



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE EPOPULAIRE
MINSTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE KASDI MERBAH OURGLA



Faculté des Sciences Appliquées
Département de Génie des Procédés

Mémoire

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et technologies.

Filière : Génie de procédés

Spécialité : Génie de procédés de l'environnement

Préparé Par

BENAMOR Rayhana – NEDJAA Nour el Imene

Thème

Étude de l'effet de la réactivation par voie chimique d'un charbon active commercial - Application environnementale

Soutenu publiquement le : 26 /06 / 2021 devant le jury composé de :

Mr. BEBBA Ahmed Abdelhafid
Mr. SEKIRIFA Mohamed Lamine
Mr. CHAOUKI Mourad

Professeur (UKM Ouargla)
Professeur (UKM Ouargla)
MCA (UKM Ouargla)

Président
Encadreur
Examineur

Annie Universities: 2020 / 2021

Dédicace

Merci à Dieu tout puissant, qui m'a donné le courage, la volonté et la force de mettre en œuvre cette note, que personne ne peut faire sans son désir.

Je le dédie à mes chers parents, la source de mon amour et de mon courage que Dieu les préserve pour moi et la source de mon soutien et de ma force, toute la famille honorable des vieux aux jeunes.

Et à tous les enseignants et professeurs qui m'ont enseigné de la maternelle à l'université, et à tous ceux qui m'ont appris une lettre, et aux honorables membres du comité.

BENAMOR Rayhana

Dédicace

Merci pour le Dieu et cela suffit, et les prières et la paix soient sur le bien-aimé Mustafa, sa famille et ceux qui sont encore en vie.

Merci pour le Dieu qui m'a guidé, m'a aimé le chemin de la science et du savoir, et m'a permis de valoriser cette étape de mon parcours académique avec ce mémoire dans lequel je dédie mon humble travail à la source de tendresse et au plus grand être humain qui existe, ma chère mère, et à ceux qui m'ont soutenu depuis le premier jour de ma vie jusqu' à ce moment Et qui n'ont pas lésiné sur moi avec des dons moraux et même matériels, mon cher père.

A ceux qui ont eu un impact sur ma vie, aimés de mon cœur et de la brise de ma plume, mon bien-aimé époux.

À tous mes frères et sœurs, Wafa, Samah, Abd Allah, Abd elhak, Abd el Maeen, Badr Al-Tamam, Mebrouk, Ahmed, Mehammad Al-Arabi, et à toute ma famille et mes proches, et à tous mes camarades du chemin qui ont partagé ses moments avec moi, de Allah les protège et prends soin d'eux et accorde-leur le succès, mes chers amis

À tous et toutes les enseignants (es) de Département de génie des procédé et la promotion 2021 de Université Kasdi Merbah Ouargla.

NEDJAA Nour el Imene

Remerciement

Ce travail a été réalisé au pôle trois de l'université **KASDI MERBAH OURGLA** dans le centre de recherche scientifique et technique en analyse physico-chimique (CRAPC) laboratoire électrochimie et le laboratoire Biogéochimie des milieux désertique. Sous la supervision du professeur Mr **SEKIRIFA Mohamed Lamine** et l'Enseignante **BENTARFA Djehad**.

Nous remercions le professeur **M^r SEKIRIFA Mohamed Lamine** pour la confiance dont il a toujours fait preuve à notre égard et pour ses perpétuels encouragements.

Nous remercions également à **M^r BEBBA Ahmed Abdelhafid** professeur à l'université Kasdi Merbah-Ouargla, pour avoir accepté de présider le jury de cet mémoire et **M^r CHAOUKI Mourad** pour l'honneur d'accepter de juger ce travail.

Nous adressons également sincères remerciements à l'Enseignante **BENTARFA Djehad** pour les efforts que vous avez faits avec nous et pour sa présence à nos côtés jusqu'au dernier moment, et je demande à Dieu tout-puissant de lui accorde ce qu'elle désire et de la rendre heureuse et réussie.

Par la même occasion, nous tiens à exprimer nous gratitude à Monsieur **Hakim Belkhalfa** directeur de laboratoire CRAPC pour la confiance qu'il nous a témoignée en nous accueillant au sein de son équipe et pour les moyens qu'il a mis à notre disposition.

Et enfin moi l'étudiante **BENAMOR Rayhana** remercie les enfants de ma sœur jumelle **BEN DAHMEN Khadija** et **BEN DAHMEN Ismail** leur atmosphère favorable et leur aide à mon égard ; et je demande à Dieu tout-puissant, seigneur du noble trône, de les bénir et de leur faire pousser de bonnes plantes, seigneur.

Merci à tous et mille Mercis

Les salutations

Résumé

Un charbon actif commercial NC 80 a été réactivé en milieu acide afin de modifier les fonctions surfaciques. Une application environnementale a été appliquée pour préparer une électrode afin de stocker l'énergie.

Les mots clés : charbon actif, électrode, activation chimique, fonctions surfaciques, environnement.

Abstract

A commercial activated carbon NC 80 was reactivated in acidic media in order to modify the surface functions. An environmental application was applied to prepare an electrode to store energy.

Keywords: activated carbon, electrode, chemical activation, surface functions, environment.

المخلص

تم إعادة تنشيط فحم منشط صناعي من أجل تغيير في الوظائف السطحية لهذا الأخير. من بين التطبيقات البيئية تم تحضير أقطاب كهربائية وهذا من أجل استعمالها في تخزين الطاقة.

لكلمات المفتاحية: فحم منشط. قطب كهربائي، تنشيط كيميائي، وظائف سطحية، البيئة.

Liste des tableaux

| | |
|---|----|
| Tableau 1: comparaison entre CAP et CAG . | 3 |
| Tableau 2: Présentation et Caractéristiques des charbons actifs étudiés (NC80) | 21 |
| Tableau 3: Analyses élémentaires et pourcentage de cendres des charbons actifs | 21 |
| Tableau 4: caractérisation texturale des charbons actif | 22 |
| Tableau 5: Produits et matériels utilisés | 22 |
| Tableau 6: Caractéristique de charbon actif NC80 par le spectre infrarouge (IR) | 28 |

Liste des figures

| | |
|---|----|
| Figure 1: Structure chimique du charbon actif, (d'après Bansal) | 2 |
| Figure 2: charbon actif poudre (CAP) | 3 |
| Figure 3: charbon actif grain (CAG) | 3 |
| Figure 4: charbon actif extrudé | 4 |
| Figure 5: Représentation des groupements fonctionnels présents en surface du charbon actif en fonction du pH de la solution aqueuse | 6 |
| Figure 6: Fonctionnalités de surface d'un carbone activé | 7 |
| Figure 7: Condensateur plan | 10 |
| Figure 8: Condensateur électrolytique (a) et super condensateur (b) | 11 |
| Figure 9: Principe de développement des super condensateurs | 12 |
| Figure 10: Structure interne des super condensateurs à couche double électrique | 12 |

| | |
|--|----|
| Figure 11: Structure microscopique d'une électrode à charbon actif | 14 |
| Figure 12 : Principe des dopages/dédopages positif et négatif des polymères conducteurs.. | 16 |
| Figure 13 : Représentation schématique d'un super condensateur chargé..... | 17 |
| Figure 14: Appareil de broyage + Appareil de tamisage | 23 |
| Figure 15: NC80 poudrée..... | 23 |
| Figure 16: l'incubateur..... | 24 |
| Figure 17: la filtration et l'appareille d'étuve | 24 |
| Figure 18: bain ultrasonique + solution colloïdale..... | 25 |
| Figure 19: électrode obtenu..... | 25 |
| Figure 20: la microscopie électronique à balayage | 27 |
| Figure 21: Images de microscopie électronique à balayage (MEB) de NC80 (Avant acidification)..... | 27 |
| Figure 22: Images de microscopie électronique à balayage (MEB) de NC80-H (Apré acidification)..... | 27 |
| Figure 23: images de diagramme de spectre infrarouge (IR)..... | 28 |

Table des symboles et abréviations

| | |
|---------|---|
| CAP | charbon actif poudre |
| CAG | charbon actif en grain |
| XPS | spectroscopie de photoélectron X |
| IRTF | infra rouge à transformation de fourrier |
| EDLC | Les super condensateurs à double couche électrochimique |
| n.d | non déterminé |
| CAC | charbon actif commerciale |
| PS | polystyrene |
| FT-IR | spectroscopie infrarouge à transformation de four |
| MEB | la microscopie électronique à balayage |
| NC80 | le charbon commercial avant l'acidification |
| NC80-H | le charbon commercial après l'acidification |
| IUPAC | International union of pure and applied chemistry |
| HNO_3 | Acide Nitrique |

