

Etudes comparées des méthodes de préparation du charbon actif, suivies d'un test de dépollution d'une eau contaminée au diuron

**Drissa Bamba^{1*}, Bini Dongui¹, Albert Trokourey², Guessan Elogne Zoro¹
Grah Patrick Athéba^{2,3}, Didier Robert³, Jean Victor Wéber³**

¹ *Laboratoire de Chimie des Eaux – Ecole Normale Supérieure d'Abidjan
08 BP 10 Abidjan 08 (Côte d'Ivoire)*

² *Laboratoire de Chimie Physique – Université de Cocody–Abidjan
22 BP 582 Abidjan 22 (Côte d'Ivoire)*

³ *Laboratoire de Chimie et de Méthodologie pour l'Environnement (LCME) – Université Paul
Verlaine de Metz Rue Victor Démange 57500 Saint-Avold (France)*

(Reçu le 13/08/2009 – Accepté après corrections le 07/12/2009)

Résumé : Les coques de noix de coco sont des déchets difficilement biodégradables. Elles sont abondantes dans les pays tropicaux et particulièrement en Côte d'Ivoire. Cependant, malgré les potentielles sources d'énergies qu'elles présentent et la possibilité de leur utilisation dans le traitement de l'eau, elles sont peu étudiées. Le pays continue d'importer le charbon actif diversement utilisé dans le domaine de la chimie analytique.

Dans le souci de valoriser les ressources naturelles de la Côte d'Ivoire, des charbons actifs ont été préparés à partir de coques de noix de coco suivant les deux modes d'activation (physique et chimique). Ces matériaux ont développé une bonne porosité (mélange de méso et de micro porosités). Les surfaces spécifiques obtenues sont comprises entre 200 m²/g et 1300 m²/g. Les études cinétiques d'élimination du diuron ont révélé que ces charbons ont une bonne affinité avec ce polluant. Les charbons activés physiquement présentent une meilleure diffusion par rapport à ceux obtenus par la méthode chimique.

Mots Clés : Charbon actif, adsorption, surface spécifique, coques de noix de coco, diuron

Comparative studies of activated carbon preparation methods, followed by depollution test of diuron contaminated water

Summary: The coconut shells are readily biodegradable waste. They are abundant in tropical countries and especially in Côte d'Ivoire. However, despite the potential sources of energy they have and the possibility of their use in water treatment, they are little studied. The country continues to import charcoal variously used in the field of analytical chemistry.

In order to exploit natural resources in Côte d'Ivoire, activated carbons were prepared from coconut shells along the two activation modes (physical and chemical). These materials have developed a good porosity (mixture of meso and micro pores). The specific surface areas obtained are between 200 m²/g and 1300 m²/g. The kinetic studies of elimination of diuron showed that these carbons have a good affinity with this pollutant. Carbons obtained by physical activation are a better distribution compared to those obtained by the chemical method.

Keywords: Activated carbon, adsorption, specific surface area, coconut shell, diuron

* Auteur de correspondance : bambdrissa@yahoo.fr

1. Introduction

Les méthodes de traitement des eaux sont nombreuses et variées. Mais l'une des techniques les plus efficaces reste l'adsorption de polluants par des matériaux poreux. Le charbon actif est de loin le matériau poreux le plus utilisé. Dans cette décennie, de nombreuses études ont été faites sur la transformation de déchets solides en matériaux poreux ^[1-3], et surtout en charbon actif ^[4].

L'un des problèmes majeurs auxquels doit faire face la ville d'Abidjan reste la gestion rigoureuse de ses déchets. Notre étude apporte une approche de solution dans ce cadre. En effet, les coques de noix de coco constituent des déchets abondants difficilement biodégradables dans les pays tropicaux et particulièrement en Côte d'Ivoire. Après extraction du lait de coco, les coques de noix de coco sont considérées comme des déchets domestiques. Ceux-ci s'amoncellent car difficilement biodégradables. Pourtant, en dépit de leurs potentielles sources d'énergie, elles sont peu étudiées. Leurs caractéristiques cinétiques restent pratiquement ignorées et le pays continue d'importer du charbon actif pour diverses applications notamment en ce qui concerne le traitement de l'eau de boisson. C'est pourquoi, il nous paraît nécessaire de préparer du charbon actif à partir de coques de noix de coco. Leur utilisation serait un double gain pour la qualité de l'environnement.

Le présent travail est consacré à la préparation de charbon actif à partir de coques de noix de coco de Côte d'Ivoire et à sa caractérisation. Deux méthodes d'activation ont été étudiées. La détermination de la température maximale de carbonisation a été possible grâce aux techniques d'analyse thermogravimétrique réalisée dans des études antérieures ^[1]. Les influences de la durée d'activation (méthode physique) et la quantité de l'agent réactant (méthode chimique) sur les propriétés physico-chimiques des charbons

ont été déterminées en termes de surface spécifique, d'évolution de la distribution des pores et de fonctions de surface. L'objectif est au premier plan, d'élaborer un procédé d'activation simple et peu coûteux de ces déchets ; d'adapter ce procédé pour produire, si possible industriellement, du charbon actif en Côte d'Ivoire. Par la suite, les propriétés physico-chimiques développées par les différents charbons feront l'objet de comparaison. Enfin, nous évaluerons la capacité de ces charbons à adsorber le diuron, polluant couramment rencontré dans les eaux à travers le monde ^[2-5] et utilisé dans l'agriculture ivoirienne.

2. Matériel et Méthodes

2.1. Carbonisation de la matière première utilisée

Des coques de noix de coco sont mises dans le réacteur en acier inoxydable. Le prétraitement thermique s'effectue sous balayage à l'azote (50 mL.min⁻¹). Le réacteur et son contenu sont portés au four pour être pyrolysés. Le programme de température est défini comme suit :

- (i) Une montée de 5°C.min⁻¹ de la température ambiante à 400°C ;
- (ii) Un palier d'une heure est nécessaire à cette température ;
- (iii) Enfin, une descente libre en température jusqu'à la température ambiante.

