

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة أمحمد بوقرة بومرداس
Université M'hamed Bougara de Boumerdès



Faculté des Sciences - Département de Chimie

Domaine : Science de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie de l'environnement

Mémoire de projet de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Présenté et soutenu par

Hatem Asma
Saighi Mohamed Abdeldjalil

**Etude de l'adsorption de l'iode par le charbon
actif préparé à partir d'une biomasse**

Devant les membres de jury :

Mme IRISLIMANE Ratiba	Maitre de conférences A FS-UMBB	Président
AKSIL Tounsia	Maitre de conférences AFS-UMBB	Promotrice
Mme BELOUANAS Ouarda	Maitre de conférences A FS-UMBB	Examinatrice
Mme ATEK Dalila	Maitre de conférences B FS-UMBB	Examinatrice

Année universitaire : 2021 /2022

Remerciements

En premier lieu, nous remercions «**Dieu**» le tout puissant de nous avoir accordés le courage, la santé et la volonté afin de réaliser notre travail.

Bien évidemment nos premiers remerciements se doivent d'aller sincèrement vers notre promotrice au sein de l'Université de BOUMERDES **Mme AKSIL Tounsia (MCA - FS-UMBB)**. Pour l'excellent encadrement délivré au cours de mon projet de fin d'étude, pour sa gentillesse, sa patience, sa disponibilité et surtout pour la bonne humeur qu'elle communique avec le monde.

Nous tenons à remercier **Mme IRISLIMANE Ratiba (MCA - FS-UMBB)** de nous avoir honorés en acceptant de présider le jury.

Nos vifs remerciements s'adressent à **Mmes BELOUANAS Ouarda (MCA - FS-UMBB)** et **ATEK Dalila (MCB - FS-UMBB)** d'avoir acceptée d'examiner notre travail.

Nous exprimons également nos gratitude à tous les professeurs et enseignants pour leur effort qu'ils ont fournis depuis la première année d'étude jusqu'à la fin de cycle universitaire.

Ce travail à été réalisé au laboratoire de l'universite .nous adressons nos remerciements également à tous membres de laboratoire universitaire, chercheurs, techniciens et ingénieurs avec qui j'ai eu le plaisir de travailler. Aussi, nous remercions , tous nos amis et nos collègues, toutes les personnes nous nos encouragé et soutenu de près ou de loin durant la réalisation de ce travail.

Enfin, nous exprimons aussi nos sincères remerciements à chacune des deux familles (parents, frères et sœurs) qui nous soutenus et surtout supporté tout le long de nos études.

Merci à tous

DEDICACES

Je dédie ce lapidaire travail :

A mes très chers parents qui m'ont guidé durant les moments les plus pénibles de ce long chemin, ma mère qui a été à mes côtés et ma soutenu durant toute ma vie, qui est ma source de force et de courage. Et mon père qui a sacrifié toute sa vie afin de me voir devenir ce que je suis, merci mes parents.

A mes très chers frères **MONCEF** et **YOUNES**

A ma Promotrice **MME AKSIL**

et **MME ATEK DALILA** et **MME BOUDIEB NAIMA**

A tous mes amis sans exception surtout mes chères **IKRAM HADJER FAZIL**

NASSIM et a mon cher cousin **ANIS**

A ma chère binôme **ASMA** pour le parcours que nous avons fait ensemble ainsi qu'à toute sa famille.

Djalil

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail aux plus chères personnes :

A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, que dieu te garde dans son vaste paradis, à toi mon père.

A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur ; maman que j'adore.

A mes frères et mes sœurs et toute ma famille

A meilleur Promotrice du monde madame **AKSIL**

Aux personnes qui m'ont toujours aidé et encouragé, qui étaient toujours à mes côtés, et qui m'ont accompagné durant mon chemin d'études supérieures, mes aimables amis,

AHLEM ,YASMINE, ASSIA , AMINA, IKRAM , HADJER et tous mes collègues d'étude.

Et bien sûr à mon frère cher binôme **DJALIL** pour le magnifique parcours que nous avons fait ensemble ainsi qu'à toute sa famille surtout sa chère mère

asma
asma

Liste des abréviations

UV : Ultra violet.

pH : Pouvoir en hydrogène.

pH_{zpc} : pH isoélectrique.

C₀ : Concentration initiale de soluté (mg/L).

C_e : Concentration de soluté à l'équilibre (mg/L).

q_e : Quantité de soluté adsorbé à l'équilibre par unité de poids de l'adsorbant (mg/g).

X : Quantité de soluté adsorbé à l'équilibre (mg).

m : Masse d'adsorbant (g).

V : Volume de la solution (L).

K_l : Constante de Langmuir (L/mg).

b : Capacité maximale d'adsorption (mg/g).

K_f : Constante de Freundlich reliée à la capacité d'adsorption.

BET : Brunauer- Emmett et Teller.

k_E : Constante d'équilibre d' Elovich (L /mg).

q_{max} : Capacité maximale d'adsorption d'Elovich (mg/g).

bT; AT : Constantes de l'isotherme de Temkin.

R : Constante des gaz parfaits (8.314 J/ (k. mol).

qt : Capacité d'adsorption au temps t.

