

SYNTHESE ET CARACTERISATION DES CHARBONS ACTIFS FERROMAGNETIQUES

**MEMOIRE POUR L'OBTENTION DU MASTER'S D'INGENIERIE EN
GENIE ENRGETIQUE ET PROCEDE INDUSTRIEL
LABORATOIRE BIOMASSE ENERGIE ET BIOCARBURANT (LBEB)
INSTITUT INTERNATIONAL D'INGENIERIE DE L'EAU ET
L'ENVIRONNEEMENT (2ie)**

.....

Présenté et soutenu publiquement le 22 Juin 2009 par

Abel Clovis NYALEU YATCHIN

TRAVAUX DIRIGES PAR : **Dr Joël BLIN**
Dr Mariam PABYAM

Enseignants chercheurs
UTER GEI, Laboratoire LBEB

Jury d'évaluation du stage :

Président : Pr. Yézouma COULIBALY

Membres et correcteurs : Dr Joël BLIN
Dr Mariam PABYAM
Dr Yao AZOUMAH

Promotion 2008/2009

REMERCIEMENTS

Je viens ici remercier tous ceux qui de prêt ou de loin ont contribué à la réussite de ma formation. Je remercie :

- **DIEU**, le Créateur du Monde, sans qui aucune vie n'est possible sur la terre.
- **JESUS- CHRIST**, le fils unique de Dieu, mon Seigneur et Sauveur, qui m'a soutenu tout au long de cette formation ;
- Mon Papa, Monsieur **KEMAJO Pierre** et ma maman, Madame **LEUKEU Christine**, par qui j'ai vu ce monde et qui m'ont donné une très bonne éducation ;
- Mon grand frère, Monsieur **SATCHA Bévo**, qui m'a soutenu financièrement tout au long de ma formation ;
- **KAMDEM Thérèse**, mon élue, qui m'a toujours soutenu tout au long de ma formation ;
- Ma grande sœur, Madame **TONGA Téclaire**, qui n'a cessé de m'encourager tout au long de la formation ;
- Madame **MBEDJOCK Marie**, celle que je nomme ma deuxième mère, qui m'a d'abord soutenu à Yaoundé et puis ici financièrement et moralement au travers de ces coups de fil
- Tous mes autres frères et sœurs à savoir : **Monsieur YAMI Mérimhée** ; Madame **TCHOFFO Eve** ; **NGNIA Jules Rolland** ; **YONKEU Eric** ; **CHILEU Emmanuel** ; **NGANOU Blaise** ; **TCHEUNBEU Clémentine** ;
- Monsieur **TCATAT Clobert**, actuel Ministre du Développement Urbain et de l'Habitat qui m'a soutenu pour ma venue dans cette école ;
- Ma grande cousine, maman **Paulette**, qui m'a aussi soutenu pour ma venue dans cette école ;
- Tous mes enseignants qui m'ont formé ;
- Dr **Denyigba KOKOU**, pour son soutien lors du stage ;
- Tous mes encadreurs Dr **Joël BLIN** et Dr **Mariam PABYAM** et le personnel du laboratoire LBEB ;
- Tous mes frères et sœurs en Christ avec qui nous avons partagé la foi lors de la formation en particulier ceux de la cellule de prière évangélique du 2ie ;
- Tous mes camarades de première promotion énergie au 2ie ;
- Tous mes oncles, tantes, cousins et cousines et tous les membres de la grande famille.

DEDICACE

*A Monsieur KEMAJO Pierre et
Madame KEMAJO Christine, née
LEUKEU Christine qui sont mes
parents que j'aime beaucoup et qui ont
su par la grâce de Dieu me donner
une meilleure éducation. Je suis fier de
vous. Que Dieu vous bénisse !*

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1. Taux d'imprégnation du fer et du nickel dans le chêne	11
Tableau 2. Analyse immédiate de l'eucalyptus, des coques de noix de coco et des coques d'arachide.....	25
Tableau 3. Imprégnations et concentrations.....	26
Tableau 4. Quantités de fer incrustées dans la biomasse	27
Tableau 5. Imprégnations à 1 mol/l.....	28
Tableau 6. Taux de fer incrusté dans les biomasses.....	28
Tableau 7. Les conditions d'expérience 1.....	29
Tableau 8. Taux de cendres obtenus lors des essais de pyrolyses.....	29
Tableau 9. Taux de cendres résultant de l'essai avec la marmite	30
Tableau 10. Les conditions d'expérience 2.....	31
Tableau 11. L'indice d'iode des biomasses imprégnées	34
Tableau 12. Les surfaces spécifiques des différents CAF.....	36
Tableau 13. L'évolution de la concentration de chrome après traitement à partir de 87,5 mg/l	70
Tableau 14. L'évolution de la concentration de chrome après le traitement à partir de 6,533 mg/l.....	37

LISTE DES FIGURES

Figure 1. L'analyse immédiate des biomasses utilisées.....	26
Figure 2. Graphe des quantités de fer imprégnées dans les différentes biomasses.....	27
Figure 3. Evolution de la concentration de bleu de méthylène pour le CAF à base des coques d'arachide.....	32
Figure 4. Evolution de la concentration de bleu de méthylène pour le CAF à base de l'eucalyptus.....	32
Figure 5. Evolution de la concentration de bleu de méthylène pour le CAF à base des coques de noix de coco.....	33
Figure 7. Le graphe d'évolution de la concentration de bleu de méthylène en fonction du temps à partir de 0,31 mmol/l.....	33
Figure 8. L'évolution de la concentration de bleu de méthylène en fonction du temps à partir de 0,21 mmol/l.....	34
Figure 9. L'indice d'iode des différents CAF.....	35
Figure 10. La représentation des surfaces spécifiques.....	36
Figure 11. L'évolution de la concentration de chrome à partir de 87,5 mg/l.....	70
Figure 12. L'évolution de la concentration de chrome à partir de 6,533 mg/l.....	37

LISTE DES ABREVIATIONS

2iE	: Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement
A	: ampères
BET	: Brauer Elmett Taylor
CAF	: charbon actif ferromagnétique
CV	: coefficient de variation
F	: fréquence
FAC	: ferromagnetic actived char
GF	: grains fins
GM	: grains moyens
GVEA	: Gestion et Valorisation de l'Eau Assainissement
HCl	: Chlorure d'Hydrogène
Hz	: Hertz
I	: intensité du courant électrique
ICP	: Inductive Couple Plasma
KW	: Kilowatts
LBEB	: Laboratoire de Biomasse Energie et Biocarburant
LCP-EAU	: Laboratoire de Contrôle des pollutions et procédés de traitement des Eaux
N	: vitesse de rotation
P	: puissance nominale
SMBI	: Séparateurs Magnétiques à Basse Intensité
SMHG	: Séparateurs magnétiques à haut gradient de champ
SMHI	: Séparateurs magnétiques à haute intensité
Tmax	: température maximale
Tr/min	: tours par minute
U	: tension nominale
UTER	: Unité Thématique d'Enseignement et de Recherche
V	: volt

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS.....	1
DEDICACE	2
LISTE DES TABLEAUX	3
LISTE DES FIGURES	4
LISTE DES ABREVIATIONS.....	5
SOMMAIRE.....	1
I. INTRODUCTION	4
I.1. Le Contexte.....	4
I.2. La problématique.....	4
I.3. L'organisation du travail.....	5
II. RAPPORT BIBLIOGRAPHIQUE.....	6
II.1. Introduction	6
II.2. Généralités sur les charbons actifs.....	6
II.2.1. Définition et intérêts.....	6
II.2.2. Fabrication.....	6
II.2.3. Applications.....	7
II.2.4. Limites.....	7
II.3. Le ferromagnétisme/ Les métaux ferromagnétiques et alliages	8
II.3.1. Le magnétisme.....	8
II.3.2. Le ferromagnétisme.....	8
II.3.3. Les métaux ferromagnétiques et alliages.....	10
II.4. L'imprégnation des métaux dans la biomasse.....	10
II.4.1. L'imprégnation de la sciure de chêne.....	10
II.4.1.1. La technique utilisée.....	10
II.4.1.2. Résultats et discussion.....	11
II.4.2. L'imprégnation faite par Yohan Richardson.....	12

II.5. Les charbons ferromagnétiques	12
II.6. Techniques de minéralisation pour analyser les concentrations en métal dans la biomasse	13
II.7. Techniques de séparation des matériaux ferromagnétiques en solution.....	14
II.7.1. Les séparateurs magnétiques à basse intensité (SMBI).....	14
II.7.2. Les séparateurs magnétiques à haute intensité (SMHI).....	15
II.7.3. Les séparateurs magnétiques à haut gradient de champ (SMHG).....	15
II.8. Conclusion	16

II. LES MATERIELS ET METHODES 17

III.1. Introduction	17
III.2. La présentation du LBEB	17
III.3. Les matériels	18
III.4. Les matières premières.....	18
III.5. Les manipulations	19
III.5.1. Le broyage.....	19
III.5.2. Les analyses immédiates	19
III.5.3. L'imprégnation.....	19
III.5.3.1. L'imprégnation sous vide de Yohan Richardson	19
III.5.3.2. L'imprégnation sous pression atmosphérique.....	20
III.5.4. La minéralisation et le dosage au spectromètre atomique d'absorption	20
III.5.5. La pyrolyse pour la fabrication du charbon actif ferromagnétique.....	20
III.5.6. Les techniques de caractérisation.....	21
III.5.6.1. La détection des macropores	21
III.5.6.3. La détermination de la surface spécifique.....	23
III.6. Les essais sur les eaux usées	23
III.7. La technique de séparation magnétique	24
III.8 Conclusion.....	24

IV LES RESULTATS 25

IV.1. Introduction.....	25
IV.2. les analyses immédiates	25
IV.3. L'imprégnation et la minéralisation.....	26
IV.3. La pyrolyse.....	28
IV.3.1. Les résultats des essais	28
IV.3.2. La pyrolyse avec la marmite fermée	30
IV.4. La caractérisation	31
IV.4.1. La porosité des charbons actifs ferromagnétiques	31
IV.4.1.1. La macroporosité.....	31
IV.4.1.2. La microporosité	34
IV.4.1.3. Le calcul de la surface spécifique	35
IV.5. les essais sur les eaux usées	36
IV.6. la séparation magnétique.....	37
IV.7. Conclusion	38

V. DISCUSSION ET ANALYSE	39
V.1. Introduction	39
V.2. Discussion et analyse.....	39
V.2.1. Sur la quantité de fer incrusté dans la biomasse.....	39
V.2.2. Sur la fabrication des charbons actifs ferromagnétiques.....	40
V.2.3. Sur la caractérisation	40
V.2.3.1. La macroporosité.....	40
V.2.3.2 La microporosité.....	41
V.2.3.3. Sur les surfaces spécifiques.....	41
V.2.4. Sur les eaux usées.....	42
V.2.5. Sur la séparation magnétique	43
VI. CONCLUSION	44
BIBLIOGRAPHIE.....	46
ANNEXES.....	48
RESUME.....	71
ABSTRACT	72

I. INTRODUCTION

I.1. Le Contexte

La rareté de l'eau consommable se fait ressentir dans le monde. C'est ainsi que dans certaines régions, l'on rencontre d'énormes quantités d'eau tandis que dans d'autres régions, la présence de l'eau est insuffisante ou presque rare. Cette situation donne à s'intéresser au fait que l'eau consommée doit être retraitée pour une nouvelle utilisation quelqu'en soit le lieu où l'on se trouve.

Les eaux résiduelles qui peuvent provenir des ménages, des déchets industriels sont souvent rejetées dans la nature créant ainsi des problèmes de santé publique et d'environnement, vu l'actualité de cet aspect et son obligation dans tout projet national et international. Ces problèmes sont dus à la présence dans ces eaux des substances nocives comme les métaux lourds tel que le chrome, le fer, et autres. Il est important que ces effluents nocifs soient éliminés dans ces eaux avant leur réutilisation par recyclage ou avant de les déverser dans la nature.

La récupération des charbons actifs se montre très complexe et très coûteux. Ainsi, la réflexion a été envisagée dans le but de mettre sur pieds des charbons actifs à propriétés ferromagnétiques et aussi de définir un procédé de récupération de ces charbons après leur utilisation.

I.2. La problématique

C'est dans cette situation de résolution des différents problèmes causés par ces eaux résiduelles sur leur réutilisation, la santé de l'homme que des produits comme les charbons actifs ont été mis pieds. De ces charbons actifs, il y'a les charbons actifs à propriétés ferromagnétiques qui nous intéressent dans notre étude qui permettent non seulement d'adsorber les métaux lourds, mais aussi d'être récupérés après leur utilisation. Ces charbons sont faits à base de la biomasse, des brais de houille, des os, des résidus de caoutchouc et de substances ferromagnétiques incrustées dans ces matières. Ils sont obtenus par une pyrolyse lente qui permet la formation d'oxydes métalliques. Ils peuvent être sous la forme de poudres, de grains ou de tissus.

Le laboratoire de biomasse énergie et biocarburant (LBEB) de l'Institut International de l'Eau et de l'Environnement (2ie) en collaboration avec le Centre de

Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement (CIRAD) a opté faire des recherches dans la synthèse et la caractérisation des charbons actifs ferromagnétiques. Ainsi, le travail soumis à notre recherche est de fabriquer et caractériser des charbons actifs à propriétés ferromagnétiques avec différentes biomasses pour une utilisation sur les eaux usées et mettre sur pied un processus de récupération des adsorbants par une séparation magnétique.

I.3. L'organisation du travail

Ainsi, l'organisation de ce travail se présente comme suit :

- une recherche bibliographique approfondie pour la compréhension du sujet ;
- les manipulations au laboratoire pour la fabrication du charbon actif ferromagnétique (CAF) ;
- l'essai de l'efficacité du CAF (caractérisation, essai avec les eaux usées, séparation magnétique) ;
- la présentation des résultats obtenus et leur interprétation.

II. RAPPORT BIBLIOGRAPHIQUE

II.1.Introduction

Les charbons actifs d'une manière générale et particulièrement ceux ferromagnétiques constituent un produit important dans le traitement dans bien de domaine de la vie comme le traitement de l'eau, le traitement des gaz, la médecine pour ne citer que ceux-ci. Relativement à notre travail qui consiste à la synthèse et à la caractérisation des charbons actifs ferromagnétiques ; en effet, pour mieux comprendre ce concept, nous commencerons par un aperçu général sur les charbons actifs, ensuite nous procéderons à la compréhension des notions de ferromagnétisme, des métaux ferromagnétiques et leur alliage. Enfin nous traiterons de ce que c'est que l'imprégnation du bois, les charbons ferromagnétiques, la minéralisation et la séparation des métaux ferromagnétiques en solution

II.2. Généralités sur les charbons actifs

II.2.1. Définition et intérêts

Le charbon actif est un matériau obtenu par activation possédant grâce à sa structure microporeuse une grande capacité d'adsorption [11]. Chemviron carbon, leader mondial dans la fabrication de charbon actif présente celui en poudre de moins de 0,18 mm de taille, en grain de forme irrégulière entre 0,2 et 5 mm, celui extrudé de forme cylindrique entre 0,8 et 5 mm, celui en tissu et en briquettes. Les charbons actifs tirent leurs intérêts dans leur utilisation. Ils sont importants dans le traitement des substances dans bien de domaine.

II.2.2. Fabrication

Pour fabriquer le charbon actif, il faut la matière première qui peut être d'origine minérale, végétale et animale [11]. La fabrication peut se faire selon deux processus d'activation à savoir l'activation physique et l'activation chimique. L'activation physique se fait en deux phases qui sont la carbonisation à des températures entre 400°C et 600°C sous atmosphère inerte avec formation préliminaire d'une structure poreuse par élimination d'une partie d'hétéro-éléments ; l'activation de la substance carbonée à des températures entre 850°C et

1100°C grâce à l'action d'un oxydant (eau, oxygène, dioxyde de carbone) [14]. L'activation chimique quant à elle est réalisée en une seule étape avec un agent d'activation pouvant être des acides inorganiques, des hydroxydes de métaux, des halogènes métalliques à des températures ne dépassant pas 600°C [11].

❖ Caractéristiques des charbons actifs

Les charbons actifs se caractérisent par leur pouvoir d'adsorption, leur surface spécifique et la taille des pores.

L'adsorption est la capacité que possèdent certains matériaux solides de concentrer spécifiquement à leur surface des substances issues des phases liquides ou gazeuses. On note l'adsorption physique résultant des forces intermoléculaires d'attraction entre les molécules d'adsorbant et celles de l'adsorbat ; l'adsorption chimique résultant de l'interaction chimique qui se manifeste par un transfert électronique sous forme de liaison ionique ou covalente entre la molécule adsorbée et le groupement fonctionnel de l'adsorbat [11].

La surface spécifique mesurée par la méthode de BET représente l'espace occupé par les pores par unité de gramme dans le charbon actif. Pour une activité habituellement, le charbon actif doit avoir un seuil minimal d'au moins 300 m²/g de surface spécifique. De plus le test au bleu de méthylène permet de connaître la macroporosité de charbons et aussi le test à l'iode permet de connaître la microporosité des charbons [9].

Trois classes de pores existent en fonction de la taille à savoir les micropores entre 0 à 2 nm, les méso pores entre 2 à 50 nm et les macropores de taille supérieure à 50 nm [15].

II.2.3. Applications

Les charbons actifs étant fabriqués sont utilisés dans des domaines variés. Nous pouvons citer la purification de l'air, la purification de l'eau, la séparation des gaz industriels, la décoloration, la catalyse [11]. De même, ils sont utilisés dans le traitement des gaz, des odeurs, des huiles alimentaires et dans la thérapeutique [12], [13].

II.2.4.Limites

Les charbons actifs ont une durée de vie limitée. Ils perdent rapidement leur efficacité et ils ne servent plus à rien lorsqu'ils sont saturés. Leur recyclage ou leur processus de régénération coûte cher car il faut y apporter à nouveau de l'énergie. Le nouveau produit

obtenu même s'il est encore actif a perdu une partie plus ou moins importante de son adsorption [9].

II.3. Le ferromagnétisme/ Les métaux ferromagnétiques et alliages

II.3.1. Le magnétisme

Le magnétisme est un phénomène physique par lequel se manifestent des forces attractives ou répulsives d'un objet sur un autre, ou avec les charges électriques en mouvement.

Un champ magnétique est produit chaque fois qu'une charge électrique est en mouvement comme dans le cas d'un conducteur parcouru par un courant. Le champ magnétique est aussi créé par un aimant permanent. Dans ce cas, il n'existe pas de courant électrique, mais c'est plutôt le mouvement orbital et les spins des électrons [1]. Le magnétisme possède quelques propriétés à savoir le diamagnétisme, le paramagnétisme, le ferrimagnétisme, l'antiferromagnétisme et le ferromagnétisme. Nous allons nous attarder un petit peu sur le ferromagnétisme [18].

II.3.2. Le ferromagnétisme

Le ferromagnétisme est la propriété que possède certaines substances de s'aimanter et même très fortement lorsqu'elles sont placées dans un champ magnétique extérieur et de conserver une partie de ce magnétisme lorsque le champ est supprimé [2]. Certains corps solides présentent en absence de champ magnétique appliqué une aimantation spontanée : c'est le ferromagnétisme [10].

Un moment magnétique m est créé lorsqu'un courant d'intensité I parcourt une petite boucle de fil et son intensité est proportionnelle à I et à la surface de la boucle. Ceci traduit le principe des électro-aimants [2].

Le mouvement de électrons autour du noyau dans un atome crée un moment magnétique appelé orbital. En plus de ce moment magnétique orbital, chaque électron est doté de son propre moment magnétique intrinsèque appelé moment magnétique de spin.