Le débit d'azote reste inchangé tout le long de la pyrolyse. Les coques ainsi prétraitées sont écrasées jusqu'à obtenir des grains de diamètre compris entre 1,5 et 2,0 mm comme préconisé par Z. Hu et M. P. Srinivasan ^[6].

2.2. Réacteur d'activation

La carbonisation des coques de noix de coco est effectuée dans un réacteur cubique en acier inoxydable de 20 cm d'arrête environ. L'intérieur du réacteur est relié à un thermomètre permettant le contrôle de la température. Le réacteur dispose d'une

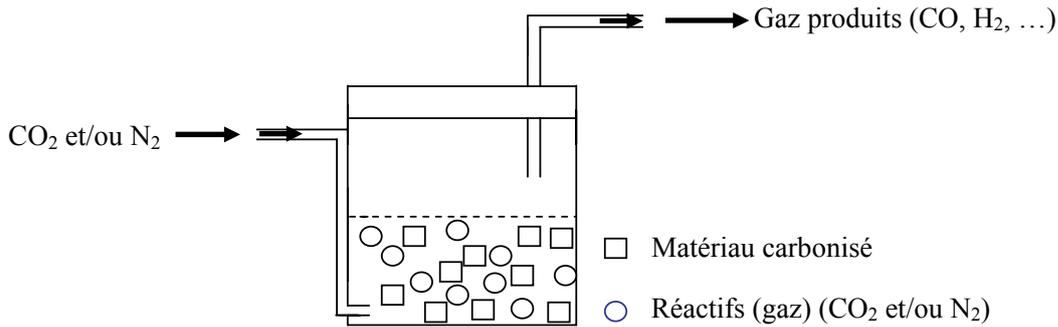


Figure 1 : Schéma du réacteur inoxydable

entrée de gaz et d'une sortie des différents gaz susceptibles d'être formés comme le montre la Figure 1. Il est chauffé par un four muni d'un programmeur-régulateur de température. Ce système permet de choisir la vitesse de montée en température, le niveau et la durée du palier de la température finale.

2.3. Méthodes d'activation

Après l'étape de la carbonisation (prétraitement), le matériau n'est que faiblement poreux. Pour développer sa structure poreuse et rendre sa surface plus réactive, il doit subir un autre traitement thermique appelé activation.

2.3.1. Activation physique

L'activation physique s'effectue entre 650°C et 900°C, sous atmosphère oxydante (dioxyde de carbone, vapeur d'eau ou un mélange des deux) [7]. Selon D. Cazorla-Amoros *et al.* [8], la structure poreuse du charbon actif obtenu peut différer en fonction du gaz oxydant utilisé. En effet, J. Alcaniz-Monge *et al.* [9] soutiennent que l'utilisation du dioxyde de carbone comme agent oxydant favorise le développement de la microporosité alors que la vapeur d'eau favorise une porosité aux dimensions plus larges. Un mélange d'eau et de dioxyde de carbone est souvent utilisé [10]. Dans notre étude, nous avons utilisé le dioxyde de carbone comme gaz oxydant. Une masse de 15 g de charbon est placée dans le réacteur inoxydable. L'ensemble est ensuite porté au four dont la

programmation en température est la suivante :

- (i) Une montée de 10°C.min⁻¹ de la température ambiante à 800°C ;
- (ii) Un palier d'une heure, deux heures ou trois heures (selon l'expérience) est maintenu à cette température ;
- (iii) Enfin une descente libre en température jusqu'à la température ambiante.

L'activation est réalisée sous azote et dioxyde de carbone dont les débits sont fixés à 50 mL.min⁻¹ pendant toute la durée de l'expérience (sauf pour le plateau de deux heures où le dioxyde de carbone est arrêté à la température d'environ 700°C lors de la descente libre).

2.3.2. Activation chimique

Contrairement à l'activation physique, l'activation chimique s'effectue sous gaz inerte mais à des températures relativement faibles (entre 400°C et 600°C) après imprégnation du précurseur par un agent activant qui peut être un acide de Lewis (ZnCl₂, AlCl₃...), l'acide phosphorique, ou même des carbonates de métaux alcalins [11, 12]. On utilise également des agents basiques tels que la soude (NaOH) et la potasse (KOH) [13-15]. Selon une étude menée par J. J. Freeman *et al.* [16] sur la viscose rayonne (ou cellulose régénérée), l'imprégnation par des agents chimiques entraîne plusieurs réactions venant contrebalancer la pyrolyse, et permet entre autre d'éviter la perte de masse trop importante observée lors de l'activation physique. De plus, les charbons actifs

obtenus par ce procédé sont plus résistants. Leur porosité est mieux développée. En effet, avec l'acide phosphorique, la microporosité du charbon sera prédominante, surtout pour de fortes concentrations en agent activant [17]. Cependant, Macia-Agullo et al. [18] ont montré que dans le cas d'une activation chimique effectuée avec les hydroxydes alcalins, les agents chimiques pénètrent facilement à l'intérieur des fibres de carbone. Tandis que Raymundo-Pinero et al. [19] affirment que cette intercalation contribue au développement de la porosité. C'est pourquoi dans notre cas, nous avons utilisé l'hydroxyde de potassium (KOH) comme agent activant. Le protocole expérimental est détaillé comme suit :

Une masse m_1 de 10 g de charbon est mise dans un bécher. On y ajoute une masse m_2 (5 ; 7,5 ; 10 ; ou 15 g) de cristaux de KOH. Le tout est bien mélangé. Les cristaux de KOH sont dissous par de l'eau distillée. Le mélange est porté à l'étuve à la température de 110°C jusqu'à évaporation complète de l'eau. C'est l'étape d'imprégnation. Le charbon imprégné est mis dans le réacteur en acier inoxydable et porté au four dont la programmation en température est la suivante :

- (i) Une montée de 5°C.min⁻¹ de la température ambiante à 450°C ;
- (ii) Un palier d'une heure à 450 °C ;
- (iii) Enfin une descente libre en température jusqu'à la température ambiante.