K_p : Constante de vitesse de la diffusion intra-granulaire (mg/g.min^{1/2}).

k_d : Coefficient de distribution (L/g).

ΔH° : Enthalpie standard (Kj/mol).

ΔS° : Entropie standard (J/k.mol).

ΔG° : Energie libre standard (Kj/mol).

CA : Charbons actif.

CEFIC : Conseil Européen des fédérations d'industrie chimique.

CAP : Charbon actif en poudre.

CAG : Charbon actif en grains.

λ_{max} : Longueur d'onde maximale (nm).

IRTF : Spectroscopie infrarouge a transformée de fourrier.

Introduction générale	1
------------------------------------	----------

Chapitre 1

Adsorption et adsorbant

I.1. Adsorption	4
I.2. Définition et description générale de l'adsorption	4
I.3. Principe d'adsorption	5
I.4. Différentes étapes d'adsorption	5
I.4.1. Adsorption par liaison ionique ou échange d'ions.....	6
I.4.2. Adsorption par liaison hydrogène	7
I.4.3. Adsorption par les forces de Van der Waals	7
I.4.4. Rétention hydrophobe	7
I.5. Types d'adsorption	7
I.5.1. Physisorption.....	7
I.5.2. Chimisorption	8
I.5.3. Différence entre chimisorption et physisorption.	9
I.6. Facteurs influençant l'adsorption.	10
➤ La concentration	10
➤ La température... ..	11
➤ La vitesse d'adsorption	11
➤ La nature de l'adsorbant	11
➤ La nature de l'adsorbat	11
I.7. Applications d'adsorption	11
I.8. Isothermes d'adsorption	12
I.8.1. Classification des isothermes d'adsorption	13
I.8.2. Modèle d'isotherme d'adsorption	15
I.8.2.1. Modèle de Langmuir	15
I.8.2.2. Modèle de Freundlich	17
I.8.2.3. Modèle d'Elovich	18
I.8.2.4. Modèle de BET	18
I.8.2.5. Isotherme de Temkin	19
I.9. Cinétique d'adsorption	19
I.9.1 Modèle de pseudo premier ordre	20

I.9.2. Modèle du pseudo-deuxième ordre	20
I.9.3. Modèle de diffusion intra particulaire.	20
I.10. Thermodynamique de l'adsorption	21
II.1. Les adsorbants.	22
II.2. Types des adsorbants.....	22
II.2.1. Argiles actives	23
II.2.2 Zéolithes	23
II.2.3. Alumines activées	24
II.2.4. Gels de silice	25
II.2.5. Charbon actif	25
II.3. Différentes formes du charbon actif.....	26
II.3.1. Le charbon actif extrudé	26
II.3.2. Charbon actif en poudre.....	27
II.3.3. Charbon actif granulé.....	27
II.4. Structure du charbon actif	29
II.4.1. Texture du charbon actif	29
II.4.2. Propriétés superficielles	30
II.4.3. La surface spécifique.....	30
II.5. Préparation et régénération du charbon actif.....	30
II.5.1. Préparation.....	30
II.5.2. Procédés d'activation	30
II.5.2.1. Activation chimique	30
II.5.2.2 Activation par les gaz physique.....	31
II.6. Réactivation	31
II.6.1. Méthodes de réactivation.....	32
II.6.1.1. Réactivation à la vapeur.....	32
II.6.1.2. Réactivation thermique	32
II.6.1.3. Réactivation biologique.....	32
II.6.1.4. Réactivation chimique.....	32
II.7. Demande en charbon actif.....	32
II.8. Les applications des charbons actifs	33

Chapitre 2

POLLUTION, POLLUANT MODELE

I.1. Définition de la pollution.....	35
I.2. Classification de la pollution.....	35
I.2.1. Pollution de l'air	35
I.2.2. Pollution de sols	36
I.2.3. Pollution de l'eau	36
I.3. Différents types de pollution de l'eau	36
I.3.1. Pollution industrielle.....	36
I.3.2. Pollution urbaine.....	37
I.3.3. Pollution agricole.....	38
II .polluant modele –iode	38
II.1. Propriété physico-chimiques.....	38
II .2. Iode radioactive.....	39
II.3. Utilisation de l'iode	40
II.4. Iode est santé.....	40
II.5. Iode et l'environnement	41
III. Traitement des eaux contaminées par l'Iode	41

chapitre 3

Partie expérimental

I.1. Introduction	44
I.2. Préparation de charbon actif.....	44
I.3. Activation chimique.....	45
I .4. Caractérisation de l'adsorbant.....	47
I.4.1. Taux d'humidité.....	47
I.4.2. Le taux de cendre	47
I.4. 3. Test de conductivité.....	48
I.4.4. pH de point de charge zéro (pH _{pzc})	48
I.4.5. Test de relargage	48
I.4.6. Test de stabilité de pH en fonction de la dose de l'adsorbant.....	48
I.4.7. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.....	48
II.5. Caractérisation de l'adsorbat « L'iode »	48
II.5.1. Détermination de la longueur d'onde maximale	48

