

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE



MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET
DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITÉ KASDI MERBAH OUARGLA
FACULTE DES SCIENCES APPLIQUEES
DÉPARTEMENT DE GÉNIE DES PROCÉDÉS

Mémoire

MASTER ACADÉMIQUE

Domaine : Sciences et Techniques

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des procédés d'environnement

Présenté Par :

ZAABAT Khadidja et BOUFEROUA Amira

Thème :

***Valorisation des noyaux de dattes (Ghars) dans
le domaine de traitement des eaux***

Soutenu publiquement le : 04/06/2025

Devant le jury composé de :

MOKHEBI Yasmina	MCA	Université d'Ouargla	Président
CHERRAYE Ridha	MCA	Université d'Ouargla	Examinateur
BENARIMA Abdelhakim	MCB	Université d'Ouargla	Encadrant

Année universitaire : 2024-2025

Dédicaces

À ceux qui m'ont soutenu tout au long de ce chemin.

À ma mère qui représente la lumière de notre existence.

*Je prie Dieu, le Tout-Puissant, de te préserver et de t'accorder santé,
longue vie et bonheur.*

*À mon père, ce travail est le fruit des sacrifices que tu as consentis
pour mon éducation et ma formation.*

*A mes sœurs et frère à qui je souhaite beaucoup de réussite et de
bonheur.*

*À mes chers oncles maternels et paternels, Je tiens à vous exprimer
toute ma reconnaissance et ma profonde gratitude pour votre soutien
indéfectible.*

À toute ma famille Zaabat, Benzine.

Mes amies fidèles, dans ce voyage si concret.

*À ma collègue et compagne Amira Bouferoua, qui a été un soutien
précieux pour moi dans la réalisation et l'achèvement parfait de ce
travail.*

*À tous ceux qui m'ont aidé dans ma carrière universitaire,
mes professeurs honorés, guides de mon destin,
et mon âme persévérante, mon appui certain,
Je dédie ce travail avec amour et gratitude.*

Car grâce à eux, mon rêve s'est réalisé avec plénitude.

Dédicaces

Je dédie cet ouvrage Au premier amour de ma vie, à celui qui a planté une lumière sur mon chemin avec sa détermination à mon défunt père, que Dieu lui fasse miséricorde, par la grâce duquel, après Dieu, je suis arrivé là où je suis maintenant. Il a toujours été un soutien pour moi et m'a donné de la force malgré sa maladie et sa fatigue jusqu'à son dernier souffle puissiez-vous rester une fierté éternelle et une prière qui n'est jamais rejetée.

Au ciel sous ses pieds, au battement du cœur et au contentement de l'âme, à celle qui n'a jamais lésiné sur les prières pour moi... Ma mère, source de tendresse. Ô Dieu, garde-la pour moi et protège-la de ton œil qui ne dort jamais.

À mes sœurs, l'amour de ma vie et ma joie BOUFEROUA MALAK ET BOUFEROUA CHAHINEZ Je vous souhaite du succès et de la joie dans la vie

À ma grand-mère, dont les prières ne me quittent jamais

À ma tante et mon oncle qui me soutiennent toujours

A ma chère amie et mon collègue Khadidja Zaabat, qui a partagé mon travail et m'a aidé moralement à terminer le travail malgré les circonstances difficiles.

À toutes les mains cachées qui ont contribué à ce succès

Amira

Remerciements

*Nous tenons à remercier avant tous **ALLAH** le tout puissant qui nous a donné la Santé, le courage, la volonté et la patience pour réaliser ce travail.*

Cette mémoire n'aurait pas pu être réalisée sans la contribution de nombreuses personnes que nous tiens à remercier par ces quelques lignes

*Nous remercions spécialement notre encadreur de mémoire Monsieur **Benarima Abdelhakim** Maître de conférences (B) au département de génie des procédés encadrement, votre disponibilité, votre conseil et pour la confiance que vous m'avaient témoigné tout au long de cette étude.*

*Nos sincères remerciements à monsieur **Charrey Ridha**, Doctorat à l'université d'Ouargla, et surveillant adjoint dans le travail pratique. Nos sincères remerciements à madame **Mokhebi Yasmine**, Doctore à l'université d'Ouargla,*

Pour des informations utiles et un bon suivi au laboratoire. Nous adressons nos remerciements à

- ***Kachirad Ali** Responsable des laboratoires à Génie Civile, les Responsables des laboratoires à la Faculté de Génie des procédés : **Zakait Zineb, Kharfi Houda, Bennacer Chaima**, Responsable des laboratoires de Centre de Recherche **Asma Ayachi Omar** ;*
- *Beggari Al-Ayach: Responsable des laboratoires à la Faculté de Biologie.*
- *Bachehi Mohamed Al-Azhar : Docteur à la Faculté de Physique.*
- *Ben Mabrouk Al-Azhar : Responsable des laboratoires de la spécialité Physique.*

Merci à tous.

ABSTRACT

ملخص

RÉSUMÉ

Abstract

In this study, we investigated the valorization of date pits (Ghars variety) as natural adsorbents for the treatment of water contaminated with phenol, a toxic and polluting organic compound. Four samples were prepared from the date pits using different treatment methods: raw (GB), chemically impregnated (GI), thermally calcined (GC), and impregnated-calcined (GIC). An experimental study was conducted to assess the effect of seven factors on the adsorption process: initial phenol concentration, adsorbent mass, solution volume, medium pH, temperature, contact time, and stirring speed. The results showed that the GC and GIC samples exhibited the highest adsorption capacities, with a maximum performance reaching 7.0969 mg/g for GC. The three most influential factors identified were pH, contact time, and adsorbent mass. To optimize the operational conditions, a Response Surface Methodology (RSM) was applied using a Box-Behnken Design (BBD). This approach allowed the development of a reliable mathematical model to determine the optimal conditions for the adsorption process.

Keyword:

Date pits, Phenol, Adsorption, Water treatment, Optimization, RSM, BBD.

ملخص

في هذا العمل، قمنا بدراسة نثمين نوى التمر (من صنف غرس) كميزات طبيعية لمعالجة المياه الملوثة بالفينول، وهو مركب عضوي ملوث وسام. تم تحضير أربعة عينات من نوى التمر وفق طرق معالجة مختلفة: خام (GB)، مشرب كيميائياً (GI)، مكرين حرارياً (GC)، ومشرب مكرين (GIC). تم إجراء دراسة لتقييم تأثير سبعة عوامل على عملية الامتزاز، وهي: التركيز الابتدائي للفينول، كتلة الممتز، حجم المحلول، الرقم الهيدروجيني للوسط، درجة الحرارة، زمن الإحتجاز، وسرعة الرج. أظهرت نتائج التحليل أن عينة GC و GIC أظهرتا أفضل قدرة على الامتزاز، حيث بلغت القيمة القصوى 7.0969 ملغ/غ للعينة GC وتم تحديد ثلاثة عوامل أكثر تأثيراً وهي: الرقم الهيدروجيني، زمن التلامس، وكتلة الممتز. ولتحسين شروط التشغيل، تم تطبيق منهجية سطح الاستجابة (RSM) باستخدام تصميم Box-Behnken، وقد سمحت هذه المقاربة بوضع نموذج رياضي موثوق لتحديد الشروط المثلى لعملية الامتزاز.

الكلمات المفتاحية :

نوى التمر، فينول، الامتزاز، معالجة المياه، تحسين، BBD, RSM.

Résumé

Dans ce travail, nous avons exploré la valorisation des noyaux de datte (variété Ghars) comme adsorbants naturels pour le traitement des eaux contaminées par le phénol qui un composant organique polluant et toxique. Quatre échantillons ont été préparés à partir des noyaux de datte selon différentes méthodes de traitement : brut (GB), imprégné chimiquement (GI), calciné thermiquement (GC) et imprégné calciné (GIC). Une étude a été menée pour évaluer l'effet de sept facteurs influent sur le processus d'adsorption : la concentration initiale en phénol, la masse de l'adsorbant, le volume de la solution, pH de milieu, la température, le temps de séjour et la vitesse d'agitation. L'analyse des résultats ont montré que les échantillons GC et GIC présentaient les meilleures capacités d'adsorption, avec une performance maximale atteint jusqu'à **7,0969 mg/g** pour GC. Les trois facteurs les plus influents identifiés étaient le **pH**, le **temps de séjour** et la **masse de l'adsorbant**. Pour optimiser les conditions opératoires mentionnés, une méthodologie de surface de réponse (RSM) a été appliquée, en utilisant un plan de Box-Behnken (BBD). Cette approche a permis d'établir un modèle mathématique fiable pour déterminer les conditions optimales du processus d'adsorption.

Mots clé :

Noyaux de datte, Phénol, Adsorption, Traitement des eaux, Optimisation, RSM, BBD.

Abréviations et Symbole

Q(t) : Quantité de soluté adsorbé au temps t

K: Constante cinétique

K_d : Constante de diffusion

Q_e : Quantité d'espèce adsorbée par masse de charbon actif (mg/g CA).

C_e : Concentration résiduelle de l'espèce en solution à l'équilibre (mg/L).

C₀ : Concentration initiale de l'espèce en solution (mg/L).

V : Volume de solution introduit au départ (L).

m_{CA} : Masse initiale de charbon actif (g).

K_f : Constante tenant compte de la capacité d'adsorption (L/g)

n_f : Constante tenant compte de l'intensité d'adsorption

Q_m : Quantité adsorbée à saturation (capacité d'une monocouche) (mg/g)

R_L : Facteur de séparation

pH: Potentiel hydrogène

PAC : Charbon actif en poudre

GAC : Charbon actif granulé

ACF : Fibres de charbon actif

Å : l'ångström

P_{ka} : Constante d'équilibre

GB : Grain Brute

GI : Grain Imprégnée

GC : Grain Carbonisée

GIC : Grain Imprégnée et Carbonisée

X_p : Taux d'imprégnation

FT-IR: Fourier Transform Infrared Spectroscopy

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

Ppm : Partie par million

UV : Ultra-violet

DO : Densité optique

λ max : Longueur d'onde du maximum

R² : Coefficient de corrélation

ANOVA : l'analyse of variance

DOE : Design of Expérimentes

RSM : Méthodologie de surface de réponse

BBD : Design Box-Behnken

SSA : Surface Spécifique area

A_m : Surface occupée par un atome

Q_m : Capacité maximale

N_A : Nombre d'Avogadro 6,022 x 10²³ entités par mole

Liste des figures

Figure	Titre	Page
Figure I.1	Palmier dattier	04
Figure I.2	Les composants du palmier dattier	06
Figure I.3	Racinaire de palmier dattier	07
Figure I.4	Les parties de feuille de palmier dattier	07
Figure I.5	Datte de palmier dattier	11
Figure II.1	Mécanisme du transport d'un adsorbant au sein d'un grain solide	20
Figure II.2	Classification des isothermes d'adsorption	22
Figure II.3	Représentera le charbon actif en poudre	28
Figure II.4	Représentera le charbon actif en granule	28
Figure II.5	Représenter le Fibres de charbon actif	29
Figure II.6	Représenter la zéolithe	29
Figure II.7	Gel de silice	30
Figure II.8	Alumines activées	31
Figure II.9	Représentation de la structure poreuse de charbon actif	35
Figure III.1	Courbe d'étalonnage	44
Figure III .2	Image graphique du Design Box-Behnken	48
Figure IV.1	Effet de concentration d'équilibre sur l'adsorption	53
Figure IV.2	Effet de concentration initiale sur l'adsorption	54
Figure IV.3	Effet de masse d'adsorbant sur l'adsorption	55
Figure IV.4	Effet de volume sur l'adsorption	55
Figure IV.5	Effet de température sur l'adsorption	56
Figure IV.6	Effet de temps de séjours sur l'adsorption	57
Figure IV.7	Effet de vitesse d'agitation sur l'adsorption	57
Figure IV.8	Effet de pH sur l'adsorption	58
Figure IV.9	Modèle d'adsorption de Langmuir	58

Figure IV.10	Modèle d'adsorption de Freundlich	59
Figure IV.11	Spectre FT-IR du charbon actif GC	60
Figure IV.12	Spectre FTIR du charbon actif GI	60
Figure IV .13	Spectre FTIR du charbon actif GIC	60
Figure IV.14	Spectre FTIR du charbon actif GB	60
Figure IV.15	MEB du charbon actif GC	60
Figure IV.16	MEB du charbon actif GI	60
Figure IV.17	MEB du charbon actif GIC	60
Figure IV.18	MEB du charbon actif GB	60
Figure IV.19	Diagramme de surface de réponse montrant l'effet de la masse de l'adsorbant et du temps de séjour sur la quantité d'adsorption.	61
Figure IV.20	Diagramme de surface de réponse montrant l'effet du temps et le pH de séjour sur la quantité d'adsorption	62
Figure IV.21	Diagramme de surface de réponse montrant l'effet de pH et la masse d'adsorbant sur la quantité d'adsorption.	62

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Tableau I.1	Classification de palmier dattier	04
Tableau I.2	Type et caractéristiques de datte	12
Tableau II.1	La déférence entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique	18
Tableau II.2	les modèles cinétiques	19
Tableau II.3	Classification de porosité	35
Tableau III .1	Propriété de L'acide nitrique	41
Tableau III.2	Les étapes de l'imprégnation et carbonisation	42
Tableau III.3	Propriétés chimiques et propriétés physiques du phénol	43
Tableau III.4	Propriétés chimiques et propriétés physiques du phénol	45
Tableau III.5	Niveaux de conception expérimentale pour divers paramètres	49
Tableau III.6	La matrice de design Box – Behnken	49
Tableau IV .1	Perte de masse « Burn-off »	52
Tableau IV .2	Les airs couvrent par le phénol	54
Tableau IV .3	Analyse de la variance du modèle quadratique de surface de réponse pour la quantité d'adsorption	63
Tableau IV.4	Conditions maximales, valeur prédite et expérimentale de quantité d'adsorption	64
Tableau IV.5	Conditions optimales, valeur prédite et expérimentale de quantité d'adsorption.	64

Table des matières

<i>Dédicaces</i>	I
<i>Dédicaces</i>	II
<i>Remerciements</i>	III
<i>RÉSUMÉ</i>	IV
<i>Abstract</i>	V
<i>ملخص</i>	VI
<i>Résumé</i>	VII
<i>Abréviations et Symbole</i>	VIII
<i>Liste des figures</i>	X
<i>Liste des tableaux</i>	XII
<i>Introduction générale</i>	1
Chapitre I : Généralités sur les palmiers et les dattiers	
I.1 Introduction :	4
I.2 Le palmier dattier :	4
I.2.1 Classification du palmier dattier :	5
I.2.2 Description de palmier dattier :	5
I.2.2.1 le système racinaire :	6
I.2.2.2 le système végétatif :	7
I.2.2.3 L'organe reproductif :	8
I.2.3 Exigences du palmier dattier :	8
I.2.3.1 Exigences climatiques :	8
I.2.3.2 Exigences édaphiques :	8
I.2.3.3 Exigences hydriques :	9
I.2.4 Culture et répartition géographique du palmier dattier :	9
I.2.4.1 Dans le monde :	9
I.2.4.2 En Algérie :	10
I.3 Datte :	10
I.3.1 Description de la datte :	10
I.3.2 Classification des dattes :	11
I.3.2.1 Dattes molles :	11
I.3.2.2 Dattes demi-molles :	11
I.3.2.3 Dattes séchées :	11
I.3.3 Variétés des dattes :	11
I.3.4 Composition biochimique de la datte :	12
I.3.4.1 Composition biochimique de la pulpe :	12
I.3.4.2 Composition biochimique du noyau :	13
I.3.5 Production de dattes :	13
I.3.5.1 Dans le monde :	13
I.3.5.2 En Algérie :	13
I.3.6 Technologies de transformation de la datte :	14
I.3.7 Valorisation des sous-produits de Datte :	14
I.4 Conclusion :	15

Chapitre II : Généralité sur l'adsorption et les adsorbants

II.1 Introduction.....	17
II.2 L'adsorption.....	17
II.2.1 Définition d'adsorption.....	17
II.2.2 Les types d'adsorptions.....	17
II.2.2.1 La physisorption.....	17
II.2.2.2 La chimisorption.....	18
II.2.3 Cinétique d'adsorption.....	18
II.2.4 Mécanismes d'adsorptions.....	20
II.2.5 Les isothermes d'adsorptions.....	21
II.3.2 Les types d'adsorbants.....	27
II.3.2.1 Le charbon actif.....	27
II.3.2.2 La zéolithe.....	29
II.3.2.3 Gel de silice.....	30
II.3.2.4 Les alumines activées.....	30
II.3.2.5 Adsorbants à base de polymères.....	31
II.3.3 Critères de choix d'adsorbant.....	31
II.3.4 Les propriétés charbon actifs.....	34
II.3.4.1 Propriétés physique.....	34
II.3.4.2 Propriétés chimiques :.....	35
II.3.5 La préparation du charbon actif.....	35
II.3.5.1 La Pyrolyse.....	35
II.3.5.2 L'activation.....	36
II.3.6 Régénération du charbon actif.....	36
II.4 Conclusion.....	37
Matériels et Méthodes.....	38

Chapitre III : Matériels et méthodes39

III.1 Préparation de charbon actif.....	39
III.1.1 Echantillonnage.....	39
III.1.2 Prétraitement de matière première.....	39
III.1.2.1 Lavage :.....	39
III.1.2.2 Séchage :.....	40
III.1.2.3 Broyage :.....	40
III.1.2.4 Tamisage :.....	40
III.1.3 Imprégnation et Carbonisation.....	40
III.1.3.1 Imprégnation.....	40
III.1.3.2. Carbonisation.....	41
III.1.3.3. Mode de préparation.....	41
III.2. Caractérisation des charbons actifs par leur capacité d'adsorption du phénol et par FT-IR et MEB.	42
III.2.1 Caractérisation des charbons actifs par leur capacité d'adsorption du phénol.....	42
III.2.1.1. Préparation de la solution du phénol.....	44
III.2.1.2. Spectrophotomètre UV-Visible.....	44
III.2.1.3. Courbe d'étalonnage.....	44
III.2.1.4. Etude de l'Effet des différents facteurs sur la capacité d'adsorption.....	45

III.2.2. Caractérisation des charbons actifs par FT-IR et MEB.....	45
III.2.2.1 Spectrométrie infrarouge FT-IR.....	45
III.2.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	46
III.3 Modélisation et optimisation de la capacité du charbon actif sur l'adsorption du phénol.....	47
III.3.1 Définition.....	47
III.3.2 Objectif.....	47
III.3.3 Méthode d'optimisation :.....	47
III.3.3.1 Plan d'expériences :.....	47
III.3.3.2 La méthodologie de surface de réponse (RSM) :.....	47
III.3.3.3 Design Box-Behnken (BBD):.....	48
III.3.3.4 Conception expérimentale.....	48
III.3.3.5 Analyse des données.....	49
Chapitre IV : Résultats et discussions	
IV.1 Préparation l'adsorbant.....	52
IV.2 Caractérisation des charbons actifs par leur capacité d'adsorption du phénol et par FT-IR et MEB	52
IV.2.1 Caractérisation des charbons actifs par leur capacité d'adsorption du phénol.....	52
IV.2.1.1 Isotherme d'adsorption.....	52
IV.2.1.2 La surface spécifique.....	53
IV.2.1.3 Etude de l'Effet des différents facteurs sur la capacité d'adsorption.....	54
IV.2.1.3.1 L'effet de concentration initiale sur la quantité d'adsorption.....	54
IV.2.1.3.3 L'Effet le volume sur la quantité d'adsorption.....	55
IV.2.1.3.4 L'Effet la température sur la quantité d'adsorption.....	56
IV.2.1.3.5 L'effet du temps de séjour sur la quantité d'adsorption.....	56
Les échantillons GC et GIC ont enregistré que plus le temps de rétention était long, plus la quantité était élevée.....	57
IV.2.1.3.6 L'Effet de la vitesse d'agitation sur la quantité d'adsorption.....	57
IV.2.1.3.7 L'Effet de pH sur la quantité d'adsorption.....	58
IV.2.1.4 Le modèle d'adsorption de Langmuir.....	58
IV.2.1.5 Le modèle d'adsorption de Freundlich.....	59
IV.2.2 Caractérisation des charbons actifs par FT-IR et MEB.....	59
IV.2.2.1 Caractérisation des charbons actifs par FT-IR.....	59
IV.2.2.2 Caractérisation des charbons actifs par MEB.....	60
IV.3 Modélisation et optimisation de la quantité d'adsorption.....	61
IV.3.1 Analyse de la surface de réponse de la quantité d'adsorption :.....	61
IV.3.2 Analyse de la variance du modèle de quantité d'adsorption :.....	63
IV.3.3 Montage du modèle de quantité d'adsorption :.....	63
IV.4 Validation du modèle de quantité d'adsorption :.....	64
<i>Conclusion générale</i>	66
<i>Références bibliographiques</i>	68
<i>Annexes</i>	76

Introduction
Générale

Introduction générale

L'eau est une ressource essentielle à la vie sur Terre, jouant un rôle crucial non seulement dans l'hydratation des êtres vivants, mais aussi dans divers processus écologiques, économiques et sociaux. Cependant, la qualité de l'eau est une préoccupation mondiale croissante en raison de la pollution, de la surexploitation des ressources et des changements climatiques. Ce contexte met en lumière le problème de l'eau, qui affecte à la fois les pays en développement et les nations industrialisées. [1-3]

Le problème de l'eau se manifeste à plusieurs niveaux. Sur le plan quantitatif, des millions de personnes dans le monde n'ont pas accès à une eau potable sécurisée, ce qui entraîne des conséquences graves pour la santé publique. Sur le plan qualitatif, les sources d'eau sont souvent contaminées par des polluants chimiques, biologiques et physiques, réduisant leur potabilité. La gestion de l'eau est donc devenue un enjeu crucial, nécessitant des solutions pragmatiques et durables. [4-6]

Pour faire face à ces défis, divers traitements des eaux ont été développés. Parmi ces méthodes, le traitement par adsorption, utilisant principalement le charbon actif, se distingue par son efficacité et sa polyvalence. Le charbon actif, en raison de sa grande surface spécifique et de sa capacité d'adsorption, est capable de retirer une large gamme de contaminants présents dans l'eau, tels que les produits chimiques organiques, les métaux lourds et certains agents pathogènes. [7,8]

Le charbon actif est un matériau carboné, généralement produit par la carbonisation de matières organiques (comme le bois ou le charbon minéral) suivie d'un processus d'activation. Cette activation augmente la porosité du charbon, permettant ainsi d'optimiser ses propriétés adsorbantes. Le charbon actif est largement utilisé dans le traitement des eaux potables, les systèmes de purification à domicile, ainsi que dans des applications industrielles, en tant que solution incontournable pour améliorer la qualité de l'eau. [9,10]

L'objectif de ce travail consiste à la préparation et la caractérisation d'un charbon actif à partir de noyaux de dattes, avec la détermination des conditions optimales d'élimination de phénol par processus d'adsorption en appliquant la méthodologie de surface de réponse (RSM) basée sur le design Box-Behnken (BBD).

