et en dihydrogène.
- La méthanogénèse : c'est une phase strictement anaérobie durant laquelle les composés simples et l'acide acétique formés durant les phases précédentes, sont transformés en dioxyde de carbone CO_2 et en méthane CH_4 .

Lors de ce processus aboutissant à la formation du méthane, une autre réaction biochimique importante prend place et rentre en concurrence avec la production de méthane du fait de la consommation du dihydrogène H_2 . Il s'agit de la sulfato-réduction responsable de la production d'ions sulfure S_2^- ou du sulfure d'hydrogène (H_2S) [9].

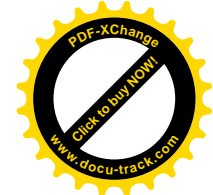
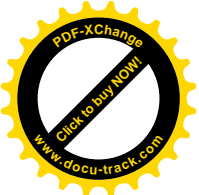
Les réactions de la sulfato-réduction sont les suivantes [10]:



I.1.2. Problèmes liés à la présence du H_2S dans le biogaz

Le sulfure d'hydrogène (H_2S) est un gaz toxique, incolore, inflammable et ayant une odeur caractéristique d'œuf pourri. Sa proportion dans le biogaz représente moins de 1% du volume [11] mais il peut produire des nuisances olfactives à des concentrations aussi faibles que 0,0047 ppm [12]. Même à de faibles concentrations, l'hydrogène sulfuré (H_2S) doit être éliminé du biogaz lorsque qu'il est utilisé comme combustible dans un moteur à gaz pour la production d'électricité. En effet la présence de H_2S génère des problèmes de corrosion des conduites métalliques car le SO_2 produit lors de la combustion se combine aux vapeurs d'eau et forment des acides qui corrodent les pièces métalliques [13]. L'élimination du H_2S permet aussi de réduire la pollution de l'air causée par les oxydes de soufre (SO_x) libérés dans les gaz d'échappement [14], d'éliminer les risques de présence d'odeur dans les aliments lorsque la combustion du biogaz est utilisée comme source de chaleur pour le séchage et de réduire les risques sanitaires.

En effet, le H_2S est très toxique par inhalation. Il est irritant pour les voies respiratoires, pour la peau et pour les yeux. Son inhalation cause des lésions aux poumons, au cœur, aux voies



Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

respiratoires supérieures, et au système nerveux central. A fortes concentrations, l'absorption du H₂S est rapide et ses effets létaux peuvent survenir en quelques instants[15].

En fonction de la nature des symptômes que l'on observe suite à une exposition au H₂S, on distingue 3 principales formes cliniques d'intoxication[16] :

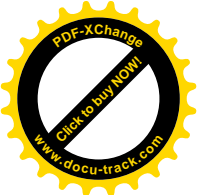
- La forme suraiguë observée pour de fortes concentrations (environ 1 000 ppm) et de courtes durées d'exposition (quelques secondes à quelques minutes). Elle se traduit par une atteinte du système nerveux central et des symptômes de détresse respiratoire et d'apnée. La mort survient en 5 à 10 minutes par arrêt cardiaque.
- La forme (sub)aiguë rencontrée lors de l'exposition à des concentrations de l'ordre de 100 à 1 000 ppm. Les principaux effets sont l'irritation des muqueuses oculaires et respiratoires avec conjonctivite, rhinite et dyspnée. L'apparition d'un œdème pulmonaire est encore possible en fonction de la durée d'exposition. Pour ces concentrations, des troubles neurologiques sont également observables (perte de conscience).
- La forme chronique qui correspond à un ensemble de symptômes résultant d'expositions intermittentes mais répétées à des concentrations de l'ordre de 50 à 100 ppm. Elle se traduit par des manifestations subjectives et variables de "malaise" (céphalée, asthénie, troubles de la mémoire, nausées, etc...).

Tableau 1 : Seuil d'effets létaux du sulfure d'hydrogène [16]

| Temps (min) | Concentration | |
|-------------|-------------------|------|
| | Mg/m ³ | ppm |
| 1 | 2129 | 1521 |
| 10 | 963 | 688 |
| 20 | 759 | 542 |
| 30 | 661 | 472 |
| 60 | 521 | 372 |

Tableau 2: Exigences sur la qualité du gaz du point de vue de quelques fabricants de moteurs [17]

| Fabriquant | Seuil H ₂ S |
|--------------------------------|------------------------|
| Moteurs Caterpillar | < 57 mg/MJ |
| Microturbine TURBEC LTM 100 | < 0,15% vol |
| Moteurs MAN | < 200 ppm |
| SOKRATHERM | < 0,15 vol. % |
| Moteurs Wärtsilä ^{iv} | < 0,05 vol % |



I.1.3. Elimination du H₂S

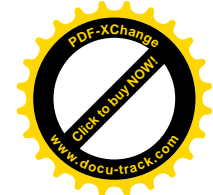
Le H₂S contenu dans les biogaz peut être éliminé par plusieurs procédés tels que l'absorption qui consiste à transférer le gaz dans une phase liquide, la condensation où le courant gazeux est chauffé puis transféré à une phase liquide de basse température, les voies biologiques où les microorganismes sont les acteurs de l'oxydation du sulfure d'hydrogène, l'adsorption sur divers matériaux tels que l'oxyde de fer, l'oxyde de zinc ou le charbon actif. Ce dernier est largement utilisé comme un adsorbant pour éliminer le sulfure d'hydrogène (H₂S) en raison de sa surface spécifique élevée et de sa structure microporeuse très développée [18]. En effet, la présence de micropores est favorable à l'adsorption du H₂S [19]. Les propriétés de surface du charbon actif telles que le pH et les groupes fonctionnels de surface, jouent également un rôle très important dans l'élimination du H₂S [20][21].

I.2. Les phénomènes d'adsorption

L'adsorption est un phénomène de surface par lequel les atomes ou molécules d'un corps appelé adsorbat se fixe à la surface d'un solide appelé adsorbant. Lorsque les molécules se rapprochent de la surface solide, un équilibre s'établit entre les forces intermoléculaires attractives et répulsives [22]. Le phénomène inverse, par lequel l'adsorbat s'en détache sous l'action de certains facteurs, s'appelle la désorption. Il existe deux formes d'adsorptions qui sont différentes par le type d'énergie mise en jeu et par leur nature. Il s'agit de la physisorption et de la chimisorption [21].

La physisorption est un phénomène général qui se produit dans tout système solide/ fluide. C'est un phénomène de surface dans lequel l'attraction est assurée par les forces d'interaction entre les nuages électroniques de la molécule adsorbée et des atomes de la surface. Ces forces à longue distance, de type van der Waals, sont très peu énergétiques (<0,3 eV) et vont conduire à une faible liaison avec la molécule adsorbée [24]. Les espèces adsorbées sont chimiquement identiques à celles de la phase fluide, de sorte que la nature chimique de l'adsorbat n'est pas modifiée par l'adsorption et la désorption ultérieure [25]. Le processus est donc aisément réversible.

Lors de la chimisorption, les espèces ainsi adsorbées sont liées à la surface par une liaison chimique (généralement covalente, dans laquelle les orbitales électroniques de l'espèce



adsorbée et des atomes de la surface sont partagées par certains électrons). L'énergie de chimisorption est du même ordre de grandeur que la variation d'énergie dans une réaction chimique entre un solide et un fluide. C'est ainsi que la chimisorption (comme les réactions chimiques en général), peut être exothermique ou endothermique et les amplitudes de variations d'énergie très petite ou très grande [25]. L'énergie mise en jeu étant beaucoup plus grande, la nature chimique de l'adsorbant peut être modifiée par une désorption. Cela confère à la chimisorption un caractère irréversible [26]. Le nombre de sites de chimisorption est généralement beaucoup plus faible que le nombre de sites de physisorption.

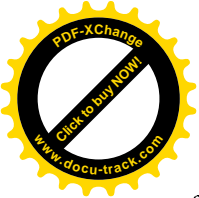
On peut décrire le processus d'adsorption à l'aide d'une isotherme d'adsorption. L'isotherme d'adsorption est une courbe qui décrit la relation entre la quantité adsorbée et la composition de la phase fluide (ou la pression partielle dans la phase gazeuse), dans des conditions d'équilibre à une température constante [27].

I.3. Le charbon actif

Le charbon actif est un matériau carboné ayant un haut degré de porosité et présentant une grande surface spécifique (pouvant aller jusqu'à 3000m²/g)[3]. C'est un matériau adsorbant qui est pour cette raison, utilisé dans la purification des liquides et des gaz. Il peut être élaboré à partir de plusieurs matériaux carbonés d'origine végétale (déchets agricoles de nature lignocellulosique, sciures de bois, etc.), ou d'origine minérale (charbon minéral ou tourbe) [28]. Il est obtenu après activation d'un matériau carboné. L'activation qui a pour objectif d'augmenter considérablement la surface interne du matériau à travers la création de nombreux pores [2], peut être physique, chimique.

I.4.1. Propriétés physiques du charbon actif

Les propriétés physiques du charbon actif concernent sa surface spécifique et la taille (volume et diamètre) de ses pores. La surface spécifique du charbon actif est sa superficie réelle. Elle s'exprime en superficie par unité de masse et peut atteindre 3000 m²/g [4]. Les pores sont des interstices plus profonds que larges qui se trouvent à la surface interne du charbon. Ces pores contribuent en grande partie à la surface disponible pour l'adsorption par charbon actif[29]. En



fonction de leur taille, on distingue les macropores, les mésopores, et les micropores. L'Union Internationale de la Chimie Pure Appliquée (IUPAC) donne la classification suivante :

Tableau 3 : Classification de la taille des différents pores selon l'IUPAC

| Pores | Diamètre (nm) | Volume poreux (cm ³ /g) |
|------------|--------------------|------------------------------------|
| Macropores | Supérieur à 50 | 0,2 - 0,8 |
| Mésopores | Compris entre 2-50 | 0,02 - 0,1 |
| Micropores | Inférieur à 2 | 0,2 - 0,6 |

Les macropores permettent au fluide d'accéder à la surface interne du charbon actif [30]. Ils interviennent dans l'adsorption de grosses molécules telles que les molécules de bleu méthylène et, de façon très importante, sur la vitesse de diffusion vers les mésopores. Les mésopores favorisent le transport du fluide plus en profondeur. Les micropores qui constituent la plus grande partie de la surface intérieure, constituent les sites de l'adsorption des petites molécules [30].

En fonction de l'utilisation future du charbon actif, celui-ci peut être préparé sous forme de grains, de poudre ou de tissus.

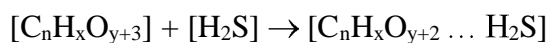
I.4.2. Propriétés chimiques du charbon actif

Les propriétés chimiques du charbon actif concernent ses propriétés de surface. Ces propriétés sont dues à la nature du précurseur [18] et aux différents traitements que subit le charbon lors de l'activation (imprégnation, oxydation etc.) [31]. Ainsi à la surface du charbon, on trouve principalement des sites oxygénés et éventuellement des sites aminés. Ces sites peuvent être acides, basiques ou neutres [23]. Les complexes oxygénés généralement présents sont les carboxyles (Ph-COOH), les lactones (Ph-C=OO-Ph'), les phénols(Ph-OH), les cétones, les quinones (O=Ph=O), les alcools et les éthers (Ph(-O-)Ph'), les groupes carbonyles (Ph-C=O)[32].

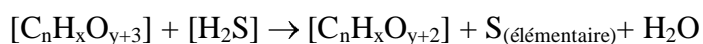
La connaissance des propriétés chimiques de la surface des charbons est essentielle pour comprendre l'adsorption de certains composés car elles interviennent dans la chimisorption de



ces composés. Par exemple, au cours de l'adsorption de H_2S , en plus de la physisorption à la surface des pores en raison des forces van der Waals, la chimisorption prend également place. Le H_2S peut ainsi s'adsorber par la formation de liaisons hydrogènes comme suit [12]:



Les atomes d'hydrogène du H_2S peuvent également interagir fortement avec l'oxygène sous forme de groupes hydroxyles (H-O) et carbonyles (C=O), en raison de l'attraction électrostatique élevée. Le H_2S peut donc s'adsorber de préférence sur les sites actifs fournis par ces groupes fonctionnels oxygénés, par l'intermédiaire des liaisons hydrogènes. La présence de ces groupes fonctionnels oxygénés facilite l'oxydation du H_2S suivant la réaction suivante [12]:



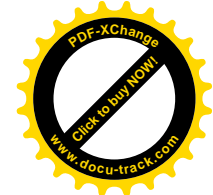
En plus de ces sites actifs, les milieux basiques favorisent également la formation de soufre élémentaire et augmentent ainsi la capacité d'élimination du sulfure d'hydrogène. L'eau pré adsorbée améliore aussi la dissociation du sulfure d'hydrogène et son élimination de l'effluent gazeux [20][19].

I.4.3. L'activation physique

L'activation physique consiste d'abord en une carbonisation qui est une pyrolyse lente de la biomasse.

La pyrolyse est une dégradation thermique en atmosphère inerte (absence d'agent oxydant) à des températures de l'ordre de 400°C à 700°C [33]. Elle fait partie avec la combustion et la gazéification des procédés de conversion thermochimique de la biomasse lignocellulosique. Cette réaction de décomposition thermique, est la première étape de toute transformation thermochimique et conduit à la formation de gaz, de liquide (goudron), et de résidu solide carboné dont les proportions respectives dépendent des conditions de la réaction (température et vitesse de chauffe). La pyrolyse se déroule suivant certaines étapes que sont [34] :

- Le séchage de la biomasse qui a lieu jusqu'aux températures de 100°C environ ;
- Une décomposition lente de la biomasse aux alentours de 100°C à 250°C entraînant une perte de masse principalement liée à la dégradation de l'hémicellulose et de la cellulose;



- Une importante production de gaz à partir de 250°C entraînant une variation de la composition chimique. Les gaz produits sont les gaz combustibles tels que le dihydrogène (H₂), le monoxyde de carbone (CO), le méthane (CH₄) et certains produits condensables aromatiques comme les phénols, crésols, etc. ;
- La formation du charbon vers 320°C.