Ainsi, le moment magnétique global d'un atome est la somme des moments magnétiques orbitaux et de spin de chaque électron. L'aimantation d'un cristal se traduit tout simplement par la somme des moments magnétiques des atomes le constituant et elle est maximale lorsque tous les moments sont orientés dans la même direction. Les moments magnétiques des atomes sont régis par un phénomène quantique qui tend à aligner les moments dans la même direction appelé interaction d'échange. Cette interaction peut être bouleversée et entraînant une orientation aléatoire des moments magnétiques, lorsqu'un champ extérieur est appliqué ou en y apportant une forte énergie par une grande augmentation de la température.

L'action d'un champ magnétique extérieur sur un matériau ferromagnétique entraîne l'orientation dans la même direction et même sens que le champ magnétique des moments magnétiques des atomes et rendant ainsi le champ magnétique total maximal. Après suppression du champ magnétique externe, le matériau conserve partiellement sa structure ordonnée et dont une partie de son aimantation. La température joue aussi un rôle important sur les propriétés magnétiques des matériaux. Ainsi, en soumettant des matériaux ferromagnétiques à la température, ils se transforment peu à peu en des matériaux paramagnétiques [2]. Les matériaux ferromagnétiques perdent leurs propriétés ferromagnétiques et se comportent comme des matériaux paramagnétiques lorsque leur température absolue (T) est supérieure à leur température de Curie (T_c) [10]. Les corps ferromagnétiques ont une susceptibilité magnétique positive et une perméabilité relative $\mu_r \gg 1$ [7]. Ainsi, la susceptibilité magnétique (χ_m) dépend de la température suivant la loi

de Curie-Weiss [12].
$$\chi_m = \frac{C}{T - T_c} \quad (1) \quad \text{avec } C \text{ étant la constante de Curie}$$

On distingue des matériaux ferromagnétiques doux. Dans ce cas, une forte aimantation est produite facilement avec un faible champ magnétique extérieur. Après cessation du champ extérieur, règne dans le matériau une aimantation rémanente forte. Mais l'application d'un faible champ externe contraire à l'aimantation ou une faible élévation de la température entraîne une perte facile de l'aimantation [3].

De même des matériaux ferromagnétiques durs. Dans ce cas, il faut un fort champ extérieur pour produire une aimantation à la saturation qui donne ainsi une aimantation rémanente et permanente. Il faut pour désaimanter le matériau appliquer un champ opposé fort ou une température très élevée [18].

II.3.3. Les métaux ferromagnétiques et alliages

Le fer, le nickel, le cobalt sont les métaux ferromagnétiques existants dans la nature à température ambiante et voisins dans la table de classification périodique de Mendeleïev [8]. Ces métaux perdent leurs propriétés ferromagnétiques aux températures de Curie suivantes entre 767 et 771°C pour le fer, entre 352 et 360°C pour le nickel [16] et 1115°C pour le cobalt [4].

Il existe aussi des alliages plus ou moins complexes ayant la propriété ferromagnétique : le silmanal (argent-manganèse-aluminium), le vicalloy (fer-cobalt-vanadium), les ferrites (contenant de l'oxyde ferrique), ne sont que quelques exemples parmi la multitude des matériaux ferromagnétiques naturels ou synthétisés par l'homme [2].

Nous avons de même les alliages fer-nickel et fer-cobalt qui sont aussi ferromagnétiques et dont le pourcentage de nickel doit être compris entre 30 et 80% pour l'alliage fer-nickel, ce qui permet un diagramme d'équilibre plus simple, avec la seule présence d'une phase ordonnée $FeNi_3$ qui apparaît autour de 77% de nickel à relativement basse température ($T < 500^\circ C$). Ces alliages fer-nickel sont malléables et l'on peut les laminier jusqu'à des très faibles épaisseurs (5 à 10 μm). Les alliages fer-cobalt sont excessifs en tous points et ont à la fois des qualités véritablement très exceptionnelles et d'énormes défauts. Ils possèdent une aimantation spontanée supérieure ou égale à 2,4 T à température ambiante lorsque la proportion de cobalt est comprise entre 30 et 50% [8].

II.4. L'imprégnation des métaux dans la biomasse

II.4.1. L'imprégnation de la sciure de chêne

II.4.1.1. La technique utilisée

L'imprégnation est une technique qui consiste à faire pénétrer les particules d'une substance dans un autre corps. K. Bru et al. ont réalisé des travaux d'imprégnation sur la sciure de chêne. Pendant 3 jours, Ils trempent 22 g de sciure de chêne, préalablement séchée à 105°C pendant 5 jours et de dimension comprise entre 0,4 et 1,6 mm, dans 250 ml de solution aqueuse de nitrate de nickel ou de nitrate de fer à des différentes concentrations de 0,17 mol/l, 0,35 mol/l, 0,52 mol/l. Les particules de chêne sont ensuite filtrées et séchées dans une étuve à 105°C pendant 5 jours [4].

II.4.1.2. Résultats et discussion

Déjà, le pH des solutions aqueuses de nitrate de nickel et de nitrate de fer varie respectivement entre 3,1 – 4,1 et 0,4 – 1,4. Ce sont des solutions acides. Après l'imprégnation, l'analyse faite sur ces solutions aqueuses métalliques après l'introduction de la biomasse montre qu'une chute du pH est constatée. Ainsi, Le pH de la nouvelle solution aqueuse de nitrate de nickel varie entre 2,1 et 3,8 et celui de la nouvelle solution aqueuse de nitrate de fer varie entre 0,2 et 1. Cette chute s'explique par la libération des protons des groupes fonctionnels hydrolysables du bois. En fait le chêne contient des tanins hydrolysables, dérivant des esters gluconiques d'acide gallique, qui en solution avec les ions métalliques réagissent comme des ligands chélatents, améliorant ainsi la formation des métaux complexes [4].

De même, une analyse est faite pour connaître la proportion de chaque métal dans la biomasse après l'imprégnation. Les résultats sont groupés dans le tableau suivant.

Tableau 1. Taux d'imprégnation du fer et du nickel dans le chêne

Concentration de métal dans la solution (<i>mol/l</i>)	Quantité de nickel		Quantité de fer	
	<i>mg_{Ni} / g_{wood}</i>	<i>mmol_{Ni} / g_{wood}</i>	<i>mg_{Fe} / g_{wood}</i>	<i>mmol_{Fe} / g_{wood}</i>
0,17	9,76	0,166	12,21	0,219
0,35	19,06	0,324	28,21	0,506
0,52	27,33	0,466	43,19	0,774

Ces résultats montrent que le fer s'imprègne beaucoup plus dans le chêne que le nickel. Ceci s'explique par le fait que les complexes de Ni (II) avec la chêne sont plus stables en solution que les complexes de Fe(III). En fait, les complexes de Fe(III) des acides galliques et des esters acides galliques sont instables et se décomposent en Fe(II) et aux quinones correspondants.

II.4.2. L'imprégnation faite par Yohan Richardson

Dans ces études de thèse, Yohan reprend l'expérience d'imprégnation qu'avaient faites K. Bru et al. avec la même biomasse (chêne) et une autre biomasse (hêtre). La même technique d'imprégnation est reprise avec la même biomasse afin de comparer les résultats obtenus avec ceux de K. Bru et al. Avec le hêtre, il prend plusieurs granulométries classées ainsi : hêtre de granulométrie comprise entre 1,2 et 1,8 mm, hêtre grains moyens (GM) entre 0,9 et 1,5 mm, hêtre grains fins (GF) entre 0,35 et 0,9 mm. Yohan, dans ses travaux sur l'étude du comportement thermique des sciures, a optimisé le temps de séchage avant et après l'imprégnation à 24 h [5].

Selon ses travaux, Yohan apporte des informations suivantes :

- La reproductibilité de l'imprégnation est assez bonne ceci en mesurant la teneur en métal des métaux après les différentes imprégnations réalisées dans les mêmes conditions et en les comparant aux travaux de K. Bru et al. (CV= 4,6%) ;
- La nature de la sciure n'influe pas ou très peu sur le taux d'imprégnation dans les conditions utilisées ;
- Avec un temps de contact de 3 jours, la taille des particules de hêtre prises dans ces différentes granulométries semblent ne pas avoir beaucoup d'influence sur le taux de fixation du fer lors de l'imprégnation faite à 0,17 mol/l [5].

Dans ses travaux, Yohan a aussi utilisé une autre technique d'imprégnation qu'il estime plus rapide. Il place 50 g de bois (copeaux) dans un cristalliseur sur lequel il dépose un objet lourd séparé par une grille métallique de maille inférieure à la taille des copeaux. Il place le récipient dans une enceinte sous vide (dessiccateur) pendant 15 minutes après avoir versé 250 ml de la solution à imprégner. L'ensemble est laissé sous pression atmosphérique pendant 2 heures. Lors du filtrage des copeaux au bûchner, il faut les rincer avec 200 ml d'eau désionisée, les essorer et enfin les sécher à 60°C pendant un minimum de 48 heures [5].

Dans nos travaux, c'est la technique d'imprégnation sous vide que nous utiliserons vu sa rapidité, ajoutée à celle sous pression atmosphérique.

II.5. Les charbons ferromagnétiques

L'imprégnation de la biomasse a permis une bonne incrustation des cristaux de métaux dans le squelette de la biomasse. Ainsi, pour avoir les charbons ferromagnétiques, l'on doit faire la pyrolyse du filtrat séché avec une montée progressive de la température

de vitesse comprise entre 1°C/mn et 3°C/mn jusqu'à une température de consigne entre 600°C et 700°C. Cette température de consigne est maintenue pendant un temps considérable entre 2,5 heures et 5 heures. Cependant, il est à noter que pendant cette pyrolyse, le phénomène d'activation commence et pour l'arrêter, il faudra faire un trempage à froid de la matière carbonée dans de l'eau, ceci permet aussi une bonne cristallisation, ensuite la laver, la filtrer et la sécher dans une étuve à une température de l'ordre 100°C [9].

Il est à noter que les paramètres thermiques peuvent changés selon de cas de pyrolyse utilisé. Ainsi, si la pyrolyse se déroulait en lit fixe, il serait avantageux de partir d'une température de 100°C, ensuite prévoir une remontée avec vitesse entre 1°C et 3°C jusqu'à atteindre la température de consigne de 700°C avec maintien au moins pendant 2 heures [9].

II.6. Techniques de minéralisation pour analyser les concentrations en métal dans la biomasse

La technique de minéralisation et de mise en solution de l'échantillon découverte dans la littérature et utilisée par Yohan dans ces travaux est celle de Pinta [5, 6] avec quelques retouches. Une capsule en platine, contenant 0,05 à 1 g de matériel végétal préalablement séché, est placée dans un four dont la température augmente progressivement jusqu'à 500°C pendant 2 heures puis maintenue à 500°C pendant 2 heures. Après le refroidissement, l'humectation des cendres est faite avec quelques gouttes d'eau désionisée, puis 2 ml de chlorure d'hydrogène concentré. Après une évaporation à sec sur une plaque chauffante à environ 100°C, un volume de 2 ml d'HCl concentré est à nouveau ajouté dans les cendres et laissé en contact pendant 10 minutes. Ensuite, le mélange est filtré dans les fioles jaugées de 50 ml, puis le papier filtre contenant le résidu est incinérée à 500°C. L'on ajoute de l'acide fluorhydrique sur les cendres, puis l'on fait l'évaporation sur une plaque chauffante à 100°C, ceci pour permettre à la silice contenue dans les cendres de vaporiser sous forme de S_iF_6 . Le résidu obtenu est récupéré par 1 ml d'HCl concentré puis filtré dans la même fiole de 50 ml qui est complété au trait de jauge avec l'eau désionisée. La solution obtenue peut être diluée afin d'être analysée en fonction de la gamme d'étalonnage utilisée pour le dosage par spectrométrie d'émission plasma à couplage inductif (ICP).

C'est une technique améliorée proche de celle-ci que nous utiliserons dans nos travaux pour faire la minéralisation.

II.7. Techniques de séparation des matériaux ferromagnétiques en solution

Dans cette partie, nous parlerons essentiellement que de la séparation magnétique. Dr Pabyam, dans le chapitre 1 de sa thèse, traite de ce phénomène [7]. L'on distingue trois types de séparation qui sont la séparation gravitaire, la séparation par flottation et la séparation magnétique.

La séparation magnétique est le procédé de séparation des particules de propriétés magnétiques différentes due à des forces magnétiques et mécaniques engendrées par un séparateur. Son principe se base dans l'application d'une suffisante force magnétique pouvant dévier et retenir des particules dotées d'une grande aptitude à l'aimantation. Plusieurs types de séparateurs magnétiques existent et sont classés selon les paramètres suivants :

- le générateur de champ magnétique, organe essentiel pour la création de la force utilisée pour la séparation peut être des aimants permanents, des électroaimants, des bobines en cuivre ou supraconductrices ;
- le milieu de séparation pouvant être de l'air ou de l'eau ;
- le mode de fonctionnement pouvant être l'extraction ou la déviation ;
- l'intensité du champ et du gradient d'énergie magnétique à appliquer ;
- la granulométrie et la susceptibilité des matériaux à traiter [7].

II.7.1. Les séparateurs magnétiques à basse intensité (SMBI)

Ils sont sollicités lorsqu'on a une forte magnétisation du produit à traiter et dont la granulométrie est plus ou moins grossière. Un faible gradient de champ suffit pour dévier ou attirer les particules. On les retrouve pratiquement dans tous les types d'industrie. Ils ont une structure simple, moins cher et fonctionnent en voie sèche ou voie humide. Les aimants permanents ou les électroaimants sont leur source de champ. Dans le cas de ceux à voie sèche, on distingue les déferrailleurs travaillant en régime automatique et continu pour éliminer ou séparer des éléments ferreux contenus dans des déchets, ou pour enrichir des minerais ferromagnétiques en gros morceaux et les séparateurs à tambour et centrifuge équipés d'un tambour à l'intérieur duquel se trouve une couronne d'aimants permanents fixes.

La séparation en voie humide intervient lorsque la granulométrie du produit à traiter devient fine et la séparation en voie sèche inopérante, du fait de la gêne créée par l'attraction électrostatique entre les particules, ou que le produit à traiter est déjà sous forme de pulpe minérale.

Ce type de séparateurs a généralement une technologie en tambour et ils sont classés ainsi selon les agencements de l'alimentation et le plan d'évacuation des produits : les séparateurs à courant parallèle, les séparateurs à contre-rotation, les séparateurs à contre-courant. Ces séparateurs permettent de protéger des appareils en éliminant en amont les pièces métalliques contenues dans l'alimentation ; d'épurer le fer d'usure, les ordures ménagères et industrielles ; de récupérer le médium (magnétite ou ferrosilicium) dans les traitements de séparation ; et de concentrer ou épurer des minerais industriels (silice, feldspaths...) [7].

II.7.2. Les séparateurs magnétiques à haute intensité (SMHI)

Ils sont applicables aux particules paramagnétiques de granulométries allant jusqu'à 10 μm et susceptibilités variables avec un gradient de champ plus intense que dans le cas des SMBI.

C'est au début du vingtième siècle que les premiers SMHI voient le jour. Ils connurent des évolutions sur la forme des pièces polaires, le tonnage ou la conception du rotor. Les SMHI en voie humide voient le jour à partir de 1960-1970, grâce aux études de G.H. Tones. Actuellement, les techniques diffèrent les uns des autres, dans le sens où l'alimentation n'est plus distribuée sur un rotor ou tambour, mais circule au travers de matériels ferromagnétiques aimantés par un champ magnétique extérieur, et placés dans une enceinte annulaire (carrousel), tournant entre les pièces polaires d'un circuit magnétique à entrefer. Les séparateurs haute intensité servent en valorisation des minerais pour la concentration des minéraux paramagnétiques (chromite, ilménite, etc), l'épuration des minerais industriels (sable, calcaire, feldspaths...) et la séparation entre eux de minéraux paramagnétiques [7].

II.7.3. Les séparateurs magnétiques à haut gradient de champ (SMHG)

Ils sont sollicités dans l'extraction des particules fines à ultrafines, faiblement magnétiques, à partir d'une suspension solide-eau. Le solénoïde en cuivre ou en alliage supraconducteur est généralement la source du champ permettant d'atteindre de très fortes

valeurs de champ magnétique. Les SMHG à bobinage en cuivre fonctionnent à température ambiante et nécessitent un système de réfrigération par eau désionisée, tandis que ceux à bobinage supraconducteur utilisent un système cryostatique pour le refroidissement de la bobine à la température de l'hélium liquide. Les SMHG servent pour les traitements minéralurgiques (purification, concentration), les traitements de dépollution (désulfuration des charbons ...), les traitements des effluents et pour les industries chimiques, alimentaires, biologiques, etc [7].

II.8. Conclusion

A l'issue de cette connaissance tirée de la littérature, nous sortons enrichis en ce qui concerne le but de notre travail.

Ainsi, pour la suite de notre travail, nous fabriquerons, caractériserons les charbons actifs ferromagnétiques. Pour cela, il y'a un ensemble de procédés à suivre dont l'imprégnation sous vide, la technique de minéralisation semblable à celle de Pinta, le procédé de fabrication à partir de la pyrolyse de P. Girard et al. Nous aurons une phase de présentation des matériels et méthodes, puis de présentation de résultat et enfin d'analyse, discussion et conclusion.

II. LES MATERIELS ET METHODES

III.1. Introduction

Après avoir balayé la littérature dans le but de comprendre le thème, il est intéressant pour nous d'envisager maintenant la phase pratique du mémoire qui consiste à fabriquer et caractériser les charbons actifs ferromagnétiques à partir des protocoles bien définis. Nous nous proposons d'abord de présenter le LBEB qui nous a accueilli, ensuite, nous ferons l'état du matériel que nous avons utilisé dans nos expériences et enfin, nous travaillerons sur les différentes phases et techniques utilisées pour la fabrication.

III.2. La présentation du LBEB

Le LBEB est un jeune laboratoire qui a été mis sur pied en 2006 au sein de l'Unité Thématique d'Enseignement et de Recherche Génie Energétique et Industriel (UTER GEI) par le 2^{ie} en partenariat avec le CIRAD. Il a été inauguré le 13 Septembre 2008 par le Haut Commissaire de l'Union Européenne, Monsieur Louis MICHEL ; par le commissaire européen en charge de l'énergie, Monsieur Andris PIEBALGS et l'ambassadeur de France au Burkina Faso, Monsieur François GOLDBLATT. Le Laboratoire se trouve sur le site de Kamboisin et est dirigé par une dynamique équipe constituée ainsi qui suit : Dr Joël BLIN qui est le responsable ; Dr Mariam PABYAM ; deux doctorants qui sont M. Sayon SIDIBE, M. François Xavier COLLARD ; deux ingénieurs de laboratoire dont M. Julius FON et M. François Xavier COLLARD. Dans le cadre des mémoires de fin de cycle Master's, le laboratoire a accueilli en son sein 6 stages à savoir M. Abel NYALEU, M. Gérard ABOÏNA, M. Clément MAROT, M. Gueye MBAYE, M. Madi KABORE, M. Ndiaye MOMMATH.

Le laboratoire est spécialisé dans deux domaines à savoir la biomasse et le biocarburant et son objectif est de contribuer au développement durable en Afrique par le développement des technologies novatrices pour la production d'énergies décentralisées grâce à la mise en valeur des biocarburants et de la biomasse [17].

III.3. Les matériels

Le LBEB regorge dans ses débuts et locaux un bon nombre de matériels qui nous ont permis dans nos travaux de faire un certain nombre d'expériences.

Ces instruments sont les suivants dont les détails sont donnés à l'annexe : les creusets en verre, les creusets en porcelaine, les creusets avec couvercles en porcelaine et silice, les spatules en fer, les cristallisoirs en verre, les béchers de 25 ml, 50 ml et 100 ml, les grillages, les barreaux aimantés et tiges aimantées, les barreaux aimantés, le dessiccateur, le filtre Buchner, les pipettes pasteurs et les propipettes, les pipettes de 1, 2, 5, 10, 20, 50 ml, les fioles jaugées de 5, 10, 25, 50, 100 ml, les éprouvettes de 50, 100, 500, .. ml, les Erlen Meyer, les tamis, les flacons, les pinces, le chariot, les ciseaux, les autocollants, le papier filtre, les entonnoirs, les pipettes à eau distillée, les paraffines en plastique pour fermeture, les cônes en caoutchouc, les bouchons en caoutchouc, les tamis de différentes granulométries, les papiers étiquettes, la marmite en inox... Le laboratoire regorge aussi des instruments de protection tels que les blouses, les gains, les lunettes de protection, les protections contre les aspirations.

