



ISSN NO. 2320-5407

Journal Homepage: -www.journalijar.com

INTERNATIONAL JOURNAL OF ADVANCED RESEARCH (IJAR)

Article DOI:10.21474/IJAR01/ 9294
DOI URL: <http://dx.doi.org/10.21474/IJAR01/9294>



RESEARCH ARTICLE

PRÉPARATION ET CARACTÉRISATION DE CHARBON ACTIF ISSU DE LA COQUE DE CACAO.

Léonce David Kouadio¹, Chantal Lydie Akissi Koffi¹, Moussa Diarra¹, Amadou Kouyaté¹, Hermann Aristide Yapo Yapi¹, Valéry Paul Djamatchè Akesse¹, Bini Kouamé Doungui¹, Mamadou Kone², Ardjouma Dembélé³ and Karim Sory Traore^{2,3}.

1. Laboratoire pour les sciences et technologies environnementale, Université Jean Lorougnon GUEDE, BP : 150 Daloa.
2. Laboratoire des sciences de l'environnement, UFR des Sciences et gestion de l'environnement, Université Nangui ABROGOUA, 02 B.P 801 Abidjan 02, Côte d'Ivoire.
3. Laboratoire central d'agochimie et d'écotoxicologie, LANADA, 04 BP 612 Abidjan 04.

Manuscript Info

Manuscript History

Received: 15 April 2019

Final Accepted: 17 May 2019

Published: June 2019

Key words:-

characterization, cocoa shell, activated carbon, remediation

Abstract

To effectively and cheaply remove pollutants, research is directed towards the use of agricultural wastes as remediation materials.

This work is about the analysis of the physical and chemical parameters of activated charcoal from the cocoa shell.

The biological material used is composed of a cocoa shell reduced to powder by a grinder of type Retsch SK 100. The three biomass sizes studied were obtained from a Retsch sieve with a diameter of 1 mm, 0.5 mm and 0.2 mm. Pyrolysis was performed at 400°C and 600°C in a NABATHERM 30-3000°C muffle furnace, after 10% impregnation at H₃PO₄.

The results analysis shows activation yields greater than 70%. The rate of ash is between 1.6% and 7.8% at 400°C and between 13.6% and 15.8% at 600°C. Whatever the size, the iodine index at 400°C is higher than that of 600°C. The most important value of methylene blue index (609.53 mg/g) was obtained with coal of size between 0.2 mm and 0.5 mm at 600°C. All in all, these coals show good porosity. This will their use as environmental remediation materials.

Copy Right, IJAR, 2019,. All rights reserved.

Introduction:-

La communauté scientifique accorde de l'intérêt à la qualité de la vie sur la terre, c'est-à-dire à la préservation de l'environnement, qui est mise à mal par les rejets gazeux, liquides et solides générés par les catastrophes naturelles et les activités humaines. L'impact de ces rejets, peu ou pas biodégradables sur l'environnement et sur la santé des êtres vivants, en particulier des hommes, est devenu préoccupant (Zue, 2012). Ainsi, la protection de l'environnement est-elle devenue une préoccupation majeure de notre société, encourageant donc le développement de procédés pour l'amélioration des méthodes de dépollution, tout en axant sur la réduction des facteurs sources de pollution. La nécessité de comprendre les mécanismes intervenant dans ces processus a conduit à de nombreux travaux de recherches tant au niveau fondamental qu'appliqué (Khalfou, 2012).

Corresponding Author:-Léonce David Kouadio.

Address:-Laboratoire pour les sciences et technologies environnementale, Université Jean Lorougnon GUEDE. BP : 150 Daloa.

Différentes techniques ont été utilisées pour l'élimination de certains polluants. Elles sont différentes les unes par rapport aux autres et peuvent être citées à titre d'illustration : l'électrolyse, la flottation, la précipitation, les échanges d'ions, l'extraction liquide-liquide, la filtration membranaire etc. (Benaissa, 2012 ; Khalfaoui, 2012). Malheureusement, ces méthodes sont non seulement onéreuses mais, parfois le rendement obtenu pour l'élimination de ces substances demeure faible et, génèrent pour certaines, des sous-produits de dégradation qui sont dans la plupart du temps plus dangereux (Zoughuir et al., 1998 ; Naidja, 2010). Ainsi, l'adsorption est la technique la plus adoptée pour l'élimination de polluants en phase aqueuse ou en phase gazeuse, à cause de sa grande capacité d'épurer les eaux contaminées, liée à la grande surface spécifique et au développement de la porosité des adsorbants (Avom et al., 2002)

Cependant, les charbons actifs commerciaux, principaux adsorbants utilisés, sont relativement chers, nécessite en plus une régénération, constituant un facteur limitant et ces matériaux sont également peu accessibles à grande échelle aux pays en développement. Ainsi, au cours des récentes décennies, la recherche de matériaux adsorbants bon marché, ayant une efficacité comparable à celle des charbons actifs commerciaux, en ce qui a trait à leur utilisation, a constitué un important thème de recherche (Khalifaoui, 2012). Ce qui a conduit à la mise au point de nombreux procédés de fabrication pour permettre une plus grande production de charbon actif à partir de nombreuses matières végétales riches en carbone tels que : bois, écorce, pâte de bois, coques de noix de coco, coques ; de cacahuètes, noyaux d'olives, ou bien de houille, tourbe, lignite, etc. (Wintgens et al, 1999 ; Mamane et al, 2016). Par ailleurs, l'avantage lié à l'utilisation de ces déchets sont nombreux et nous retenons (Trachi et al., 2014) :

1. la valorisation des agro-ressources en tant que matière première disponible, renouvelable et bon marché,
2. la répercussion positive sur le prix de revient du CA obtenu,
3. un impact socio-économique certain sur les populations locales : création d'activités génératrices d'emploi et, dans la mesure du possible non polluantes,
4. Un impact positif du point de vue écologique et environnemental.

Cependant, pour que l'utilisation de ces adsorbants devienne plus effective, les recherches se sont orientées vers l'étude des mécanismes régissant la fixation des molécules sur les grains (fibres) des adsorbants et de l'augmentation de la surface spécifique et des pores du charbon actif en agissant sur le mode préparation des adsorbants.

C'est dans ce cadre que s'inscrit ce travail de recherche dont l'objectif général est l'utilisation du charbon actif issu de la coque de cacao pour l'élimination de polluants l'environnementaux. En Côte d'Ivoire, la production annuelle de fèves de cacao est de 1 500 000 à 1 700 000 tonnes. De cette production se dégage environ 13 à 15 millions de tonnes de résidus issus du cacao. Spécifiquement il s'agira de :

1. caractériser quelques paramètres immédiats;
2. caractériser la porosité du charbon actif;
3. caractériser la surface spécifique du charbon actif;
4. Caractériser les fonctions de surface.