II.5.2. Etablissement de la courbe d'étalonnage	49
II.6. Etude paramétrique de l'adsorption de l'iode sur le charbon actif.....	49
II.6.1. Influence de la concentration du polluant et du temps de contact.....	49
II.6.2. Influence de la granulométrie	50
II.6.3. Influence du PH	50
II. 6.4. Influence de la vitesse d'agitation	50
II. 6.5. Influence de la dose de l'adsorbant	50
II.7. Modélisation des isothermes d'adsorption	51
II.8. Détermination des paramètres thermodynamiques d'adsorption	51
II. 9. Modélisation de la cinétique d'adsorption	51

Chapitre 4

résultat et discussion

I. Caractérisation de l'adsorbant	54
I.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	54
I.2. pH de point de charge zéro (pHpzc)	54
I.3. Test de relargage (stabilité)	55
I.4. Test de stabilité de pH en fonction de la dose de l'adsorbant.....	56
II. Caractérisation de l'adsorbat « L'iode »	57
III. Etude paramétrique de l'adsorption	58
III.1. Influence de la concentration de l'iode et du temps de contact.....	58
III.2. Effet de la granulométrie	59
III.3. Effet du PH	60
III.4. Effet de la vitesse d'agitation	60
III.5. Effet de la dose de l'adsorbant	61
IV. Modélisation de l'isotherme d'adsorption.....	62
V. Paramètres thermodynamiques d'adsorption.....	66
V.1. Effet de la température.....	68
V.2. Modélisation de la cinétique d'adsorption de l'Iode.....	68
Conclusion.	72
Références bibliographiques	74

Chapitre 1

Figure I. 1 :	Principe du phénomène de l'adsorption	5
Figure I. 2 :	Etapes décrivant le phénomène d'adsorption (cas de l'eau).....	6
Figure I.3 :	Schéma de l'adsorption physique.....	8
Figure I.4:	Les principales interactions entre un atome ou une molécule et un solide à l'interface solide/liquide (d'après Manceau et al. 2002)....	9
Figure I.5:	Allures des isothermes d'adsorption	14
Figure I.6:	Les isothermes d'adsorption en phase liquide.....	15
Figure I.7:	Modèle d'adsorption en monocouche.....	17
Figure I.8:	Modèle d'adsorption en multicouches	18
Figure II.1:	Structure élémentaire des zéolithes.....	24
Figure II.2:	Une structure des zéolithes.....	25
Figure II.3:	Images de microscopie électronique à balayage de la structure d'un charbon actif.....	26
Figure II. 4:	charbon actif extrudé.....	26
Figure II. 5:	Charbon actif en poudre.....	27
Figure II.6:	Charbon actif granulé.....	28
Figure II.7:	Schématisation de la structure du charbon actif.....	29
Figure II.8:	Principes de fabrication des charbons actifs.....	31

chapitre 2

Figure I.1:	Principales sources de la pollution.....	37
--------------------	--	----

Chapitre 3

Figure I.1:	Etape de préparation de Le charbon actif (CCG).....	44
Figure I.2:	Protocole de préparation de l'adsorbant (CCG).....	46

Chapitre 4

Figure I.1:	spectres IRTF de charbon actif.....	54
Figure I.2:	Variation de pH_i en fonction de pH_f	55
Figure I.3:	Variation du pH en fonction du temps.....	55
Figure I.4:	Variation du pH en fonction de la dose de l'adsorbant.....	56
Figure II.1:	Spectre UV-visible de l'iode.....	57
Figure II.2:	Courbe d'étalonnage de l'iode.....	58
Figure III.1:	Effet de la concentration initiale de l'iode et du temps de contact sur la	59

	capacité d'adsorption (pH libre; T ambiante; V = 10 ml; charbon= 0.01g).....	
Figure III.2:	effet de la granulométrie sur l'adsorption de L'iode (V=10 ml; T ambiante; C ₀ = 10 mg/L; t = 30 min.....	59
Figure III.3:	effet du pH sur l'adsorption de L'iode (V=20 ml; T ambiante; C ₀ =300 mg/L; t = 30 min.....	60
Figure III.4:	Effet de la vitesse d'agitation sur la capacité d'adsorption C ₀ =300mg/L ; t= 40min; pH libre.....	61
Figure III.5:	Effet de la dose de l'adsorbant sur la capacité d'adsorption t=40min; pH libre; V = 10mL).....	61
Figure IV.1:	Isothermes d'adsorption de l'iode par le CCG.....	62
Figure IV.2:	Figure Modélisation des isothermes de sorption par l'équation de Langmuir.....	64
Figure IV.3:	Modélisation des isothermes de l'adsorption par l'équation de Freundlich.....	65
Figure IV.4:	Modélisation des isothermes de l'adsorption par l'équation de Temkin.....	65
Figure V.1:	Effet de la température sur l'adsorption de l'iode en solution aqueuse par le CCG. (pH = 2; m = 0,01 g; V = 10 mL; Temps de contact = 30 min; Agitation = 500 rpm).....	67
Figure V.2:	Cinétique d'adsorption de l'iode en fonction de la Température sur le charbon actif.....	68
Figure V.3:	Cinétique d'adsorption de pseudo-second Ordre de l'iode sur le charbon actif.....	69
Figure V.4:	Cinétique d'adsorption de pseudo-premier ordre de l'iode	69