De plus, pour les expériences, les appareils utilisés sont les suivants : le broyeur, les balances, l'étuve Heraeus, les fours, la hôte, le spectrophotomètre du laboratoire de chimie du GVEA, le spectromètre d'absorption atomique, la pompe à vide, les agitateurs, le distillateur d'eau (voir ANNEXE 1 pour les détails).

III.4. Les matières premières

Ici, il s'agit de toutes les substances utilisées pour réaliser les expériences.

Nous avons utilisés des biomasses, des produits chimiques.

Les biomasses utilisées dans le cadre du mémoire sont :

- L'eucalyptus
- Les coques d'arachide
- Les coques de noix de coco

Leur choix a été fait à cause de la facilité de leur disponibilité dans la région surtout pour les coques d'arachide et de leur moindre coût sur le marché. De plus pour leur densité faible et leur grande porosité.

Concernant les produits chimiques, Le nitrate de fer aqueux en cristaux de formule brute $F_eN_3O_9 \cdot 9H_2O$ et de masse molaire 404 mol/l est le produit utilisé pour les différentes

imprégnations ceci grâce à sa disponibilité au laboratoire. Pour faire la minéralisation, une solution aqueuse de chlorure d'hydrogène à 20% a été préparée à l'aide d'une solution aqueuse de chlorure d'hydrogène à 35% par simple dilution avec 54 ml d'eau distillée. Nous avons aussi l'acide nitrique, l'acide acétique, le thiosulfate de sodium, le bleu de méthylène, l'iode et l'azote.

III.5. Les manipulations

III.5.1. Le broyage

Il s'agit de passer les différentes biomasses au broyeur afin de les réduire en de petites dimensions selon la granulométrie en fonction des tamis disponibles adaptés au broyeur. Dans notre cas, un tamis de fond de 4 mm a été utilisée et ensuite des tamis d'analyse de 1,6 mm et 1 mm afin d'avoir une granulométrie de biomasse comprise entre 1 mm et 1,6 mm.

Matériels et appareils : tamis de 1mm et 1,6mm ; récipient en inox de 5l ; broyeur.

III.5.2. Les analyses immédiates

Les échantillons d'eucalyptus, de coques de noix de coco et de coques d'arachides de granulométrie entre 1 mm et 1,6 mm subissent l'opération de l'analyse immédiate afin de déterminer selon les différentes techniques consignées à l'annexe le taux d'humidité, le taux de cendre, le taux de matières volatiles et le taux de carbone.

Matériels et appareils : creusets en verre, porcelaine, silicium avec et sans couvercle ; les pinces ; le chariot ; les gains ; four Vecstar ; four Haraeus ; l'étuve Haraeus ; la balance de précision

III.5.3. L'imprégnation

III.5.3.1. L'imprégnation sous vide de Yohan Richardson

Elle consiste à sécher pendant 1 heure à 105°C à l'étuve une masse de 50 g de biomasse que l'on mélange à 250 ml de solution aqueuse de nitrate de fer dans un cristalliseur ou bûcher, ensuite placer le mélange sous vide dans un dessiccateur pendant 15 min et après sous

pression atmosphérique pendant 2 heures. Le filtrage sous vide est effectué avec 250 ml d'eau distillée et afin sécher à 60°C pendant au moins 48 heures.

III.5.3.2. L'imprégnation sous pression atmosphérique

Elle consiste à utiliser les mêmes quantités de biomasse, de solution aqueuse de nitrate de fer et d'eau distillée que le cas sous vide. Le séchage et le lavage restent le même sauf que le mélange est tout simplement placé à la pression atmosphérique pendant 24 heures.

Matériels et appareils : les cristallisoirs ; les béchers ; les grillages ; les objets lourds ; la pompe à vide ; le dessiccateur ; l'étuve.

III.5.4 La minéralisation et le dosage au spectromètre atomique d'absorption

Afin de connaître la quantité de fer qui a pu s'incruster dans la biomasse l'opération de minéralisation de Perkin Elmer amélioré a été faite, de même le dosage au spectrophotomètre du laboratoire de chimie de GVEA. Ainsi, cette minéralisation consiste à brûler à 500°C au four pendant au moins 12 heures une quantité de biomasse imprégnée dans un creuset, ensuite de mélanger une quantité de 5 mg de cendres à 10 ml de solution de chlorure d'hydrogène à 20% qui par agitation et chauffage donne une solution homogène de couleur jaunâtre. La solution est introduite en filtrant dans une fiole jaugée de 50 ml et complétée jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée. Ensuite pour le dosage, une dilution de 4 ml de solution est faite avec une solution d'acide nitrique à 1% dans une fiole jaugée de 100 ml. Enfin le passage à l'appareil est effectué.

Matériels et appareils : les petits creusets en porcelaine ; les béchers ; les barreaux et tiges aimantés ; les entonnoirs ; le papier filtre ; le four Heraeus ; l'agitateur chauffant ; les pinces ; le chariot ; les gans ; les fioles jaugées.

III.5.5. La pyrolyse pour la fabrication du charbon actif ferromagnétique

Pour fabriquer le charbon actif ferromagnétique, nous nous sommes inspirés de la méthode utilisée par P. Girard et al. Ainsi, la pyrolyse est faite jusqu'à 700°C avec une vitesse de

montée de température entre 1°C et 3°C/min avec un palier de temporisation à 700°C pendant une durée de 2,5 heures à 5 heures. Le refroidissement se fait soit à l'azote dans un dessiccateur pour un refroidissement rapide, soit un refroidissement naturel. Dans notre cas, nous avons travaillé avec une vitesse de montée de 2°C/min et une temporisation à 700°C de 2 heures 30 minutes environ et un refroidissement à l'azote.

Matériels et appareils : les creusets en porcelaine avec couvercles ; la marmite en inox ; les gans ; les pinces ; le chariot ; le four Vecstar ; la balance ; le dessiccateur. La bouteille à azote.

III.5.6. Les techniques de caractérisation

III.5.6.1. La détection des macropores

Elle se fait par réaction du charbon actif ferromagnétique avec une solution préparée de bleu de méthylène dont l'action ici est de prouver la présence des macropores dans le charbon.

Une solution de 1 l dans une fiole jaugée de bleu de méthylène piégée dans de l'acide acétique (5 ml) est préparée à partir de 1,2 g de bleu de méthylène en poudre. Des masses de 0,1 g des différents charbons actifs ferromagnétiques réagissent chacun dans 100 ml de solution de bleu de méthylène à différentes concentrations dans le but d'adsorber les particules de bleu. Après des temps variables d'agitation du mélange, la nouvelle concentration de la solution de bleu de méthylène est lue à l'aide d'un spectromètre jusqu'à la saturation. Les valeurs obtenues permettent de calculer le taux d'élimination (R), la capacité apparente d'adsorption du charbon actif ferromagnétique vis-à-vis de l'adsorbat, la surface spécifique du charbon à partir des formules suivantes.

$$R = \frac{(C_i - C_r) \cdot 100}{C_i} \quad (2)$$

R : taux d'élimination

$$Q = \frac{(C_i - C_r) \cdot V \cdot M_{BM}}{m_{CA}} \quad (3)$$

Où Q : capacité apparente d'adsorption (mg/g) du charbon actif vis-à-vis de l'adsorbat ;

C_i : concentration initiale (mmol/l) de la solution de bleu de méthylène (BM) ;

C_r : concentration résiduelle (mmol/l) de la solution de BM ;

V : volume de la solution de BM (= 100 ml) ;

m_{CA} : masse (g) du charbon actif utilisée (0,1 g) ;

M_{BM} : masse molaire du bleu de méthylène. [19]

De même, quelques allures en fonction du temps comme celle de la concentration se tracent en fonction de ces valeurs.

III.5.6.2. La détection des micropores

Elle se fait par la réaction du charbon actif ferromagnétique avec une solution préparée d'iode dont l'action ici est de prouver la présence des micropores dans notre charbon.

Une solution de 0,01 mol/l de diode est préparée dans une fiole jaugée de 1 l à partir d'une solution de 0,5 mol/l. Des masses de 0,2 g des différents charbons sont mixées avec des volumes de 20 l de la solution de diode, puis agitées pendant 5 minutes. Après filtrage, 10 ml de solution filtrée avec une nouvelle concentration est titrée avec une solution de thiosulfate de sodium de 0,1 mol.

L'équation de la réaction de titrage est le suivant :



L'indice d'iode qui est la quantité en milligrammes de diode adsorbée par gramme de charbon actif ferromagnétique se calcule par la relation suivante:

$$Q_{I_2} = \frac{\left[C_o - \frac{C_n \cdot V_n}{2 \cdot V_{I_2}} \right] \cdot M_{I_2} \cdot V_{abs}}{m_{CA}} \quad (5)$$

où V_n : volume de thiosulfate de sodium (en ml)

C_n : concentration de thiosulfate de sodium (mol /l)

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

V_{I_2} : volume d'iode dosé (10ml)

M_{I_2} : masse molaire de l'iode (253,81 g/mol)

V_{abs} : volume d'adsorption (20ml)

III.5.6.3. La détermination de la surface spécifique

A défaut de procéder par la méthode de B.E.T, la surface spécifique (S_{BM}), sera déterminée par une méthode analytique à partir de l'équation alinéarisée de Langmuir suivante :

$$\frac{1}{Q} = \frac{1}{Q^\infty} + \frac{K^{-1}}{Q^\infty C_e} \quad (6)$$

où Q est la capacité d'adsorption du charbon actif ; Q^∞ est la capacité ultime (maximale) d'adsorption ; K est la constante d'adsorption et C_e est la concentration d'équilibre.

La valeur de Q^∞ , est obtenue à partir de l'ordonnée à l'origine des courbes $\frac{1}{Q} = f\left(\frac{1}{C_e}\right)$, et permet de calculer la surface spécifique S_{BM} par la relation suivante :

$$S_{BM} = \frac{Q^\infty \cdot s \cdot N_A}{M_{BM}} \quad (7)$$

Avec S_{BM} : surface spécifique (m²/g)

Q^∞ : capacité ultime d'adsorption (mg/g)

s : l'aire occupée par une molécule du bleu de méthylène (175 Å²)

N_A : nombre d'Avogadro

M_{BM} : masse molaire du bleu de méthylène (319,853g/mol) [19]

III.6. Les essais sur les eaux usées

Avant de tester nos charbons sur les eaux usées, il faut au préalable faire une digestion de ces eaux afin d'éliminer les matières organiques. Pour le faire, une quantité de 100 ml des eaux usées mélangée à 5 ml d'acide nitrique concentré avec des billes en verre est mise en ébullition dans un erlen meyer de 150 ml jusqu'à ce que 80 à 90% du mélange s'évapore. Tant que la solution ne devient pas claire, avec de l'eau distillée il faut continuer la digestion en y ajoutant encore de l'acide jusqu'à ce que la solution devienne claire mais en veillant à la quantité qui doit rester dans le erlen meyer (10 à 20%). Lorsque le point de digestion voulue est atteint, il faut transférer la solution restante dans une fiole jaugée de 100

ml et la compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge et enfin prélever la proportion voulue pour le traitement.

Pour le traitement, vu que c'est le chrome qui nous intéresse parce que étant dominant dans les eaux, il faut connaître la quantité initiale dans la solution digérée grâce au spectromètre atomique d'absorption et après prendre les proportions de 0,25 g de charbon pour 25 ml de solution digérée et faire agiter pendant le temps voulue. Enfin, il faut filtrer le mélange, diluer si possible et mesurer la concentration de chrome restant grâce au même appareil.

Matériels et appareils : erlen meyer 150 ml ; fioles jaugées 100 ml ; billes en verre ; pipettes, propipettes ; plaques chauffantes ; spectromètre atomique d'adsorption.

III.7. La technique de séparation magnétique

Dans la bibliographie, plusieurs techniques de séparation ont été vues. Dans notre cas, puisque la granulométrie de biomasse utilisée est grossière et la susceptibilité magnétique étant grande pour les substances ferromagnétiques utilisées, un faible champ suffirait pour créer la séparation ; ainsi, c'est le système magnétique à basse intensité (SMBI) qui est utilisé.

Procédant en voie sèche, le CAF est mélangé avec un autre corps non ferromagnétique, du sable par exemple ; utilisant un séparateur approprié comme celui avec un rotor, un champ magnétique est créé grâce à l'alimentation électrique et en déversant le mélange CAF-sable, les morceaux de CAF sont attirés et fixés sur les barres aimantés tandis que les grains de sable tombent dans le récipient. A l'arrêt du champ, les morceaux de CAF tombent après quelques temps. C'est le même principe en voie humide. Après le traitement, grâce à un champ magnétique créé par le séparateur, les morceaux de CAF sont attirés par le champ et sont ainsi séparés du liquide.

Matériels et appareils : récipient (cristalliseur 115 mm), le séparateur

III.8 Conclusion

Cette partie a permis d'être familiarisée avec les différents instruments, appareils et matières premières utilisés grâce auxquels les expériences ont été possibles. Des expériences menées ont conduit à une méthodologie dont les résultats seront présentés dans la suite du travail.

IV LES RESULTATS

IV.1. Introduction

La maîtrise de l'utilisation des instruments et appareils et de même la pratique des différentes méthodes ont permis à chaque niveau d'obtenir des résultats qui seront présentés dans cette partie partant des analyses immédiates à la séparation magnétique.

IV.2. les analyses immédiates

Les analyses immédiates de l'eucalyptus, des coques de noix de coco et des coques d'arachide ont été effectuées selon les différentes techniques dont les protocoles se trouvent à l'annexe. Les valeurs sont consignées dans le tableau suivant.

Tableau 2. Analyse immédiate de l'eucalyptus, des coques de noix de coco et des coques d'arachide

	Taux d'humidité	Taux de matières volatiles	Taux de cendres	Taux de carbone fixe
Eucalyptus (%)	7,70	81,65	0,51	17,84
Coques de noix de coco (%)	3,51	77,39	0,36	22,25
Coques d'arachide (%)	5,55	73,65	3,71	22,62

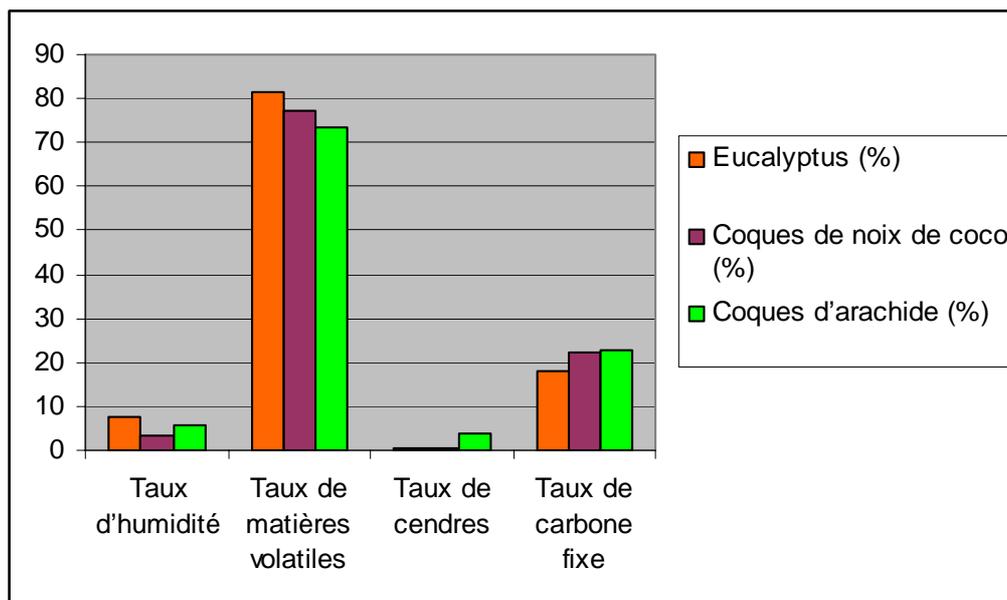


Figure 1. L'analyse immédiate des biomasses utilisées

L'eucalyptus possède plus d'humidité et de matières volatiles, mais moins de carbone fixe que les coques de noix de coco et d'arachide.

IV.3. L'imprégnation et la minéralisation

Les deux méthodes d'imprégnation à savoir l'imprégnation sous vide et sous pression atmosphérique ont été appliquées sur les trois biomasses retenues (les coques d'arachide, les coques de noix de coco et l'eucalyptus) selon les protocoles décrits dans le chapitre précédent.

➤ **Echantillons pour les essais de pyrolyse**

Tableau 3. Imprégnations et concentrations

étiquettes	Imprégnation et concentration
1	Coques de noix de coco non imprégnées
2	Eucalyptus non imprégné
3	Coques de noix de coco imprégnée sous vide au nitrate de fer à 0,5 mol/l
4	Eucalyptus imprégné sous pression atmosphérique au nitrate de fer à 0,5 mol/l
5	Coques de noix de coco imprégnées sous vide au nitrate de fer à 1 mol/l
6	Eucalyptus imprégnée sous vide au nitrate de fer à 1 mol/l
7	Coques de noix de coco imprégnées sous pression atmosphérique au nitrate de fer à 1 mol/l
8	Eucalyptus imprégné sous pression atmosphérique au nitrate de fer à 1 mol/l

Les premiers tests d'imprégnation qui ont été fait à 0,5 mol/l et 1 mol/l ont permis d'avoir après la minéralisation et le dosage au spectrophotomètre atomique d'absorption les quantités de fer incrustés dans la biomasse en milligrammes par gramme de biomasse suivants, sachant que les coques de noix de coco non imprégnés et l'eucalyptus non imprégné contiennent respectivement 0,03 mg / g et 0,02 mg / g :

Tableau 4. Quantités de fer incrustées dans la biomasse

	3	4	5	7	8
Taux de fer (mg / g)	0,53	10,62	1,82	2,62	19,99

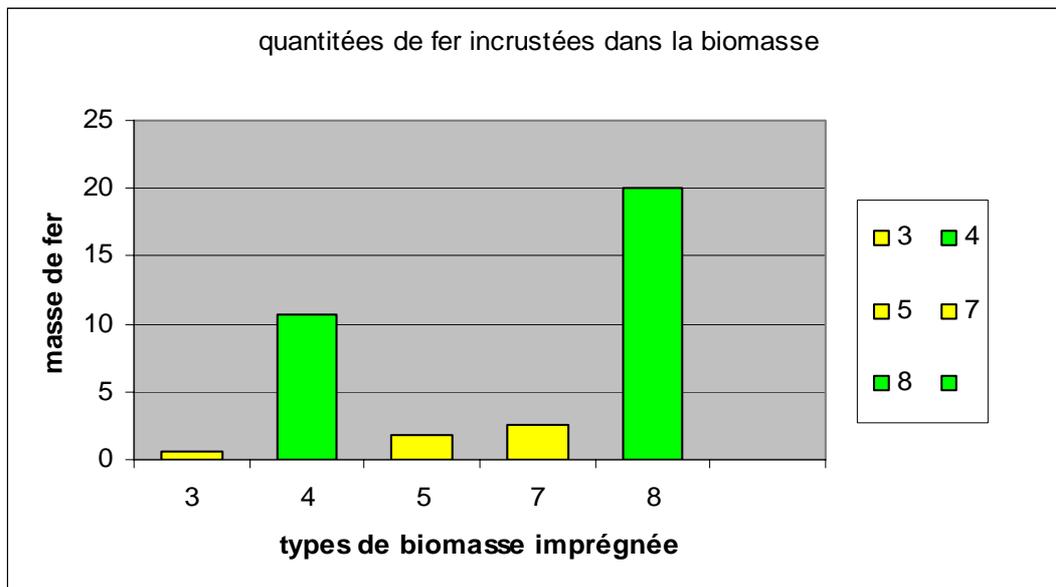


Figure 2. Graphe des quantités de fer imprégnées dans les différentes biomasses

➤ **Echantillons pour les autres tests**

Tableau 5. Imprégnations à 1 mol/l

étiquettes	imprégnation
E_1	Eucalyptus imprégné sous vide à 1 mol/l
E_2	Eucalyptus imprégné sous pression atmosphérique à 1 mol/l
C_1	Coques de noix de coco imprégnées sous vide à 1 mol/l
C_2	Coques de noix de coco imprégnées sous pression atmosphérique à 1 mol/l
A_1	Coques d'arachide imprégnées sous vide à 1 mol/l
A_2	Coques d'arachide imprégnées sous pression atmosphérique à 1 mol/l

Les nouvelles imprégnations sous vide et pression atmosphérique faits à 1 mol/l cette fois ci en utilisant aussi les coques d'arachide donnent, sachant que l'on a 1,24 mg / g pour les coques d'arachide non imprégnées.