Notre travail est réparti comme suit :

Une introduction générale suivie de quatre chapitres constituant ce manuscrit.

Le premier chapitre présente un rappel des principales données bibliographiques sur les palmiers et les dattiers.

Le deuxième chapitre présente une synthèse bibliographique sur l'adsorption et l'adsorbant.

Le troisième chapitre est consacré aux expériences effectuées, à leurs modes opératoires ainsi qu'aux matériels utilisés dans chaque expérience.

Les résultats de nos expériences sont présentés sous forme de tableaux et de graphiques dans le dernier chapitre, suivis de discussions et d'interprétations, puis d'une conclusion générale.

Enfin, la présente mémoire est achevée par une liste des références bibliographiques et des annexes.

Chapitre I :
Généralités sur
Les palmiers et les dattiers



Chapitre I : Généralités sur les palmiers et les dattiers

I.1 Introduction :

Le palmier dattier « *Phoenix dactylifera* L », tire son nom du mot « Phoenix » qui désignait le dattier chez les Phéniciens, tandis que « dactylifera » dérive du grec « dactylos » signifiant doigt, en référence à la forme allongée des fruits appelés dattes. [11]

I.2 Le palmier dattier :

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est une plante monocotylédone appartenant à la famille des Arécacées, sous-famille des Coryphoideae. Cette espèce est typique des régions arides et semi-arides d’Afrique du Nord, du Moyen-Orient ainsi que de certaines parties de l’Asie du Sud-Ouest. Elle occupe une place centrale dans les systèmes agricoles, notamment dans les oasis sahariennes où elle constitue la strate arborée dominante. En créant un microclimat favorable, le palmier dattier facilite la culture d’espèces sous-jacentes telles que les arbres fruitiers, les légumes, les plantes fourragères et les céréales, devenant ainsi l’élément clé de l’agriculture dans ces environnements désertiques. [12,13]



Figure I.1 : Le palmier dattier. [14]

I.2.1 Classification du palmier dattier :

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est une plante monocotylédone appartenant à la famille des Arécacées. Le tableau suivant présente sa classification taxonomique complète, du règne jusqu'à l'espèce.

Tableau I.1 : Classification de palmier dattier. [15,16]

Rang taxonomique	Classification
Règne	Plantae
Division	Magnoliophyta
Classe	Liliopsida (monocotylédones)
Ordre	Arecales
Famille	Arecaceae (Arécacées)
Sous-famille	Coryphoideae
Genre	Phoenix
Espèce	<i>Phoenix dactylifera</i> L., 1753

I.2.2 Description de palmier dattier :

Le palmier dattier est un arbre majestueux caractéristique des oasis et régions arides, reconnaissable à son stipe (faux-tronc) élancé pouvant atteindre 30 mètres de haut, marqué par les cicatrices des anciennes palmes. Ses longues feuilles pennées, mesurant 4 à 7 mètres, forment une couronne dense au sommet. Cette espèce dioïque produit des inflorescences distinctes : les pieds mâles portent des fleurs à pollen, tandis que les femelles donnent naissance à des régimes de dattes, fruits oblongs sucrés très nutritifs. Doté d'un système racinaire profond, le palmier dattier présente une remarquable adaptation aux conditions désertiques, tolérant la sécheresse, les sols salins et des températures extrêmes (jusqu'à 50°C). Cultivé depuis l'Antiquité, il fournit non seulement des fruits, mais aussi du bois, des fibres et des matériaux pour l'artisanat, jouant un rôle écologique et économique vital dans les zones arides. [17]

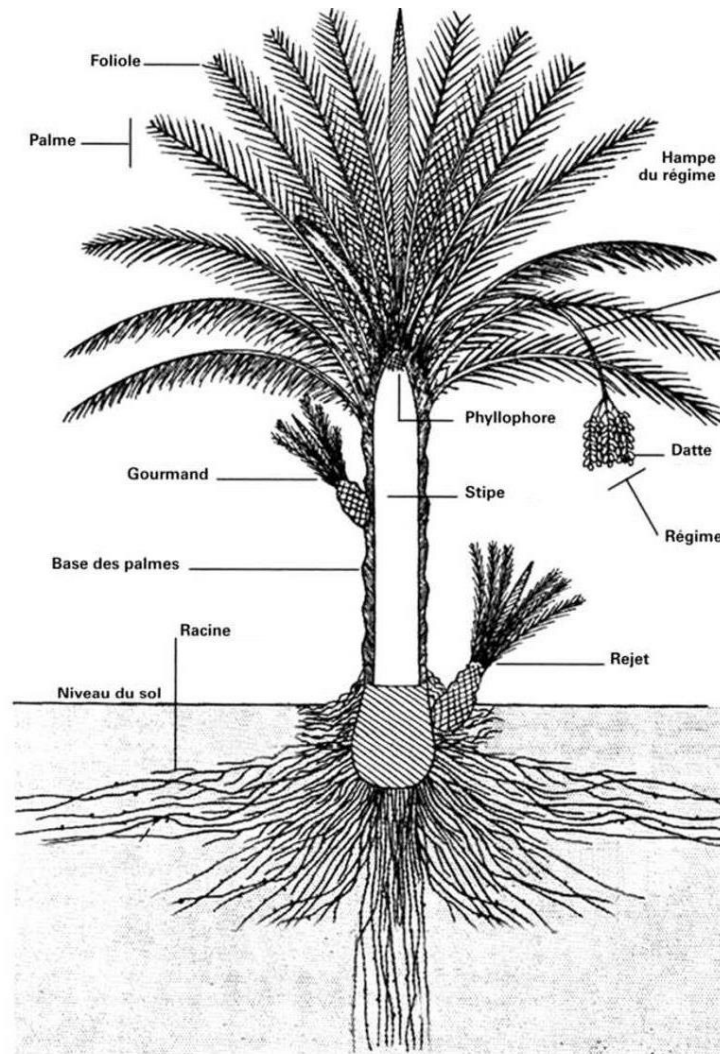


Figure I.2 : les composants du palmier datte. [18]

I.2.2.1 le système racinaire :

Le système racinaire du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est de type fasciculé, composé de plusieurs racines principales peu ramifiées et comportant relativement peu de radicelles fines. Certaines de ces racines émergent partiellement au-dessus du sol, formant un bulbe racinaire ou plateau visible jusqu'à une profondeur d'environ 50 cm.

L'architecture racinaire se structure en plusieurs ordres topologiques :

- Racines primaires (premier ordre)
- Racines secondaires (deuxième ordre)
- Racines tertiaires (troisième ordre)
- Racines quaternaires (quatrième ordre)

Au cours de la phase juvénile, qui s'étend de la naissance à environ six mois, sept types distincts de racines se développent progressivement, avec des taux de croissance et des

diamètres variables selon le type. La vitesse d'allongement des racines primaires est d'environ 0,18 cm par jour, une valeur comparable à celle des racines secondaires. [19]



Figure I.3 : Racinaire de palmier dattier. [20]

I.2.2.2 le système végétatif :

Le système végétatif du palmier dattier se compose principalement de trois parties : un système racinaire fasciculé très développé, un tronc appelé stipe, et une couronne de feuilles appelées palmes. Le système racinaire est constitué de faisceaux de racines peu ramifiées, avec un bulbe racinaire volumineux en partie émergé au-dessus du sol, comprenant différents types de racines (respiratoires, nutritionnelles, d'absorption et pivotantes). Le stipe est un axe cylindrique vertical, non ramifié, dont le diamètre reste constant (30 à 40 cm) sur toute la hauteur, qui peut dépasser 20 mètres. Il est formé de faisceaux libéroligneux reliant chaque racine à une palme et porte les cicatrices des anciennes feuilles. La couronne regroupe de 50 à 200 palmes pennées, longues de plusieurs mètres, qui assurent la photosynthèse intense nécessaire à la production de dattes. Ce système végétatif est adapté aux conditions chaudes et lumineuses des zones de culture, favorisant une croissance continue et une production fruitière importante. [21]

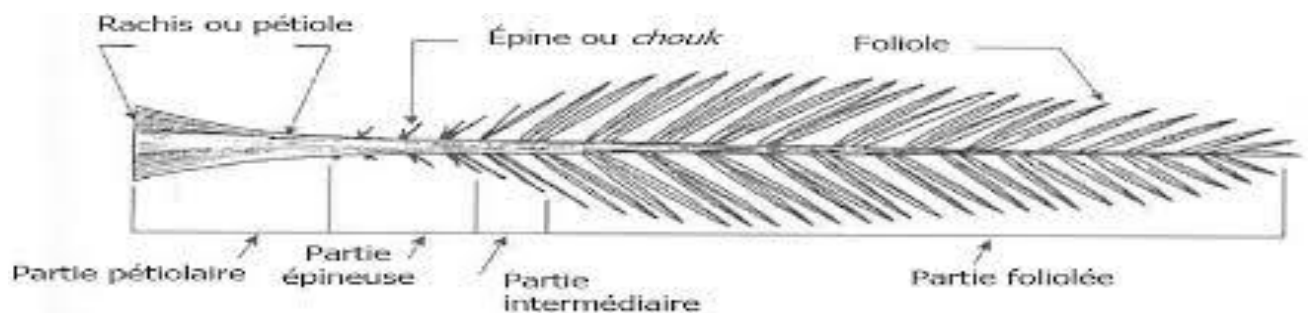


Figure I.4 : les parties de feuille de palmier dattier. [22]

I.2.2.3 L'organe reproductif :

L'organe productif du palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) se manifeste différemment selon le sexe de l'arbre, car cette espèce est dioïque. Chez le palmier femelle, l'organe productif est l'inflorescence femelle (ou régime floral), composée de fleurs à ovaire supère qui, une fois pollinisées, se transforment en dattes. Ces fleurs, regroupées en grappes serrées, donnent naissance aux régimes fructifères pouvant porter plusieurs centaines de fruits. Chez le palmier mâle, l'organe productif est l'inflorescence mâle, qui produit du pollen en abondance grâce à ses étamines. En culture, la pollinisation est souvent assistée par l'homme : on prélève des régimes mâles pour secouer le pollen près des fleurs femelles, assurant ainsi une fructification optimale. Sans cette intervention, les fleurs femelles avortent, ce qui empêche la formation des dattes. Ainsi, la productivité du palmier dattier dépend étroitement de ces organes reproducteurs et de leur interaction. [23]

I.2.3 Exigences du palmier dattier :

Le palmier dattier a des exigences spécifiques liées à son adaptation aux climats arides et aux sols des régions désertiques :

I.2.3.1 Exigences climatiques :

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) exige un climat aride ou semi-aride caractérisé par des étés longs, chauds et secs, avec des températures optimales comprises entre 25°C et 35°C, et pouvant supporter des pics jusqu'à 50°C. Il nécessite un ensoleillement important (au moins 3 000 heures/an) et se développe idéalement dans des zones où l'humidité relative reste inférieure à 50% pendant la fructification pour éviter les maladies cryptogamiques. Bien qu'adapté à la sécheresse, le palmier dattier craint les gelées (en dessous de -5°C) et les excès d'humidité atmosphérique. Une faible pluviométrie (moins de 200 mm/an) lui convient parfaitement, à condition d'être complétée par une irrigation maîtrisée. Les vents modérés favorisent la pollinisation naturelle, mais les vents violents peuvent endommager les régimes floraux. Ces exigences climatiques expliquent pourquoi le palmier dattier prospère principalement dans les régions désertiques et semi-désertiques du Moyen-Orient, d'Afrique du Nord et du Sud-Ouest asiatique. [24]

I.2.3.2 Exigences édaphiques :

Le palmier dattier s'adapte à une grande diversité de sols, mais il préfère particulièrement les sols neutres, profonds, légers et bien aérés, qui permettent un bon développement racinaire. Il peut tolérer des sols argileux à condition qu'ils soient meubles et

bien drainés, mais il croît mal dans les sols argileux compacts ou mal aérés. La perméabilité du sol est un facteur essentiel, notamment dans les zones irriguées avec des eaux parfois salines, car un bon drainage évite l'asphyxie des racines. Le palmier peut également supporter une certaine salinité du sol, surtout s'il bénéficie d'une irrigation abondante et d'un drainage efficace, mais une salinité trop élevée nuit à la qualité et au rendement. Enfin, il peut vivre avec des nappes phréatiques proches de la surface, à condition que l'eau circule et se renouvelle régulièrement pour éviter le pourrissement des racines. En résumé, pour assurer une bonne croissance et une production optimale, le palmier dattier requiert des sols profonds, bien drainés, à pH neutre, avec une texture légère à moyenne et une bonne aération. [25,26]

I.2.3.3 Exigences hydriques :

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera*), reconnu pour sa grande tolérance à la sécheresse, nécessite néanmoins des apports en eau précis pour assurer une production optimale. En conditions normales, un palmier adulte en pleine production consomme entre 100 et 200 litres d'eau par jour, une quantité qui peut grimper jusqu'à 300 litres lors des périodes de forte chaleur. Les besoins en eau varient selon le stade de développement : les jeunes plants demandent un arrosage régulier pour favoriser l'enracinement, tandis que les palmiers en production ont des besoins accrus durant les phases de floraison et de fructification. [27]

I.2.4 Culture et répartition géographique du palmier dattier :

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) est une culture ancienne et essentielle, principalement cultivée dans les régions désertiques chaudes des latitudes tropicales et subtropicales. [28]

I.2.4.1 Dans le monde :

- Le palmier dattier est cultivé principalement en Asie et en Afrique, qui représentent respectivement environ 55,8 % et 43,4 % de la production mondiale de dattes.
- Les principales zones de culture s'étendent du Sahara, à travers la péninsule Arabique, jusqu'à la vallée de l'Indus en Inde et au Pakistan. On le trouve aussi dans certaines régions d'Afrique subsaharienne (Djibouti, Érythrée, Somalie, Namibie, Afrique du Sud) ainsi que dans des zones arides des États-Unis (Arizona, Californie).
- La culture est également présente en Europe, notamment en Espagne (Elche) et en Italie, mais dans des conditions plus marginales où la fructification est souvent médiocre.
- La superficie mondiale cultivée est d'environ 1,1 million d'hectares, avec plus de 60 millions de palmiers en Asie et 32,5 millions en Afrique.

- La propagation se fait traditionnellement par graines ou rejets, ces derniers donnant des clones identiques au pie-mère.

I.2.4.2 En Algérie :

- L'Algérie est un des grands pays producteurs de dattes, classé au sixième rang mondial et premier dans le Maghreb, avec environ 160 000 hectares de palmeraies et plus de 2 millions de palmiers.
- La production annuelle moyenne est d'environ 500 000 tonnes de dattes.
- La culture est concentrée dans le Sud saharien, depuis la frontière marocaine à l'ouest jusqu'à la frontière tuniso-libyenne à l'est, et du massif de l'Atlas saharien jusqu'aux régions de Reggane, Tamanrasset et Djanet.
- La diversité génétique est importante avec près d'un millier de cultivars recensés, répartis en trois grandes régions phoenicicoles. Le cultivar Deglet Nour domine à l'est, représentant près de 50 % des palmiers plantés, et est principalement destiné à l'exportation vers l'Europe
- Le palmier dattier joue un rôle écologique crucial dans les oasis, en protégeant les cultures sous-jacentes du rayonnement solaire et en limitant l'ensablement, tout en étant une source économique majeure pour plus de 100 000 familles dans le Sud algérien.

I.3 Datte :

La datte est le fruit du palmier-dattier (*Phoenix dactylifera*), un arbre cultivé principalement dans les régions arides du Moyen-Orient et d'Afrique du Nord. Il existe environ 300 variétés de dattes, chacune avec des caractéristiques propres en termes de goût, texture, taille et couleur. [29]

I.3.1 Description de la datte :

Le grain de datte est un fruit de forme ovale ou presque ronde, mesurant généralement entre 20 et 60 mm de longueur, avec un diamètre variant de 8 à 30 mm. Chaque grain contient un noyau dur entouré d'une fine enveloppe appelée le péricarpe, qui sépare le noyau de la partie comestible. [30]



Figure I.5 : datte de palmier dattier. [30]

I.3.2 Classification des dattes :

La classification des dattes se fait principalement selon la texture et la teneur en eau de leurs fruits à maturité, ce qui donne trois grandes catégories :

I.3.2.1 Dattes molles :

Les **dattes molles** sont une catégorie de dattes caractérisée par un taux d'humidité supérieur ou égal à 30 %. Elles contiennent principalement des sucres invertis, c'est-à-dire du fructose et du glucose, ce qui leur confère une texture tendre et moelleuse ainsi qu'un goût plus sucré que les dattes demi-molles ou sèches. [31]

I.3.2.2 Dattes demi-molles :

Les dattes demi-molles sont une catégorie intermédiaire de dattes, définie par un taux d'humidité compris entre 20 % et 30 %. Elles se situent entre les dattes molles (≥ 30 % d'humidité) et les dattes sèches (< 20 % d'humidité). [32]

I.3.2.3 Dattes séchées :

Les dattes séchées sont des dattes fraîches partiellement déshydratées, contenant entre 15% et 20% d'eau contre 65% à 70% pour les dattes fraîches. Elles ont une teneur en sucre légèrement plus élevée à poids égal, parfois augmentée par un enduit de sirop pour conserver leur humidité. Originaires du Moyen-Orient, elles sont disponibles toute l'année et se conservent de 6 à 12 mois dans un endroit frais, sec et à l'abri de la lumière. [33]

I.3.3 Variétés des dattes :

Les variétés de dattes sont très nombreuses, avec environ 300 à plus de 1000 cultivars recensés selon les régions, chacune ayant des caractéristiques spécifiques de goût, texture, couleur et usage. Voici un aperçu des principales variétés connues et consommées :

Tableau I.2 : Type et caractéristiques de datte. [34,35]

Variété	Origine principale	Texture	Caractéristiques principales
Medjool	Maroc, Palestine, Jordanie	Molle, charnue	Très grosse, chair fondante, goût sucré, notes de caramel et miel, considérée comme la "reine des dattes"
Deglet Nour	Algérie, Tunisie	Demi-molle	Texture moelleuse, goût délicat de miel, couleur jaune doré à brun clair, très appréciée en Europe, appelée "datte royale".
Sukkari	Arabie Saoudite	Moelleuse	Entre Medjool et Deglet Nour, chair charnue et moelleuse, goût sucré et Miel .
Barhi	Irak	Douce, crémeuse	Goût sucré et mielleux, souvent consommée fraîche ou séchée.
Zahidi	Iran	Sèche, croquante	Goût légèrement sucré et acidulé, utilisée en desserts et barres Energétiques.
Ghars	Algérie	Molle	Dattes molles à base de sucres invertis (glucose, fructose).
Bent Qbala	Algérie	Molle	Variété molle algérienne.
Mazafati	Iran	Moelleuse	Très appréciée pour sa chair tendre et son goût sucré.
Ajwa	Arabie Saoudite	Moelleuse	Dattes réputées pour leurs bienfaits et leur goût unique.

I.3.4 Composition biochimique de la datte :

La composition biochimique de la datte se répartit principalement entre la pulpe comestible et le noyau, avec les caractéristiques suivantes : [36,37]

I.3.4.1 Composition biochimique de la pulpe :

- Eau : environ 19 % (varie selon la maturité)
- Glucides : majoritairement sucres simples (glucose, fructose, saccharose), représentant environ 70 % des constituants, source principale d'énergie
- Fibres alimentaires : plus de 10 %, dont environ 2 % de pectines
- Protéines : faibles quantités, autour de 0,5 à 1,5 %

- Lipides : très faibles, environ 0,05 à 0,5 %
- Minéraux : riches en potassium, calcium variable selon l'origine
- Composés phénoliques et polyphénols : concentrés surtout dans la peau, conférant un fort pouvoir antioxydant
- Autres métabolites secondaires : flavonoïdes, tanins, caroténoïdes, alcaloïdes, terpènes, coumarines, saponifiées.

I.3.4.2 Composition biochimique du noyau :

- Matière sèche élevée (~90 %)
- Glucides : environ 66 %
- Cellulose brute : environ 15 %
- Matière grasse : environ 10 %
- Protéines : environ 7 %

I.3.5 Production de dattes :

La production des dattes est un processus complexe qui s'étend sur plusieurs mois et nécessite des conditions climatiques spécifiques, une gestion rigoureuse des palmiers dattiers et des techniques de récolte et de post-récolte adaptées

I.3.5.1 Dans le monde :

En 2023, la production mondiale de dattes dépasse 8,6 millions de tonnes, avec une concentration majeure au Moyen-Orient et en Afrique du Nord. L'Égypte est le premier producteur avec environ 1,75 million de tonnes, suivie de près par l'Arabie Saoudite (1,56 million de tonnes) et l'Iran (1,3 million de tonnes). L'Algérie, l'Irak, le Pakistan et le Soudan figurent également parmi les principaux producteurs. Ces pays arabes représentent environ 77 % de la production mondiale, avec plus de 160 millions de palmiers dattiers cultivés sur plus d'un million d'hectares. La Tunisie, bien que moins volumineuse en production totale, se distingue comme le deuxième exportateur mondial de dattes, notamment grâce à la qualité reconnue de la variété Deglet Nour. La production mondiale est caractérisée par une grande diversité de variétés, avec la Medjoul et la Deglet Nour parmi les plus prisées sur le marché international. [38,39]

I.3.5.2 En Algérie :

L'Algérie est l'un des principaux producteurs mondiaux de dattes, se classant régulièrement parmi les trois premiers producteurs mondiaux avec une production d'environ

1,3 million de tonnes en 2023. Elle se place juste derrière l'Égypte (1,87 million de tonnes) et l'Arabie Saoudite (1,64 million de tonnes).