Les principaux facteurs qui influencent la composition, la quantité et la qualité des produits de la pyrolyse sont la température de la pyrolyse, la vitesse de chauffe et le temps de résidence de la biomasse dans le four [35]. Et en fonction de ces facteurs, on distingue trois types de pyrolyse : la pyrolyse lente, la pyrolyse rapide et la pyrolyse flash.

Lors de la pyrolyse lente, la vitesse de chauffe est faible ($\leq 10^\circ\text{C}/\text{min}$). Ceci permet l'obtention de faibles proportions de liquide et de produits gazeux, et plus de résidu carboné [34]. Dans le cas de la pyrolyse flash, la vitesse de chauffe est de l'ordre de 1000°C/s. Elle est utilisée pour l'obtention majoritaire de bio-huiles.

Après la pyrolyse, le matériau carboné ainsi obtenu, subit une oxydation partielle ou gazéification généralement à des températures de 800 à 1100 °C et en présence de gaz oxydant dont les plus utilisés sont la vapeur d'eau et le dioxyde de carbone CO₂ [2] [28].

I.4.4. L'activation chimique

Lors de l'activation chimique, la carbonisation et l'activation proprement dite sont réunies en une seule étape. Le matériau est préalablement imprégné avec un produit chimique, appelé agent activant, suivant un certain ratio, et par la suite, il subit une pyrolyse à des températures comprises entre 300 et 500°C [2]. La température de pyrolyse a un impact sur le rendement car plus elle est élevée, plus la perte de matière est grande [35]. Cependant, de fortes températures conduisent dans certains cas à un charbon de meilleur qualité car de fortes températures entraînent une ouverture et un développement plus important des pores du charbon [36].

L'agent activant, le ratio d'imprégnation, et la température de carbonisation, font parties des paramètres les plus influents sur la texture poreuse des charbons actifs préparés par activation chimique [37].

Lorsque l'activation chimique est utilisée pour la production de charbon actif, le choix de l'agent activant est important. En effet, il influence la porosité et les propriétés de surface des charbons préparés. Plusieurs agents activant tels que KOH, NaOH, ZnCl₂, H₃PO₄, MgCl₂,



AlCl_3 , K_2CO_3 etc., peuvent être utilisés [38]. Les agents activant alcalins (ou basiques), favorisent généralement la formation de micropores [39].

Après carbonisation, le charbon obtenu doit être lavé afin d'éliminer l'agent activant utilisé, et ramener le pH entre 6 et 7 [40]. Lorsque l'agent activant est une base telle que le KOH ou NaOH, le lavage peut se faire avec une solution d'acide chlorhydrique HCl diluée [41][39]. Cependant, le charbon doit être bien rincé afin d'éliminer les ions chlorures.

I.5. Description du Balanites et de ses résidus[42][43]

Balanites aegyptiaca aussi appelé dattier du désert, est un arbre épineux de la famille des *Zygophyllacées*. La taille de l'arbre peut varier de 6 à 17 m en fonction de la variété et des conditions de croissance. Sa cime est généralement plus ou moins arrondie ou plate et ses rameaux sont en majorité retombants, souples, portant de fortes épines alternées atteignant 12 cm. A leur base se trouvent de petites feuilles bifoliolées de 3 à 4 cm.

Les fleurs sont d'une couleur jaune verdâtre. Elles sont de petites tailles et sont peu apparentes.

Le fruit du *Balanites aegyptiaca* est une drupe ellipsoïdale pouvant atteindre 4 cm de longueur, de couleur verte puis devenant jaune à maturité, voir brun jaunâtre une fois desséchée. L'épicarpe est une coque.

Le noyau contient une amande qui est très dure. Chaque fruit a un poids d'environ 5 à 8 g et se compose d'un épicarpe (5-9%), d'un mésocarpe ou pulpe (28-33%), d'un endocarpe (49-54%), et un noyau (12,8%).

Balanites aegyptiaca est une plante ligneuse qui pousse sous diverses conditions écologiques (100 mm à 1000 mm de pluie par an), et qui est particulièrement abondante dans les régions arides et semi arides en Afrique tropicale [44]. Par exemple au Burkina Faso, sur une échelle de 1 à 10 des espèces les plus utilisées, le Balanites occupe la position 7 [45]. L'arbre peut produire environ 130 kg/an de fruit [46]. Il a plusieurs usages dans le monde : le fruit est utilisé pour l'alimentation humaine et animale. L'amande du fruit est utilisée pour la fabrication d'huile végétale à usage cosmétique. Toutes les parties de la plante sont utilisées dans la médecine traditionnelle pour le traitement de nombreuses maladies dont les psychoses, l'épilepsie, les rhumatismes, la toux, les problèmes du foie et de la rate [47]. Malgré ces nombreuses utilisations, très peu d'études sur l'endocarpe de *Balanites aegyptiaca* existent.

Production de charbons actifs à base de résidus de *Balanites*



Figure 1 : *Balanites aegyptiaca* (sources : www.desertoverde.ch)



Figure 2 : Branches de *Balanites aegyptiaca* portant des fruits (sources : www.teline.fr)

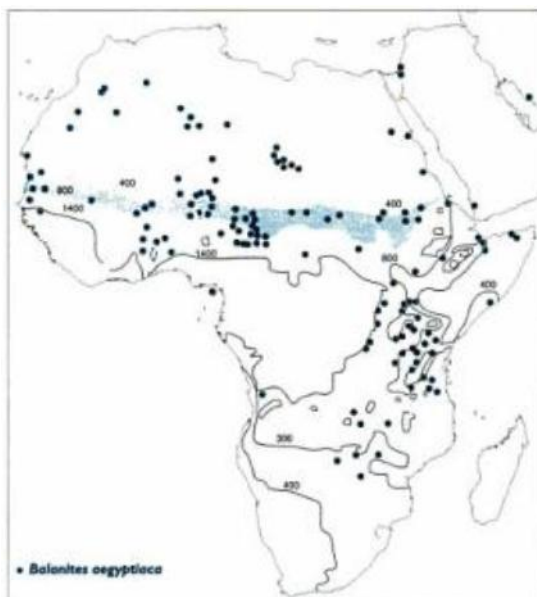


Figure 3 : Distribution du *Balanites aegyptiaca* en fonction de la pluviométrie annuelle



Figure 4: Fruits de *Balanites aegyptiaca* (source : data.fao.org)

I.6. La méthodologie de la recherche expérimentale

La méthodologie de la recherche expérimentale est une méthode qui permet de modéliser et d'analyser un phénomène (appelé réponse) soumis à l'influence de plusieurs variables (appelés facteurs) [48]. L'intérêt d'utiliser les plans d'expériences, c'est qu'ils permettent [49] :

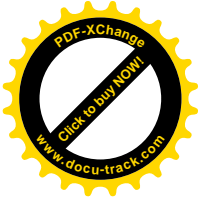
- d'arriver rapidement aux meilleurs résultats possibles,
- d'éviter de réaliser des expériences inutiles,
- d'obtenir la meilleure précision possible sur les résultats,
- d'établir la modélisation du phénomène étudié,
- de découvrir la solution optimale.

La valeur donnée à un facteur pour réaliser une expérience, est appelée niveau. La borne inférieure est le niveau bas et la borne supérieure, le niveau haut. L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation du facteur. Afin d'avoir une représentation commune pour tous les facteurs, les niveaux sont pris égale à -1 pour le niveau bas et égale +1 pour le niveau haut. Ces transformations entraînent l'introduction de nouvelles variables que l'on appelle variables codées. Le passage des variables naturelles (ou variables réelles) A aux variables codées X et inversement, est donné par la formule suivante : $X_{\text{codé}} = \frac{X_{\text{réel}} - X_{\text{moyen}}}{\text{Pas}}$

X_{moyen} est la valeur centrale en unités courantes.

La méthodologie de la recherche expérimentale permet également la modélisation mathématique de la réponse sous la forme $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_n)$ [49].

Une fois les facteurs identifiés et les réponses connues, on choisit le type de plan d'expérience qui permettra de mieux cerner le problème car, suivant les caractéristiques et les objectifs de



l'étude, les meilleurs emplacements des points expérimentaux dans le domaine d'étude ne sont pas les mêmes[48]. Parmi les types de plans d'expériences qui existent se trouvent :

- les plans factoriels complets à deux niveaux ;
- les plans factoriels fractionnaires à deux niveaux ;
- les plans pour surfaces de réponse ;
- les plans de mélanges ;
- les plans booléens.

Les plans d'expériences peuvent être réalisés à l'aide de logiciels tels que NEMROD ou STATGRAPHICS.

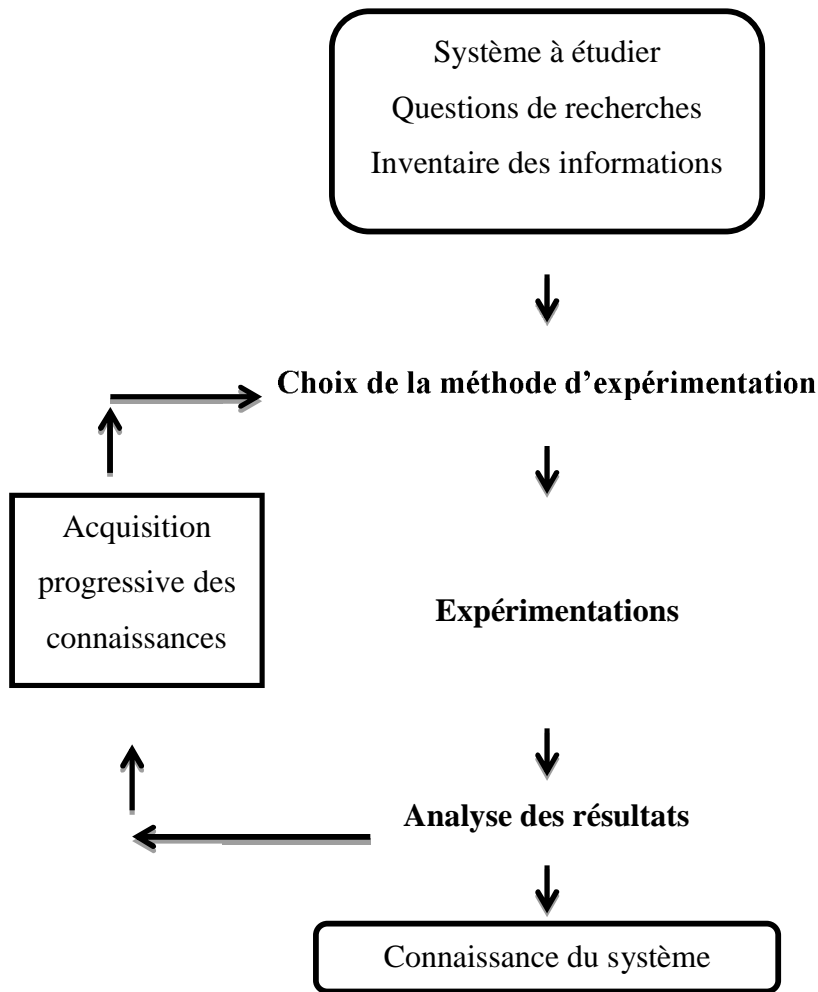


Figure 5: Processus d'acquisition des connaissances par les plans d'expériences[49]



II. MATERIELS ET METHODE

II.1. Matériels

Les résidus du *Balanites aegyptiaca* ont été recueillis auprès de l'association Tiipaalga. Cette association récolte les fruits du *Balanites aegyptiaca* afin d'utiliser l'amande pour la production d'huile. Les régions du Nord, du Sahel et du Centre Nord du Burkina Faso sont les régions où la production du *Balanites aegyptiaca* est abondante. Dans ces régions les coques sont obtenues par cueillette du fruit directement sur l'arbre, et par ramassage des coques après que les animaux les aient mangés et digérés.

La filière qu'emprunte le fruit est la suivante : après acheminement au sein de l'association, les coques sont triées et concassées par des femmes pour récupérer l'amande. Lorsque les fruits contiennent toujours la pulpe, ils sont mouillés et frottés ; on obtient alors du jus en plus de la coque.

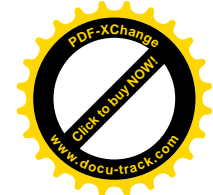
Dans le cadre de nos travaux, les coques de *Balanites aegyptiaca* ont été séchées, broyées et tamisées. La granulométrie retenue est celle comprise entre [1-3,15mm [.



Figure 6 : Coques de *Balanites aegyptiaca*



Figure 7 : Coques de *Balanites aegyptiaca* broyés et tamisés



II.2. Quantification des principaux constituants des coques de *Balanites aegyptiaca* et analyses immédiates

Les coques de balanites ont une nature lignocellulosique, c'est-à-dire qu'elles sont constituées de trois éléments majeurs qui sont la lignine, la cellulose et l'hémicellulose. La quantification de ces différents éléments permet de mieux connaître la biomasse et ainsi, de prédire son comportement lors d'une valorisation thermo-chimique. Pour la quantification de ces constituants, on réalise une élution d'un échantillon de biomasse préalablement préparé avec solvant, pour mesurer les extractibles. On attaque ensuite l'échantillon élué avec une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) en vue de quantifier les hémicelluloses. Pour déterminer la teneur en lignine, on procède à une acidification à l'acide sulfurique d'un autre échantillon élué. Et enfin par calcul, on détermine la teneur en cellulose.

La biomasse est préalablement broyée et tamisée avec un tamis de 400 μm . Elle est ensuite séchée pendant au moins 12 h à l'étuve à 105°C et refroidie au dessiccateur.

Les analyses immédiates consistent à la détermination de la teneur en eau, en matières volatiles, en cendre et en carbone fixe.