Chapitre 1

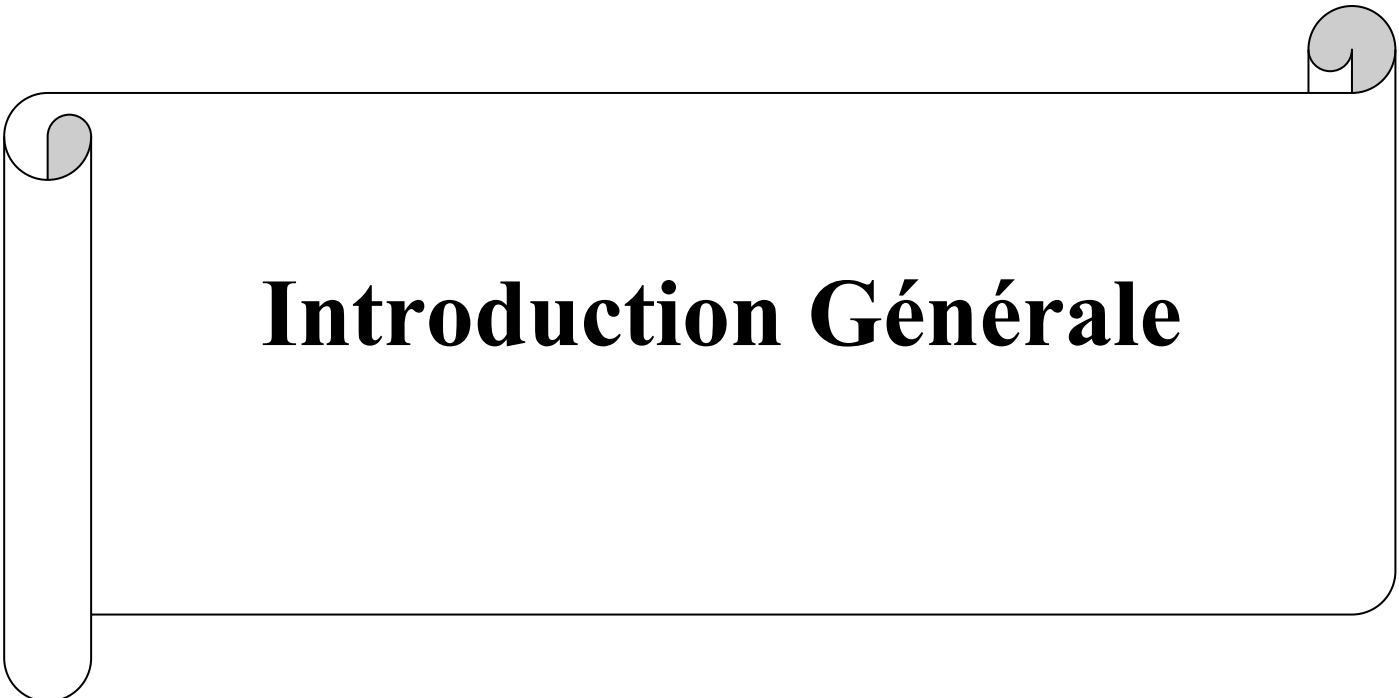
Tableau I.1:	Comparaison entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique...	10
Tableau I.2:	Différentes expressions mathématiques du modèle de Langmuir.....	16
Tableau I.3:	Représentations graphiques de l'isotherme déférente modèle.....	19
Tableau II.1 :	Principales caractéristiques physiques des adsorbants.....	24
Tableau II.2 :	Les avantages et les inconvénients du charbon actif en poudre.....	27
Tableau II.3 :	les Avantages et les Inconvénients du charbon actif en granulé.....	28

Chapitre 2

Tableau II.1 :	Les propriétés physiques et chimiques de l'Iode.....	39
-----------------------	--	----

Chapitre 4

Tableau I.1 :	Bandes caractéristiques du charbon actif.....	54
Tableau I.2 :	Caractéristiques physico-chimiques de CCG.....	57
Tableau III.1 :	Valeurs optimales des différents paramètres.....	62
Tableau IV.1 :	Résultats de la modélisation de l'adsorption de l'iode sur le charbon actif	66
Tableau V.1 :	Paramètres thermodynamiques relatifs à l'adsorption de l'iode sur le CCG.....	67
Tableau V.2 :	Résultats de la modélisation de la cinétique de dissolution.....	70
Tableau V.3 :	Energie d'activation associée à l'adsorption de l'iode sur le charbon actif.....	70

A decorative frame resembling a scroll, with a vertical strip on the left and a horizontal strip on top, both with rounded ends and a slight 3D effect.

Introduction Générale

Introduction générale

Actuellement, à travers toute la planète, les efforts relatifs à la préservation de l'environnement à savoir la faune et la flore prennent une grande importance au cours du temps. Aussi ce domaine attire l'attention de tous les chimistes verts surtout en ce qui concerne la pollution des eaux et leurs contaminations par divers polluants.