La production algérienne est caractérisée par la qualité, notamment avec la variété Deglet Nour, reconnue internationalement comme l'une des meilleures dattes au monde. La filière dattes est un secteur stratégique pour l'économie algérienne, représentant un produit agricole d'exportation majeur avec des exportations qui ont rapporté plus de 75 millions de dollars en 2021.

Le pays vise à renforcer cette production via un programme ambitieux de plantation d'un million de palmiers dattiers sur la campagne agricole 2023/2024, avec un focus sur l'augmentation des rendements, la diversification des variétés et la protection phytosanitaire des palmeraies. [40]

I.3.6 Technologies de transformation de la datte :

- **Produits dérivés** : jus, sirops, miel, confitures, pâtes, farine, sucre extrait, vinaigre, alcool, levure de boulanger, et boissons énergisantes.
- **Procédés techniques** : dénoyautage, macération, broyage, dépectinisation, concentration, fermentation, distillation, déminéralisation, conditionnement (pesage, triage, lavage, séchage).
- **Valorisation des noyaux** : transformation en café, huiles cosmétiques (huile, khôl), aliments pour bétail, ce qui permet de réduire le gaspillage et d'augmenter la valeur ajoutée.
- **Approche biotechnologique** : développement de produits stratégiques à forte valeur ajoutée (carburants, médicaments, arômes, additifs alimentaires) via des procédés innovants, comme dans le projet Phoenix Biotech en Algérie.
- **Promotion des savoir-faire locaux** : amélioration des techniques traditionnelles avec des équipements adaptés, favorisant la création de petites unités agro-industrielles intégrées en milieu oasien, pour une production compétitive et durable.
- **Défis** : amélioration du cadre législatif, augmentation des volumes transformés, meilleure organisation de la filière et financement pour soutenir les investissements technologiques. [42]

I.3.7 Valorisation des sous-produits de Datte :

La valorisation des sous-produits de la datte concerne principalement les parties non consommées ou rejetées lors de la récolte et de la transformation, telles que les dattes de qualité inférieure, les noyaux, les pédicelles, les palmes sèches et les rachis. Ces sous-produits offrent un fort potentiel d'utilisation dans divers domaines : [43]

- **Alimentation animale** : rebuts de dattes, pédicelles et palmes sèches sont utilisés comme fourrage dans les régions sahariennes, contribuant à l'alimentation du bétail.

- **Transformation agroalimentaire** : les dattes non consommées ou perdues peuvent être transformées en sirop, farine, jus, vinaigre, alcool, levures, sucre de dattes, pâtes fourrées, et autres produits alimentaires.
- **Biotechnologie** : les sous-produits servent de milieu de fermentation pour la production d'acide citrique et d'autres métabolites à haute valeur ajoutée via des procédés microbiens (ex. *Aspergillus niger*).
- **Matériaux et énergie** : les palmes, rachis et troncs peuvent être valorisés en panneaux composites, charbon actif, bio-polymères, biocarburants, ou utilisés dans l'artisanat (fabrication de balais, sandales, objets tressés).
- **Protection de l'environnement** : la valorisation évite la combustion des déchets végétaux, réduisant ainsi la pollution et contribuant à une gestion durable des ressources.

I.4 Conclusion :

Le palmier dattier est une culture essentielle dans les régions arides et semi-arides, jouant un rôle central à la fois écologique, économique et social. Il constitue le pilier des écosystèmes oasiens en protégeant contre l'ensablement, en créant un microclimat favorable aux cultures associées et en fournissant une source alimentaire riche et énergétique avec ses dattes. Toutes les parties du palmier sont valorisées : les dattes pour l'alimentation humaine, les noyaux et folioles pour l'alimentation animale, et le bois pour la construction ou l'artisanat [45]

Chapitre II :
Généralité sur l'adsorption
et les adsorbants



*Chapitre II : Généralité sur l'adsorption et les adsorbants***II.1 Introduction**

L'adsorption est un phénomène physico-chimique qui se manifeste par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles. Il s'agit d'un phénomène de surface qui doit être distingué de l'absorption, un phénomène de profondeur. Il existe cinq types d'interfaces impliquées: (gaz/liquide), (gaz/solide), (liquide/liquide), (liquide/solide) et (solide/solide), pour chaque type, on peut différencier les phases pures des mélanges.

Cette étude se concentrera sur l'adsorption aux interfaces liquide/solide, c'est-à-dire l'adsorption de liquides purs ou en mélange par des solides généralement considérés comme des phases pures. [47]

II.2 L'adsorption**II.2.1 Définition d'adsorption**

L'adsorption désigne le processus par lequel des molécules d'un fluide, qu'il soit gazeux ou liquide, se fixent à la surface d'un solide. La phase formée par les molécules adsorbées est désignée par les termes « soluté » ou « adsorbat », tandis que le solide lui-même est appelé « adsorbant ». La surface du solide inclut à la fois les surfaces externes et internes, résultant du réseau de pores et de cavités présentes à l'intérieur de l'adsorbant. [47]

L'adsorption peut être considérée comme un processus fondamental. Elle exploite la capacité de certains solides à concentrer les éléments d'une solution à leur surface, ce qui facilite la séparation. Ce phénomène est complexe et implique l'adhésion de plusieurs molécules à la surface de l'adsorbant. Les forces en présence interagissent dans l'environnement, et ces interactions peuvent être de nature physique ou chimique, en fonction des caractéristiques du système. [48]

II.2.2 Les types d'adsorptions

Selon les types et la nature des interactions entre l'adsorbat et l'adsorbant, ainsi que les forces qui maintiennent les adsorbats sur la surface solide, l'adsorption peut être divisée en deux catégories : la physisorption et la chimisorption. [47]

II.2.2.1 La physisorption

L'adsorption physique, également connue sous le nom de physisorption, implique des interactions très faibles entre les entités moléculaires, telles que les forces d'attraction de Van der Waals et les forces résultant des interactions électrostatiques de polarisation, ce processus

est réversible et peu spécifique, de plus, l'adsorption physique se produit rapidement et est généralement limitée par des phénomènes de diffusion. [47]

II.2.2.2 La chimisorption

La chimisorption est un processus irréversible qui se produit lorsqu'il y a une liaison chimique forte, de type covalent, entre les atomes de la surface d'un solide et les molécules qui y sont adsorbées, ce type d'adsorption nécessite des énergies d'attraction importantes, ce qui se traduit par des chaleurs d'adsorption élevées. [48]

Le **tableau II.1** présente plusieurs critères permettant de différencier l'adsorption physique de l'adsorption chimique

Tableau II.1 : La différence entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Température du processus	Relativement basse	Plus élevé
Chaleur d'adsorption	5 Kcal/mol environ	10 Kcal/mol environ
Liaison	Physique Van der Waals	Chimique
Cinétique	Rapide, réversible	Lente, irréversible
Spécificité	Processus non spécifique	Processus très spécifique
Désorption	Facile	Difficile
Couches formées	Mono ou multicouches	Uniquement monocouche

II.2.3 Cinétique d'adsorption

La cinétique d'adsorption décrit la vitesse à laquelle un adsorbat se fixe sur une surface solide. Elle est influencée par plusieurs facteurs, notamment la diffusion externe et intra-particulaire de l'adsorbat, ainsi que les réactions de surface [49,51]. Les modèles cinétiques couramment utilisés incluent le pseudo-premier ordre et le pseudo-second ordre. [50,51]

Tableau II.2 : les modèles cinétiques

Modèles Cinétiques	Description
<p>Pseudo-Premier Ordre</p>	<p>Basé sur l'équation, le taux d'adsorption est proportionnel à la différence entre la quantité adsorbée à l'équilibre et au temps [13], la vitesse peut être écrite par :</p> $\frac{dQ(t)}{dt} = K_1 \times (Q_{eq} - Q(t)) \quad (1)$ <p>Q(t) est la quantité de soluté adsorbé au temps t, et k1 la constante cinétique. [39]</p>
<p>Pseudo-Second Ordre</p>	<p>Utilisé lorsque l'équilibre est atteint rapidement, souvent pour des systèmes avec forte interaction entre adsorbant et adsorbat [14],</p> $\frac{dQ(t)}{dt} = K_2 \times (Q_{eq} - Q(t))^2 \quad (2)$ <p>K_2: constante cinétique. Après intégration, on obtient l'équation</p>
<p>Le modèle de diffusion intra particulaire</p>	<p>S'applique lorsque la vitesse d'adsorption n'est pas limitée par l'interaction directe entre le soluté et les sites actifs de l'adsorbant, mais plutôt par la diffusion du soluté à l'intérieur de la structure poreuse du matériau. Allen et ses collaborateurs [Allen et al. (1989)] ont démontré que, dans ce cas, la quantité de soluté adsorbée varie proportionnellement à la racine carrée du temps.</p> $Q(t) = K_d \times t^{1/2} \quad (3)$ <p>K_d est la constante de diffusion, elle dépend du coefficient de diffusion de l'espèce considérée, ainsi que de la grosseur des pores.</p>

II.2.4 Mécanismes d'adsorptions

Les mécanismes d'adsorption peuvent être divisés en plusieurs étapes impliquant des processus de diffusion. On peut distinguer quatre phases principales :

1. Transfert de matière de la solution vers la couche limite qui entoure la particule.
2. Transfert de la couche limite vers la surface de l'adsorbant (diffusion externe).
3. Transfert de la surface vers les sites d'adsorption (diffusion intra-particulaire à l'intérieur du solide, ainsi que dans les micropores et les macropores).
4. Réaction d'adsorption au niveau des sites actifs. Une fois qu'une molécule est adsorbée, elle est considérée comme immobile. [51]

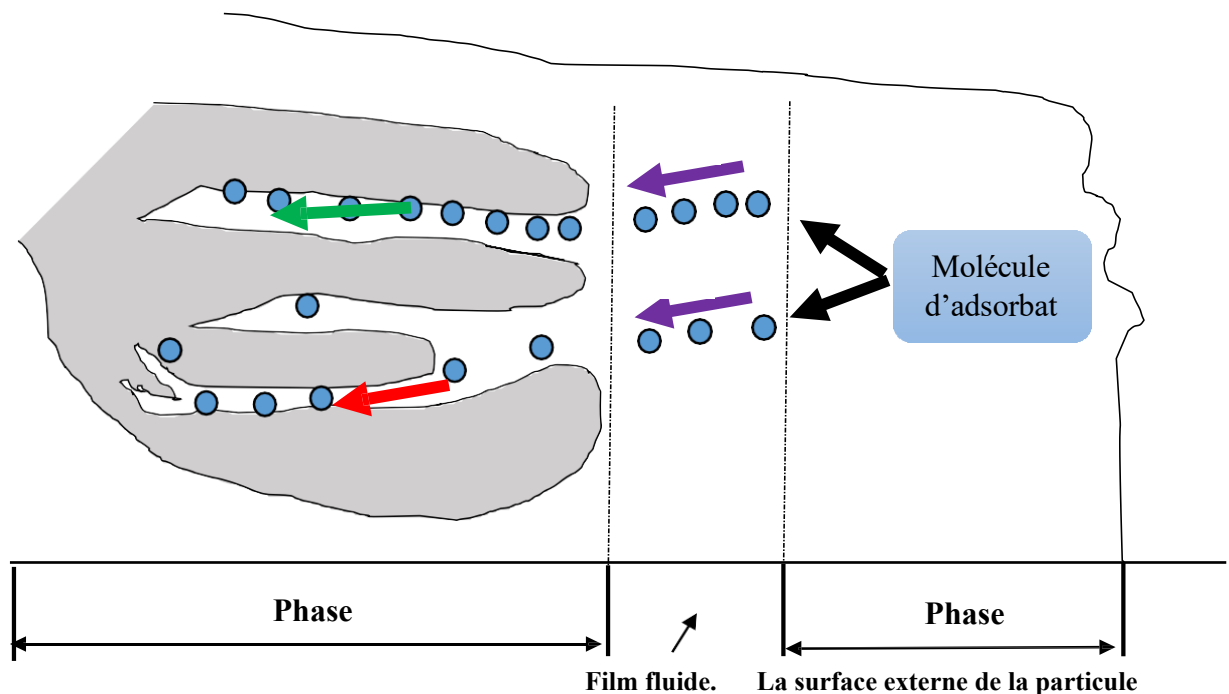


Figure II.1 : Mécanisme du transport d'un adsorbant au sein d'un grain solide. [47]

1. **Diffusion externe** (Transfert de masse externe) qui désigne le passage du soluté de l'intérieur de la solution vers la surface extérieure des particules.
2. **Diffusion interne** (Transfert de masse interne) dans les pores qui se produit dans le fluide occupant les pores. En effet, les molécules se déplacent de la surface des grains vers leur centre en traversant les pores.
3. **Migration en surface** (Diffusion de surface) pour certains adsorbants, la diffusion des molécules adsorbées le long des surfaces des pores à l'échelle d'un grain d'adsorbant peut également jouer un rôle. [52]

II.2.5 Les isothermes d'adsorptions

L'analyse de l'adsorption par un solide vise généralement à obtenir des informations sur la surface spécifique et la structure poreuse de ce solide. La quantité d'adsorbat (gaz ou liquide) retenue par un échantillon donné dépend de plusieurs facteurs, notamment la température T, la pression P, la concentration initiale de la solution, ainsi que la nature de l'adsorbat et de l'adsorbant. [48]

L'isotherme d'adsorption représente la relation entre, à une température donnée, la quantité de produit adsorbée par unité de masse d'adsorbant (q) et la concentration résiduelle en phase liquide après l'atteinte de l'équilibre d'adsorption (C_e). Chaque point de cette isotherme est déterminé expérimentalement à l'aide de la formule suivante [49] :

$$Q_e = \frac{(C_0 - C_e)}{m_{CA}} \times V \quad (4)$$

Q_e est la quantité d'espèce adsorbée par masse de charbon actif (mg/g CA).

C_e est la concentration résiduelle de l'espèce en solution à l'équilibre (mg/L).

C_0 est la concentration initiale de l'espèce en solution (mg/L).

V est le volume de solution introduit au départ (L).

m_{CA} est la masse initiale de charbon actif (g).

II.2.6 Classification des isothermes d'adsorption

S (Sigmoïde), L (Langmuir), H (Haute affinité) et C (Constante de partition) sont les quatre types d'isothermes représentés dans la figure 4. Le solvant s'adsorbe sur les mêmes sites que le soluté, ce qui entraîne une compétition d'adsorption entre les deux. À mesure que la quantité de soluté adsorbée augmente, le nombre de sites disponibles pour accueillir ces molécules à la surface du solide diminue. De plus, l'orientation des molécules à la surface peut varier, certaines étant adsorbées verticalement tandis que d'autres le sont horizontalement. Enfin, les interactions attractives ou répulsives entre les molécules adsorbées jouent un rôle significatif dans le processus d'adsorption. [53]

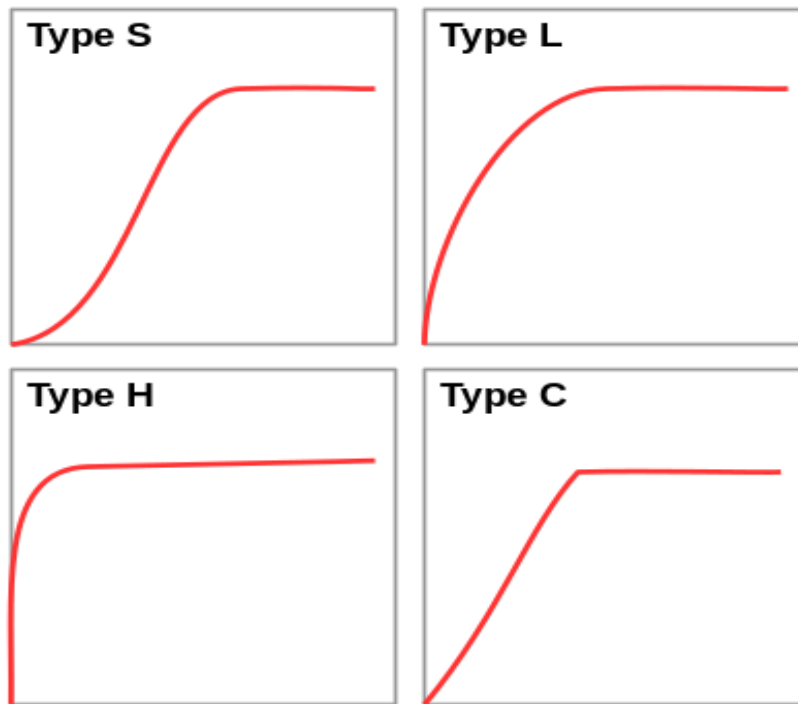


Figure II.2: Classification des isothermes d'adsorption .[43]

II.2.7 Les modèles des isothermes

II.2.7.1 Isotherme de Freundlich

Freundlich affirme qu'il existe divers types de sites d'adsorption présentant des énergies variées, organisés selon une loi exponentielle en fonction de la chaleur d'adsorption. Cette diversité des énergies d'interaction résulte de l'hétérogénéité des sites. L'équation de Freundlich ne fixe pas de limite supérieure, ce qui limite son application aux milieux dilués. Bien qu'elle soit d'origine empirique, le modèle de Freundlich est couramment utilisé pour décrire les systèmes solution-solide.

Il se présente sous la forme suivante :

$$Q_e = K_f C_e^{\frac{1}{n_f}} \quad (5)$$

Q_e : quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g)

C_e : concentration du soluté à l'équilibre (mg/L)

K_f : constante tenant compte de la capacité d'adsorption (L/g)

n_f : constante tenant compte de l'intensité d'adsorption

Les valeurs de $n_f > 1$ indiquent une adsorption favorable, tandis que des valeurs de $n_f < 1$ révèlent une faible adsorption. Lorsque l'adsorption suit le modèle de Freundlich, le graphique de $\ln Q_e$ en fonction de $\ln C_e$ est une droite dont la pente est $1/n_f$ et l'ordonnée à l'origine est $\ln K_f$.

Ce modèle repose sur l'hypothèse que les sites d'adsorption ont des énergies différentes, ce qui reflète une hétérogénéité dans la surface d'adsorption. L'équation de Freundlich ne prévoit pas de limite supérieure, ce qui la rend applicable principalement aux milieux dilués. La transformation logarithmique permet de vérifier la validité de cette équation [49] :

$$\ln Q_e = \ln K_f + \frac{1}{n} \times \ln C_e \quad (6)$$

Q_e : quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g)

C_e : concentration du soluté à l'équilibre (mg/L)

K_f : constante représentant la capacité d'adsorption (L/g)

n : constante indiquant l'intensité d'adsorption

Des valeurs de n supérieures à 1 signalent une adsorption favorable, tandis que des valeurs de n inférieures à 1 indiquent une adsorption faible. Lorsque l'adsorption suit le modèle de Freundlich, le graphique de $\ln Q_e$ en fonction de $\ln C_e$ est une droite dont la pente est égale à $1/n$ et l'ordonnée à l'origine est $\ln K_f$.

II.2.7.2 Isotherme de Langmuir

Langmuir, en prenant en considération les hypothèses suivantes : une surface facilement accessible, des sites localisés sans interaction entre eux et ayant une énergie équivalente, propose pour le cas d'une adsorption monomoléculaire l'expression générale suivante :

$$\frac{Q_e}{Q_m} = \frac{K_L \times C_e}{1 + K_L \times C_e} \quad (7)$$

Q_e : quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g)

Q_m : quantité adsorbée à saturation (capacité d'une monocouche) (mg/g)

C_e : concentration du soluté à l'équilibre (mg/L)

K_L : constante d'équilibre d'adsorption, dépendant de la température et des conditions expérimentales (L/mg)

La représentation linéaire de l'isotherme de Langmuir est donnée par l'équation suivante :

$$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{C_e}{Q_m} + \frac{1}{K_L \times Q_m} \quad (8)$$

Si cette équation est vérifiée, on doit obtenir en coordonnées $C_e/Q_e=f(C_e)$ une droite de pente $1/Q_m$ et d'ordonnée à l'origine $1/(K_L \times Q_m)$.

Les propriétés de l'isotherme de Langmuir sont également déterminées par le facteur de séparation, noté RL , qui est obtenu à partir de la relation suivante :

$$RL = \frac{1}{K_L \times C_0} \quad (9)$$

C_0 : concentration initiale du micropolluant en mg/L. K_L : constante de Langmuir en L/g. Les valeurs de R_L renseignent sur le type d'adsorption qui peut être soit [54] :

- Défavorable pour $R_L > 1$
- Linéaire pour $R_L = 1$
- Irréversible pour $R_L = 0$
- Favorable $0 < R_L < 1$

II.2.7.3 Modèle de Temkin

Temkin étudie l'influence des interactions entre l'adsorbant et l'adsorbé sur l'isotherme d'adsorption. Ils soutiennent que, en raison de ces interactions, la chaleur d'adsorption diminue de façon linéaire à mesure que le taux de recouvrement de la surface de l'adsorbant augmente, conformément à la formule suivante [55] :

$$Q_e = B \ln (A \times C_e) \quad (10)$$

Linéarisée sous la forme :

$$Q_e = B \ln A + B \ln C_e \quad (11)$$

Où :

$$B = \frac{R \times T}{bT} \quad (12)$$

B : constante de Temkin liée à la chaleur d'adsorption (J/mol)

A : constante de l'isotherme de Temkin (L/g)

R : constante des gaz parfaits (J/mol K)

T : température (K)

C_e : concentration à l'équilibre (mg/L)

bT : fonction de la chaleur d'adsorption

II.2.7.4 Modèle de Harkins-Jura

L'isotherme d'adsorption du Harkin Jura peut être formulée à l'aide de la relation suivante [56] :

$$Q_e = \left[\frac{A}{B + \log C_e} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (13)$$

Où A et B représentent les paramètres de l'isotherme de Harkin-Jura. L'équation sous sa forme linéaire est :

$$\frac{1}{Q_e} = \frac{B}{A} - \frac{1}{A \times \log C_e} \quad (14)$$

II.2.7.5 Modèle de Halsey-Henderson

L'isotherme d'adsorption de Halsey peut être exprimée à l'aide de la formule suivante :

$$Q_e = e^{\left[\frac{\ln K_h - \ln C_e}{n}\right]} \quad (15)$$

Où K_H = est la constante du Halsey n : exposant ;

L'isotherme de Halsey peut être exprimée par sa forme linéaire comme suit :

$$\ln Q_e = \frac{1}{n \ln K} - \frac{1}{n \ln C_a} \quad (16)$$

Cette équation est conçue pour des systèmes d'adsorption multicouches, et l'intégration des données expérimentales à cette équation reflète le nature hétéropore de l'adsorbant. [56]

II.2.7.6 Modèle de Dubinin-Radushkevich (D-R)

Le modèle de Dubinin-Radushkevich ne suppose pas une surface homogène ni un potentiel d'adsorption constant, contrairement au modèle de Langmuir. Sa théorie sur le remplissage des micropores repose sur l'idée que le potentiel d'adsorption varie et que l'enthalpie libre d'adsorption est liée au degré de remplissage des pores. L'isotherme de Dubinin-Radushkevich est exprimée par l'équation suivante :

$$\ln Q = \ln Q_m - k \times \varepsilon^2 \quad (17)$$

Où ε (potentiel Polanyi) peut être exprimée comme suit :

$$\varepsilon = RT \ln \left(1 + \frac{1}{C_e} \right) \quad (18)$$

Avec q : la quantité de soluté adsorbé à l'équilibre par unité de masse d'adsorbant (mg.g^{-1}).

q_m : la capacité d'adsorption maximale (mg.g^{-1}).

k : la constante liée à l'énergie d'adsorption ($\text{mol}^2 \cdot \text{KJ}^{-2}$).