Sommaire

| | |
|--|------|
| Dédicace | I |
| Remerciement | III |
| Résumé | IV |
| Liste des tableaux | V |
| Liste des figures | V |
| Table des symboles et abréviations | VII |
| Sommaire | VIII |
| Partie bibliographique | 2 |
| I. Généralité sur les charbons actifs | 2 |
| I.1 Charbon actif | 2 |
| I.2 Sources | 2 |
| I.3 Type de charbons actifs | 3 |
| I.3.1 Charbon actif en poudre (CAP) | 3 |
| I.3.2 Charbon actif en grain (CAG) | 3 |
| I.3.3 Charbon actif extrudé | 4 |
| I.4 Propriétés | 4 |
| I.5 Propriétés physico-chimique du charbon actif | 5 |
| I.6 Nature chimique de la surface d'un charbon actif | 7 |
| I.7 Domaine d'application et performances | 8 |
| I.7.1 Traitement des eaux | 8 |

| | | |
|--------|--|----|
| I.7.2 | Traitement de l'air | 9 |
| I.7.3 | Agro-alimentaire..... | 9 |
| II. | Généralités sur technologie des super condensateurs..... | 10 |
| II.1 | Principe..... | 10 |
| II.2 | Les différents modes de stockage électrochimique de l'énergie..... | 13 |
| II.2.1 | Processus faradiques | 13 |
| II.2.2 | Processus non faradiques | 13 |
| II.3 | Les types des super condensateurs (Electrodes) | 14 |
| II.3.1 | Les super condensateurs pseudo capacitifs..... | 15 |
| II.3.2 | Les super condensateurs hybrides..... | 16 |
| II.4 | Fonctionnement des super condensateurs Coron capacitif | 17 |
| II.5 | Electrolyte | 18 |
| II.6 | Séparateur..... | 19 |
| II.7 | La matière active | 19 |
| | Partie pratique | 21 |
| I. | Introduction | 21 |
| II. | Préparation d'électrode par le charbonne actif commercial | 22 |
| II.1 | Produit et Matériels | 22 |
| II.2 | Méthode..... | 23 |
| II.2.1 | Préparation de la matière première | 23 |
| II.2.2 | Acidification | 23 |

| | | |
|--------|---|-------------------------------------|
| II.2.3 | Filtration et séchage | 24 |
| II.2.4 | Préparation de solution colloïdale..... | 24 |
| II.2.5 | Préparation d'électrode | 25 |
| III. | Caractérisation | 26 |
| IV. | Résultat | 26 |
| | Conclusion Générale..... | Error! Bookmark not defined. |
| | Références bibliographique | 30 |

Introduction générale

Il est connu que le charbon actif est utilisé dans de nombreux domaines environnementaux, tels que traitement de l'eau, traitement de l'air, agro-alimentaire...etc. Ces produits adsorbants [1-3] non toxiques, ayant une structure poreuse. Ils sont généralement obtenus en deux étapes : la carbonisation et l'activation. La structure du charbon actif n'est pas formée uniquement d'atomes de carbone. En effet dans la plupart des charbons actifs, on retrouve généralement au niveau des surfaces des hétéroatomes (oxygène, hydrogène, chlore, azote etc.) qui forment sur ces dernières des fonctions. Ces diverses fonctions jouent un rôle très important lors de l'adsorption, particulièrement pendant la chimisorption car selon leur nature et leur nombre, elles déterminent les aspects qualitatif et quantitatif de l'adsorption [4].

Le choix de matériaux dépend d'un certain nombre de facteurs à savoir : le comportement électrochimique du matériau en présence de l'espèce à analyser, le domaine de potentiel accessible, La conductivité électrique, la stabilité mécanique, le courant résiduel, Le coût, la disponibilité, la toxicité, etc [5].

Notre objectif est la modification et l'activation des fonctions surfaciques d'un charbon actif commercial NC 80 pour le but de fabriquer une électrode électrochimique afin de stocker l'énergie après son caractérisation.

Le manuscrit comporte deux parties, la première partie, c'est une étude bibliographique sur le thème (charbon actif et électrodes électrochimique) et la seconde partie (expérimentale) a été consacrée à la préparation des électrodes par la réactivation de charbon actif (voie chimique) et son caractérisation, et en fin on termine avec une conclusion générale.

Partie bibliographique

Partie bibliographique

I. Généralité sur les charbons actifs

Qu'est-ce que le charbon ?

I.1 Charbon actif

Le charbon actif est historiquement parlant le premier matériau adsorbant utilisé. De par ses propriétés médicinales, il était déjà employé dans l'Égypte antique. Il est constitué d'atomes de carbone organisés en feuillets (carbone de type sp^2) (Figure 1). Ces feuillets sont plus ou moins organisés sous forme d'empilements de quelques dizaines (ou moins) de feuillets en une structure de type papier froissé, traversée de pores allant de quelques Angströms à quelques dizaines de nanomètre. Cette structure poreuse permet aux particules de charbon actif de développer une importante surface de contact avec le milieu extérieur [6] ; La structure interne du carbone activé est constituée d'un assemblage plus ou moins aléatoire de feuillets élémentaires aromatiques. L'espace entre ces feuillets constitue la microporosité du charbon. L'aspect aléatoire de la distribution de taille de pores peut rendre la sélectivité du matériau très faible [7].

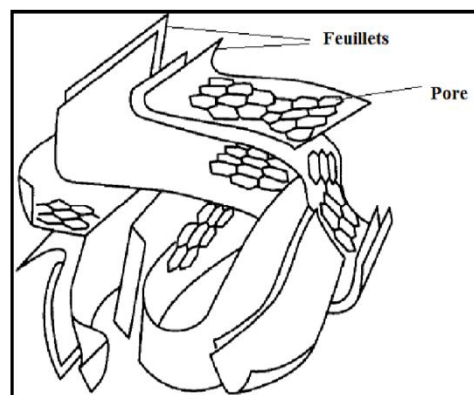


Figure 1: Structure chimique du charbon actif, (d'après Bansal)

I.2 Sources

- 1- **Origine végétale** : (Déchets agricoles non utilisables exemple : Noyaux de fruit ; Paille et enveloppes de céréales exemple : blé ; Arbre sous forme de copeaux ou de sciure de bois exemple : Bouleau)
- 2- **Origine animale** : Les charbons activés sont essentiellement obtenus à partir d'ossements d'animaux, mais aussi à partir de leur sang voire de leur chair.

Partie bibliographique

3- Origine minérale : Les charbons actifs sont obtenus en grandes majorité à partir de matériaux combustibles comme le charbon minéral (houille, coke) ou la tourbe [8].

I.3 Type de charbons actifs

I.3.1 Charbon actif en poudre (CAP)

Le charbon actif en poudre prend la forme de grains de taille comprise entre 10 et 50 μm . Sous cette forme, il s'utilise souvent pour le traitement de l'eau et du gaz. Dans le premier cas, il est généralement utilisé en combinaison avec un traitement clarificateur pour augmenter le temps de contact entre le charbon et l'eau [9].



Figure 2: charbon actif poudre (CAP)

I.3.2 Charbon actif en grain (CAG)

La forme du CAG est irrégulière et sa taille est comprise entre 0.2 – 5 mm, Il est majoritairement utilisé pour l'élimination des micros polluants organiques et de la matière organique des eaux, mais il est également appliqué au traitement des gaz. Les caractéristiques physiques du CAG varient considérablement selon les matériaux constitutifs et le mode de fabrication [10].



Figure 3: charbon actif grain (CAG)

Le tableau 1 ci-dessous donne les avantages et inconvénients des CAP en comparaison avec les CAG

Tableau 1: comparaison entre CAP et CAG [11].

| L'avantage | inconvénients |
|---|--|
| Le CAP coûte moins cher que le CAG | Le CAP ne peut pas être régénéré |
| Des quantités supplémentaires de CAP peuvent être rajoutées en cas de pointes de pollution accidentelles ou temporaires | Une quantité très importante de CAP est nécessaire pour enlever toutes les traces d'impureté |
| L'adsorption est rapide dans la mesure où une grande partie de la surface de contact est directement disponible. | La concentration maximum applicable est limitée à 80 mg/L. |

Partie bibliographique

I.3.3 Charbon actif extrudé

Il existe un troisième type de CA appelé. Prend la forme de cylindre et sa taille est comprise entre 0.8 et 5 mm, Il est plutôt utilisé pour traiter les gaz. Sa structure permet de limiter les pertes de charge lors du passage du gaz à travers le lit. Il contient peu de poussières et possède une forte résistance mécanique [12].



Figure 4: charbon actif extrudé

I.4 Propriétés

Un certain nombre de paramètres permettent de caractériser un charbon actif et de déterminer ses conditions d'utilisation. Ils sont détaillés ci-dessous [13].

❖ Le volume poreux et la taille des pores

Selon la classification IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry), les tailles de pores sont réparties en 3 classes:

- Micropore $< 1\text{nm}$ ($1\text{nm} = 10^{-9}\text{m}$)
- Mesopore $1 - 25\text{ nm}$
- Macropore $> 25\text{nm}$

Le volume poreux total des charbons actifs est de $0,5 \text{ à } 1\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ (50 à 70% en volume).

❖ La surface spécifique

Elle correspond à la surface des pores. Le volume poreux étant important, la surface développée est énorme : de $500 \text{ à } 1500 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$. Ce sont essentiellement les micropores et mésopores qui créent de la surface. La capacité d'adsorption est proportionnelle à la surface.

❖ La taille des grains

Elle conditionne la vitesse d'adsorption (plus le grain est petit, plus le transfert vers le centre est rapide) et la perte de charge à travers le lit.

Partie bibliographique

❖ La dureté

Elle représente la résistance au tassement, à la friction et aux vibrations pendant la phase de lavage.

❖ La densité

Plus le charbon est activé, plus il est léger. La densité indique le niveau d'activation du charbon actif. Elle conditionne l'efficacité des traitements et c'est également un élément déterminant de son prix. La densité du charbon actif utilisé pour le traitement de l'eau est en général comprise entre 0.20 et 0.55 g / cm³. L'expérience montre que quand la densité est supérieure à 0.35 g/cm³, le lit du charbon actif fonctionne mieux.

❖ Indice d'iode

La performance du charbon actif est évaluée par sa capacité d'adsorption de l'iode, prise comme substance de référence. L'indice est proportionnel au nombre de micropores. Plus il est grand, meilleur est le niveau d'activation et donc meilleure sera la capacité d'adsorption.

❖ La teneur en cendres

Elle est importante car elle peut gêner la mise en place du charbon. La teneur en cendres du charbon actif appliqué au traitement de l'eau devra être la plus basse possible, surtout si l'eau est dure, et en aucun cas, dépasser 10%.