L'activation est faite en présence d'azote dont le débit est de 50 mL.min⁻¹ pendant toute la durée de l'expérience. Le charbon sorti du four à la température ambiante est lavé abondamment à l'eau distillée puis à l'acide chlorhydrique (HCl 0,1 N) sous agitation pendant deux heures et de nouveau à l'eau distillée jusqu'à ce que le pH de l'eau filtrée soit compris entre 6,5 et 7.

2.4. Détermination des paramètres des charbons activés par l'analyseur "micromeritics"

La caractérisation d'un charbon actif nécessite la connaissance de sa surface spécifique. Cette surface est généralement déterminée par la méthode élaborée par Brunauer, Emmet et Teller communément appelée méthode BET. Dans notre cas, la détermination de la surface spécifique ainsi que les dimensions et la distribution des pores ont été faites au Laboratoire des Matériaux, Surface et Procédés pour la Catalyse (LMSPC) de l'Université Louis Pasteur de Strasbourg. Les échantillons ont été analysés à l'aide d'un appareil "micromeritics Tristar 3000".

2.5. Choix du polluant

Le diuron, N-(3,4-dichlorophényl)-N',N'-diméthyl urée est un herbicide appartenant à la famille des urées et précisément au sous groupe des phénylurées [20]. Cette urée substituée se présente sous la forme d'un solide incolore, inodore et peu soluble dans l'eau. Selon [21], c'est un produit non ionique, sa solubilité est très modérée de l'ordre de 42mg · L⁻¹ à 20°C. Son taux d'hydrolyse est négligeable à pH neutre mais augmente dès que les conditions deviennent fortement acides ou basiques [22]. Ses caractéristiques principales sont données dans le Tableau I. La Figure 2 donne la formule semi développée du composé organique.

Tableau I : Caractéristiques du diuron

Nom	Nom générique	N° CAS	Formule brute
Diuron	N-(3,4-dichlorophényl)-N',N'-diméthyl-urée	330 - 54 - 1	C ₉ H ₁₀ Cl ₂ N ₂ O

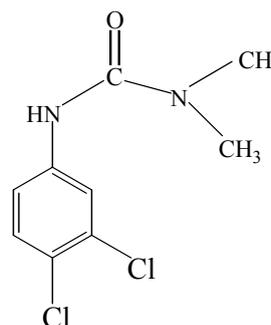


Figure 2 : Formule semi développée de la

C'est un composé persistant et très mobile dans les sols. Des concentrations de plusieurs $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ de ce polluant ont ainsi été fréquemment relevées à travers le monde. Par exemple, Portal *et al.* [23] ont observé au printemps 1992 la présence de diuron dans plusieurs rivières bretonnes. Dans l'environnement aquatique japonais, 86% des échantillons analysés par Okamura [24] ont montré une concentration de $3,05 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ de diuron. Au Pays-Bas, cette concentration a été estimée à $430 \text{ng} \cdot \text{L}^{-1}$ [25]. De nombreuses autres études ont également indiqué la contamination de l'eau par le diuron [3,26,27]. En 2003, sur les 98 herbicides homologués par le ministère de l'agriculture ivoirienne, 11 contiennent le diuron comme substance active [28].

3. Résultats et discussions

3.1. Isothermes d'adsorption et de désorption

Les courbes d'adsorption–désorption ont été obtenues à l'Université de Strasbourg au Laboratoire des Matériaux, Surface et Procédés pour la Catalyse (LMSPC). Toutes les molécules susceptibles d'être présentes dans la structure poreuse de l'échantillon sont éliminées par dégazage sous vide à une température appropriée pendant un temps défini. L'isotherme d'adsorption permet d'accéder à la surface spécifique de l'échantillon déterminée selon la méthode BET décrite dans le paragraphe 3.2. Les isothermes d'adsorption et de désorption sont obtenues à partir de l'azote liquide à 77 K et sous pression atmosphérique suivant la méthode décrite par S. Lautrette [29]. La Figure 3 présente les isothermes obtenues sur les charbons actifs préparés physiquement (graphique I) après deux heures de plateau et chimiquement (graphique II) avec un ratio massique KOH/Charbon égal à 3/2.

Les isothermes d'adsorption obtenues dans les deux cas sont essentiellement du type II selon la classification BDDT et les

hystérésis observés font apparaître des caractéristiques identiques de type A selon la classification de DeBoer. Ces charbons actifs contiendraient donc de pores plus ou moins larges (micro et mésopores) de formes tubulaires. Cependant, les charbons activés chimiquement pourraient, selon la forme de l'hystérésis, contenir une quantité non moins importante de mésopores et même de macropores. Les volumes et surfaces cumulés au cours de l'adsorption et de la désorption devraient être plus importants que ceux obtenus par l'activation physique.

