



Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement
International Institute for Water and Environmental Engineering

Fondation ZIE

**SYNTHESE ET CARACTERISATION DES CHARBONS ACTIFS A PROPRIETES
ANTISEPTIQUES – TESTS SUR DES CULTURES DE BACTERIES**

Mémoire pour l'obtention du Master d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement
Option : Energie et Génie des Procédés Industriels

Présenté et soutenu publiquement le 15 juin 2010 par :

Mr. SOME Seozoumé Evariste

Travaux dirigés par :

Dr Mariam PABYAM SIDO

Dr Joël BLIN

Enseignants chercheurs UTER GEI

Jury d'évaluation du stage :

Président :

Dr Philippe GIRARD

Membres et correcteurs :

Pr Yézouma COULIBALY

Dr Joël BLIN

Dr Mariam PABYAM SIDO

Promotion 2008/2010

REMERCIEMENTS

Je remercie sincèrement mes encadreurs Dr Joël BLIN, Dr Mariam PABYAM SIDO pour le suivi, le soutien qui m'ont apporté tout au long de la préparation de mon mémoire de fin de cycle.

Je remercie tout l'ensemble du groupe du Laboratoire Biomasse Energie Biodiesel pour leur collaboration franche durant tous mes travaux ; en particulier M'Baye Gueye pour son assistance.

Aussi je remercie l'équipe du LEDES pour leur aide lors des analyses biologiques de mes échantillons, notamment M Boukary SAWADOGO et M Seram SOSSOU

Je remercie également tous mes camarades stagiaires qui étaient là dans le cadre de leur stage auxquels j'ai eu recours à certain moment pour des compléments d'informations.

Enfin je remercie ma famille et tous les amis qui m'ont soutenu tout au long de cette épreuve.

DEDICACE

Je dédie ce travail à mon père et mère défunts,

A mes frères et sœurs,

A ma femme et mes enfants.

RESUME

Plus d'un milliard de personnes n'ont pas accès à l'eau potable, particulièrement en Afrique subsaharienne. A ce problème de pénurie, s'ajoute le problème de pollution des ressources disponibles, dues aux activités anthropiques de l'homme.

Pour contribuer et tenter de pallier au problème de dépollution des eaux en Afrique, le LBEB explore la piste des charbons actifs qui sont des matériaux poreux, capables d'adsorber une large gamme de polluants.

Cependant, bien que d'efficacité reconnue sur un large spectre de polluants, les charbons actifs simples présentent des performances limitées lorsqu'il s'agit de dépolluer les eaux chargées de bactéries. De plus, leur principe de régénération et recyclage après utilisation, est complexe et coûteux. D'où l'intérêt de l'utilisation des charbons actifs à propriétés antiseptiques, composés carbonés issus de transformation thermochimique de biomasses imprégnées de sels de métaux reconnus pour leurs propriétés antiseptiques. En effet l'utilisation des charbons actifs a un triple avantage notamment la dévitalisation, l'adsorption et le recyclage par le procédé de la séparation électrostatique.

Dans ce mémoire l'objectif est d'une part, de synthétiser, caractériser et analyser des CA à propriétés antiseptiques obtenus par pyrolyse/activation de biomasses imprégnées de sels de métaux et d'autre part, de tester ces charbons actifs sur des échantillons de bouillons de culture pollués de bactéries.

Aussi la disponibilité des résidus agricoles et forestiers et l'accessibilité aux sels de métaux, permettraient de vulgariser la synthèse et l'utilisation des charbons actifs au Burkina Faso.

Mots clés : biomasse, charbons actifs, propriétés antiseptiques, dévitalisation.

ABSTRACT

Over one billion people lack access to safe drinking water, particularly in sub-Saharan Africa. At this shortage, compounded by the problem of pollution of available resources due to anthropogenic activities of man. To try and help alleviate the problem of clean water in Africa, explores the runway LBEB active carbons are porous materials that can absorb a wide range of pollutants. However, although of proven efficacy across a broad spectrum of pollutants, activated carbons are simple limited performance when it comes to cleaning up

bacteria-laden water. Moreover, their principle of regeneration and recycling after use, is complex and expensive. Hence the interest in the use of antiseptic active carbon, carbon compounds derived from thermo chemical conversion of biomass impregnated metal salts known for their antiseptic properties. Indeed the use of activated carbon has three advantages including decay, adsorption and recycling by the process of electrostatic separation. In this thesis the aim is firstly, to synthesize, characterize and analyze AC antiseptic properties obtained by pyrolysis / activation of biomass impregnated with metal salts and secondly, to test the activated carbon on samples broth cultures of bacteria contaminated.

Also the availability of agricultural residues and forest and accessibility to metal salts, would popularize the synthesis and use of activated carbon in Burkina Faso.

Keywords: biomass, coal assets, antiseptic, decay.

NOMENCLATURE

2iE : Institut International de l'Eau et de L'Environnement
UTER: Unité Thématique d'Enseignement et de la Recherche
GEI : Génie Electrique et Industriel
GVEA: Gestion et Valorisation de l'Eau-Assainissement
LBEB: Laboratoire Biomasse Energie et Biocarburant
LEDES: Laboratoire Eau potable et Eau de Surface
CA : Charbon Actif
CAPA : Charbon Actif à Propriétés Antiseptiques
BM: Bleu de Méthylène
CA-AA : Charbon actif Arachides argent
CA-CA : charbon actif coco argent
CA-BA : charbon actif bois argent
CA-AZ : charbon actif arachide zinc
CA-CZ : charbon actif coco zinc
CA-BZ : charbon actif bois zinc
STEPE ; Station de traitement et d'Épuration de l'Eau Potable

Sommaire

REMERCIEMENTS	II
DEDICACE.....	III
RESUME.....	IV
ABSTRACT	IV
NOMENCLATURE.....	VI
Sommaire	VIII
Liste des figures.....	X
Liste des tableaux	XI
Liste des photos.....	XI
<i>I. INTRODUCTION GENERALE</i>	1
<i>II. ETAT DE L'ART</i>	4
II.1) Introduction	5
II.2) Généralités sur le charbon actif	5
II.3) Le charbon actif à propriétés antiseptiques	5
II.3.1) Définitions	5
II.3.2) Domaines d'utilisation.....	6
II.4) Fabrication du charbon actif.....	7
II.4.1) Introduction	7
II.4.2) Procédés de fabrications	7
II.4.3) Biomasses	8
II.4.4) Analyses immédiates	8
II.4.5).Imprégnation des biomasses.....	9
II.4.6) Minéralisation.....	9
II.4.7) Pyrolyse	9
II.4.9) Caractérisation du charbon actif	10
II.5) Conclusion.....	12
III) REGENERATION ETRECYCLAGE	12
<i>III. MATERIELS ET METHODES</i>	13

III.1) Présentation du laboratoire (LBEB).....	14
III.2) Synthèse du charbon actif à propriétés antiseptiques au LBEB	14
III.2.1) Choix des biomasses	14
III.2.2) Préparation de la biomasse.....	14
III.2.3) Sels de métaux	15
III.2.4) Imprégnation des biomasses	16
III.2.5) Minéralisation/Dosages des métaux.....	16
III.2.6) PROCEDE DE PYROLYSE.....	17
III.2.7) Caractéristiques du CA	17
III.3) Tests au CA antiseptiques sur des échantillons d'eau polluée de bactéries	20
III.3.1) Généralités	20
III.3.2) Quelques familles de bactéries	21
IV. <i>RESULTATS ET DISCUSSIONS</i>	23
IV.1) Introduction.....	24
IV.2) Analyses préliminaires.....	24
IV.3) Minéralisation/Dosage des métaux	24
IV.4) Fabrication du CAPA.....	26
IV.4.1) Echantillons utilisés	26
IV.4.2) Conditions de pyrolyse	26
IV.5) Caractérisation	26
IV.5.1) Test à l'indice d'iode	26
IV.5.2) capacité d'adsorption/Test au bleu de méthylène	27
IV.5.3) Comparaison	29
IV.5.4) Surface spécifique.....	30
IV.6) Test d'efficacité	30
IV.6.1) Tests préliminaires.....	30
IV.6.1) Influence de la dilution du CA.....	31
IV.6.2) Influence de la masse et du temps.....	32
IV.6.3) Influence du catalyseur	33

IV.6.4) Influence de la biomasse des Charbons Actifs.....	34
IV.6.5) Influence des creusets	34
IV.6.6) Comparaison	35
IV.6.7) Test sur eau naturelle	36
V. <i>CONCLUSION GENERALE</i>	37
V.1) Conclusion.....	38
VI.) perspectives.....	39
<i>Annexes</i>	40
Annexes 1	41
Annexe2	42
Annexe 3	43
Annexe 4	43
Bibliographie.....	45

Liste des figures

Figure 1: Représentations d'un modèle d'USB (à gauche) et d'une microstructure de charbon actif (à droite).	7
Figure 2: Structures des pores du charbon actif	11
Figure 3: Biomasses utilisées pour la fabrication de nos charbons	14
Figure 4: courbe étalon du test au bleu de méthylène	19
Figure 5: Quelques familles de bactéries.....	21
Figure 6: Résultats des analyses élémentaires.....	24
Figure 7: Concentration du métal dans la biomasse	25
Figure 8: Fractions de métaux dans les biomasses	25
Figure 9: Valeurs de la quantité d'iode adsorbée par les biomasses	27
Figure 10: Quantité de BM adsorbée par CA-AA.....	28
Figure 11: Quantité de BM adsorbée par CA-CA	28
Figure 12: Quantité de BM adsorbée par CA-BA	29
Figure 13: Capacité d'adsorption des différents CA.....	29
Figure 14: comptage des bactéries	31
Figure 15: Capacité d'adsorption du CA-AA pour 2h avec masses différentes	32
Figure 16: Influence de la masse sur l'adsorption	32

Figure 17: Influence du temps sur l'adsorption	33
Figure 18: Influence du catalyseur sur l'adsorption.....	33
Figure 19: Influence du CA sur l'adsorption	34
Figure 20: Influence des creusets sur l'adsorption.....	35
Figure 21: Capacité d'adsorption des CA	35
Figure 22: capacité d'adsorption des CAPA sur E coli.....	36

Liste des tableaux

Tableau 1: Bilan des analyses élémentaires	15
Tableau 2: Imprégnation des sels de métaux dans les biomasses.....	16
Tableau 3: Concentrations et quantités de métal dans les biomasses.....	16
Tableau 4: Conditions expérimentales	17
Tableau 5: Valeurs indicative de la quantité d'iode adsorbée.....	18
Tableau 6: Test au bleu de méthylène	20
Tableau 7: Comptage de bactéries.....	31

Liste des photos

Photo 1: Concentration d'E coli avant et après traitement.....	20
Photo 2: colonie de E coli observée au microscope	22
Photo 3: procédé de pyrolyse	26
Photo 4: E. coli avant et après traitement	36

I. INTRODUCTION GENERALE

L'eau joue un rôle irremplaçable dans le développement de la vie humaine, animale ou végétale et dans l'évolution des sociétés. Denrée rare et précieuse, l'eau douce ne représente que 2,5 % de toute l'eau présente sur terre. Or, selon l'Organisation Météorologique Mondiale, « *une grave pénurie d'eau risque de se produire d'ici 50 ans* ». Déjà, aujourd'hui, plus d'un milliard de personnes n'ont pas accès à l'eau potable et on enregistre plus de 1.3 M/an de perte de vie pour cause de consommation d'eau polluée (Yang et al.).

Si la situation mondiale est loin d'être encourageante, celle de l'Afrique, et en particulier des pays sahéliens, est encore plus grave. Aux problèmes d'une pénurie déjà annoncée dans certaines régions, s'ajoutent l'insuffisance, voire, l'inexistence de procédés de dépollution efficaces et appropriés.

En collaboration avec le CIRAD, le 2iE compte apporter sa contribution à la problématique de dépollution des eaux usées en Afrique, notamment en Afrique subsaharienne. D'où la mise en place d'un volet charbons actifs. Les charbons actifs sont des composés carbonés issus d'une transformation thermochimique de biomasses, qui leurs confère un fort pouvoir d'adsorption. D'où leur application dans de nombreux procédés de dépollution. Cependant, les problèmes liés aux charbons actifs simples restent le fait que leur efficacité est limitée quand il s'agit de traiter efficacement les eaux chargées de bactéries. Aussi quelques inconvénients existent quand à leur régénération/recyclage après utilisation, liés au fait qu'ils sont complexes et onéreux. D'où l'intérêt de prospecter l'alternative des charbons actifs à propriétés antiseptiques. Ce sont des charbons issus d'une transformation thermochimique de biomasses imprégnées de sels de métaux connus pour leur action bactéricide. Les charbons à propriété antiseptique présentent un triple avantage. Ils permettent de dévitaliser les bactéries, de les adsorber, et présentent en plus une possibilité de recyclage par séparation électrostatique.

L'objectif de ce mémoire est de synthétiser et fabriquer des charbons actifs à propriétés antiseptiques à partir de différentes biomasses notamment les coques de noix de coco, les coques d'arachide et le bois de jatropha et divers sels de métaux (nitrate d'argent, chlorure de zinc).

Ensuite caractériser les charbons actifs obtenus en déterminant leurs porosités et surfaces d'adsorption par des méthodes approchées.

Aussi d'isoler une souche de bactéries de la famille gram- à laquelle appartient E coli et les cultiver dans un bouillon de culture.

Enfin de tester les charbons actifs synthétisés sur des bouillons de culture pollués de bactéries et éventuellement sur les eaux naturelles polluées.

II. ETAT DE L'ART

II.1) Introduction

Les charbons actifs sont d'origines végétales, minérales et animales. Ils ont toujours joué un rôle prépondérant aussi bien dans l'activité domestique que dans l'activité industrielle et agricole de l'homme.