I.5 Propriétés physico-chimique du charbon actif

Les caractéristiques physiques des particules de charbon actif permettent de déterminer les conditions d'utilisation du charbon actif [14]. Ainsi :

❖ La granulométrie

Conditionne la vitesse d'adsorption (plus le grain est petit, plus le transfert diffusionnel vers le centre est rapide car le chemin à parcourir pour les molécules est plus faible).

❖ La dureté

Du matériau exprime la résistance du charbon actif à l'abrasion, au tassement, à l'attrition et aux vibrations. C'est un facteur important dans le design du système de traitement et sa durée

Partie bibliographique

de vie puisqu'il permet d'évaluer la formation de fines (poussières) nuisibles au fonctionnement des installations (colmatage du lit, dépôt dans les vannes et tuyaux...). Il dépend de la matière première et du niveau d'activation.

❖ Le taux de cendre

Est aussi à déterminer. Il s'agit de la partie inorganique, inerte, amorphe et inutilisable présente dans le charbon actif. Souvent, les cendres sont constituées de sels de calcium et d'oxydes métalliques. Plus le taux de cendres est bas, meilleur est le charbon actif.

❖ Les fonctions de surface

Les propriétés acido-basiques de surface du charbon actif sont très importantes et semblent même prévaloir sur les caractéristiques de sa porosité dans le cas de l'adsorption de composés organiques en phase aqueuse. La chimie de surface du charbon résulte de l'existence d'hétéroatomes tels que l'oxygène, l'azote, l'hydrogène, le chlore, le soufre et le phosphore.

Ces hétéroatomes forment des groupes organiques fonctionnels, tels que les cétones, les éthers, les amines et les phosphates situés sur les pourtours des graphène de charbon (Figure 5). Leur teneur dépend de l'origine du charbon et de sa méthode d'activation, et détermine l'acidité ou la basicité du matériau : leur présence a un effet marqué sur l'adsorption de molécules polaires. En outre, ces hétéroatomes peuvent affecter les capacités catalytiques du matériau et gêner physiquement l'adsorption de molécules non polaires. La méthode de dosage de Boehm (Boehm, 1966) est utilisée afin de connaître les fonctions de surface basiques et acides en présence.

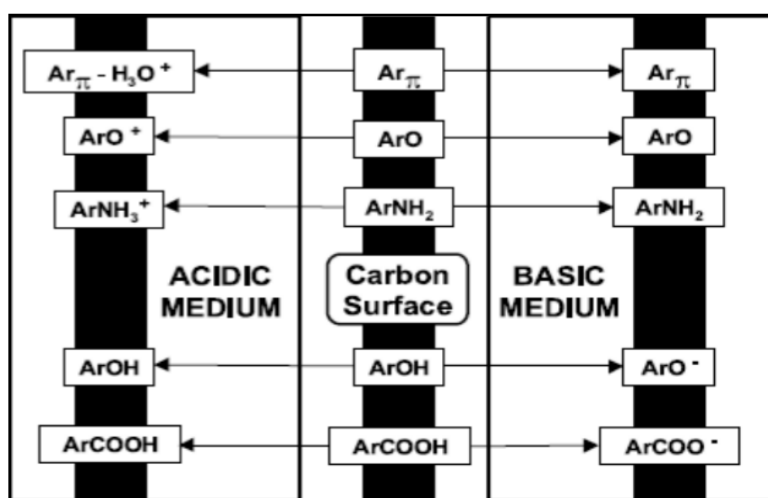


Figure 5: Représentation des groupements fonctionnels présents en surface du charbon actif en fonction du pH de la solution aqueuse [15].

Partie bibliographique

I.6 Nature chimique de la surface d'un charbon actif

Les fonctions de surface sont introduites lors de l'étape d'activation mais elles dépendent de la composition du précurseur et du mode d'activation. A la surface des charbons actifs on trouve principalement des sites oxygénés et, éventuellement des sites aminés. Si le carbone activé a subi un traitement chimique, d'autres groupes fonctionnels peuvent être introduits spécifiquement. Les groupements oxygénés additionnels sont formés quand le charbon actif est traité avec des agents oxydants en phase gazeuse ou en solution. Ces traitements créent trois types de sites à la surface : acides, basiques et neutres. Les sites de type acide sont des groupes carboxyliques (Ph-COOH), phénoliques (Ph-OH), carbonyliques (Ph-C=O), anhydrides (Ph-(C=O-O-O=C)), éther (Ph (-O-) Ph'), quinone (O=Ph=O) et lactoniques (PH C=OO-Ph') (Figure 6).

Les sites acides rendent le charbon actif plus hydrophile, diminuent le pH en suspension aqueuse et augmentent la densité de charge négative à la surface. Les sites basiques sont essentiellement du type de Lewis associés à des régions riches en électrons π situées aux plans basaux. Ces derniers représentent les feuillets poly aromatiques constituant la structure du charbon actif. Le processus d'oxydation augmente la proportion en oxygène et, par conséquent, décroît la basicité à la surface. La caractérisation des propriétés de surface est indispensable pour comprendre l'adsorption des molécules ou ions en solution aqueuse par des carbones activés

Le caractère acide ou basique de la surface d'un carbone activé peut être étudié par une variété de techniques : méthode de Boehm [16], pH de charge nulle, IRTF (Infra Rouge à Transformée de Fourier), XPS (spectroscopie de photoélectron X) et distribution des pKa [17].

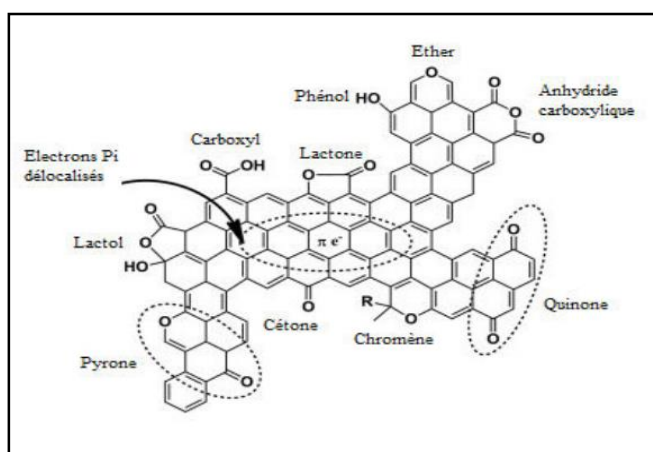


Figure 6: Fonctionnalités de surface d'un carbone activé

Partie bibliographique

I.7 Domaine d'application et performances

I.7.1 Traitement des eaux

On utilise le charbon actif pour traiter les eaux potables, les eaux usées, les eaux résiduelles industrielles, ainsi que les eaux de piscine, etc...

En suspension, dans le cas du charbon actif en poudre, Comme lit filtrant, dans le cas du charbon actif en grains.

Le charbon actif en poudre est souvent utilisé comme moyen très efficace de lutter contre les épisodes de pollutions accidentelles et saisonnières (algues toxiques, pesticides, couleur etc...) [18], alors que le charbon actif en grain est principalement appliqué dans les cas suivants :

- Le traitement d'affinage ;
- Le traitement par adsorption d'un polluant spécifique : pesticides, solvants chlorés, etc... ;
- La décoloration ;
- La réduction des goûts et des odeurs ;
- Le support biologique : nitrification, déferrisation, démanganisation.

Les facteurs qui influencent l'activité du charbon actif dans le traitement de l'eau sont [19] :

- le type de composé à supprimer (les composés qui ont un poids moléculaire élevé et une faible solubilité sont mieux adsorbés) ;
- la concentration du composé à supprimer (plus la concentration est élevée, plus la consommation de charbon est grande) ;
- la présence d'autres composés organiques qui vont être en concurrence avec les sites d'adsorption disponibles ;
- le pH de l'eau (par exemple, les composés acides sont mieux adsorbés à pH faible) ;
- la température de l'eau.

Lors d'un traitement à l'échelle industrielle, on obtient de meilleures performances sur du charbon actif en grains que sur du charbon en poudre [20]. On évite souvent le charbon actif en grain à base de noix de coco ou de bois pour privilégier celui à base de houille qui est moins cher [21].

Partie bibliographique

I.7.2 Traitement de l'air

Aujourd'hui, la réglementation environnementale devient de plus en plus stricte sur la qualité de l'air émis par les industries. Elles utilisent donc le charbon actif pour récupérer les solvants et les hydrocarbures volatils dans l'air. Le charbon actif est également utilisé pour la désodorisation de l'air. L'utilisation du charbon actif à base de noix de coco est assez répandue pour la purification de l'air. Les facteurs qui influencent l'activité du charbon actif pour le traitement de l'air sont [22] :

- le type de composés à supprimer : en général, les composés ayant un grand poids moléculaire, une basse pression de vapeur saturante, un point de fusion élevé et un indice de réfraction élevé sont les mieux adsorbés ;
- la concentration : plus la concentration est élevée, plus la consommation de charbon est grande ;
- la température : plus la température est basse, meilleure est la capacité d'adsorption ;
- la pression : plus la pression est élevée, meilleure est la capacité d'adsorption ;
- l'humidité : plus l'humidité est faible, meilleure est la capacité d'adsorption.

I.7.3 Agro-alimentaire

Dans le secteur agro-alimentaire, le charbon actif est principalement utilisé pour décolorer et purifier des sirops de sucre et de glucose, des acides (citrique, tartrique et lactique), des huiles de table, des aromates alimentaires, des vins et vermouths... etc. Le charbon actif est utilisé pour la purification de produits (chimiques, organiques et minéraux...), la désulfuration du gaz naturel et des hydrocarbures. Le charbon actif utilisé comme support de catalyseur devient de plus en plus répandu dans ce domaine. Pour ce type d'application, le charbon actif doit avoir une forte résistance mécanique [23].