L'énergie moyenne d'adsorption E (kJ.mol^{-1}) peut être obtenue à partir de la valeur de k en appliquant la relation. [57]

$$E = \frac{1}{\sqrt{2k}} \quad (19)$$

La valeur absolue de E nous informe sur le mécanisme d'adsorption, qui se divise en deux cas:

- Si $|E| < 8 \text{ kJ/mol}$: l'adsorption est de nature physique (**physisorption**).

- Si $8 \text{ kJ/mol} < |E| < 16 \text{ kJ/mol}$: l'adsorption est de nature chimique (**chimisorption**).

II.2.8 Les facteurs influencent l'adsorption

II.2.8.1 La température :

Les processus d'adsorption qui ne sont pas compliqués par des réactions chimiques libèrent toujours de la chaleur (exothermiques). Ainsi, lorsque la température augmente, le phénomène de désorption prend le pas. En revanche, pour une adsorption activée (chimisorption), l'équilibre d'adsorption n'est pas atteint rapidement, et une élévation de la température favorise l'adsorption. [58]

II.2.8.2 La surface spécifique :

La surface spécifique est un paramètre crucial pour caractériser les solides et les matériaux poreux. Il est évident que l'objectif est d'attribuer aux adsorbants une grande surface spécifique, qui se définit comme la surface accessible par unité de poids d'adsorbant. [58]

II.2.8.3 Le pH :

Le pH influence le niveau d'ionisation des métaux dans l'eau, ce qui affecte leur mobilité et, par conséquent, leur capacité d'adsorption. [58]

II.2.8.4 La concentration :

L'adsorption d'une substance augmente avec sa concentration dans la solution. Cependant, cette augmentation n'est pas proportionnelle, car elle se produit de manière progressive.

Pour qu'une adsorption soit efficace, il est essentiel qu'il existe une affinité entre le solide et le soluté. En général, les solides polaires ont tendance à adsorber préférentiellement d'autres substances polaires, tandis que les solides non polaires favorisent l'adsorption de substances non polaires.

De plus, si les dimensions des pores de l'adsorbant sont inférieures au diamètre des molécules de l'adsorbât, l'adsorption de ce dernier ne pourra pas se produire, même si la surface de l'adsorbant présente une forte affinité pour ce composé. [59]

II.2.9 Les applications d'adsorption

- La capacité à retenir des particules très petites, telles que les colloïdes.
- La capacité à capturer des composants à très faible concentration, comme les impuretés ou les ions et composés métalliques, qui peuvent provoquer une coloration, une odeur, un goût désagréable, voire une toxicité.
- Le charbon actif est utilisé pour éliminer les goûts et les odeurs de l'eau potable.

- Il est utilisé pour décolorer les jus sucrés.
- Il est utilisé pour éliminer les polluants des eaux usées industrielles ou alimentaires.
- La grande sélectivité de l'adsorbant envers certains éléments du mélange. [59]

II.3 Généralisée sur adsorbant

II.3.1 Définition d'adsorbant

Tous les solides agissant comme adsorbants possèdent une structure microporeuse, ce qui leur confère une surface active de masse très élevée. Dans la pratique, les adsorbants peuvent être d'origine organique (végétale ou animale) ou minérale. Ils sont utilisés tels quels ou après un traitement d'activation visant à accroître leur porosité. Les adsorbants les plus couramment employés dans le traitement des eaux sont les suivants :

Les zéolites. Les argiles activées. Les alumines. Les gels de silice. Les charbons actifs. [60]

II.3.2 Les types d'adsorbants

Les principaux adsorbants utilisés dans l'industrie comprennent les charbons actifs, les zéolithes, les gels de silice et les alumines activées, chacun ayant ses propres caractéristiques. [61]

II.3.2.1 Le charbon actif

- Provenant de charbon ou de matières végétales.
- Élaborés par pyrolyse.
- Il existe plusieurs centaines de variétés en fonction du précurseur et des conditions de traitement. [61]
- Le charbon actif se présente sous plusieurs formes principales selon la taille des particules et l'usage prévu, notamment :
 - ✓ **Charbon actif en poudre (PAC)** : particules très fines, généralement entre 10 et 50 microns, ajoutées directement aux liquides, utilisé pour le traitement des pollutions ponctuelles ou à faible dose.



Figure II.3 : Charbon actif en poudre [74]

- ✓ **Charbon actif granulé (GAC) :** granulés de taille plus grande (généralement inférieure à 1 mm), largement utilisé pour la purification de l'eau et de l'air, pouvant être sphérique, aggloméré ou structuré.



Figure II.4 : Charbon actif granule [74]

- ✓ **Fibres de charbon actif (ACF) :** fibres très efficaces avec une structure poreuse très fine et une grande surface spécifique, utilisées sous forme de feutres, tissus ou papiers, offrant une vitesse d'adsorption plus élevée.



Figure II.5 : Fibres de charbon actif. [74]

II.3.2.2 La zéolithe

La zéolithe est un matériau absorbant caractérisé par une structure cristalline tridimensionnelle, composée de silicate d'aluminium formé de tétraèdres SiO_4 et AlO_4 . Sa formule générale est $(\text{AlO}_2\text{M}, n\text{SiO}_2)$, où M désigne généralement un métal alcalin ou alcalino-terreux. On dénombre plus de 100 types de zéolithes, qui varient selon la valeur de n et leur structure cristallographique. Ces matériaux possèdent une structure microporeuse, constituée de cavités et de canaux, ce qui leur confère d'excellentes propriétés d'absorption. Ils se présentent sous différentes formes : en poudre, granulaire ou extrudée. Bien que leur surface spécifique ne dépasse pas $900 \text{ m}^2/\text{g}$, elles montrent une bonne sélectivité. [62]



Figure II.6 : zéolithe [75]

II.3.2.3 Gel de silice

Le gel de silice se compose de grains durs et poreux, présentant une surface spécifique de 600 à 800 m², avec des pores dont la taille varie de 20 à 50 Å. Il est obtenu par l'action de l'acide chlorhydrique sur une solution de silicate de sodium. Ce gel est principalement utilisé pour la déshydratation des gaz et des liquides, ainsi que pour la décomposition des hydrocarbures. [63]



Figure II.7 : Gel de silice. [76]

II.3.2.4 Les alumines activées

L'alumine activée dispose d'une surface de 200 à 500 m² avec des pores de 20 à 140 Å. Elle résulte du traitement thermique de l'oxyde d'aluminium précipité ou de la bauxite. L'alumine est utilisée dans le séchage des gaz et des liquides. [63]



Figure II.8 : Alumines activées. [77]

II.3.2.5 Adsorbants à base de polymères

Les adsorbants fabriqués à partir de polymères organiques, tels que les polystyrènes, les esters polyacryliques et les résines phénoliques, sont généralement des matériaux mésoporeux. Ils sont couramment utilisés pour éliminer les composés organiques et pour la purification de l'eau.

II.3.3 Critères de choix d'adsorbant

Le choix d'un adsorbant repose sur plusieurs critères essentiels au-delà de sa simple capacité d'adsorption, afin d'assurer une efficacité optimale dans le traitement des solutions. Ces critères sont :

1. **Coût et accessibilité** : L'adsorbant doit être économique et facilement disponible à un prix bas.
2. **Caractéristiques texturales** : Il doit posséder une granulométrie, une porosité et une surface spécifique adaptée, car une grande surface spécifique et un volume poreux important favorisent une forte capacité d'adsorption, bien que le compromis entre taille des pores et accessibilité soit cruciale.
3. **Stabilité et adaptabilité** : L'adsorbant doit être stable chimiquement, thermiquement et mécaniquement, tout en pouvant s'adapter aux différentes conditions d'utilisation.
4. **Capacité et cinétique d'adsorption** : Il doit avoir une forte capacité d'adsorption pour une large gamme de polluants et une cinétique rapide, ce qui est important pour l'efficacité du procédé.
5. **Sélectivité** : L'adsorbant doit présenter une bonne sélectivité envers les polluants ciblés, surtout lorsque plusieurs substances sont présentes.
6. **Performance sous diverses conditions physico-chimiques** : Son efficacité doit être maintenue indépendamment des variations de **concentration, pH, force ionique, température**, ou présence d'autres substances compétitrices ou inhibitrices.
7. **Facilité de régénération** : L'adsorbant doit pouvoir être régénéré facilement pour permettre une réutilisation économique. [63]

A. Propriétés de l'adsorbat

Grâce à leur structure cristalline en feuillets, les argiles et les zéolites se distinguent comme d'excellents adsorbants naturels. Le charbon actif, quant à lui, est un adsorbant remarquable, capable d'adsorber efficacement les molécules organiques et les gaz, ce qui explique son utilisation dans divers domaines. Tous les adsorbants possèdent un ensemble de propriétés physiques, notamment [63] :

- Porosité interne
- Fraction de vide externe correspondant à un garnissage en vrac
- Masse volumique de la particule
- Masse volumique réelle
- Surface spécifique des pores
- Rayon moyen des pores.

B. Capacité d'adsorption

La capacité d'adsorption fait référence à la quantité maximale d'un adsorbat (qu'il s'agisse d'un gaz ou d'un liquide) qu'un matériau adsorbant peut retenir sur sa surface, exprimée par unité de masse ou de volume, à une température et une pression spécifique. Ce concept est essentiel dans les domaines de la séparation et de la purification des composés, ainsi que dans les processus de catalyse et de stockage d'énergie. [64]

Elle peut être généralement exprimée par la relation suivante [63] :

$$Q = \frac{c_0 - c_t}{m} \times V \quad (20)$$

Sachant que :

Q : Capacité d'adsorption du support (mg. g⁻¹).

C₀ : Concentration initiale du substrat (mg. L⁻¹) à t = 0.

C_t : Concentration du substrat (mg. L⁻¹) à l'instant t du processus d'adsorption.

V : Volume de la solution (litre).

m : Masse du support (g)

C. Sélectivité

À l'interface solide-liquide, le soluté est présent en excès par rapport à sa concentration dans le volume liquide. L'appauvrissement de la solution en soluté résulte de l'adsorption de celui-ci sur la surface du solide, ce qui entraîne un enrichissement de l'interface en soluté. Cela signifie que le soluté est adsorbé de manière préférentielle par rapport au solvant.

Il est possible que le solide adsorbant ait une affinité similaire pour le solvant et le soluté. Dans ce cas, les deux seraient adsorbés dans des proportions équivalentes, ce qui conduirait à une absence d'adsorption préférentielle. [65]

D. Surface spécifique et accessibilité

- La surface spécifique : elle représente la surface accessible pour les substances adsorbées. Les adsorbants courants, tels que le charbon actif, les kaolites et la bentonite, possèdent une grande surface spécifique, généralement supérieure à 500 m²/g, ce qui indique une forte porosité. [66]
- L'accessibilité des pores est cruciale pour permettre aux molécules d'adsorbat de pénétrer et d'interagir avec la surface interne du charbon actif. Les micropores, bien que très efficaces pour l'adsorption, nécessitent que les molécules soient suffisamment petites pour y accéder. Les mésopores et macropores servent souvent de voies d'accès aux micropores, facilitant ainsi l'adsorption. [67]

E. Tenue mécanique et thermique

▪ Tenue Mécanique

La tenue mécanique fait référence à la capacité du charbon actif à résister aux forces physiques sans se briser ou se fragmenter. Cette propriété est essentielle pour plusieurs raisons :

- **Stabilité Opérationnelle** : Une résistance mécanique élevée permet au charbon actif de conserver son intégrité lors de la manipulation, du transport et du traitement, réduisant ainsi les pertes de matière et la contamination.
- **Efficacité de la Régénération** : Les particules robustes peuvent supporter plusieurs cycles de régénération sans attrition significative, ce qui améliore la durée de vie et la rentabilité du charbon actif.
- **Caractéristiques d'Écoulement** : Dans les systèmes à lit fixe, la résistance mécanique empêche la fragmentation des particules, ce qui permet de maintenir une dynamique d'écoulement constante et d'éviter le colmatage ou la formation de canau. [68]

▪ Tenue Thermique

La tenue thermique est la capacité du charbon actif à résister aux variations de température sans subir de dégradation significative. Cette propriété est importante car le charbon actif est souvent utilisé dans des processus impliquant des températures élevées, comme la régénération thermique :

- **Régénération Thermique** : Le charbon actif est régénéré à des températures élevées (environ 900 °C) pour éliminer les substances adsorbées et restaurer sa capacité d'adsorption. [69]
- **Stabilité à Haute Température** : Les charbons actifs doivent être stables à haute température pour maintenir leur structure poreuse et leur capacité d'adsorption lors des cycles de régénération répétés. [70]

F. Cout et disponibilité

Le coût du charbon actif varie en fonction de sa forme (poudre, granulés), de sa source (coque de noix de coco, bois), et de ses applications spécifiques. Le charbon actif est largement disponible sur le marché, avec de nombreux fournisseurs proposant différentes formes et qualités. Il est utilisé dans divers secteurs, notamment la purification de l'eau, l'air, et dans l'industrie chimique et pharmaceutique. [71,72]

II.3.4 Les propriétés charbon actifs

II.3.4.1 Propriétés physique

➤ Structure du charbon actif

Un charbon actif est composé d'un arrangement désordonné de microcristaux de tailles variables, allant de 5 à 150 Å. Chaque microcristal est formé par un empilement irrégulier de 5 à 20 feuillets, espacés de 3,6 Å. La présence d'hétéroatomes dans le charbon actif conduit, selon le mode de fabrication, à la formation de groupements fonctionnels sur les arêtes des microcristaux. Ces groupements fonctionnels jouent un rôle important dans les propriétés adsorbants du charbon actif. [73]

➤ La surface spécifique (aire massique) et la porosité :

- **La surface spécifique** (aire massique) du charbon actif est la surface totale développée en tenant compte des irrégularités à l'échelle moléculaire. Elle est calculée par unité de masse de charbon et peut atteindre jusqu'à 2700 m²/g. [73]
- **La porosité** représente la proportion de vide dans le charbon actif, pouvant atteindre jusqu'à 80 %. Elle dépend de la taille et de la distribution des pores. Les pores sont généralement divisés en trois catégories en fonction de leurs dimensions Comme le montrent le tableau et la figure ci-dessous [73] :

Tableau II.3 : Classification de porosité. [61]

Type de pores	Rayon (nm)	Surface spécifique (m ² /g)	Volume massique (ml/g)
Micropores	< 2	600-1500	0.2 – 0.6
Mésopores	2 – 50	20-70	0.02 – 0.1
Macropores	> 50	0.5-2	0.2 – 0.8

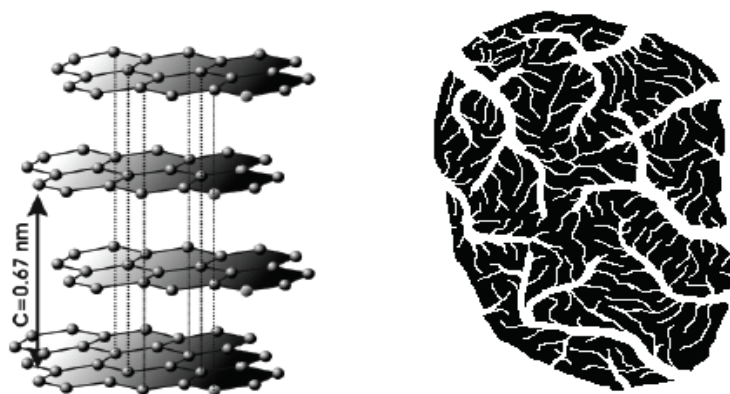


Figure II.9 : la Structure poreuse de charbon actif. [74]

II.3.4.2 Propriétés chimiques :

Les groupements carboxyliques, anhydrides carboxyliques, phénoliques, carbonyles et lactones sont les plus fréquemment présents. Ces groupements de surface contribuent à la nature hydrophile du charbon actif et à sa potentielle électrocinétique, lui conférant des propriétés acido-basiques .[73]

II.3.5 La préparation du charbon actif

II.3.5.1 La Pyrolyse

La pyrolyse est un processus de décomposition thermique qui se produit sous vide ou sous atmosphère inerte, généralement de l'azote, à des températures comprises entre 400 et 1000°C. Au cours de ce processus, les hétéroatomes (oxygène et hydrogène) sont éliminés par la chaleur, enrichissant ainsi le matériau en carbone.

Les atomes de carbone se regroupent en feuillets aromatiques présentant une structure plane. Ces feuillets s'assemblent de manière désordonnée, créant des interstices qui donnent naissance à une porosité primaire dans le produit carbonisé.

- Les facteurs clés qui déterminent la qualité, les propriétés et le rendement du carbonisé incluent :
 - ✓ Vitesse de chauffage du four.
 - ✓ Température finale de pyrolyse.
 - ✓ Temps de résidence dans le four.
 - ✓ Nature du matériau initial.
- Caractéristiques du produit carbonisé :

Le produit résultant de la carbonisation possède généralement une porosité peu développée et ne peut être utilisé comme adsorbant sans un traitement d'activation supplémentaire. Ce traitement permet d'augmenter significativement la surface spécifique du matériau, le rendant ainsi plus efficace pour l'adsorption. [73]

II.3.5.2 L'activation

L'activation est un processus qui vise à améliorer la structure poreuse d'un matériau en éliminant les goudrons qui bloquent les pores et en créant des fonctions de surface oxydées. Ces fonctions renforcent les interactions entre le solide et les molécules adsorbées. L'activation peut être de type physique ou chimique. [73]

➤ Activation physique

Cette méthode permet d'agrandir les pores existants et d'en créer de nouveaux. Elle se déroule entre 600 °C et 1000 °C en présence d'un gaz faiblement oxydant, tel que l'air, la vapeur d'eau, le CO₂, ou un mélange de ces gaz. [73]

➤ Activation chimique

Cette technique est principalement utilisée avec le bois. Elle consiste à imprégner le matériau initial avec une solution concentrée d'un agent oxydant ou desséchant, comme l'acide phosphorique ou le chlorure de zinc. Le matériau subit ensuite une pyrolyse entre 400 °C et 800 °C en absence d'air, puis est lavé et séché. Le charbon actif est ainsi produit en une seule étape. Le degré d'imprégnation par l'agent oxydant détermine la structure poreuse finale. [73]

▪ Caractéristiques du charbon actif après activation

Après activation, le charbon actif présente une structure poreuse poly-dispersée, caractérisée par des pores de formes et tailles variées. La distribution des pores dépend à la fois de la nature de la matière première et des conditions d'activation. Par conséquent, les propriétés physico-chimiques du carbone peuvent varier même pour le même précurseur. [73]

II.3.6 Régénération du charbon actif

Le charbon actif est un produit assez coûteux. Lorsque tous les sites d'adsorption sont saturés, on considère que le charbon actif est saturé ou sursaturé, ce qui explique pourquoi il est fréquemment régénéré. La régénération, également appelée réactivation, consiste à désorber les molécules retenues par le charbon actif. Il existe quatre méthodes de régénération. [73]

➤ Régénération Thermique :

Le charbon actif est chauffé à environ 800°C sous atmosphère contrôlée pour brûler les matières organiques adsorbées.

➤ Régénération Electrochimique :

Utilise un champ électrique pour dégrader les matières organiques adsorbées.

➤ Régénération Biologique :

Utilise des bactéries pour régénérer le charbon actif. [73]

II.4 Conclusion

L'adsorption est une méthode prometteuse pour des applications variées, telles que le traitement des eaux usées, la purification de gaz, et le développement de matériaux avancés. Une meilleure compréhension des mécanismes sous-jacents et des modèles théoriques peut conduire à une optimisation accrue des processus dans des contextes industriels et environnementaux

Chapitre III :

Matériels et Méthodes



Chapitre III : Matériels et méthodes

Notre travail a été réalisé au sein du laboratoire pédagogique de génie des procédés de la faculté des Sciences appliquées, université de Kasdi Merbah, Ouargla. Ce travail comprend trois phases.

- ✓ La première phase consiste à préparer l'adsorbant (charbons actifs) par voie chimique, en utilisant comme matière première les noyaux de dattes.
- ✓ La deuxième phase porte sur la caractérisation des charbons actifs obtenus, à travers leur capacité d'adsorption du phénol et par FT-IR et MEB.
- ✓ La troisième phase est la création d'un modèle mathématique qui donne des résultats maximaux pour le processus d'adsorption.

III.1 Préparation de charbon actif

III.1.1 Echantillonnage

Le processus de collecte a d'abord été effectué, au cours duquel une quantité spécifique de noyaux de dattes, pesant 360 g, a été collectée dans la zone Béni Thour Ouargla, en Algérie, pour être utilisée comme matière première dans la préparation du charbon actif. Les noyaux de dattes ont été choisis en raison de leur teneur élevée en carbone, ce qui en fait un matériau approprié pour la production de charbon actif aux propriétés hautement poreuses. Après la collecte des noyaux de dattes, un traitement préliminaire a été procédé afin d'éliminer les impuretés et les matières adhérentes, dans le but de garantir la pureté de la matière première avant le début du processus de préparation.