Les charbons actifs ont un pouvoir adsorbant très élevé et ont une place privilégiée dans la purification de l'eau, la décoloration des sucres, la récupération des solvants volatiles, la fixation des colorants et le traitement des gaz (1).

II.2) Généralités sur le charbon actif

Le charbon actif est une forme poreuse du carbone, qui peut être fabriqué à partir d'une variété de matières premières carbonées. Les principaux produits utilisés pour sa fabrication, sont faits à partir de déchets agricoles et forestiers tels que les coques de noix de coco, coques d'amande, noyaux de pêche, les pépins de raisin, les noyaux d'abricots, noyaux de cerises, les pierres d'olive, les coques d'arachide, coquilles de noix, balle de riz, les réservoirs d'huile de palme, et la bagasse de canne à sucre (2).

Ils sont généralement les adsorbants les plus couramment utilisés pour l'élimination des composés organiques et des microorganismes de l'air et de l'eau. Toute matière avec une haute teneur en carbone, peut être utilisée comme matière première pour la production de charbons actifs.

Les charbons actifs sont couramment utilisés dans les processus de traitement et de dépollution des eaux usées et polluées, en raison principalement de leur structure très poreuse et de leur grande surface spécifique. Les propriétés physico-chimiques des charbons actifs sont essentiellement dépendantes des conditions de la préparation, qui peuvent être fondées sur les procédés d'activation physique ou chimique favorise la formation de nouvelles pores. C'est l'élargissement du diamètre des pores lors de l'activation qui permet d'activer le charbon, efficace pour l'adsorption (3) des microorganismes et autres colorants des solutions aqueuses.

II.3) Le charbon actif à propriétés antiseptiques

II.3.1) Définitions

Le charbon actif à propriétés antiseptiques (CAPA) est un charbon qui a les capacités à travers ses agents chimiques de détruire (bactéricide) ou de paralyser ou empêcher la multiplication (bactériostatique) les microorganismes pathogènes tels que les bactéries, responsables des infections.

Les sels de métaux ont des propriétés antiseptiques qui détruisent les bacilles anaérobies.

Les acides utilisés sont tous bactéricides notamment l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique (utilisé aussi comme virucide).

La coloration par la méthode de Gram permet de différencier les bactéries. C'est une préparation coloré au violet de gentiane plus une solution iodo- iodurée qu'on lave à l'alcool, certaines se décolorent, ce sont les gram- tel que le E. coli et les gram+ tel que le S. aureus.

II.3.2) Domaines d'utilisation

La fabrication des charbons actifs à partir des sous-produits agricoles a un double objectif notamment la conversion de déchets non désirés et du surplus agricoles en matériau adsorbant efficace pour la suppression des polluants organiques des eaux usées.

Les CAPA sont utilisés dans le domaine industriel, agricole, minier et principalement dans le domaine de la santé publique pour : dépolluer, désodoriser, décolorer l'air et ou les eaux usées polluées de toutes sortes d'éléments inorganiques et microorganismes.

Les CA sont principalement utilisés à des fins d'adsorption, une tâche pour laquelle il est bien conçu, mais son travail d'adsorption est limité à deux phases :

La phase gaz/vapeur (généralement de l'air) ou la phase liquide (généralement de l'eau).

L'adsorption dans une solution, comparativement à l'adsorption dans l'air est relativement simple à faire expérimentalement, car il n'y a aucuns changements de volume et les techniques modernes d'analyse peuvent être facilement adaptées aux changements de concentration dans les solutions mesurées, aussi complexe soient ils. L'adsorption compétitive peut se produire entre le solvant et le soluté. L'adsorption de la solution peut être encore plus compliquée parce que le soluté peut changer chimiquement, ou sa concentration peut varier dans la solution.

Les atomes du CA ont une grande surface interne qui créent des forces d'attraction vers l'extérieur appelées forces de Van der Waals. Ces forces entraînent l'adsorption des molécules présentes dans les milieux gazeux et liquides environnants.

Certaines molécules ont des structures qui les rendent plus facilement adsorbables que d'autres (4).

II.4) Fabrication du charbon actif

II.4.1) Introduction

Les charbons actifs sont issus de matières premières bon marché ou gratuites. Ils sont produits à partir de presque tous les matériaux contenant du carbone organique, principalement le bois brute, la sciure de bois, coques de noix de coco, d'arachide, noyaux de fruits, la tourbe, la lignite, le charbon minéral, la bagasse, les matières synthétiques, polymères et les résidus pétroliers (5).

Dans cette partie, l'étude portera sur la fabrication et l'utilisation du charbon actif et leurs utilisations dans les environnements industriels, agricoles, miniers, hospitaliers et globalement publics.

II.4.2) Procédés de fabrications

La matière première est calcinée en absence d'oxygène pour obtenir un solide amorphe riche en carbone. La structure et la nature chimique d'un charbon actif évoluent tout au long des processus de fabrication. Sa structure est formée de feuillets de carbone arrangés de manière irrégulière laissant des interstices entre eux. Ainsi, le matériau ne possède qu'une porosité rudimentaire dite primaire (pores trop petits ou en nombre restreint) et ne peut être employé comme adsorbant sans un traitement complémentaire. En conséquence, le pouvoir adsorbant du charbon est créé ou augmenté en éliminant par un procédé d'activation les goudrons et autres matières carbonées désorganisées issues de la décomposition du composé organique qui obstruent les pores. L'espace libre entre ces feuillets constitue la microporosité du matériau (6).

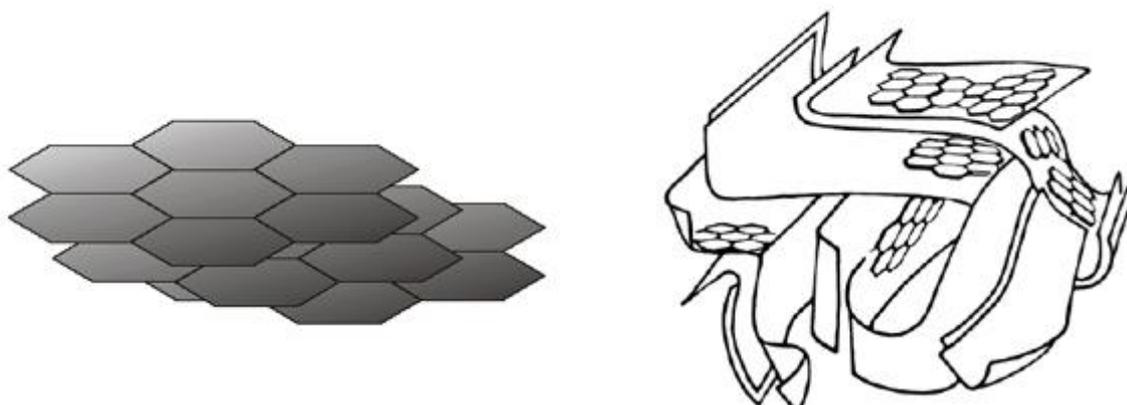


Figure 1: Représentations d'un modèle d'USB (à gauche) et d'une microstructure de charbon actif (à droite).

II.4.3) Biomasses

Les caractéristiques physico-chimiques des charbons actifs dépendent du type de la biomasse utilisée et des conditions d'activation. Les charbons actifs sont classés en trois types (en poudre, en granulés et en fibreux) en fonction de leurs tailles, de leurs formes et de chaque type application spécifique.

II.4.4) Analyses immédiates

Les résultats de l'analyse immédiate sont exprimés en termes d'humidité, de matières volatiles, de cendres et teneur en carbone fixe

Un gramme de biomasse est chargé dans un creuset avec couvercle et chauffée de la température ambiante à 110 ° C dans un four jusqu'au séchage complet.

▶ Taux d'humidité

Le charbon actif est généralement défini sur une base d'humidité libre certains taux d'humidité sont estimés par exemple à 3, 8 et 10%.si le CA est bien conditionné dans des contenants hermétiques. Le taux d'humidité ne porte pas atteinte au pouvoir d'adsorption, mais il dilue le carbone.

▶ Taux de matières volatiles

Le charbon actif en dehors de l'humidité, du carbone fixe et des cendres contient d'autres matières telles que les goudrons et autres composés organiques obstruant les pores qui sont appelés matières volatiles.

Pour déterminer le taux de MV, l'échantillon a été placé dans un four tubulaire à 950 ° C pendant 6 min pour déterminer la quantité de matières volatiles. Le creuset couvert a été retiré du four et refroidie à tube chambre la température dans un dessiccateur (7).

▶ Taux de cendres

La teneur en cendres d'un charbon actif est le résidu qui reste quand la matière carbonée est brûlée. Le matériau inorganique contenu dans le charbon actif est mesurée comme la teneur en cendres, en général dans la gamme comprise entre 2 et 10% (Yang, 2003).

Pour déterminer la teneur en cendres, environ 1 g de l'échantillon est mis dans un creuset couvert et chauffé dans le four à moufle de la température ambiante à 750 ° C pendant 3 h. Puis, le creuset a été placé dans un dessiccateur pour refroidissement jusqu'à la température ambiante et on obtient ainsi les cendres.

► Teneur en carbone fixe

La teneur en carbone fixe a été obtenue en soustrayant les taux d'humidité, de matières volatiles et de cendres contenu dans la biomasse de 100%.

II.4.5).Imprégnation des biomasses

La matière première est imprégnée avec des sels de métaux et mis sous forme de pâte puis ce mélange est agité pour une homogénéisation. La réorganisation structurale permet de développer une microporosité et une méso porosité par élargissement du diamètre des pores. La taille des pores dans le charbon actif final est déterminée par le degré d'imprégnation ; plus celui-ci est élevé, plus le diamètre des pores est grand.

Il existe plusieurs types d'imprégnations qui sont l'imprégnation à pression atmosphérique, l'imprégnation sous vide et l'imprégnation sous vide avec agitation qui ont chacune ses avantages et ses inconvénients compte tenu des critères choisis et des paramètres désirés.

II.4.6) Minéralisation

La minéralisation consiste principalement à déterminer le taux de métaux contenu dans la biomasse imprégnée.

Après la carbonisation totale des échantillons des biomasses imprégnées de chlorure de zinc ont été diluées avec l'acide chlorhydrique à 20% sur un thermostat agitateur à 90°C jusqu'à la dissolution totale. Après agitation le mélange est refroidi, filtré, puis lavé avec de l'eau distillée.

Les biomasses imprégnées avec du nitrate d'argent ont ensuite été traité avec HNO₃ à la concentration de 20% et est agité à 90°C (12) jusqu'à la dissolution totale. Après agitation, le mélange est refroidi, filtré, puis laver soigneusement avec de l'eau distillée.

II.4.7) Pyrolyse

Les charbons actifs sont obtenus par pyrolyse de différents composés organiques : bois, coques de noix de coco, coques d'arachide, noyaux de fruits, bambous, charbon, lignite, tourbe et résidus pétroliers.

Les propriétés physico-chimiques des charbons actifs sont essentiellement dépendantes des conditions de la préparation, qui peuvent être fondées sur les procédés d'activation physique ou chimique favorisant la formation de nouvelles pores.

Les échantillons de CA sont soumis à la pyrolyse et à l'activation physique CO₂ à la température d'activation de 600°C pour une durée de 1 h avant le refroidissement sous flux d'azote. Ainsi, le paramètre le plus important est la température de pyrolyse comprise entre

500-800 ° C (9) ou l'activation chimique à une température comprise entre 400-600°C avec une vitesse de chauffe lente pour qu'une plus grande proportion de matières volatiles s'échappe sans subir de dégradation thermique

Le processus d'activation consiste à traiter la matière première avec de la vapeur (CO₂ et O₂) ou de produits chimiques pour développant ainsi la structure des pores. Il existe deux procédés d'activation :

▶ Activation physique

Le matériau brut est carbonisé à une température d'environ 600°C pendant 6 à 8 heures. L'activation physique consiste en une oxydation du carbone obtenu à haute température (800-1000°C) (8) par un agent gazeux faiblement oxydant pendant 24 à 72 heures. Les gaz principalement utilisés, seuls ou en mélange, sont l'air, la vapeur d'eau ainsi que le dioxyde de carbone.

Le contrôle de la température est un paramètre important. De plus, la maîtrise du procédé doit être complète pour créer une taille des pores bien définie, uniforme et adaptée aux applications visées. Généralement, les charbons actifs produits par activation physique présentent une structure poreuse fine.

▶ Activation chimique

En ce qui concerne le procédé chimique, la carbonisation et l'activation sont réalisées simultanément entre 400 et 600°C (10) ou entre 500 et 800°C (11) en présence de catalyseurs d'oxydation : acide phosphorique, acide sulfurique, sulfure de potassium, chlorure de zinc, sels de cuivre, sels d'argent, etc.

Généralement, les charbons actifs produits par activation chimique présentent une structure poreuse ouverte (les pores débouchent à la surface du grain), idéale pour l'adsorption de grosses molécules. L'activation chimique présente beaucoup plus d'avantages que l'activation physique, à savoir un plus grand rendement, une plus grande surface spécifique et un meilleur développement de la structure poreuse du charbon.

II.4.9) Caractérisation du charbon actif

Après la pyrolyse, le lavage et le séchage des CA à 105°C pendant 24h, les principales caractéristiques des charbons actifs sont déterminées par le test à l'indice d'iode et au bleu de méthylène (mg/g) et la surface BET (m²/g), pour déterminer la taille des pores (13).

II.4.9.1) Porosité du CA

A partir du CA obtenu, on détermine les différentes porosités tels que les microporeux, les méso poreux ou les macroporeux (10).