➤ Autres

- La force d'adsorption du charbon actif le rend intéressant pour purifier de nombreux produits pharmaceutiques (antibiotiques, vitamines, paracétamol...);
- Il est aussi largement utilisé dans l'exploitation minière pour la récupération d'or. L'utilisation du charbon actif facilite grandement l'extraction d'or quand sa teneur est faible (quelques ppm).

Partie bibliographique

Pendant la première guerre mondiale, le charbon actif était utilisé dans les masques à gaz. Aujourd'hui, la prolifération récente des armes chimiques entraîne le recours massif au charbon actif dans les équipements de protection [24].

Et autres application de charbon actif est préparation des électrodes (super condensateur).

II. Généralités sur technologie des super condensateurs

II.1 Principe

L'expression de la capacité C d'un condensateur dont les armatures en regard sont planes : (figure 7) est classiquement donnée par :

$$C = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \frac{S}{d} \quad (1)$$

Avec ϵ_0 la permittivité du vide, ϵ_r la permittivité relative du diélectrique, S la surface de chaque électrode et d l'épaisseur

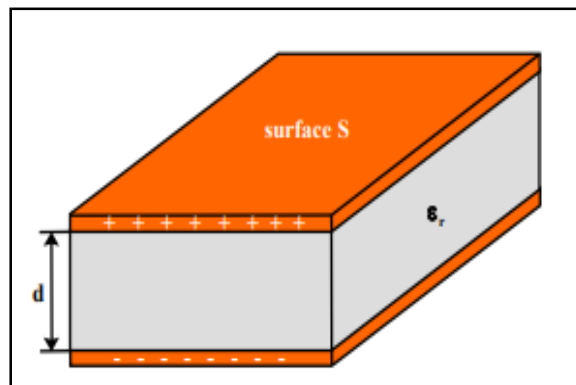


Figure 7: Condensateur plan

L'énergie emmagasinée, proportionnelle au carré de la différence de potentiel V entre les électrodes, s'exprime par :

$$E = \frac{1}{2} CV^2 \quad (2)$$

La capacité C étant constante. Les relations (1) et (2) montrent qu'il existe deux approches permettant d'accroître la capacité d'un tel dispositif, et par là-même la quantité d'énergie stockée :

Partie bibliographique

- la première porte sur l'utilisation de diélectriques possédant une permittivité relative élevée et une tension de service importante,
- la seconde, à l'origine du développement des super condensateurs, est basée sur l'accroissement du rapport S/d par le recours à des diélectriques très minces et à des armatures gravées présentant d'importantes surfaces [25].

Les condensateurs électrolytiques offraient jusqu'à présent les plus fortes capacités, typiquement quelques milli-farads, obtenus par dépôt d'une couche très mince de diélectrique (film d'oxyde d'aluminium dans le cas de condensateurs électrolytiques à aluminium) sur l'électrode positive gravée. L'électrode négative ne sert, quant à elle, que de liaison entre l'électrolyte et le circuit extérieur.

La technologie des super condensateurs a révolutionné la famille des condensateurs. Avec des capacités atteignant les milliers de farads, elle dépasse largement toute autre technologie. La différence fondamentale avec la technologie électrolytique réside dans l'absence apparente de couche diélectrique (figure 8).

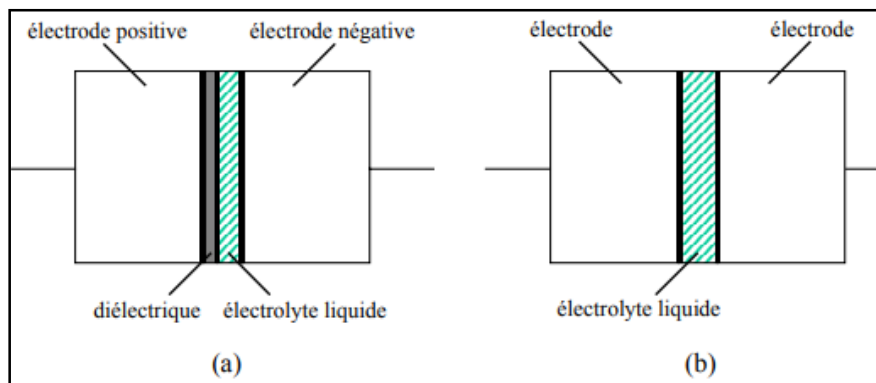


Figure 8: Condensateur électrolytique (a) et super condensateur (b)

En effet, le principe de base des super condensateurs repose sur les propriétés capacitives de l'interface entre conducteur électronique solide et conducteur ionique liquide, propriétés découvertes par le physicien Hermann Von Helmholtz en 1853 [26]. Le stockage d'énergie s'effectue par distribution des ions de l'électrolyte, au voisinage de la surface de chaque électrode, sous l'influence électrostatique de la tension appliquée. Il se crée ainsi aux interfaces une zone de charge d'espace appelée couche double électrique, d'épaisseur limitée à quelques nanomètres. Quant à la fonction diélectrique, elle est assurée par les molécules du solvant de l'électrolyte [27].

Partie bibliographique

Un super condensateur peut donc être schématisés par deux capacités représentatives des charges stockées, connectées en séries par le biais d'une résistance associée à l'électrolyte (figure.9), contrairement au condensateur électrolytique où l'effet capacitif n'est développé qu'à l'anode).

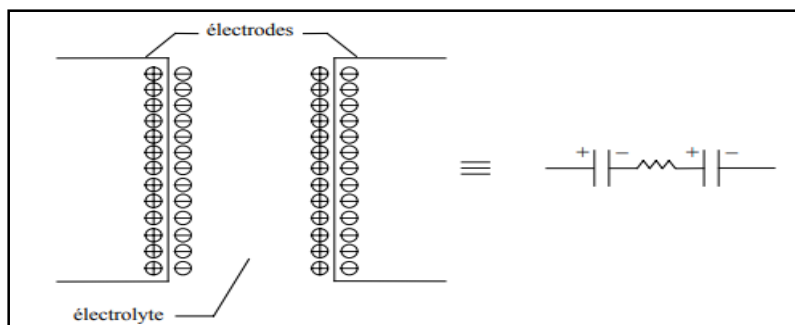


Figure 9: Principe de développement des super condensateurs

Pour exploiter au mieux les potentialités de cette couche double électrique en termes d'énergie spécifique et de capacité volumique, il convient d'accroître la surface de contact entre électrode et électrolyte sans augmenter outre mesure le volume total de l'ensemble. On a recours pour ce faire à des matériaux d'électrodes poreux de très grande surface spécifique, comme le charbon actif qui présente des surfaces spécifiques supérieures à $1000 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ (figure 10).

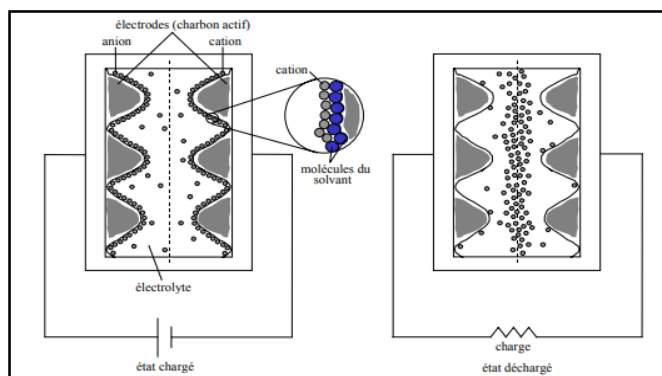


Figure 10: Structure interne des super condensateurs à couche double électrique

Notons donc deux caractéristiques importantes des super condensateurs, conséquences du principe de stockage d'énergie électrostatique par couche double électrique : leur réversibilité en tension, bien que ces dispositifs soient fournis avec un sens de polarisation, et leur faible tenue en tension, limitée à quelques volts (par cellule élémentaire), suivant la nature du solvant électrolytique. L'énergie spécifique des super condensateurs, typiquement de $5 \text{ Wh} \cdot \text{kg}^{-1}$, reste néanmoins nettement supérieure à celle des condensateurs électrolytiques classiques,

Partie bibliographique

conséquence de valeurs de capacité extrêmement élevées. Toutefois, pour la plupart des applications d'électronique de puissance, cette limitation sévère en tenue en tension rend incontournables la mise en série et les différents problèmes associés (équilibrage, mise en parallèle, ...).

II.2 Les différents modes de stockage électrochimique de l'énergie

Il existe deux modes permettant le stockage électrochimique réversible de l'énergie :

- un mode impliquant des processus faradiques
- un mode impliquant le stockage électrostatique des charges à la surface des électrodes.

Ils présentent chacun leurs avantages et leurs inconvénients [28].

II.2.1 Processus faradiques

Les processus faradiques sont les réactions d'oxydo-réduction. Ces réactions mettent en jeu des transformations chimiques et donc de grandes densités d'énergie. Cependant, les cinétiques de réaction sont limitées par les énergies d'activation des réactions et par le transport de masse (transport des réactifs) ce qui constitue la limite de ces systèmes : ils ne possèdent pas une grande densité de puissance. De plus les matériaux d'électrode subissent des transformations lors du cyclage : modification de la composition chimique, de l'état d'oxydation, modification du volume, apparition de produits de réaction (gaz...). Enfin, les réactions électrochimiques mises en jeu n'ont généralement pas un rendement de 100 %. Pour ces raisons, les matériaux (électrodes, électrolyte) ou la tenue mécanique des électrodes peuvent rapidement être dégradés et la durée de vie de ces systèmes est généralement de quelques milliers de cycles. En conclusion, ces systèmes de stockage utilisant des réactions faradiques, tels que les batteries, possèdent une grande densité d'énergie, puisque tout le matériau d'électrode participe au stockage de charge, avec une faible densité de puissance et une durée de vie limitée. La quantité d'énergie stockée dépend de la quantité de matière des électrodes et du rendement des réactions impliquées [29].