Matériel et methods:-

Préparation du charbon actif

Les coques de cacao ont été lavées puis séchées pendant une semaine sous climatisation à 18°C (déshydratation) et à l'étuve à 60 °C. Ensuite, une quantité de ce matériau est broyé par un broyeur de type Retsch SK 100. Le broyat obtenu a été tamisé à partir de tamis Retsch de diamètre 1 mm, 0,5 mm et 0,2mm. Les trois tailles de biomasse obtenues ont été imprégnée dans une solution d'acide orthophosphorique à 10% pendant 24 heures suivi d'un séchage à l'étuve à 105°C durant 24h. Une fois séché, les matériaux ont subi une pyrolyse à 400°C et 600 °C dans un four à moufle de marque NABATHERM 30-3000°C respectivement pendant 3 heures 37 minutes et 3 heures 57 minutes. Après calcination, les charbons obtenus ont été refroidis et rincés plusieurs fois avec de l'eau distillée jusqu'à l'obtention d'une eau de rinçage de pH compris entre 6 et 7 puis séché à nouveau à l'étuve à 105°C durant 24h.

Caractérisation du charbon actif

Dans cette étude, on a déterminé le rendement, le degré d'activation, le taux de cendre, la porosité, la surface spécifique et fonction de surface.

Rendement

Le rendement traduit la perte de masse de la biomasse pendant la carbonisation. La masse (en gramme) des charbons obtenus a été déterminée et le rendement de la préparation a été déterminé selon la formule suivante :

$$\text{rendement}(\%) = \frac{\text{masse}_{\text{charbon}}}{\text{masse}_{\text{biomasse}}} \times 100$$

Degré d'activation

Le rendement est une caractéristique quantitative importante pour les charbons actifs. Elle traduit la perte de masse lors de la pyrolyse. Cette perte de masse indique le degré d'activation habituellement appelé burn-off (**Fernandez-ibanez, 2002**). L'expression du rendement massique est donnée par la formule suivante :

$$:R(\%) = \frac{\text{masse initiale} - \text{masse finale}}{\text{masse initiale}} \times 100$$

Taux de cendre

Il s'agit de la partie inorganique, inutilisable présente dans le charbon. Le taux de cendre a été déterminé par la méthode décrite par **Ahmed et Dhedan (2012)**. Un échantillon de 0,5g de charbon est placé dans un creuset. Ce creuset est introduit dans un four à moufle réglé à 650°C pendant 2h. A la sortie du four, le creuset est refroidi à température ambiante. On pèse à nouveau le creuset. Le taux de cendre est déterminé comme suit : $C(\%) =$

$$\frac{(m_3 - m_2)}{m_1} \times 100 \text{ où}$$

m_1 : la masse de charbon utilisée en (g)

m_2 : la masse du creuset vide avant carbonisation en (g)

m_3 : la masse du creuset rempli après carbonisation en (g).

Indice d'iode

Le test d'indice d'iode a pour but de déterminer la capacité du charbon à adsorber les petites molécules. Il caractérise les micropores accessibles aux petites particules. Ce test a été réalisé suivant la norme AWWA B 600-78 tirée des travaux de **Maazou et al. (2017)**. Dans un bécher de 100ml, on introduit 0,05g de charbon. On ajoute à la pipette 20ml de la solution d'iode à 0.1N et le mélange est agité pendant 5min avant d'être filtré. Un volume de 10ml du filtrat est prélevé et mis dans un erlenmeyer. A partir de la burette, une solution de thiosulfate de sodium de concentration 0,1N est ajouté petit à petit dans l'erlenmeyer contenant le filtrat jusqu'à la décoloration totale de la solution. On utilise l'empois d'amidon comme indicateur coloré. L'indice d'iode est donné par la formule suivante :

$$\text{Indice d'iode}(\text{mg/g}) = \frac{(C_0 - \frac{C_{\text{thio}} V_{\text{thio}}}{2V_{\text{I}_2}}) M_{\text{I}_2} V_{\text{ads}}}{m_c} \quad \text{Avec}$$

C_0 : Concentration initiale de la solution d'iode (mol/l)

C_{thio} : Concentration de la solution de thiosulfate de sodium (mol/l)

V_{thio} : Volume de thiosulfate versé à l'équivalence (ml)

V_{I_2} : Volume d'iode dosé (ml)

M_{I_2} : Masse molaire d'iode (g/mol)

V_{ads} : Volume d'adsorption (ml)

m_c : Masse de charbon (g)

Préparation de la solution de thiosulfate de sodium (0,1N)

On introduit 25,068g de thiosulfate de sodium dans une fiole de 1L. On ajoute un peu d'eau distillée jusqu'à ce que le thiosulfate se dissolve puis on complète jusqu'au trait de jauge.

Préparation de la solution d'iode (0,1N)

La solution d'iode a été préparée selon la méthode décrite par **Barani (2011)**. On pèse 12,700g d'iode et 19,100g d'iodure de potassium puis on les mélange dans un bécher de 500ml. On ajoute un peu d'eau distillée et on agite pendant 4h afin de dissoudre tous les cristaux d'iode. Après agitation on transfère le mélange dans une fiole jaugée de 1L puis on remplit jusqu'au trait de jauge. Enfin on met la solution dans une bouteille ambrée.

Indice de bleu de méthylène

L'indice de bleu de méthylène (mg/g) est un indicateur de la capacité du charbon à adsorber les moyennes et grandes molécules organiques. Il caractérise les mésopores du charbon. Pour la détermination de cet indice nous avons utilisé la méthode du Centre Européen des Fédérations de l'Industrie Chimique (**CEFIC, 1986**) tirée des travaux de **Mamane et al. (2016)**. Dans un erlenmeyer de 250 ml, 0,1 g de charbon et 100 ml de solution de bleu de méthylène à $1,944.10^{-5}$ M sont introduit. Le mélange est agité pendant 20 min puis filtré. La concentration résiduelle en bleu de

méthylène est déterminée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible à une longueur d'onde de 620 nm. Ainsi, l'indice de bleu de méthylène est donné par la relation suivante :

$$\text{Indice de bleu de méthylène (mg/g)} = \frac{VM \times (C_i - C_r)}{m_c} \quad \text{Avec}$$

V : Volume de la solution de bleu de méthylène en (ml)

M : Masse molaire de bleu de méthylène (g/mol)

C_i : Concentration initiale de bleu de méthylène en (mol/l)

C_r : Concentration résiduelle de bleu de méthylène en (mol/l)

m_c : Masse de charbon (g).

Préparation de la solution de bleu de méthylène

On introduit 0,007g de bleu de méthylène dans une fiole de 1L. On ajoute un peu d'eau distillée jusqu'à dissolution totale du bleu puis on complète jusqu'au trait de jauge.