3.2. Surface spécifique du charbon actif

L'équation BET pour l'adsorption d'un gaz (l'azote dans notre cas) sur un solide permet de déterminer la surface spécifique de l'échantillon analysé [30]. L'équation BET utilisée en pratique sous sa forme linéaire est:

$$\frac{p/p_0}{Q_{ads}(1-p/p_0)} = \frac{1}{Q_m \cdot c} + \frac{c-1}{Q_m \cdot c} \cdot \frac{p}{p_0} \quad (1)$$

En effet, le graphe obtenu par les valeurs du premier membre $\left(\frac{p/p_0}{Q_{ads}(1-p/p_0)}\right)$ de l'équation BET en fonction de p/p_0 permet de déterminer la surface spécifique dont la relation est donnée par l'équation (2).

$$S_{BET} = \sigma \cdot Q_m \cdot N \quad (2)$$

avec σ : Surface occupée par une molécule de vapeur

N : Nombre d'Avogadro ($6,025 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$)

Généralement le gaz utilisé est l'azote. A $T = 77 \text{K}$, la surface d'une molécule d'azote est $\sigma = 16,2 \text{ \AA}^2$ c'est-à-dire

$$\sigma = 16,2 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2.$$

La droite obtenue de pente α et d'ordonnée à l'origine β permettent de déterminer les constantes Q_m et c . La connaissance de Q_m permet de déterminer la surface spécifique S_{BET} . Les droites obtenues avec les charbons activés physiquement et chimiquement ont donc permis de déterminer les surfaces

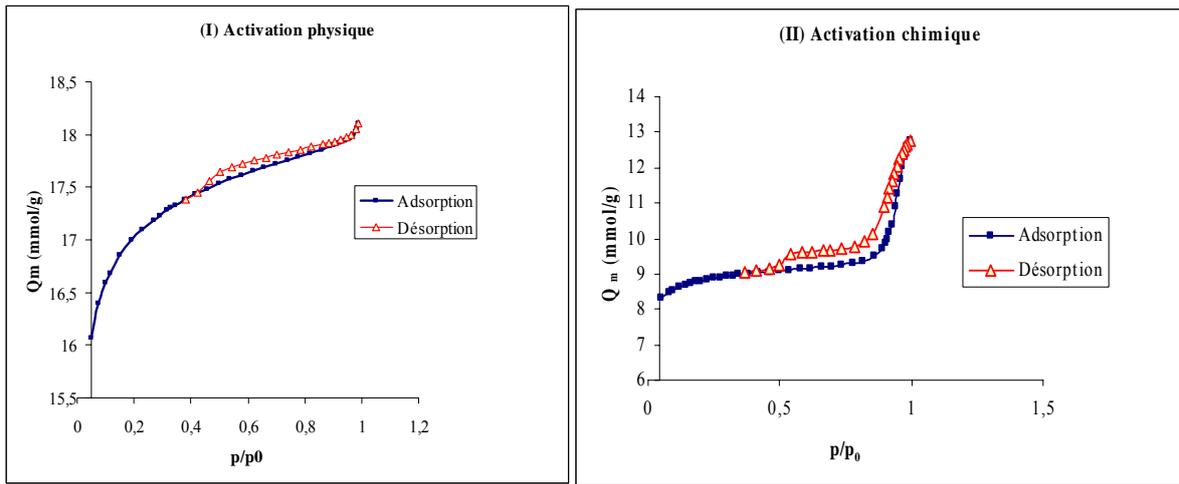


Figure 3 : Courbes d'adsorption-désorption de l'azote à 77 K sur du charbon actif

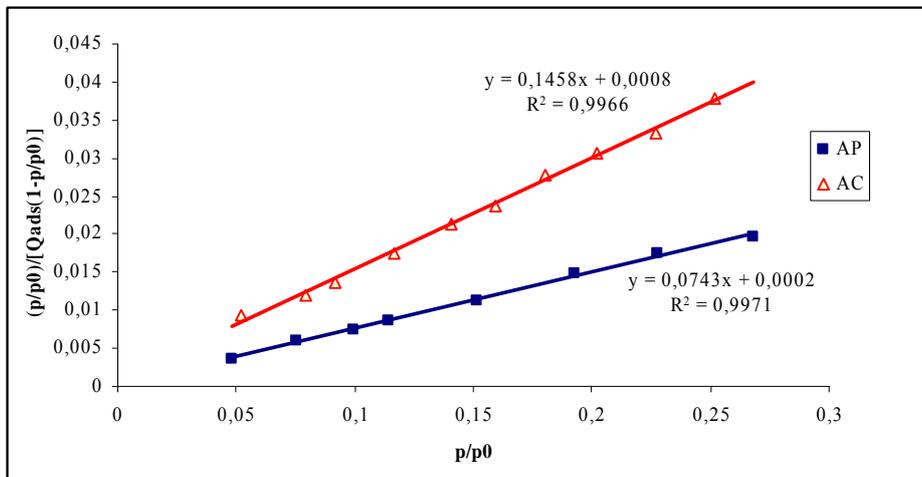


Figure 4 : Droites obtenues à partir de l'équation BET

Tableau II: Surface spécifique et quantité de matière nécessaire pour recouvrir entièrement la surface du solide d'une couche mono moléculaire d'adsorbant obtenues pour chaque charbon.

Mode d'activation	Physique			Chimique			
	Temps de plateau			Ratio massique (KOH/Charbon)			
	1 heure	2 heures	3 heures	1/2	3/4	1/1	3/2
Masse obtenue (g)	6,80	3,52	5,47	7,34	7,31	6,82	6,69
Rendement (%)	45,33	23,47	29,80	73,40	73,10	68,20	66,90
Q_m (mmol.g ⁻¹)	5,29	13,42	8,07	2,99	4,70	3,83	6,82
S_{BET} (m ² .g ⁻¹)	515,88	1310,13	787,78	291,74	459,10	373,54	665,79

Tableau III : Surfaces et volumes cumulés obtenus par la méthode BJH

Charbon actif	Surface cumulée Adsorption (cm ² .g ⁻¹)	Surface cumulée Désorption (cm ² .g ⁻¹)	Volume cumulé Adsorption (cm ³ .g ⁻¹)	Volume cumulé Désorption (cm ³ .g ⁻¹)
A. P. (2 h)	162,193	31,398	0,112	0,041
A. C. (3/2)	99,773	54,057	0,184	0,159

spécifiques S_{BET} . Nous représentons sur la Figure 4 les courbes de deux heures d'activation physique (AP) et de ratio massique 3/2 (KOH/charbon) pour l'activation chimique (AC). En effet, ces deux charbons possèdent les surfaces spécifiques les plus grandes.