II.2.2 Processus non faradiques

C'est, par exemple, le stockage électrostatique de charges à la surface des électrodes. Ce phénomène est à l'origine du stockage de l'énergie dans les condensateurs diélectriques. C'est

Partie bibliographique

un phénomène de surface, donc rapide, et entièrement réversible car il n'implique aucune transformation chimique ou structurale du matériau. Ce sont donc des systèmes possédant une grande densité de puissance qui ont une durée de vie théoriquement illimitée car les phénomènes impliqués sont entièrement réversibles.

Dans un condensateur diélectrique, la quantité de charges stockée à la surface est proportionnelle à la tension appliquée et à la capacité qui peut être calculée selon l'équation suivante :

$$C = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot S/d \quad (3)$$

Avec :

- C : est la capacité (F) - ε_0 : la permittivité du vide ($F \cdot m^{-1}$) - ε_r : la permittivité relative du diélectrique - S : la surface des électrodes (m^2) - d : la distance entre les deux électrodes (m)

Dans un super condensateur le stockage de l'énergie se fait également sous forme électrostatique par l'adsorption d'ions à l'interface matière active/électrolyte. C'est également un processus non faradique et donc rapide et réversible. De plus l'adsorption des ions à l'interface matière active/électrolyte entraîne un stockage de charges plus dense que dans un condensateur diélectrique, du fait des grandes surfaces mises en jeu. Le paragraphe suivant est consacré à ces systèmes.

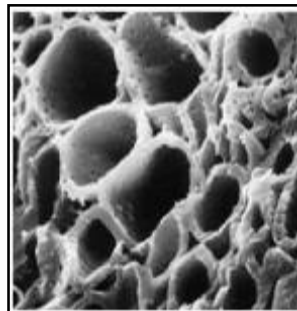


Figure 11: Structure microscopique d'une électrode à charbon actif [30]

II.3 Les types des super condensateurs (Electrodes)

Il existe trois types de super condensateurs qui sont différenciés par leur mode de fonctionnement :

- Les supers condensateurs à stockage d'énergie électrostatique : technologie d'électrodes au charbon actif,

Partie bibliographique

- Les supers condensateurs à stockage d'énergie électrochimique : technologie d'électrodes aux oxydes métalliques ou aux polymères conducteurs,
- Les supers condensateurs à stockage d'énergie électrochimique et électrostatique : technologie d'électrodes hybride [31].

II.3.1 Les super condensateurs pseudo capacitifs

Ce type de super condensateurs met en jeu des réactions faradiques de surface. Il existe deux types principaux de super condensateurs pseudo capacitifs : les super condensateurs à base d'oxydes métalliques et ceux à base de polymères conducteurs

La capacité est due à des réactions redox réversibles ayant lieu à la surface du matériau lorsqu'une tension est appliquée. Les matériaux utilisés doivent être insolubles dans l'électrolyte utilisé, posséder une grande conductivité électronique, une surface spécifique élevée. Ils doivent également avoir la possibilité de réactions redox rapides mettant en jeu un nombre maximal de degrés d'oxydation dans une fenêtre de potentiels compatible avec la stabilité électrochimique de l'électrolyte utilisé.

a- Les super condensateurs à base d'oxydes métalliques

La capacité est due à des réactions redox à la surface et dans le volume du matériau d'électrode. Elle est dépendante de la quantité de charges transférées, elle-même dépendante de la tension appliquée. La capacité est donnée par l'équation suivante :

$$C = dQ / dV \quad (4)$$

Avec :

- C la capacité (F)
- Q la charge (C)
- V la tension de cellule (V)

En raison des réactions faradiques à l'origine du stockage de l'énergie, les super condensateurs à base d'oxydes métalliques ont des durées de vie faibles. De plus leur utilisation nécessite un électrolyte aqueux [32] et les tensions d'utilisation sont donc limitées.

Partie bibliographique

b- Les super condensateurs à base de polymères conducteurs électroniques

Un polymère conducteur électronique peut recevoir un excès d'électrons par réduction (dopage négatif ; dopage-n) ou donner des électrons par oxydation (dopage positif ; dopage-p) (figure 12). Les polymères sont conducteurs car l'excès de charges peut être délocalisé sur la chaîne du polymère en raison de l'alternance des liaisons simple et multiple. Ce phénomène est réversible, les polymères conducteurs électroniques peuvent stocker des charges et les restituer c'est pourquoi ils sont intéressants pour l'application super condensateur. Les réactions suivantes (figure 12) présentent le dopage positif ou négatif de polymères.

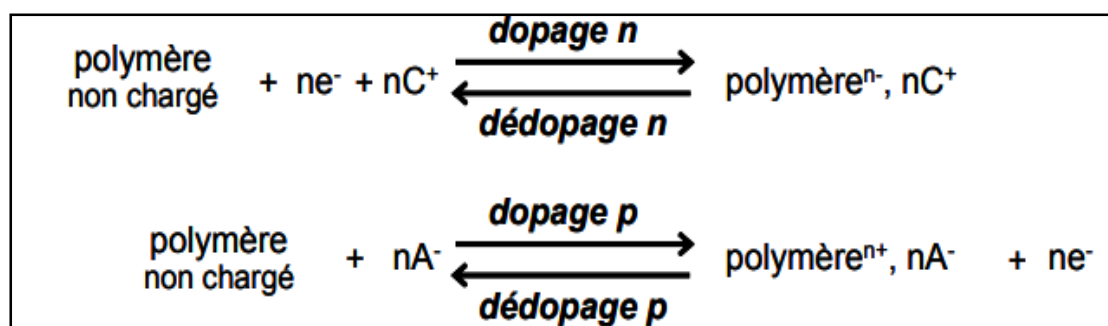


Figure 12 : Principe des dopages/dédopages positif et négatif des polymères conducteurs.

Le stockage des charges dans un super condensateur à base de polymères conducteurs est dû à des cycles de dopage/dédopage au sein du polymère. L'équilibrage des charges est obtenu par les contre-ions présents dans l'électrolyte. Les super condensateurs à double couche électrochimique (EDLC)

Leur mode de charge/décharge est l'adsorption réversible des ions à l'interface matière active/électrolyte. Les super condensateurs carbone/carbone sont des supers condensateurs à double couche électrochimique. Ce sont ces super condensateurs qui font l'objet de cette étude et ils sont étudiés en détail dans la suite de ce chapitre [33].

II.3.2 Les super condensateurs hybrides

Ces super condensateurs sont composés de deux électrodes dissymétriques : une électrode est de type capacitif et l'autre de type pseudo capacitif ou batterie. Ces super condensateurs essaient de tirer parti de chaque type de fonctionnement. L'électrode pseudo capacitive permet d'obtenir une grande densité d'énergie, l'électrode capacitif permet d'obtenir une grande densité de puissance [34].

Partie bibliographique

II.4 Fonctionnement des super condensateurs Coron capacitif

Les super condensateurs sont constitués de deux électrodes de carbone déposées sur des collecteurs de courant métalliques, entre lesquels un séparateur poreux assure l'isolation électronique. Le tout est immergé dans un électrolyte dans lequel les ions assurent la continuité électrique. La majorité des électrolytes sont constitués d'ions dissous dans un solvant liquide, et bien que des électrolytes solides puissent être utilisés. Lors de la polarisation du super condensateur, les anions et les cations sont adsorbés à la surface des électrodes positives et négatives respectivement, comme le montre la Figure 13, et structurent la double couche électrochimique. Plutôt que des électrodes planes, les super condensateurs mettent en jeu des matériaux de très grandes surfaces spécifiques, la densité d'ions à la surface des carbones donne des capacités de double couche électrochimique par unité de surface en fonction de l'électrolyte utilisé. Par conséquent, les capacités spécifiques sont atteintes. L'absence de réactions redox des super condensateurs leur permet de se charger et se décharger de manière réversible pendant un nombre quasi illimité de cycles [35].

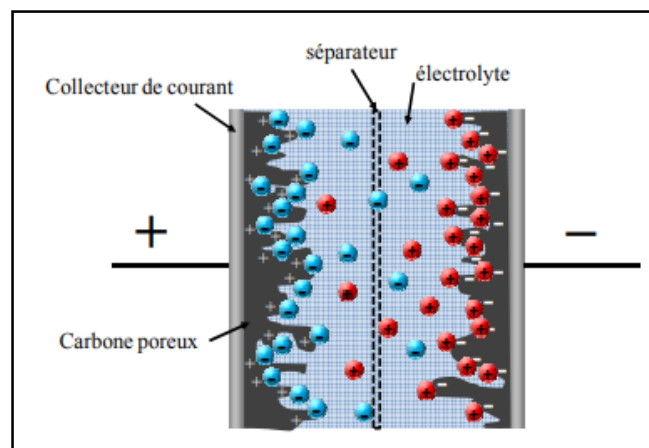


Figure 13 : Représentation schématique d'un super condensateur chargé.

Energie et puissance spécifiques

Outre leur capacité, les super condensateurs sont caractérisés par leur densité d'énergie et leur puissance spécifique. La densité d'énergie maximale est définie par l'équation 5 :

$$W_{max} = \frac{1000}{2 \times 3600 \times m} \cdot C \cdot (\Delta E_{max})^2 \quad (5)$$

Avec :

- W_{max} la densité d'énergie maximale stockée (Wh.Kg⁻¹) ;

Partie bibliographique

- C la capacité spécifique du super condensateur (F.g⁻¹) ;
- ΔE_{max} La tension maximale de fonctionnement (V) ;
- m la masse du super condensateur (kg).