Surface spécifique

La surface spécifique a été déterminée par la méthode d'adsorption de bleu de méthylène décrite par **Kra et al. (2015)**. 100mL de solution de bleu de méthylène à $6,25 \cdot 10^{-6}M$ sont mis en contact avec 0,1g de charbon. La suspension est agitée pendant 10, 20, 30, 40, 50 et 60 minutes. Les concentrations résiduelles ont été déterminées par dosage spectrophotométrique. La détermination de la capacité maximale d'adsorption se fait par l'application du modèle de Langmuir aux isothermes d'adsorption du bleu de méthylène sur les charbons. A partir de la capacité maximale d'adsorption Q_m , on détermine la surface spécifique par l'équation qui suit :

$$S_L = Q_m * N_A * S_{BM} \quad \text{Avec}$$

S_L : Surface spécifique de Langmuir (m^2/g)

Q_m : Capacité maximale d'adsorption (mg/g)

N_A : Nombre d'Avogadro ($6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$)

S_{BM} : Surface occupée par une molécule de bleu de méthylène ($175 \cdot 10^{-20} m^2$)

Fonctions de surface

Le dosage des fonctions de surface a été effectué par la méthode de Boehm tirée des travaux de **Khalfaoui (2014)** qui correspond au titrage acido-basique. Les groupements basiques sont dosés dans leur globalité alors que les groupements acides sont dosés séparément. Une masse de 0,1 g de charbon est mis en contact avec 50 ml de chacune des solutions aqueuses de soude (NaOH), de carbonate de sodium (Na_2CO_3), de bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) et d'acide chlorhydrique (HCl) à 0,01 M. Chaque solution est agitée pendant 24 h afin de s'assurer qu'un maximum de groupement de surface de charbon a réagi. Par la suite, on procède à la filtration des différentes solutions. Puis, 10ml du filtrat de chacune des solutions ont été dosés. Les solutions basiques sont dosées par l'acide chlorhydrique à 0,01 M et la solution acide par de la soude à 0,01 M. La fonction cherchée est donnée en milliequivalent par gramme par la formule suivante :

$$n_{\text{éqr}} = N_i V_i - N_f V_f \quad \text{Avec}$$

$n_{\text{éqr}}$: Nombre d'équivalent gramme ayant réagi

$N_i V_i$: Nombre d'équivalent gramme avant la réaction

$N_f V_f$: Nombre d'équivalent gramme après la réaction.

En effet, le $NaHCO_3$ neutralise seulement les fonctions carboxyliques, le Na_2CO_3 neutralise les fonctions carboxyliques et les fonctions lactones, le NaOH dose les fonctions carboxyliques, lactones et phénols. Pour ce qui est des fonctions basiques, dans leur globalité elles sont neutralisées par la solution d'acide chlorhydrique.

Préparation de la solution d'acide chlorhydrique (0,1M)

On introduit 4,1mL de la solution commerciale d'acide chlorhydrique dans une fiole de 500mL. On complète avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.

Préparation de la solution de soude (0,1M)

On pèse 4,081g de soude qu'on introduit dans une fiole de 1L. On ajoute un peu d'eau distillée puis on agite jusqu'à ce que les grains de soude se dissolvent totalement. Enfin on ajoute de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.

Résultats et Discussion:-

Analyses immédiates : Rendement, degré d'activation et taux de cendre

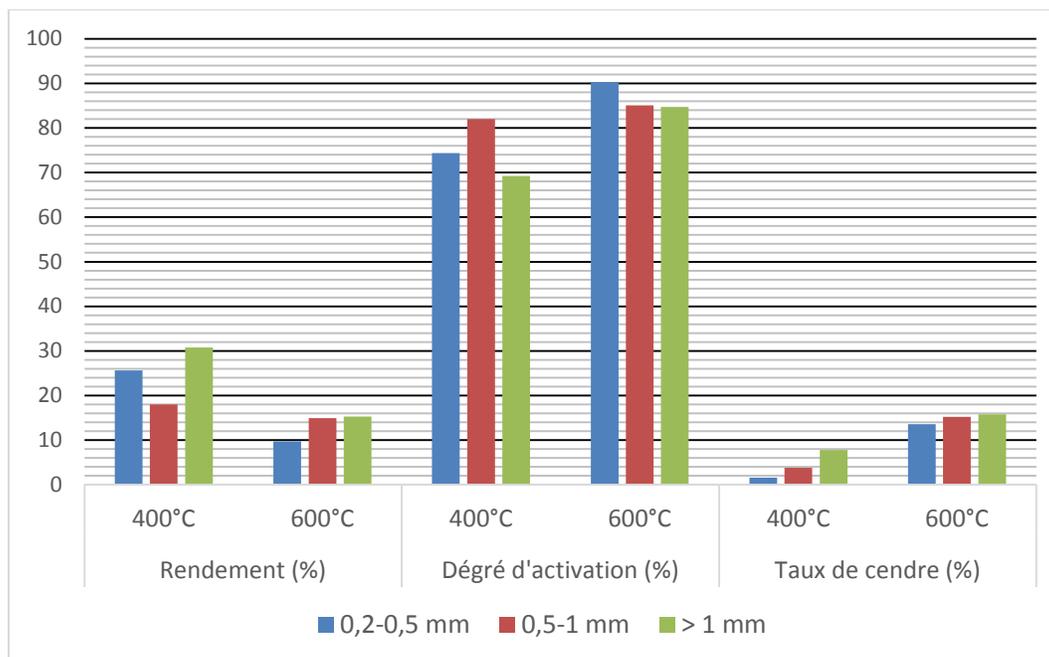


Figure 1:- Rendement, degré d'activation et taux de cendre à différentes tailles et à température de 400 et 600°C

Globalement, l'on note un rendement de préparation de charbon actif plus important à 400 °C qu'à 600 °C, quel que soit la taille du charbon actif. C'est le cas de **Tchakala et al. (2012)** qui ont observé la diminution du rendement de la préparation du charbon actif à partir des tourteaux de karité et de coton en passant de 300 à 800°C. Avec ces résultats, l'on fait le constat de l'influence significative de la température de carbonisation sur le rendement massique. Cette influence pourrait s'expliquer par la perte énorme des matières volatiles sous l'effet de la température en présence de l'acide orthophosphorique (**Tchakala et al., 2012**). A 400°C, le charbon actif de taille supérieure 1 mm a le meilleur rendement avec une valeur de 30,74% ; puis suit le charbon actif de taille comprise 0,2-0,5 mm avec 25,65%. A 600°C, c'est également le charbon actif de taille supérieure 1 mm qui a le meilleur rendement avec une valeur de 15,28% ; puis suit le charbon actif de taille comprise 0,5-1 mm avec 14,95%. Les rendements à 600°C suivent la logique de **Tchakala et al. (2012)** ; ce qui n'est pas le cas des rendements à 400°C. En effet, dans leurs travaux, **Tchakala et al. (2012)** ont montré que l'augmentation de la taille des particules de biomasse de karité et de coton ayant servi à la production du charbon croit avec le rendement de la pyrolyse. Cette influence moyenne de la taille des particules s'explique par le fait que la résistance à la diffusion interne dans les particules de petite taille est inférieure à celle pour les particules de grande taille. Par conséquent plus la dimension particulaire augmente plus le rendement massique est grand, car H_3PO_4 ne peut pas diffuser aisément à l'intérieur des pores de particules de grandes dimensions (**Tchakala et al., 2012**).