II.2.1. Les extractibles

Pour cette analyse, nous avons prélevé environ 5 g de biomasse que nous avons mis dans une cartouche de cellulose. La cartouche a été introduite dans un soxhlet. Nous avons ensuite prélevé 200 mL d'acétone dans un ballon de 500 mL, puis avons procédé au montage chauffe ballon, ballon-soxhlet, réfrigérant et circuit de refroidissement, et lancé l'extraction pendant 6 h. Au bout des 6 h, nous avons laissé évaporer l'acétone sous la hotte pendant un bout de temps et avons introduit la cartouche contenant l'échantillon à l'étuve pendant 1 h. Après séchage, le contenu de la cartouche a été vidé dans un nouveau ballon de 500 mL, et nous y avons ajouté 300 mL d'eau distillée. Le mélange ainsi obtenu a été porté à ébullition pendant 1 h. Nous avons filtré (à l'aide d'un papier filtre en cellulose préalablement séché et pesé) et rincé le résidu extrait, et placé le papier filtre contenant le résidu à l'étuve pendant 1 h. A la sortie de l'étuve et après refroidissement, le tout a été pesé.



La teneur en extractible est calculée par la formule $E_x = \frac{[m_2 - (m_3 - m_1)]}{m_2} \times 100$

m1 (g) est la masse à vide du papier filtre en cellulose ;

m2 (g) est la masse de l'échantillon sec avant extraction à la soude ;

m3 (g) est la masse de l'échantillon sec après extraction à la soude.

II.2.2. La lignine

Pour déterminer la teneur en lignine, nous avons pesé environ 1 g du résidu restant après détermination des extractibles, que nous avons introduit dans un ballon de 500mL auquel nous avons ajouté 30mL d'acide sulfurique H₂SO₄ à 72%. Nous avons laissé agir pendant 2 h à 20°C. Au bout des 2 h, 300mL d'eau distillée ont été ajoutés au mélange à l'aide d'une éprouvette et le tout a été surmonté d'un système de reflux et porté à ébullition pendant 1 h. A la fin de l'extraction et après refroidissement, le mélange a été filtré sur papier filtre, rincé à l'eau distillée et placé à l'étuve à 105°C pendant 1 h. A la sortie de l'étuve, nous avons laissé refroidir au dessiccateur puis nous avons pesé le tout (papier avec le résidu extrait).

La teneur en hémicellulose a été calculée par la formule $L_g = \frac{[m_7 - (m_1 + m_8)]}{m_6} \times 100$

m1 (g) est la masse à vide du papier filtre en cellulose ;

m6 (g) est la masse de l'échantillon sec avant extraction à l'acide sulfurique ;

m7 (g) est la masse de l'échantillon sec après extraction l'acide sulfurique ;

m8 (g) est la masse de cendre présente dans l'échantillon avant extraction.

II.2.3 L'hémicellulose

Pour obtenir la proportion en hémicellulose de la biomasse, environ 1 g du résidu restant après détermination des extractibles a été introduit dans un ballon de 500 mL auquel nous avons ajouté 150 mL d'une solution de soude NaOH à 20 g/L. Le ballon a été surmonté du système reflux et porté à ébullition pendant 3h30 min. Au bout du temps et après refroidissement, nous avons filtré et rincé le mélange. Le papier filtre contenant le résidu a été placé séché à l'étuve pendant 1h puis après refroidissement il a été pesé.

La teneur en hémicellulose a été calculée par la formule $H_c = \frac{[m_4 - (m_5 - m_1)]}{m_4} \times 100$



m_1 (g) est la masse à vide du papier filtre en cellulose ;

m_4 (g) est la masse de l'échantillon sec avant extraction à la soude ;

m_5 (g) est la masse de l'échantillon sec après extraction à la soude.

II.2.4 Teneur en eau des résidus de *Balanites aegyptiaca*

Cette analyse a pour objectif la détermination de la teneur en eau des coques *Balanites aegyptiaca*. La teneur en eau est le taux d'humidité totale d'un échantillon de biomasse que l'on mesure après séchage complet dudit échantillon. L'analyse consiste alors à sécher un échantillon possédant une certaine granulométrie à une température de $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'obtention d'une masse constante. La différence de masse permet de déterminer la teneur en eau.

Pour chaque échantillon, nous avons pesé le cristalliseur vide à 0,1mg près et prélevé 1 à 2 g d'échantillon dans le cristalliseur. Nous avons ensuite placé le récipient à l'étuve à une température de 105°C pendant 2 h au moins, puis nous l'avons retiré de l'étuve et l'avons placé dans le dessiccateur pour qu'il refroidisse à température ambiante. Nous avons pesé le récipient avec l'échantillon, et replacé le récipient avec l'échantillon sec à l'étuve pendant au moins 30 min. jusqu'à obtenir une masse constante (la masse est considérée constante lorsqu'elle ne varie pas de plus de 0.2 % entre deux mesures). Nous avons enfin pesé le récipient à nouveau avec l'échantillon.

La teneur en eau est calculée par la formule $H = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \times 100$ où H est la teneur en eau.

m_1 (g) est la masse du récipient vide servant à déposer l'échantillon,

m_2 (g) est la masse du récipient avec l'échantillon avant passage à l'étuve ;

m_3 (g) est la masse du récipient avec l'échantillon après passage à l'étuve.

II.2.5. Taux de matière volatile

Les matières volatiles sont les composés qui peuvent s'échapper très rapidement lorsqu'on soumet la biomasse à une haute température (900°C) sous vide. Cette analyse consiste à chauffer à 900°C sans contact avec l'air, un échantillon de biomasse préalablement broyé,



tamisé (212 μm). Le taux de matières volatiles est calculé par la perte de masse de l'échantillon après avoir déduit la perte en masse de l'humidité totale.

Ainsi pour chaque échantillon, nous avons pris la masse à vide du creuset muni de son couvercle, puis y avons transféré environ 1g de l'échantillon réparti uniformément sur tout le fond. Nous avons pesé l'ensemble, l'avons introduit dans le four préalablement chauffé à 900°C pendant exactement 7 min. Nous avons sorti les creusets remplis de résidus de charbon que nous avons laissé refroidir sur une plaque en porcelaine jusqu'à la température ambiante. Nous avons enfin pesé les creusets avec les résidus.

Le taux de matière volatiles est calculé par la formule $V = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \times 100$

m_1 (g) est la masse du creuset à vide avec son couvercle servant à déposer l'échantillon ;

m_2 (g) est la masse du creuset avec son couvercle et l'échantillon sec (après son passage à l'étuve à 105°C) avant le chauffage;

m_3 (g) est la masse du creuset avec son couvercle et son contenu après le chauffage.

II.2.6. Taux de cendre

Les cendres sont le résidu obtenu après l'incinération complète en présence d'air de la biomasse solide. L'analyse a pour objectif la détermination du taux de cendre des coques de *Balanites aegyptiaca*. Il est déterminé par la méthode de calcination au four à moufle et consiste à incinérer un échantillon de biomasse à une température de $815 \pm 10^\circ\text{C}$ et à le maintenir à cette température jusqu'à une masse constante. La masse du résidu après calcination permet de calculer le taux de cendre.

Pour la détermination du taux de cendre, la biomasse a été broyée et tamisée au tamis 212 μm . Les passants du tamis ont été recueillis et séchés à l'étuve pendant 1 jour. A la sortie de l'étuve, la biomasse a été refroidie au dessiccateur. Nous avons ensuite introduit dans le four à moufle les creusets contenant environ 1 à 2g de biomasse. La température du four est élevée par palier. On passe ainsi de la température ambiante (30°C) à 250°C pendant 60 min, de 250°C à 550°C pendant 60 min, de 550°C à 815°C pendant 60 min et pour finir, on maintient à 815°C pendant 60 min. On sort ensuite les creusets qu'on laisse refroidir.



Le taux de cendre est calculé par la formule : $C = \frac{(m3-m1)}{(m2-m1)} \times 100$

m1 (g) est la masse du creuset à vide ;

m2 (g) est la masse du creuset contenant l'échantillon sec ;

m3 (g) est la masse du creuset contenant les cendres après passage au four.

II.2.7. Taux de carbone fixe

Le carbone fixe est le carbone restant après élimination des matières volatiles et des cendres. Il est calculé par la formule $CF = 100 - (V + C)$.

V : le taux de matières volatiles exprimé en pourcentage en masse de l'échantillon sec.

C : le taux de cendres exprimé en pourcentage en masse de l'échantillon sec.

II.3. Détermination des conditions d'imprégnation

La durée et la température d'imprégnation peuvent avoir une influence sur les propriétés du charbon actif. Nous avons donc voulu déterminer la durée (entre 2 h et 4 h) et la température (entre 60°C et la température ambiante), qui permettra d'obtenir un meilleur charbon.

Ainsi, afin de déterminer les conditions d'imprégnation, les biomasses ont été imprégnées en faisant varier les deux facteurs qui sont la durée et la température d'imprégnation.

Tableau 4 : Paramètres d'imprégnation

| Biomasse | Ratio | Masse initiale (g) | Durée d'imprégnation | Température |
|----------|-------|--------------------|----------------------|-------------|
| 1 | 1/2 | 20 | 2 h | ambiante |
| 2 | 1/2 | 20 | 2 h | 70°C |
| 3 | 1/2 | 20 | 4 h | ambiante |

Le ratio d'imprégnation est la masse de l'agent chimique d'imprégnation sur la masse de biomasse. Pour les biomasses 1,2 et 3, nous avons pesé à l'aide d'une balance de précision, 10 g de KOH que nous avons dissout dans 250 mL d'eau distillée. Nous avons ensuite versé la



Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

solution de KOH ainsi obtenue dans un erlenmeyer de 500 mL contenant 20 g de biomasse préalablement broyée.

Le mélange a été agité pendant une durée de temps et une température préalablement fixées. Au bout du temps fixé, le mélange a été filtré et séché à l'étuve toute la nuit.

Après imprégnation, nous avons procédé à la carbonisation : la biomasse imprégnée a été introduite dans un four à moufle où elle a subi une pyrolyse sous des conditions bien définies (température 800°C ; durée 2 heures). Au temps fixé, le charbon activé a été retiré du four, refroidi à l'air libre, puis pesé.

Après carbonisation, le charbon actif obtenu a été lavé. Le lavage a pour but d'éliminer le KOH utilisé comme agent activant. Un premier lavage avec 100 mL d'une solution d'acide chlorhydrique HCl de normalité 0,1 N a été effectué, suivi de plusieurs lavages à l'eau distillée de sorte à ramener le pH de la solution de lavage entre 6 et 7. Le charbon a été ensuite mis à l'étuve à 105°C pendant toute une nuit. Après séchage, il a été broyé et tamisé avec le tamis 0,212 mm.

Nous avons enfin déterminé les indices d'iode et de bleu de méthylène. Les conditions d'imprégnations utilisées pour obtenir le charbon qui a le meilleur indice d'iode a été retenu pour l'imprégnation des différents charbons à synthétiser par la suite.

Les résultats que nous avons obtenus sont consignés dans le tableau les suivants

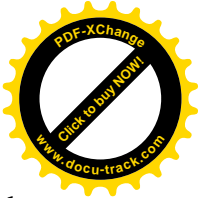
Tableau 5 : Résultat de de la détermination des conditions d'imprégnation

| Biomasse | Durée (min) | Température (°C) | Rendement(%) | Indice BM (mg/g) | Indice Iode (mg/g) |
|----------|-------------|------------------|--------------|------------------|--------------------|
| 1 | 120 | Ambiante 25 | 18,31 | 1,44 | 1101,73 |
| 2 | 120 | 60 | 16,54 | 1,48 | 1279,53 |
| 3 | 120 | Ambiante 25 | 16,79 | 1,19 | 1257,30 |

La durée de 02 heures et la température de 60°C seront donc utilisées dans la suite du travail.

II.4. La définition du plan d'expérience

Les plans d'expériences ont été utilisés afin de mieux organiser les expériences. Il s'agit d'optimiser le choix des essais à réaliser (déterminer les essais qui vont nous apporter la meilleure information expérimentale) ainsi que leur enchainement. Les réponses à observer à



Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

l'issu de chaque expérience sont : le rendement, l'indice d'iode et l'indice de bleu de méthylène.

Les facteurs qui sont les variables susceptibles d'influencer les réponses sont : la température de pyrolyse, la durée de la pyrolyse et le ratio d'imprégnation. Ces 3 facteurs sont ceux qui, selon la littérature, ont plus d'influence sur la qualité du charbon actif préparé par activation chimique.

Les niveaux hauts et bas de chaque facteur sont dans le tableau 5.

Tableau 6: Niveaux des facteurs

| Facteurs | Niveau haut | Niveau bas | Centre |
|-------------------------------------|--------------------|-------------------|---------------|
| Température de pyrolyse (°C) | 800 | 600 | 700 |
| Durée de la pyrolyse (min) | 120 | 60 | 90 |
| Ratio d'imprégnation | 1/2 | 1/4 | 3/8 |

Le plan utilisé est un plan factoriel à 3 facteurs (2^3) avec 4 expériences au centre. Les expériences au centre permettent de déterminer l'erreur expérimentale et de vérifier la reproductibilité des expériences. Ce plan a été choisi parce qu'il permet d'observer l'influence des différents facteurs sur les réponses étudiées. L'analyse du plan et la modélisation des différentes réponses, ont été réalisées par le logiciel STATGRAPHICS Centurion XVI.

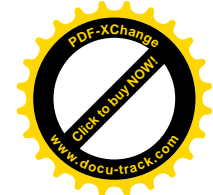


Tableau 7: Matrice d'expérience

| N° | X1 | X2 | X2 |
|----|----|----|----|
| 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 |
| 9 | 0 | 0 | 0 |
| 10 | 0 | 0 | 0 |
| 11 | 0 | 0 | 0 |
| 12 | 0 | 0 | 0 |

Tableau 8 : Matrice d'expérimentation

| N° | Température carbonisation | Durée carbonisation | Ratio d'imprégnation |
|----|---------------------------|---------------------|----------------------|
| 1 | 600 | 120 | 1/2 |
| 2 | 800 | 120 | 1/4 |
| 3 | 800 | 60 | 1/2 |
| 4 | 600 | 60 | 1/2 |
| 5 | 800 | 60 | 1/4 |
| 6 | 600 | 120 | 1/4 |
| 7 | 600 | 60 | 1/4 |
| 8 | 800 | 120 | 1/2 |
| 9 | 700 | 90 | 3/8 |
| 10 | 700 | 90 | 3/8 |
| 11 | 700 | 90 | 3/8 |
| 12 | 700 | 90 | 3/8 |



Le modèle mathématique choisi et qui devra plus tard être validé est de la forme :

$$Y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + \dots + a_nX_n$$

où Y est la réponse,

X_n sont les facteurs en variables codées

a_n sont les coefficients du modèle mathématique adopté a priori. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences.