La puissance spécifique maximale du super condensateur est calculée à partir de :

$$P_{max} = \frac{(\Delta E_{max})^2}{4 \times R \times m} \quad (6)$$

Avec R la résistance série équivalente du super condensateur (Ω).

Ces deux équations définissent les performances du super condensateur sur le diagramme de Ragone. On remarque dans les deux précédentes équations que l'énergie et la puissance spécifiques maximales dépendent toutes deux du carré de la tension maximale. Ce paramètre est donc primordial pour augmenter les performances de ces systèmes.

La tension de la cellule est limitée par la fenêtre de stabilité électrochimique de l'électrolyte. Il est donc nécessaire d'utiliser des électrolytes possédant un domaine d'électro-activité le plus grand possible, pour augmenter à la fois énergie et puissance. La puissance, principale caractéristique d'un super condensateur, est inversement proportionnelle à la résistance série équivalente de la cellule. La résistivité électrique des matériaux d'électrode utilisés, la résistance de contact avec les collecteurs de courant, la résistivité ionique de l'électrolyte contribuent à la résistance globale du super condensateur et doivent donc être diminuées pour optimiser la puissance spécifique. La densité d'énergie dépendant de la capacité des matériaux d'électrode, beaucoup d'efforts sont entrepris afin de développer des carbones de grande surface plus capacitifs ainsi que de nouveaux matériaux comme des oxydes pseudo capacitifs, détaillés plus loin.

Un compromis est alors à trouver entre densité de puissance et densité d'énergie, car l'augmentation d'un paramètre entraîne irrémédiablement la diminution de l'autre. Tout l'enjeu est donc d'augmenter la densité d'énergie (puissance) sans sacrifier la densité de puissance (énergie) [36].

II.5 Electrolyte

La puissance maximale que peut fournir une source d'énergie électrique dépend directement de sa résistance interne. Dans le cas des super condensateurs, cette dernière est composée de

Partie bibliographique

deux termes, l'un associé à la conduction électronique et donc dépendant de la qualité électrique des électrodes, et l'autre associé à la conduction ionique. Ce second terme, dans lequel intervient la conductivité de l'électrolyte, ainsi que l'aptitude des ions à migrer plus ou moins aisément dans la porosité de l'électrode jusqu'à la couche double, est par conséquent essentiellement lié aux caractéristiques de l'électrolyte, telles que :

- la concentration en porteurs de charge libres (fonction de la solubilité du sel dans le solvant, et du taux de dissociation du sel),
- la mobilité de ces porteurs (fonction de la viscosité du solvant et de la taille effective des ions en solution),
- la solvation des ions,
- la valence des ions.

Rappelons de plus que la densité d'énergie des super condensateurs dépend fortement de leur tenue en tension, paramètre étroitement lié à la stabilité électrochimique du solvant électrolytique. C'est le second critère, majeur, guidant le choix des électrolytes utilisés dans la fabrication des super condensateurs. Ainsi trouve-t-on deux types d'électrolyte pour super condensateurs [37, 38] :

- les électrolytes aqueux, tels que l'acide sulfurique ou la potasse,
- les électrolytes organiques, tels que le carbonate de propylène.

II.6 Séparateur

La construction des super condensateurs fait également intervenir une membrane isolante poreuse, donc conductrice ionique, séparant les deux électrodes imprégnées d'électrolyte. Généralement, on utilise des séparateurs en plastique permettant d'obtenir des épaisseurs et des porosités variables. D'autres matériaux sont aussi employés, comme le polypropylène, le celgard ou le papier cellulosique avec fibres polymères de renfort. Élément indispensable pour le fonctionnement correct des super condensateurs, le séparateur introduit un terme supplémentaire, dépendant de son taux de porosité, dans la résistance totale du composant [39].

II.7 La matière active

Il est nécessaire d'utiliser une électrode non polarisable, électriquement conductrice et possédant une grande surface spécifique afin d'atteindre des capacités élevées. Le carbone est

Partie bibliographique

un matériau dont il est facile de développer la porosité grâce aux différentes structures carbonées existantes (sp², sp³...). Il est également bon conducteur électronique et stable électrochimiquement dans une large gamme de potentiel (~ 3 V). Par conséquent, le carbone sous différentes formes a été testé en tant qu'électrode pour les super condensateurs, y compris les nanotubes de carbone, les feuilles de graphène, les oignons de carbone, les fibres, les noirs de carbone, les carbones dérivés de carbures, ou les charbons actifs. Ces derniers sont majoritairement utilisés en tant que matière active dans les super condensateurs, car ils possèdent une surface spécifique très élevée, une conductivité électrique de l'ordre de 50 S.cm⁻¹, une bonne stabilité thermique, une excellente résistance à la corrosion pour un coût modéré [40].

Partie pratique

Partie pratique

I. Introduction

Les électrodes sont habituellement faites de matériaux conducteurs présentant des propriétés de polarisation particulières sur un large domaine de potentiel. Le choix de ces matériaux dépend d'un certain nombre de facteurs à savoir : le comportement électrochimique du matériau en présence de l'espèce à analyser, le domaine de potentiel accessible, la conductivité électrique, la stabilité mécanique, le courant résiduel, le coût, la disponibilité, La toxicité, etc.

Le charbon actif commercial (NC80) c'est la matière fondamentale utilisée dans cette étude.

Présentation et Caractéristiques des charbons actifs étudiés (NC80) :

La qualité d'un adsorbant dépend de ses caractéristiques physicochimiques. Le choix d'un support poreux est basé sur des critères intrinsèques du matériau.

Tableau 2: Présentation et Caractéristiques des charbons actifs étudiés (NC80) [41]

| | <u>carbonisation</u> | <u>activation</u> | <u>Indice CCl₄</u> | <u>Caractérisation</u> |
|-------------|----------------------|-------------------------------------|---|------------------------|
| <u>NC80</u> | T=850 °C | Par vapeur d'eau T=850 °C | Par la vapeur de tétrachlorure de carbone | Physico- chimique |

Analyses élémentaire

Tableau 3: Analyses élémentaires et pourcentage de cendres des charbons actifs [41]

| | %C | %H | %O | %N | %P | Cendres (% massique) |
|-------------|----|-----|-----|-------|------------------------|----------------------------|
| <u>NC80</u> | 90 | 0.9 | 4.9 | < 0,3 | n.d : non déterminé | 2.48 |

Partie pratique

Caractéristiques texturales des charbons actifs

Tableau 4: caractérisation texturale des charbons actif [41]

| Echantillon | Volume des ultramicropores | Volume des micropores V_{mic} cm^3/g | Distribution des mésopores (cm^3/g) | | | | Volume total des mésopores | Volume monocouche (BET) $V_{m,C6H6}$ cm^3/g | Surface spécifique (BET) $S_{BET, C6H6}$ m^2/g | Volume total cm^3/g |
|-------------|------------------------------|--|--|-----------|------------|-------------|----------------------------|---|--|--------------------------|
| | $V_{ultramicro}$ cm^3/g | | 2-3 nm | 3-5 nm | 5-10 nm | 10-50 nm | | | | |
| NC80 | 0 | 0,526 | 0,028 | 0,013 | 0,011 | 0,014 | 0,066 | 0,480 | 1326 | 0,592 |

Le but

Réactivé un charbon actif commercial afin de changer les fonctions surfaciques pour une application environnementale (préparation d'une électrode pour stoker l'énergie).

II. Préparation d'électrode par le charbonne actif commercial

II.1 Produit et Matériels

Tableau 5: produit et matériels utilisé

| Produit | matériels |
|---|---|
| <ul style="list-style-type: none"> - Charbonne actif commercial (NC80) - Acide HNO_3 6M - Eau distillée | <ul style="list-style-type: none"> • Balance électronique • Incubateur • Pompe de filtration • Bain ultrasonique • Broyeur • Tamiseur • Étuve, MEB, IR • Bécher, fiole à vide, pissette, poire micropipettes, papier filtre, pipette, erlenmeyer, PS • Papier aluminium, scotche aluminium |

Partie pratique

II.2 Méthode

II.2.1 Préparation de la matière première

Prendre 2g de charbon actif commercial NC80, répartir en deux parties (1g pour chaque partie), cette quantité est broyer dans broyeur pour une durée de 20 min ; puis tamisée afin d'obtenir une poudre.

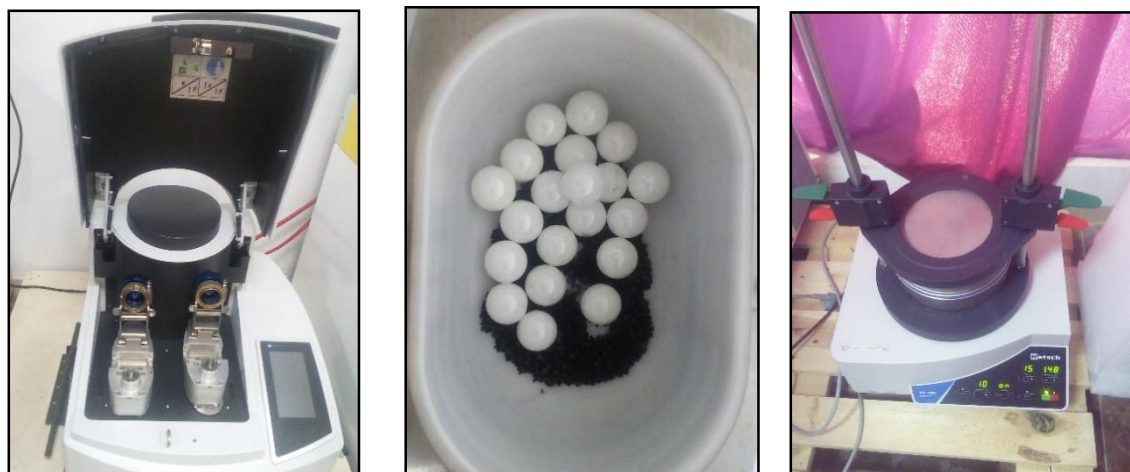


Figure 14: Appareil de broyage + Appareil de tamisage



Figure 15: NC80 poudrée

II.2.2 Acidification

L'Acidification est une réactivation chimique par l'acide. Dans cette étape on prend 1g de NC80 poudrée avec 10 ml de acide nitrique (HNO_3) et mettent dans un erlenmeyer dans un incubateur dans les conditions : (T=80°C, la vitesse : 300rpm) pendant une heure (1h).