Il existe plusieurs méthodes physique, chimique et biologique pour traiter les effluents pollué tel que la coagulation et la floculation, la biodégradation, la filtration membranaire, l'oxydation chimique, l'ozonation, échange d'ions, les méthodes électrochimiques et l'adsorption ...

L'adsorption est considérée comme la méthode la plus efficace pour le traitement des effluents pollués même lorsque les eaux en contiennent de très petite quantité [1,2]. Le principe du traitement par adsorption est de piéger les polluants par un matériau solide appelé adsorbant.

Les adsorbants commerciaux sont relativement chers, plusieurs enquêtes ont été menées par des scientifiques pour trouver d'autres substituant [3,4]. Parmi ces matériaux on peut citer les déchets agricoles qui attirent beaucoup de considérations en raison de leurs faibles coûts et leurs disponibilités.

Différentes études ont été consacrées à la production et la caractérisation de charbons activés provenant de matériaux de différentes sources végétales Les coques de noix de coco [5,6] d'amande [7], les noyaux de dattes [8], les gousses de Flamboyant *Delonix regia* [9] noyaux d'abricot [10], l'écorce de grenade [11].

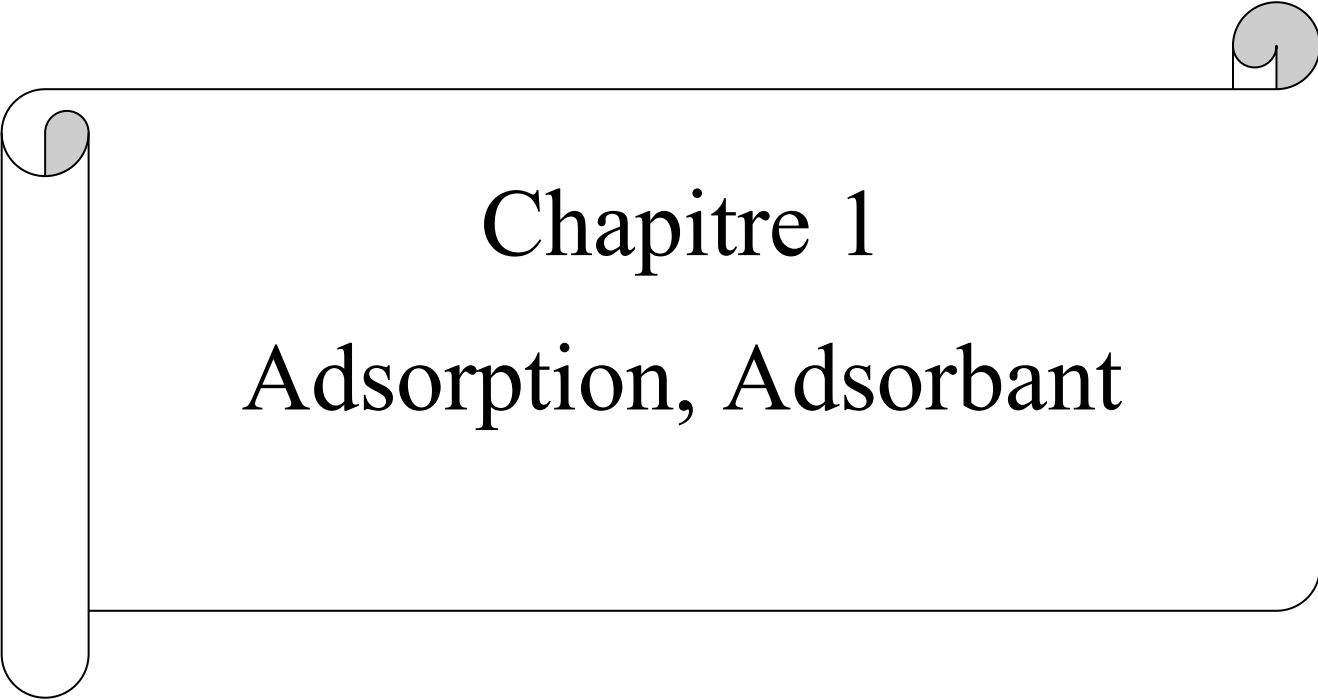
En Algérie les forestières des chênaies sont diversifiées et couvre des dizaines de milliers d' hectares, grâce aux conditions climatiques très favorables (altitude, pluviométrie, température). Les plus importantes chênaies sont localisées en Oranie, en Kabylie Dans les monts de Tlemcen et l'Atlas Saharien [12]

L'objectif de ce travail est d'étudier la possibilité de dépollution par adsorption sur charbon actif de solutions aqueuses chargées en substance polluant qui est l'iode. L'adsorbant est élaboré à partir des cupules de glands, fruit de chêne (connu sous le nom de *belot* ou *baloute*). Par

Introduction Générale

voie chimique à l'aide de l'acide phosphorique H_3PO_4 . Le mémoire est organisé de la manière suivante :

- ✓ Le premier chapitre donne des généralités sur le phénomène de pollution avec toutes les définitions et les notions générales sur la pollution et les polluants, avec leurs types et sources principal.
- ✓ Le deuxième chapitre est consacré les différentes techniques de dépollution et la méthodologie d'adsorption en citant ainsi les différents types de modèles cinétiques, les modèles d'isothermes d'adsorption, les paramètres thermodynamiques et les adsorbants utilisés. Et description des propriétés générales du charbon actif, son rôle dans l'élimination des polluants présents dans l'eau.
- ✓ Le troisième chapitre est dédié à l'étude expérimentale de l'adsorption en mode statique et dynamique.
- ✓ Le quatrième chapitre présent les différents résultats expérimentaux obtenus ainsi que leurs discussions suivies d'une conclusion générale et perspective.