La formule suivante $X_{\text{codé}} = \frac{X_{\text{réel}} - X_{\text{moyen}}}{\text{Pas}}$ permet de passer à une équation en variables réelles. Les indicateurs de validité du modèle sont le R^2 et le R^2 ajusté dont la valeur devra être la plus proche possible de l'unité (1). Dans notre cas, nous accepterons des valeurs supérieures ou égales à 0.80. Le R^2 est le rapport de la somme des carrés des réponses calculées (corrigées de la moyenne) et de la somme des carrés des réponses mesurées (corrigées de la moyenne).

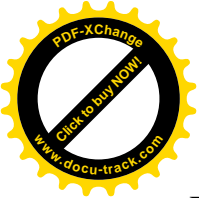
$$R^2 = \frac{\text{Somme des carrés des réponses calculées corrigées de la moyenne}}{\text{Somme des carrés des réponses mesurées corrigées de la moyenne}}$$

II.5 Synthèse des charbons actifs

Les charbons actifs ont été préparés par activation chimique. Nous distinguons 3 étapes principales :

II.5.1. L'imprégnation

Pour le ratio d'imprégnation 1/2, nous avons pesé à l'aide d'une balance de précision, 10 g de KOH que nous avons dissout dans 250 mL d'eau distillée. Nous obtenons une solution de KOH d'une concentration de 0.61 mol/L. Nous avons ensuite versé la solution de KOH ainsi obtenue dans un erlenmeyer de 500 mL contenant 20 g de biomasse préalablement broyée. Le mélange a été agité pendant 2 heures à une température aux alentours de 60°C. Au bout des 2 heures, le mélange a été filtré et séché à l'étuve à 105°C toute la nuit.



Pour les ratios de 1/4 et 3/8, le mode opératoire est le même. La seule différence est la quantité de KOH prélevée pour la préparation de la solution de KOH. Cette quantité est de 5g et 7.5g respectivement pour le ratio 1/4 et 3/8.

Le KOH utilisé est celui sous forme de pastille de la société SIGMA-ALDRICH d'une pureté $\geq 85\%$.

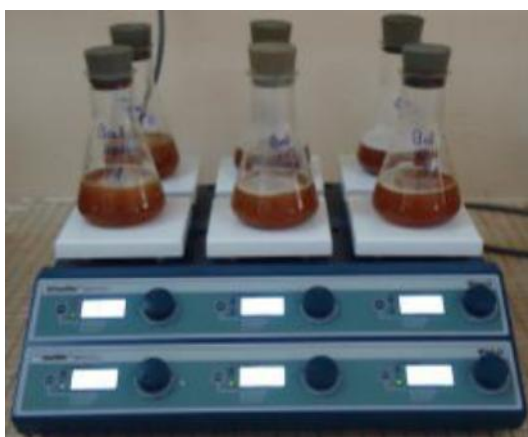


Figure 8 : Imprégnation de la biomasse

II.5.2. La pyrolyse

A la sortie de l'étuve, la biomasse imprégnée a été refroidie au dessiccateur. Elle a ensuite été pesée et introduite au four à moufle dans les récipients présentés sur la figure 9. De la biomasse est introduite dans le récipient afin de capter l'oxygène pendant la réaction. Le tout est fermé et placé dans le four qui est programmé suivant la température et la durée prévues par la matrice d'expérimentation. Au terme du temps fixé, le charbon a été sorti du four et refroidi à température ambiante puis a été pesé par la suite.



Figure 9 : Charbon actif à la sortie du four

II.5.3. Le lavage

Après avoir pesé le charbon, nous avons procédé à son lavage pour éliminer le KOH. Le lavage consiste à mettre en contact le charbon avec une solution (HCl ou eau distillé) puis à agiter le mélange pendant un certain temps et le filtrer. Pour ce faire, dans un erlenmeyer de 500 mL contenant le charbon actif, nous avons versé 100 mL d'une solution de HCl à 0.1 N. Le mélange a été agité pendant 1 heure environ, puis filtré. Le pH du filtrat a été mesuré. Si à cette étape le pH est compris entre 5.7 et 7, le charbon est lavé 2 fois à l'eau distillée. Si le pH est inférieur à 5.71, nous procédons à un lavage à l'eau distillée puis à un deuxième lavage à l'acide (10 mL de solution de HCl 0.1 N dans environ 500 mL d'eau distillée). Puis nous mesurons le pH, et procédons enfin à plusieurs lavages à l'eau distillée (pH de l'eau distillée 5,7) jusqu'à ce que le pH soit compris entre 5,7 et 7.

Après lavage, le charbon est séché à l'étuve à 105°C.

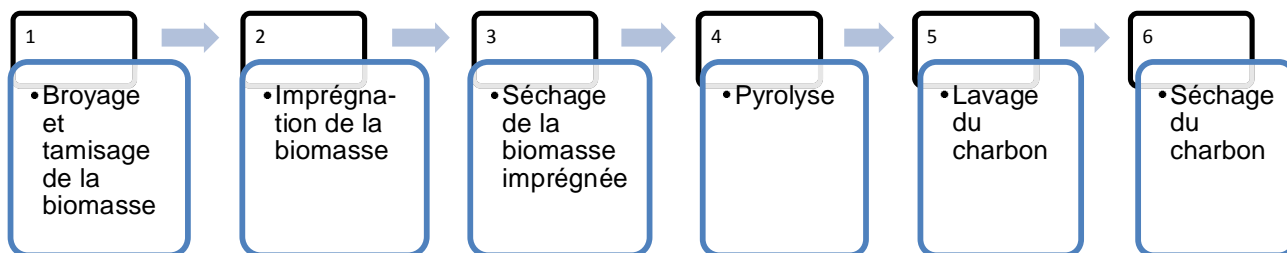


Figure 10 : Etapes de préparation du charbon actif

II.6. Caractérisation des charbons actifs

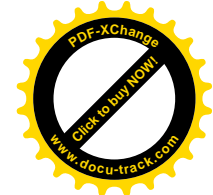
La caractérisation du charbon actif a consisté à la détermination de l'indice d'iode et de l'indice de BM de ces charbons. Le charbon est préalablement broyé avec un mortier en porcelaine et tamisée au tamis 212 μm .



Figure 11 : Broyage du charbon avec le mortier en porcelaine

II.6.1. Indice d'iode

L'indice d'iode est un test qui donne une indication sur la microporosité du charbon actif, c'est-à-dire sur sa capacité à adsorber des molécules de faibles tailles (de l'ordre de 10 Å) [29]. Il consiste à mettre en contact le charbon actif avec une solution d'iode de concentration connue. Ce contact permet l'adsorption des molécules d'iode I_2 dans les pores du charbon actif. Au bout d'un certain temps, le mélange est filtré et le filtrat est récupéré et dosé à l'aide d'une solution de thiosulfate de concentration connue afin de déterminer la quantité de d'iode I_2 qui reste après réaction. La différence entre la quantité d'iode avant et après réaction donne la quantité d'iode adsorbée sur le charbon actif.



Pour déterminer cet indice, nous avons dans un erlenmeyer de 100 mL, pesé à l'aide d'une balance de précision, 0.2 g de charbon actif. Nous y avons ajouté 20 mL d'une solution de diode 0.2 N. Le mélange a été agité pendant 4 minutes et filtré à l'aide de papier filtre. Nous avons ensuite prélevé 10 mL du filtrat que nous avons titré avec une solution de thiosulfate de sodium à 0.1 N.

L'indice d'iode est déterminé par la formule $\text{Indice } I_2 = \frac{25.4 \times (20 - V_{\text{thio}})}{mCA}$

V_{thio} (mL) est le volume de thiosulfate de sodium.

mCA (g) est la masse de charbon actif en contact avec la solution de BM. $mCA = 0.2g$.

25,4 (g/mL) est la concentration massique de la solution d'iode.

20 (mL) est le volume de la solution d'iode mise en contact avec le charbon actif.

II.6.2. Indice de bleu de méthylène

Cet indice donne une indication sur la capacité du charbon actif à adsorber des molécules de moyenne et de grandes tailles (plus de 15 à 28 Å) [29].

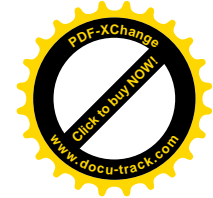
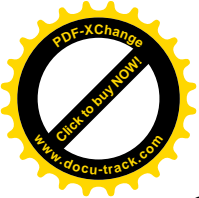
Il consiste à mettre le charbon actif en contact avec une solution de bleu de méthylène de concentration connue. Ce contact permet l'adsorption du bleu de méthylène dans les pores du charbon actif. Au bout d'un certain temps, le mélange est filtré et le filtrat est récupéré. On mesure l'absorbance du filtrat et on détermine sa concentration en bleu de méthylène avec une courbe d'étalonnage. La différence entre la quantité de BM avant et après réaction donne la quantité de BM adsorbé sur le charbon actif.

Pour déterminer l'indice de BM, nous avons pesé dans un erlenmeyer de 250 mL, 0.1 g de charbon. Nous y avons ajouté 100 mL de la solution de BM et avons agité le mélange pendant 4 heures. Au bout des 4 heures nous avons laissé décanter le mélange, puis nous avons prélevé le surnageant que nous avons centrifugé pendant 15 minutes.

A l'aide d'une seringue, nous avons prélevé dans un bécher de 100 mL, environ 15 mL de la solution centrifugée. Pour finir, nous avons lu l'absorbance de la solution à une longueur d'onde de 664 nm et procédé à l'aide de la courbe d'étalonnage, à la détermination par calcul de la concentration de la solution ainsi mise en contact avec le charbon actif.

L'indice de BM est déterminé par la formule $\text{Indice BM} = \frac{V \times (C_0 - C_f)}{mCA}$

V est le volume de la solution de BM. $V = 100$ mL.



C_0 (mg/l) est la concentration initiale de la solution de BM.

C_f (mg/L) est la concentration finale de la solution de BM

m_{CA} (g) est la masse de charbon actif en contact avec la solution de BM. $m_{CA} = 0,1$ g.

II.6.3. Le rendement

La détermination du rendement permet d'estimer les quantités de charbons actifs que l'on peut obtenir à partir d'une quantité initiale de matière première. Il s'agissait donc de déterminer le rapport en pourcentage de la masse de charbon obtenue après pyrolyse sur la masse initiale de biomasse utilisée. Il est calculé par la formule $R = \frac{M}{M_0} \times 100$

M (g) est la masse de charbon obtenue après pyrolyse.

M_0 (g) est la masse initiale de biomasse utilisée.

II.7. Test de purification du biogaz

Ce test consiste à faire passer du biogaz produit par digestion anaérobie des boues de station d'épuration, dans une colonne contenant du charbon actif. Le biogaz est recueilli dans un sac à la sortie de la colonne et analysé. L'analyse consiste à déterminer la concentration en H_2S dans le biogaz filtré. Une différence de la teneur en H_2S présent dans le biogaz avant et après passage sur la colonne, permet de mesurer la capacité des charbons actifs dans l'adsorption du H_2S . Par la suite une analyse par chromatographie gazeuse avant et après filtration, permettra de vérifier l'effet des charbons actifs sur les autres constituants du biogaz tels que le méthane CH_4 et le dioxyde de carbone CO_2 .

Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

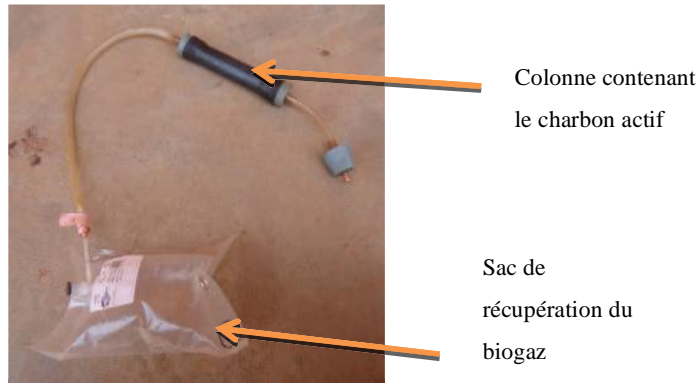


Figure 12 : Disposition de filtration du biogaz

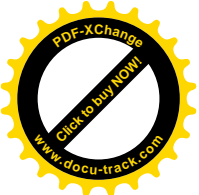
Pour déterminer la teneur en H_2S présent dans le biogaz avant et après passage sur la colonne, un dosage du H_2S devra être réalisé. Parmi les méthodes de dosage du H_2S qui existent, nous avons choisi d'expérimenter la méthode colorimétrique et la méthode gravimétrique en raison de la disponibilité des réactifs.

La méthode colorimétrique consiste à piéger le H_2S dans une solution, puis à transformer ce H_2S en bleu de méthylène par l'ajout de réactifs et lire ainsi l'absorbance de la solution. La concentration en H_2S est fonction de la coloration de la solution. La solution de piégeage peut être de l'eau distillée acidifiée, une solution de sulfate de fer II ou III, une solution d'acétate de Zinc.