L'analyse de la figure 1 indique que le degré d'activation est moins important à 400 °C qu'à 600 °C, quel que soit la taille du charbon actif. Cette évolution confirme les observations d'un certain nombre d'auteurs dont **Fernandez-Ibanez (2002)** qui stipule que le degré d'activation augmente avec la température. Les taux du degré d'activation obtenu au cours de cette étude tournent autour de 75 -95%. Ces valeurs sont inférieures à 50% ; ce constat indiquerait que les charbons actifs issus de la coque de cacao n'auraient pas une tendance à la microporosité et à la mésoporosité (**Fernandez-Ibanez, 2002**). Cependant, vu que la coque de cacao est une biomasse lignocellulosique mou ; malgré de telles valeurs, une tendance à la microporosité et la mésoporosité serait probable. A 400°C, le charbon actif de taille supérieure 1 mm a le plus petit degré d'activation avec une valeur de 69,36% ; puis suit le charbon actif de taille comprise 0,2-0,5 mm avec 74,35%. A 600°C, c'est également le charbon actif de taille supérieure 1 mm qui a le plus petit degré d'activation avec une valeur de 84,82% ; puis suit le charbon actif de taille comprise 0,5-1 mm avec 85,05%.

Concernant le teneur de cendre, la figure 1 montre que cette teneur de cendre est plus faible à 400°C et plus importante à 600°C, quel que soit la taille du charbon actif. A l'intérieur d'une température donnée, l'on note une décroissance du taux de cendre des grandes aux petites tailles. Les valeurs obtenues à 400°C sont inférieures 10%. Ce qui n'est pas le cas des charbons actifs à 600°C dont les valeurs sont supérieures à 10%. Excepté les charbons actifs de [0,5-1 mm] et >1 mm à 600°C, les autres ont des teneurs de cendre très loin de la valeur maximale tolérable pour un charbon actif (15%) (Mayeko, 2012). La teneur en cendre peut affecter le charbon actif car la cendre constitue une charge inactive qui réduit l'activité globale du charbon actif. Et qui restreint également l'efficacité de réaction dont la capacité d'adsorption du charbon actif, en n'obstruant les pores et en occupant la surface d'adsorption (Ouedrhiri, 2018, Thomas et al., 2017). Selon de nombreux auteurs, les meilleurs charbons actifs sont ceux qui procèdent les teneurs de cendre basses (Soleimani et Kaghazchi, 2008 ; Shrestha et al., 2012 ; Thomas et al., 2017). Ainsi, dans cette étude le charbon actif de taille 0,2-0,5 mm à 400°C est donc le meilleur charbon au regard de la teneur en cendre de 1,6%. Par exemple, Shrestha et al. (2012) ont indiqué que le charbon actif issu de la pierre de semence de Lapsi (choerospondias axillaris) avec une teneur en cendre de 2,95% est meilleur que le charbon commercial avec une teneur de 3,12% ; et devrait ainsi être utilisé pour la dépollution.

Etude de la porosité

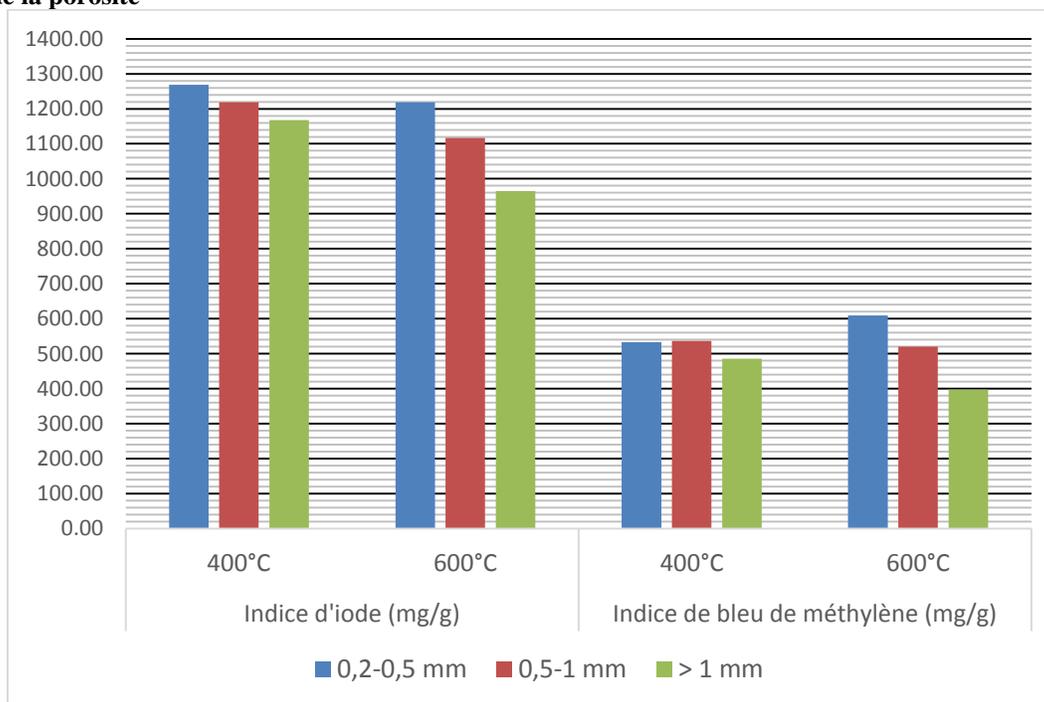


Figure 2:-indice d'iode et de bleu de méthylène à différentes tailles et à température de 400 et 600°C