A decorative scroll frame with a vertical bar on the left and rounded corners, containing the chapter title.

Chapitre 1

Adsorption, Adsorbant

I.1. Adsorption

Le procédé de séparation par adsorption constitue aujourd'hui une des technologies les plus importantes, elle est largement utilisée pour la dépollution et la purification dans des domaines très variés, par exemple les industries pétrolières, pétrochimiques et chimiques, aux applications environnementales et pharmaceutiques [13].

Dans ce chapitre nous allons donner quelques généralités sur l'adsorption et adsorbant pour mieux définir l'importance de ce processus, expliquer sa cinétique, ses caractéristiques et les éléments influant sur l'adsorption.

I.2. Définition et description générale de l'adsorption

L'adsorption est un phénomène d'interface (phénomène physique de fixation de molécules sur la surface d'un solide) pouvant se manifester entre un solide et un gaz, ou entre un solide et un liquide (**Figure I.1**).

Le phénomène est général pour toutes les surfaces des adsorbants. Aux interfaces, les attractions intermoléculaires ne sont pas compensées dans toutes les directions, et il subsiste par des forces résiduelles dirigées vers l'extérieur. Ces forces représentent une énergie superficielle par unité de surface, comparable à la tension superficielle des liquides. Ces forces sont neutralisées lorsque des particules mobiles (un soluté) se fixent en surface, on dit qu'elles s'adsorbent. Cette adsorption se produit spontanément et s'accompagne d'une diminution de l'énergie libre du système, c'est un phénomène toujours exothermique [14].

L'étude des équilibres d'adsorption permet de connaître le degré maximal de séparation susceptible d'être obtenu dans des conditions thermodynamiques données. La vitesse avec laquelle on s'approche de l'état d'équilibre relève de l'étude cinétique d'adsorption, celle-ci dépend de la vitesse avec laquelle les constituants du mélange à séparer diffusent dans l'adsorbant et dans le fluide.

L'adsorption est définie comme étant un enrichissement d'un constituant ou une augmentation de la densité d'un fluide (liquide ou gaz) au voisinage d'une interface. Le solide sur lequel l'adsorption a lieu est appelé adsorbant et le fluide qui va s'adsorber l'adsorbat (**Figure I.1**).



Figure I. 1: Principe du phénomène de l'adsorption.

I.3. Principe d'adsorption

Le principe de l'adsorption repose sur la propriété qu'ont les solides de fixer sur leur surface certaines substance qui s'adsorbe. Le solide est appelé adsorbant et la substance qui s'adsorbe est l'adsorbât que nous l'appellerons plus couramment soluté afin d'éviter toute confusion avec l'adsorbant .Les interactions entre adsorbant et adsorbât sont le plus souvent de nature électrostatique, donc faible et réversible on parle alors de physisorption par opposition à la chimisorption phénomène généralement irréversible qui fixe par liaison covalente l'adsorbât à l'adsorbant.

L'adsorption étant un phénomène de surface, il est nécessaire de disposer de grande surface spécifique (surface d'adsorption par unité de masse ou de volume), ce qui conduit à mettre en œuvre des adsorbants microporeux. Bien entendu, les propriétés physico-chimiques de ces matériaux (polarité, fonctions chimiques de surface) jouent un rôle déterminant dans les énergies de liaison avec les adsorbats [15].

I.4. Différentes étapes d'adsorption

Lors d'un transfert d'une phase liquide contenant l'adsorbat vers une phase solide avec rétention des solutés à la surface du solide, le phénomène peut être décomposé en quatre étapes (**Figure I.2**) [16].

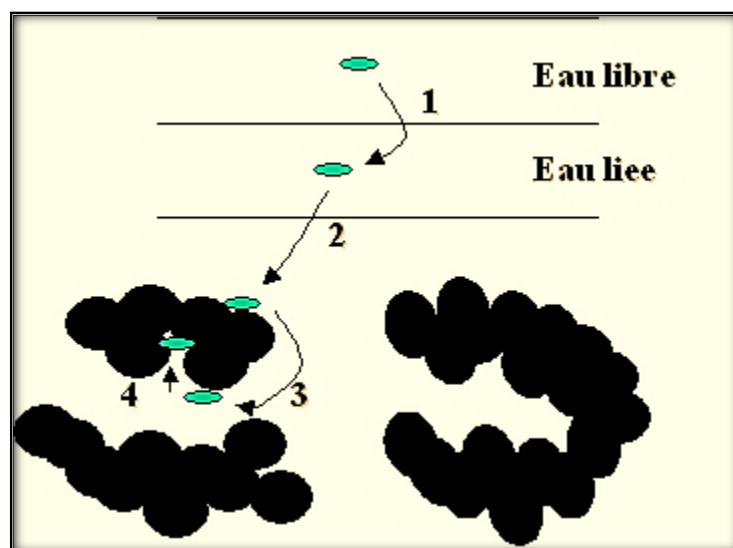


Figure I. 2 : Etapes décrivant le phénomène d'adsorption (cas de l'eau) [16].