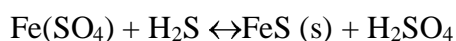
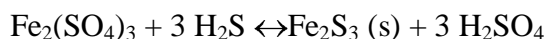
Figure 13 : Dispositif de piégeage du H_2S dans une solution d'eau distillée acidifiée et une solution de sulfate de fer (III)

La méthode gravimétrique consiste à faire précipiter le H_2S en sulfure de fer, puis à peser le précipité. On détermine la concentration en H_2S à l'aide de l'équation de la réaction. Pour cette méthode, on peut utiliser soit le sulfate de fer (II) ou le sulfate de fer (III). La différence entre



Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

les deux réactifs, c'est que 1 mole de Fe^{3+} précipite 1,5 moles de H_2S tandis que 1 mole de Fe^{2+} précipite 1 mole de H_2S comme le montre les réactions ci-dessous.



III. RESULTATS ET DISCUSSION

III.1. Les principaux constituants de la biomasse

Cette analyse avait pour but la détermination de la teneur des principaux constituants de la biomasse. A l'issue des différentes expériences, les résultats obtenus sont les suivants :

Tableau 9 : Résultats de l'analyse immédiate et des principaux constituants de la biomasse

| Paramètres | Proportions (%) |
|--------------------|-----------------|
| Teneur en eau | 4,86 |
| Matières volatiles | 80,19 |
| Taux de cendre | 4,21 |
| Carbone fixe | 15,60 |
| Extractible | 9,66 |
| Hémicellulose | 33,88 |
| Lignine | 15,17 |
| Cellulose | 41,29 |

Ces résultats montrent que les coques de *Balanites aegyptiaca* ont une faible teneur en eau et en cendre, mais ont des teneurs élevées en matière volatiles et en carbone fixe. De plus, elles ont véritablement une nature lignocellulosique comme le confirme les teneurs en lignine, cellulose et hémicellulose. La valorisation thermochimique de ces coques (particulièrement en charbon actif est donc intéressante conformément aux travaux antérieurs)[28][33][50].

III.2. L'analyse du plan d'expérience



Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

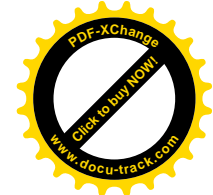
Le plan d'expérience a pour objectif, l'observation de l'influence des différents facteurs sur les réponses étudiées et la détermination des paramètres optimums de préparation du charbon actif. Les expériences menées étaient donc la préparation du charbon actif dans certaines conditions, et la détermination du rendement de carbonisation, de l'indice de bleu de méthylène et de l'indice d'iode des différents charbons obtenus. Les résultats obtenus à l'issue des expériences sont les suivants :

Tableau 10 : Matrice d'expérimentation avec les différentes réponses obtenues

| N° | Température carbonisation (°C) | Durée carbonisation (min) | Ratio d'imprégnation | Concentration (mol/L) | Rendement (%) | Indice BM (mg/g) | Indice d'iode (mg/g) |
|----|--------------------------------|---------------------------|----------------------|-----------------------|---------------|------------------|----------------------|
| 1 | 600 | 120 | 1/2 | 0,61 | 26,55 | 3,03 | 165,1 |
| 2 | 800 | 120 | 1/4 | 0,31 | 22,51 | 9,81 | 774,7 |
| 3 | 800 | 60 | 1/2 | 0,61 | 24,93 | 4,95 | 476,25 |
| 4 | 600 | 60 | 1/2 | 0,61 | 27,64 | 2,84 | 209,55 |
| 5 | 800 | 60 | 1/4 | 0,31 | 23,47 | 3,49 | 527,05 |
| 6 | 600 | 120 | 1/4 | 0,31 | 25,12 | 4,18 | 215,9 |
| 7 | 600 | 60 | 1/4 | 0,31 | 26,12 | 3,63 | 177,8 |
| 8 | 800 | 120 | 1/2 | 0,61 | 23,00 | 9,70 | 889 |
| 9 | 700 | 90 | 3/8 | 0,46 | 25,35 | 4,01 | 374,65 |
| 10 | 700 | 90 | 3/8 | 0,46 | 25,31 | 3,74 | 488,95 |
| 11 | 700 | 90 | 3/8 | 0,46 | 24,60 | 5,55 | 361,95 |
| 12 | 700 | 90 | 3/8 | 0,46 | 24,18 | 6,55 | 374,65 |

Ce tableau montre qu'au total, 12 expériences ont été réalisées en faisant à chaque fois varier les 3 facteurs que sont la température de carbonisation, la durée de carbonisation et le ratio d'imprégnation. Les valeurs observées varient de 22,51% à 27,64% pour le rendement, de 165,1 mg/g à 889 mg/g pour l'indice d'iode, et de 2,84 mg/g à 9,81mg/g pour l'indice de BM (valeurs en rouge).

On remarque que les meilleurs rendements sont obtenus pour les températures et les temps de carbonisation les plus faibles (600°C et 60 min) tandis que les rendements les plus faibles correspondent aux températures et temps de carbonisation les plus élevés (800°C et 120 min). Cela peut s'expliquer par la rupture de liaisons chimiques de la biomasse avec l'augmentation



de la température de pyrolyse conduisant ainsi à la libération des matières volatiles qui se dégagent d'où on aboutit à une diminution progressive de la masse de l'échantillon. Et plus la durée est grande, plus le temps de réaction est élevé.

Pour l'indice d'iode et l'indice de BM, les meilleures valeurs correspondent aux températures et temps de carbonisation les plus élevés (800°C et 120 min) tandis que les faibles valeurs d'indices sont obtenues aux températures et temps de carbonisation les plus faibles (600°C et 60 min). En effet, l'augmentation de la température entraîne une ouverture et un élargissement des pores, ce qui a pour conséquence, l'accroissement de l'adsorption des molécules de bleu de méthylène et d'iode. Les valeurs élevées de l'indice d'iode (entre 165, 1 et 889 mg/g) par rapport à l'indice de BM (entre 2,84 et 9,81 mg/g) indiquent que les charbons ont plus la capacité d'adsorber des particules de tailles inférieures à 2 nm. Ils sont donc microporeux.

III.2.1 Analyse statistique

Une synthèse du tableau de l'ANOVA (tableau 10), nous permet d'obtenir la probabilité de chacun des 3 facteurs et de leurs interactions lorsque les facteurs sont pris 2 à 2 en fonction des différentes réponses.

Ce tableau montre que pour le rendement, les facteurs ayant une probabilité inférieure à 0,05 à un intervalle de confiance de 95%, sont la température de carbonisation (A), la durée de carbonisation (B) et le ratio d'imprégnation (C). Pour les deux autres, l'indice d'iode et de BM, les facteurs ayant une probabilité inférieure à 0,05 sont la température de carbonisation (A) et la durée de carbonisation (B) et l'interaction de ces deux facteurs (A.B). Cela signifie que ces facteurs cités sont significativement différents de zéro au niveau de confiance de 95,0% et que seuls ces facteurs ont des effets significatifs sur les différentes réponses auxquelles ils sont rattachés.



Tableau 11 : Synthèse du tableau de l'ANOVA

| | Probabilité | | |
|------------------------------------|-------------|-------------|-----------|
| | Rendement | Indice iode | Indice BM |
| A:Température carbonisation | 0,0003 | 0,0001 | 0,005 |
| B:Durée carbonisation | 0,0126 | 0,0155 | 0,0109 |
| C:Ratio d'imprégnation | 0,0136 | 0,8164 | 0,8528 |
| A.B | 0,573 | 0,0144 | 0,0183 |
| A.C | 0,4701 | 0,6685 | 0,3232 |
| B.C | 0,4512 | 0,6685 | 0,5462 |
| R² | 95,53% | 96,46% | 91,20% |
| R²ajusté | 91,17% | 92,21% | 80,63% |

L'analyse du tableau 4 nous montre également que pour les 3 réponses, le R² et le R² ajustés, ont des valeurs supérieures à 80%. Le modèle donnant les réponses sous la forme $Y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + \dots + a_nX_n$ (où Y est la réponse, les X_n sont les facteurs) est donc valide. Les différentes valeurs du R² indiquent que le modèle ajusté explique respectivement 95,53% de la variabilité du rendement, 96,46% de la variabilité de l'indice d'iode, et 91,20% de la variabilité de l'indice BM.

III.2.2. Modélisation mathématique des réponses et analyse de l'effet des différents facteurs

Les équations des différentes réponses sont :

- Rendement :

$$Y_1 = 24,8973 - 1,43875.A - 0,623625.B + 0,611625.C - 0,098875.AB - 0,128125AC - 0,134BC \quad (1)$$

- L'indice d'iode



$$Y_2 = 419,629 + 237,331A + 81,7563B + 5,55625C + 83,3438AB + 10,3187AC + 10,3188BC(2)$$

- L'indice de BM

$$Y_3 = 5,12208 + 1,78362A + 1,47538B - 0,073125C + 1,29113AB + 0,410125AC - 0,242125BC(3)$$

Lorsqu'un coefficient est précédé d'un signe positif, cela signifie que le facteur concerné a un effet synergique sur la réponse : par conséquent son augmentation entraîne l'augmentation de la réponse et inversement. Par contre lorsque le signe est négatif, le facteur a un effet antagoniste c'est-à-dire que: son augmentation entraîne la diminution de la réponse et vice versa. Ainsi pour le rendement (1), seul le ratio d'imprégnation a un effet synergique. Pour l'indice d'iode (2), tous les facteurs ont un effet synergique. Pour l'indice de BM (3), tous les facteurs ont un effet synergique excepté le ratio d'imprégnation et l'interaction température de carbonisation - ratio d'imprégnation.

L'analyse des graphiques de Pareto du rendement, montre que la température de carbonisation est le facteur ayant le plus d'effets, suivies de la durée de carbonisation et du ratio d'imprégnation qui ont le même effet significatif mais de façon modéré. Les effets d'interactions (BC, AC et AB) sont faibles. On peut conclure que ces effets d'interaction ne sont pas significatifs sur le rendement en charbon actif.

Pour les graphiques de Pareto de l'indice d'iode ; nous remarquons que, la température de carbonisation a le plus d'effet significatif ; or le ratio d'imprégnation et les interactions (BC, AC) sont pas du tout significatif. L'interaction(AB) a un effet significatif modéré sur l'indice d'iode.

Pour l'indice de bleu de méthylène, la température de carbonisation, le temps de carbonisation et leur interaction(AB) ont le plus grand effet significatif. Au contraire, le ratio d'imprégnation et les interactions (AC et BC) sont les effets faibles par conséquent pas significatif sur l'adsorption du BM.



Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

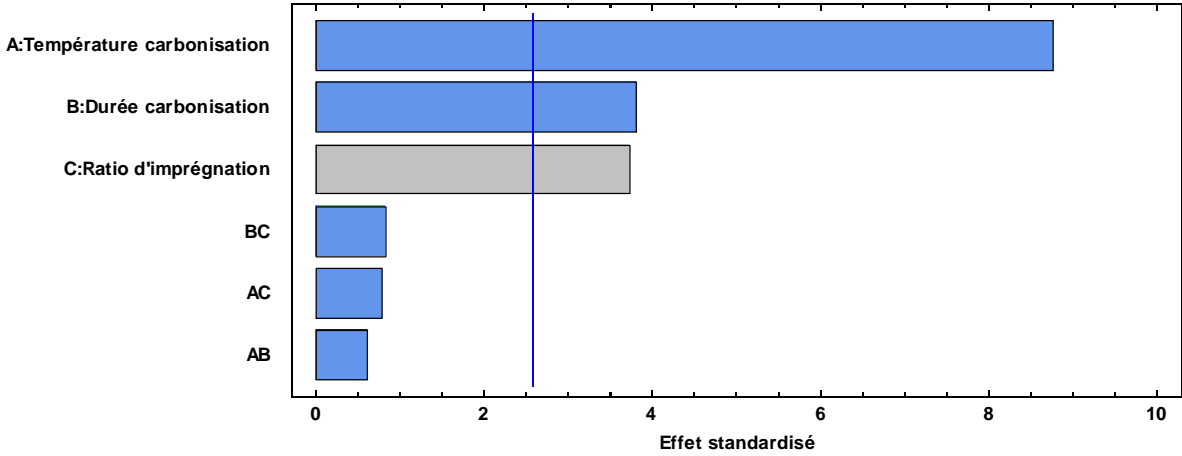


Figure 14 : Graphique de PARETO du rendement

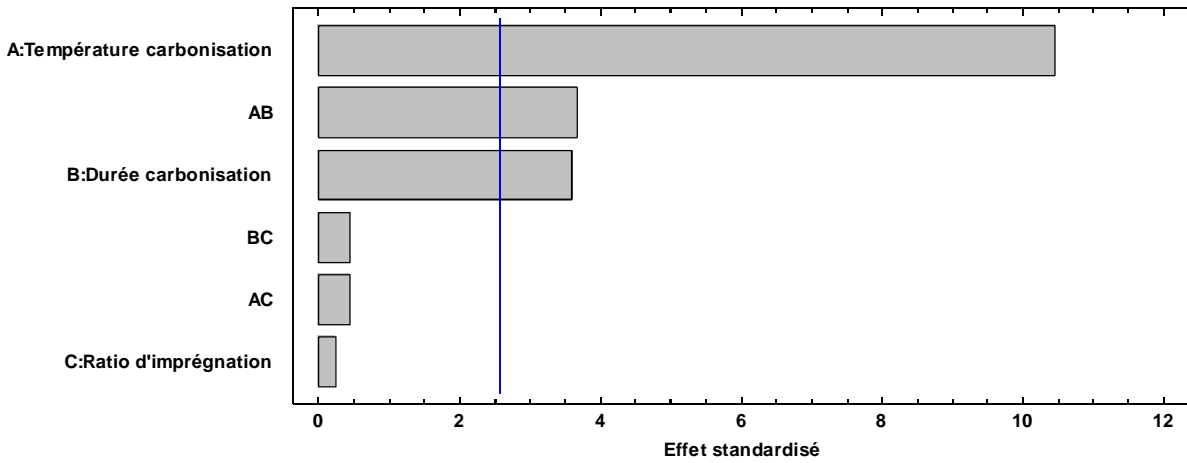


Figure 15: Graphique de PARETO de l'indice d'iode

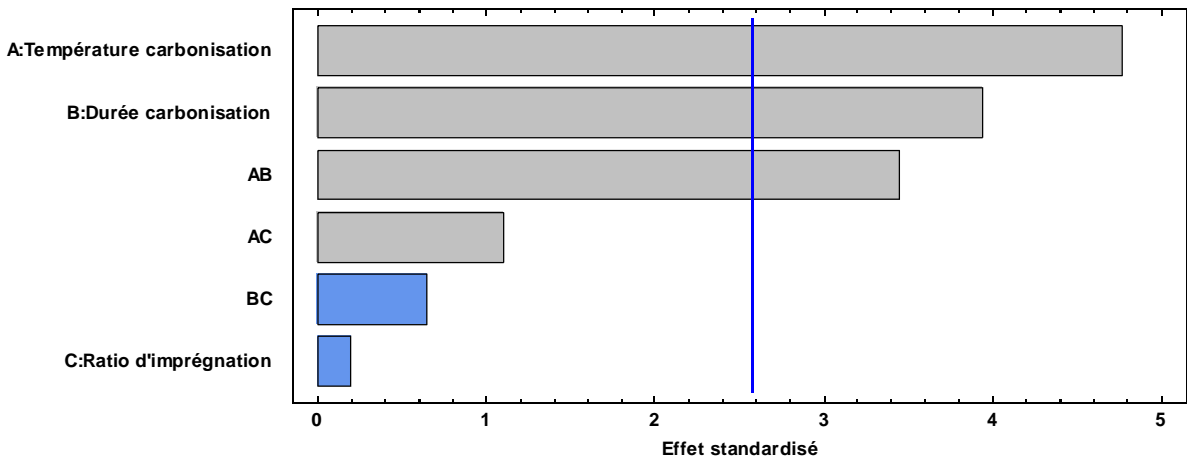
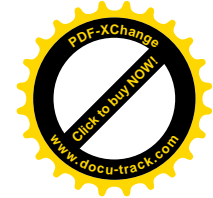
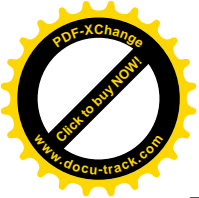