Tableau 6. Taux de fer incrusté dans les biomasses

	E_1	E_2	C_1	C_2	A_1	A_2
Taux de fer (mg/g)	20,43	20,34	1,25	1,52	20,63	36,50

IV.3. La pyrolyse

IV.3.1. Les résultats des essais

Les trois premiers essais réalisés dans les conditions suivantes ont entraînés des taux de cendre élevés.

Tableau 7. Les conditions d'expérience 1

	Température initiale (T_i)	Température finale (T_f)	Vitesse de montée	Temporisati on à 700° C	Autres conditions
Première pyrolyse	100° C	700° C	2°C/min	2 heures	-Atmosphère normale - creusets en porcelaine et en silice avec couvercles -coupure d'électricité d'environ 1 minute
Deuxième pyrolyse	43° C	700° C	2°C/min	2 heures 30 minutes	- atmosphère normale - creusets en porcelaine et en silice avec couvercles
Troisième pyrolyse	70° C	700° C	2°/min	2 heures 30 minutes	-atmosphère azotée - rupture d'azote - deux longues coupures d'électricité

Les taux de cendres obtenues sont les suivants :

Tableau 8. Taux de cendres obtenus lors des essais de pyrolyses

	1	2	4	5	6	7	8
Taux de cendre première pyrolyse (%)	2,60	4,06	6,10	1,08	26,55	2,55	100
Taux de cendre deuxième pyrolyse (%)	1,22	2,71	6,75	3,15	44,10	1,84	36,81
Taux de cendre troisième pyrolyse (%)	10	12	100	11	100	100	100

Ces essais montrent des taux de cendres allant jusqu'à 100% pour certains échantillons, ce qui montre leur échec dû au contact des échantillons avec de l'air. Pour la correction, le choix s'est porté sur l'utilisation d'une marmite inox pouvant résister à plus de 700° C et des creusets en porcelaine bien fermés. Cet essai, réalisé avec les mêmes paramètres de programmation que la deuxième et la troisième pyrolyses et aussi avec la marmite fermée dont les bords du couvercle ont été recouverts d'une motte de terre afin de minimiser les entrées d'air, a permis d'obtenir des bons résultats avec presque pas de cendre.

Tableau 9. Taux de cendres résultant de l'essai avec la marmite

	1	3	4	5	6	7	8
% cendre	0	0	0,97	0	2,53	0	0,36

Le taux de formation de charbon actif ferromagnétique est d'au moins 94,47% avec la marmite fermée ayant appliqué une motte de terre autour du bord circulaire du couvercle. Cependant lors du refroidissement dans le dessiccateur, une propulsion de la motte de terre s'est produite avec un léger déplacement du couvercle de la marmite et aussi tous les couvercles des creusets se sont renversés, de même qu'un creuset dans la marmite. Cette situation a fait à ce que nous n'utilisons plus de motte de terre dans la suite des expériences.

IV.3.2. La pyrolyse avec la marmite fermée

Ayant trouvé la solution de minimisation d'entrée d'air dans les creusets, trois autres pyrolyses ont été faites afin de pouvoir réaliser la caractérisation, le test sur les eaux usées et la séparation magnétique. Les conditions d'expériences sont les suivantes :

Tableau 10. Les conditions d'expérience 2

	Température initiale (T_i)	Température finale (T_f)	Vitesse de montée	Temporisation à 700° C	Autres conditions
quatrième pyrolyse	36° C	700° C	2°C/min	2 heures 30 minutes	-Atmosphère normale - creusets fermés en porcelaine - marmite fermée sans motte de terre -refroidissement sous azote
cinquième pyrolyse	33° C	700° C	2°C/min	2 heures 30 minutes	- atmosphère normale - marmite fermée sans motte de terre - creusets fermés en porcelaine - une légère et une longue coupure d'environ 1 heure
sixième pyrolyse	53° C	700° C	2°/min	2 heures 30 minutes	-atmosphère normale - marmite fermée sans motte de terre - creusets fermés en porcelaine - deux longues coupures d'électricité d'environ 1 heure chacune

Après lavage à l'eau distillée et séchage des charbons actifs ferromagnétiques obtenus dans le but d'éliminer les cendres, des pourcentages après calcul d'au moins 85% de charbon actif ferromagnétique sont obtenus.

IV.4. La caractérisation

IV.4.1. La porosité des charbons actifs ferromagnétiques

IV.4.1.1. La macroporosité

Les tests sur les charbons actifs ferromagnétiques avec la solution préparée de Bleu de méthylène à une concentration initiale de 0,31 mmol/l et à différents moments permettent d'avoir l'évolution suivante pour chaque type de biomasse.

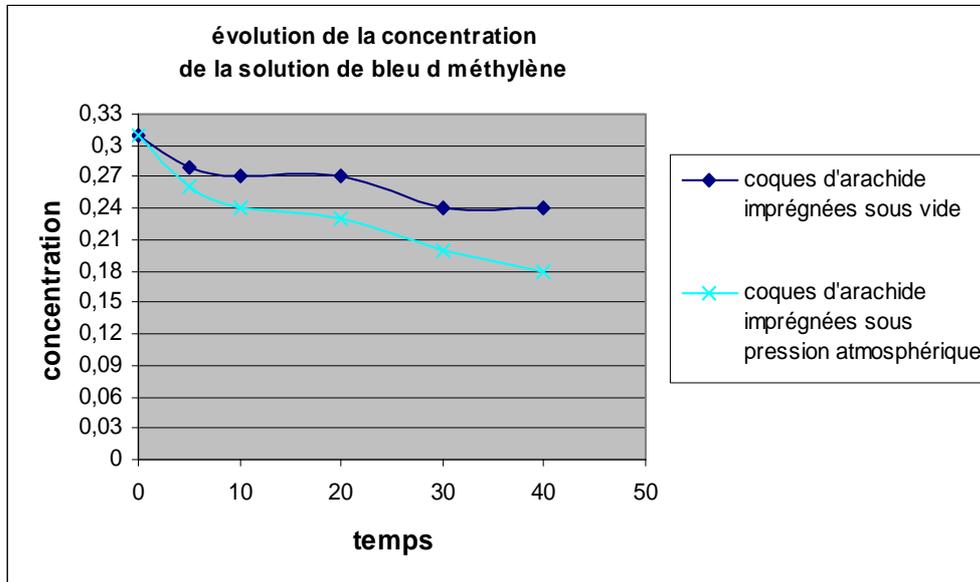


Figure 3. Evolution de la concentration de bleu de méthylène pour le CAF à base des coques d'arachide

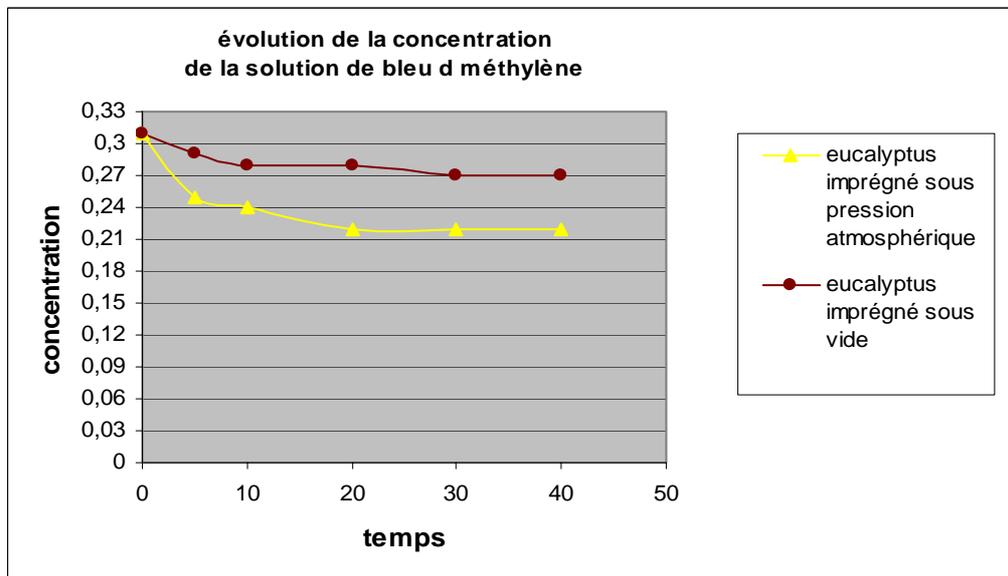


Figure 4. Evolution de la concentration de bleu de méthylène pour le CAF à base de l'eucalyptus

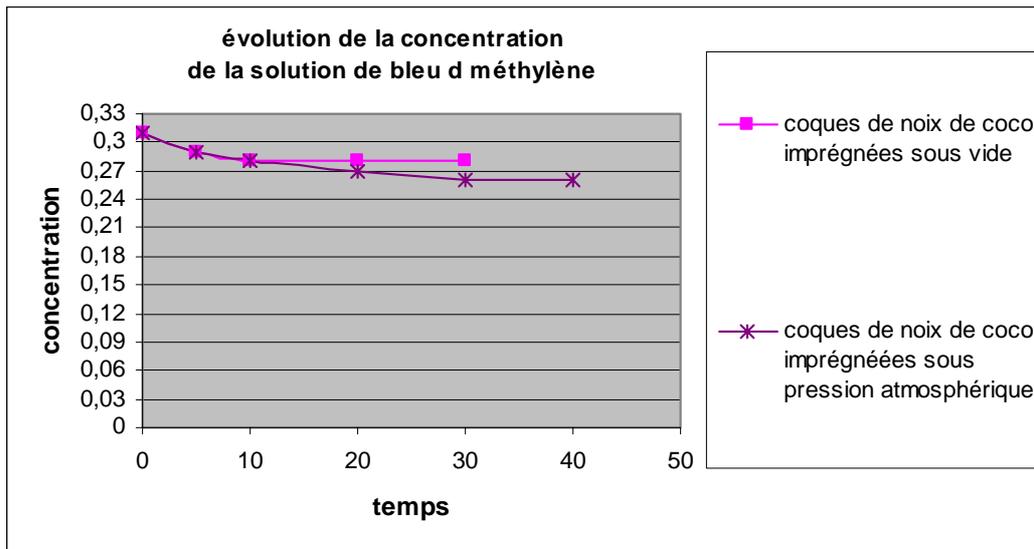


Figure 5. Evolution de la concentration de bleu de méthylène pour le CAF à base des coques de noix de coco

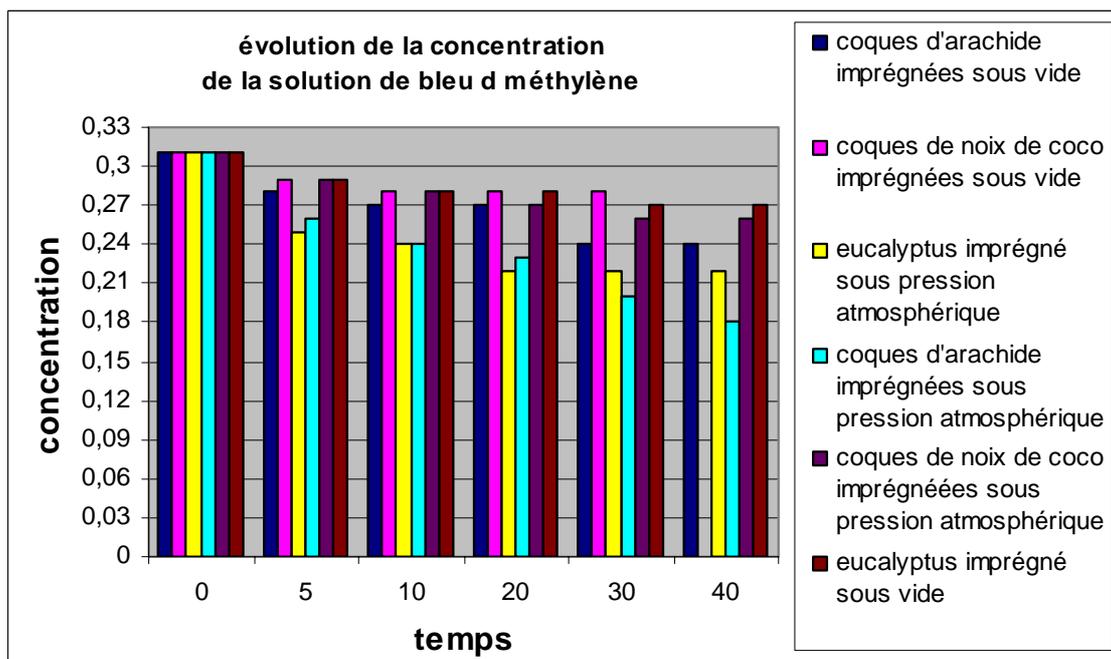


Figure 6. Le graphe d'évolution de la concentration de bleu de méthylène en fonction du temps à partir de 0,31 mmol/l

Ayant aussi travaillé avec la concentration initiale de 0,21 mmol/l, nous avons les allures suivantes :

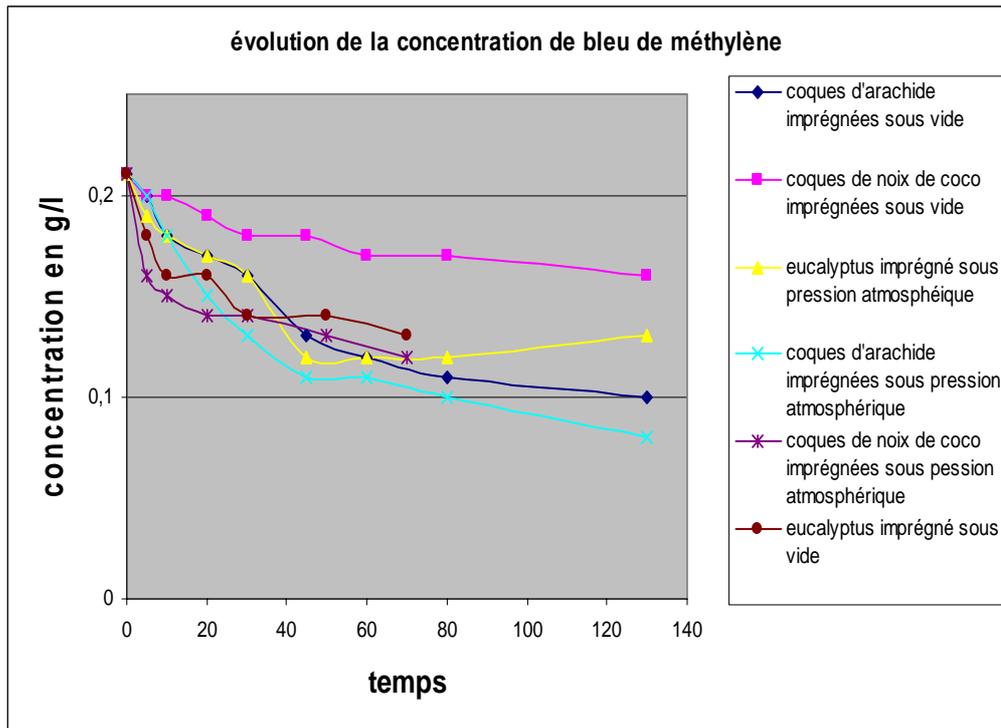


Figure 7. L'évolution de la concentration de bleu de méthylène en fonction du temps à partir de 0,21 mmol/l

Ces trois représentations avec des vitesses initiales différentes montrent des comportements différents des différents CAF.

IV.4.1.2. La microporosité

Les tests avec la solution de diode à 0,01 mol/l ont permis d'avoir les indices d'iode, c'est-à-dire la quantité de mg d'iode adsorbé par gramme de biomasse, pour chaque biomasse suivants : (tableau et graphe)

Tableau 11. L'indice d'iode des biomasses imprégnées

	A_1	A_2	C_1	C_2	E_1	E_2
Masse CAF (g)	0,2001	0,2010	0,2044	0,2010	0,201	0,2015
V_n (ml)	0,46	0,35	0,75	0,9	0,68	0,41
Q_{I_2} (mg/g)	449,02	460,90	403,56	391,45	419,23	452,20

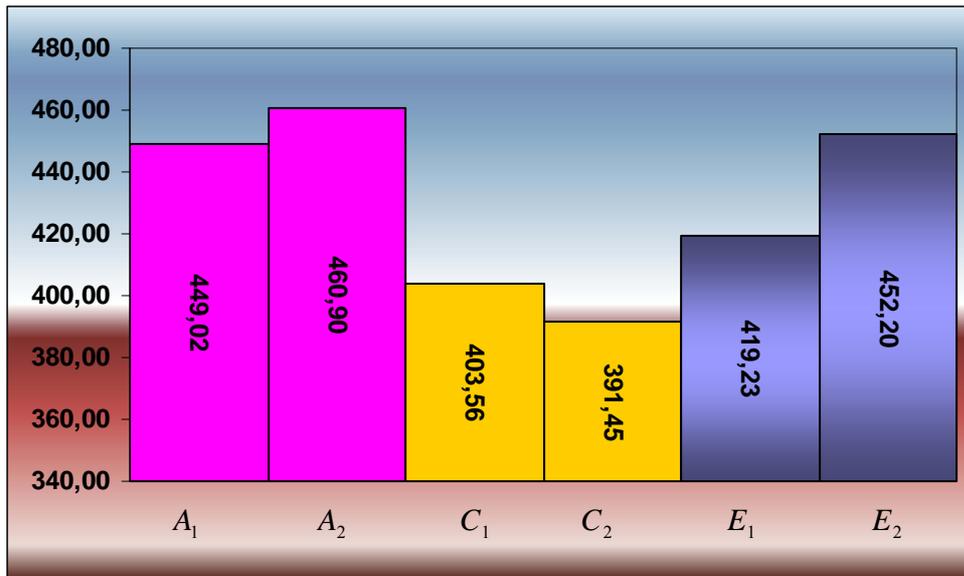


Figure 8. L'indice d'iode des différents CAF

IV.4.1.3. Le calcul de la surface spécifique

Plusieurs mesures de recherche de la concentration d'équilibre ont été faites pour chaque type de CAF à partir des concentrations initiales différentes. La difficulté à ce niveau est que pour certaines concentrations initiales, le phénomène d'adsorption s'est bien passé mais pas pour d'autres malgré le fait que pour la mesure des concentrations d'équilibre, nous avons pris des mesures à plusieurs moments jusqu'à l'équilibre, nous avons fait agités les échantillons pendant un long temps (au moins 45 minutes), nous avons même laissé des échantillons faire presque 48 heures au repos. Ce phénomène a entraîné le fait que le calcul des surfaces spécifiques, à partir de l'ordonnée à l'origine du tracé de la droite de tendance des nuages de points de coordonnées $(\frac{1}{C_e}; \frac{1}{Q})$, a donné des valeurs très faibles de moins de $100 \text{ m}^2 / \text{g}$ à cause de beaucoup de points du nuage qui s'éloignent de la bonne tendance. Pour corriger cela, nous avons pour chaque type de CAF supprimer les points qui s'éloignent de la bonne tendance. Et le recalcul des surfaces spécifiques en tenant compte du comportement des CAF observé lors de l'étude de la cinétique de la concentration du bleu de méthylène a donné les résultats consignés dans le tableau suivant (voir ANNEXE 3 pour les illustrations) :

Tableau 12. Les surfaces spécifiques des différents CAF

	A_1	A_2	C_1	C_2	E_1	E_2
Surface spécifique (m^2 / g)	784,21	844,54	358,01	401,67	433,38	539,95

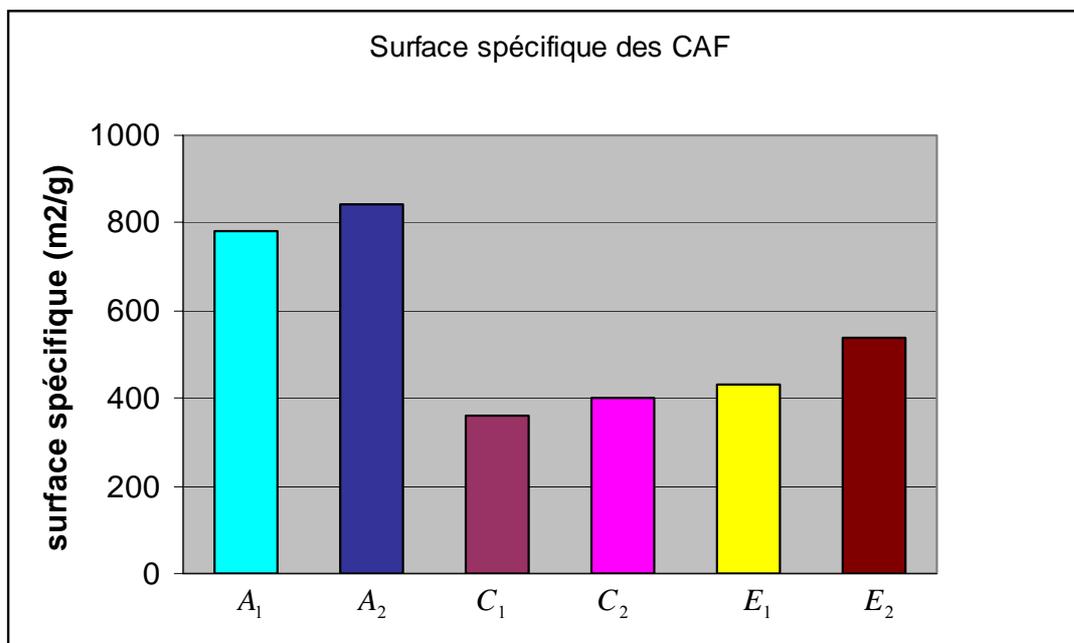


Figure 9. La représentation des surfaces spécifiques

Le CAF à base des coques de noix de coco imprégnées sous vide possède la plus petite surface spécifique.