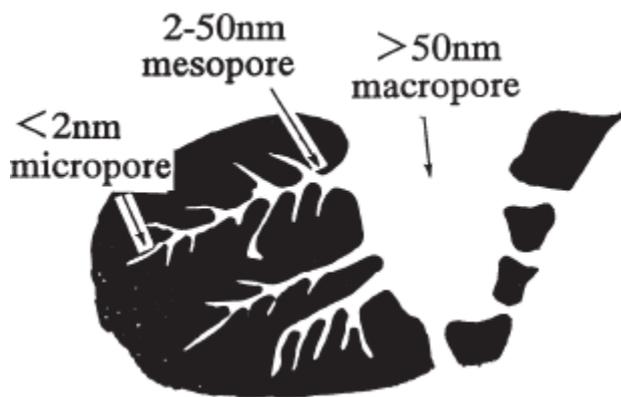


Figure 2: Structures des pores du charbon actif

Le charbon actif est caractérisé par un vaste système de pores de taille moléculaire dont la surface interne varie de $400\text{m}^2/\text{g}$ à plus de $2000\text{m}^2/\text{g}$.

La structure des pores dépend du choix de la matière première. Les différentes structures poreuses peuvent être obtenues en faisant varier le degré d'activation du charbon actif (8).

II.4.9.2) Influence du pH initial

L'effet du pH initial sur l'efficacité d'adsorption d'un colorant a été examiné sur une plage de valeurs de pH de 2 à 10 (14).

La décoloration est moins élevée au pH initial de 2. et le colorant adsorbé augmente lorsque le pH est passé de 2 à 7.

Au delà d'un pH de 7, la décoloration n'est plus significative, d'où le choix d'un pH inférieur ou égal à 7 pour les prochaines expériences.

Pour cette raison, un pH au plus égal à 7 sera sélectionné pour les expériences futures.

II.4.9.3) Capacité d'adsorption

La capacité d'adsorption des charbons actifs préparés est déterminée par la méthode d'adsorption au bleu de méthylène (MB) et la capacité de l'indice d'iode (mg/g).

L'adsorption en phase liquide est utilisée pour évaluer la capacité d'adsorption des charbons actifs sur divers polluants d'eaux contaminées.

Le test à l'indice d'iode permet de déterminer la microporosité du charbon actif.

Les CA microporeux sont efficaces pour l'adsorption dans l'air des odeurs et des colorants et aussi des petites molécules.

Le bleu de méthylène est une molécule relativement grande et est souvent utilisé comme adsorbat dans l'adsorption en phase liquide, et sa valeur peut indirectement indiquer le montant des méso pores dans les charbons actifs. La molécule du BM est accessible aux pores

de diamètre supérieur à 1,5 nm. En outre, ces résultats sont conformes à la valeur des différentes surfaces spécifiques et du volume des pores (15).

II.4.9.4) Surface spécifique

La surface spécifique d'un solide est étroitement liée à sa structure poreuse. Charbons actifs utilisés pour fabrication de catalyseur ont généralement une surface spécifique de 800 à 1200 m²/g, selon le degré d'activation.

La surface spécifique (m²/g) de carbone poreux est plus souvent déterminée partir de la mesure d'adsorption de gaz à l'aide de la théorie Brunauer-Emmett-Teller BET (Hu et Srinivasan, 1999). La méthode la plus couramment employée pour caractériser ces aspects structurels de la porosité est basée sur l'interprétation de l'isotherme d'adsorption d'azote (par exemple, N₂ à 77K) à son point d'ébullition de 77K. C'est l'isotherme l'adsorption recommandée, bien que l'argon à 77 K soit également utilisé.

II.5) Conclusion

La fabrication des charbons actifs s'achève par un lavage à l'eau pure ou des acides minéraux pour éliminer les cendres. Ensuite ont lieu des opérations de séchage, d'étiquetage et de conditionnement. Leurs caractéristiques et performances sont déterminées ou vérifiées par des tests d'indices d'iode ou de bleu de méthylène en laboratoire.

III) REGENERATION ET RECYCLAGE

Lorsqu'ils sont utilisés en tant qu'adsorbant, les CA se saturent progressivement et finissent par ne plus pouvoir fixer les molécules à sa surface. Afin de valoriser au mieux ces matériaux et ne pas en faire un déchet ultime, il apparait donc important de pouvoir le régénérer de façon à ce qu'il puisse retrouver ses propriétés initiales d'adsorbant.

Il existe un certain nombre de techniques de régénération du CA : thermique, à la vapeur d'eau, chimique (extraction par solvant, par fluide supercritique ou décomposition des adsorbats par des agents oxydants ou réducteurs), électrochimique ou encore biologique

Il est aussi important de penser à recycler les CA quand à un moment ils ne peuvent plus être régénérés, afin qu'ils puissent servir de nouveau pour la fabrication de nouveaux charbons ou pour servir de compost ou qu'ils soient complètement incinérés en respectant les normes environnementales. Comme technique de recyclage, l'utilisation d'un séparateur électrostatique ou la méthode de dégradation électrochimique peut être envisagée (16).

III. MATERIELS ET METHODES

III.1) Présentation du laboratoire (LBEB)

Le LBEB est un laboratoire au sein de l'Unité Thématique d'Enseignement et de Recherche Génie Énergétique et Industriel (UTER GEI) du 2ie en partenariat avec le CIRAD. Il est spécialisé dans le domaine de recherche de la valorisation des biomasses issues des déchets agricoles et forestiers et la suscitation à l'utilisation du biocarburant dans l'objectif de contribuer au développement durable en Afrique à travers des technologies novatrices pour la production d'énergies décentralisées. Le Laboratoire est dirigé par son responsable Dr Joël BLIN entouré d'une équipe constituée de Dr Mariam PABYAM, d'ingénieurs de recherches, de quatre doctorants et d'étudiants stagiaires en fin de cycle de master d'ingénierie de l'eau et de l'environnement, option énergie.

III.2) Synthèse du charbon actif à propriétés antiseptiques au LBEB

III.2.1) Choix des biomasses

Dans cette étude, les charbons actifs ont été fabriqués à partir de biomasses issues des déchets agricoles, notamment les coques de noix de coco, les coques d'arachide et le bois de jatropha. Nous avons choisi ces biomasses à cause de leur disponibilité et parce qu'elles ne sont pas destinées à une autre utilisation.



Figure 3: Biomasses utilisées pour la fabrication de nos charbons

III.2.2) Préparation de la biomasse

Les biomasses ont été préalablement concassées, puis broyées dans un broyeur à couteaux et tamisées.

La granulométrie choisie pour les différentes biomasses est comprise entre 0,8 et 1mm.

Les échantillons ont été ensuite placés dans une étuve pour un séchage à 105°C pendant au minimum 24h.

Pour déterminer le taux d'humidité, 2g de biomasse ont été pesés dans creuset et placés à l'étuve à 105°C pendant 5h avec un pas de temps de 1h après 2h de chauffage jusqu'à obtention d'une masse constante. Ainsi on calcule la teneur en humidité par

$$M = 100 * \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \quad (1)$$

Aussi pour déterminer le taux de matières volatiles, 1g d'échantillon est pesé et mis dans un creuset couvert et placé dans un four à 900°C pendant 7mn. Il est ensuite retiré et placé dans un dessiccateur pour refroidissement et cela nous permet d'obtenir les MV sous cette forme

$$V = \left(\frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} * 100 - M \right) * \frac{100}{(100 - M)} \quad (2)$$

Pour déterminer la teneur en cendres, une quantité de 2g est pesée est placée dans un creuset en porcelaine et chauffé à l'air à 550°C dans un four à moufle jusqu'à ce que le carbone a été complètement brûlé. La température devrait être inférieure à 600 ° C afin de minimiser la volatilisation des constituants inorganiques, et aussi pour laisser les cendres dans un état acceptable pour un examen plus approfondi. Sortir l'échantillon à 300°C et le refroidir dans un dessiccateur. La répétition de la manipulation permet d'obtenir la teneur en cendres sous la forme

$$A = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} * 100 * \frac{100}{(100 - M)} \quad (3)$$

La teneur en carbone fixe est déduite à partie de ces valeurs obtenues.

Tableau 1: Bilan des analyses élémentaires

	cendres	carbone fixe	matières volatiles	humidité
coco	0,35%	20,10%	79,55%	4,09%
arachide	2,23%	24,67%	73,10%	4,26%
jatropha1	3,16%	19,62%	77,33%	4,12%
jatropha2	3,13%	19,33%	77,55%	3,91%

III.2.3) Sels de métaux

Les sels de métaux utilisés sont disponibles et ont des propriétés antiseptiques notamment le nitrate d'argent et le chlorure de zinc.

Dans le souci d'une optimisation de l'imprégnation, les différentes solutions ont été préparées à la molarité de 1mol/litre.

III.2.4) Imprégnation des biomasses

100 mg de biomasses sont imprégnés dans un litre des solutions de nitrate de fer et de chlorure de zinc à une molarité de 1mol/l.

Le mélange de la biomasse et du sel de métal est agité en permanence pendant 30 min pour obtenir un mélange homogène. L'échantillon a été imprégné sous pression atmosphérique et à la température ambiante pendant 72h. Ensuite ils ont été filtrés, lavés à l'eau distillé et séché à 105 ° C pendant au minimum 24 h.

Tableau 2: Imprégnation des sels de métaux dans les biomasses

Biomasses	Masses AgNO ₃	Masses ZnCl ₂
Coques de noix de coco	169,87 g/l	136,3 g/l
Coques d'arachide	169,87g/l	136,3 g/l
Bois de jatropha	84,935 g/500ml	68,15 g/500ml

III.2.5) Minéralisation/Dosages des métaux

Le produit carbonisé des biomasses imprégnées de chlorure de zinc a été agité avec de l'acide chlorhydrique (HCl) à 20% de concentration

Tandis que celui de celles imprégnées de nitrate d'argent ont été agitées avec de l'acide nitrique à 20%.de concentration.

Tous ces produits ont été agités à 70 ° C sur un agitateur magnétique avec un système de chauffage pendant 30 min puis il a été filtré.

Puis toutes les solutions obtenues ont été diluées avec de l'acide nitrique à 0,1mol/l à différentes concentrations.

Tableau 3: Concentrations et quantités de métal dans les biomasses

CE	Echantillon carbonisé (g)	concentration moyenne (mg/l)	Taux de métaux (mg/g)
CA	5,0041	2,833	7,820883452
AA	1,5017	2,494	33,03635528
BA1	1,4055	2,62	54,42242046
BA2	1,4061	2,79	64,65759157

III.2.6) PROCEDE DE PYROLYSE

La pyrolyse est le procédé final qui permet d'obtenir un charbon actif avec des caractéristiques qui dépendent des conditions expérimentales appliquées.

Le four utilisé à cet effet doit avoir une température inférieure ou égale au maximum à 110°C avant le début de la pyrolyse.

Le programme du four est fait en fonction de certains paramètres non négligeables tels que la densité de la biomasse, le type de procédé d'activation, les caractéristiques des charbons actifs désirés.

Le contrôle de la température et la maîtrise du procédé est un facteur très important pour l'obtention d'un bon CA.

Les températures de consignes fixées sont de 600°C pour les coques de noix de coco à cause de leur grande densité et 500°C pour les coques d'arachides et le bois de jatropha.

Le four a été programmé avec un gradient de température de 2°C/min et après avoir atteint la température de consigne de 500°C ou de 600 ° C, il y a eu maintien de cette température pendant 1 h. après cela le CA est retiré du four et placé dans un dessiccateur pour le refroidissement.

Tableau 4: Conditions expérimentales

Biomasses	Coques de noix de coco	Coques d'arachide	Bois de Jatropha
Température de consigne	600°C	500°C	500°C
Gradient de température	2°C/mn	2°C/mn	2°C/mn
Maintien en température	1h	1h	1h
Température du four	110°C	110°C	110°C

III.2.7) Caractéristiques du CA

▶ Test à l'indice d'iode

Le test à l'iode a permis de déterminer la microporosité des différents charbons fabriqués, pour l'adsorption des particules responsable des goûts et des odeurs.

✓ *Procédure*

Préparation d'une solution à 0,01mol/l dans une fiole jaugée

Pesée de 200mg de CA bien séché à l'étuve dans cristallisoir

Mise en contact avec 20ml de solution d'iode à 0,01mol/l

Filtrage de la solution après 5mn d'agitation

Prélèvement de 10 ml du filtrat et titrage au thiosulfate de sodium jusqu'à la décoloration totale de la solution.

A partir l'équation de la réaction de l'iode sur le thiosulfate de sodium, on a déduit la quantité d'iode adsorbée par le CA (Q_i).

$$Q_i = \frac{\left(C_i - \frac{C_{th} * V_{th}}{V_i} \right) * M_i * V_{ad}}{M_{CA}} \quad (4)$$

Q_i : quantité d'iode adsorbée

V_{th} : volume de thiosulfate de sodium utilisé (en ml)

C_{th} : concentration de thiosulfate de sodium (0,1mol/l)

C_i : concentration de la solution initiale d'iode (0,01mol/l)

V_i : volume d'iode dosé (10ml)

M_i : masse molaire de l'iode (253,81 g/mol)

V_{ab} : le volume d'adsorption (10ml)

M_{CA} : masse de charbon actif (en g)

✓ *Expérimentation*

L'expérimentation a permis d'obtenir les valeurs suivantes

Tableau 5: Valeurs indicative de la quantité d'iode adsorbée

Codes Echantillons	Valeur thiosulfate lue (ml)	Quantité d'iode adsorbée (mg/g)
AA	0,0015	251,79563
AZ	0,00165	176,95916
BA	0,0016	203,048
BZ	0,0015	250,8004
CA	0,01	507,01159
CZ	0,011	455,94611

► Test au bleu de méthylène

Les adsorbants ont été utilisés pour les tests d'adsorption en utilisant des solutions aqueuses de polluants organiques bien connus, notamment le bleu de méthylène qui est un colorant organique. Le test au BM permet de déterminer la macroporosité du charbon actif. Un pH 5,8 a été mesuré dans la solution utilisée. La lecture pour déterminer la capacité d'adsorption du bleu de méthylène a été effectuée sur un spectromètre d'absorption moléculaire

✓ *Procédure*

1,2g de bleu de méthylène en poudre est mélangé dans 1litre d'eau distillée.