L'on constate que les capacités d'adsorption du diiode (I_2) augmentent avec la taille du charbon actif, quel que soit la température. En effet, lorsque la taille du charbon diminue la quantité d'iode adsorbée augmente. Ce constat a été fait par Jaguaribe et al. (2005) en travaillant sur du charbon actif issu de la coque de coco, babassu et de la bagasse de canne. De même, les résultats observés sur cette figure 2 indiquent que l'indice d'iode augmente notablement lorsque la température de la pyrolyse diminue. Ce même constat a été fait par de nombreux chercheurs dont Girgis et El-Hendawy (2002) et Monneyron et al. (2002). En effet, à des températures très élevées le charbon actif réalisé est essentiellement microporeux, ce qui donne un produit avec une surface élevée comprenant malheureusement une faible quantité de micropores au volume des pores (Girgis et El-Hendawy, 2002 ; Monneyron et al., 2002). Un phénomène qui pourrait s'expliquer par la destruction d'une partie des micropores formés du faite de la capacité oxydante très élevée de H_3PO_4 (Gratuito et al., 2008 ; Girgis et El-Hendawy, 2002). Et cette réduction sensible du nombre de micropores s'accompagne d'une diminution notable de la capacité d'adsorption du charbon actif (Tchakala, 2012). Cependant, Tchakala et al. (2012) ont noté qu'avant une certaine température élevée, l'indice d'iode augmente des petites températures vers les grandes températures. Excepté, le charbon actif de taille >1 mm à 600°C avec un indice d'iode de 964,48 mg/g, tous les autres charbons activés ont des indices supérieurs à 1100 mg/g. Ces valeurs montrent que malgré les taux de degré d'activation tous supérieurs à 50%, ces charbons activés

préparés seraient dirigés vers les adsorbats de taille similaire à celle du di-iodé. Dans la mesure où dans la littérature, l'on indique que pour qu'un charbon actif ait la capacité d'adsorber les petites molécules, son indice d'iode doit être compris entre 600 et 1100 mg/g (Verla, 2012). Des valeurs d'indice d'iode assez élevées comme celles mise en évidence dans cette étude ont été obtenus par d'autres auteurs comme Petrov et al. (2008) avec le charbon activé par K_2CO_3 . D'ailleurs, tous nos charbons activés sont de bonne qualité car Selon la description technique de SILEX INTERNATIONAL sur le critère de qualité d'un charbon actif, l'indice d'iode doit être supérieur à 950 mg/g (Maazou, 2017).

De l'analyse des résultats, l'on constate qu'en général quand la taille des charbons augmente la capacité d'adsorption de bleu de méthylène diminue. Ce qui corrobore les résultats obtenus par Jaguaribe et al. (2005) en travaillant sur du charbon actif issu de la coque de coco, babassu et de la bagasse de canne. Par exemple les auteurs ont pu montrer que l'indice de bleu de méthylène est passé de 10,47 à 3,32 mg/g, lorsque l'on est passé de la taille de [1,00-1,18 mm] à [2,00-2,36 mm], avec le charbon issu de la coque de coco. Par contre, quand la température augmente l'indice de bleu de méthylène augmente. Lequel constat a été mis en évidence par Chekem (2017) en travaillant sur du charbon actif issu de la coque de karité. Par exemple, les charbons activés produit par imprégnation à H_3PO_4 , en passant de la température de 400 à 800°C, l'indice de bleu de méthylène est passé de 2,19 à 22,858 mg/g. Cette augmentation de l'indice de bleu de méthylène se justifie par le fait que l'augmentation de la température favorise l'élargissement des pores, mais aussi l'apparition de nouveaux pores dont les mésopores (Balougoun, 2015). Dans ces travaux, Maazou et al. (2017) ont noté que les échantillons ayant développés les meilleurs indices d'iode sont ceux qui ont les meilleurs indices de bleu de méthylène. Cette observation est l'opposé des résultats obtenus lors de cette étude. Par contre, l'on remarque une corrélation négative entre l'indice d'iode et de bleu de méthylène (figure 4)

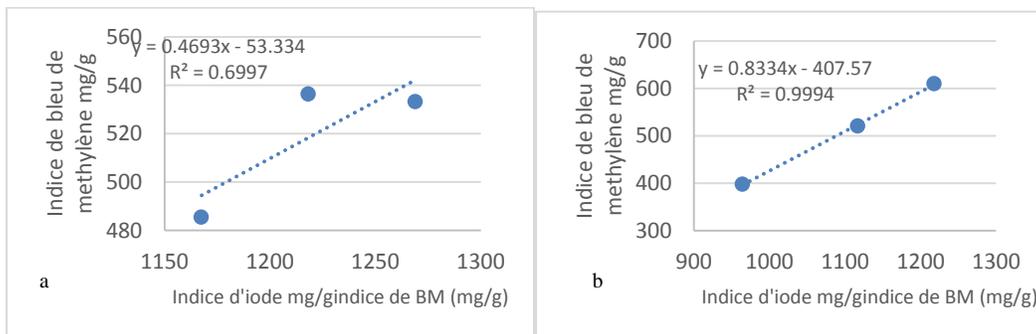


Figure 3:-Corrélation entre l'indice d'iode et de bleu de méthylène à différentes tailles et à température de 400°C (a) et 600°C (b)

L'on note également une corrélation négative entre d'indice iode et la teneur en cendre (figure 4). En effet, lorsque le teneur en cendre diminue, la microporosité augmente. Entre l'indice de bleu de méthylène et la teneur en cendre, l'on observe également une corrélation négative (figure 5).

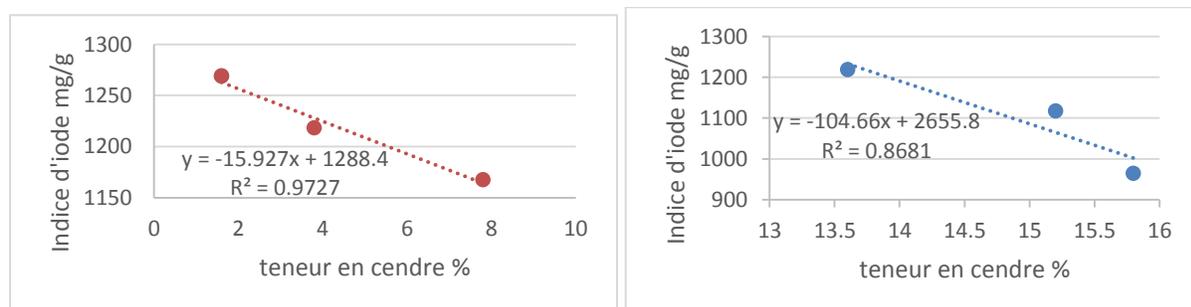


Figure 4:-Corrélation entre l'indice d'iode et la teneur en cendre à différentes tailles et à température de 400°C (a) et 600°C (b)

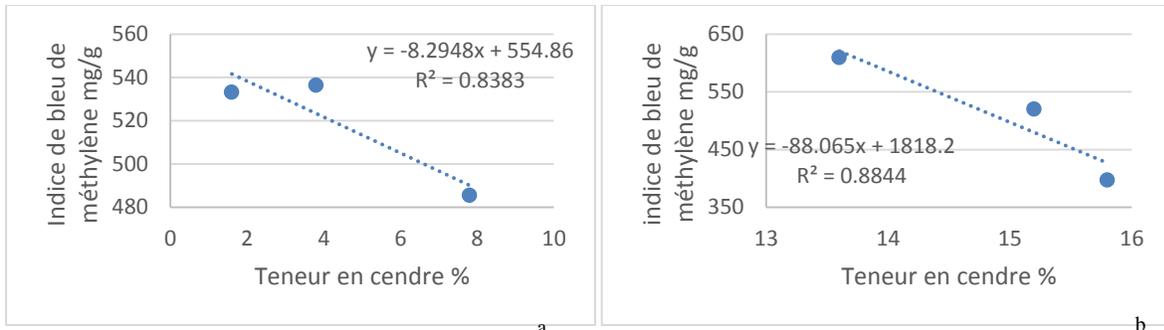


Figure 5:-Corrélation entre l'indice de bleu de méthylène et la teneur en cendre à différentes tailles et à température de 400°C (a) et 600°C (b)