Figure 16 : Graphique de PARETO de l'indice de BM



III.2.3. Les surfaces de réponses

A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. A l'ensemble de tous les points du domaine d'étude, correspond un ensemble de réponses qui se localisent sur une surface appelée surface de réponse. On peut ainsi prédire la valeur que prendront les différentes réponses à l'intérieur de leur domaine d'étude. Les surfaces de réponses ci-dessous représentées, permettent de voir l'évolution des différentes réponses. On peut ainsi se rendre compte de l'effet antagoniste de la température et de la durée de carbonisation sur le rendement (figures 17 et 18) et de l'effet synergique de ces deux facteurs sur les indices d'iode et de BM (figures 19, 20, 21 et 22).

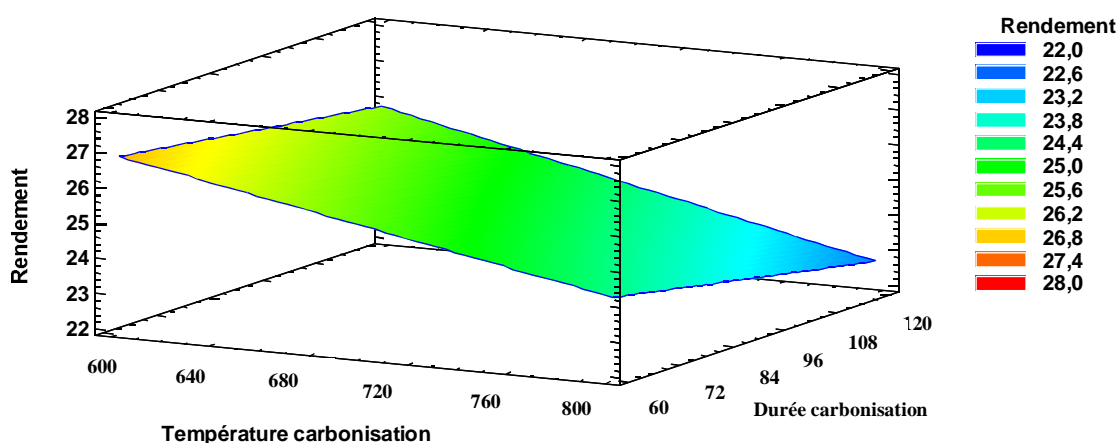


Figure 17 : Surface de réponse du rendement 3D

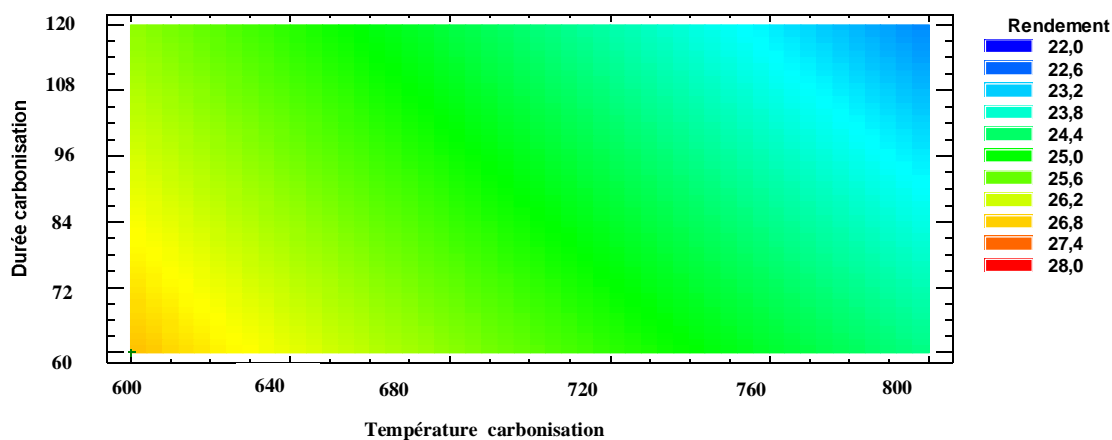


Figure 18 : Surface de réponse du rendement 2D

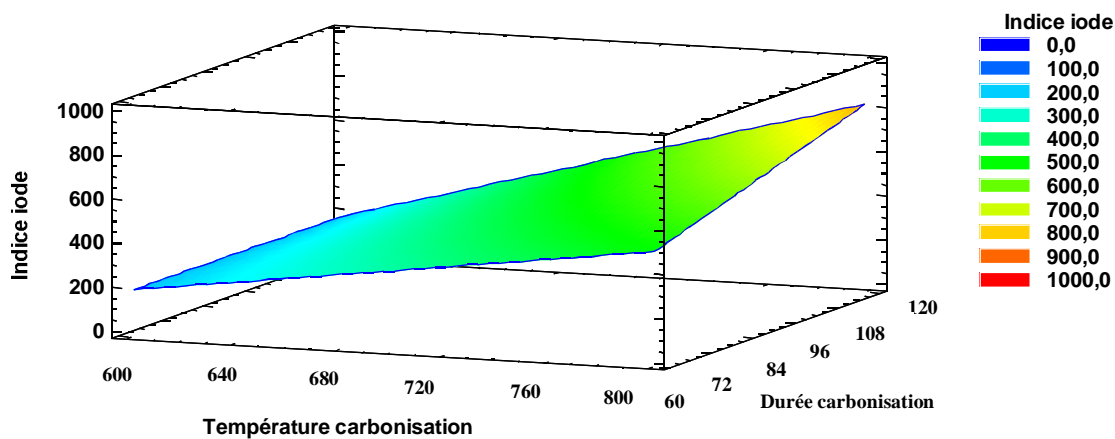


Figure 19 : Surface de réponse de l'indice d'iode 3D

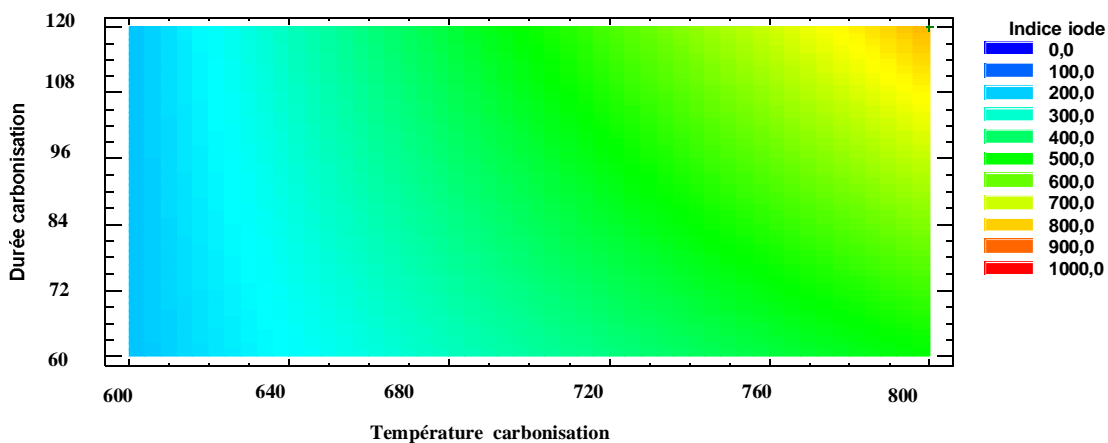


Figure 20 : Surface de réponse de l'indice d'iode 2D

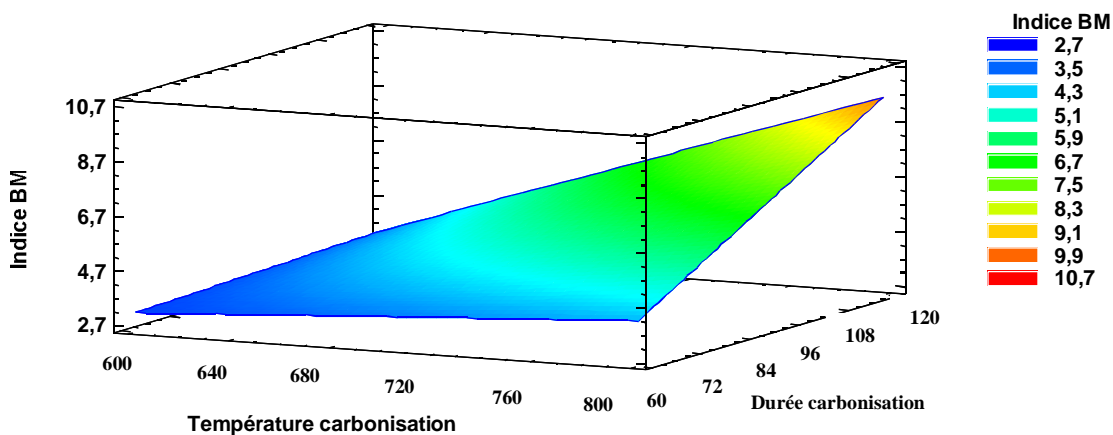


Figure 21 : Surface de réponse de l'indice de BM 3D

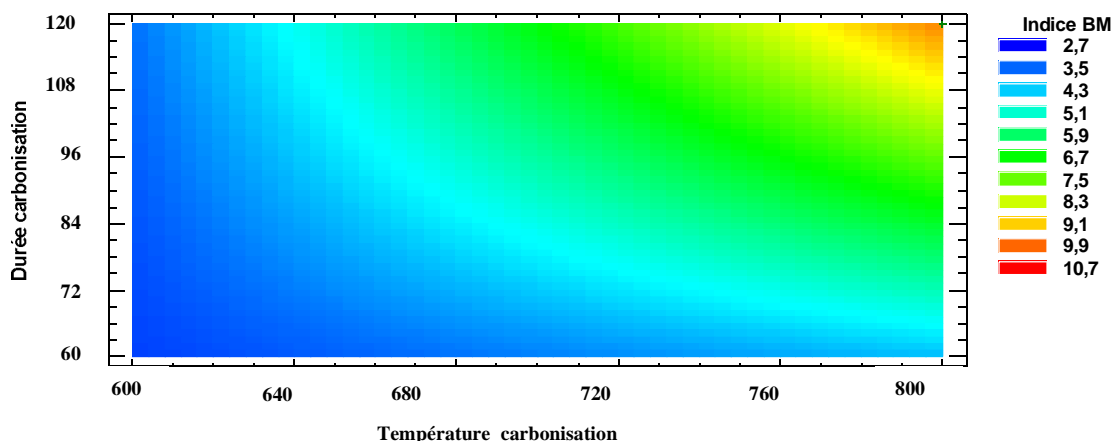


Figure 22 : Surface de réponse de l'indice de BM 2D

III.2.4. Les valeurs optimums

Les valeurs optimums des réponses ainsi que la valeur des facteurs qui permettent d'obtenir ces valeurs optimums, sont consignées dans le tableau ci-dessous :

Tableau 12 : Valeur optimum des réponses

| | Valeur optimum | Température optimum (°C) | Durée optimum (min) | Ration d'imprégnation optimum |
|-----------------------------|----------------|--------------------------|---------------------|-------------------------------|
| Rendement (%) | 27,73 | 600 | 60 | 1/2 |
| Indice d'iode (mg/g) | 848,25 | 800 | 120 | 1/2 |
| Indice de BM (mg/g) | 9,77 | 800 | 120 | 1/4 |

Ces valeurs sont le résultat de la superposition des différentes courbes de surface de réponses. La zone d'intérêt est ainsi repérée et c'est dans cette zone que ce retrouvent les conditions optimales. Pour valider ce modèle, il est judicieux de répliquer ces expériences et de comparer les valeurs obtenues avec les valeurs prédites par le modèle.