1. Transfert de l'adsorbat de la phase liquide externe vers celle située au voisinage de la surface de l'adsorbant.
2. Diffusion extra granulaire de l'adsorbat (transfert du soluté vers la surface des grains de l'adsorbant).
3. Transfert intra granulaire de l'adsorbat (transfert de la matière dans la structure poreuse de la surface extérieure des graines vers les sites actifs).
4. Réaction d'adsorption au contact des sites actifs, une fois adsorbée la molécule est considérée comme immobile.

- Liaisons de fortes énergies ($> 80 \text{ kJ. mol}^{-1}$) : liaisons ioniques et échanges de ligands.
- Liaisons de faibles énergies ($< 80 \text{ kJ. mol}^{-1}$) : interactions dipôle-dipôle, liaisons hydrogène, interactions hydrophobes. Sur la base de ces liaisons, quatre mécanismes principaux peuvent être distingués [17].

I.4.1. Adsorption par liaison ionique ou échange d'ions

Ce mécanisme ne concerne que les produits sous forme cationique ou ceux qui peuvent le devenir, comme les bases faibles. Il s'agit d'une interaction entre la molécule et les groupements ionisés ou facilement inusables de l'adsorbant, tels que les groupements phénoliques et carboxyliques présents dans la structure des charbons. Ces liaisons sont le plus souvent peu réactives.

I.4.2. Adsorption par liaison hydrogène

Certains supports peuvent présenter à leur surface de nombreuses fonctions (oxygénées, hydroxyles...) qui peuvent interagir par liaisons hydrogène avec les groupes complémentaires molécule et les groupements ionisés ou facilement inusables de l'adsorbant, tels que les groupements phénoliques et carboxyliques présents dans la structure des charbons. Ces liaisons sont le plus souvent peu réactives.

I.4.3. Adsorption par les forces de Van der Waals

Les forces de Van der Waals sont des attractions dipolaires de faible intensité qui agissent à courte distance. Dans le cas de molécules non-ioniques et apolaires, leur participation à la rétention n'est pas négligeable. Si la molécule est assez volumineuse et qu'elle peut s'adapter à la surface de l'adsorbant, ces forces sont alors additives et leur rôle peut devenir important.

I.4.4. Rétention hydrophobe

Ce type de mécanisme concerne en particulier les composés non ioniques et apolaires. Certains auteurs proposent un mécanisme d'adsorption hydrophobe indépendant du pH [18]. Les molécules des produits phytosanitaires apolaires interagissent avec les sites hydrophobes du support comme les chaînes aliphatiques, les fractions lipidiques, les dérivés de la lignine (riches en carbone avec peu de groupes fonctionnels). Ces sites sont relativement accessibles car il n'y a quasiment aucune compétition avec les molécules d'eau.

I.5. Types d'adsorption

Selon les types et la nature des interactions adsorbat-adsorbant ou les forces qui maintiennent les adsorbats sur la surface solide, on distingue deux types d'adsorption : la physisorption et la chimisorption.

I.5.1. Physisorption

C'est une adsorption de type physique, qui se produit lorsque les forces qui fixent l'adsorbat dans une couche à la surface de l'adsorbant sont du même ordre que les forces de Van der Waals (**Figure I.3**).

Ce type d'adsorption se caractérise par :

- ✓ La rapidité dans l'établissement de l'équilibre entre la phase adsorbée et la phase fluide.
- ✓ Une chaleur d'adsorption sensiblement du même ordre que la chaleur de liquéfaction du gaz adsorbé.

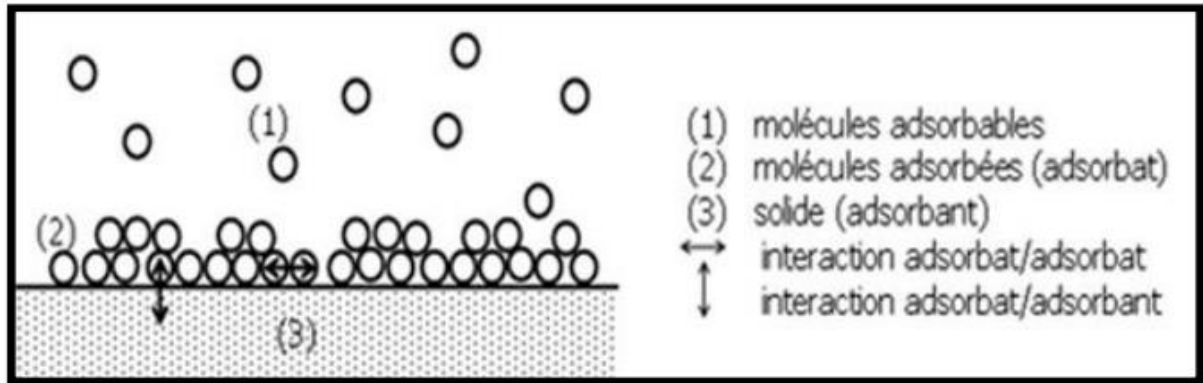


Figure I.3: Schéma de l'adsorption physique [13].