IV.5. les essais sur les eaux usées

Sachant que les eaux usées de Tan Aliz contiennent 11,86 g/l de chrome selon la mesure faite sur le spectromètre atomique d'absorption, deux essais ont été effectués au laboratoire, l'un à la suite de l'autre. La première à partir de la concentration concentrée de 87,5 mg/l et la deuxième avec une solution digérée très diluée de 6,533 mg/l.

- Avec la concentration de solution digérée de 87,5 mg/l, les résultats obtenus après un pas de 30 minutes et 1 heure ne sont pas appréciables (Voir ANNEXE 4)
- Avec la concentration initiale de 6,533 mg/l les résultats après 1 heure de traitement sont les suivants :

Tableau 13. L'évolution de la concentration de chrome après le traitement à partir de 6,533 mg/l

t (minutes)	A1	A2	C1	C2	E1	E2
0	6,533	6,533	6,533	6,533	6,533	6,533
60	5,56	5,672	5,769	5,712	5,737	5,567
% d'adsorption après 1 heure	14,89	13,18	11,69	12,57	12,18	14,79

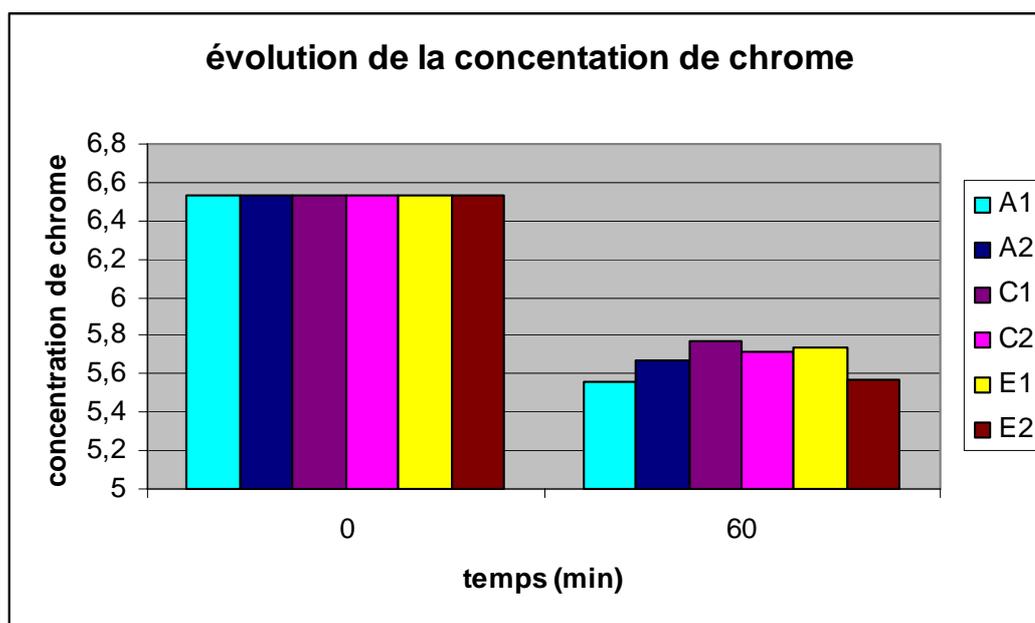


Figure 10. L'évolution de la concentration de chrome à partir de 6,533 mg/l

IV.6.la séparation magnétique

Le test de séparation à voie sèche effectué permet d'avoir les illustrations photographiques suivantes :

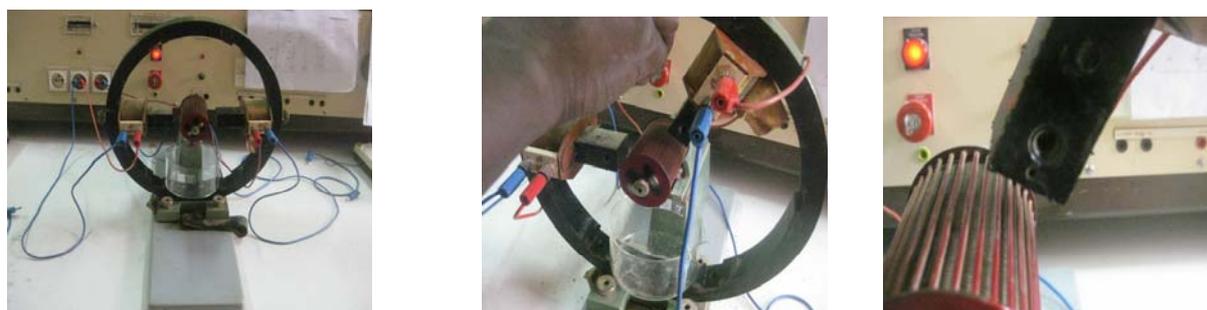


Photo 1. Essai de séparation magnétique par voie sèche

IV.7.Conclusion

Les différentes expériences faites aux laboratoires ont permis d'avoir les résultats présentés ci-dessus. Ces résultats nécessitent une interprétation. Nous en parlerons dans le chapitre suivant.

V. DISCUSSION ET ANALYSE

V.1. Introduction

Dans le chapitre précédent, les résultats ont été présentés. La compréhension et la portée scientifique de ces résultats nécessitent la projection d'un regard approfondi sur ceux-ci en apportant des justifications convaincantes, des discussions fiables et de plus des comparaisons avec ce que nous dit la littérature. Dans le présent chapitre, il sera question de traiter de cet aspect.

V.2. Discussion et analyse

V.2.1. Sur la quantité de fer incrusté dans la biomasse

Le tableau 4 et la figure 2 montrent comment le fer a pu s'incruster dans les biomasses. Les coques d'arachide s'imprègnent mieux que les deux autres quelque soit le type d'imprégnation. Les coques de noix de coco s'imprègnent beaucoup plus moins que l'eucalyptus que ce soit dans le cas de l'imprégnation sous vide, que l'imprégnation sous pression atmosphérique et ceci doit être dû au fait que l'eucalyptus est plus poreux et moins dense que les coques de noix de coco. L'imprégnation à 1 mol/l est plus importante que l'imprégnation à 0,5 mol/l, ceci vient d'avantage confirmer les travaux effectués par K. Bru et al. qui constatent que plus la concentration est grande, plus l'imprégnation est grande [4]. En dehors du résultat de l'eucalyptus imprégnée sous vide à 1 mol/l qui n'est pas bon, nous l'estimons, le constat est que pour la plus part des biomasses (coques d'arachide et coques de noix de coco) le fer s'incrute mieux sous pression atmosphérique que sous vide. Cependant, une répétitivité permettrait de confirmer d'avantage ce constat. Ceci est sûrement dû au fait que étant plus longtemps au repos, le fer n'est pas brusqué et prend son temps pour pénétrer de manière efficace dans les biomasses. Pour les coques de noix de coco qui sont plus denses, solides et moins poreux, les molécules de fer prennent plus de temps pour s'introduire dans la biomasse. Pour l'eucalyptus, l'incrustation du fer est par voie sous vide dépasse légèrement

celle sous pression atmosphérique. Les gaz ont été mieux libérés lors de la création du vide et le fer s'est mieux incrusté.

V.2.2. Sur la fabrication des charbons actifs ferromagnétiques

La réussite de la fabrication du charbon actif ferromagnétique a pris un peu de temps vu que les trois premières expériences se sont soldées par des échecs avec parfois la formation de 100% de cendre pour certains échantillons. Ces échecs proviennent de l'entrée de l'air dans les échantillons vu que les creusets fermés n'étaient pas placés dans une marmite fermée. L'air a dû s'introduire pendant la pyrolyse et aussi pendant le passage du four au dessiccateur pour le refroidissement sous l'azote. La résolution du problème a été l'idée d'optimiser les entrées d'air dans le four et aussi lors du refroidissement en utilisant une marmite inox pouvant résister à plus de 700° C. Ceci a permis d'obtenir des bons résultats. Cependant, ayant utilisée la motte de terre pour fermer les bords de la marmite, un phénomène de projection de motte de terre et de renversement des couvercles de creusets s'est produit dans le dessiccateur lors du refroidissement sous azote et cela peut s'expliquer par le fait qu'une certaine pression s'est produite dans la marmite et les creusets due au fait que les matières volatiles libérées n'ont pas trouvé de chemin pour s'échapper d'où la propulsion. De même la marmite et son intérieur bien fermée a subi la pression de l'azote. Cette situation a amené à faire la suite des pyrolyses sans la motte de terre et les résultats de fabrication se sont élevés pour la plupart des échantillons à au moins 96%. Les matières volatiles ont trouvé un chemin pour s'échapper et un très petit léger d'air s'est introduit sûrement lors du passage des échantillons du four au dessiccateur pour le refroidissement dans le dessiccateur.

V.2.3. Sur la caractérisation

V.2.3.1. La macroporosité

L'expérience avec ces deux concentrations montre que les CAF à base des coques d'arachide semblent être meilleure en adsorption que ceux à base de l'eucalyptus et ceux à

base des noix de coco. Ceux à base des coques de noix de coco viennent en dernière position. Ceci s'explique par le fait que les coques d'arachides sont naturellement plus poreuses que l'eucalyptus et l'eucalyptus plus poreux que les coques de noix de coco. Les différents CAF à base des différentes biomasses imprégnées sous pression atmosphérique se montrent plus adsorbants que ceux à base de biomasses imprégnées sous vide. L'on pourrait dire que le taux de fer joue sur le pouvoir d'adsorption, vu que le taux de fer dans les coques d'arachides et les coques de noix de coco imprégnées sous pression atmosphérique est supérieure au taux de fer dans ceux imprégnées sous vide, mais ce n'est pas le cas pour l'eucalyptus imprégné sous pression atmosphérique et sous vide. Cependant une répétitivité permettrait de confirmer ces résultats.

V.2.3.2 La microporosité

La figure 4 présente l'indice d'iode, c'est à dire la quantité d'iode adsorbée par gramme de CAF, de chaque biomasse selon le type d'imprégnation à 1 mol/l de nitrate de fer. Selon l'ordre de grandeur des indices d'iode de chaque biomasse entre 390 et 470 mg/g de biomasse, nous pouvons dire que les CAF sont microporeux. Les CAF à base des coques d'arachide sont plus microporeux que ceux à base d'eucalyptus et ceux-ci plus microporeux que les CAF à base des coques de noix de coco quelqu'en soit le type d'imprégnation. Ceci peut être dû à leurs densités qui sont respectivement croissantes. Selon le type d'imprégnation, l'ordre est le même pour certainement la même raison. Les CAF à base des coques d'arachide sont plus microporeux sous l'imprégnation sous pression atmosphérique que l'imprégnation sous vide, c'est la même chose pour les CAF à base de l'eucalyptus, mais le contraire pour les CAF à base des coques de noix de coco.

V.2.3.3. Sur les surfaces spécifiques

Le phénomène constaté lors de la recherche de la concentration d'équilibre peut s'expliquer par le fait que nos CAF auraient pris un sérieux coup dans leur efficacité lors des secousses qu'ils ont subies lors des multiples déplacements pour d'autres utilisations. De même à cause des conditions de conservation soit dans la chaleur soit dans la fraîcheur. L'on pourrait aussi évoquer les conditions de pyrolyse qui ont été perturbées par des longues coupures d'électricité.

La correction effectuée a permis de trouver des surfaces spécifiques de nos différents CAF d'au moins $300 \text{ m}^2 / \text{g}$ comme dit la littérature [9]. Ces valeurs ne sont pas grandes, ceci vient rejoindre le fait que G. Antonini et al. dans leurs travaux demandent de passer à une seconde pyrolyse ayant au préalable fait un trempage à froid du charbon pour augmenter la surface spécifique [9]. Les CAF à base des coques d'arachides présentent les plus grandes surfaces spécifiques, puis vient ceux à base de l'eucalyptus et enfin ceux à base des coques de noix de coco. Ceci s'explique par le fait que les coques d'arachides et l'eucalyptus sont naturellement poreux. Plus la surface spécifique est grande, plus l'adsorption est importante, ceci donne à croire que nous attendons que les coques d'arachides absorbent mieux lors du traitement des eaux usées comme ça été le cas avec l'étude de l'évolution de la concentration de bleu de méthylène. La teneur en fer dans la biomasse semble favoriser la formation des pores, c'est le cas pour les coques d'arachides et les coques de noix de coco, mais une répétitivité permettrait de confirmer ce constat. De plus, les CAF à base des biomasses imprégnées sous pression atmosphériques présentent une meilleure surface spécifique et c'est eux aussi qui donnent pour les biomasses imprégnées la meilleure incrustation de fer sauf pour l'eucalyptus.

V.2.4. Sur les eaux usées

les résultats de la première expérimentation sur les eaux usées montrent qu'elle n'a pas bien marché parce que déjà à 30 minutes de traitement, la concentration de chrome dans les eaux usées pour le cas de la plus part des traitements est supérieure à la concentration initiale. Ceci est dû au fait que l'appareil n'a pas bien apprécié les mesures et aussi à la forte concentration initiale des eaux usées de départ. Pour corriger, une nouvelle expérience a été faite tout en diluant de manière considérable la solution de départ.

Avec la dilution faite, la solution digérée initiale a une concentration de 6,533 mg/l. Le traitement avec les différents CAF donnent une adsorption de chrome en moyenne de 13,22% après 1 heure. Ce pourcentage est faible à cause de nos CAF qui n'ont pas de très grandes surfaces spécifiques. Il se pourrait aussi que la masse de charbon (0,25 g) introduit dans 25 ml de solution digérée soit insuffisant, d'où l'idée de faire varier les masses pour les prochains travaux. L'appareil cette fois a pour la plus part bien apprécié les lectures et la concentration

initiale a été abordable pour la proportion de CAF introduite dans le volume des eaux usées. Les CAF à base des coques d'arachide se montrent comme étant les meilleurs adsorbants, puis viennent ceux à base de l'eucalyptus et enfin ceux à base des coques de noix de coco. Ceci vient d'avantage confirmer les travaux effectués dès le départ au niveau de la caractérisation des CAF. Cependant, aux niveau des CAF à base des coques d'arachides, ceux provenant de l'imprégnation sous vide adsorbent mieux que ceux provenant de l'imprégnation sous pression atmosphérique, pourtant la cinétique d'évolution de la concentration de bleu de méthylène et les surfaces spécifiques montrent le contraire. Ceci doit être dû, à une mauvaise lecture de l'appareil à ce niveau, aussi à la compétitivité d'adsorption des différentes substances dans les eaux usées qui ne contiennent pas seulement du chrome, enfin à l'influence des coupures d'électricité lors des différentes pyrolyses sachant que la programmation du four a été la même pour les mêmes échantillons lors de chaque pyrolyse. Il faut toujours noté qu'une répétitivité confirmerai ces résultats. De plus, les CAF à base de biomasses imprégnées sous pression atmosphérique semblent dominés sauf le cas de l'arachide qui pet être dû à une mauvaise lecture. La répétitivité confirmerait d'avantage ces résultats.

V.2.5. Sur la séparation magnétique

Lors des essais avec le barreau aimanté et la séparation, les CAF à base des coques d'arachide se sont montré les plus adhérents sur les barreaux, puis ceux avec l'eucalyptus et enfin ceux avec les coques de noix de coco. Ceci s'explique par le taux de fer incrusté dans la biomasse qui est supérieure pour les coques d'arachide que l'eucalyptus et les coques de noix de coco. L'essai de séparation fait avec les CAF à base des coques d'arachide a réussi à plus de 95 %, ceci s'explique par le fait que les oxydes de fer se trouvant dans les CAF possèdent une forte susceptibilité magnétique.

VI. CONCLUSION

D'après la bibliographie, plusieurs études ont été menées sur la synthèse des charbons actifs simples, mais peu sur ceux à propriétés ferromagnétiques, ce qui montre la complexité de l'étude de ces derniers.

Néanmoins, tout au long de notre stage de mémoire, nous avons travaillé sur ces types de charbons actifs à propriétés ferromagnétiques, en utilisant trois biomasses à savoir Les coques d'arachide, les coques de noix de coco et l'eucalyptus. La fabrication de ces CAF est passée d'abord par le broyage de ces biomasses à une granulométrie de 1 à 1,6 mm ; puis leur imprégnation sous vides et pression atmosphérique au nitrate de fer à 1 mol/l et enfin leur pyrolyse selon une programmation précise dans le four vesctar. Les CAF fabriqués ont été testés sur le point de la macroporosité par l'essai sur le bleu de méthylène, sur le point de la microporosité par l'essai sur l'indice d'iode. Les surfaces spécifiques ont été calculées. De même, ils ont été utilisés pour traiter les eaux usées de Tan Aliz et enfin un test sur la séparation magnétique a été effectué.