III.1.2 Prétraitement de matière première

III.1.2.1 Lavage :

Les noyaux ont d'abord été lavés deux fois à l'eau du robinet afin que la poussière et les résidus de surface soient éliminés. Ensuite, ils ont été lavés deux fois de plus à l'eau distillée pour que les sels, les minéraux dissous et les impuretés fines susceptibles d'affecter la qualité finale du charbon actif soient éliminés.

Cette étape est considérée comme essentielle pour qu'un charbon actif pur et efficace soit préparé, car la présence d'impuretés pourrait entraver les processus de carbonisation et d'activation, réduisant ainsi la porosité et la surface spécifique du charbon actif.

III.1.2.2 Séchage :

Après le lavage, les noyaux de dattes ont été séchés dans l'étuve (Annex 1) à une température de 120 °C pendant 24 heures. Cette étape a été réalisée afin que l'humidité excessive des noyaux soit éliminée, assurant ainsi leur séchage complet avant de passer aux étapes de. Ce procédé favorise l'évaporation rapide de l'eau libre à la surface des noyaux, améliore la qualité finale du charbon actif et empêche la formation d'agglomérats ou la décomposition pendant le stockage ou le traitement ultérieur.

III.1.2.3 Broyage :

Après le séchage, les noyaux de dattes ont été broyés à l'aide d'un broyeur (Annex 2), obtenant ainsi des granules de différentes tailles au lieu d'une poudre fine. Ces granules de tailles variées facilitent les processus de carbonisation et d'activation ultérieurs, car une surface adéquate pour les réactions est ainsi offerte, améliorant l'efficacité de la préparation du charbon actif.

III.1.2.4 Tamisage :

Après le broyage, le produit a été tamisé à l'aide d'un tamis (Annex 3) afin que les granules soient séparés selon leur taille. Cette étape permet qu'une distribution granulométrique précise soit obtenue, facilitant ainsi le contrôle des propriétés du charbon actif lors des étapes d'imprégnation et carbonisation.

III.1.3 Imprégnation et Carbonisation

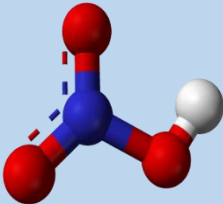
Après avoir terminé le traitement préliminaire et obtenu les granules de noyaux de dattes, l'étape de préparation du charbon actif a été entamé. Cette étape comprend les processus d'imprégnation et carbonisation, visant à transformer les granules en une matière carbonée poreuse dotée d'une haute capacité d'adsorption, adaptée à diverses applications telles que la purification de l'eau et de l'air. La préparation du charbon actif en laboratoire comprend généralement deux étapes principales :

III.1.3.1 Imprégnation

Dans cette étude, l'acide nitrique (HNO_3) a été utilisé comme agent actif en raison de son fort pouvoir oxydant. L'acide nitrique a la capacité de réagir avec des agents réducteurs tels que les métaux, conduisant à la formation d'espèces avec des degrés d'oxydation inférieurs en solution aqueuse. Également connu sous le nom d'acide azotique, l'acide nitrique est un composé chimique de formule moléculaire HNO_3 et de masse molaire de 63,02 g/mol. Il se

caractérisé par de fortes propriétés oxydantes qui le rendent utile dans de nombreuses réactions chimiques, avec la possibilité de l'apparition de différentes espèces azotées lors de sa réduction en phase liquide. [78]

Tableau III.1 : propriété de L'acide nitrique. [78]

Nom	Acide nitrique
Masse molaire (g.mol ⁻¹)	63,02
Formule chimique	HNO ₃
Structure	
Masse volumique	1,4 g.cm ⁻³ (70 %)
Pka	-1,37

III.1.3.2. Carbonisation

La Carbonisation ou la pyrolyse a été réalisée dans un four (Annex 4). Le terme « Burn-off » représente la perte de masse des grains de noyaux de dattes, due au traitement thermique lors de l'étape d'activation. Il est calculé selon la formule suivante:

$$\text{Burn - off \%} = \frac{\text{masse initiale} - \text{masse finale}}{\text{masse initiale}} \times 100 \quad (21)$$

III.1.3.3. Mode de préparation

Après tamisage, la fraction des particules dont la taille varie entre 0,630 et 2,5 mm, représentant 90 % de l'échantillon total, a été sélectionnée comme matière première. Cette fraction a été divisée en quatre échantillons **GB**, **GI**, **GC** et **GIC**, comme indiqué dans le **Tableau III.2**.

Le processus d'imprégnation a été réalisé à l'aide d'acide nitrique pendant 24 h.

Le taux d'imprégnation (Xp, mmol.g⁻¹) est défini comme étant le rapport de la masse de NHO₃ (mmol) sur la masse de noyaux de dattes secs ayant servi comme précurseur (g).

Les échantillons imprégnés ont été lavés avec l'eau distillée chauffée à 90 °C, jusqu'à l'obtention de pH = 5.5.

Ils sont séchés dans une étuve à 90 °C pendant 24 h. Les matériaux sont préparés dans les creusets en porcelaine et fermés par leur couvercle.

Les échantillons sont ensuite carbonisés pendant 1 h à 600 °C avec une vitesse d'augmentation de température de 10 °C.min⁻¹.

Les étapes d'imprégnation et de carbonisation sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau III.2 : Les étapes de l'imprégnation et carbonisation

Échantillons	Séchage	Imprégnation Xp (mmol. g ⁻¹)	Durée d'imprégnation	Lavage	Séchage	Carbonatation à 600°C
GB	Séchage Pendant 24h à 90 °C	0	/	/	/	/
GI		4.5	24 heures	Laver jusqu'à pH = 5.5	Séchage pendant 24h à 90 °C	/
GC		0	/	/	/	Pendant 1 heure (10 °C /min)
GIC		4.5	24 heures	Laver jusqu'à pH = 5.5	Séchage pendant 24 h à 90 °C	Pendant 1 heure (10 °C/min)

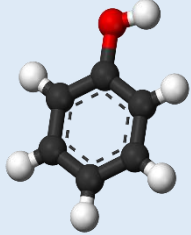
III.2. Caractérisation des charbons actifs par leur capacité d'adsorption du phénol et par FT-IR et MEB.

III.2.1 Caractérisation des charbons actifs par leur capacité d'adsorption du phénol.

Le phénol est couramment utilisé comme adsorbat pour déterminer la surface spécifique apparente des matériaux adsorbants, notamment les charbons actifs. [79]

Ce composé est un modèle pertinent pour l'étude de l'adsorption car il s'agit d'un polluant organique fréquent dans les eaux, possédant une structure simple avec un cycle aromatique et une fonction alcool (-OH), caractéristiques communes aux polluants aquatiques. [80]

Tableau III.3 : Propriétés chimiques et propriétés physiques du phénol. [80]

Propriétés chimiques	
Formule brute	C ₆ H ₆ O
Masse molaire	94,1112 ± 0,0055 g.mol ⁻¹
	C 76,57 %, H 6,43 %, O 17 %,
P _{ka}	10
Moment dipolaire	1,224 ± 0,008 D
Diamètre moléculaire	0,557 nm
Propriétés physique	
Point de fusion	40,9 °C
Point d'ébullition	181,8 °C
Solubilité à 20°C	97 g.L ⁻¹
Masse volumique	1,073 g.cm ⁻³
Température d'auto-inflammation	715 °C
Point d'éclair	79°C
Limites d'explosivité dans l'air (% en volume)	
Limite inférieure	1,7 %
Limite supérieure	8,6 %
Pression de vapeur saturante à 20°C	47 Pa
Densité (d ⁴ ₂₀)	1,07
Temps de vie dans l'air	environ 20 h
Temps de vie dans l'eau	environ 55 h
Structure	

III.2.1.1. Préparation de la solution du phénol.

Les solutions de phénol (pureté $\geq 99,5\%$) ont été préparées en utilisant de l'eau distillée. Afin d'assurer une bonne reproductibilité des résultats des études d'adsorption, nous avons préparé de grandes quantités (500 ml) de solution mère à une concentration de 2000 parties par million (ppm).

Les solutions diluées ont été préparées à l'aide d'une micropipette (Annex 5)

III.2.1.2. Spectrophotomètre UV-Visible.

Pour l'analyse de nos différentes solutions, nous avons utilisé un Spectrophotomètres UV/Vis, DR6000. La spectrophotométrie d'absorption repose sur la mesure de la diminution de l'intensité lumineuse traversant un échantillon, ce qui permet de déterminer la concentration des substances absorbantes. La plage spectrale UV-Visible est largement employée pour les analyses quantitatives. Dans le cadre de notre étude, cette technique a été appliquée pour quantifier diverses concentrations de phénol avant et après adsorption, en utilisant le spectrophotomètre UV-Visible (Annex 6). [83]

III.2.1.3. Courbe d'étalonnage

Une courbe d'étalonnage reliant la densité optique (DO) à la concentration en phénol a été établie en utilisant des solutions de phénol dont les concentrations variaient entre 0 et 180 ppm. Les mesures de densité optique ont été réalisées avec un spectrophotomètre UV-visible à une longueur d'onde du maximum d'émission (λ_{\max}) de 270 nm. Les résultats expérimentaux présentés dans la (Figure III.01) montrent une relation linéaire forte entre l'absorbance et la concentration, avec un coefficient de corrélation élevé ($R^2 = 0,9988$).

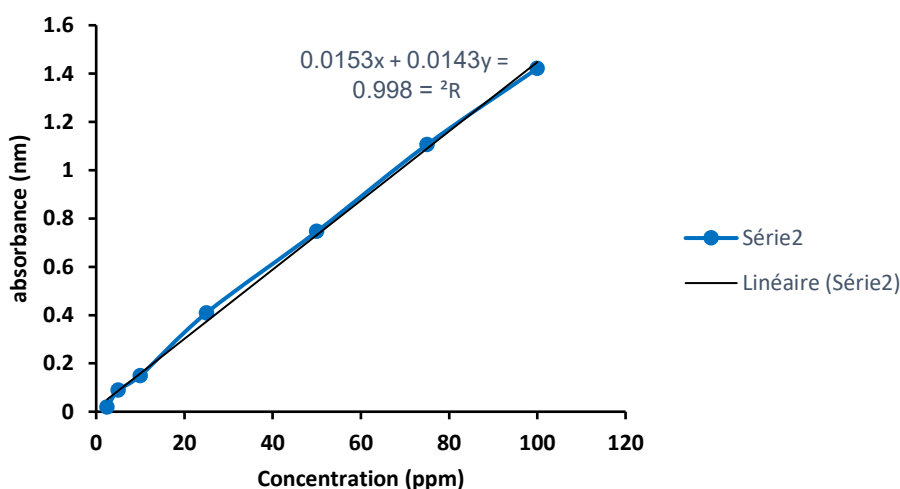


Figure III.1 : Courbe d'étalonnage

La concentration inconnue de phénol peut être déterminée à partir de l'équation de la droite de régression linéaire suivante :

$$C \left(\frac{mg}{l} \right) = \frac{DO}{0.0143} \times 0.0153 \quad (22)$$

III.2.1.4. Etude de l'Effet des différents facteurs sur la capacité d'adsorption.

L'effet de chaque facteur suivant (concentration initiale, pH, température, masse de charbon, vitesse d'agitation, temps de séjours, volume) a été étudié en modifiant un seul facteur à la fois, tout en maintenant les autres constants. Après chaque expérience, la solution a été filtrée et une quantité appropriée d'échantillon a été prélevée pour analyse par spectrophotométrie. Les résultats ont été consignés dans des tableaux.

Tableau III.4 : Les valeurs de facteurs étudiées

Facteurs	Valeurs
Concentration initiale (ppm)	25/50/75/100/125/150/175/200/225/250
La masse de charbon actif (mg)	50/100/150/200/250/300/350
Le volume (ml)	4/6/8/10/12/14/16
Le temps de séjours (min)	10/20/30/60/90/120/150
La vitesse d'agitation (tr/min)	100/150/200/250/300/350/400
La température (°C)	10/20/30/40/50
pH	3/5/7/9/11

III.2.2. Caractérisation des charbons actifs par FT-IR et MEB

Les analyses ont été réalisées au niveau du PTAPC-CRAPC de Ouargla pour la technique du MEB et, pour la technique du FT-IR, au laboratoire de physique de l'université d'Ouargla.

III.2.2.1 Spectrométrie infrarouge FT-IR

Les techniques de spectrophotométrie infrarouge sont employées pour identifier les groupements fonctionnels, ce qui permet de proposer la structure moléculaire d'un composé. Chaque liaison chimique possède des vibrations caractéristiques à des fréquences bien définies.

Dans des conditions normales de température et de pression, les atomes et groupements fonctionnels du composé sont exposés à un rayonnement électromagnétique. [81,82]

Lorsqu'ils sont soumis à un rayonnement infrarouge, les liaisons moléculaires absorbent une partie de cette énergie et vibrent selon différents modes, tels que des vibrations d'élongation ou de déformation. Le spectre infrarouge, correspondant aux énergies vibratoires des liaisons moléculaires, est divisé en trois régions principales :

- Proche infrarouge : longueur d'onde $\lambda = 0,8$ à $2,5 \mu\text{m}$ (ou nombre d'onde $\nu = 4000$ à 12500 cm^{-1}),
- Moyen infrarouge : $\lambda = 2,5$ à $25 \mu\text{m}$ ($\nu = 400$ à 4000 cm^{-1}),
- Lointain infrarouge : $\lambda = 25$ à $1000 \mu\text{m}$ ($\nu = 10$ à 400 cm^{-1}).

L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) en mode transmission a été effectuée sur des charbons actifs à température ambiante, à l'aide d'un spectromètre HYPER IR de SHIMADZU. Le spectre a été enregistré dans la plage de nombres d'onde comprise entre 500 et 4000 cm^{-1} , avec une résolution spectrale de 2 cm^{-1} . Les échantillons ont été préparés sous forme de pastilles, obtenues par mélange homogène de 1 mg de charbon actif et 100 mg de bromure de potassium (KBr), pressées à une pression de 400 MPa . Ces pastilles ont ensuite été séchées au four pendant 4 heures à $0 \text{ }^\circ\text{C}$ avant l'acquisition des spectres. (Annex 7),

III.2.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'imagerie utilisée pour observer la morphologie et la structure de surface des matériaux à des grossissements élevés. Cette méthode permet d'obtenir des images détaillées de la topographie et de la texture des échantillons, avec une résolution pouvant atteindre l'échelle nanométrique. L'analyse MEB est particulièrement utile pour étudier la forme, la taille et la distribution des particules ainsi que les caractéristiques de surface des matériaux.

- **Principe :**

L'analyse MEB consiste à placer l'échantillon dans la chambre sous vide du microscope électronique. Un faisceau d'électrons est balayé sur la surface de l'échantillon, ce qui génère des signaux secondaires (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés) qui sont collectés pour former une image détaillée de la surface. Ces images permettent d'examiner la morphologie fine et la structure des matériaux analysés. Les analyses par microscopie électronique à balayage ont été réalisées à l'aide de spectrophotomètres (Annexe 8).

III.3 Modélisation et optimisation de la capacité du charbon actif sur l'adsorption du phénol

Après avoir réalisé toutes les analyses et obtenu les résultats, nous avons sélectionné trois facteurs ayant le plus grand impact sur l'efficacité du charbon actif dans l'adsorption du phénol dissous dans l'eau. Ce processus est appelé optimisation, qui vise à identifier et ajuster les paramètres expérimentaux les plus influents afin d'obtenir la meilleure performance possible du procédé d'adsorption.

III.3.1 Définition

L'optimisation s'appuie sur des modèles mathématiques et expérimentaux pour analyser l'effet de chaque facteur sur la capacité d'adsorption et la cinétique de la réaction. Des méthodes statistiques telles que l'analyse de variance (ANOVA) et la conception d'expériences sont souvent utilisées pour classer les facteurs selon leur importance. [83]

III.3.2 Objectif

L'objectif de l'optimisation est d'améliorer l'efficacité de l'utilisation du charbon actif dans le traitement des eaux contaminées, en ajustant les conditions pour atteindre la capacité maximale d'adsorption du phénol tout en réduisant le temps et les coûts. L'amélioration de la structure du charbon actif, notamment l'augmentation de la surface spécifique et le développement de la porosité, joue également un rôle clé dans l'amélioration du processus d'adsorption.

III.3.3 Méthode d'optimisation :

III.3.3.1 Plan d'expériences :

Le plan d'expériences (DOE) est une méthode structurée utilisée pour comprendre la relation entre plusieurs facteurs influençant un sujet et ses résultats. Plusieurs facteurs sont modifiés simultanément dans une seule expérience, ce qui réduit le nombre de tests et permet d'analyser les interactions entre les facteurs. On utilise des tableaux d'essais complets ou fractionnaires pour couvrir différentes combinaisons de facteurs. [83]

III.3.3.2 La méthodologie de surface de réponse (RSM) :

La méthodologie de surface de réponse (RSM) est une approche statistique qui combine plusieurs facteurs à différents niveaux au sein d'une même expérience. Elle est employée pour analyser des problèmes complexes impliquant plusieurs facteurs interagissant de manière spécifique. Cette méthode utilise des plans d'expériences (DOE) avec des tableaux

spécialement conçus pour estimer les interactions entre facteurs ainsi que les réponses quadratiques. [83]

III.3.3.3 Design Box-Behnken (BBD):

Le plan Box-Behnken est une matrice expérimentale spécialement conçue pour la méthodologie de surface de réponse. Dans ce plan, les niveaux des facteurs se situent au milieu des arêtes du cube expérimental (points rouges) ainsi qu'au centre (point bleu). Ce type de plan est fréquemment utilisé en RSM pour modéliser la surface de réponse, nécessitant trois niveaux pour chaque facteur. [83]

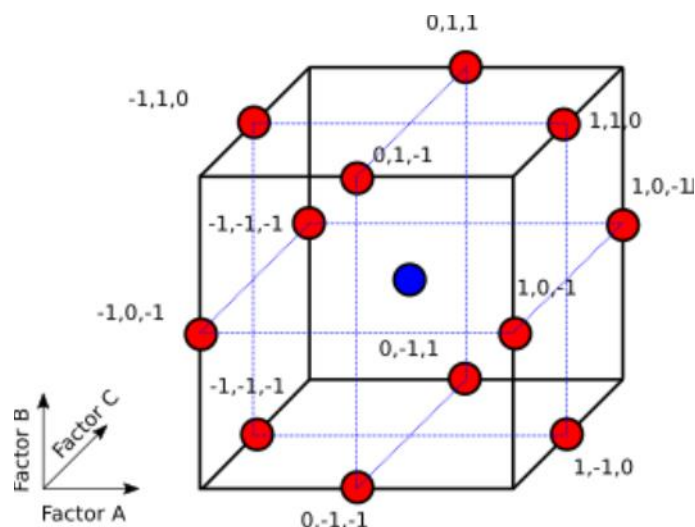


Figure III.2 : Image graphique du Design Box-Behnken. [83]

III.3.3.4 Conception expérimentale

Le plan expérimental adopté dans cette étude est le plan de Box-Behnken, largement reconnu pour son efficacité dans les applications d'ingénierie et permettant l'étude de trois variables indépendantes à trois niveaux factoriels. Les variables indépendantes considérées sont Temps de séjour (X_1 , en min), Masse de l'adsorbant (X_2 , en mg) et le pH(X_3). La réponse évaluée est la quantité d'adsorption(Y). Les niveaux codés et réels des variables indépendantes ainsi que la structure complète du plan expérimental sont détaillés dans le [Tableau III. 6](#). La valeur codée « 0.0.0 » correspond au point central, répété plusieurs fois afin d'estimer la variance expérimentale. Les points factoriels ont été codés ± 1 conformément à la méthodologie standard des plans factoriels.

Tableau III. 5 : Niveaux de conception expérimentale pour divers paramètres.

Symboles	Variables indépendentes	Niveaux		
		-1	0	+1
X ₁	Temps de séjour (min)	60	90	120
X ₂	Masse de l'adsorbant (mg)	50	150	250
X ₃	pH	5	7	9

Après avoir défini les trois paramètres et choisi le design Box-Behnken, nous obtenons la matrice suivante (**Tableau III. 6**) :

Tableau III. 6 : La matrice de design Box – Behnken.

Tests	Facteurs		
	F ₁ (X ₁)	F ₂ (X ₂)	F ₃ (X ₃)
1	-1	-1	0
2	1	-1	0
3	-1	1	0
4	1	1	0
5	0	0	0
6	0	-1	-1
7	0	-1	1
8	0	1	-1
9	0	1	1
10	0	0	0
11	-1	0	-1
12	-1	0	1
13	1	0	-1
14	1	0	1
15	0	0	0

III.3.3.5 Analyse des données

Toutes les données expérimentales ont été centrées à partir de trois mesures. L'analyse a été effectuée par régression de surface de réponse en utilisant le logiciel Design-Expert V 13

(Annex 9). Les données ont été ajustées à un modèle polynomial du second ordre, permettant d'estimer les coefficients de régression. Le modèle polynomial généralisé de second ordre utilisé pour cette analyse de surface de réponse est présenté par l'équation suivante :

$$y = a_0 + \sum_{i=1}^3 a_i x_i + \sum_{i=1}^3 a_i x_i^2 + \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^3 a_i x_i x_j \quad (i \neq j) \quad (23)$$

Où :

Y : est la réponse ou la grandeur d'intérêt. Elle est mesurée au cours de l'expérimentation et elle est obtenue avec une précision donnée.

X_i, X_j : représentent respectivement les niveaux des variables indépendantes.

$\alpha_i, \alpha_{ij}, \alpha_{ij}$: sont les coefficients du modèle mathématique adopté a priori. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences. [83]

Chapitre IV :

Résultats et Discussions



Chapitre IV : Résultats et discussions

Ce chapitre comprend une présentation des résultats pour les éléments suivants :

- ✓ Préparation des adsorbants (charbons actifs) par voie chimique, en utilisant comme matière première le noyau de datte.
- ✓ Caractérisation des charbons actifs obtenus, à travers leur capacité d'adsorption du phénol et par FT-IR et MEB.
- ✓ Création d'un modèle mathématique qui donne des résultats maximaux pour le processus d'adsorption.