L'ensemble des résultats des surfaces obtenues est donné dans le Tableau II. Nous pouvons déduire de ce tableau deux observations essentielles : les surfaces spécifiques obtenues par activation physique sont relativement plus élevées que celles obtenues par activation chimique et elles sont importantes dans les deux cas si la perte en charbon est élevée (c'est-à-dire lorsque le rendement est faible). En ce qui concerne l'activation chimique, la surface spécifique augmente avec le ratio massique KOH/Charbon. La meilleure surface spécifique ($1310,13 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$) est obtenue pour l'activation physique au plateau de deux heures. Cette grande surface spécifique obtenue par rapport aux deux autres dans ce cas pourrait être due à l'annulation du débit de CO_2 après le plateau horaire d'activation.

3.3. Distribution de la taille des pores

La distribution de la taille des pores est calculée suivant la méthode de Barrett, Joyner et Halenda ^[31] appelée méthode BJH. Cette distribution est faite le long de l'isotherme de désorption, généralement dans la région où a lieu la condensation capillaire (mésopores). Ce modèle complète l'approche de Kelvin ^[32] en tenant compte de la variation du nombre de couches adsorbées. Le calcul de la distribution des mésopores à partir de la branche de désorption donne des informations sur les diamètres des pores d'accès, tandis que celle calculée à partir de la branche d'adsorption donne des informations sur la distribution réelle des diamètres des pores. La Figure 5 présente la distribution de la taille des pores du charbon actif obtenu par activation physique pour une durée de deux heures de plateau. Cette figure montre que la taille

des pores obtenus est essentiellement uniforme (mésopores).

En ce qui concerne la distribution de la taille des pores des charbons obtenus par activation chimique, elle est donnée par la Figure 6. Cette figure montre que ces charbons contiennent en plus des mésopores, des macropores. La partie en médaillon (largeur des pores de 50 à 900 Å) montre davantage la distribution des mésopores et des macropores. Elle présente pour l'adsorption, un sommet approximativement à 300 Å. Tandis que pour la désorption, le sommet est à environ 160 Å.

La méthode BJH a permis de déterminer les volumes et surfaces cumulés des pores dont les largeurs sont comprises entre 17 Å et 3000 Å pendant l'adsorption du diazote et au cours de sa désorption. Les valeurs obtenues sont regroupées dans le Tableau 3. Ces résultats sont conformes à ceux obtenus par les isothermes d'adsorption et de désorption où l'hystérésis est plus large en ce qui concerne le charbon activé chimiquement.

Selon la classification recommandée par l'IUPAC et reprise par P. N'gueyen ^[33], il existe trois groupes de pores suivant leur taille:

- Les ultramicropores : **taille < 0,7 nm** et les micropores : **taille < 2 nm**
- Les mésopores : **2 nm < taille < 50 nm**,
- Les macropores : **taille > 50 nm**

A partir de cette classification et des surfaces et volumes cumulés dans chaque domaine de pores, nous avons déterminé la proportion de la microporosité, de la mésoporosité et de la macroporosité. Les résultats sont présentés dans les Tableaux IV et V.

Ces tableaux montrent qu'en adsorption comme en désorption les mésopores sont prépondérants dans les deux cas d'activation.

3.4. Etude des fonctions de surface

Les fonctions de surface ont été déterminées par la méthode de Boehm ^[30].

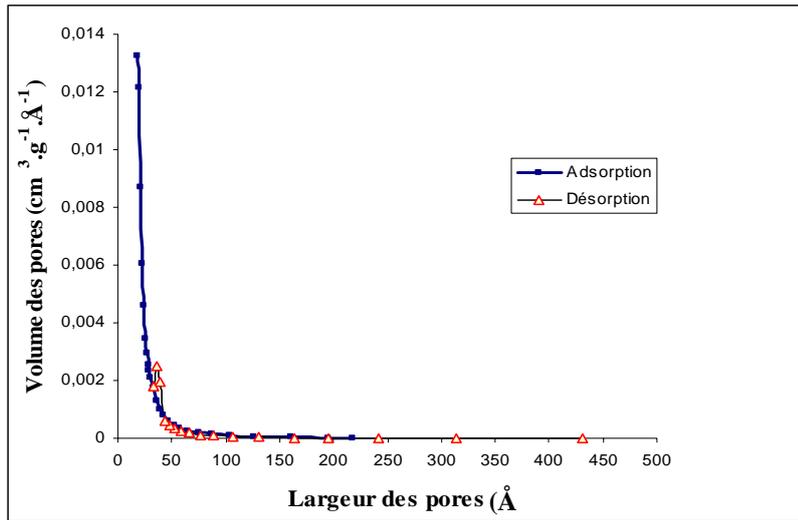


Figure 5 : Distribution de la taille de pores de charbon obtenu par activation physique