Les CAF fabriqués à partir de ces différentes biomasses se montrent d'après les résultats obtenus macroporeux car adsorbants les particules de bleu de méthylène, seulement que cette macroporosité dépend des types de biomasse. Ils sont microporeux avec des indices d'iode autour de 400 mg/g. Ils ne présentent pas d'énormes surfaces spécifiques, cependant comme le dit G. Antonini et al. une seconde pyrolyse augmenterait la surface spécifique. Leur action sur les eaux usées a permis au bout d'une heure de traitement par agitation d'adsorber une moyenne de 13,22 % de chrome avec une concentration de chrome de départ de 6,533 mg/g. Nos charbons se sont montrés ferromagnétiques grâce aux tests avec le barreau aimanté et le procédé de séparation magnétique par création d'un champ magnétique extérieure.

L'imprégnation sous pression atmosphérique semble être meilleure dans l'incrustation de fer que l'imprégnation sous vide. Le taux de fer semble augmenté la surface spécifique pour les coques d'arachide et les coques de noix de coco. Des différentes biomasses utilisées, d'après les résultats obtenus, les CAF à base des coques d'arachides se montrent les plus efficaces, puis vient l'eucalyptus et enfin les coques de noix de coco. Cependant, ces conclusions peuvent être confirmées qu'en faisant la répétitivité de chaque expérience.

Les travaux que nous avons menés tout au long de notre stage de mémoire ne se sont pas déroulés sans difficultés. C'est ainsi que nous avons été d'une manière régulière victime de coupure d'électricité qui a pour beaucoup freiner les travaux et qui a eu certainement une influence dans la pyrolyse des CAF, vu que plusieurs pyrolyses ont été faites avec la même programmation. De même, il a fallu être patients par rapport à la réussite de certains essais comme la fabrication des CAF et le calcul de la surface spécifique analytiquement à défaut de la méthode de B.E.T. Enfin, le temps cours alloué au stage de mémoire n'a pas permis de faire la répétitivité des nos essais afin de confirmer certains phénomènes observés lors des travaux.

Cependant, le thème étudié s'est montré intéressant. Vu les phénomènes constatés, il serait important de poursuivre les travaux là-dessus, en thèse, dans le sens de faire des répétitivités, d'utiliser la méthode de B.E.T pour l'évaluation fiable des surfaces spécifiques, d'augmenter les surfaces spécifiques et d'étudier l'optimisation de la fabrication des CAF pour une meilleure action sur les eaux usées et les autres.

BIBLIOGRAPHIE

➤ **Les ouvrages et les articles**

- [1] D. JILES. Introduction to Magnetism and magnetic materials. Edition:2, illustred, 1998
- [4] K. BRU,J. BLIN, G. VOLLE. pyrolysis of metal impregnated biomass: An annovative catalytic way to produce gas fuel. J. Anal.Appl Pyrolysis, 2006
- [5] Y. RICHARDSON. Pyrolyse catalytique de la biomasse pour la production optimisée de gaz de synthèse et d'hydrogène. Thèse
- [6] M. PINTA. Méthodes de référence pour a détermination des éléments minéraux dans les végétaux. Oléagineux, 1978, 28 année, n° 2, pp 87-92
- [7] N.M. SIDO 'Conception d'un modèle de séparateur magnétique, analyse des mécanismes de séparation' Thèse soutenue le 1/07/2002 à l'Institut National Polytechnique de Lorraine (INPL-France).
- [8] P. BRISSONNEAU. Magnétisme et matériaux magnétiques pour l'électrotechnique. Hermès. 1997, p.243-250
- [9] G. ANTONINI, P. GIRARD, C.PORQUET. Procédé de fabrication d'un charbon actif à propriétés ferromagnétiques, et charbon actif obtenu à partir dudit procédé. Organisation mondiale de la propriété intellectuelle, 1999
- [10] J-P. PEREZ, R. CARLES, R. FLECKINGER. Electromagnétisme fondements et applications. Dunod. 2001.
- [11] J-F. MAREC. Fabrication et caractérisation d'un charbon actif rutisque issu de la biomasse. Master. Compiègne : Université de Technologie de Compiègne, 1995-1996,....p
- [12] J. GIVRON. Utilisation du charbon actif dans la problématique environnementale, Juin 2007, Marseilles. Marseilles : CPL carbon link, 2007

[13] K. MAYEKO et al. Adsorption sur charbon actif Ntola de la quinine bichlorhydrate en solutions aqueuse ou chlorhydrique. Revue Congolaise des Sciences Nucléaires, 2004, Vol.20, N°1/2

[14] G. COUDERC. Contribution à l'étude de l'absorption binaire par les carbones non poreux et poreux. Thèse. Lyon : Université de Lyon, 2002.

[15] A.GUILLOT, X. PY, E. DAGUERRE, B. SPINNER. Charbons actifs et leur procédé d'obtention à partir d'un brai partiellement mésophase et partiellement mésogène. International application status report, 2001, WO/2001/036326.

[16] P. MARSHALL. Austenitic stainless steels : microstructure and mechanical properties. Springer, 1984, 431p

[17] E. N'TSOUKPOE. Modélisation phénoménologique d'un réacteur de transestérification pour la production de biobiesel comme combustible pour les moteurs diesels. Master's. Ouagadougou : 2ie, 2008, 83 p.

[19] VALIX, M., WH. CHEUNG, G.MC KAY, roles of the textural and surface chemical properties of activated carbon in the adoption of acid blue dye. Langmuir, 2006. 22(10): p 74-82

[19] KIFUANI KIA MAYEKO , N. MUKANA, WA MUANDA, adsorption de bleu de méthylène en solution aqueuse sur charbon actif obtenu à partir des sciures végétales, Rev.Cong.SciNucl.2004.20

Les Cites Internet

[2] "ferromagnétisme" Encyclopédie Microsoft® Encarta® en ligne 2008 <http://fr.encarta.msn.com> © 1997-2008 Microsoft Corporation (consulté en Mars 2009)

[3] Matériaux magnétiques, [en ligne].(Consulté en Mars 2009)
http://www.educnet.education.fr/rnchimie/phys/magnet/mat_magnet/mat_magnet.htm

[18] "magnétisme (physique)" Encyclopédie Microsoft® Encarta® en ligne 2009 <http://fr.encarta.msn.com> © 1997-2009 Microsoft Corporation. (Consulté en Mars 2009).

ANNEXES

ANNEXE 1: Les instruments expérimentaux, de protection et les appareils	48
ANNEXE 2: Les protocoles	53
ANNEXE 3: Les surfaces spécifiques	58
ANNEXE 4 : Résultats du premier essai sur les eaux usées	70

ANNEXE 1: Les instruments expérimentaux, de protection et les appareils

A) Les instruments

➤ Les creusets en verre

Ils sont de deux formes à savoir cylindrique et conique et servent à faire des séchages des échantillons à l'étuve après mesure pour le compte du taux d'humidité par exemple. Etant en verre, ils ne résistent pas à des très fortes températures.

➤ Les creusets en porcelaine

Ils sont de petites dimensions, de forme conique, de couleur blanche et résistent à des fortes températures de l'ordre de plus de 700°C. Ils sont généralement utilisés lorsque l'échantillon doit être rendu en cendre comme l'expérience du taux de cendres.

➤ Les creusets avec couvercles en porcelaine et silice

Ils sont aussi de petites dimensions, de forme conique, de couleur blanche et résistent à des fortes températures de l'ordre de plus de 700°C. Ils servent à réaliser des pyrolyses comme le taux matières volatiles, la fabrication du charbon actif grâce au fait qu'ils possèdent des couvercles.

➤ Les spatules en fer

Ce sont des sortes de cuillères au deux bouts (précision des volumes des creux s'il y'a lieu) en fer et servent à prélever les échantillons solides pour différentes utilisations.

➤ Les cristallisoirs en verre

Ils sont de forme cylindrique et servent à plusieurs utilisations comme le séchage à l'étuve.

➤ Les béchers de 25 ml, 50 ml et 100 ml

Ils sont en verre et de forme cylindrique et servent à faire des dosages.

➤ Les grillages

Ils ont des ouvertures inférieures à 1,6 mm et ont été taillés à la dimension du diamètre des béchers et ont servis lors de l'imprégnation sous vide

➤ **Les barreaux aimantés et tiges aimantées**

Les barreaux aimantés servent à faire des agitations lors de la préparation des solutions sur un agitateur. Les tiges aimantées servent à attraper les barreaux aimantés afin de les séparer des solutions.

➤ **Le dessiccateur**

Il est en verre de forme conique en étage et comprend deux principales parties dont le bas où se trouvent les cristaux de silicagel qui servent à absorber l'humidité et le haut où sont déposés les échantillons. Il sert principalement à refroidir sous vide ou sous un gaz incombustible comme l'azote les échantillons chauffés à des très fortes températures. Il peut aussi utiliser pour faire l'imprégnation sous vide et autre manipulation qui nécessite la création du vide.

➤ **Le filtre Buchner**

Il est constitué de deux parties à savoir la fiole à vide en verre Duran en forme Erlen Meyer pour recueillir les liquides filtrés et la création du vide, l'entonnoir Büchner en porcelaine où se passe le filtrage proprement dit avec papier filtre. C'est un instrument à filtrage très rapide à cause du vide qui est créé.

➤ **Les pipettes pasteurs et propipettes**

Ils en verre et servent à ajuster les mesures lors des dosages. Les propipettes en caoutchouc servent à pipeter pour le prélèvement du liquide.

➤ **Les pipettes de 1, 2, 5,10, 20, 50 ml**

Ils sont en verre et de différentes graduations et servent à faire des prélèvements précis des échantillons liquides lors des préparations des solutions. La propipette en caoutchouc de couleur rouge est fixé à la pipette et grâce à ses boutons de montée et de descente provoque des respectivement la montée et la descente du liquide dans la pipette.

➤ **Les fioles jaugées de 5, 10, 25, 50, 100 ml**

Elles sont en verre et servent comme récipient de préparation avec précision et selon le volume voulu des solutions liquides.

➤ **Les éprouvettes de 50, 100, 500, .. ml**

Elles servent à faire des mesures d'échantillons liquides lors des préparations des solutions.

➤ **Les Erlen Meyer**

Ils sont en verre et de différents volume et servent à la conservation des solutions, ils peuvent aussi remplacés les fioles jaugées lors de la préparation des solutions.

➤ **Les tamis**

Ils sont de deux types. Les tamis de fond de 0,5 ; 1 ; 2 ; 4 ; 6 mm introduits dans le broyeur lors du broyage afin de choisir déjà une granulométrie. Les tamis d'analyse en grillages de granulométries différentes suivantes 212 μm ; 400 μm ; 800 μm ; 1 mm ; 1,6 mm ; 3,15 mm ; 10 mm et servent à tamiser les échantillons de biomasse selon la granulométrie voulue.

➤ **Les flacons**

Ils sont en verre et de différents volumes à savoir 250 ml, 500 ml, 1000 ml et servent à conserver les échantillons solides ou liquides.

➤ **Les pinces**

Ils sont en fer et servent à faire sortir les outils d'expérimentation portés à des très fortes températures.

➤ **Le chariot**

Il est à quatre roues et à deux niveaux et sert à transporter les échantillons d'un lieu à l'autre.

➤ Nous notons aussi des petits matériels accessoires comme les ciseaux, les autocollants, le papier filtre, les entonnoirs, les pipettes à eau distillée, les paraffines en plastique pour fermeture, les cônes en caoutchouc, les bouchons en caoutchouc, les tamis de différentes granulométries, les papiers étiquettes, la marmite en inox...

B) Les instruments de protection

➤ **Les blouses**

Elles sont de couleurs blanche et bleu et servent à protéger son corps lors des expériences. Elles doivent en principe être portées et boutonnées lors des expériences.

➤ **Les gains**

Ils sont de trois types. Les gains en caoutchouc qui servent à se protéger les mains lors de la manipulation des produits chimiques dangereux. Les gains en tissu de couleur jaune qui servent à protéger ses mains contre les faibles chaleurs à l'exemple du retrait du échantillon dans l'étuve à 105°C. Les gains anti-chaleurs qui servent à protéger les mains contre les moyennes et fortes chaleurs à l'exemple de la sortie des échantillons dans le four à au moins 500°C.

➤ **Les lunettes de protection**

Elles sont en plastiques durs et servent à se protéger les yeux lors des manipulations délicates comme le broyage des biomasses et la sortie des échantillons du four à une forte chaleur.

➤ **Les protections contre les aspirations**

Ils sont de couleur blanche et servent à se protéger la le nez et la bouche contre quelques quelconque aspiration ou projection des échantillons au niveau de la bouche.

C) Les appareils

➤ **Le broyeur**

C'est un broyeur à couteaux Retsch type SM 100 Comfort qui sert à broyer les échantillons de biomasse à des granulométries voulues selon les tamis de fond disponibles. Il comprend un corps du broyeur, un moteur asynchrone, un récipient collecteur de 5 litres et un démarreur. Le moteur asynchrone a les caractéristiques suivantes : $U= 230 \text{ V}$; $I= 10 \text{ A}$; $N= 1390 \text{ tr/min}$; $P= 1,5 \text{ KW}$; $\text{Cos}\phi= 0,93$; $f= 50 \text{ Hz}$

➤ **Les balances**

Ils sont de type numérique dont l'une est une balance de précision mesurant des masses jusqu'à 250 mg. Le second aide à mesurer des charges plus grandes jusqu'à

➤ **L'étuve Haraeus**

C'est un appareil qui sert à sécher les échantillons selon la température voulue et qui a été dimensionner de façon à fonctionner plusieurs jours d'affiler. Ses caractéristiques sont les suivantes : $U= 230 \text{ V}$; $I= 5,5 \text{ A}$; $P= 1,27 \text{ KW}$; $f= 50/60 \text{ Hz}$; $T_{\text{max}}= 250^{\circ}\text{C}$.

➤ **Les fours**

Ils de deux types et servent à faire des combustions et des pyrolyses à des hautes températures pouvant aller jusqu'à 1000°C . Ils sont programmables. Il s'agit du four Vecstar dont les caractéristiques sont les suivantes : $U= 230 \text{ V}$; $P= 5750 \text{ Watts}$; $f= 50/60 \text{ Hz}$; $T_{\text{max}}= 1200^{\circ}\text{C}$ et du four Haraeus.

➤ **La hôte**

Elle est constituée d'un aspirateur de substances toxiques, d'une vitre de protection et aussi d'un système d'éclairage et d'alarme. Elle sert comme lieu de préparation des solutions délicates. C'est donc un appareil de sécurité.

➤ **Le spectrophotomètre du laboratoire de chimie du GVEA**

Ayant l'appellation en anglais portable datalogging spectrophotometer, c'est un mini ordinateur programmable qui permet par exemple de déterminer à l'aide du programme 265 la quantité de fer contenu dans une substance.

➤ **Le spectromètre d'absorption atomique**

Il sert à mesurer avec précision la quantité de matières minérales contenue dans un composé.

➤ **La pompe à vide**

Elle sert à créer du vide lors des expériences comme le refroidissement, la mise sous vide pour filtrage et autres.

➤ **Les agitateurs**

Ils sont de deux types dont ceux à agitation uniquement et celui à agitation et chauffage. Ils servent à agiter les solutions en vue de précipiter la dissolution des solutés pour l'homogénéité de la solution. L'agitation se produit grâce à un barreau aimanté dont sa rotation est due à la création d'un champ magnétique au niveau de l'agitateur.

➤ **Le distillateur d'eau**

Il sert à préparer de l'eau distillée à une vitesse de 4 litres par heure. Il est constitué d'échangeur pour chauffage jusqu'à évaporation et d'échangeur pour refroidissement jusqu'à condensation.

ANNEXE 2: Les protocoles

IMPREGNATION SOUS PRESSION ATMOSPHERIQUE

- Placer 50 g de biomasse de granulométrie 1 à 1,6 mm dans un cristalliseur ;
- Sécher la biomasse à l'étuve pendant 1 heure ;
- Introduire 250 ml de solution de nitrate de fer à 0,5 mol/l ou 1 mol/l dans les 50 g de biomasse ;
- Laisser sous pression atmosphérique pendant 24h ;
- Filtrer sous Büchner (filtrage sous vide) ;
- Rincer avec 250 ml d'eau désionisée (eau distillée) ;
- Essorer puis sécher à l'étuve pendant au moins 48h.

IMPREGNATION SOUS VIDE

- Placer 50 g de biomasse de granulométrie entre 1mm et 1,6 mm dans un cristalliseur ;
- déposer sur la biomasse une grille métallique ayant une maille inférieure à la taille des brindilles de la biomasse ;
- déposer sur la grille un objet lourd (ceci pour maintenir les brindilles de biomasse au fond du récipient pendant la mise sous vide) ;
- verser 250 mL de la solution de nitrate de fer dans le cristalliseur ;
- placer le récipient dans une enceinte sous vide (enceinte de dessiccateur connectée à une pompe à vide) ;
- laisser sous vide pendant 15 min ;
- laisser à pression atmosphérique pendant 2 h ;
- au bout des 2 h, filtrer la biomasse sur Büchner (filtrage sous vide) ;
- rincer avec 250 ml d'eau désionisée (eau distillée) ;
- essorer puis sécher à 60°C pendant un minimum de 48 h.

❖ **MATERIELS**

- cristallisateur 115 mm ;
- étuve ;
- grillage ;
- objet lourd (barreau aimanté) ;
- filtre sous vide Büchner ;
- spatules ;

❖ **MATIERES PREMIERES**

- Biomasses imprégnées ou non qui sont : les coques de noix de coco et l'eucalyptus de granulométrie entre 1 et 1,6 mm ;
- solution de nitrate de fer à 0,5 mol/l et 1 mol/l ;
- eau distillée

PROTOCOLE DE MINERALISATION

Finalement, nous utilisons la technique de minéralisation du laboratoire de Contrôle des pollutions et procédés de traitement des eaux (LCP-EAU) de l'UTER GVEA. La minéralisation se fait avec de la cendre de la biomasse imprégnée ou non.

Pour obtenir de la cendre, l'on a chauffé dans le four à 500°C les échantillons dans les creusets en porcelaine pendant une nuit (12 heures au moins).

La technique de minéralisation se déroule comme suit :

- Préparer une solution de chlorure d'hydrogène à 20% ;
- Pour une fiole jaugée (Erlen Meyer) de 50 ml, mesurer 5 mg de cendre de biomasse imprégnée ou non et 10 ml de solution de chlorure d'hydrogène à 20% ;
- Agiter et chauffer simultanément le mélange à l'aide d'un appareil approprié (agitateur) jusqu'à l'homogénéité de la solution ;
- Introduire la solution dans la fiole en le filtrant ;
- Rincer le papier filtre, l'entonnoir avec de l'eau distillée ;
- Compléter la solution avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge ;
- Diluer 4 ml de la solution avec une solution d'acide nitrique à 1% jusqu'au trait de jauge avec une fiole de 100 ml (il faut noter que la dilution dépend de la concentration de départ);

- Faire le dosage avec le spectromètre atomique d'absorption

Nous notons que la solution prend une coloration jaunâtre après homogénéité due à l'agitation et au chauffage.

Cette technique permet de déterminer la proportion de fer qui s'est fixée dans la biomasse.

❖ **MATERIELS**

- fioles jaugées (Erlen Meyer) de 100 ml, 50ml, 25 ml, 10 ml ;
- pipettes de 10 ml, 5 ml, 2 ml, 1ml ;
- balance de précision ;
- béchers de 50 ml, ;
- appareil d'agitation et de chauffage ;
- barreaux aimantés ;
- entonnoir ;
- pipette Pasteur ;
- gans ;
- blousse

❖ **MATIERES PREMIERES**

- biomasse imprégnée ou non ;
- chlorure d'hydrogène à 20% ;
- eau distillée.

PREPARATION DE LA SOLUTION DE CHLORURE D'HYDROGENE A 20%

- Calculer le volume à prélever dans la solution à 37% à base de l'égalité du nombre de môle des différentes concentrations et 100 ml de solution à 20% ;
- Fixer un nombre entier pour ce volume à cause des éprouvettes ;

- Recalculer toujours sur la base de l'égalité du nombre de mûles la vraie concentration de la nouvelle solution obtenue.