Pour faire la courbe étalon, des dilutions à 20%, 30%, 40% et 50% ont été faites pour établir un étalon de la concentration par rapport à la capacité d'adsorption.

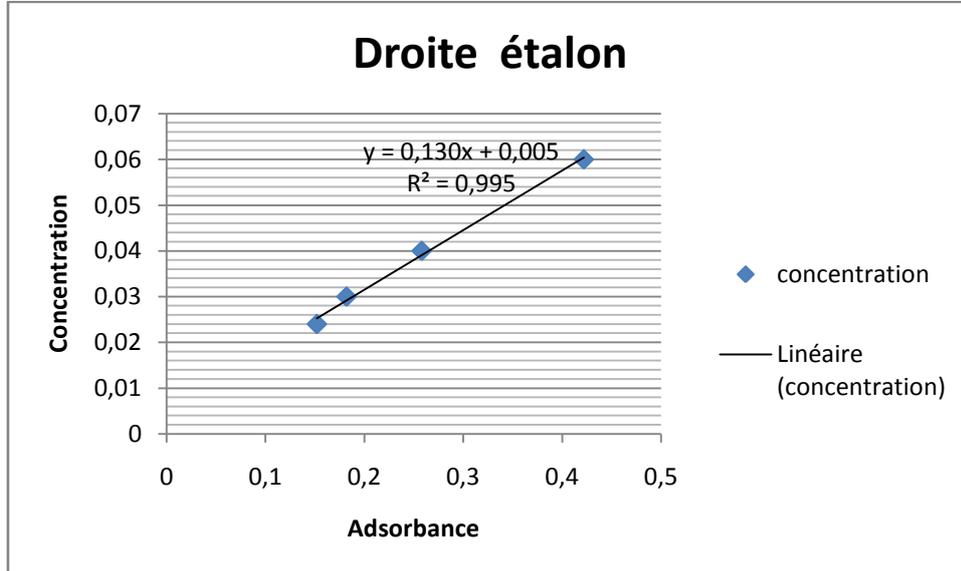


Figure 4: courbe étalon du test au bleu de méthylène

Prélèvement des biomasses à une masse de 600mg pour un volume de bleu de méthylène égal à 50ml.

✓ *Expérimentation*

Les expériences d'adsorption ont été faites à la température ambiante et à un pH des solutions de 5,8. Pour obtenir les isothermes d'adsorption.

Les solutions (25 ml) ont été laissées en contact avec les CA (600 mg) pendant des périodes de 20mn, 30mn, 40mn et 60mn, et elles ont été filtrées.

Le surnageant recueilli a été analysés par les UVA à la spectroscopie visible dans la longueur d'onde 450 nm pour le BM au spectromètre d'absorption moléculaire (HACH DR/2000).

La quantité de colorant adsorbé par la biomasse a été calculée selon l'équation suivante:

$$Q_{BM} = \frac{(C_o - C_r) * V_{BM}}{M_{CA}} \quad (5)$$

Quantité de BM adsorbée par la biomasse, Q_{BM} (mg / g)

Concentrations en phases liquides du BM ; C_o (initiale) et C_r (résiduelle) en (mg/L)

Volume initial de solution de colorant, V_{BM} (L)

Masse de la biomasse, M_{CA} (g)

Toutes les expériences sont répétées et les valeurs moyennes sont relevées.

L'écart maximal observé a été inférieur à 2%.

Le test a été effectué sur les temps de 20mn, 30mn, 40mn, 60mn et 80mn et cela donne les valeurs suivantes.

Tableau 6: Test au bleu de méthylène

CE	t1=30mn	t2=60mn	t3=90mn	t4=120mn
AA (m=600,7mg)	0,2	0,185	0,176	0,249
CA (m=0,6006)	0,161	0,135	0,137	0,129
BA (m=0,6005)	0,201	0,152	0,148	0,139

III.3) Tests au CA antiseptiques sur des échantillons d'eau polluée de bactéries

III.3.1) Généralités

Les bactéries sont des agents pathogènes responsables de beaucoup de maladies. Elles constituent de ce fait un problème de santé publique sur lequel il faut porter une attention particulière afin d'apporter une solution ou tout moins contribuer à minimiser ce problème.

La principale source de contamination est l'eau et principalement les eaux usées polluées d'origine industrielles, agricoles, minières et « hospitalières ».

Ainsi l'étude portera sur la dévitalisation et la l'adsorption de bactéries E coli par l'utilisation de charbon à propriétés antiseptiques. La bactérie E. coli est un indicateur bactérien de contamination fécale dans l'eau et milieu aqueux. Les bactéries E coli sont les bactéries les plus couramment rencontrées au Burkina Faso et sont responsables de nombreuses maladies telles les fièvres typhoïdes et maladies diarrhéiques.

En effet la présente étude est menée afin de déterminer la capacité de dévitalisation et d'adsorption des charbons actifs à propriétés antiseptiques sur E coli afin de déterminer les différentes concentrations pendant le traitement (17).

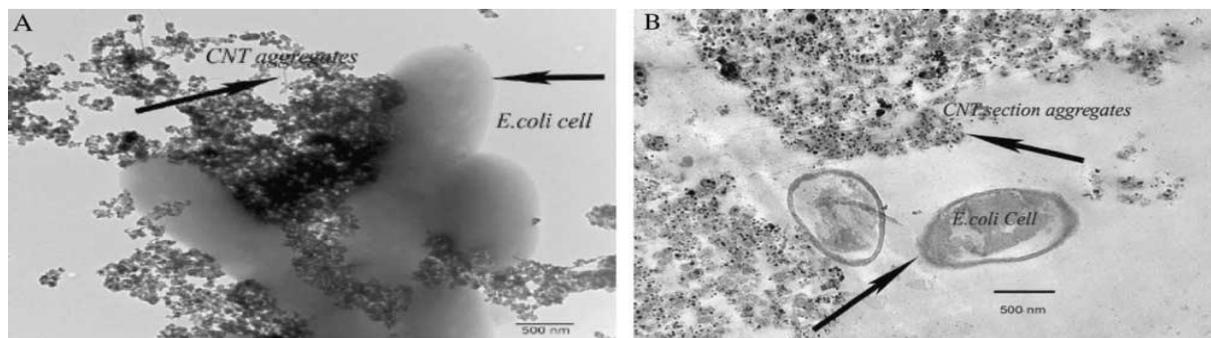


Photo 1: Concentration d'E coli avant et après traitement

II.3.2) Quelques familles de bactéries

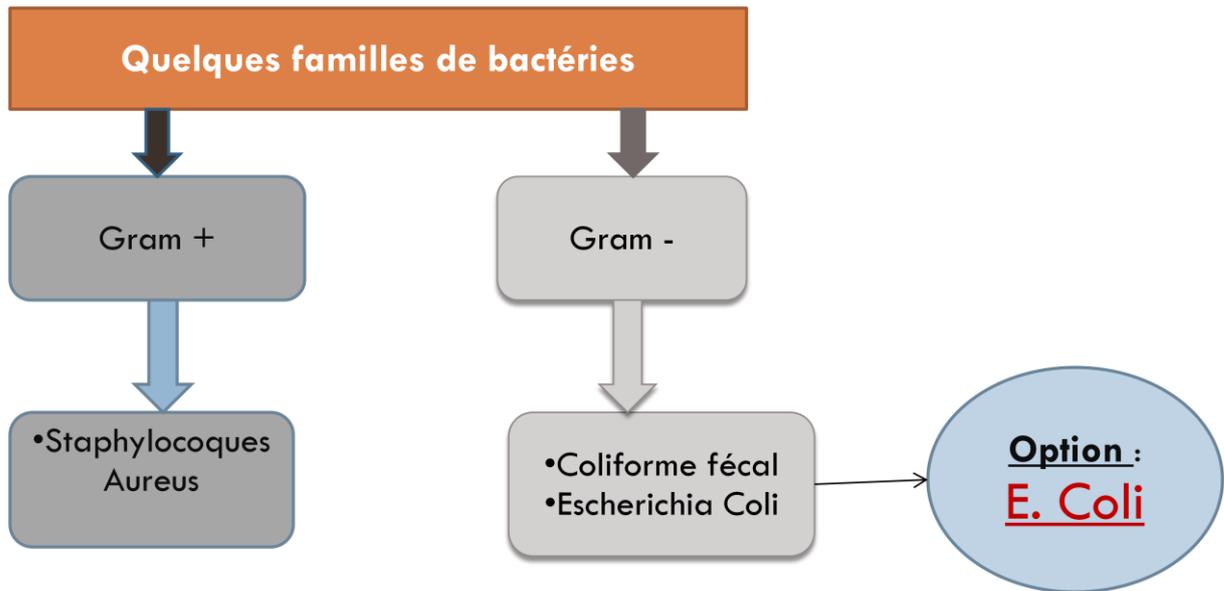


Figure 5: Quelques familles de bactéries

✓ *Choix de E coli*

Parmi les nombreuses bactéries responsables de problème de santé publique, il y a les coliformes totaux et les coliformes fécaux parmi lesquels se trouve E coli.

E coli est un indicateur de contamination fécale dans l'eau et les milieux aqueux.

C'est une bactérie dont l'isolation et la culture biologique de la souche est relativement simple et facile.

Alors il est plus adapté pour l'étude et les expérimentations sur les bactéries et surtout de la même famille notamment les gram-.



Colonie de E. Coli observée au microscope au laboratoire de LEDES



Colonie de E. Coli (300 %)

Photo 2: colonie de E coli observée au microscope

✓ **Procédure**

Préparation d'un milieu liquide pour la culture en bouillon des microorganismes

Prélèvement de 20g d'eau pep tonnée tamponnée sans indole (Buffered peptone water) pour un volume de 1000ml d'eau.

Préparation du milieu solide pour la culture en colonie des bactéries

Prélèvement de 12g de Plat Count Agar (PCA) pour 500ml d'eau

Agitation et chauffage jusqu'à la dissolution complète et laisser refroidir

Stériliser dans l'autoclave à une température de 121°C pendant 15mn

Raclar la colonie de bactéries de la souche de culture pure et la placer dans un flacon de 250ml contenant un milieu de culture liquide pour faire le bouillon de culture

Repartir à un volume de 10ml dans des éprouvettes selon le nombre désiré

Tester en phase stationnaire pour voir l'inhibition

Laisser incuber pendant 24h pour optimiser la prolifération des bactéries.

✓ **Expérimentation**

Prélever de 10ml de solution contaminée à l'aide d'une pipette réglable

Mettre en contact avec du CA dans une éprouvette et appliquer le facteur temps variable

Procéder à différents dilution (10^0 , 10^{-2} , 10^{-4} , 10^{-6}) avec une solution de ringer stérilisé.

Ensemencer ensuite dans des boites de pétri dans un milieu solide (PCA)

Mettre à l'étuve à une température de 37°C pour action de dévitalisation et d'adsorption du CA sur les bactéries E coli.

IV. RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1) Introduction

Les résultats obtenus nécessitent une analyse plus approfondie et des commentaires quant à la justification des choix et des méthodes. Cela permettra de voir la pertinence des choix et les insuffisances à corriger.

IV.2) Analyses préliminaires

Les analyses préliminaires ont permis de déterminer du taux d'humidité, les taux de cendres, les matières volatiles et les carbones fixes des différentes biomasses donnent les résultats suivants.

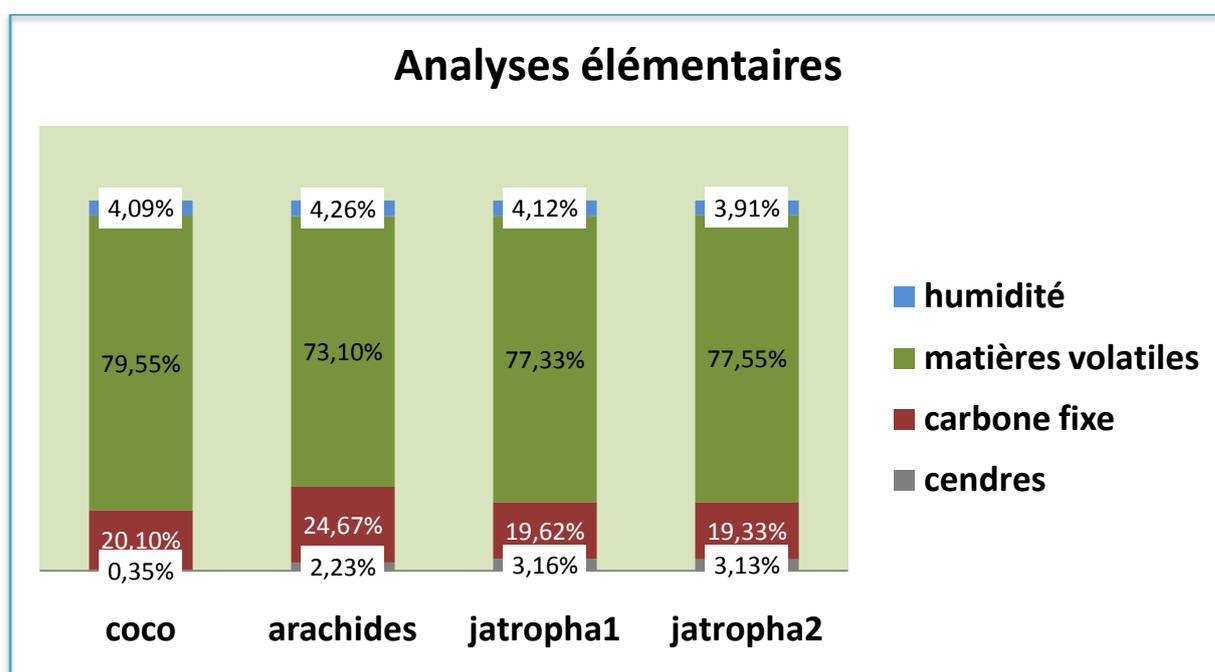


Figure 6: Résultats des analyses élémentaires

Les résultats montrent que les coques d'arachide à une meilleure teneur en carbone et peut développer une meilleure capacité d'adsorption

IV.3) Minéralisation/Dosage des métaux

Pour la détermination des concentrations et taux de métaux incrustés dans le CA, le spectromètre d'absorption atomique (PerkinElmer AAnalyst 200) du laboratoire du LEDES a été utilisé pour effectuer les lectures. Le chlorure de zinc n'a pu être lu à cause du manque de la cartouche pouvant lire la concentration de zinc.