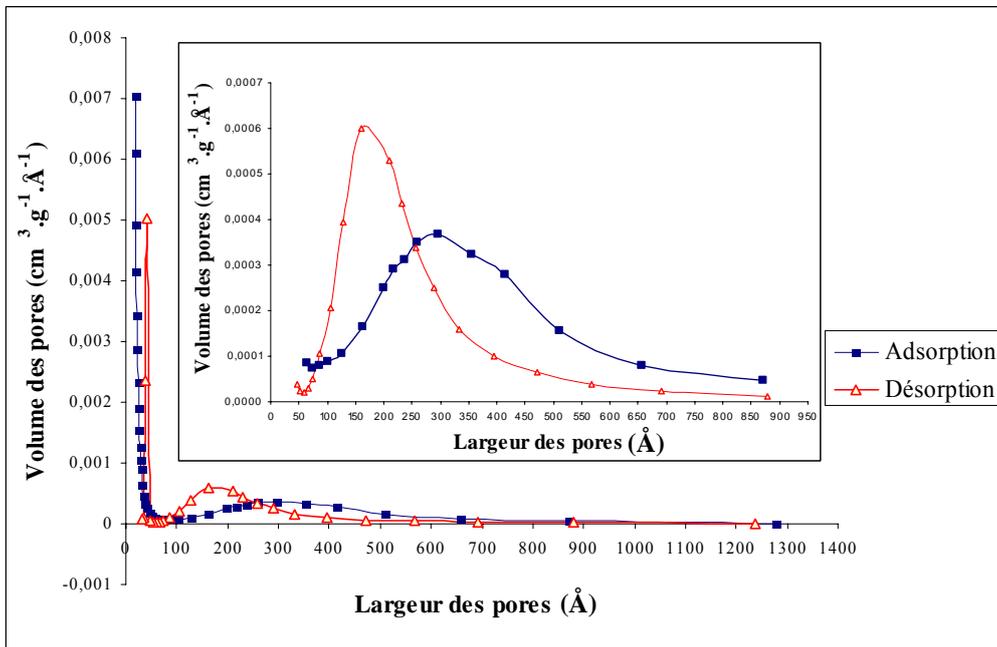


Figure 6 : Distribution de la taille de pores de charbon obtenu par activation chimique

Tableau IV : Répartition de la surface cumulée des pores lors de l'adsorption et de la désorption

Charbon actif	Adsorption (%)			Désorption (%)		
	Micropores	Mésopores	Macropores	Micropores	Mésopores	Macropores
AP (2 h)	37,45	62,42	0,13	0	99,39	0,61
AC (3/2)	40,42	57,15	2,43	0	98,54	1,46

Tableau V : Répartition du volume cumulé des pores lors de l'adsorption et de la désorption

Charbon actif	Adsorption (%)			Désorption (%)		
	Micropores	Mésopores	Macropores	Micropores	Mésopores	Macropores
AP (2 h)	23,75	72,68	3,57	0	90,51	9,49
AC (3/2)	10,07	67,42	22,51	0	90,49	9,51

Pour la détermination des fonctions de surface de type acide, nous avons mis en contact 1 g de charbon actif avec 50 mL d'une solution décimolaire (0,1 N) de l'une des trois bases (NaHCO₃, Na₂CO₃ ou NaOH) permettant de classer respectivement les groupements de surface de type :

- acide organique fort (-COOH)
- acide organique moyen (-COO-)
- acide faible (-OH)

Tandis que pour les fonctions basiques, 1 g de charbon actif est mis en contact avec 50 mL d'une solution d'acide chlorhydrique décimolaire (0,1 N).

La solution est agitée pendant 72 heures et laissée décanter puis filtrée. Un titrage en retour avec une solution de HCl (0,1 N) ou de NaOH (0,1 N), selon le cas, permet de quantifier chaque type de fonction en utilisant la formule ci-après :

$$N_0V_0 - N_fV_0 = neqgR \quad (4)$$

avec N_0V_0 le nombre d'équivalent-gramme avant la réaction
 N_fV_0 le nombre d'équivalent-gramme après la réaction $neqgR$ le nombre d'équivalent-gramme ayant réagi.

Les résultats obtenus sont donnés dans le Tableau VI. Les charbons obtenus possèdent un fort caractère acide en général. Cela est dû principalement aux fonctions lactone et acide carboxylique présentes dans ces charbons. Nous avons une acidité totale moyenne de 3,513 $meq \cdot g^{-1}$ contre une basicité totale moyenne de 1,632 $meq \cdot g^{-1}$ pour l'ensemble de ces charbons.

3.4. Application à l'élimination du diuron dans l'eau

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à la possibilité de traiter de l'eau polluée par du diuron. L'objectif principal est de vérifier la capacité du charbon préparé à partir des coques de noix de coco à adsorber le diuron présent dans une solution aqueuse ; surtout de déterminer la

quantité de charbon et le temps nécessaire pour une élimination totale du polluant. Le protocole expérimental utilisé à cet effet est décrit comme suit :

Dans un volume de 250 mL d'une solution aqueuse de diuron de concentration 20 $mg \cdot L^{-1}$, est ajoutée une masse de 125 mg de charbon actif préparé à partir des coques de noix de coco. Le mélange est maintenu sous agitation pendant toute la durée de l'expérience à l'abri de la lumière. L'instant de contact du charbon avec la solution est pris comme instant initial t_0 . Des échantillons sont prélevés au cours de l'expérience, filtrés et analysés par spectroscopie UV. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 7 ci-après.

De cette figure, se dégagent les observations :

- Tous les charbons activés physiquement permettent une élimination quasi-totale du polluant après 3 heures de contact.
- En ce qui concerne les charbons activés chimiquement, seul AC (3/2) est efficace. Nous observons que les charbons AC (1/2) et AC (3/4) ne présentent pas d'affinités suffisantes avec le polluant permettant son élimination complète.
- La masse de charbon de 500 mg pour un litre d'eau à traiter contenant environ 20 $mg \cdot L^{-1}$ semble suffisante pour une élimination totale du polluant après trois heures de traitement.