IV.1 Préparation l'adsorbant

Le **tableau IV.1** montre les pertes de masse des quatre échantillons (GB, GI, GC et GIC) après les processus d'imprégnation et de carbonisation.

Tableau IV. 1 : Perte de masse « Burn-off »

Échantillon	m ₀ sec (g)	m ₁ après imprégnation (g)	m ₂ finale (g)	Burn-off (%)
GB	70	70	70	0
GI	70	62,2	62,2	0
GC	70	70	16,21	76,83
GIC	150	126,8	32,15	74,64

IV.2 Caractérisation des charbons actifs par leur capacité d'adsorption du phénol et par FT-IR et MEB

IV.2.1 Caractérisation des charbons actifs par leur capacité d'adsorption du phénol

IV.2.1.1 Isotherme d'adsorption

Voici une analyse détaillée du graphique fourni, qui montre l'effet de la concentration à l'équilibre (ppm) sur la quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g) pour quatre échantillons : GB, GI, GC et GIC.

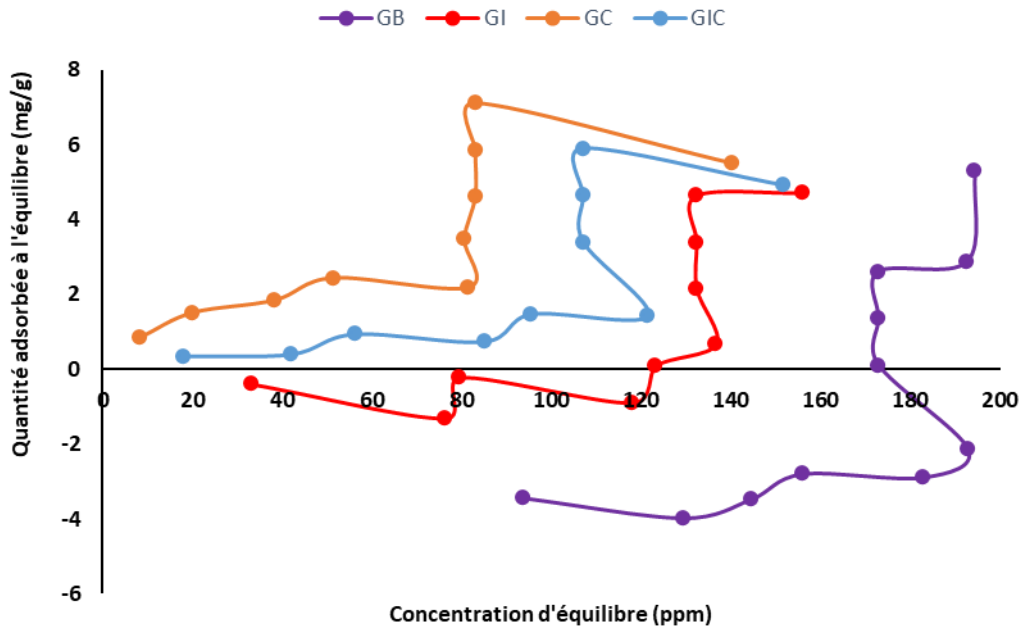


Figure IV.1 : Effet de concentration d'équilibre sur l'adsorption

Les valeurs d'adsorption maximales pour les quatre échantillons GB, GI, GC et GIB étaient les suivantes : 5.2838, 4.707, 7.0969 et 5,894 respectivement. Les courbes présentent des valeurs négatives, cela est dû à la libération de certains échantillons de phénol dans l'eau à faibles concentrations.

IV.2.1.2 La surface spécifique

Après le traçage des courbes des isothermes **Figure IV.1**, on a conclu la valeur de capacité maximale Q_m (mg. g^{-1}) qui adsorbé par les charbons actifs. La Q_m permet l'estimation de l'aire de la surface spécifique de l'échantillon couverte par la molécule de phénol (SSA) à partir de l'équation :

$$SSA = Q_m \times A_m \times N_A \quad (24)$$

Où : A_m est la surface occupée par un atome de phénol est égale $52.2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$ [51].

Le **Tableau IV.2** représente les valeurs de surfaces spécifiques obtenues par l'application de l'équation ci-dessus.

Tableau IV.2 : Les airs couvre par le phénol

Echantillon	Qm (mg/g)	SSA (m ² /g)
GB	5,2838	17,6520018
GI	4,707	15,7250412
GC	7,0969	23,7091661
GIB	5,894	19,6905444

IV.2.1.3 Etude de l'Effet des différents facteurs sur la capacité d'adsorption

IV.2.1.3.1 L'effet de concentration initiale sur la quantité d'adsorption

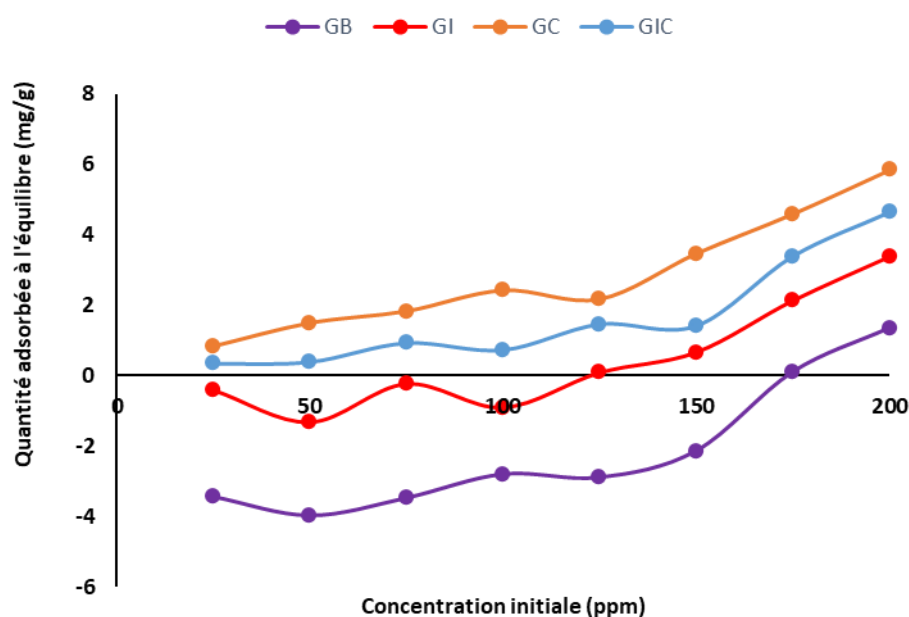


Figure IV.2 l'évolution de la quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g) en fonction de la concentration initiale (ppm) pour quatre matériaux (GB, GI, GC, GIC).

Figure IV.2 : Effet de concentration initiale sur l'adsorption

Le figure IV.2 représente que plus la concentration initiale de phénol augmente, plus la quantité adsorbée augmente pour tous les échantillons. On remarque que l'adsorption reste faible aux faibles concentrations, et que l'échantillon GC présente la plus grande capacité d'adsorption parmi tous les échantillons.

IV.2.1.3.2 L'Effet de la masse d'adsorbant sur la quantité d'adsorption.

Figure IV.3 qui représente l'effet de la masse d'adsorbant (mg) sur la quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g) pour deux échantillons : GC et GIC.

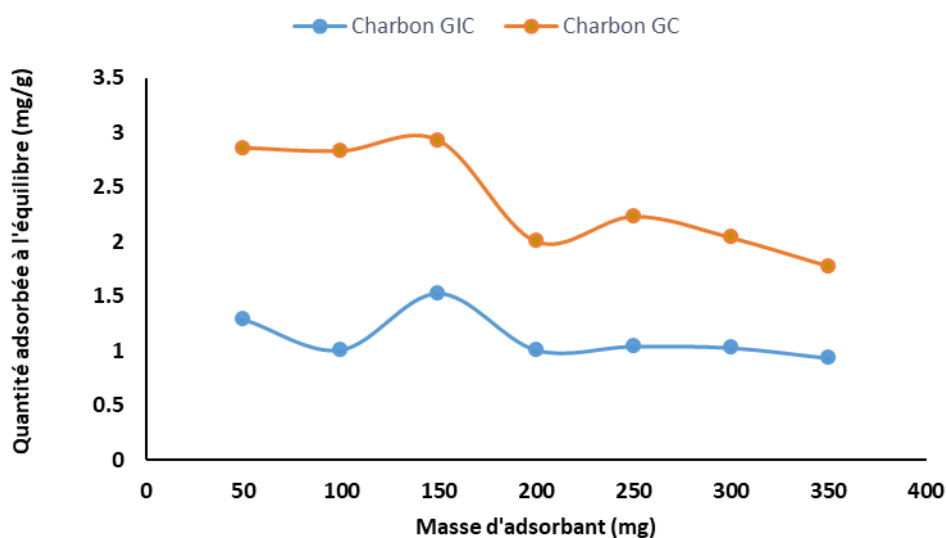


Figure IV.3 : Effet de masse d'adsorbant sur l'adsorption

Dans Figure IV.3 On remarque que plus la masse de l'adsorbant augmente, plus la quantité adsorbée par gramme diminue. La quantité maximale d'adsorption est atteinte pour une masse de 150 mg d'adsorbant, aussi bien pour le Charbon GC que pour le Charbon GIC.

IV.2.1.3.3 L'Effet le volume sur la quantité d'adsorption.

Figure IV.4 présente la variation de la quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g) en fonction du volume de la solution (ml) pour deux types de charbons actifs

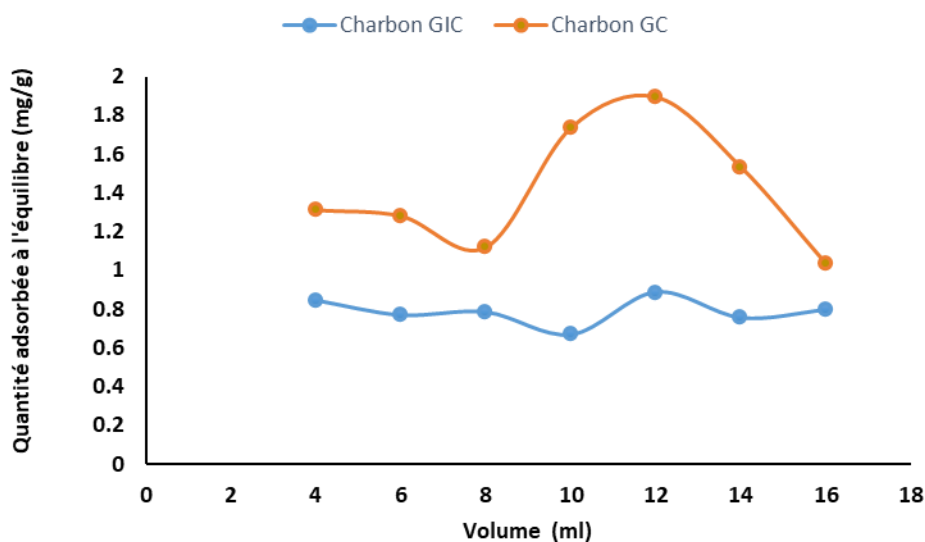


Figure IV.4 : Effet de volume sur l'adsorption

On remarque sur ce graphique qu'il n'y a pas de variation significative de la quantité adsorbée pour le Charbon GIC, qui reste pratiquement stable quel que soit le volume. En revanche, pour le Charbon GC, la quantité adsorbée augmente nettement dans l'intervalle de 8 à 16 ml jusqu'à atteindre une valeur maximale, puis diminue au-delà de ce volume.

IV.2.1.3.4 L'Effet la température sur la quantité d'adsorption.

Le figure IV.5 présente l'effet de la température sur la quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g) pour deux charbons actifs, GIC et GC.

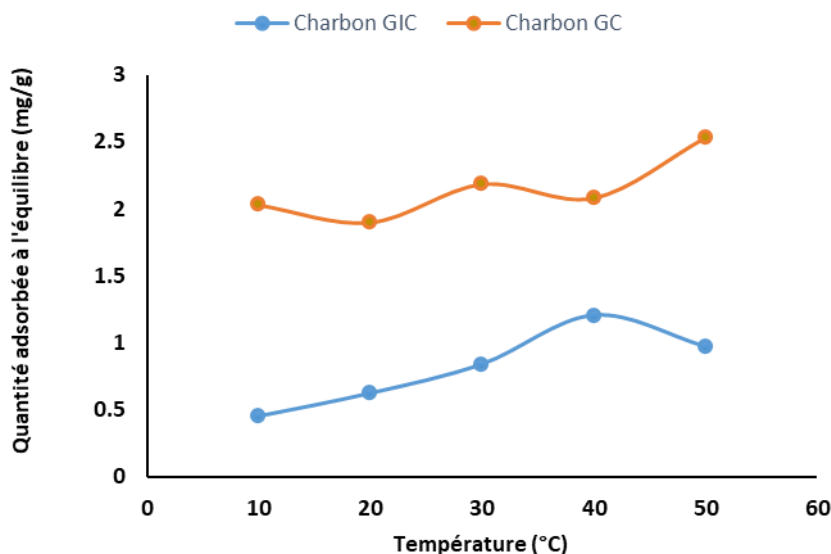


Figure IV.5 : Effet de température sur l'adsorption

En ce qui concerne l'échantillon GC, nous notons que la quantité de GC est restée approximativement constante à 2, mais une valeur maximale a été enregistrée à 50°C, estimée à environ 2,5 mg/g ; quant au GIC, on constate une augmentation de sa quantité avec l'augmentation de la température jusqu'à 40°C, après quoi elle diminue jusqu'à environ 1 mg/g.

IV.2.1.3.5 L'effet du temps de séjour sur la quantité d'adsorption.

La courbe 6 présente l'évolution de la quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g) en fonction du temps de séjour (min) pour deux charbons actifs, GIC et GC

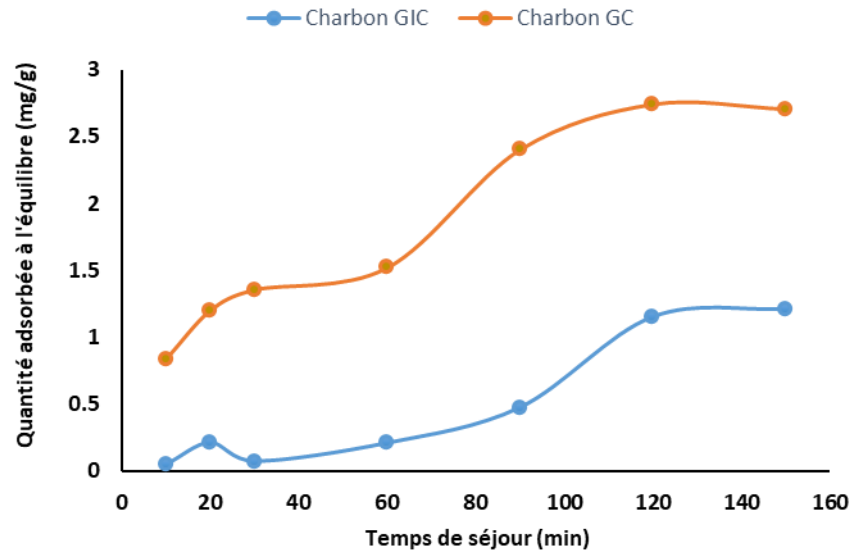


Figure IV.6 : Effet de temps de séjours sur l'adsorption

Les échantillons GC et GIC ont enregistré que plus le temps de rétention était long, plus la quantité était élevée.

IV.2.1.3.6 L'Effet de la vitesse d'agitation sur la quantité d'adsorption.

Figure IV.7 représente l'effet de la vitesse d'agitation (tr/min) sur la quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g) pour deux charbons actifs, GIC et GC.

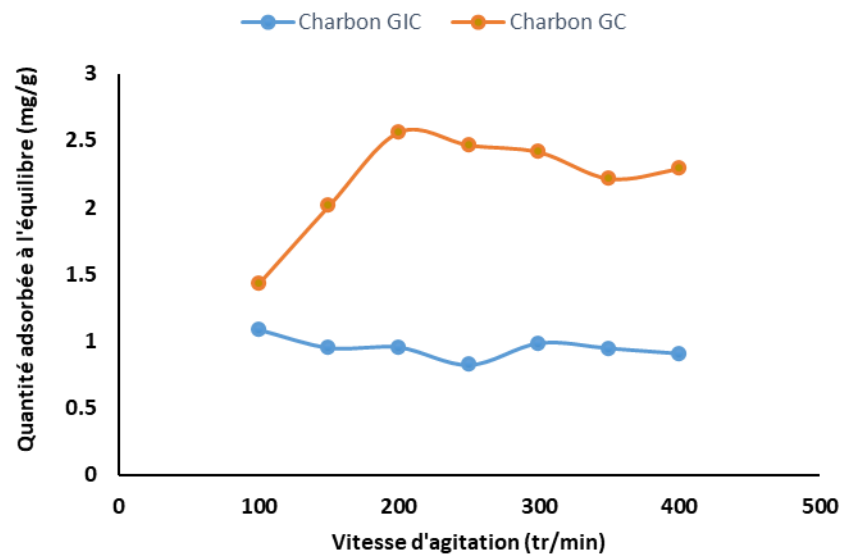


Figure IV.7 : Effet de vitesse d'agitation sur l'adsorption

On remarque que la vitesse d'agitation n'a pratiquement aucun effet sur la quantité adsorbée par le Charbon GIC, qui reste stable autour de 1 mg/g. En revanche, pour le Charbon GC, la quantité adsorbée augmente avec la vitesse d'agitation jusqu'à atteindre un maximum

d'environ 2,5 mg/g à 200 tr/min, puis se stabilise ou diminue légèrement à des vitesses plus élevées.

IV.2.1.3.7 L'Effet de pH sur la quantité d'adsorption

Figure IV.8 illustre l'effet du pH sur la quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g) pour deux charbons actifs, GIC et GC.

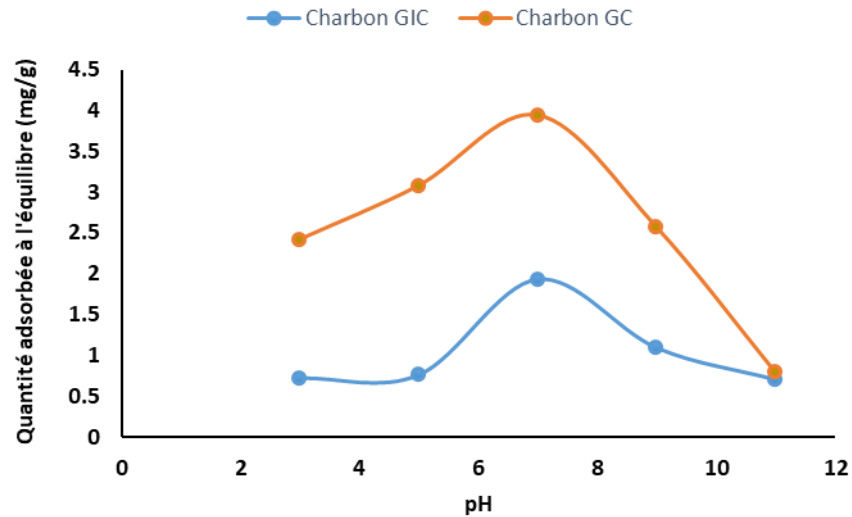


Figure IV.8 : Effet de pH sur l'adsorption

On observe que l'effet du pH sur la quantité adsorbée à l'équilibre est le plus marqué pour les deux charbons dans la zone de pH neutre (autour de 7), où les valeurs maximales d'adsorption sont atteintes : environ 4 mg/g pour le Charbon GC et 2 mg/g pour le Charbon GIC. En dehors de cette plage, aussi bien en milieu acide qu'en milieu basique, la quantité adsorbée diminue nettement pour les deux types de charbon.

IV.2.1.4 Le modèle d'adsorption de Langmuir

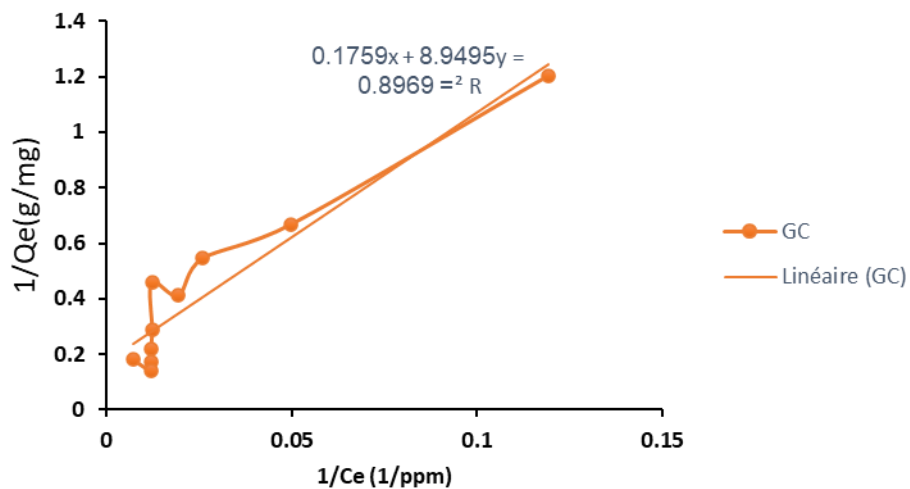


Figure IV.9 : Modèle d'adsorption de Langmuir

Le figure IV.09 représente la linéarisation du modèle d'adsorption de **Langmuir** pour le charbon actif GC. On y trace $1/Q_e$ (quantité adsorbée inverse, en g/mg) en fonction de $1/C_e$ (concentration à l'équilibre inverse, en 1/ppm). La droite de régression linéaire obtenue a pour équation :

$$Y = 8.9495x + 0.1759$$

Avec un coefficient de corrélation $R^2=0,8969$, indiquant une bonne adéquation du modèle de Langmuir aux données expérimentales.