Etude de la Surface spécifique

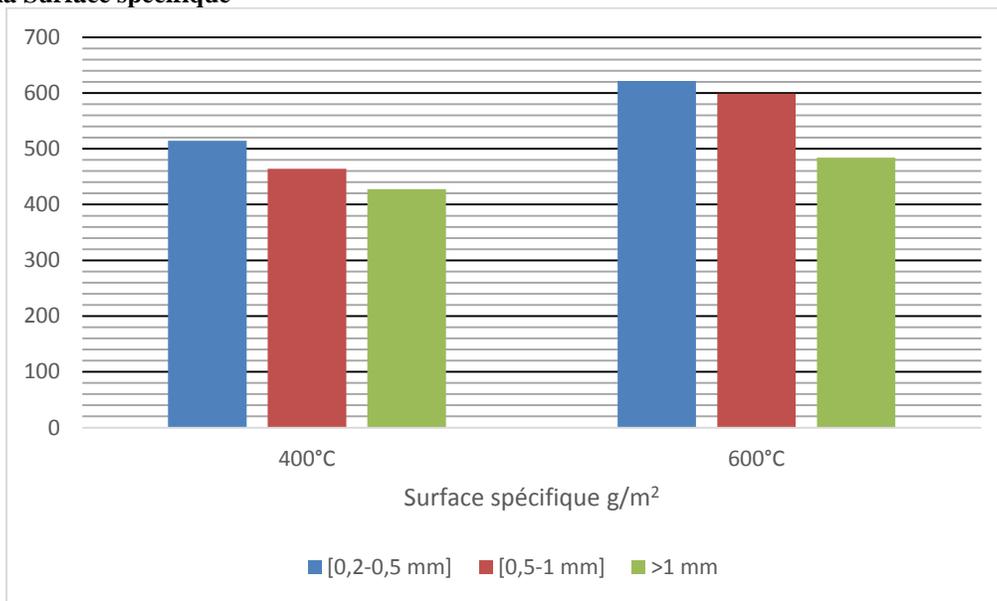


Figure 6:-Surface spécifique à différentes tailles et à température de 400 et 600°C

La figure 6 illustre une augmentation de la surface spécifique en passant de 400 à 600°C, quel que soit la taille de la particule. Ces résultats ne concordent pas avec les résultats obtenus par **Kouadio et al (2017)** en étudiant les charbons activés issus d'Acacia auriculaeformis à 6 heures d'imprégnation. Mais, corroborent les dires d'**Atheba et al. (2014)** qui font remarquer que les surfaces élevées sont le résultat de l'application d'une température de carbonisation élevée. Cette élévation de la surface est due à la décomposition des groupes oxygénés présent initialement à la surface du charbon actif par le traitement thermique (**Guedidi, 2015**). Pour ce qui est de la taille des particules, à 400°C tout comme à 600°C, la surface spécifique croît des particules les plus petites vers celles qui ont une grande taille, résultat concordant avec celui de **Petrov et al. (2008)**. En effet, pour le charbon de taille < 0,5 et comprise entre [1-2], les auteurs ont obtenu des surfaces spécifiques respectivement de 1850 m²/g et de 1150 m²/g (**Petrov et al., 2008**). Par ailleurs, l'on remarque que l'évolution de la surface spécifique se conforme à celle de l'indice d'iode. Par conséquent, l'on dénote de l'existence d'une corrélation positive entre l'indice d'iode et la surface spécifique figure 7.

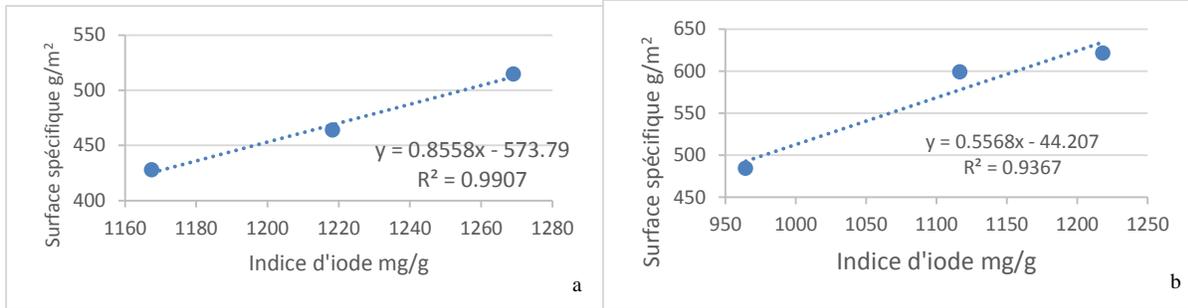


Figure 7:-Corrélation entre l'indice d'iode et surface spécifique à différentes tailles et à température de 400°C (a) et 600°C (b)

D'ailleurs, plusieurs chercheurs ont fait remarquer que l'indice d'iode et la surface spécifique évoluent dans le même sens (Asadullah et al., 2007, Newcombe et al., 2002, Balagoun, 2015). Par exemple Asadullah et al. (2007) en passant de 724 à 360 m²/g pour la surface spécifique, ils sont passé de 573 à 255 mg/g pour l'indice d'iode. Par ailleurs Chekem (2017) fait observer qu'en règle générale, l'adsorbant avec l'indice d'iode le plus élevé présentera la surface spécifique la plus importante. Cela est observable chez le charbon activé de petite taille. L'on relève également, une corrélation prononcée entre l'indice de bleu de méthylène et la surface spécifique à 600°C ; ce qui n'est pas le cas à 400°C (figure 8).