Conclusion sur l'analyse du plan d'expérience

L'analyse du plan d'expérience montre que la température et la durée de carbonisation sont les facteurs ayant un effet significatif sur les réponses que sont le rendement, l'indice d'iode et l'indice de BM. Les meilleurs rendements sont obtenus pour les températures et les temps de

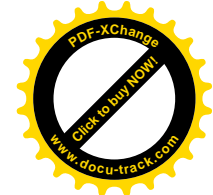


carbonisation les plus faibles (600°C et 60 min), ces conditions qui sont celles prédites par le modèle comme conditions optimales pour la première réponse qu'est le rendement en charbon actif. Tandis que pour l'indice d'iode et l'indice de BM, les meilleures valeurs correspondent aux températures et temps de carbonisation les plus élevés (800°C et 120 min) qui sont aussi les conditions optimales prédites par notre modèle. Les valeurs élevées de l'indice d'iode (entre 165, 1 mg/g et 889 mg/g) par rapport à l'indice de BM (entre 2,84 mg/g et 9,81 mg/g), indiquent que les charbons produits ont la capacité d'adsorber des particules de tailles inférieures à 2 nm. Ils sont donc microporeux et donc sont potentiellement capables d'adsorber le sulfure d'hydrogène.

CONCLUSION

Les travaux décrits dans ce mémoire portent sur la valorisation des coques de *balanites aegyptiaca* en charbon actif, pour l'élimination du sulfure d'hydrogène contenu dans le biogaz. La méthodologie de la recherche expérimentale à travers le plan factoriel a été utilisée pour étudier l'effet des facteurs température, temps de séjour et ratio d'imprégnation, ainsi que leur interaction sur le rendement et les propriétés d'adsorption mesurée par les indices d'iode et de bleu de méthylène (BM).

L'influence des différents facteurs sur le rendement et les propriétés d'adsorption a pu être modélisée de façon satisfaisante par un modèle de régression linéaire multiple. L'analyse du modèle montre que la température et le temps de séjour sont les facteurs ayant un effet significatif sur le rendement et les indices d'iode et de BM. Les facteurs température et le temps de séjour ont des effets synergiques positifs sur l'indice d'iode. Des expériences complémentaires sont en cours dans le but d'obtenir un modèle d'optimisation offrant la possibilité de calculer les conditions expérimentales permettant d'obtenir des valeurs de réponses données. Les charbons actifs préparés à la température de 800°C, avec un temps de séjour de 2h et un ratio d'imprégnation de 1/2, présentent des textures très microporeuses et des propriétés de surface potentiellement favorables à une adsorption efficace du H₂S. Pour le vérifier, un dispositif de collecte du biogaz intégrant un module de filtration sur charbon actif directement connecté au réacteur de digestion anaérobie des boues de la STEP de 2iE a été



élaboré. Les performances des charbons actifs pour adsorber le H_2S présent dans le biogaz sont en cours d'évaluation.

IV. PERSPECTIVES

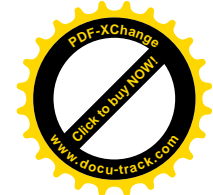
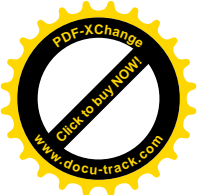
En vue de s'assurer des performances des charbons actifs préparés à adsorber le H_2S contenu dans le biogaz, il est nécessaire de poursuivre les travaux initiés au cours de ce stage, et en particulier de :

- perfectionner la méthode de dosage du H_2S contenu dans le biogaz. Il s'agit de refaire plusieurs essais de dosage du H_2S par la méthode gravimétrique et la méthode colorimétrique afin de déterminer la précision de chaque méthode ;
- tester la capacité de charbon à adsorber le H_2S . Il s'agit de collecter le biogaz produit par le réacteur de digestion anaérobie de la STEP de 2iE en utilisant le module de filtration sur charbon actif développé et de déterminer la teneur en H_2S dans le biogaz collecté avec et sans module de filtration ;
- vérifier que les charbons actifs n'adsorbent pas le CH_4 du biogaz et étudier l'adsorption des autres constituants tels que CO_2 ou N_2 , à travers une analyse chromatographique du biogaz filtré et non filtré.

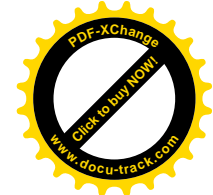


REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] A. Laurent, I. Bakas, J. Clavreul, A. Bernstad, M. Niero, E. Gentil, M. Z. Hauschild, and T. H. Christensen, “Review of LCA studies of solid waste management systems – Part I: Lessons learned and perspectives,” *Waste Manag.*, vol. 34, no. 3, pp. 573–588, Mar. 2014.
- [2] N. Mohamad Nor, L. C. Lau, K. T. Lee, and A. R. Mohamed, “Synthesis of activated carbon from lignocellulosic biomass and its applications in air pollution control—a review,” *J. Environ. Chem. Eng.*, vol. 1, no. 4, pp. 658–666, décembre 2013.
- [3] Natalie Ho, “Modeling Hydrogen Sulfide Adsorption by Activated Carbon made from Anaerobic Digestion By-Product,” Department of Chemical Engineering and Applied Chemistry University of Toronto, 2012.
- [4] A. Kwaghger and J. . Ibrahim, “Optimization of Conditions for the Preparation of Activated Carbon from Mango Nuts using HCl,” *American Journal of Engineering Research*, vol. 02, pp. 74–85, 2013.
- [5] M. Gueye, Y. Richardson, F. T. Kafack, and J. Blin, “High efficiency activated carbons from African biomass residues for the removal of chromium(VI) from wastewater,” *J. Environ. Chem. Eng.*, vol. 2, no. 1, pp. 273–281, Mar. 2014.
- [6] M. B. Sagna, A. Diallo, P. S. Sarr, O. Ndiaye, D. Goffner, and A. Guisse, “Biochemical composition and nutritional value of *Balanites aegyptiaca* (L.) Del fruit pulps from Northern Ferlo in Senegal,” *African Journal of Biotechnology*, vol. 13, no. 2, pp. 336–342, Jan. 2014.
- [7] H O Sanon, J A Nianogo, N S Nanglem, and S. Sanou, “Amount of fallen fodder components from *Acacia raddiana*, *Balanites aegyptiaca* and *Ziziphus mauritiana* available to ruminants in selected Sahelian pastures,” *Livestock Research for Rural Development*, Volume 17, Article #147, 2005. [Online]. Available: <http://www.lrrd.org/lrrd17/12/sano17147.htm>. [Accessed: 12-Mar-2014].
- [8] B. Chapagain and Z. Wiesman, “Variation in diosgenin level in seed kernels among different provenances of *Balanites aegyptiaca* Del (*Zygophyllaceae*) and its correlation with oil content,” *Afr. J. Biotechnol.*, vol. 4, no. 11, pp. 1209–1213, Nov. 2005.
- [9] RECORD, “Aide à la définition des déchets dits biodégradables, fermentescibles, méthanisables,” no. 00–0118/1A, p. 153, 2002.
- [10] J. H. Martin, “A New Method to Evaluate Hydrogen Sulfide Removal from Biogas,” North Carolina State University, 2008.
- [11] L. V.-A. Truong and N. Abatzoglou, “A H₂S reactive adsorption process for the purification of biogas prior to its use as a bioenergy vector,” *Biomass Bioenergy*, vol. 29, no. 2, pp. 142–151, août 2005.
- [12] J. Guo, Y. Luo, A. C. Lua, R. Chi, Y. Chen, X. Bao, and S. Xiang, “Adsorption of hydrogen sulphide (H₂S) by activated carbons derived from oil-palm shell,” *Carbon*, vol. 45, no. 2, pp. 330–336, février 2007.
- [13] U. Marchaim, *Les procédés de production de biogaz pour le développement de technologies durables*. Food & Agriculture Org., 1994.
- [14] S. Nishimura and M. Yoda, “Removal of hydrogen sulfide from an anaerobic biogas using a bio-scrubber,” *Water Sci. Technol.*, vol. 36, no. 6–7, pp. 349–356, 1997.
- [15] I N E R I S, “Fiche de données toxicologiques et environnementales des substances chimiques.” 2011.
- [16] INERIS, “Seuils de Toxicité Aiguë Hydrogène Sulfuré (H₂S).” 2000.
- [17] Pépin Tchouate Héteu and Joseph Martin, “Compatibilité du biogaz avec les moteurs de cogénération.” 2007.



- [18] T. J. Bandoz, "Effect of pore structure and surface chemistry of virgin activated carbons on removal of hydrogen sulfide," *Carbon*, vol. 37, no. 3, pp. 483–491, février 1999.
- [19] W. Feng, S. Kwon, E. Borguet, and R. Vidic, "Adsorption of hydrogen sulfide onto activated carbon fibers: effect of pore structure and surface chemistry," *Environ. Sci. Technol.*, vol. 39, no. 24, pp. 9744–9749, 2005.
- [20] C.-C. Huang, C.-H. Chen, and S.-M. Chu, "Effect of moisture on H₂S adsorption by copper impregnated activated carbon," *J. Hazard. Mater.*, vol. 136, no. 3, pp. 866–873, août 2006.
- [21] A. Bagreev, F. Adib, and T. J. Bandoz, "pH of activated carbon surface as an indication of its suitability for H₂S removal from moist air streams," *Carbon*, vol. 39, no. 12, pp. 1897–1905, Oct. 2001.
- [22] J. Rouquerol, F. Rouquerol, P. Llewellyn, G. Maurin, and K. S. Sing, *Adsorption by powders and porous solids: principles, methodology and applications*. Academic press, 2013.
- [23] Elena Fernandez Ibañez, "ETUDE DE LA CARBONISATION ET L'ACTIVATION DE PRÉCURSEURS VÉGÉTAUX DURS ET MOUS," UNIVERSITÉ DE NEUCHÂTEL, 2002.
- [24] Benoît Rouffet, "Etude d'un réacteur de post-décharge d'azote en flux dédié à la décontamination de l'instrumentation médicale. Application à la détermination des probabilités de recombinaison hétérogène de l'azote atomique," Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2008.
- [25] "Chemisorption and physisorption." [Online]. Available: http://old.iupac.org/reports/2001/colloid_2001/manual_of_s_and_t/node16.html. [Accessed: 22-May-2014].
- [26] J.-L. Burgot, *Chimie analytique et équilibres ioniques*. Lavoisier, 2011.
- [27] L. K. KOOPAL, "MANUAL OF SYMBOLS AND TERMINOLOGY FOR PHYSICOCHEMICAL QUANTITIES AND UNITS," 2001. [Online]. Available: http://old.iupac.org/reports/2001/colloid_2001/manual_of_s_and_t/manual_of_s_and_t.html. [Accessed: 22-May-2014].
- [28] F. T. Kafack, *Etude des performances des charbons actifs préparés à partir de biomasses tropicales pour l'élimination du chrome et du cuivre en milieu aqueux*. 2012.
- [29] U.S ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY Technology Transfer, "PROCES DESIGN MANUAL FOR CARBON ADSORPTION." Oct-1973.
- [30] Julien Omlin and Lydie Chesaux, "Évaluation de charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines." Mai-2010.
- [31] K. Kante, C. Nieto-Delgado, J. R. Rangel-Mendez, and T. J. Bandoz, "Spent coffee-based activated carbon: Specific surface features and their importance for H₂S separation process," *J. Hazard. Mater.*, vol. 201–202, pp. 141–147, Jan. 2012.
- [32] C. Moreno-Castilla, M. V. López-Ramón, and F. Carrasco-Marín, "Changes in surface chemistry of activated carbons by wet oxidation," *Carbon*, vol. 38, no. 14, pp. 1995–2001, 2000.
- [33] A. Préau, "ETUDE PYROLYSE COMPOSES LIGNOCELLULOSIQUES ET MODELISATION DE CE PROCESSUS," Institut national polytechnique de Lorraine, 2007.
- [34] A. KHELFA, "Etude des étapes primaires de la dégradation thermique de la biomasse lignocellulosique," Université Paul Verlaine- Metz, Saint-Avold (France), 2009.
- [35] O. Ioannidou and A. Zabaniotou, "Agricultural residues as precursors for activated carbon production—A review," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 11, no. 9, pp. 1966–2005, décembre 2007.



- [36] A. Baçaoui, A. Yaacoubi, A. Dahbi, C. Bennouna, R. Phan Tan Luu, F. J. Maldonado-Hodar, J. Rivera-Utrilla, and C. Moreno-Castilla, "Optimization of conditions for the preparation of activated carbons from olive-waste cakes," *Carbon*, vol. 39, no. 3, pp. 425–432, Mar. 2001.
- [37] J. Guo and A. C. Lua, "Textural and Chemical Characterizations of Adsorbent Prepared from Palm Shell by Potassium Hydroxide Impregnation at Different Stages," *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 254, no. 2, pp. 227–233, Oct. 2002.
- [38] R. Pietrzak, P. Nowicki, J. Kaźmierczak, I. Kuszyńska, J. Goscińska, and J. Przepiórski, "Comparison of the effects of different chemical activation methods on properties of carbonaceous adsorbents obtained from cherry stones," *Chem. Eng. Res. Des.*
- [39] I. Okman, S. Karagöz, T. Tay, and M. Erdem, "Activated Carbons From Grape Seeds By Chemical Activation With Potassium Carbonate And Potassium Hydroxide," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 293, pp. 138–142, février 2014.
- [40] D. Angın, E. Altıntig, and T. E. Köse, "Influence of process parameters on the surface and chemical properties of activated carbon obtained from biochar by chemical activation," *Bioresour. Technol.*, vol. 148, pp. 542–549, Nov. 2013.
- [41] E. Raymundo-Piñero, P. Azaïs, T. Cacciaguerra, D. Cazorla-Amorós, A. Linares-Solano, and F. Béguin, "KOH and NaOH activation mechanisms of multiwalled carbon nanotubes with different structural organisation," *Carbon*, vol. 43, no. 4, pp. 786–795, 2005.
- [42] J. Janick and R. E. Paull, *The Encyclopedia of Fruit & Nuts*. CABI, 2008.
- [43] B. Chapagain, "CHARACTERIZATION OF DESERT DATE (*Balanites aegyptiaca*) SAPONINS AND THEIR BIOLOGICAL ACTIVITIES," Ben-Gurion University of the Negev, Beer-Sheva, 2006.
- [44] M. Ndoye, Ismaïl, L. Diallo, Y. Kegrave, and N. Gassama/Dia, "Reproductive biology in *Balanites aegyptiaca* (L.) Del., a semi-arid forest tree," *Afr. J. Biotechnol.*, vol. 3, no. 1, pp. 40–46, Jan. 2004.
- [45] "Monographie national sur la diversité biologique du Burkina Faso." .
- [46] S. N. Amadou, "CAPITALISATION DE L'EXPERIENCE SAHELIENNE EN MATIERE DE BIOCARBURANT CAS DU NIGER." 2007.
- [47] J. Ya'u, U. N. Abdulmalik, A. H. Yaro, B. A. Chindo, J. A. Anuka, and I. M. Hussaini, "Behavioral properties of *Balanites aegyptiaca* in rodents," *J. Ethnopharmacol.*, vol. 135, no. 3, pp. 725–729, juin 2011.
- [48] W. Tinsson, *Plans d'expérience: constructions et analyses statistiques*. Springer, 2010.
- [49] J. Goupy and L. Creighton, *Introduction aux plans d'expériences - 3ème édition - Livre+CD-Rom*. Dunod, 2006.
- [50] François-Xavier COLLARD, "Nouvelles stratégies catalytiques pour la gazéification de la biomasse : Influence de métaux imprégnés sur les mécanismes de pyrolyse," Institut International de l'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement (2iE) Université de Technologie de Compiègne (UTC), 2012.