L'expérience a alors porté uniquement sur les biomasses imprégnées de nitrate d'argent à cause de la disponibilité de la cartouche de lecture et donne les résultats suivants.

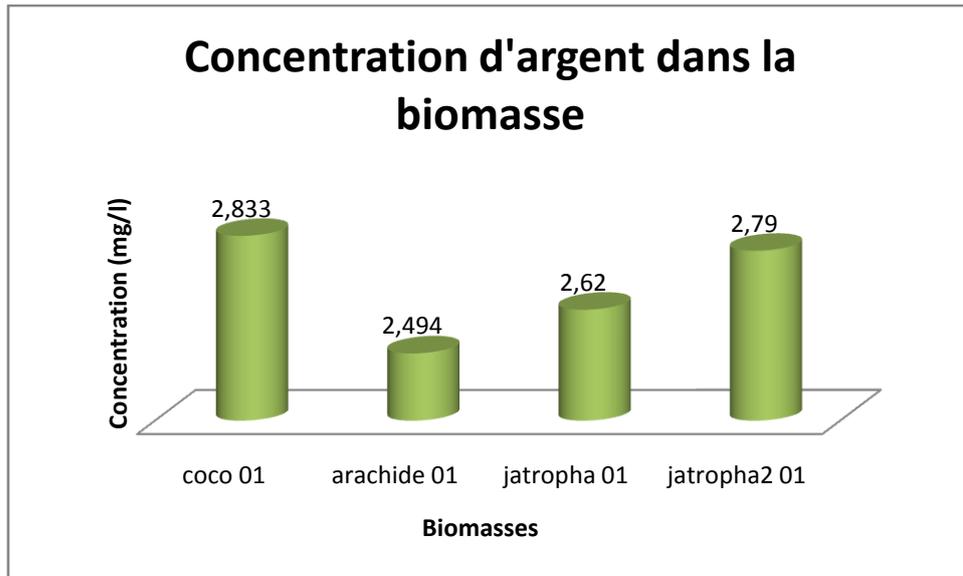


Figure 7: Concentration du métal dans la biomasse

A partir des concentrations et des masses des différentes biomasses, la quantité de métal dans chaque biomasse a été déterminée. La concentration de coco 01 paraît élevée, mais cela est dû au fait que la masse prélevée pour la carbonisation est 5g, alors que 1,5g ont été prélevés pour la carbonisation des autres biomasses.

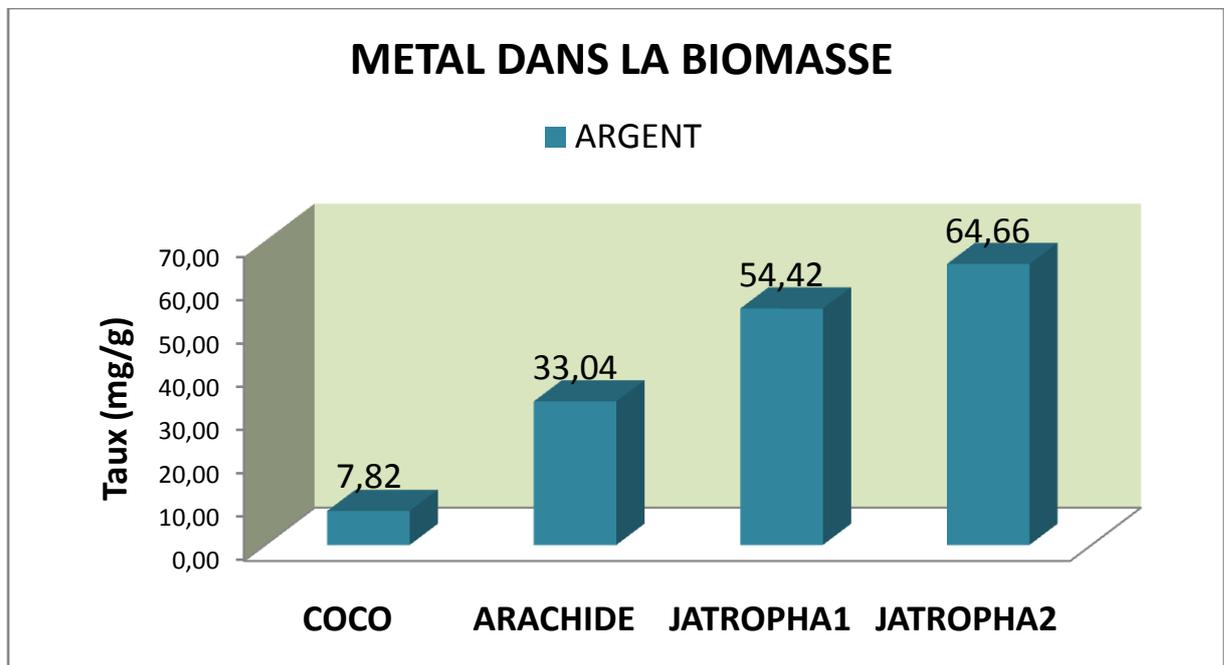


Figure 8: Fractions de métaux dans les biomasses

A partir des concentrations lues au spectromètre, une détermination des taux de métaux dans le CA a été faite en tenant compte des degrés de dilution et des masses prélevées pour la carbonisation.

Les résultats trouvés montrent que le nitrate d'argent s'imprègne assez bien dans les coques d'arachide et encore mieux dans le bois de jatropha.

IV.4) Fabrication du CAPA

IV.4.1) Echantillons utilisés

Les échantillons utilisés à cet effet sont les coques de noix de coco, les coques d'arachide et le bois de jatropha imprégnées de nitrate d'argent et de chlorure de zinc.

IV.4.2) Conditions de pyrolyse

Afin d'optimiser la qualité du charbon actif, l'option a été faite sur deux consignes de température tout en tenant compte de ce qui a été utilisé par les prédécesseurs dans leurs publications.

La pyrolyse a été faite à une température de consigne de 600°C pour les coques de noix de coco à cause de leur grande densité soit 661 kg/m³ et 500°C pour les coques d'arachides et le bois de jatropha qui ont des densités respectives de 299 et 259 kg/m³ (18).

Le gradient de température choisie était de 2°C/mn et un maintien en température de 1heure a été observé. Un charbon actif à propriétés antiseptiques est obtenu à la fin sans l'utilisation d'un agent activant et sans balayage d'azote, mais seulement avec l'imprégnation des sels de métaux à propriétés antiseptiques.



Photo 3: procédé de pyrolyse

IV.5) Caractérisation

IV.5.1) Test à l'indice d'iode

La mise en contact des charbons actifs avec une solution d'iode et l'agitation du mélange a donné une solution qui est ensuite filtrée.

Le titrage au thiosulfate de sodium de 10ml de cette solution a mis en évidence les capacités d'adsorption d'iode dans les biomasses.

Le test à l'iode a permis de déterminer la microporosité adaptée pour l'adsorption des particules responsable des goûts et des odeurs.

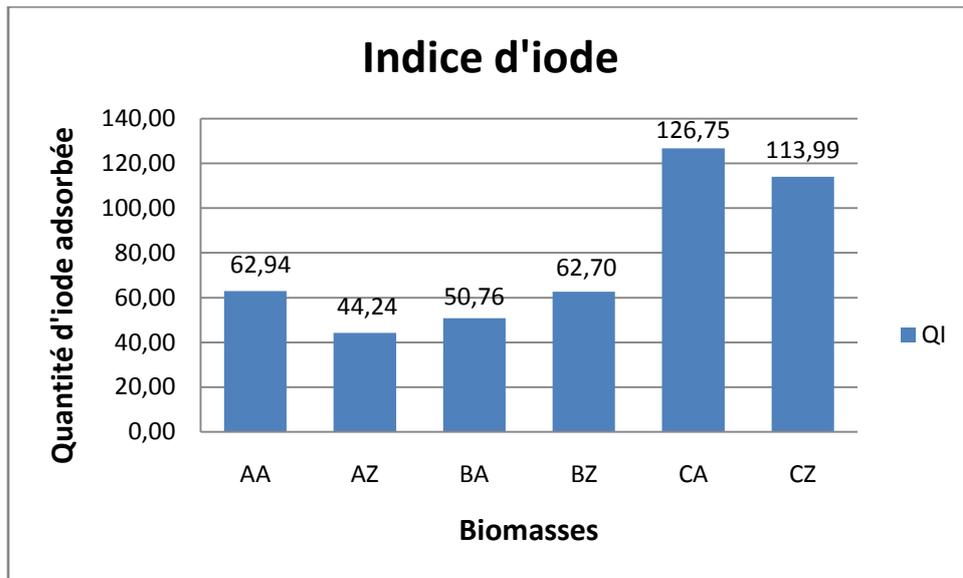


Figure 9: Valeurs de la quantité d'iode adsorbée par les biomasses

Les résultats obtenus ont permis de constater que les CA fabriqués à partir des coques de noix de cocos a une plus grande microporosité que les autres biomasses.

Cela signifie que les CA à base de coco sont plus aptes pour l'adsorption des microorganismes dans les milieux gazeux.

IV.5.2) capacité d'adsorption/Test au bleu de méthylène

La mise en contact des CA avec le BM a été faite avec un pas de temps de 30mn pour une durée totale de 2h et les résultats suivants ont été obtenus. La lecture effectuée avec le spectrophotomètre UV-visible avec les différents charbons actifs, dans les mêmes conditions de mises en contact et dans les conditions de pyrolyses choisies, ont adsorbés de la façon suivante comme l'indique les résultats ci-dessous.

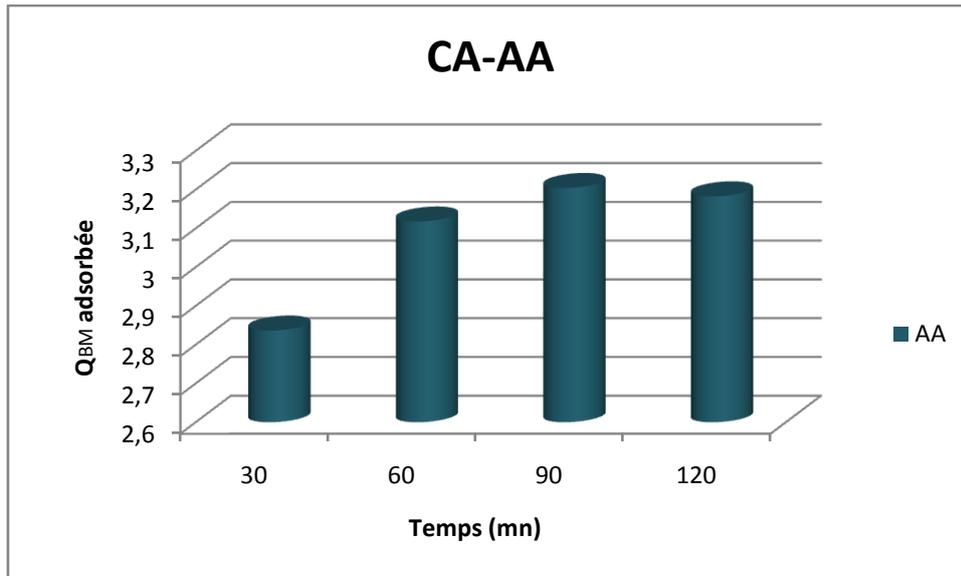


Figure 10: Quantité de BM adsorbée par CA-AA

Les résultats obtenus montrent que les trois biomasses après un temps de contact de 1h30mn, n'adsorbe plus véritablement.

Après un temps de contact de 90mn, la capacité d'adsorption commence à se stabiliser et même tendance à décroître aussi bien pour CA-AA que CA-CA.

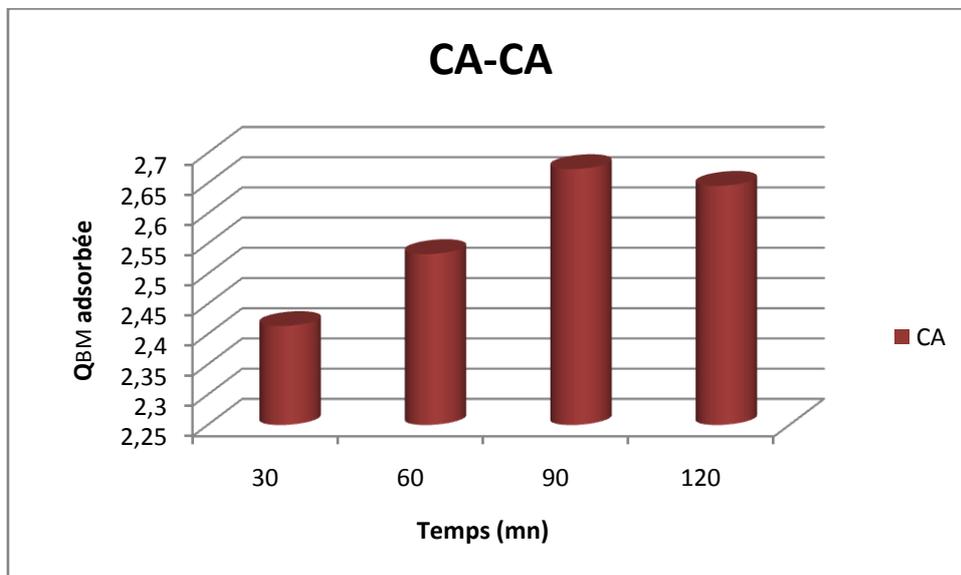


Figure 11: Quantité de BM adsorbée par CA-CA

Il en est de même pour le CA-BA qui adsorbe beaucoup au départ et qui se stabilise également à partir de 90mn. Cela explique qu'à cet instant il peut se produire une désorption du BM.