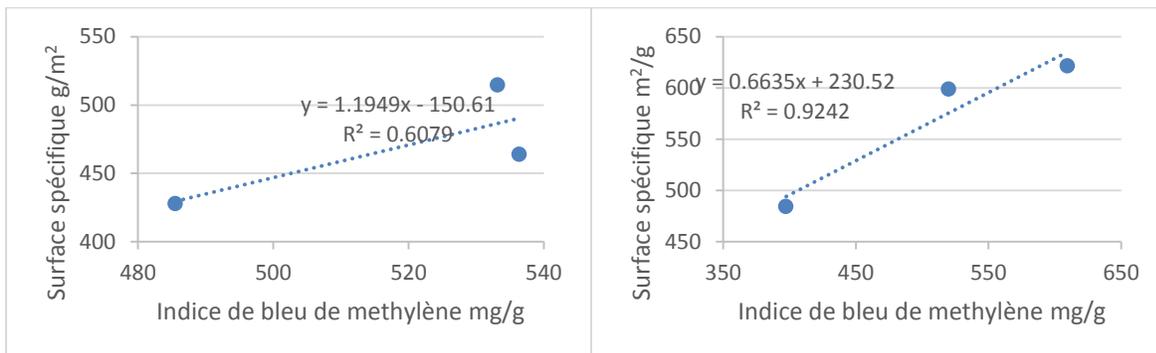


Figure 8:-Corrélation entre l'indice de bleu de méthylène et la surface spécifique à différentes tailles et à température de 400°C (a) et 600°C (b)

Etude de la fonction de surface

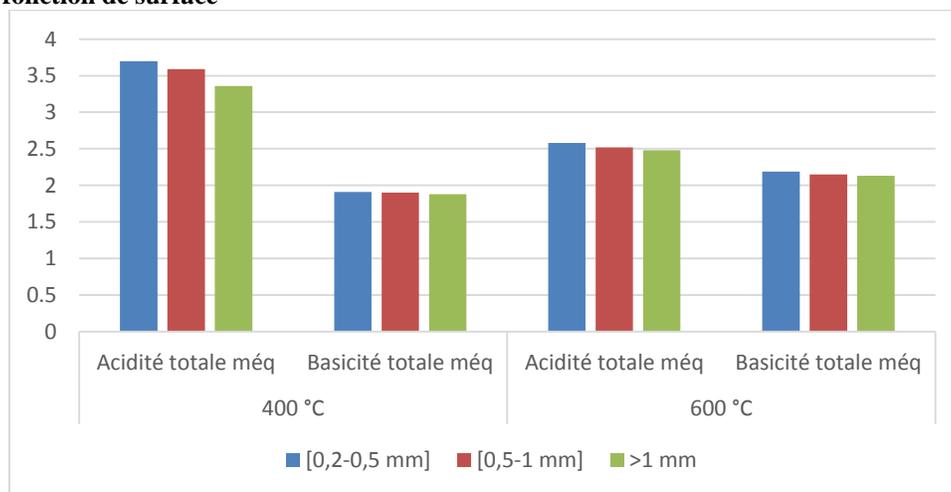


Figure 7:-fonctions de surface à différentes tailles et à température de 400 et 600°C

Globalement, les charbons activés issus de la coque de cacao ont plus de fonctions acides que basiques. Ce constat pourrait s'expliquer par l'imprégnation du précurseur par H₃PO₄. En effet, H₃PO₄ est un oxydant fort qui peut

oxyder des atomes de carbone de surface et leur fait perdre des électrons pour être chargés positivement (**Tchakala et al., 2012**). Cependant, la présence des deux fonctions augure de la capacité des charbons à adsorber aussi bien des adsorbats anioniques que cationiques (**Kouadio et al., 2017**). Par rapport à la température, l'on constate une réduction des fonctions acides en allant de 400°C à 600°C. A l'opposé, les fonctions basiques augmentent en passant de 400°C à 600°C. Ce phénomène s'explique par la génération massive aux températures de 600°C et plus de groupements carbonyles et basiques aux dépens des autres groupements fonctionnels (**Baudu et al., 2001**). Pour ce qui est de la taille des particules, globalement, l'évolution des fonctions acides et basiques sont similaires.

Conclusion:-

Au terme de cette étude, il est opportun de noter que les trois charbons actifs préparés présentent de faibles rendements compris entre 9,75 et 30,74%, par conséquent, de grands degrés d'activation se situant entre 69,36 et 81,25% et un taux de cendre compris entre 1,6-15,8%. Ces charbons ont développé une bonne microporosité qui a une bonne corrélation avec la mesoporosité, avec un coefficient de corrélation de 0,9994 à 600°C. Ces charbons actifs ont une petite surface spécifique et possèdent caractère acide en général. De manière générale, le meilleur charbon actif est le charbon de [0,2-0,5] à 400°C.

Référence bibliographique:-

1. Ahmed M. J. and Dhedan S. K. (2012) Equilibrium isotherms and kinetics modeling of methylene blue adsorption on agricultural wastes-based activated carbons. *Fluid Phase Equilibria*, 317 : 9–14.
2. Asadullah M., Rahman A. M., Motin A. M. and Sultan B. M. (2007). Adsorption studies on activated carbon derived from steam activation of jute stick char. *J. surface Sci technol.*, vol 23, N° 1-2 : 73-80.
3. Atheba P., GBASSI K. G., Dongui B., Bamba Dr., Yolou S. F., Trokourey A. (2014). Études de la porosité, de la surface spécifique et des fonctions de surface de charbons actifs préparés après carbonisation artisanale des coques de noix de coco. *Les Technologies de Laboratoire*, Volume 8, N°34 : 1-12.
4. Avom J., Ketcha J. M., Babale D. D., Ngono A. I. et Patrick G. (2002). Adsorption de l'iode par des charbons Actifs de rafles de régimes de palmes. *Déchets - Revue Francophone d'Écologie Industrielle* - N° 28 – 4^{ème} trimestre : 26-32.
5. Balogoun K. Cl., Bawa L.M., Osseni S. et Aina M. (2015). Préparation des charbons actifs par voie chimique à l'acide phosphorique à base de coque de noix de coco. *Int. J. Biol. Chem. Sci.* 9(1) : 563-580.
6. Barani D. (2011) Préparation d'un charbon actif à partir d'un bitume routier issu du raffinage du pétrole par activation acide. *Faculté des Sciences et Technologie, Université Larbi Ben M'hidi Oum El Bouaghi, Algérie* 77pp.
7. Baudu M., Guibaud G., Raveau D. et Lafrance P. (2001). Prédiction de l'adsorption de molécules organiques en solution aqueuse en fonctions de quelques caractéristiques physico-chimiques de charbons actifs. *Water Qual. Res. J. Canada*, Volume 36, No. 4 : 631–657.
8. Benaissa A. (2012) Etude de la faisabilité d'élimination de certains colorants textiles par certains matériaux déchets d'origine naturelle. *Master en chimie, Université Abou Bakr Balkaid, Tlemcen – Algérie*, 60pp.
9. Chekem T. C. (2017) Matériaux carbonés multifonctionnels à porosité contrôlée à partir des ressources végétales tropicales : application au traitement de l'eau par photocatalyse. *PROMES – CNRS UPR 8521, Université de Perpignan Via Domitia* 214 pp.
10. Demirbas A. (2009) Agricultural based activated carbons for the removal of dyes from aqueous solutions : a review, *Journal of Hazardous Materials* 167 :1–9.
11. Faouzia B. (2014). Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture, mémoire de magister, Université Ferhat Abbas Setif-1, Algérie, 103pp.
12. Fernandez-Ibañez E. (2002) Etude de la carbonisation et l'activation de précurseurs végétaux durs et mous. *Institut de Chimie, Faculté des Sciences. Université de Neuchâtel*. 147pp.
13. Girgis B. S, El-Hendawy A. (2002). Porosity development in activated carbons obtained from date pits under chemical activation with phosphoric acid. *Microporous Mesoporous Mater*, 52 :105–117.
14. Gratuito MKB, Panyathanmaporn T, Chumnanklang RA, Sirinuntawittaya NB, Dutta A. (2008). Production of activated carbon from coconut shell: optimization using response surface methodology. *Bioresour. Technol.*, 99 : 4887–4895.
15. Guedidi B. S. H. (2015). Préparation et modification de carbones activés pour l'adsorption de polluants organiques émergents : molécules pharmaceutiques et liquides ioniques. *Université de Grenoble*. 142pp.