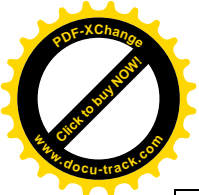
ANNEXES

1. Plan de surface de réponse.

Dans l'objectif d'améliorer la précision du modèle, nous avons repris la préparation des charbons actifs en utilisant un plan de surface de réponse. Ce plan est le plan centré composite $2^3 +$ étoile.

- La matrice d'expérience est la suivante :

| Température carbonisation | Durée carbonisation | Ratio d'imprégnation |
|---------------------------|---------------------|----------------------|
| 0 | 0 | -1,68179 |
| 0 | 0 | 1,68179 |
| -1,68179 | 0 | 0 |
| -1 | 1 | 1 |
| 1 | 1 | -1 |
| 1 | -1 | 1 |
| 1,68179 | 0 | 0 |
| -1 | -1 | 1 |
| 1 | -1 | -1 |
| -1 | 1 | -1 |
| 0 | -1,68179 | 0 |
| -1 | -1 | -1 |
| 1 | 1 | 1 |
| 0 | 1,68179 | 0 |
| 0 | 0 | 0 |
| 0 | 0 | 0 |



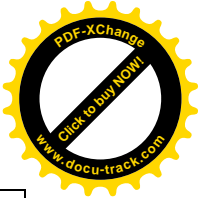
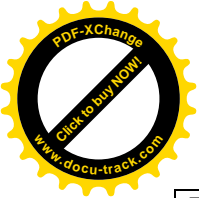
Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites



| | | |
|---|---|---|
| 0 | 0 | 0 |
| 0 | 0 | 0 |

- La matrice d'expérimentation avec le rendement et les indices d'iodes est la suivante

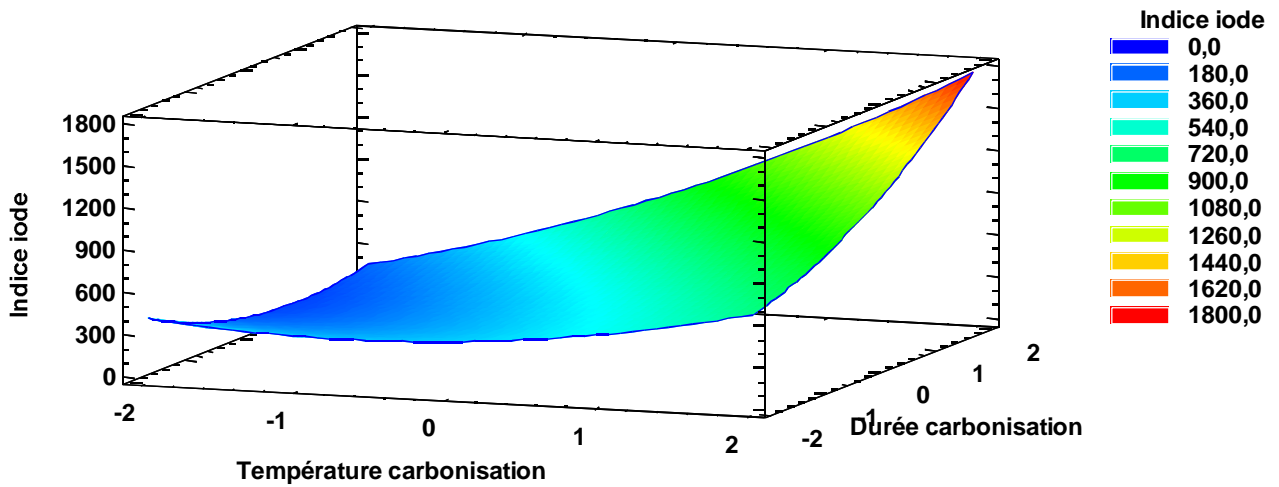
| N° | Température carbonisation | Durée carbonisation | Ratio d'imprégnation | Concentration (mol/L) | Rendement % | Indice d'iode (mg/g) |
|----|---------------------------|---------------------|----------------------|-----------------------|-------------|----------------------|
| 1 | 600 | 120 | 1/2 | 0,61 | 26,55 | 165,1 |
| 2 | 800 | 120 | 1/4 | 0,305 | 22,51 | 774,7 |
| 3 | 800 | 60 | 1/2 | 0,61 | 24,93 | 476,25 |
| 4 | 600 | 60 | 1/2 | 0,61 | 27,64 | 209,55 |
| 5 | 800 | 60 | 1/4 | 0,305 | 23,47 | 527,05 |
| 6 | 600 | 120 | 1/4 | 0,305 | 25,12 | 215,9 |
| 7 | 600 | 60 | 1/4 | 0,305 | 26,12 | 177,8 |
| 8 | 800 | 120 | 1/2 | 0,61 | 23,00 | 889 |
| 9 | 700 | 90 | 3/8 | 0,458 | 25,35 | 374,65 |
| 10 | 700 | 90 | 3/8 | 0,458 | 25,31 | 488,95 |
| 11 | 700 | 90 | 3/8 | 0,458 | 24,60 | 361,95 |
| 12 | 700 | 90 | 3/8 | 0,458 | 24,18 | 374,65 |
| A | 700 | 90 | 3,2955/20 | 0,201 | 24,79 | 319,32 |
| B | 700 | 90 | 11,7045/20 | 0,715 | 23,04 | 566,63 |
| C | 532 | 90 | 3/8 | 0,458 | 27,37 | 236,83 |
| D | 700 | 140 | 3/8 | 0,458 | 24,05 | 845,94 |
| E | 700 | 40 | 3/8 | 0,458 | 25,07 | 344,53 |



Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

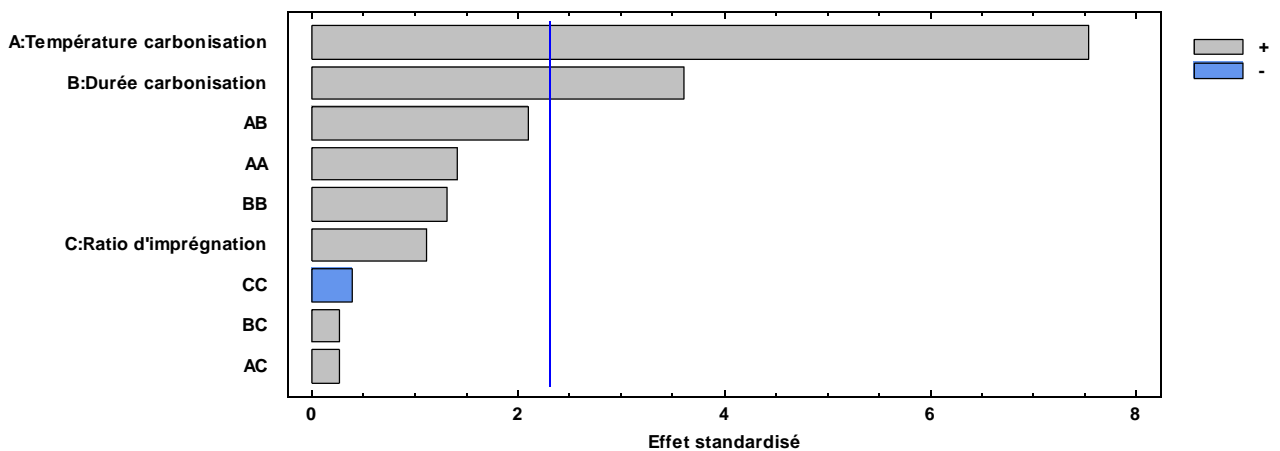
| | | | | | | |
|---|-----|----|-----|-------|-------|--------|
| F | 868 | 90 | 3/8 | 0,458 | 19,54 | 971,58 |
|---|-----|----|-----|-------|-------|--------|

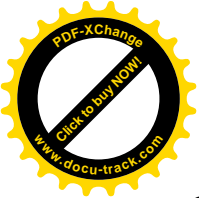
- Le $R^2 = 90,84\%$ et le R^2 ajusté = $80,55\%$
- La surface de réponse de l'indice d'iode en fonction de la température de carbonisation et la durée de carbonisation est la suivante :



L'analyse de cette surface de réponse nous montre que plus de la température et la durée de carbonisation sont élevés, plus l'indice d'iode est élevé.

- Le graphique de pareto pour l'indice d'iode est le suivant :





Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

Ce graphique montre que seules la température et la durée de carbonisation ont un effet significatif sur l'indice d'iode.

La modélisation de l'indice d'iode donne l'équation suivante :

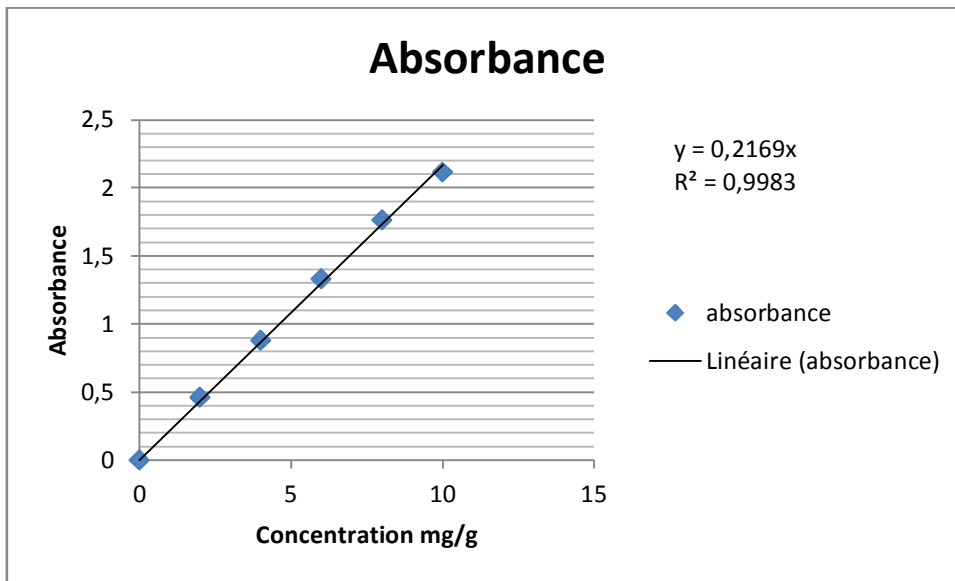
$$\text{Indice iode} = 406,195 + 229,507*A + 109,639*B + 33,7101*C + 44,6826*A^2 + 83,3437*AB + 10,3188*AC + 41,5112*B^2 + 10,3188*BC - 12,321*C^2$$

A : est la température de carbonisation,

B : est la durée de carbonisation,

C : est le ratio d'imprégnation.

2. Courbe d'étalonnage de l'indice de BM



3. Teneur en eau

| Echantillon | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|-----------------|---------|---------|---------|---------|---------|
| m1 | 24,6737 | 24,2115 | 28,0366 | 24,6943 | 24,6464 |
| m2 | 26,6085 | 26,1459 | 30,0016 | 26,6150 | 26,5222 |
| m3 | 26,5147 | 26,0532 | 29,9050 | 26,5218 | 26,4308 |
| Teneur en eau % | 4,85 | 4,79 | 4,92 | 4,85 | 4,87 |



4. Matières volatiles

| Echantillon | 1 | 2 |
|---------------------|------------|------------|
| m1 | 31,2834 | 33,2585 |
| m2 | 32,2879 | 34,2823 |
| m3 | 31,4854 | 33,4583 |
| Matières volatiles% | 79,8904928 | 80,4844696 |

5. Taux de cendre

| Echantillon | 1 | 2 | 3 |
|------------------|------------|-----------|------------|
| m1 | 21,287 | 22,6166 | 23,3895 |
| m2 | 22,4107 | 24,0069 | 24,4797 |
| m3 | 21,3349 | 22,6757 | 23,4343 |
| Taux de cendre % | 4,26270357 | 4,2508811 | 4,10933774 |

6. Extractibles

| | |
|-------------|------------|
| m1 | 0,9276 |
| m2 | 4,1448 |
| m3 | 4,672 |
| Extractible | 9,66029724 |

7. Holocellulose

| | |
|---------------|------------|
| m1 | 0,9252 |
| m4 | 1,0149 |
| m5 | 1,5963 |
| Holocellulose | 33,8752586 |

8. Lignine

| | | |
|---------|------------|------------|
| m1 | 0,8931 | 0,91 |
| m6 | 1,0421 | 1,029 |
| m7 | 1,0948 | 1,1243 |
| m8 | 0,04387241 | 0,0433209 |
| Lignine | 15,1451483 | 15,1980712 |



Production de charbons actifs à base de résidus de Balanites