IV.2.1.5 Le modèle d'adsorption de Freundlich

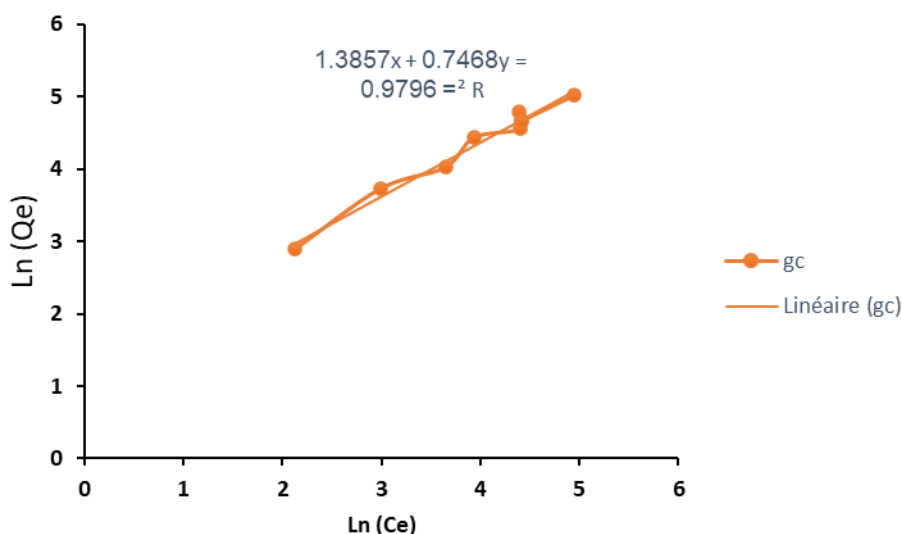


Figure IV.10: Modèle d'adsorption de Freundlich

Le figure IV.10 représente présente une forte relation linéaire entre $\text{Ln}(Q_e)$ et $\text{Ln}(C_e)$ pour le charbon actif GC, comme l'indique l'équation de la droite ($y = 0,7468x + 1,3857$) et la valeur élevée du coefficient de détermination ($R^2 = 0,9796$). Cela montre une excellente adéquation des données expérimentales au modèle de Freundlich, ce qui confirme l'efficacité d'adsorption élevée et la bonne répartition des sites actifs à la surface du charbon GC.

IV.2.2 Caractérisation des charbons actifs par FT-IR et MEB.

IV.2.2.1 Caractérisation des charbons actifs par FT-IR.

L'analyse spectroscopique en infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) permet l'identification des groupes fonctionnels présents à la surface des charbons actifs. Ces groupes jouent un rôle essentiel dans les propriétés d'adsorption et les interactions de surface.

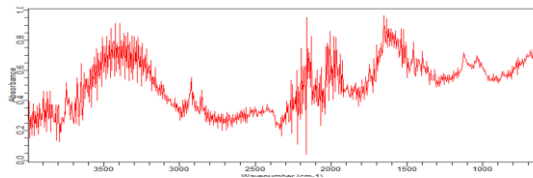


Figure IV.11: Spectre FT-IR du charbon actif

GC

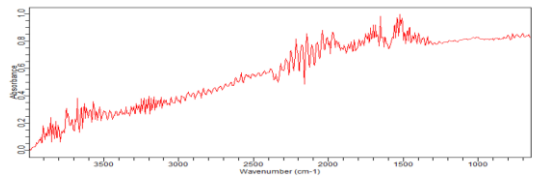


Figure IV.12: Spectre FTIR du charbon actif

GI

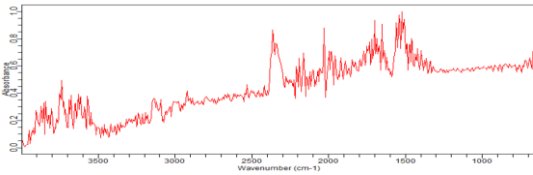


Figure IV.13: Spectre FTIR du charbon actif

GIC

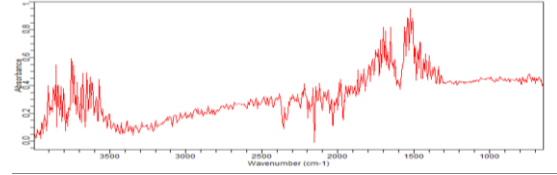


Figure IV.14 : Spectre FTIR du charbon actif

GB

IV.2.2.2 Caractérisation des charbons actifs par MEB.

La microscopie électronique à balayage (MEB) permet l'observation directe de la morphologie de surface des charbons actifs, mettant en évidence la porosité, les structures internes et les effets des traitements thermo-chimiques.

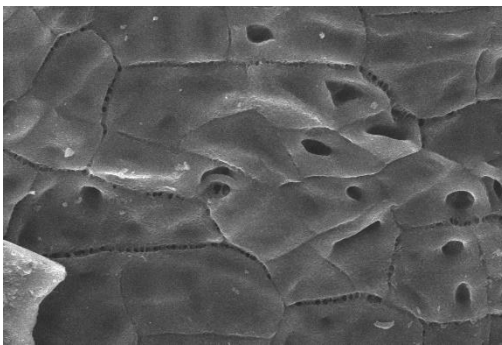


Figure IV.15 : MEB du charbon actif GC

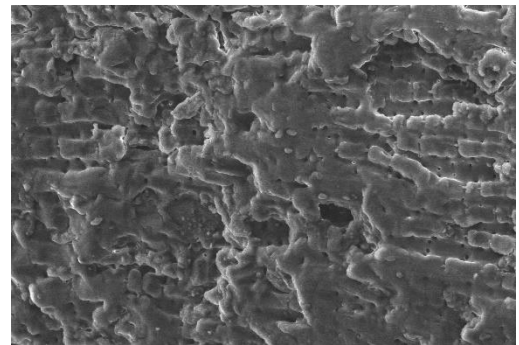


Figure IV.16: MEB du charbon actif GI

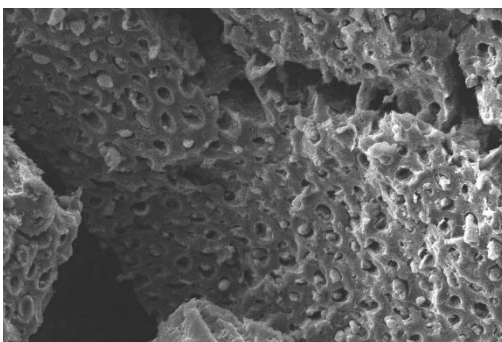


Figure IV.17: MEB du charbon actif GIC

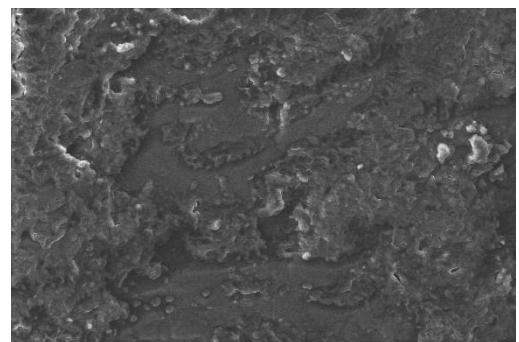


Figure IV.18 : MEB du charbon actif GB

❖ **Charbon actif GC (1000x)**

- Surface relativement lisse avec pores circulaires bien distribués, de taille variable.
- Cela suggère une structure poreuse développée favorable à l'adsorption.

❖ **Charbon actif GI (300x)**

- La surface montre une distribution homogène de pores arrondis et une porosité apparente élevée, ce qui est avantageux pour capter les molécules organiques.

❖ **Charbon actif GIC (300x)**

- La surface est moins régulière, avec des pores moins définis et une structure plus compacte.
- Cela pourrait indiquer une activation partielle ou moins efficace, ou une réduction de porosité par colmatage.
 - Moins de structures ouvertes visibles.

❖ **Charbon actif GB (300x)**

- Surface granuleuse et irrégulière, avec peu de pores visibles à ce grossissement.
- Aspect plus dense, moins favorable à l'adsorption de molécules de grande taille.

IV.3 Modélisation et optimisation de la quantité d'adsorption.**IV.3.1 Analyse de la surface de réponse de la quantité d'adsorption :**

Les figures (IV.19, IV.20 et IV.21) montrent l'effet de la masse de l'adsorbant, du temps de séjour et pH sur la quantité d'adsorption.

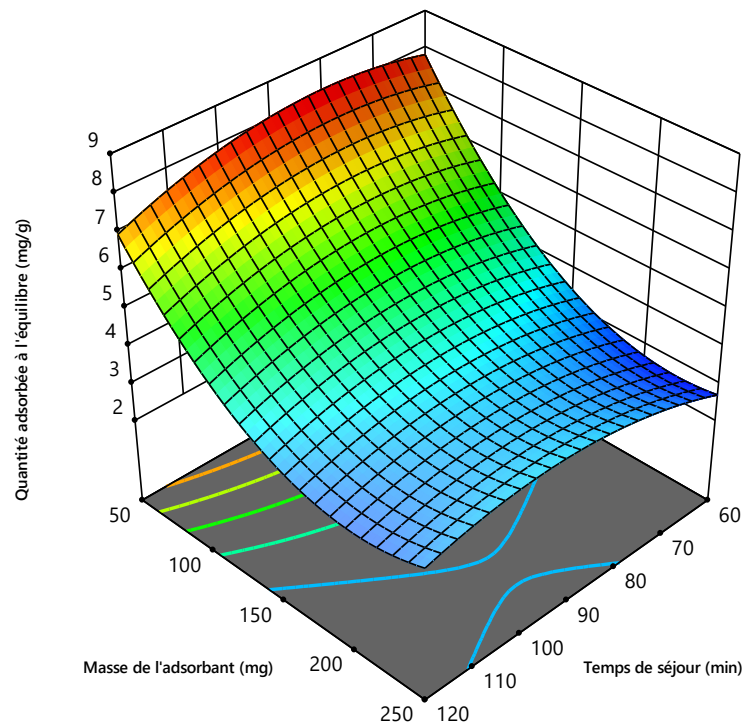


Figure IV.19: Diagramme de surface de réponse montrant l'effet de la masse de l'adsorbant et du temps de séjour sur la quantité d'adsorption.

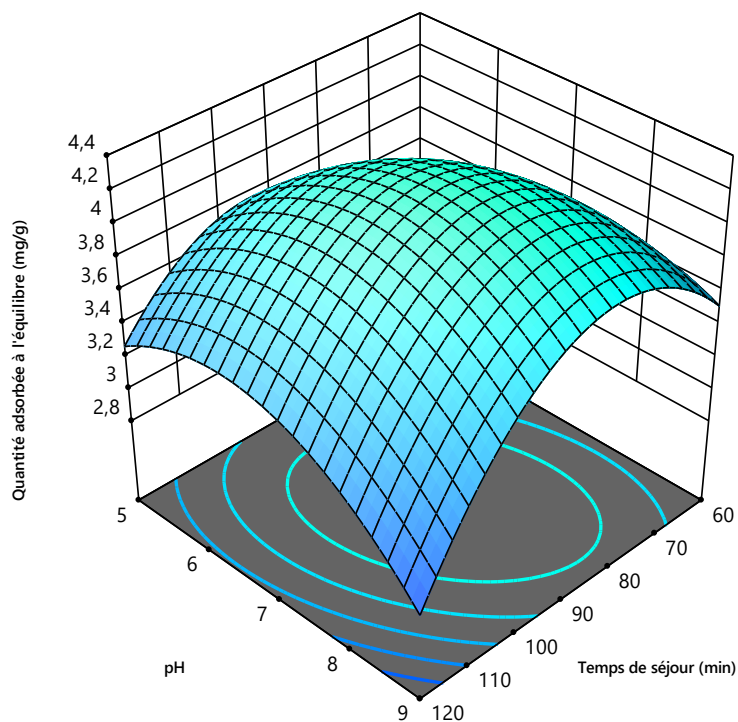


Figure IV.20 : Diagramme de surface de réponse montrant l'effet du temps séjour et le pH de sur la quantité d'adsorption.

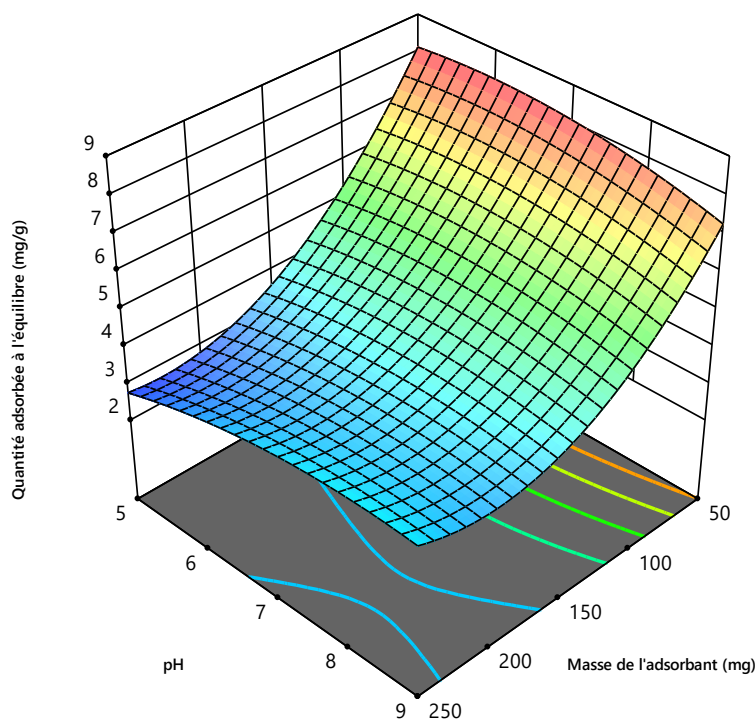


Figure IV.21 : Diagramme de surface de réponse montrant l'effet de pH et la masse d'adsorbant sur la quantité d'adsorption.

L'étude des surfaces de réponse (figures IV.19 à IV.21) montre que la masse de l'adsorbant est le facteur le plus influent sur la quantité d'adsorption, contrairement au temps

de séjour et au pH qui ont un effet moindre. Les interactions entre variables révèlent une zone optimale d'adsorption pour certaines combinaisons, notamment entre masse et pH.

L'analyse statistique (ANOVA) confirme ces résultats : seule la masse est significative ($p < 0,0001$), avec un excellent ajustement du modèle ($R^2 = 0,9908$). Le modèle quadratique utilisé permet ainsi de prédire efficacement la quantité d'adsorption et d'identifier les conditions optimales.

IV.3.2 Analyse de la variance du modèle de quantité d'adsorption :

L'ajustement de la fonction de réponse et des données expérimentales, la linéarité et l'effet quadratique des variables indépendantes, leurs interactions et les coefficients de régression sur les variables de réponse ont été évalués par analyse de variance (ANOVA) (Tableau IV. 3).

Tableau IV. 3 : Analyse de la variance du modèle quadratique de surface de réponse pour la quantité d'adsorption

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value	Significance	R ²
Model	54,80	9	6,09	59,88	0,0001	Signifiant	0,9908
Temps	0,0374	1	0,0374	0,3682	0,5705	/	/
Masse	39,00	1	39,00	383,47	< 0,0001	/	/
pH	0,0255	1	0,0255	0,2503	0,6381	/	/

Les valeurs **p-value** inférieures à 0,05 indiquent que les termes du modèle sont significatifs. Dans ce cas, la masse est en termes du modèle significatif. Les valeurs supérieures à 0,1000 indiquent que les termes du modèle ne sont pas significatifs.

IV.3.3 Montage du modèle de quantité d'adsorption :

Les données obtenues à partir de Design Box-Behnken sont générées dans un modèle de fonction de réponse polynomiale du second ordre, qui prédit les concentrations de calcium éliminé de l'eau de source, exprimé par les variables codées (X_1 , X_2 et X_3) dans l'équation 1 :

$$\begin{aligned} \text{Quantité adsorbée à l'équilibre } \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}}\right) \\ = 4.24 - AX_1 - BX_2 + CX_3 + DX_1X_2 - EX_1X_3 + FX_2X_3 - GX_1^2 + HX_2^2 - IX_3^2 \end{aligned}$$

L'équation en termes de facteurs réels permet de prédire la réponse pour des niveaux donnés de chaque facteur. Ici, les niveaux doivent être spécifiés dans les unités d'origine de

chaque facteur. Cette équation ne doit pas être utilisée pour déterminer l'impact relatif de chaque facteur, car les coefficients sont mis à l'échelle pour s'adapter aux unités de chaque facteur et l'ordonnée à l'origine n'est pas au centre de l'espace de conception.

IV.4 Validation du modèle de quantité d'adsorption :

Les tableaux **Tableau IV. 4** et **Tableau IV. 5** représente les résultats expérimental et prédit de capacité d'adsorption dans les conditions maximales et les conditions optimales.

Tableau IV. 4 : Conditions maximales, valeur prédite et expérimentale de quantité d'adsorption.

Les conditions maximales			Quantité d'adsorption (mg/g)	
Temps séjour (min)	Masse de l'adsorbant (mg)	pH	Expérimental	Prédit
80.77	50	7.11	8.02	8.175

Tableau IV. 5 : Conditions optimales, valeur prédite et expérimentale de quantité d'adsorption.

Les conditions optimales			Quantité d'adsorption (mg/g)	
Temps séjour (min)	Masse de l'adsorbant (mg)	pH	Expérimental	Prédit
60	50	7.11	7.232	7.832

Cela indique que le modèle est bien adapté pour adsorber le phénol par le charbon actif préparé à partir de noyaux de dattes dans des conditions optimales et que le modèle est bien conçu pour prédire optimal.

Conclusion générale

Conclusion générale

Au terme de ce travail, nous avons pu explorer la valorisation des noyaux de dattes (variété *Ghars*) comme matière première naturelle pour la production de charbon actif, destiné à l'élimination du phénol dans les eaux usées, un polluant organique toxique et persistant. Quatre types de charbon actif ont été préparés selon différentes méthodes : brut (GB), imprégné chimiquement (GI), calciné thermiquement (GC), et traité de manière combinée (GIC).

Les résultats ont montré que les échantillons GC et GIC présentaient les meilleures capacités d'adsorption, avec une capacité maximale atteignant 7,0969 mg/g pour le charbon GC. Trois facteurs ont été identifiés comme les plus influents dans le processus d'adsorption : le pH, le temps de contact, et la masse de l'adsorbant. L'application de la méthodologie de surface de réponse (RSM) avec le plan de Box-Behnken a permis de développer un modèle mathématique fiable et de déterminer les conditions opératoires optimales.

D'un point de vue analytique, les analyses FT-IR ont mis en évidence la présence de groupes fonctionnels actifs sur la surface du charbon actif, tels que les groupes hydroxyle ($-OH$) et carbonyle ($C=O$), responsables de la fixation des molécules de phénol. Ces groupes se sont avérés plus abondants et mieux structurés après les traitements thermique et chimique, améliorant ainsi les performances d'adsorption.

En parallèle, les observations par MEB (Microscopie Électronique à Balayage) ont révélé que les charbons GC et GIC possèdent une surface hautement poreuse avec une distribution homogène des pores, ce qui explique leur efficacité supérieure par rapport aux charbons GB et GI.

En conclusion, les noyaux de dattes constituent une ressource renouvelable, abondante et peu coûteuse pour la production de charbons actifs efficaces dans le traitement des eaux contaminées. Des recherches futures pourraient s'orienter vers l'étude de la régénération des adsorbants et l'extension de leur utilisation à d'autres types de polluants organiques ou inorganiques.

Références

Bibliographies



Références bibliographiques

- [01] MONTGOMERY, Maggie A. et ELIMELECH, Menachem. Water and sanitation in developing countries: including health in the equation. *Environmental science & technology*, 2007, vol. 41, no 1, p. 17-24.
- [02] RAUTANEN, Sanna Leena, LUONSI, Antero, NYGARD, Henry, et al. Sanitation, water and health. *Environment and History*, 2010, vol. 16, no 2, p. 173-194.
- [03] ALI, I., ASIM, M. et KHAN, T.A. Low cost adsorbents for the removal of organic pollutants from wastewater. *Journal of Environmental Management*, 2012, vol. 113, p. 170-183.
- [05] BABEL, S. et KURNIAWAN, T.A. Low-cost adsorbents for heavy metals uptake from contaminated water: a review. *Journal of Hazardous Materials*, 2003, vol. 97, no 1-3, p. 219-243.
- [06] GUPTA, V.K. et SUHAS. Application of low-cost adsorbents for dye removal – A review. *Journal of Environmental Management*, 2009, vol. 90, no 8, p. 2313-2342.
- [07] YAGUB, M.T., SEN, T.K., AFROZE, S. et ANSARI, M. Dye and its removal from aqueous solution by adsorption: A review. *Advances in Colloid and Interface Science*, 2014, vol. 209, p. 172-184.
- [08] Organisation des Nations Unies (ONU). (2023). *Rapport mondial des Nations Unies sur la mise en valeur des ressources en eau 2023 : L'eau et le développement durable*. ONU.
- [09] Marsh, H., & Rodríguez-Reinoso, F. (2006). *Activated Carbon*. Elsevier Science.
- [10] Bansal, R. C., & Goyal, M. (2005). *Activated Carbon Adsorption*. CRC Press. (Détaille la production, l'activation et les mécanismes d'adsorption du charbon actif.)
- [11] ILHEM, MALKI Latifa-LAHRECHE. Inventaire des maladies fongiques du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) de la région de Biskra, cas de «Bordj ben azzouz, El ghrous et Lioua».
- [12] Zaid, A., & de Wet, P. F. (2002). *Date Palm Cultivation* (FAO Plant Production and Protection Paper No. 156). Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO).
- [13] Ben Salem, A., & Bouguedoura, N. (2017). *Le palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) : Biodiversité et valorisation durable dans les oasis du Sahara*. Éditions scientifiques Elsevier.
- [14] TRIFA Imene\HEDADJI Zineb2020 mémoire master ÉVALUATION DE L'ACTIVITÉ ANTIBACTÉRIENNE D'UNE VARIÉTÉ DE DATTE SÈCHE «Hachef» : *Phoenix dactylifera* L. Université des Frères Mentouri Constantine

- [15] TRIFA Imene\HEDADJI Zineb 2020 mémoire master ÉVALUATION DE L'ACTIVITÉ ANTIBACTÉRIENNE D'UNE VARIÉTÉ DE DATTE SÈCHE «Hachef» : Phoenix dactylifera L. Université des Frères Mentouri Constantine
- [16] Article scientifique sur l'origine et la domestication du palmier dattier, mentionnant la taxonomie selon Munier (1973) et Linné (1734).
- [17] Zohary, M., Hopf, M., Weiss, E. (2012). *Domestication of Plants in the Old World*. Oxford University Press
- [18] ZIOUTI, A., EL MODAFAR, C., EL MANDILI, A., et al. Identification des acides caféoylshikimiques des racines du palmier dattier, principaux composés fongitoxiques vis-à-vis de *Fusarium oxysporum* f. sp. *albedinis*. *Journal of Phytopathology*, 1996, vol. 144, no 4, p. 197-202.
- [19] Mimoun, A., Jrad, A., Tahri, K., et al. (2023). *Étude architecturale du système racinaire d'un jeune palmier dattier (Phoenix dactylifera L.)*. CIRAD / PHC Maghreb
- [20] ZIOUTI, A., EL MODAFAR, C., EL MANDILI, A., et al. Identification des acides caféoylshikimiques des racines du palmier dattier, principaux composés fongitoxiques vis-à-vis de *Fusarium oxysporum* f. sp. *albedinis*. *Journal of Phytopathology*, 1996, vol. 144, no 4, p. 197-202.
- [21] INRA Maroc, "Le palmier dattier : culture et production", document PDF consultable sur le site de l'INRA Maro
- [22] LAVILLE, Etienne, et al. Infestation expérimentale de jeunes plantules de palmier-dattier par *Fusarium oxysporum* var. *Albedinis*. *Fruits*, 1962, vol. 17, no 2, p. 88-90.
- [23] . El Hadrami, I., & Al-Khayri, J. M. (2012). *Date Palm Biotechnology*. Springer.
Chapitres sur la reproduction et la morphologie du palmier dattier.
- [24] ATLILI-BOUTHELDJA, La biodiversité de palmier dattier, Université d'Ouargla, 2023
- [25] BEN RAHAL-FARADJI, *Exigences édaphiques et climatiques du palmier dattier*, Université de Ouargla, 1998
- [26] Thèse de l'Université de Biskra, *Influence de la qualité de l'eau et de la nature du sol sur le palmier dattier*, 2019
- [27] Zaid, A., & de Wet, P. F. (2002). *Date Palm Cultivation* (FAO Plant Production and Protection Paper No. 156). Food and Agriculture Organization.
- [28] Universitas (Université de Fribourg) : découverte récente d'ancêtres sauvages du palmier dattier et importance du palmier dans les systèmes agricoles oasiens en Afrique du Nord et au Moyen-Orient
- [29] Encyclopædia Britannica : Article "Date palm" : description détaillée du fruit, de sa taille, forme et structure interne.