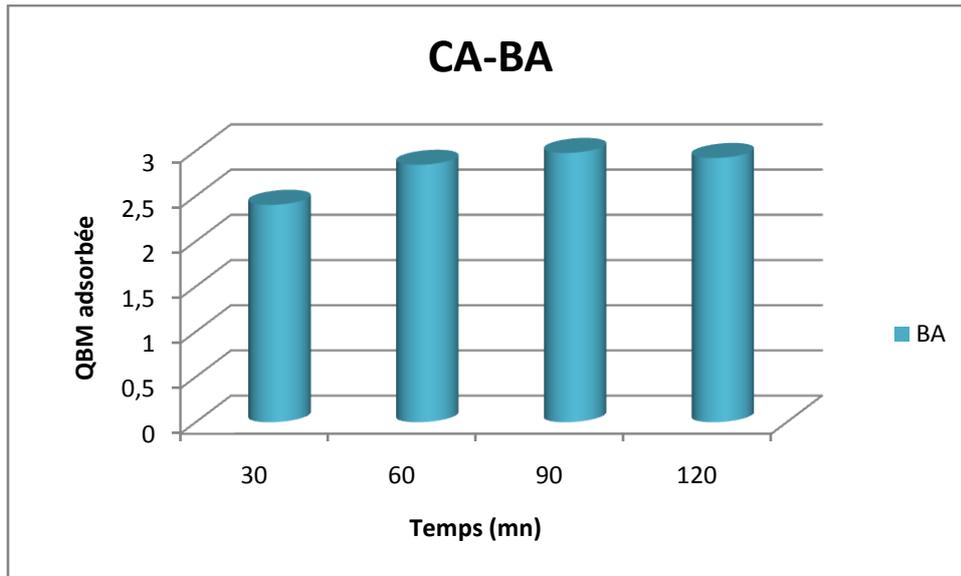


Figure 12: Quantité de BM adsorbée par CA-BA

IV.5.3) Comparaison

Ainsi pour le même temps de contact, la comparaison le CA à base de coques d'arachides adsorbe légèrement mieux que les autres, ce qui explique qu'il doit être plus macroporeux que les autres biomasses. Aussi le bois de jatropha adsorbe mieux que le coco qui a été déterminé précédemment comme microporeux. De même il existe le fait que les températures de pyrolyse étaient différentes et cela ne permet pas une comparaison objective entre le CA-CA et le CA-AA et CA-BA.

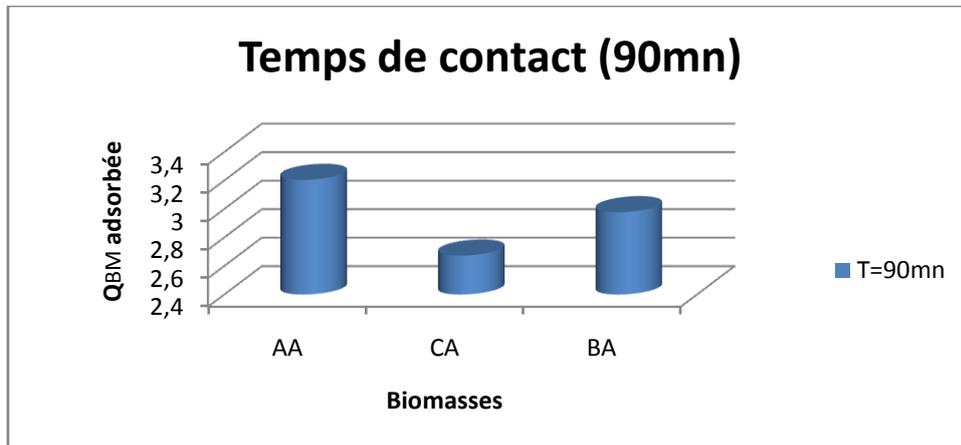


Figure 13: Capacité d'adsorption des différents CA

Les met en évidence la meilleure adsorption du CA-AA par rapport au CA-BA, fabriqués dans les mêmes conditions de pyrolyse.

Les CA sont plus ou moins efficaces selon les températures à laquelle leurs pyrolyses ont été faites.

IV.5.4) Surface spécifique

La surface spécifique du CA est déterminée par adsorption de l'azote à la température de l'azote liquide en utilisant une surface accélérée et un analyseur de la porosité (Micrometrics ASAP 2020 MP, USA). Les isothermes d'adsorption d'azote sont analysées en utilisant la méthode de Brunauer, Emmett et Teller (BET).

La surface spécifique peut également se déterminer analytiquement par la formule de Langmuir :

$$S_{BM} = \frac{Q^{\infty} * s * N_A}{M_{BM}} \quad (6)$$

S_{BM} : surface spécifique

Q_m : capacité maximale d'adsorption d'azote

N_A : nombre d'Avogadro

M_{BM} : masse molaire du bleu de méthylène (319,853mol/g)

S : surface d'encombrement du BM (175Å²)

En l'absence de matériel adéquat, les surfaces spécifiques n'ont pu être déterminées.

IV.6) Test d'efficacité

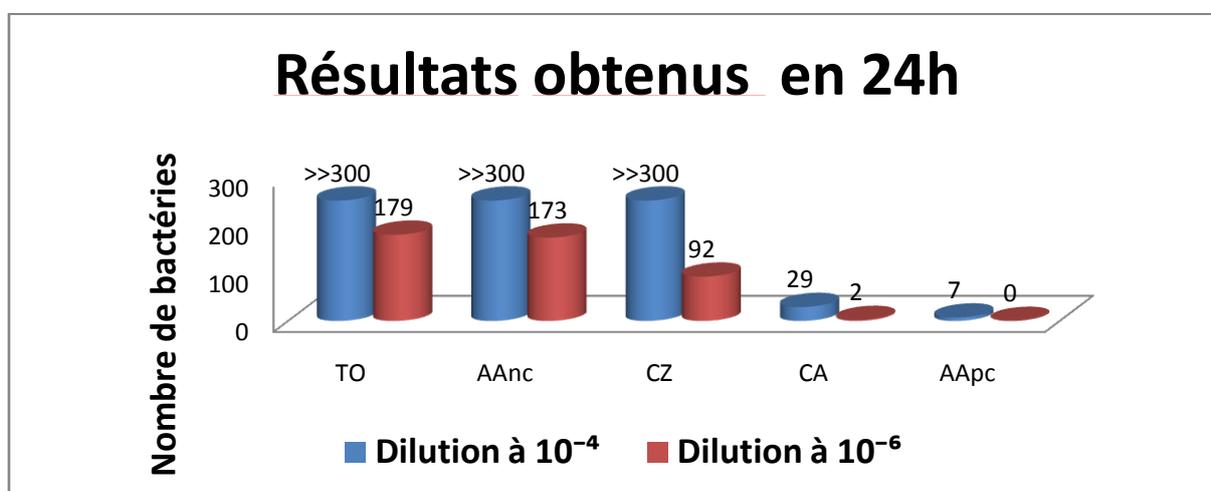
Les tests des charbons actifs sur des échantillons pollués de bactéries préparés au laboratoire du LEDES de 2iE vont permettre de voir l'efficacité des différents CA. Les choix des différentes méthodes et conditions amènent à l'analyse naturellement des influences de ces paramètres sur l'efficacité du CA qui sont les suivantes.

IV.6.1) Tests préliminaires

Ces tests ont permis d'orienter les choix et les méthodes, notamment les dilutions aux quelles un comptage et une détermination de bactéries significatifs, les masses à considérer, les temps de mises en contact et le type de CA à choisir pour le test final sur les eaux naturelles usées et polluées de bactéries. Cela a permis d'obtenir les résultats suivants.

Tableau 7: Comptage de bactéries

Code échantillon	Dilution à 10^0	Dilution à 10^{-2}	Dilution à 10^{-4}	Dilution à 10^{-6}
TO	–	–	>300	179
AAnc	–	–	>300	173
CZ	–	–	>300	92
CA	–	>300	29	2
AApc	>300	18	7	0

**Figure 14: comptage des bactéries**

Afin de pouvoir compter le nombre de bactéries après traitement il faut procéder à un certain nombre de dilution. Elles ont été faites à 10^{-2} , 10^{-4} , 10^{-6} et le comptage a donné les résultats suivant pour des temps de contact de 24h.

Ces premiers résultats ont de mieux orienter les choix des dilutions, des temps de mise en contact, du type de creuset à utiliser et des masses des CA pour une optimisation des résultats.

IV.6.1) Influence de la dilution du CA

Les taux de concentration de bactéries donnés par les valeurs ci-dessus font porter le choix sur la dilution à 10^{-6} , le choix du CA à base des coques d'arachide et pour un temps de contact plus réduit de 4h.

Ainsi la biomasse choisie pour les tests de cinétique d'adsorption est la coque d'arachide et il y a eu plusieurs dilutions et un pas de 1h a été adopté après 2h de mise en contact. Après

plusieurs essais, l'option est faite sur la dilution à 10^{-6} et un temps T3 équivalent à 3h et le test donne les résultats suivants

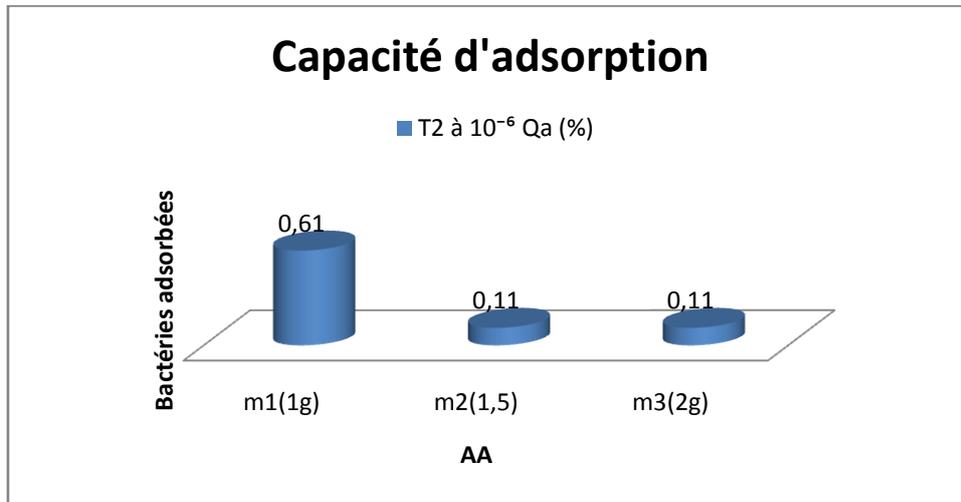


Figure 15: Capacité d'adsorption du CA-AA pour 2h avec masses différentes

Le constat montre que pour un même CA, à la même dilution de 10^{-6} et pour un même temps de contact, il y a une différence d'efficacité liée aux masses utilisées. Le pourcentage de bactéries adsorbées peut être déterminé par comptage à travers les bactéries restantes sur la boîte de pétri. A la dilution de 10^{-6} le comptage révèle un résultat plus significatif et montre qu'à partir de 2h et avec une de 1g, le CA-AA est son efficacité maximum.

IV.6.2) Influence de la masse et du temps

A la dilution de 10^{-6} pour des temps différents et pour des masses différentes les résultats se présentent de la façon suivante.