Partie pratique

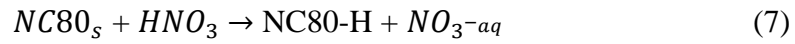


Figure 16: l'incubateur

II.2.3 Filtration et séchage

La Filtration a pour but de laver (laver NC80-H par l'eau) jusqu'à l'obtention de pH neutre de filtrat ; puis séchage de notre produit à 60°C dans une l'étuve.



Figure 17: la filtration et le séchage

II.2.4 Préparation de solution colloïdale

La solution colloïdale : mélange homogène

Partie pratique

Utilisation dans cette étape 10 mg de NC80-H séchage, 5ml d'eau distillé, appareil de bain ultrasonique et polystyrene.

Mélange la quantité de NC80-H séchage avec 5 ml de l'eau distillé, dans un petit tube puis mettent dans bain ultrasonique remplie à l'eau froide. Mettent le tube dans pièce de polystyrene (PS) pour éviter le contact entre le tube et mur de bain ultrasonique.

L'objectif de bain ultrasonique rompre les liens.



Figure 18: bain ultrasonique + solution colloïdale

II.2.5 Préparation d'électrode

Nous Utilisons dans cette étape des morceaux de verre, une vaseline, scotche aluminium, 1 ml de la solution colloïdale.

Verser goutte à goutte de solution colloïdale par à l'aide d'une pipette sur les morceaux de verre suivi par séchage dans l'étuve à 40°C afin d'obtenir un couleur noire à travers laquelle la lumière ne peut pas être vue.



Figure 19: électrode obtenu

Partie pratique

III. Caractérisation

La caractérisation est faite par :

- Le Voltamétrie cyclique ;
- FT-IR : spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ;
- MEB : la microscopie électronique à balayage

Le but de cette caractérisation à faire :

- Cycle volta métrique : pour caractériser l'électrode et déterminer leur capacité de stockage.
- FT-IR : pour déterminer les groupes fonctionnels.
- MEB : afin d'observation précisément à l'intérieur de surface d'électrode et de déterminer le type de pores.

IV. Résultats

Résultats de microscope électronique à balayage (MEB)

L'observation au microscope électronique à balayage (MEB) sur les deux surfaces d'électrode en charbon actif, avant et après l'acidification :

- Figure (21) : surface d'électrode prépare par NC80 avant l'acidification
- Figure (22) : surface d'électrode prépare par NC80 après l'acidification (NC80-H)

Partie pratique



Figure 20: Image de Microscopie électronique à balayage utilisé dans cette étude

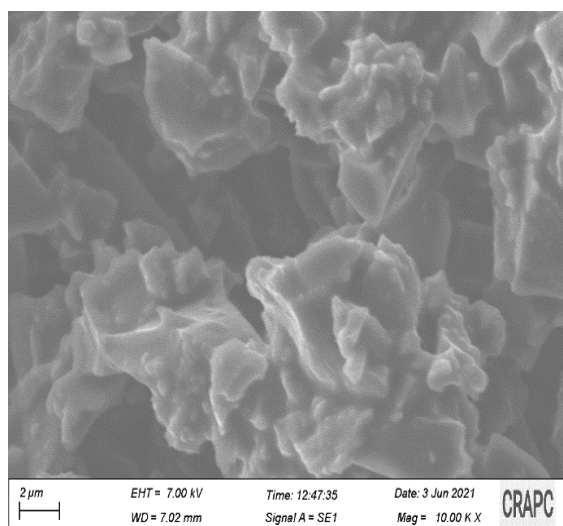


Figure 22: Images de microscopie électronique à balayage (MEB) de NC80 (Avant acidification)

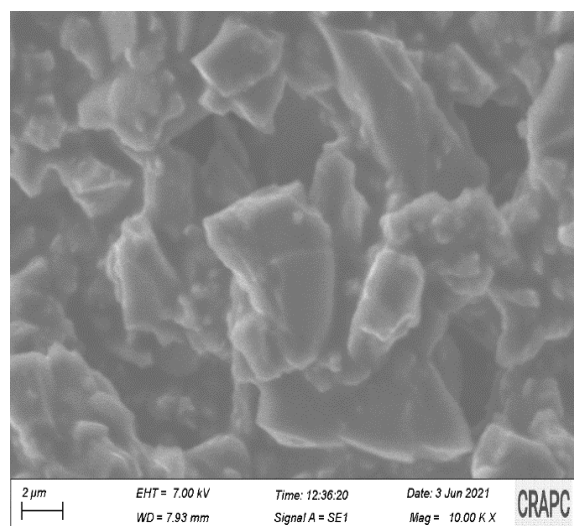


Figure 22: Images de microscopie électronique à balayage (MEB) de NC80-H (Après acidification)

La porosité des deux surfaces est très différente. Avant et après le processus d'acidification.

Résultat de spectre infra rouge (IR)

L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) a été faite au Laboratoire de Biogéochimie en Milieux Désertiques de notre Université Kasdi Merbah-Ouargla, les résultats d'analyse est illustrés par la figure et le tableau ci-dessous.

Partie pratique

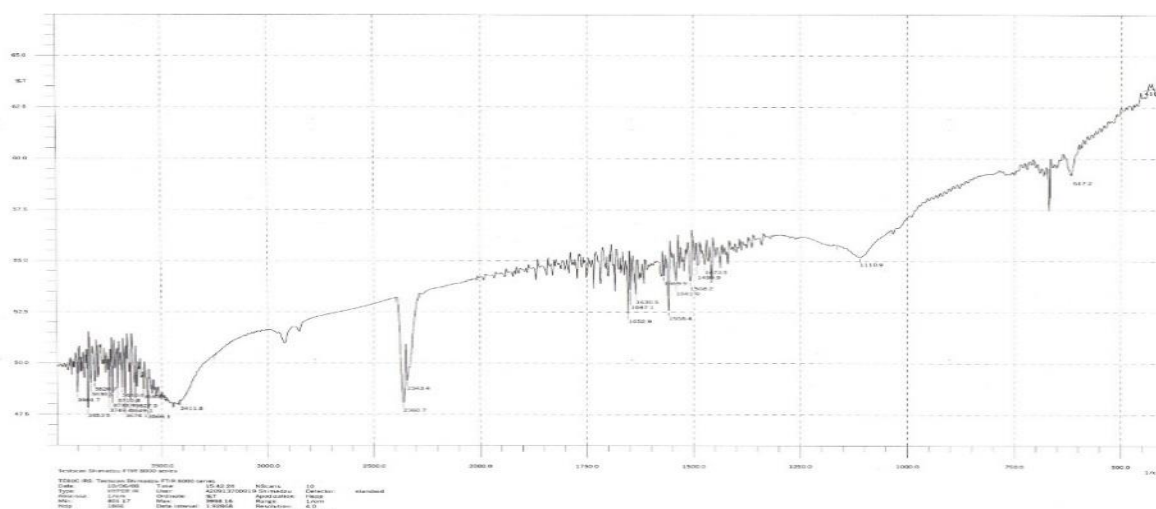


Figure 23: images de diagramme de spectre infrarouge (IR)

Tableau 6: caractéristique de charbon actif NC80 par infrarouge (IR)

| Charbon actif TE 80 | Caractéristiques de charbon actif TE 80 par la spectroscopie infrarouge (IR) | | | Références |
|-------------------------------|--|-----------------------|---|------------|
| | Nombres d'ondes (cm ⁻¹) | | Liaisons | |
| | Dans ce travail | Dans la bibliographie | | |
| Charbon actif commercial TE80 | 617,2 | | COH (vibration de valence d'OH) C=C (vibration de valence dans les cycles aromatiques) C=O (vibrations de valence dans C=O) C=O (vibrations de valence dans quinines) C=C (vibration de valence dans les cycles aromatiques) CH ₂ O-H (vibration de valence dans les alcools et phénols) | [42-44] |
| | 663,4 | | | |
| | 1110,9 | 1118 | | |
| | 1473,5 | 1507 | | |
| | 1490,9 | 1558 | | |
| | 1508,2 | 1648 | | |
| | 1558,4 | 1650-1500 | | |
| | 1647,1 | 2850 | | |
| | 1652,9-1508,2 | 3650-3200 | | |
| | 2360,7-2343,4 | | | |
| | 2846,1 | | | |
| | 2903,8 | | | |
| 3649,1-3411,8 | | | | |
| 3901,7-3674,1 | | | | |

Conclusion Générale

Les charbons actifs sont des produits adsorbants, ayant une structure poreuse. Dans la plupart des charbons actifs, on retrouve généralement au niveau des surfaces des hétéroatomes (oxygène, hydrogène, chlore, azote etc.) qui forment sur ces dernières des fonctions.

Ces diverses fonctions jouent un rôle très important lors de l'adsorption, particulièrement pendant la chimisorption car selon leur nature et leur nombre, elles déterminent les aspects qualitatif et quantitatif de l'adsorption. Elles peuvent être de quatre types : acides, basiques, neutres ou polaires. Les méthodes de caractérisation des charbons actifs sont diverses ; on peut citer entre autres : la titration directe, les méthodes polarographiques, la méthylation, les analyses élémentaires, l'infrarouge (IR) les réactions acido-basiques, les décompositions thermiques, les rayons X, la colorimétrie, etc.