- [30] Livre : "Date Palm Genetic Resources and Utilization" (Elshibli & Al-Khayri, Springer, 2018)
- [31] Dupont, J., & Martin, L. (2020). Caractéristiques physico-chimiques des dattes molles.
- [32] NASSERALLAH, Maria, KERBOUA, Sara, *et al.* *Classification de quelques cultivars de dattes demi-molles algériennes selon leurs index glycémiques*. Thèse de doctorat. UNIVERSITE KASDI MERBAH, OUARGLA
- [33] Al-Farsi, M.A., & Lee, C.Y. (2008). "Nutritional and functional properties of dates: A review". *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 48(10), 877-887
- [34] DBIK, A., EL MESSAOUDI, N., et LACHERAI, A. Valorisation du bois des noyaux des dattes d'une variété de palmier de la région de Tinghir (Maroc): application à l'élimination de bleu de méthylène (Valorisation of wood dates stones of a variety of palm tree of Tinghir region (Morocco): application to eliminate methylene blue). *Journal of Materials and Environmental Science*, 2014, vol. 5, p. 2510-2514.
- [35] AMIRAT, Aïcha et BENSACI, Iman. *Classification de quelques cultivars de dattes molles algériennes selon leurs index glycémiques*. Thèse de doctorat. UNIVERSITE KASDI MERBAH, OUARGLA.
- [36] SACI, Meriem et TLIBA, Chouikha. *Composition chimique et activités biologiques des dattes de la cuvette d'Ouargla*. Thèse de doctorat. UNIVERSITE KASDI MERBAH, OUARGLA.
- [37] Benhabane Ahmed Composition Biochimique De La Datte (deglet-nour) Thèse de doctorat école nationale supérieure agronomique _Alger
- [38] CHERIET, Foued et BENZIOUCHE, Salah Eddine. Structure et contraintes de la filière dattes en Algérie. *New Medit: Mediterranean Journal of Economics, Agriculture and Environment= Revue Méditerranéenne d'Economie Agriculture et Environnement*, 2012, vol. 11, no 4, p. 49.
- [39] BOULAL, Ahmed, BENBRAHIM, Z., BENALI, B., *et al.* Etude comparative de rendement de la production d'éthanol de deux variétés de dattes communes de faible valeur commerciale (Tinaceur et Aghmou) de Sud-Ouest de l'Algérie. *Revue des Energies Renouvelables*, 2013, vol. 16, no 3, p. 539-550.
- [40] KAIDI, F. et TOUZI, A. Production de bioalcool à partir des déchets de dattes. *Revue des Energies Renouvelables, NS: Biomasse Production et Valorisation*, 2001, p. 75-78.
- [41] ACOURENE, S., AMMOUCHE, A., et DJAAFRI, K. Valorisation des rebuts de dattes par la production de la levure boulangère, de l'alcool et du vinaigre. *Sciences & Technologie. C, Biotechnologies*, 2008, p. 38-45.
- [42] BOULAL, Ahmed, BENBRAHIM, Z., BENALI, B., *et al.* Etude comparative de rendement de la production d'éthanol de deux variétés de dattes communes de faible valeur

- commerciale (Tinaceur et Aghmou) de Sud-Ouest de l'Algérie. *Revue des Energies Renouvelables*, 2013, vol. 16, no 3, p. 539-550.
- [43] BOUDJELAL, Amel et NANCIB, N. Production d'acide lactique par *Lactobacillus rhamnosus* sur milieu à base de jus de dattes. Numéro spécial: Biomasse: Production et Valorisation, *Rev. Energ. Renouvelables*, 2001, p. 41-46.
- [44] OULD EL HADJ, M. D., BITOUR, Z., et SIBOUKEUR, O. Etude De La Production De Levure Boulangere (*Saccharomyces Cerevisiae*) Cultivee Sur Mout De Rebut De Dattes. *Courrier du Savoir scientifique et technique*, 2014, vol. 7, no 7, p. 13-18.
- [45] BOULAL, Ahmed, KHELAFI, Mostefa, et MESSAADI, Amina Hadjira. Production du bioéthanol à partir des déchets de dattes d'Adrar et Tolga (Biskra): Etude comparative. *International Journal of Natural Resources and Environment*, 2019, vol. 1, no 1, p. 20-27.
- [46] DJAFRI, Kaouthar, KHEMISSAT, Elhayfa, BERGOUIA, Meriem, et al. Valorisation technologique des dattes de faible valeur marchande par la production du sirop. *Recherche Agronomique*, 2021, vol. 19, no 1, p. 97-114.
- [47] BOUGHNOU, N. Essai de production de vinaigre à partir de déchets de dattes. *Algerian Annals of Agronomy*, 1988, vol. 12, no 2, p. 65-83.
- [48] MÉMOIRE MASTER ACADEMIQUE Préparation par voie chimique d'un charbon actif à partir des déchets de café (Effet de taux d'adjuvant) Soutenu le 16/06/2012
- [49] FAYOUD, N., YOUNSSI, S. Alami, TAHIRI, S., et al. Etude cinétique et thermodynamique de l'adsorption de bleu de méthylène sur les cendres de bois (Kinetic and thermodynamic study of the adsorption of methylene blue on wood ashes). *J. Mater. Environ. Sci*, 2015, vol. 6, no 11, p. 3295-3306.
- [50] BELAID, Kumar Djamel et KACHA, Smaïl. Étude cinétique et thermodynamique de l'adsorption d'un colorant basique sur la sciure de bois. *Revue des Sciences de l'eau*, 2011, vol. 24, no 2, p. 131-144.
- [51] MÉMOIRE MASTER ACADEMIQUE BENARIMA Abd El Hakim et KOUADRI Moulay Rachid Soutenu : 07/06/2017
- [52] BEREND, Isabelle. Les mécanismes d'hydratation de montmorillonites homoioniques pour des pressions relatives inférieures à 0.95. 1991. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine.
- [53] Memoire Online > Valorisation des déchets agricoles issus des épluchures de *musa acuminata* en bioadsorbant pour l'adsorption du bleu de méthylène en solution aqueuse.par Michée N'KWADY NKUNA
Université de Kinshasa - Licence 2018
- [54] Chimie de surface et catalyse : cours et applications De.S.BOUR/ Phénomènes de surface et catalyse hétérogène Dr.H.GH

- [55] CHU, Khim Hoong. Revisiting the Temkin isotherm: dimensional inconsistency and approximate forms. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2021, vol. 60, no 35, p. 13140-13147.
- [56] SHANAVAS, S., KUNJU, A. Salahuddin, VARGHESE, Hema Tresa, et al. Comparison of Langmuir and Harkins-Jura adsorption isotherms for the determination of surface area of solids. *Oriental Journal of Chemistry*, 2011, vol. 27, no 1, p. 245.
- [57] HU, Qili et ZHANG, Zhenya. Application of Dubinin–Radushkevich isotherm model at the solid/solution interface: A theoretical analysis. *Journal of Molecular Liquids*, 2019, vol. 277, p. 646-648.
- [58] BOULAAJOU, Soumia. Étude cinétique de l'adsorption statique du 4-nitrophénol sur charbon actif commercial (NC60) [en ligne]. Mémoire de Master, Université Kasdi Merbah Ouargla, Faculté des Sciences et de la Technologie, Département de Génie des Procédés, 2013.
- [59] MAZOUZ, Manel et KHELAIPIA, Lemya. Évaluation du pouvoir d'adsorption d'un charbon actif commercial [en ligne]. Mémoire de Master en Génie Chimique, Université Larbi Ben M'hidi – Oum El Bouaghi, Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées, Département de Génie des Procédés, 2018
- [60] GHARBI, Hanane Kheira et GUENTRAH, Khadidja. Élimination du colorant orange de méthyle par adsorption sur charbon actif préparé à partir de feuilles d'eucalyptus [en ligne]. Mémoire de Master, Université Abdelhamid Ibn Badis – Mostaganem, Faculté des Sciences et de la Technologie, Département de Génie des Procédés, 2021
- [61] OUIKENE, Samir et CHEMEUR, Nawel. Etude comparative entre un adsorbant utilisé à la station de traitement des eaux de Taksebt et des adsorbants préparés à base de grignon d'olive [en ligne]. Mémoire de Master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Faculté des Sciences, Département de Chimie, 2015.
- [62] BAZINE, Kacem. et ACHOUR, Baelhadj. Étude de l'adsorption du phénol sur charbon actif préparé à partir de biomasse locale [en ligne]. Mémoire de Master, Université de Ghardaïa, 2021
- [63] BOUTCHICHE, Mokhtaria. Étude de la capacité d'adsorption d'un charbon actif végétal sur le méthyl parabène [en ligne]. Mémoire de Master, Université « Dr. Tahar Moulay » de Saida, Faculté des Sciences, Département de Chimie, 2018.
- [64] FRANCE ENVIRONNEMENT. C'est quoi la capacité d'adsorption ? Comment la quantifier ? [en ligne]. France Environnement, 2023 [consulté le 15 juin 2024].
- [65] Hezil Nawel. Travaux pratiques sur les matériaux adsorbants [en ligne]. Université Mohamed Seddik Ben Yahia - Jijel, Département de Chimie, 2025
- [66] Choukchou Braham, Salima. Étude de l'adsorption du phénol par le charbon du bois brut et activé [en ligne]. Université Ibn Khaldoun de Tiaret, 2004.

- [67] Ketcha Mbadcam, J., Manga Ngomo, H., Dina Joh, D. D., & Avom, J. (2004). Étude théorique et expérimentale de l'adsorption de l'acide tartrique par des charbons actifs. *Déchets - Revue francophone d'écologie industrielle*, pp. 46-48.
- [68] Qizhong Chemical. Résistance mécanique du charbon actif [en ligne]
- [69] Sercalia. Charbon actif pour tous types de procédés industriels [en ligne].
- [70] CarboTech. Types spéciaux de fabrication de charbons actifs [en ligne].
- [71] Made-in-China.com. Charbon Actif - Liste de prix et fournisseurs [en ligne].
- [72] PasseportSanté. Charbon actif - Bienfaits, Utilisation, Posologie, Astuces [Consulté le 9 mai 2025]
- [73] MAHBOUB, Meriem et HAFIANE, Niama. Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir des tiges des roseaux par voie chimique [Mémoire en ligne]. Ouargla : Université Kasdi Merbah Ouargla, Faculté des sciences appliquées, 2020
- [74] MAIZA, Hillel. Modélisation des cinétiques d'adsorption dans le cas du phénol et du bleu de méthyle sur le charbon actif en grain [en ligne]. École Nationale Supérieure Polytechnique, Département du Génie de l'Environnement, 2009. Mémoire de fin d'études.
- [75] Poudre verte [image en ligne]. Disponible sur : https://pplx-res.cloudinary.com/image/private/user_uploads/57268213/53ffb4d3-3ff8-45e4-9b5f-5f5401003d16/image.jpg [Consulté le 9 mai 2025].
- [76] Sachet de gel de silice [image en ligne]. Disponible sur : https://pplx-res.cloudinary.com/image/private/user_uploads/57268213/08bfd33f-ef3c-4d57-ae38-379076ab8539/image.jpg [Consulté le 9 mai 2025]
- [77] Types d'isothermes d'adsorption : S, L, H, C [image en ligne]. Disponible sur : https://pplx-res.cloudinary.com/image/private/user_uploads/57268213/b88a6c66-3751-4c7b-8c99-393e380f6743/image.jpg
- [78] BENARIMA, Abd El Hakim et KOUADRI, Moulay Rachid. Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de coquilles d'œufs [Mémoire de Master, PDF]. Ouargla : Université Kasdi Merbah Ouargla, Faculté des Sciences Appliquées, Département de Génie des Procédés, 2017.
- [79] Mohammed Islam MAKAOUI, *Caractérisation par adsorption du phénol sur charbons actifs*, Université Kasdi Merbah Ouargla, 2022.
- [80] Ferdous ARAR, *Caractérisation par adsorption du phénol*, Université Kasdi Merbah Ouargla, 2020.
- [81] GUEMACHE, Khaoula et DADACHE, Asma. Valorisation des déchets de fenouil : optimisation par méthodologie de surface de réponse des conditions d'extraction assistée par micro-onde des composés phénoliques totaux et de l'activité antioxydante [Mémoire de

- Master, PDF]. Bordj Bou Arréridj : Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et des Sciences de la Terre et de l'Univers, Département des Sciences Biologiques, 2021.
- [82] RAACHE, Imane. Synthèse et étude des propriétés bactériologiques d'une série des bases de Schiff fluorées et pénicilliniques [Thèse de doctorat, PDF]. Ouargla : Université Kasdi Merbah – Ouargla, Faculté des Sciences Appliquées, Département de Génie des Procédés, 2017
- [83] BENARIMA, Abdelhakim. Optimisation des conditions ultrasoniques d'extraction des composés phénoliques de *Moringa Oleifera* et leur activité antioxydante [Thèse de doctorat, PDF]. El Oued : Université Echahid Hamma Lakhdar - El Oued, Faculté de la Technologie, Département de Génie des Procédés et Pétrochimie, 2021

ANNEXES



Annexes

Annexe 1 : Étuves bactériologiques à convection naturelle



Informations techniques

Plage de température +5 °C au-dessus de la température ambiante jusqu'à 100 °C

Variation de la température dans l'espace à 100°C :
1,0 ± K

Variation de la température dans l'espace à 37°C :
0,3 ± K

Variation de la température dans le temps à 100°C :
0,3 ± K

Variation de la température dans le temps à 37°C :
0,1 ± K

Temps de chauffage à 100°C : 90 min

Temps de chauffage à 37°C : 55 min

Temps de recouvrement après ouverture des portes
pendant 30 s à 37°C

Annexe 2 : Broyeur



Informations techniques

PuiAnce (W) : 1 000

Volume de l'entonnoir : 300 ml

Décharge du produit : Pour les tubes de collecte avec rectification norm NS29

Tamis : maillage de 0,2 à 6 mm

Accessoires de meulage (convertibles): Accessoire de meulage de lame

Plage de vitesse : 50-6 000 tr / min

Niveau sonore : 70 dB (A) pour 6000 tr / min

Humidité relative (max.) : 80% en stockage / 80% en fonctionnement

Température de fonctionnement : 0-40 °C

Dimensions (longueur x largeur x Hauteur) : 325 x 251 x 480 mm

Poids: 12 kg

Annexe 3 : Tamiseuse**Description**

La tamiseuse de laboratoire illustrée est un appareil électromagnétique numérique conçu pour le tamisage granulométrique, à sec ou humide, intégrant un contrôle numérique de l'amplitude (généralement entre 0,2 et 3 mm), un minuteur numérique (1 à 99 minutes), et pouvant accueillir jusqu'à 9 tamis d'analyse de diamètres compris entre 100 et 203 mm, pour une colonne de tamis d'une hauteur maximale de 510 à 620 mm et un poids maximal de 8,7 kg ; elle fonctionne sous une alimentation monophasée (110-240 V, 50/60 Hz), offre un mouvement tridimensionnel des particules pour une séparation précise, et s'utilise dans de nombreux secteurs (chimie, agroalimentaire, construction, etc.) pour analyser des échantillons de poudres, granulés ou suspensions dans une plage de mesure typique de 20 μm à 125 mm, le tout dans un format compact d'environ 38 kg avec des systèmes de serrage adaptés et une conformité aux normes CE

Annexe 4: Four**Description**

Le four de laboratoire représenté sur la photo est un four à moufle électrique, typiquement utilisé pour des traitements thermiques à haute température dans les laboratoires de recherche ou d'industrie ; ses caractéristiques techniques principales incluent une température maximale de fonctionnement de 1100 à 1300°C selon les modèles, une chambre isolée en fibres céramiques pour une excellente efficacité énergétique, une capacité de chambre variant généralement de 5 à 30 litres, une puissance électrique comprise entre 2 et 8 kW, une régulation précise de la température par contrôleur électronique programmable, un temps de montée en température rapide (souvent moins de 60 minutes pour atteindre la température maximale), une porte frontale à ouverture sécurisée (type abattante ou relevable), ainsi qu'un boîtier en acier inoxydable pour une grande robustesse et une sécurité accrue grâce à des dispositifs de coupure automatique en cas de surchauffe, ce qui en fait un outil indispensable pour la calcination, la fusion, le frittage ou l'analyse des matériaux dans de nombreux domaines scientifiques et industriels.

Annexe 5 : Micropipette**Informations techniques**

Force douce / chargement et éjection de la pointe sans fuite

Tous les composants internes du collecteur sont constitués d'alliages de haute qualité produits par un outillage fin pour fournir un volume précis sur tous les canaux

Collecteur amovible facile pour un entretien pratique

Flexibilité pour faire fonctionner la pipette sans tordre le poignet à l'aide d'un collecteur rotatif à 360°

Éjection de la pointe à une main

Codage couleur attrayant

Compatible avec une large gamme d'embouts

Disponible en 8 et 12 canaux

Annexe 6 : Spectrophotomètre UV-Visible.**Description**

Le spectrophotomètre visible sur la photo est un appareil d'analyse optique utilisé en laboratoire pour mesurer l'absorbance ou la transmission de la lumière par une solution à différentes longueurs d'onde ; ses caractéristiques techniques principales incluent un domaine spectral généralement compris entre 190 et 1100 nm (UV-visible), une bande passante spectrale de 1 à 2 nm, une source lumineuse double (lampe deutérium pour l'UV et tungstène pour le visible), un système de monochromateur à réseau pour la sélection précise des longueurs d'onde, une interface utilisateur via écran tactile couleur, une capacité de stockage et de transfert des données via USB ou réseau, une précision photométrique de $\pm 0,002$ A à 0,5 A, une reproductibilité élevée, ainsi que des fonctions automatiques de calibration, de correction de fond et de validation, ce qui en fait un instrument essentiel pour les analyses quantitatives et qualitatives dans les domaines de la chimie, de la biologie, de l'environnement et de l'industrie pharmaceutique.

Annexe 7: Spectrométrie infrarouge FT-IR.



Description

Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), modèle IRTracer-100 de la marque Shimadzu. Cet appareil est utilisé pour analyser la composition chimique des échantillons solides, liquides ou gazeux en identifiant les liaisons moléculaires grâce à l'absorption de la lumière infrarouge. Il offre une grande précision grâce à une large gamme spectrale ($7\ 800$ à 350 cm^{-1}) et une haute résolution (jusqu'à $0,25\text{ cm}^{-1}$). Ce spectromètre est largement utilisé dans les laboratoires de recherche et d'industrie pour l'identification des composés, le contrôle qualité et la caractérisation des matériaux.

Annexe 8: Microscopie électronique à balayage (MEB)



Description

Le microscope électronique à balayage (MEB) Zeiss EVO 15 visible sur la photo est un instrument d'analyse avancé permettant l'observation et la caractérisation de la surface des échantillons à très haute résolution ; ses caractéristiques techniques incluent une tension d'accélération réglable de $0,2$ à 30 kV , une résolution pouvant atteindre 3 nm , une chambre d'analyse spacieuse acceptant des échantillons jusqu'à 230 mm de diamètre, des détecteurs polyvalents (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, EDS pour l'analyse élémentaire), un mode de fonctionnement sous vide variable permettant l'observation d'échantillons non conducteurs sans métallisation préalable, une interface logicielle intuitive pour le contrôle et l'acquisition d'images, ainsi qu'une compatibilité avec de nombreux accessoires pour des applications en sciences des matériaux, biologie, électronique et recherche industrielle, faisant de ce MEB un outil incontournable pour l'analyse morphologique et la microanalyse chimique à l'échelle nanométrique.

Annexe 9: Design–Expert**Description**

Design–Expert est un progiciel statistique de Stat-Ease Inc. qui est spécifiquement dédié à la réalisation de plans d'expériences (DOE). Design-Expert propose des tests comparatifs, des criblages, des caractérisations, des optimisations, des conceptions de paramètres robustes, des conceptions de mélanges et des conceptions combinées.

Design-Expert fournit des matrices de test pour cribler jusqu'à 50 facteurs. La signification statistique de ces facteurs est établie à l'aide d'une analyse de variance (ANOVA). Des outils graphiques aident à identifier l'impact de chaque facteur sur les résultats souhaités et révèlent des anomalies dans les données.