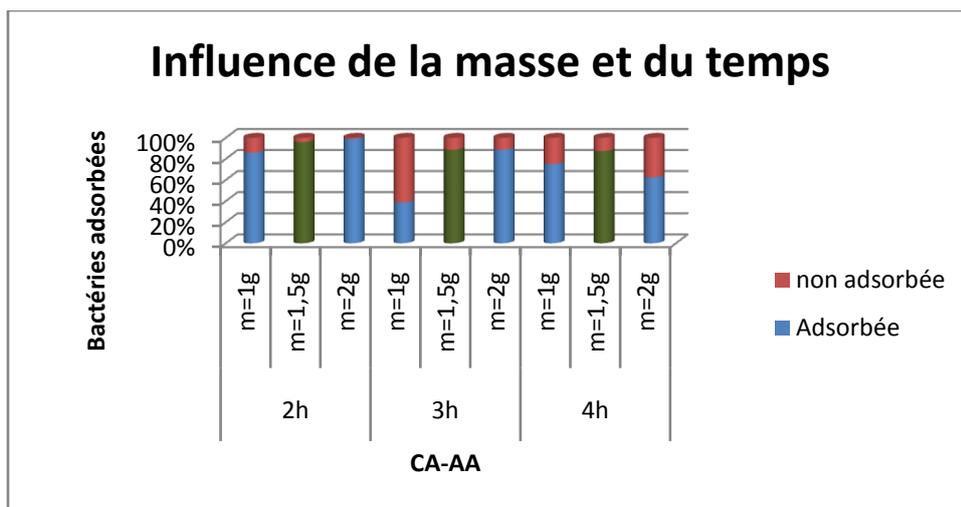


Figure 16: Influence de la masse sur l'adsorption

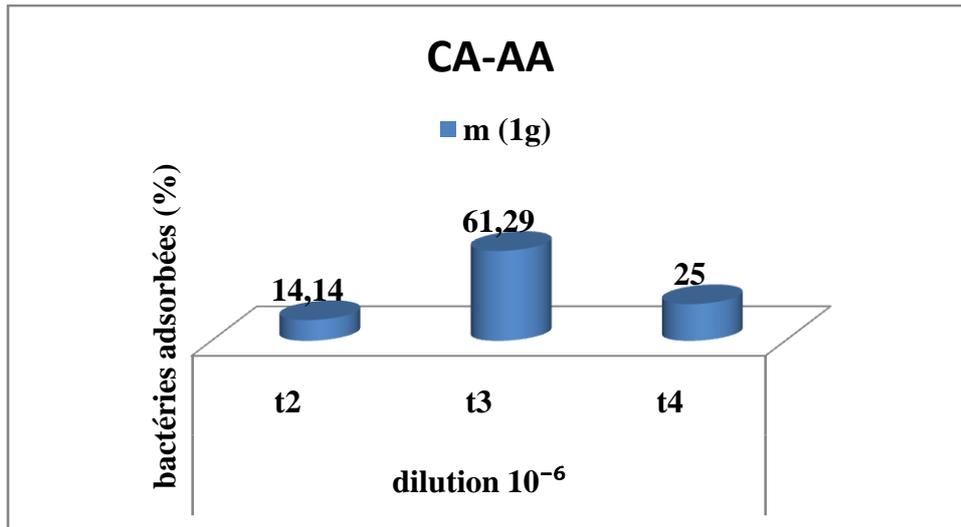


Figure 17: Influence du temps sur l'adsorption

Les résultats montrent qu'à une masse de 2g de CA et après un temps de 3h il y a une désorption qui commence. A la masse de 1g il n'y a pas de stabilité. On obtient une plus grande efficacité d'adsorption des bactéries pour la masse de 1,5g aux différents considérés.

IV.6.3) Influence du catalyseur

Les catalyseurs utilisés notamment le nitrate d'argent et le chlorure de zinc ont des propriétés antiseptiques.

Ces propriétés antiseptiques ont pour but principal de dévitaliser et ou neutraliser les bactéries présentes dans un milieu pollué.

Pour le même type de biomasse, les CA préalablement imprégnés de nitrate d'argent montrent une meilleure efficacité que ceux imprégnés avec du chlorure de zinc.

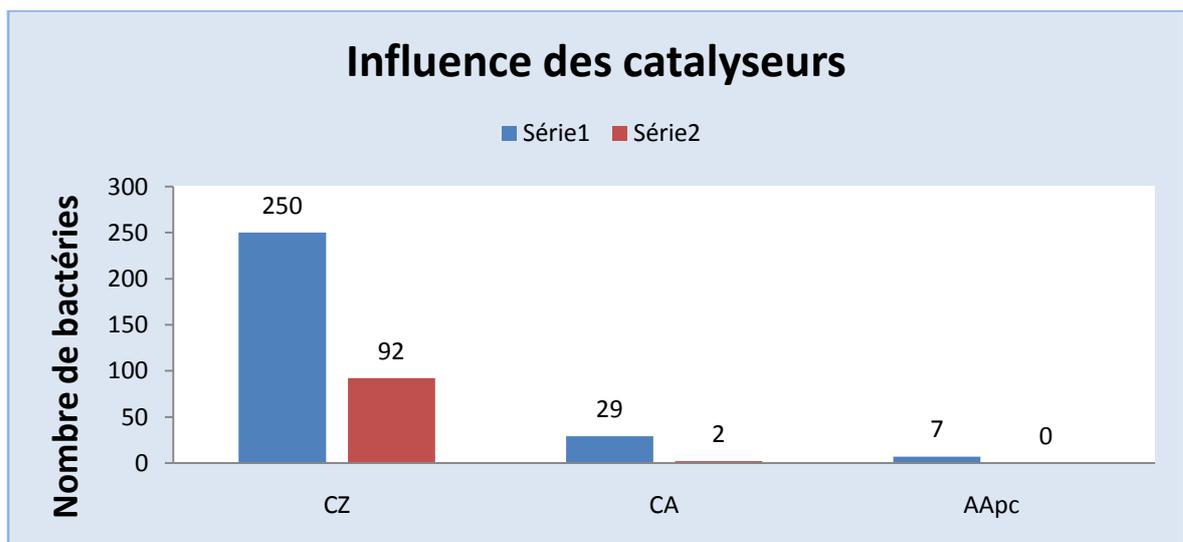


Figure 18: Influence du catalyseur sur l'adsorption

IV.6.4) Influence de la biomasse des Charbons Actifs

Les biomasses choisies sont effectivement disponible un peu partout au Burkina Faso et font parties des déchets agricoles et forestiers qui polluent l'environnement. Elles sont de densités différentes et également d'origines différentes. La biomasse de par sa nature a des capacités d'adsorption de micro-organismes et de molécules de différentes tailles. Leur choix a permis de voir les capacités d'adsorption de chaque type de biomasse. Ainsi pour l'absorption des grosses molécules, il faut une biomasse capable de développer une structure macroporeuse et pour l'adsorption des colorants et goûts, il faut celle qui développe des micropores.

Le test a donné les résultats suivants et montre que le CA à partir des coques d'arachide adsorbe mieux les microbes que les coques de noix de coco.

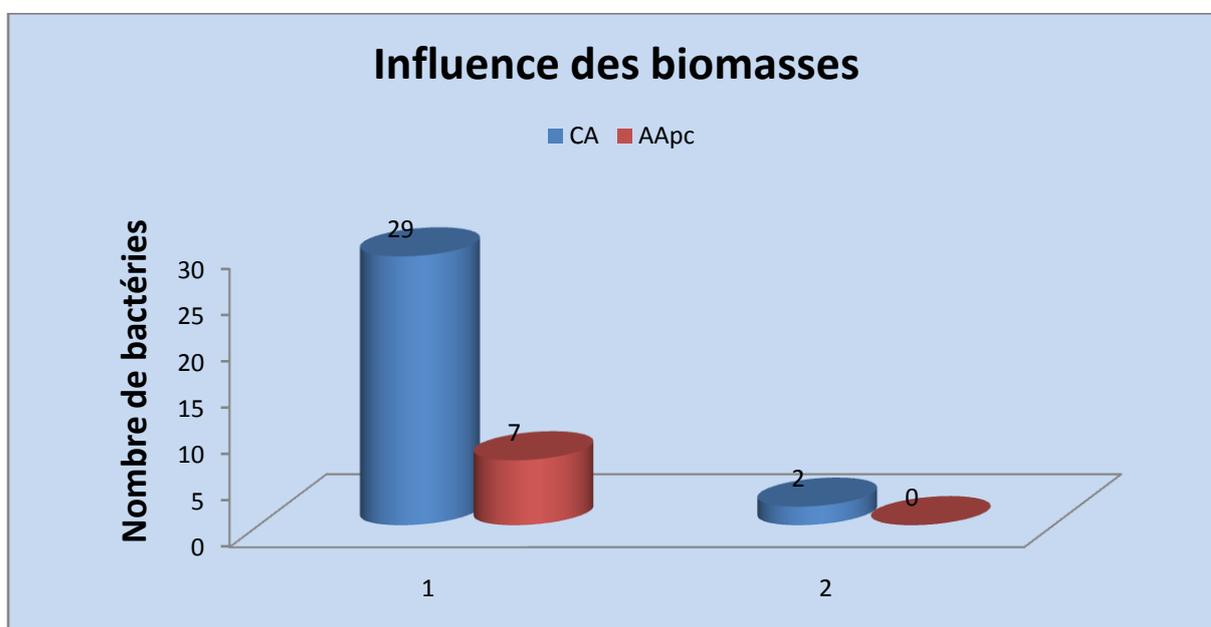


Figure 19: Influence du CA sur l'adsorption

Le constat après les différents tests montre que les coques de noix de coco sont microporeuses à travers d'indice d'iode et les coques d'arachide plus ou moins macroporeuses.

IV.6.5) Influence des creusets

Les creusets utilisés sont de différentes formes et doivent préserver certaines caractéristiques de la biomasse destinée à la pyrolyse.

Il y avait des creusets en composites avec un mélange de silice et d'argiles et des creusets en porcelaine. Par soucis de prévention contre la combustion, ces différents creusets sont munis de couvercles afin d'empêcher ou de diminuer au maximum le contact direct entre la

biomasse imprégnée et l'oxygène de l'air résiduel ou pouvant pénétrer dans le four au cours des manipulations.

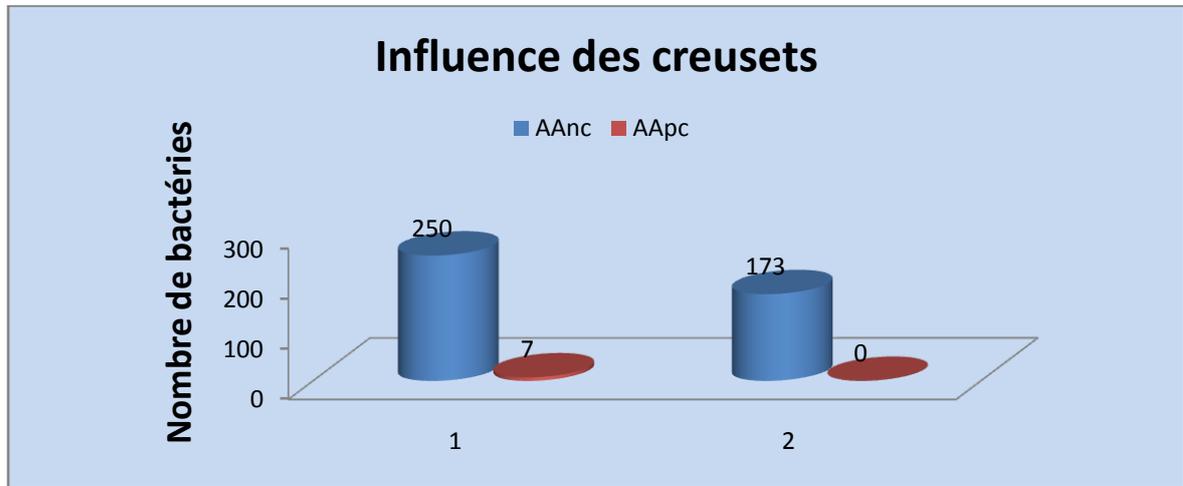


Figure 20: Influence des creusets sur l'adsorption

Les résultats ont montré que les creusets en porcelaine sont mieux adaptés pour une bonne pyrolyse, ce qui permet d'obtenir un meilleur CA, car ils évitent au maximum le contact avec l'oxygène de l'air. Mais seulement ils ont une petite capacité de contenance, ce qui entraîne l'obtention de petite quantité de CA après chaque pyrolyse.

IV.6.6) Comparaison

Pour pouvoir comparer les différents CA ci-dessous, une même masse de 1,5g a été pesée et un même temps de contact de contact de 4h a été considéré et à la même dilution de 10^{-6} (manque de CA-Bois).

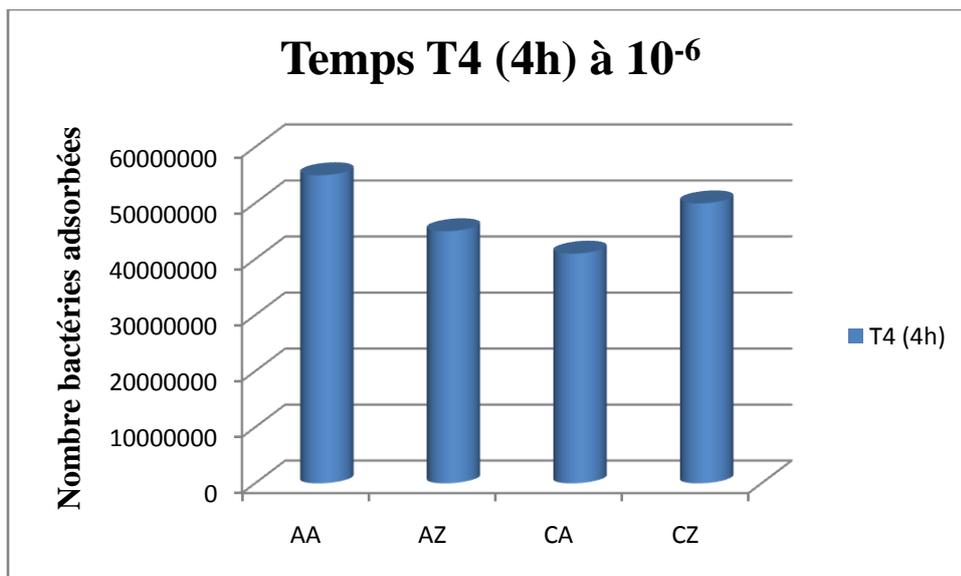


Figure 21: Capacité d'adsorption des CA

Les résultats mettent en évidence la meilleure capacité d'adsorption des bactéries du CA-AA par rapport à autres charbons actifs. Ce qui guider les choix sur les tests suivants.

Remarque :

Les charbons actifs simples n'ont pas eu d'effet sur les bactéries lors du test d'adsorption avec une de 1,5g, à une dilution à 10^{-6} et pour un temps de 4h.

Cela explique qu'ils ne dévitalisent pas les bactéries E coli, mais peut être d'autres types de bactéries.

IV.6.7) Test sur eau naturelle

La masse de 1,5g de CA-AA a été prélevée et mise en contact de l'eau usée naturelle contenant des E coli pour un temps de 4h à des dilutions de 10^{-0} et 10^{-2} et en présence d'un témoin.