16. Jaguaribe E. F., Medeiros L. L., M. Barreto C. S., Araujo L. P. (2005). The performance of activated carbons from sugarcane bagasse, babassu, and coconut shells in removing residual chlorine. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*. Vol. 22, No. 01 : 41 - 47.
17. Khalfaoui A. (2012) Etude Expérimentale de L'élimination de polluants organiques et inorganiques par adsorption sur des matériaux naturels : application aux peaux d'orange et de banane, Thèse de Doctorat, Université Mentouri de Constantine, Algérie, 143p.
18. Kouadio N'Da A., KRA D. O., Atheba G. P., Drogui P., Trokourey A. (2017). Degré d'activation, surface spécifique et fonctions de surfaces de charbons actifs d'Acacia auriculaeformis et d'Acacia mangium. *International Journal of Innovation and Applied Studies* Vol. 20 No. 2 : 568-574
19. Kra O. Dr., Kouadio N. A., Atheba Gr. P., Coulibaly Br., Allou N. Bl., Gbassi K. G. and Trokourey A. (2015) Modélisation des propriétés adsorbantes de charbons activés issus de deux variétés d'Acacia (auriculiformis et mangium). *International Journal of Innovation and Scientific Research* Vol. 13 No. 2 : 542-553.
20. Maazou B. D. S., Hima I. H., Malam A. M. M., Adamou Z. et Natatou I. (2017). Elimination du chrome par du charbon actif élaboré et caractérisé à partir de la coque du noyau de Balanites Aegyptiaca. *Int. J. Biol. Chem. Sci.* 11(6) : 3050-3065.
21. Mamane O. S., Adamou Z., Ibrahim D., Ibrahim N. (2016). Préparation et caractérisation de charbon actifs à base de coques de Balanites Eagyptiaca et de Zizyphus Mauritiana, *J. Soc. Ouest-Afr.Chim*, 041 : 59-67.
22. Mayeko K. K. A., Vesituluta N. Ph., Phanzu D. N. J., Muanda W. M. D., Bakambo E. Gr, Lopaka I. B. et Mulangala M. J. (2012). Adsorption de la quinine bichlorhydrate sur un charbon actif peu coûteux à base de la Bagasse de canne à sucre imprégnée de l'acide phosphorique. *Int. J. Biol. Chem. Sci.* 6 (3) : 1337-1359.
23. Monneyron P, Faur-Brasquet C., Sakoda A., Suzuki M., Le Cloirec P. (2002). Competitive Adsorption of Organic Micropollutants in the Aqueous Phase onto Activated Carbon Cloth: Comparison of the IAS Model and Neural Networks in Modeling Data. *Langmuir* 18 (13) : 5163-5169.
24. Newcombe G., Morrison J. and Hepplewhite C. (2002). Simultaneous adsorption of MIB and NOM onto activated carbon. I. Characterisation of the system and NOM adsorption. *Carbon* 40 : 2135-2146
25. Naidja L. (2010) Elimination du colorant orange II en solution aqueuse, par voie photochimique et par adsorption. Magister en chimie, Université Mentouri de Constantine, Algérie, 106pp.
26. Ouedrhiri M., Jaouan K., El Mohtadi F., Benismail C., Begdouri A. A. (2018). Charbons actifs à partir des coques d'olives (Picholine marocaine): préparation, caractérisation et évaluation de leur capacité de dépollution des margines *Rev. Mar. Sci. Agron. Vét.* 6 (3) :362-373.
27. Petrov N., Budinova T., Razvigorova Parra M., J., Galiatsatou P. (2008). Conversion of olive wastes to volatiles and carbon adsorbents. *Biomass and Bioenergy* 32 : 1303- 1310.
28. Shrestha R. M., Yadav A. P., Pokharel Bh. P. and Pradhananga R. R. (2012). Preparation and Characterization of Activated Carbon from Lapsi (*Choerospondias axillaris*) Seed Stone by Chemical Activation with Phosphoric acid. *Res.J.Chem. Sci.* Vol. 2(10) : 80-86.
29. Soleimani M. and Kaghazch T. (2008). Activated Hard Shell of Apricot Stones: A Promising Adsorbent in Gold Recovery. *Chinese Journal of Chernica2 Engineering*, 16(1) : 112-118.
30. Tchakala I., Bawa M. L., Djaneye-Boundjou G., Doni K. S. et Nambo P (2012). Optimisation du procédé de préparation des Charbons Actifs par voie chimique (H3PO4) à partir des tourteaux de Karité et des tourteaux de Coton *Int. J. Biol. Chem. Sci.* 6(1) : 461-478.
31. Thomas M. , Patel P. S., Patel V. A., Patel V. J. (2017) A comparative study on the efficiency of KOH and H3PO4 impregnated jackfruit leaf based carbon as adsorbent for removal of Cr (VI) from its aqueous solution. *International Journal of Engineering Trends and Technology (IJETT) – Volume45 Number 4* : 176-182.
32. Trachi M., Bourfils N., Benamara S., Gougam H. (2014). Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de la coquille d'amande (*Prunus amygdalus*). *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement* 18 : 492-502.
33. Verla A. W., Horsfall M., Verla E. N., Spiff A. I., Ekpete O. A. (2012). Preparation and characterization of activated carbon from fluted pumpkin (*telfairia occidentalis hook.f*) seed shell. *Asian Journal Of Natural & Applied Sciences*. Vol. 1. No. 3 : 39-50.
34. Wintgens D., Lavanchy A., Stoeckli H. F. (1999) Static Adsorption by active Carbons of vapour Mixtures corresponding to immiscible Liquids. *Adsorption Science and Technology*, vol 17 (9) : 761-769.
35. Zoughuir H., Khalef H., Bouras O., Chenouf N., Belkaiss D., (1998). Traitement des eaux résiduaires colorées de l'unité de SOITEX de Boufarik par adsorption sur argiles modifiées. *Proceeding de la 3ème conférence Maghrébine de Génie des Procédés*, Tome 3 : 296-299.
36. Zue M. M. (2012). Elimination des ions Mn (II) des solutions aqueuses par adsorption sur des charbons actifs préparés à partir des coques de noix de noisette. *Mémoire de Master, Ecole Normale Supérieure de Libreville, Gabon*. 56 pp.