PREPARATION DE LA SOLUTION D'ACIDE NITRIQUE A 1%

- Calculer le volume à prélever dans la solution à 10% à base de l'égalité du nombre de mûles des différentes concentrations et 100 ml de solution à 1% ;
- Fixer un nombre entier pour ce volume à cause des éprouvettes ;
- Recalculer toujours sur la base de l'égalité du nombre de mûles la vraie concentration de la nouvelle solution obtenue.

PROTOCOLE DU TAUX D'HUMIDITE

Le biocombustible utilisé pour la détermination de la teneur en cendre est broyé pour passer au travers d'un tamis de 1 mm d'ouverture (utiliser le broyeur du local biomasse ou broyer manuellement).

Pour chaque échantillon :

- Peser le récipient en verre vide à 0,1 mg près (masse m_1)
- Transférer 1 à 2 g d'échantillon dans le récipient
- Peser le récipient avec l'échantillon (masse m_2)
- Placer le récipient à l'étuve à une température de $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ et chauffer pendant au moins 60 minutes jusqu'à obtenir une masse constante (masse m_3).
- Placer le récipient avec l'échantillon dans un dessiccateur afin qu'il refroidisse jusqu'à température ambiante.
- Peser le récipient avec l'échantillon (masse m_3).
- La masse m_3 est considérée constante lorsqu'elle ne varie pas plus de 0,2 % en 1 heure de chauffe.
- Calcul de la teneur en humidité

La teneur en humidité M est exprimée en pourcentage, est donnée par la formule :

$$M = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \times 100$$

m_1 : masse du récipient vide servant à disposer l'échantillon, en grammes

m_2 : masse du récipient avec l'échantillon avant passage à l'étuve, en grammes

m_3 : masse du récipient avec l'échantillon après passage à l'étuve, en grammes

N.B. : Effectuer plusieurs mesures sur chaque échantillon puis en calculer la moyenne.

Équipements

Le port de la blouse est obligatoire dans un laboratoire de chimie, celle-ci doit être portée pendant toutes les manipulations.

Le matériel nécessaire pour la détermination de la teneur en humidité se trouve dans le laboratoire LBEB :

- 1) Cristallisoirs en verre se trouvant dans l'armoire T1
- 2) Étuve qui maintient une zone uniforme de 105-110°C
- 3) Balance de précision à 0,0001g près.

Références : Norme AFNOR XP CEN/TS 14774-3

PROTOCOLE DE DETERMINATION DE MATIERES VOLATILES

Le biocombustible solide utilisé pour la détermination des matières volatiles est broyé pour passer au travers d'un tamis de 1 mm d'ouverture (utiliser le broyeur du local biomasse ou broyer manuellement).

Mélanger soigneusement l'échantillon pendant au moins une minute, de préférence avec des moyens mécaniques.

Une partie de l'échantillon doit être utilisé pour la détermination de la teneur en humidité.

- a) Peser chaque creuset vide avec son couvercle (masse m_1) et introduire dans chacun d'eux 1 g \pm 0,1 g d'échantillon. Dans le cas de plusieurs dosages, il convient de remplir les emplacements vacants du support par des creusets vides.
- b) S'assurer que l'échantillon est réparti uniformément dans le(s) creuset(s).
- c) Régler la température de la zone du four à moufles à (900 \pm 10) °C.

d) Poser les creusets chargés sur un support froid et placer les dans le four. Fermer la porte et laisser pendant $7 \text{ min} \pm 5 \text{ s}$. Sortir, laisser refroidir sur la plaque isolante pendant 10 minutes, placer le(s) creuset(s) dans un dessiccateur et peser le(s) à 0,1 mg près (masse m_3).

Calcul de la teneur en matières volatiles

La teneur en matières volatiles V , déterminée sur une base sèche et exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation suivante :

$$V = \left[\frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 - M \right] \times \frac{100}{100 - M}$$

m_1 est la masse du creuset vide avec son couvercle, en grammes ;

m_2 est la masse du creuset avec son couvercle et l'échantillon, en grammes ;

m_3 est la masse du creuset avec son couvercle et de son contenu après chauffage, en grammes.

M est le pourcentage d'humidité dans l'échantillon

Équipements

Le port de la blouse est obligatoire dans un laboratoire de chimie, celle-ci doit être portée pendant toutes les manipulations.

Le matériel nécessaire pour la détermination de la teneur en matières volatiles se trouve dans le laboratoire LBEB :

- 1) Balance de précision à 0,0001g près.
- 2) Creusets cylindriques de 17ml (35X40), munis d'un couvercle bien ajusté, tous les deux en porcelaine, se situant dans l'armoire T1.
- 3) Support pour creusets résistant aux hautes températures
- 4) Four à moufle électrique rouge VECTSTAR FURNACES disposant d'une zone de température uniforme et égale à 900°C. La position du support des creusets doit être choisie dans la zone de température uniforme et c'est cette position qui sera utilisée dans toutes les déterminations.
Sa capacité thermique lui permet de retrouver une température de 885°C en 4 min après introduction d'un ou plusieurs creusets.
- 5) Plaque isolante située à côté du four à moufle
- 6) Dessiccateur en verre avec déshydratant de gel de silice

Références

Projet de norme XP CEN/TS 15148

PROTOCOLE DE DETERMINATION DU TAUX DE CENDRE

a) Le biocombustible solide utilisé pour la détermination de la teneur en cendre est broyé pour passer au travers d'un tamis de 1 mm d'ouverture (utiliser le broyeur du local biomasse ou broyer manuellement).

Mélanger soigneusement l'échantillon pendant au moins une minute, de préférence avec des moyens mécaniques.

Une partie du même échantillon doit être utilisé pour la détermination de la teneur en humidité qui sera reportée dans la formule de calcul de la teneur en cendre.

b) Peser le creuset à 0,1 mg près (masse m_1), puis étaler de manière uniforme 1g +/- 0,1g de l'échantillon dans le creuset.

Peser la capsule avec l'échantillon (masse m_2)

c) Introduire le creuset découvert dans le four à moufles à température ambiante. Porter la température à 250 °C en 50 min (augmentation de 5°C/min), et maintenir à cette température pendant 60 min.

Augmenter la température du four de 250 °C à 550 °C en 60 min (augmentation de 5°C/min) et maintenir à cette température pendant 120 min.

Pour cela, il faut programmer le contrôleur ainsi :

Température initiale (°C)	Température finale (°C)	Temps (min)
0	40	10
40	228	38
228	250	20
250	250	47
250	535	57
535	550	20
550	550	240

d) Sortir le creuset du four, une fois celui-ci refroidi à 300°C, le placer dans le dessiccateur.

Lorsqu'il est froid, peser le creuset à 0,1 mg près. Noter la masse m_3

e) S'il y a un doute sur la combustion complète, alors :

Ajouter quelques gouttes d'eau ou de nitrate d'ammonium dans l'échantillon avant de le remettre dans le four froid, réchauffer à (550°C±10°C) sur des périodes de 30 min jusqu'à ce que la masse ne varie pas plus de 0,2 mg, peser le creuset et noter la masse m_3 .

Calcul de la teneur en cendre

La teneur en cendres A de l'échantillon analysé, exprimée en pourcentage en masse et déterminée sur une base sèche, est donnée par l'équation suivante :

$$A = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} \times 100 \times \frac{100}{100 - M}$$

m_1 est la masse de la capsule, en grammes ;

m_2 est la masse de la capsule et de l'échantillon, en grammes ;

m_3 est la masse de la capsule et des cendres, en grammes.

M est le pourcentage d'humidité dans l'échantillon (égal à 0 si l'analyse a été faite directement sur le produit sec)

Les résultats (de préférence la moyenne de deux essais) doivent être donnés à 0,1 % près.

Équipements

Le port de la blouse est obligatoire dans un laboratoire de chimie, celle-ci doit être portée pendant toutes les manipulations.

Le matériel nécessaire pour la détermination de la teneur en cendre se trouve dans le laboratoire LBEB :

1) Balance de précision avec une précision à 0,0001g près.

2) Creusets cylindriques de 17ml (35X40) en porcelaine se situant dans l'armoire T1. Le diamètre de la capsule permet une répartition de l'échantillon de l'ordre de 0,26g/cm².

3) Four à moufle électrique rouge Heraeus équipé d'un contrôleur de température programmable. La ventilation à travers le four permet d'effectuer plusieurs renouvellements d'air par minute.

4) Plaque isolante située à côté du four à moufle

5) Dessiccateur en verre avec déshydratant de gel de silice

Références

norme AFNOR XP CEN/TS 14775

PROTOCOLE DE DIGESTION DES EAUX USEES

- Prise d'essai de 100 ml
- Transvaser dans un erlen meyer de capacité 150 ml, muni de bouchon à vis
- Ajouter quelques billes de verre

- Sous une hotte, ajouter 5ml HNO₃ concentré
- Amener à ébullition sur plaque chauffante jusqu'à une évaporation de 80-90% (il doit y rester un volume de 10 à 20ml) ; ne pas laisser complètement s'évaporer
- Si la digestion est suffisante, l'échantillon doit devenir clair
- Si la digestion n'est pas suffisante (échantillon encore foncé), rincer les parois de l'erlenmeyer avec de l'eau déminéralisée et ajouter encore de l'acide et continuer la digestion
- Faire un bilan avec de l'eau déminéralisée dans les mêmes conditions
- Après refroidissement, transférer l'échantillon dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée
- Bien mélanger et prendre une portion de cet échantillon pour l'analyse

Laboratoire de contrôle des pollutions et procédé de traitement des eaux (LCP-
EAU) de l'UTER/ GVEA

PROPOCOLE D'UTILISATION DU FOUR VECSTAR FEUNACES

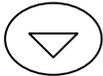


: Permet de revenir sur l'écran « HOME » à partir de n'importe quel écran



: Appuyer pour sélectionner un nouveau paramètre

Maintenir le bouton enfoncé pour faire défiler les paramètres



: Appuyer pour modifier ou réduire une valeur

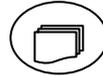


: Appuyer pour modifier ou augmenter une valeur

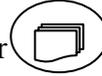
I- PHASE DE MISE EN ROUTE

1- Mise en route après câblage : appuyer le bouton vert « ON »

2- Apparition de la fenêtre «HOME » : appuyer sur



3- Choix du « NIVEAU 1 ou 2 » : - appuyer longuement sur



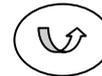
- à l'aide de  choisir le « NIVEAU 1 ou 2 »

- le « NIVEAU 1 » n'a pas de code d'accès, défiler les différents paramètres à l'aide du bouton



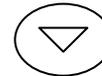
- lorsque le « NIVEAU 2 » est choisi, introduire le code par défaut « 2 »

- défiler les différents paramètres à l'aide du bouton



4- Choix du mode : - Appuyer simultanément les touches

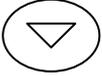
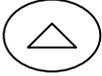
et



pendant



plus d'une seconde ;

- Présence de trois modes à savoir : « AUTO », « MANUEL », « OFF » dont le choix se fait avec  ou 

II- PHASE DE FONCTIONNEMENT

1- Choisir l'option « AUTO »

2- Choisir le « NIVEAU 2 » qui possède plus de commandes que le « NIVEAU 1 » de préférence (voir I-3).

3- Vérifier les unités dans lesquelles vous voulez travailler par les paramètres UNITS et TM.RES.

4- Différentes manipulations

➤ **Atteindre une température quelconque :**

- Fixer la température voulue au travers du paramètre SP1 avec  ou 
- Les paramètres essentiels suivants doivent être vérifiés : SP.RAT sur « RUN », TM.CFG sur « DWELL » ; A.TUNE sur « OFF » ; AUTO sur « IPLS » ; HOME sur « SED » ; STORE sur « NONE » ; ENDT sur « DWELL »
- Laisser le four monté à cette température avant d'introduire l'échantillon ;
- Laisser l'échantillon dans le four durant le temps prévu par l'expérience.

➤ **Atteindre une température SP2 en commençant par SP1 avec vitesse de montée de température :**

- Introduire les températures SP1 et SP2 ;
- Fixer la vitesse de montée de température par le paramètre SP.RAT ;
- Mettre T.STAT sur « RUN » et vérifier que TM.CFG est sur « DWELL » ; A.TUNE sur « OFF » ; AUTO sur « IPLS » ; HOME sur « SED » ; STORE sur « NONE » ; ENDT sur « DWELL » .

➤ **Stabiliser ou temporiser une température pendant une certaine durée :**

- Fixer la température désirer par SP1 ou SP2 ;
- Introduire la durée de la temporisation par le paramètre DWELL ;
- Mettre SP.RAT sur « RUN » ; TM.CFG sur « DWELL » ; A.TUNE sur « OFF » ; AUTO sur « IPLS » ; HOME sur « SED » ; STORE sur « NONE » ; ENDT sur « DWELL » ;
- Laisser le programme tourné.

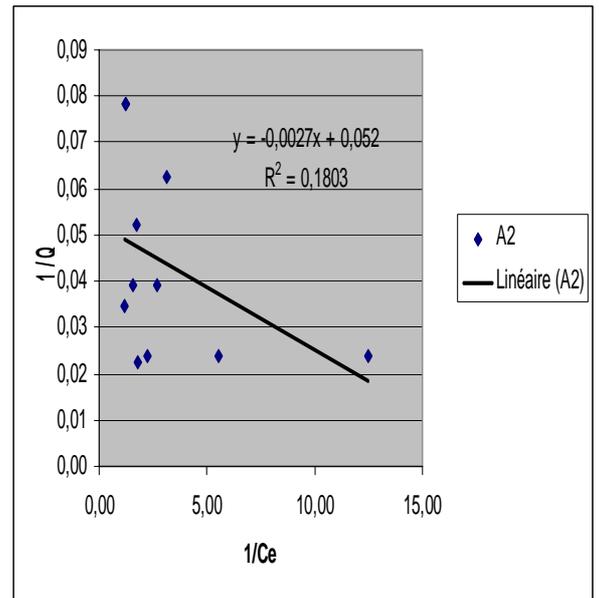
PROTOCOLE POUR LA SOLUTION DE BLEU DE METHYLENE

- mesurer 1,2 g de bleu de méthylène en poudre
- mélanger à 1 litre d'eau distillée dans une fiole de 1 litre ;
- laisser pendant une nuit ;
- ajouter 5 ml d'acide acétique à 25 %
- veiller que l'absorbance soit à $0,840 \pm 0,01$

ANNEXE 3: Les surfaces spécifiques

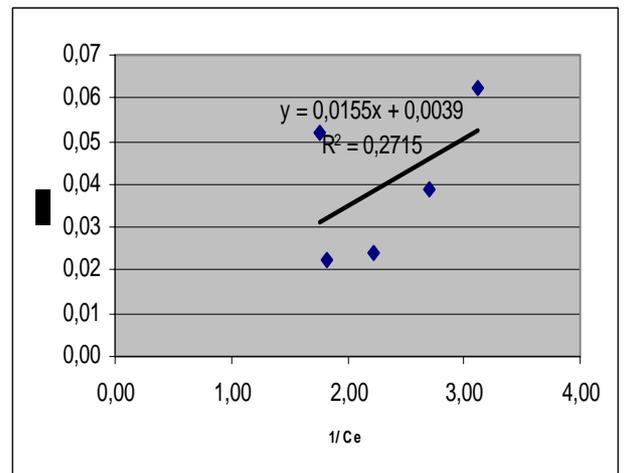
CAF à base des coques d'arachides imprégnées sous pression atmosphérique

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q ^{oo}	Q ^{oo}
0,21	0,08	41,58	12,50	0,02		
0,31	0,18	41,58	5,56	0,02	0,052	19,23
0,37	0,32	15,99	3,13	0,06		
0,69	0,55	44,78	1,82	0,02		
0,86	0,82	12,79	1,22	0,08		
0,87	0,83	12,79	1,20	0,08		
0,63	0,57	19,19	1,75	0,05		
0,58	0,45	41,58	2,22	0,02		
0,96	0,87	28,79	1,15	0,03		
0,45	0,37	25,59	2,70	0,04		
0,72	0,64	25,59	1,56	0,04		
S (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
Ma (g)	0,1					
Sbm (m2 /g)	63,34					



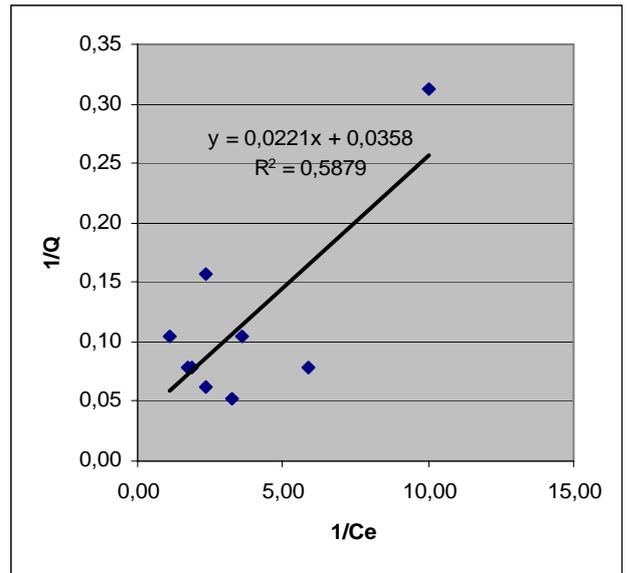
Après correction

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q ^{oo}	Q ^{oo}
0,37	0,32	15,99	3,13	0,06	0,0039	256,41
0,69	0,55	44,78	1,82	0,02		
0,63	0,57	19,19	1,75	0,05		
0,58	0,45	41,58	2,22	0,02		
0,45	0,37	25,59	2,70	0,04		
s (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
ma (g)	0,1					
Sbm (m2 /g)	844,54					



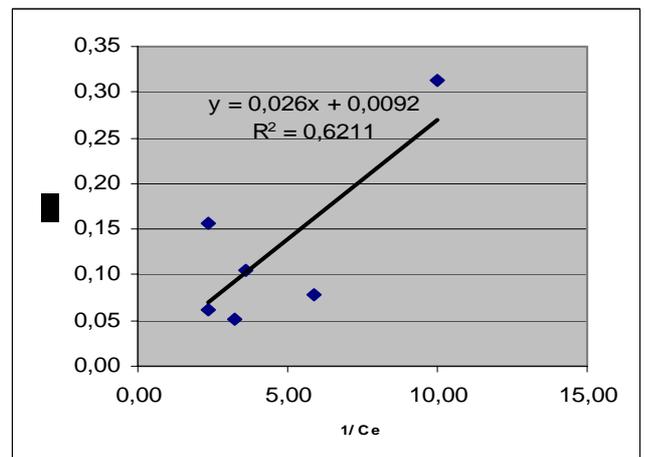
C1 : CAF à base des coques de noix de coco sous pression atmosphérique

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q [∞]	Q [∞]
0,11	0,1	3,20	10,00	0,31		
0,21	0,17	12,79	5,88	0,08	0,0358	27,93
0,37	0,31	19,19	3,23	0,05		
0,48	0,43	15,99	2,33	0,06		
0,58	0,54	12,79	1,85	0,08		
0,96	0,93	9,60	1,08	0,10		
0,45	0,43	6,40	2,33	0,16		
0,31	0,28	9,60	3,57	0,10		
0,63	0,59	12,79	1,69	0,08		
s (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
ma (g)	0,1					
Sbm (m2/g)	92					