Notre objectif est de réactiver un charbon actif commercial afin de changer les fonctions surfaciques pour une application environnementale.

On a réussi de préparer une électrode électrochimique issu d'un charbon actif commercial afin de stocker l'énergie.

La caractérisation a été faite par :

- La microscopie électronique à balayage pour voir la structure poreuse ;
- Par spectroscopie infrarouge à transformation de fourrier pour le but de voir les groupes fonctionnels majoritaires ;
- Par : Cycle volta métrique : pour caractériser l'électrode et déterminer leur capacité de stockage ; chose n'est pas fait malheureusement.

Malgré la modestie des moyens utilisés, les résultats obtenus permettent de dégager une évidence que l'on ne saurait occulter : nous pouvons fabriquer aujourd'hui une électrode à base d'un charbon actif commercial NC 80.

Notre contribution ouvre la voie à des investigations futures pour la valorisation des matériaux végétaux locaux en les exploitant dans le domaine de stockage d'énergie (fabrication des électrodes) et l'épuration des eaux usées par le procédé électrochimique comme l'oxydation avancée, étant donné que ces derniers sont très utiles pour minimiser le degré de pollution et aussi dans la purification des effluents industriels et de protection de l'environnement d'une manière générale.

Références bibliographiques

- [1] M.M. Lyman et J.E. Klidruff, J. Chem. Educ, 72(1), 80, 1995.
- [2] C. Fisher, Caractérisation des charbons actifs destinés à la potabilisation de l'eau, Rapport de stage IUT, mesures physiques de Creteil Cirad – Foret, 1994.
- [3] R. Pavie, De nouveaux développements dans l'utilisation du charbon actif en poudre pour le traitement de l'eau potable ; eau, industrie, les nuisances, J. de chimie physique, Ceca - SA, PP. 73 et 83-84, 108, 1987.
- [4] CEFIC (Conseil européen de l'industrie chimique), Méthodes de contrôle et d'évaluation des charbons actifs, 1991.
- [5] DEHCHAR, C. (2017). Développement d'électrodes modifiées à base de films minces électroactifs. Application à la détection électrocatalytique (Doctoral dissertation, Université Badji Mokhtar de Annaba).
- [6] Mene´ndez JA, Phillips J, Xia B, Radovic LR. On the modification and characterization of chemical surface properties of activated carbon: in the search of carbons with stable basic properties. Langmuir 1996 ; 12(18) :4404–10.
- [7] Guedidi, H. (2015). Préparation et modification de carbones activés pour l'adsorption de polluants organiques émergents: molécules pharmaceutiques et liquides ioniques, Université de Tunis El Manar.
- [8] Mr Mbaye GVEYE. SYNTHÈSE ET ÉTUDE DES CHARBONS ACTIFS POUR LE TRAITEMENT DES EAUX USEES D'UNE TANNERIE, International Institute for Water and Environmental Engineering
- [9] LENNTECH. [1]. Adsorption/Charbon actif. Available on.: <<http://www.Lenthech.com/Francais/adsorption.htm>>
- [10] LU Jinyan, ÉTUDE COMPARATIVE SUR LES CHARBONS ACTIFS, ECOLE NATIONALE DU GENIE RURAL DES EAUX ET DES FORETS ENGREF
- [11] LENNTECH. [2]. Charbon actif sous forme de poudre ou de grains. Available on: <[http://www.Lenntech.com/Francais/charbon actif-grain poudre.htm](http://www.Lenntech.com/Francais/charbon%20actif-grain%20poudre.htm)>

[12] CHEMVIRON. [updated 2004]. Activated carbons . Available on: <<http://www.chenvironcarbon.com/carbon/activatedcarbon.htm>>

[13] RICHARD Y., FIESSINGER F., 1970s. chapter 1 “ le choix du charbon ” ; chapter 3 “la régénération du charbon”. In : la technologie du traitement des eaux potables par le charbon actif granulé. Techniques et sciences municipales, N°7,8,9 et 10.

[14] Krou, N. J. (2010). Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques (Doctoral dissertation).

[15] Radovic, L.R., Moreno-Castilla, C., Rivera-Utrilla, J. (2000). Carbon materials as adsorbents in aqueous solutions. In: Radovic LR, editor. Chemistry and physics of carbon, Marcel Dekker: New York, 27, 227–405.

[16] Weber WJ, Morris JC. Kinetics of adsorption of carbon from solutions. J Sanit Eng Div Amer Soc Civ Eng 1963 ; 89(2):31–63

[17] Guedidi, H. (2015). Préparation et modification de carbones activés pour l'adsorption de polluants organiques émergents : molécules pharmaceutiques et liquides ioniques, Université de Tunis El Manar.

[18] PICA. PICA ACTIVATED CARBONS: A MATTER OF SKILL, AN INDUSTRIAL COMPANY FOCUSED ON ACTIVATED CARBONS.

[19] LENNTECH. [3] Régénération / Charbon actif

[20] RAVARINI P., 2004. Traitement des eaux de consommation --Adsorption (Charbon Actif). In : Gestion de l'eau dans la collectivité. Support du cours, Montpellier, ENGREF.

[21] LU Jinyan, ETUDE COMPARATIVE SUR LES CHARBONS ACTIFS, ECOLE NATIONALE DU GENIE RURAL DES EAUX ET DES FORETS ENGREF

[22] LENNTECH. [3] Régénération / Charbon actif.

[23] LU Jinyan, ETUDE COMPARATIVE SUR LES CHARBONS ACTIFS, ECOLE NATIONALE DU GENIE RURAL DES EAUX ET DES FORETS ENGREF

[24] LU Jinyan, ETUDE COMPARATIVE SUR LES CHARBONS ACTIFS, ECOLE NATIONALE DU GENIE RURAL DES EAUX ET DES FORETS ENGREF

[25] J.S. LAI, S. LEVY, M.F. ROSE, "High energy density double-layer capacitors for energy storage applications", Seventh Annual Battery Conference, IEEE AES Magazine, pp. 14-19, April 1992

[26] M.F. ROSE, C. JHONSON, T. OWENS, B. STEPHENS, "Limiting factors for carbon based chemical double-layer capacitors", Journal of Power Sources, Vol. 47, Fasc. 3, pp. 303-312, Switzerland, 1994

[27] J.F. FAUVARQUE, "Présentation générale des supercondensateurs à double couche électrochimique", Journées d'Etudes sur les Supercondensateurs, Paris, Février 19983

[28] <http://www.memoireonline.com> étude-et modelisation des super condensateur 6. Html

[29] <http://www.memoireonline.com> étude-et modelisation des super condensateur 6. Html

[30] Belhachemi, F. (2001). Modélisation et caractérisation des supercondensateurs à couche double électrique utilisés en électronique de puissance (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Lorraine-INPL).

[31] Energy, Basic Research Needs for Electrical Energy Storage - Report of the Basic Energy Sciences Workshop on Electrical Energy Storage (April 2007).

[32] Reddy R.N. and Reddy R.G.; Journal of Power Sources; 124 (2003) 330-337.

[33] Belhachemi, F. (2001). Modélisation et caractérisation des supercondensateurs à couche double électrique utilisés en électronique de puissance (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Lorraine-INPL).

[34] Belhachemi, F. (2001). Modélisation et caractérisation des supercondensateurs à couche double électrique utilisés en électronique de puissance (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Lorraine-INPL).

[35] Come, J. (2012). Caractérisation électrochimique de matériaux à insertion de Li pour supercondensateurs hybrides à haute densité d'énergie (Doctoral dissertation, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier).

[36] Come, J. (2012). Caractérisation électrochimique de matériaux à insertion de Li pour supercondensateurs hybrides à haute densité d'énergie (Doctoral dissertation, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier).

[37] M. TOURNOUX, R. DURAND, "Materiaux pour le stockage et la transformation électrochimique de l'énergie", Rapport de l'Institut des Matériaux de Nantes, pp. 40-42, Site Internet <http://www.cnrs.fr/Chimie/Programmes/Materiaux/MateriauxStockage.html>

[38] T. MORIMOTO, K. HIRATSUKA, Y. SANADA, K. KURIHARA, "Electric double-layer capacitor using organic electrolyte", *Journal of Power Sources*, Vol. 60, Fasc. 2, pp. 239-247, June 1996

[39] Park B.-O., Lokhande C.D., Park H.S., Jung K.D., Joo O.S.; *Journal of Power Sources*; 134 (2004) 148-152

[40] Come, J. (2012). Caractérisation électrochimique de matériaux à insertion de Li pour supercondensateurs hybrides à haute densité d'énergie (Doctoral dissertation, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier).

[41] Vagner, C. (2003). Caractérisation de surface d'adsorbants carbonés et étude des équilibres et cinétiques d'adsorption en phase gazeuse (Doctoral dissertation, Université Paul Verlaine-Metz

[42] C, J, Durán-Valle, M, Gómez-Corzo, J, Pastor-Villegas, V, Gómez –Serrano ; (2005) ; Study of cherry stones as raw material in preparation of carbonaceous adsorbents, *J, Anal, Appl, Pyrolysis* (73) 59–67.

[43] Artur P, Terzyk; (2001); The influence of activated carbon surface chemical composition on the adsorption of acetaminophen (paracetamol) in vitro, Part II, TG, FTIR, and XPS analysis of carbons and the temperature dependence of adsorption kinetics at the neutral pH, *Journal of Colloid and surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* (177) 23-45.

[44] A, C, Lua ; J, Guo ; (2001), Preparation and characterization of activated carbons from oil-palm stones for gas-phase adsorption, *Journal of Colloid and surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* (179), 151-162.