La surface spécifique et les porosités développées au cours du processus d'activation permettent l'élimination du polluant. En effet, les charbons non efficaces - AC (1/2), AC (3/4) - sont ceux qui ont une surface spécifique relativement faible et très peu de fonctions de surface. Par ailleurs, il convient de relever qu'au niveau de la répartition des volumes cumulés des pores lors de l'adsorption (Tableau 5), AC (3/2) a une proportion de 22,51% de macropores contrairement à AP (2 h) où cette valeur n'est que de 3,75%. Cette valeur relativement élevée pourrait

Tableau VI: Concentrations ($\text{m\acute{e}q} \cdot \text{g}^{-1}$) des groupes acides et basiques de surface

Charbon actif	Carboxylique ($\text{m\acute{e}q} \cdot \text{g}^{-1}$)	Lactone ($\text{m\acute{e}q} \cdot \text{g}^{-1}$)	Phénolique ($\text{m\acute{e}q} \cdot \text{g}^{-1}$)	Acidité Totale ($\text{m\acute{e}q} \cdot \text{g}^{-1}$)	Basicité totale ($\text{m\acute{e}q} \cdot \text{g}^{-1}$)
AC (1/2)	1,000	2,440	0,000	3,440	1,420
AC (3/4)	0,871	0,955	0,000	1,826	0,638
AC (1/1)	0,670	2,340	0,000	3,060	3,010
AC (3/2)	0,935	3,483	0,885	5,303	0,797
AP (1 h)	1,654	1,810	0,017	3,481	2,898
AP (2 h)	1,480	2,338	0,160	3,978	1,175
AP (3 h)	1,140	1,970	0,394	3,504	1,487

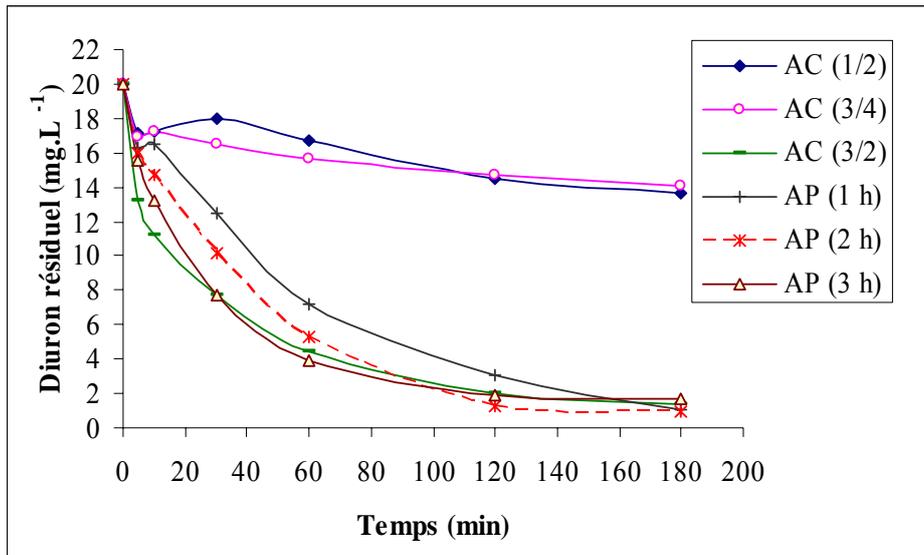


Figure 7 : Cinétiques d'adsorption du diuron par les différents charbons actifs

expliquer selon nous en partie la bonne affinité que AC (3/2) a à éliminer le polluant dès le départ par rapport aux autres charbons efficaces. Cela compenserait en partie sa relative petite surface spécifique par rapport à AP (2 h). En effet, le diuron étant une molécule relativement grosse (Figure 2), il est souhaitable d'utiliser des charbons possédant principalement des méso et macropores plutôt que des charbons microporeux [34]. Cet auteur soutient que la capacité d'adsorption dépend en partie de l'adéquation entre la dimension des pores et la dimension des molécules adsorbées. Selon lui, un charbon actif microporeux sera plus efficace pour les molécules de dimensions inférieures aux micropores que

pour des molécules organiques plus volumineuses. On observe également que les charbons possédant des fonctions phénoliques sont les seuls efficaces dans l'élimination du polluant. De plus l'élimination est d'autant plus aisée que les fonctions phénoliques sont nombreuses dans le charbon.

L'élimination de $20 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ de diuron dans 250 mL nécessitant 125 mg de charbon actif, il faut alors 0,5 kg de charbon pour traiter 1 m^3 d'eau polluée dans les mêmes conditions. Le traitement d'une quantité importante d'eau produirait donc assez de charbon c'est pourquoi le charbon pollué par le diuron pourrait être régénéré. Plusieurs travaux font référence à l'oxydation (catalytique) comme technique de régénération des charbons actifs saturés

par des polluants organiques. Cette oxydation peut se faire après désorption préalable des molécules ou directement sur le charbon. Elle utilise soit des oxydants puissants ^[35] ou soit de l'oxygène de l'air ^[36]. D'autre part, une étude précédente ^[1] nous a permis de déterminer les énergies d'activation des coques de noix de coco de Côte d'Ivoire. Cette matière doit être de plus en plus utilisée comme source d'énergie (charbon de cuisine). C'est pourquoi nous croyons que le charbon pollué saturé peut être brûlé dans une centrale thermique permettant la production d'énergie électrique.

4. Conclusion

Au terme de ce travail, il convient de noter que les charbons actifs préparés présentent de grandes surfaces spécifiques comprises entre 200 et 1300 m²/g. Ces charbons ont développé une bonne porosité (mélange de méso et de micro porosités). Ils possèdent un fort caractère acide en général dû principalement aux fonctions lactone et acide carboxylique et présentent dans l'ensemble une bonne affinité avec le diuron, lequel peut être facilement éliminé si le charbon actif est macroporeux et/ou a des fonctions phénoliques. Les charbons ont une acidité totale moyenne de 3,513 *még*·g⁻¹ contre une basicité totale moyenne de 1,632 *még*·g⁻¹. Cependant, la méthode d'activation physique nous paraît la meilleure d'autant plus que tous les charbons obtenus par cette technique permettent une élimination quasi-totale du diuron en solution aqueuse. De plus, contrairement à la méthode chimique, le charbon obtenu n'est pas lavé ; ce qui reste un grand avantage pour l'environnement car pas de production d'eau usée.