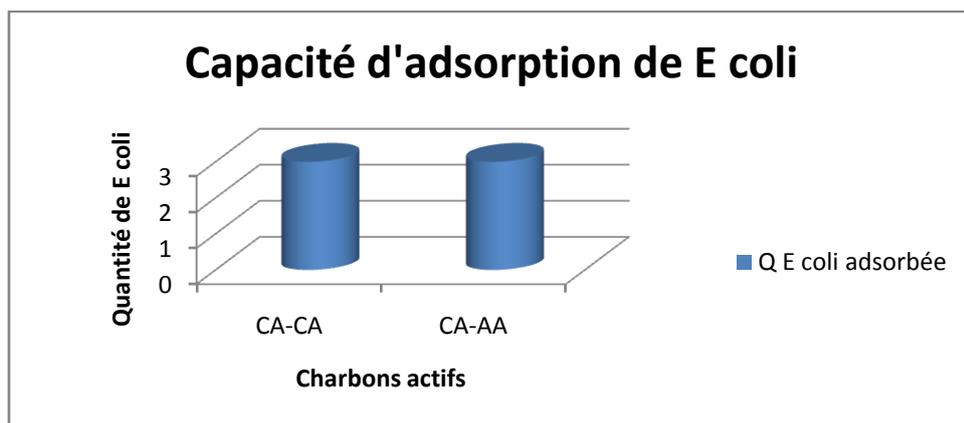


Figure 22: capacité d'adsorption des CAPA sur E coli

L'expérience a révélée que pour temps maximum de 4h et avec 1,5g ; le CA-AA et le CA-CA ont adsorbé totalement le E coli qui était présent dans l'eau usée.



Photo 4: E. coli avant et après traitement

Le résultat du test montre l'efficacité des charbons actifs imprégnés de sels de métaux à propriétés antiseptiques sur les bactéries de la famille des gram- et principalement sur E coli.

V. CONCLUSION GENERALE

V.1) Conclusion

Le travail effectué dans ce mémoire a permis de choisir trois types de biomasses (coques de noix de coco, coques d'arachide et bois de jatropha) et de les imprégner à la pression atmosphérique dans des solutions différentes de sels de métaux ayant des propriétés antiseptiques notamment le nitrate d'argent et le chlorure de zinc.

Aussi le dosage des métaux au spectromètre à absorption atomique a montré que le nitrate d'argent s'imprègne assez bien dans les coques d'arachide et mieux encore dans le bois de jatropha. Le chlorure de zinc par faute de lampe à cathode creuse pouvant lire la concentration de zinc, n'a pas été dosé au spectrophotomètre.

La pyrolyse des différentes a été effectuée à des températures de consigne de 600°C pour le coco et 500°C pour l'arachide et le bois à cause de leur diversité de densité. Ainsi des charbons actifs à Propriétés antiseptiques et testé sur des bactéries.

- De même les méthodes approchées de caractérisation de ces charbons actifs à travers le test d'iode révèlent que le coco est plus microporeux que les coques d'arachide et le bois de jatropha ; tandis que l'analyse approchée du test au bleu de méthylène montre que les coques d'arachide présente une meilleure macroporosité par rapport aux autres.
- Aussi, afin d'effectuer des tests sur les bactéries, une souche de bactéries de la famille des gram- notamment le E coli a été isolé d'une eau naturelle et cultivé dans un bouillon de culture. Ainsi des échantillons de bouillon pollué ont été mis en contact avec les charbons actifs pendant des temps définis etensemencés dans des milieux de culture solides dans des boites de pétri. Les résultats obtenus ont montré que les charbons actifs à base de coques d'arachide imprégnées de nitrate d'argent a une meilleure action de dévitalisation et d'adsorption des bactéries.
- Enfin un test d'efficacité a été effectué sur une eau naturelle contenant des E coli prélevés à la station d'épuration de 2iE.

VI.) perspectives

- ▶ Afin d'optimiser l'efficacité de dévitalisation des charbons actifs, il sera envisagé de tester ces charbons sur d'autres types de bactéries notamment celles des gram+, les moisissures et les levures.
- ▶ De tester d'autres composants chimiques aussi efficace et peu onéreux
- ▶ De mettre un pilote de régénération et de recyclage des charbons actifs par la séparation électrostatique.

Annexes

Annexes 1

Données des analyses préliminaires

Humidité							
Echantillon	m0 (mg)	m1 (mg)	m2 (mg)	m3 (mg)	Masses (mg)	Taux (%)	taux moyen (%)
Coco	30,0445	29,9667	29,9641	29,9622	2,0088	4,0970	4,0861
	24,6898	24,613	24,6098	24,608	2,0072	4,0753	
Arachide	25,258	25,1773	25,1742	25,1724	2,0079	4,2632	4,2567
	25,2584	25,1778	25,1746	25,1733	2,0022	4,2503	
Jatrophal	25,4966	25,42	25,4162	25,4142	2,0012	4,1175	4,1195
	21,6795	21,6023	21,5985	21,5969	2,0041	4,1216	
Jatropa2	21,0394	20,9635	20,9627	20,9611	2,0042	3,9068	3,9080
	21,6009	21,5263	21,525	21,5226	2,003	3,9091	

Matières Volatiles						
Echantillons	Masses (g)	m0 initiale (mg)	m1 finale (mg)	Taux d'humidité	Taux en %	Taux moyen (%)
Coco	1,0004	23,7946	22,9945	0,791250	79,1250	79,5515
	1,0004	25,5205	24,7204	0,799780	79,9780	
Arachide	1,0003	26,3075	25,5711	0,724450	72,4450	73,0990
	1,0005	23,9646	23,2267	0,737531	73,7531	
Jatrophal	1,0003	23,0977	22,3214	0,766446	76,6446	77,3267
	1,0004	22,6666	21,8862	0,780088	78,0088	

Jatropha2	1,0007	25,4102	24,6317	0,768925	76,8925	77,5478
-----------	--------	---------	---------	----------	---------	---------

Cendre						
Echantillons	Masses (g)	m0 initiale (mg)	m1 finale (mg)	Taux de cendre	Taux en (%)	Taux moyen (%)
Coco	1,0008	24,2897	23,2924	0,003497	0,3497	0,3498
	1,0005	26,4456	25,4486	0,003498	0,3498	
Arachide	1,0009	23,8425	22,8635	0,021880	2,1880	2,2333
	1,0006	22,7516	21,7738	0,022786	2,2786	
Jatropha1	1,0009	24,3976	23,4253	0,028574	2,8574	3,1573
	1,0008	25,7021	24,7359	0,034572	3,4572	
Jatropha2	1,0005	22,3731	21,4037	0,031084	3,1084	3,1286

Annexe2

Taux de métal incrusté dans les biomasses lors de l'imprégnation (lecture au spectromètre d'adsorption atomique)

CE	Masse échantillons carbonisés (g)	masse de cendre (mg)	Concentration moyenne lue (mg/l)	Volume (l)	Argent dans la biomasse (mg/g)
CA	5,0041	6,335	2,833	0,04	7,82088345
AA	1,5017	8,43	2,494	0,04	33,0363553
BA1	1,4055	7,6	2,62	0,04	54,4224205
BA2	1,4061	6,75	2,79	0,04	64,6575916

Annexe 3

Protocole de détermination du bleu de méthylène

Appareillage et réactif

Une balance de précision au 1/1000 près

Des bécher de 50ml et des fioles de 50ml

Un spectrophotomètre d'adsorption moléculaire (longueur d'onde de 450nm)

Des burettes de 40ml

Des pipettes

Du bleu de méthylène

Préparation de la solution

Dissoudre 1,2g de bleu de méthylène pur dans un litre d'eau distillée

Laisser reposer pendant environ 24h

Test d'adsorption au BM

Déterminer la capacité d'adsorption du CA sur les microorganismes à grosses molécules à travers la décoloration du BM

Quantité de colorant adsorbé par la biomasse, Q_{BM} (mg/g)

Concentrations en phase liquide du BM, C_o et C_r (mg/l)

Volume initial de solution de colorant (BM), V (25ml)

Masse de la biomasse, m (600mg)

Toutes les expériences sont répétées et les valeurs moyennes sont relevées.

Annexe 4

Protocole de détermination du test d'efficacité sur les bactéries

Prélever à l'aide d'une pipette 10ml de bouillon pollué de bactéries

Peser 1g, 1,5g et 2g de charbon actif

Mettre en contact le bouillon avec le CA et placer à l'étuve à 37°C pour incubation

Déterminer les différents facteurs de temps de mise en contact (2h, 3h, 4h)

Prélever 1ml et diluer dans une éprouvette contenant 9ml de ringer

Diluer au pourcentage désiré et prélever 0,1ml

Ensemencer dans un milieu de culture promo culte et laisser inhiber à l'étuve à 44°C pendant une nuit

Procéder ensuite à l'analyse et faire le calcul du pourcentage de bactéries adsorbées

Bibliographie

1. *ADSORPTION ISOTHERME DE L'ACIDE ACÉTIQUE PAR DES CHARBONS D'ORIGINE VÉGÉTALE.* ***J. Avom, J.K.M., M.R.L. Matip,** ****P. Germain, et al.** s.l. : African Journal of Science and Technology (AJST),, 2001, Journal of Environmental Management, Vol. 2, pp. 481-497.
2. *Preparation and characterization of activated carbons from corn cob.* **LEE, C.Y.C.a.S.L..** Taipei : Department of environmental Engineering and health, 1997.
3. *Kinetic and calorimetric study of the adsorption of dyes on mesoporous activated carbon prepared from coconut coir dust.* **Jeremias de Souza Macedo, N.B.d.C.J., Luis Eduardo Almeida,, A.R.C. Eunice Frago da Silva Vieira, Iara de Fátima Gimenez,, and L.S.B. Neftali Lênin Villarreal Carreño.,** 515-522, s.l. : Journal of Colloid and Interface Science, 2006, Vol. 298.
4. *Carbon materials and catalytic wet air oxidation of organic pollutants.* (**F. Stü bera, J. Fonta, A. Fortuny, C. Bengoa, A. Eftaxiasa, and A. Fabregata.,**
5. *Caracterization of synthetic carbon carbons activated with phosphoric acid.* **A.M.Pusity, O.I.P., A.Martinez-Alonso, F.Suarez-Garcia, J.M.D.Tascon.** s.l. : Applied surface science, 2002, Vol. 200.
6. *Microporous carbons and their characterization : the present state of the art.* **Stoeckli.** s.l. : Carbon, 1990, Vol. 28-1.
7. *Preparation of activated carbons from coffee residue for the adsorption of formaldehyde.* **Virote Boonamnuayvitayaa, * , Srisuda Sae-ungb, Wiwut Tanthapanichakoonc.** s.l. : Department of Chemical Engineering.
8. *Carbons as supports for industrial precious metal catalysts.* **E. Auer, A.F , J. PIETSCH*, T. Tacke.** s.l. : Applied catalysis, 1998, Vol. 34.
9. *production of carbon adsorbents by utilizing agricultural waste corn cob.* **W.T. Tsai a, C.Y. Chang b, S.Y. Wang b, C.F. Chang b, and H.F.S.a. S.F. Chien a.** s.l. : Department of Environmental Engineering and Health, Chia Nan University of Pharmacy and Science,, 2000.

10. *Porous carbon*. **MANOCHA, S.M.** s.l. : Department of Materials Science, Sardar Patel University, Vallabh Vidyanagar 388 120, India, 2003, Vol. 28, parts 1 & 2.
11. *THE PREPARATION OF ACTIVE CARBONS FROM COAL BY CHEMICAL AND PHYSICAL ACTIVATION*. **A.AHMADPOUR, a.D.D.D.** s.l. : Department of Chemical Engineering, 1996, Vol. 34.
12. *Peanut Shell Activated Carbon: Characterization, Surface Modification and Adsorption of Pb²⁺ from Aqueous Solution*. **XU Tao, a.L.X.** s.l. : Chinese Journal of Chemical Engineering, 2008, Vol. 16.
13. *Ordered mesoporous carbons: Implication of surface chemistry, pore structure and adsorption of methyl mercaptan*. **Dae Jung Kim a, Hyung Ik Lee b, Jae Eui Yie c, Seung-Jai Kim d, Ji Man Kim b,*.** s.l. : Carbon, 2005, Vol. 43.
14. *REMOVAL OF METHYLENE BLUE FROM AQUEOUS SOLUTION BY BIOADSORPTION ONTO Ricinus communis EPICARP ACTIVATED CARBON*. **T. Santhi₁, S. Manonmani₂.** s.l. : Chemical Engineering Research Bulletin , 2009, Vol. 13.
15. *Regulation of pore size distribution in coal-based activated carbon*. **GONG Guo-zhuo₁, 2, XIE Qiang₃*, ZHENG Yan-feng₃, YE Shu-feng₁, CHEN Yun-fa₁.** s.l. : NEW CARBON MATERIALS, 2009, Vol. 24.
16. *Combined electrochemical degradation and activated carbon adsorption treatments for wastewater containing mixed phenolic compounds*. **D. Rajkumar, K. Palanivelu, and N. Balasubramanian.** s.l. : J. Environ. Eng. Sci., 2005, Vol. 4.
17. *Adsorption kinetics of Escherichia coli and Staphylococcus aureus on single-walled carbon nanotube aggregates*. **Venkata K. K. Upadhyayula, Shuguang Deng, Martha C. Mitchell, Geoffrey B. Smith, Vinod K. Nair and Soumitra Ghoshroy).** s.l. : Water Science & Technology—WST , 2008, Vol. 58.1.
18. *influence of mineral matter on biomass pyrolysis characteristics*. **K. Raveendran*, Anuradda Ganesh* and Kartic C. Khilart.** s.l. : Energy Systems Engineering, Department of Mechanical Engineering, 1995, Vol. 74.