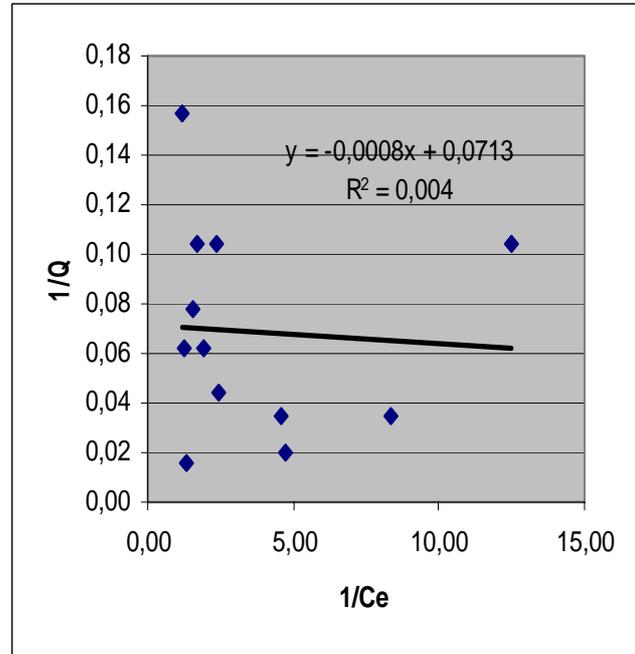
Après correction

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q [∞]	Q [∞]
0,11	0,1	3,20	10,00	0,31		
0,21	0,17	12,79	5,88	0,08	0,0092	108,70
0,37	0,31	19,19	3,23	0,05		
0,48	0,43	15,99	2,33	0,06		
0,45	0,43	6,40	2,33	0,16		
0,31	0,28	9,60	3,57	0,10		
s (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
ma (g)	0,1					
Sbm (m2/g)	358,01					



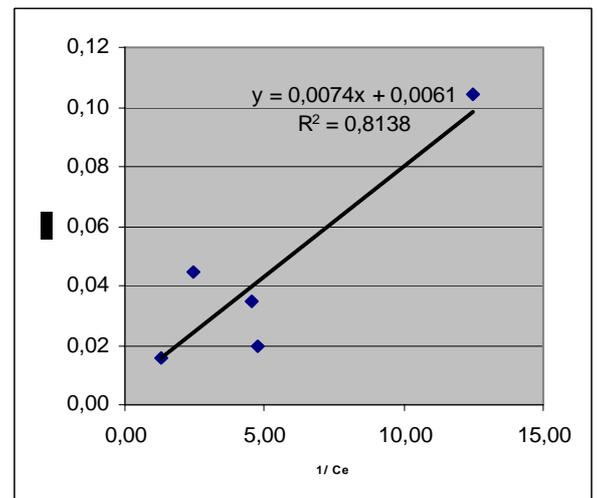
E2 : CAF à base de l'eucalyptus imprégnée sous pression atmosphérique

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q [∞]	Q [∞]
0,11	0,08	9,60	12,50	0,10	0,0713	14,03
0,21	0,12	28,79	8,33	0,03		
0,31	0,22	28,79	4,55	0,03		
0,37	0,21	51,18	4,76	0,02		
0,69	0,65	12,79	1,54	0,08		
0,86	0,81	15,99	1,23	0,06		
0,87	0,85	6,40	1,18	0,16		
0,63	0,6	9,60	1,67	0,10		
0,58	0,53	15,99	1,89	0,06		
0,96	0,76	63,97	1,32	0,02		
0,45	0,42	9,60	2,38	0,10		
0,48	0,41	22,39	2,44	0,04		
s (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
ma (g)	0,1					
Sbm (m2/g)	46,19					



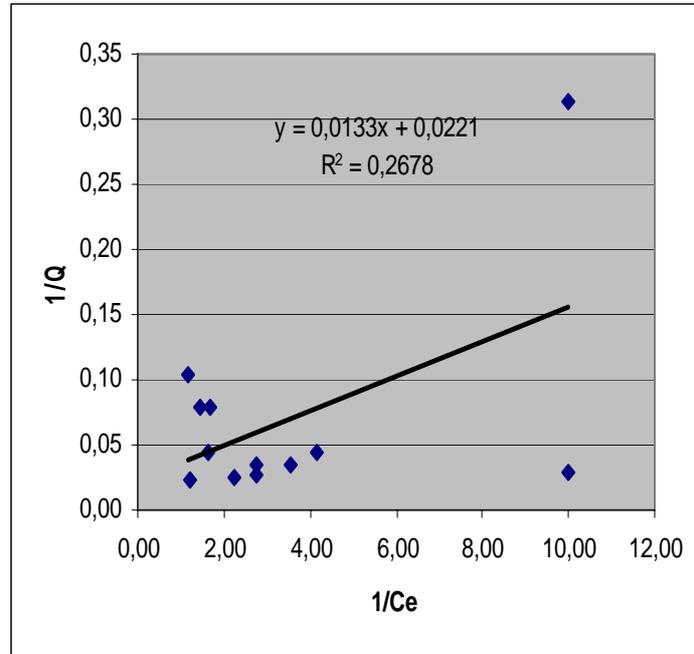
Après correction

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q [∞]	Q [∞]
0,11	0,08	9,60	12,50	0,10	0,0061	163,93
0,31	0,22	28,79	4,55	0,03		
0,37	0,21	51,18	4,76	0,02		
0,96	0,76	63,97	1,32	0,02		
0,48	0,41	22,39	2,44	0,04		
s (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
ma (g)	0,1					
Sbm (m2/g)	539,95					



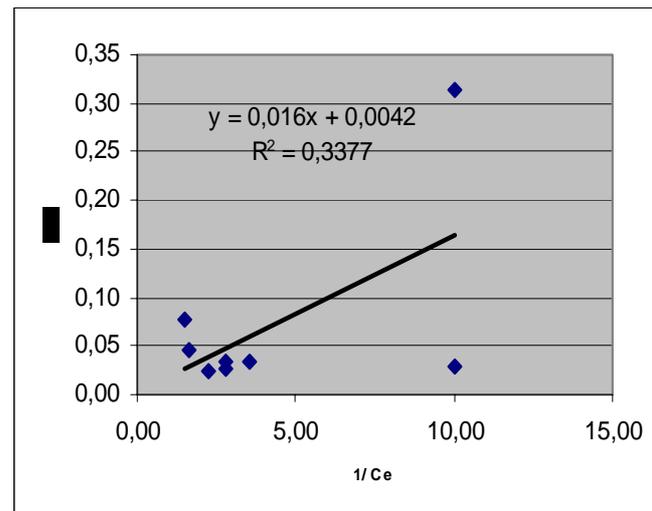
A1 : CAF à base des coques d'arachides imprégnées sous vide

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q [∞]	Q [∞]
0,11	0,1	3,20	10,00	0,31		
0,48	0,36	38,38	2,78	0,03	0,0221	45,25
0,21	0,1	35,18	10,00	0,03		
0,37	0,28	28,79	3,57	0,03		
0,69	0,62	22,39	1,61	0,04		
0,58	0,45	41,58	2,22	0,02		
0,96	0,82	44,78	1,22	0,02		
0,45	0,36	28,79	2,78	0,03		
0,72	0,68	12,79	1,47	0,08		
0,63	0,59	12,79	1,69	0,08		
0,87	0,84	9,60	1,19	0,10		
0,31	0,24	22,39	4,17	0,04		
s (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
ma (g)	0,1					
Sbm (m2/g)	149,04					



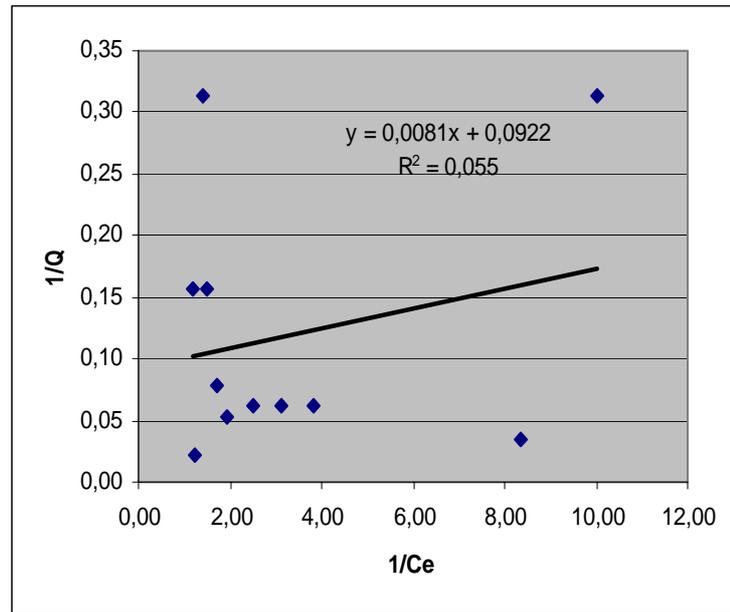
Après correction

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q [∞]	Q [∞]
0,11	0,1	3,20	10,00	0,31	0,0042	238,10
0,48	0,36	38,38	2,78	0,03		
0,21	0,1	35,18	10,00	0,03		
0,37	0,28	28,79	3,57	0,03		
0,69	0,62	22,39	1,61	0,04		
0,58	0,45	41,58	2,22	0,02		
0,45	0,36	28,79	2,78	0,03		
0,72	0,68	12,79	1,47	0,08		
s (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
ma (g)	0,1					
Sbm (m2 /g)	784,21					



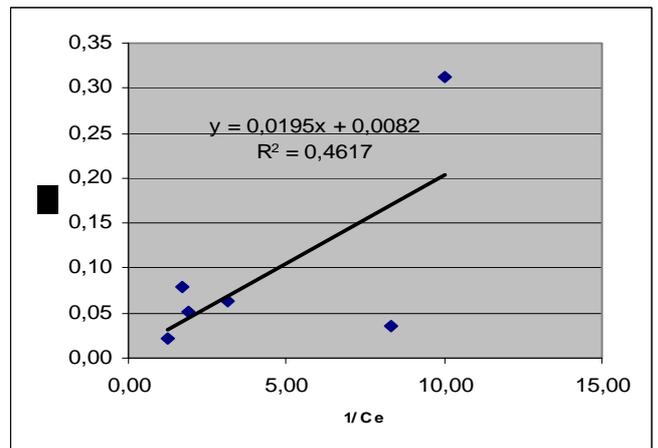
C2 : CAF à base des coques de noix de coco imprégnées sous pression atmosphérique

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q [∞]	Q [∞]
0,11	0,1	3,20	10,00	0,31		
0,21	0,12	28,79	8,33	0,03	0,0922	10,85
0,37	0,32	15,99	3,13	0,06		
0,58	0,52	19,19	1,92	0,05		
0,96	0,82	44,78	1,22	0,02		
0,63	0,59	12,79	1,69	0,08		
0,69	0,67	6,40	1,49	0,16		
0,31	0,26	15,99	3,85	0,06		
0,87	0,85	6,40	1,18	0,16		
0,45	0,4	15,99	2,50	0,06		
0,72	0,71	3,20	1,41	0,31		
s (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
ma (g)	0,1					
Sbm (m2/g)	35,72					



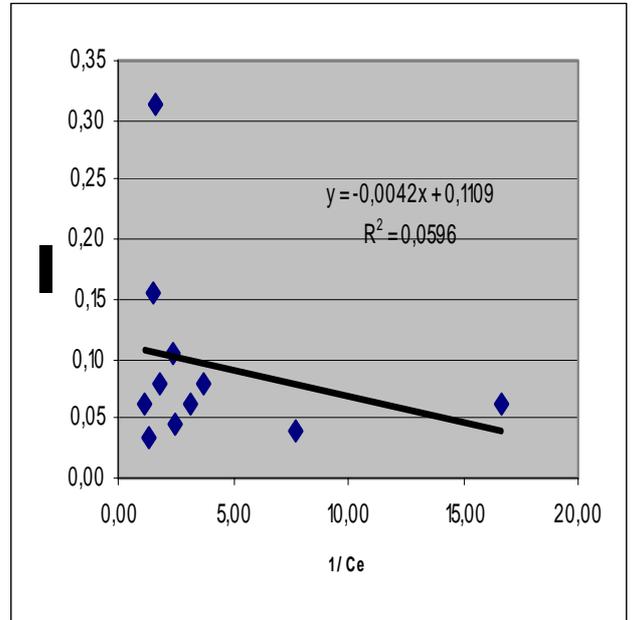
Après correction

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q [∞]	Q [∞]
0,11	0,1	3,20	10,00	0,31		
0,21	0,12	28,79	8,33	0,03	0,0082	121,95
0,37	0,32	15,99	3,13	0,06		
0,58	0,52	19,19	1,92	0,05		
0,96	0,82	44,78	1,22	0,02		
0,63	0,59	12,79	1,69	0,08		
s (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
ma (g)	0,1					
Sbm (m2/g)	401,67					



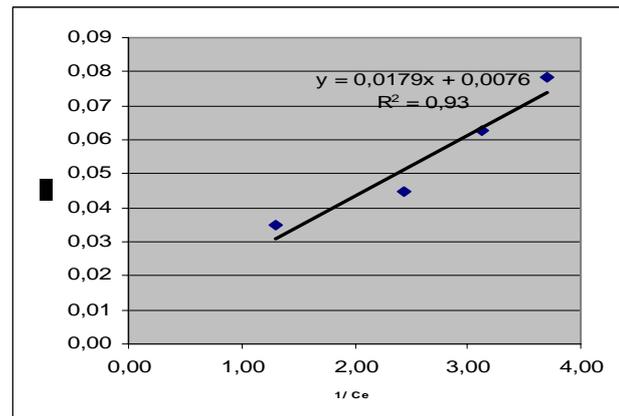
E1 : CAF à base de l'eucalyptus imprégné sous vide

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q [∞]	Q [∞]
0,48	0,41	22,39	2,44	0,04	0,1109	9,017
0,37	0,32	15,99	3,13	0,06		
0,31	0,27	12,79	3,70	0,08		
0,86	0,77	28,79	1,30	0,03		
0,45	0,42	9,60	2,38	0,10		
0,96	0,91	15,99	1,10	0,06		
0,58	0,54	12,79	1,85	0,08		
0,63	0,62	3,20	1,61	0,31		
0,69	0,67	6,40	1,49	0,16		
0,21	0,13	25,59	7,69	0,04		
0,11	0,06	15,99	16,67	0,06		
s (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
ma (g)	0,1					
Sbm (m2/g)	29,7					



Après correction

Ci	Ce	Q	1/Ce	1/Q	1/Q [∞]	Q [∞]
0,48	0,41	22,39	2,44	0,04	0,0076	131,58
0,37	0,32	15,99	3,13	0,06		
0,31	0,27	12,79	3,70	0,08		
0,86	0,77	28,79	1,30	0,03		
s (m2)	1,75E-18					
NA	6,02E+23					
ma (g)	0,1					
Sbm (m2 /g)	433,38					



ANNEXE 4 : Résultats du premier essai sur les eaux usées

Tableau 14. L'évolution de la concentration de chrome après traitement à partir de 87,5 mg/l

Temps (minutes)	A ₁	A ₂	C ₁	C ₂	E ₁	E ₂
0	87,50	87,50	87,50	87,50	87,50	87,50
30	81,30	96,05	88,80	91,80	90,50	84,00
60	87,05	84,45	92,25	87,65	85,95	93,35
% d'adsorption	0,51	3,49	-5,43	-0,17	1,77	-6,69

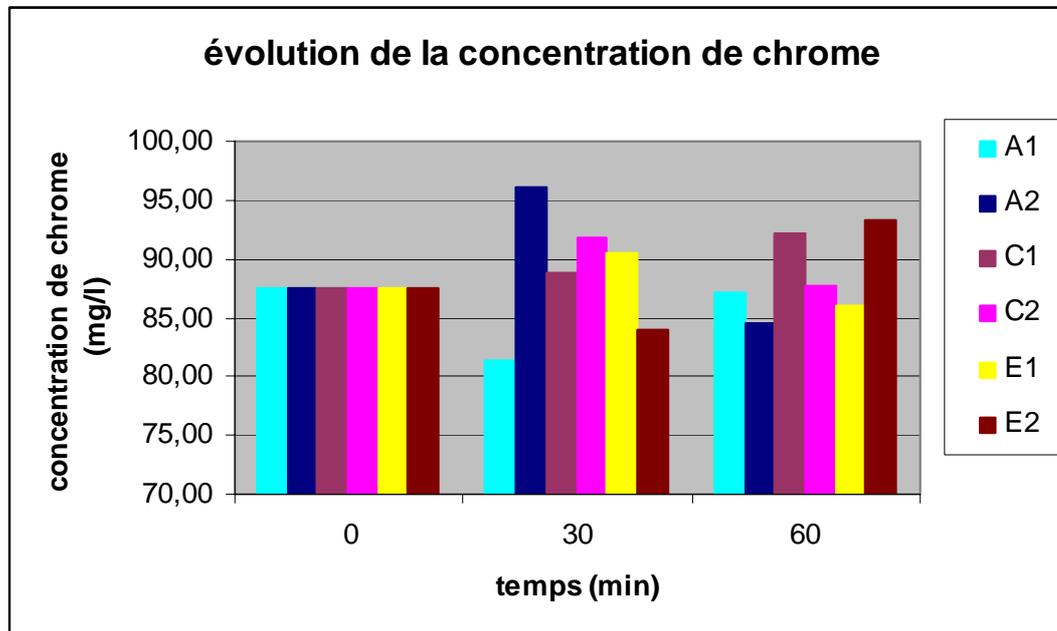


Figure 11. L'évolution de la concentration de chrome à partir de 87,5 mg/l

RESUME

Les CAF se montrent non seulement utiles dans le traitement des eaux usées afin de préserver l'environnement, mais aussi comme la solution au problème de récupération des charbons par la création d'un champ magnétique extérieur.

Une étude bibliographique a permis de comprendre les charbons actifs dans leur généralité, les mots comme le magnétisme, le ferromagnétisme, l'imprégnation et la séparation magnétique.

Ayant fait la connaissance des appareils et des méthodes, les coques d'arachide, les coques de noix de coco, l'eucalyptus broyés et tamisés à une granulométrie entre 1 et 1,6 mm ont été imprégnés sous vide et sous pression atmosphérique au nitrate de fer à 1 mol/l et ensuite minéralisés par la méthode de Perkin Elmer modifié et dosés au spectrophotomètre atomique d'absorption pour savoir la quantité de fer incrusté dans les biomasses. Des bons rendements de fabrication de CAF avec les différentes biomasses par une pyrolyse programmée au four vesctar sont obtenues avec la marmite sachant que ceux sans marmite ont été des échecs. Les CAF subissent des tests de caractérisation sur la macroporosité grâce au bleu de méthylène, sur la microporosité avec l'iode pour évaluer l'indice d'iode. Leurs surfaces spécifiques sont définies par la méthode analytique grâce à la fonction de Langmuir. Le traitement des eaux de Tan Aliz a donné une adsorbance moyenne des CAF de 13,22 %. Le test de séparation magnétique à voie sèche du mélange CAF-sable s'est montré concluant à l'aide d'un séparateur doté de tambour.

Mots clés : biomasse imprégnée ; ferromagnétisme ; activation ; traitement ; séparation magnétique

ABSTRACT

The ferromagnetic activated chars (FAC) are important for the treatment of wasted water; this is for protection of the environment. It is the solution to the problem of recuperation of char by creating an external magnetic field.

The bibliographic review helps us to understand generalities in activated char, magnetism, ferromagnetism, impregnation, and magnetic separation.

By knowing the materials and the methods, groundnut cockle, coconut cockle, and eucalyptus crushed have been sieved and shifted between the granular 1 and 1.6 mm and have been impregnated in two different ways. First, by creating the empty and secondly by atmospheric pressure with nitrate iron at 1 mol/l concentration. To know the quantity of iron into them, they have been mineralized by the modified Perkin Elmer method and have been measured by the atomic spectrometer absorption. The better results of the fabrication of FAC with the different biomass by the programmed pyrolysis into the vecstar furnace have been obtained with a pot. The manipulations without pot were not successful. The FAC have passed the test of methyl blue for the macro porosity; of iodine indication for the micro porosity and their specific surface have been calculated using the Langmuir function. The treatment of Tan Aliz waste water with our FAC has given an absorbance of 13.22 %. The magnetic separation test of mixture of FAC and sand by dry way has succeeded with the separator.

Keys words: impregnated wood; ferromagnetism; activation; treatment; magnetic separation