Bibliographie

[1]. Bamba D., Dongui B., Trokourey A., Robert D., Weber V.; *J. Soc. Ouest-Afr. Chim* (2008) 025, 45–54

[2]. Lamoree M. H., Swart C. P., van der Horst A., van Hattum B.; *J. of Chromatogr. A* (2002) 970, 183–190

[3]. Okamura H., Watanabe T., Aoyama I., Hasobe M.; *Chemosphere* (2002) 46, 945–951

[4]. El Madani M., Guillard C., Perol N., Chovelon J. M., El Azzaouzi M., Zrineh A., Herrmann J. M., *Applied Catalysis B: Environmental* (2006) 65, 70–76

[5]. Malato S., Caceres J., Fernandes-Alba A. R., Piedra L., Hernando M. D., Aguera A., Vial J., *Environ. Sci. Technol.* (2003) 37, 2516–2524

[6]. Hu Z., Srinivasan M. P., *Microporous and Mesoporous Materials* (1999) 27, 11–18

[7]. Molina-Sabio M., Gonzalez M. T., Rodriguez-Reinoso F., Sepulveda-Escribano A., *Carbon* (1996) 34, 505–509

[8]. Cazorla-Amoros D., Salinas-Martinez C., Alcaniz-Monge J., Gardner M., North A., Dore J., *Carbon* (1998) 36, 309–312

[9]. Alcaniz-Monge J., Cazorla-Amoros J., Linares-Solano D., Yoshida S, Oya A., *Carbon* (1995) 33, 1085–1090.

[10]. Zabaniotou A., Madau P., Oudenne P. D., Jung C.G., Delplancke M.-P., Fontana A., *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* (2004) 72, 289–297

[11]. Ryu Y. -K., Kim K.-L., Lee C.-H. *Ind. Eng. Chem.* (2000) 39, 2510–2518

[12]. Tay J. H., Chen X. G. Jeyaseelan S., Graham N. *Chemosphere* (2001) 44, 45–51

[13] Babel K., Jurwicz K. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* (2004) 65, 275–280

[14]. Mora E., Blanco C., Pajares J. R., Santamaria R., Menendez P. *Journal of Colloid and Interface Science* (2006) 298, 341–347

[15]. Fierro V., Torne-Fernandez V., Celzard A. *Microporous and Mesoporous Material* (2007) 101 (3), 419–431

[16]. Freeman J. J., Gimblett F. G. R., Roberts R. A., Sing K. S. W. *Carbon* (1988) 26, 7–11

[17]. Jagtoyen M., Thwaites M., Stencil J., McEnaney B., Derbyshire F. *Carbon* (1992) 30, 1089–1096

- [18]. Macia-Agullo J. A., Moore B. C., Cazorla-Amoros D., Linares-Solano A. *Carbon (2004) 42, 1367–1370*
- [19]. Raymundo-Pinero E., Azais P., Cacciaguerra T., Cazorla-Amoros D., Linares-Solano A., Beguin F. *Carbon (2005) 43, 786–95.*
- [20]. Ramirez Zamora R. M., Seux R., *Revue des sciences de l'eau (1999) 12/3, 545–560*
- [21]. Giacomazzi S., Cochet N., *Chemosphere (2004) 56, 1021–1032*
- [22]. Salvestrini S., Di Cerbo P., Capasso S., *Chemosphere (2002) 48, 69–73*
- [23]. Portal J. P., Babut M., Schiavon M. (1992), Etat de contamination des eaux de captage de Sainte Geneviève (54), par différents produits phytosanitaires. Colloque Phyt'Eau Eau – Produits Phytosanitaires à usages agricoles et connexes, 19–24
- [24]. Okamura H., *Chemosphere (2002) 48, 43–50*
- [25]. Lamoree M. H., Swart C. P., *J. Chromatogr. A. (2002) 970, 183–190*
- [26] Thomas K.V., Fileman T. W., Readman J. W., Waldock M., *Mar. Pollut. Bull. 42 (2001) 677–688*
- [27]. Boxall A. B. A., Comber S. D., Comber A. U., Howcroft J., Zaman N., *Mar. Pollut. Bull. 40 (2000) 898–905*
- [28]. Ministère de l'Etat, Ministère de l'Agriculture (2003), Catalogue Phytosanitaire de Côte d'Ivoire
- [29]. Laurette S. (2004), Utilisation des fibres de Carbone Activé comme catalyseurs de O-et N-glycosylation : Application à la synthèse d'analogues de saponines et nucléosides. *Thèse de doctorat de l'Université de Limoges (France)*
- [30]. Sreethawong T., Chavadej S., Ngamsinlapasathian S., Yoshikawa S., *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects (2007) 296, 222–229*
- [31]. Barrett E. P., Joyner L. G., Halenda P. P., *J Am Chem Soc. (1951) 73, 373–380*
- [32]. Gaudichet-Maurin E. (2005), Caractérisation et vieillissement d'une membrane d'ultrafiltration d'eau. *Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris (France)*
- [33]. N'Guyen P. (2006), Optimisation du catalyseur supporté sur β -SiC pour la réaction d'oxydation directe de l' H_2S en soufre élémentaire, du laboratoire à l'industrie. *Thèse de doctorat de l'Université Louis Pasteur Strasbourg I (France)*
- [34]. Manole Creanga C. (2007), Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique). *Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Toulouse (France)*
- [35]. Huling S. G., Jones P. K., Ela W. P., Arnold R. G. *Water Research (2005) 39, 2145–2153.*
- [36]. Polaert I., Wilhelm A. M., Delmas H. *Chemical Engineering Science (2002) 57, 1585–1590*