I.5.2. Chimisorption

C'est une adsorption de type chimique, qui résulte des forces de liaison de nature chimique (nettement supérieures aux forces de Van der Waals) avec mise en commun ou transfert d'électrons, il y a donc des ruptures et des créations de liaisons chimiques en surface entre le réactif et les sites actifs de l'adsorbant.

La chimisorption se caractérise par :

- Un équilibre un peu long à atteindre entre la phase adsorbée et le milieu fluide.
- Une augmentation de la quantité de matière adsorbée avec la température.
- Une chaleur dégagée durant l'adsorption comparable aux chaleurs de réaction (de 40 à 100 kJ/mol), environ 10 fois supérieure à l'adsorption physique.
- La non-réversibilité.
- Une spécificité marquée, dans le sens que sur un adsorbant déterminé se fixent certains adsorbats.
- Quand les conditions s'y prêtent, l'adsorption chimique peut assez souvent se superposer à l'adsorption physique.

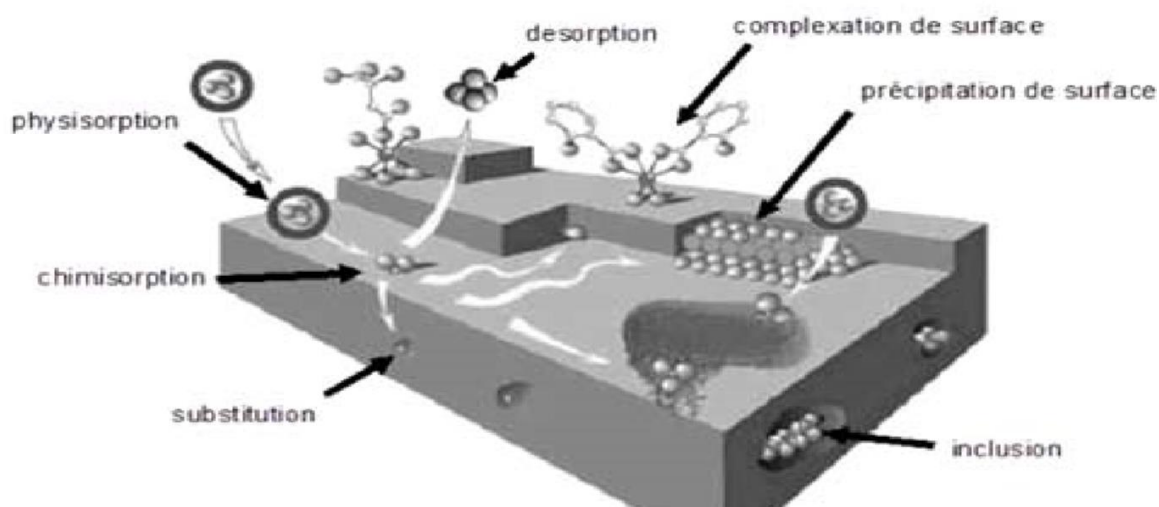


Figure I.4 : Les principales interactions entre un atome ou une molécule et un solide à l'interface solide/liquide (d'après Manceau et al. 2002) [10].

I .5.3. Différence entre chimisorption et physisorption

La différence entre la chimisorption et la physisorption se ramène à une différence entre les types de forces, donc ses liaisons qui retiennent les molécules de liquide à la surface du solide. L'adsorption physique peut être illustrée par l'adsorption d'hydrocarbures sur le charbon actif ou le gel de silice. L'adsorption chimique peut être illustrée par l'adsorption de l'azote par le fer. Ces deux types d'adsorption peuvent d'ailleurs être observés dans l'adsorption d'un même gaz par certains adsorbants.

L'intérêt de l'adsorption chimique réside surtout dans ses relations avec la catalyse. En effet, l'une au moins des substances entrant dans une réaction catalytique, se fixe ordinairement sur le catalyseur par adsorption chimique.

Le tableau suivant résume les principales différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique :

Tableau I.1: Comparaison entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique[16]

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Types de liaison	Liaison de Van Der Waal	Liaison chimique
Température du processus	Relativement faible comparé à la température d'ébullition de l'adsorbât	Plus élevée que la température d'ébullition de l'adsorbât
Désorption	Facile	Difficile
Cinétique	Rapide, indépendante de la Température	Très lente
Chaleur d'adsorption	Inférieur à 10 kcal/mole	Supérieure à 10 kcal/mole
Energie mise en jeu	Faible	Elevées
Type de formation	Formation en multicouches et monocouche	Formation en monocouche

I.6. Facteurs influençant l'adsorption

➤ La concentration

Pour de faibles concentrations de produit dissous, on observe en général, que le taux d'adsorption en fonction de la concentration de la substance dissoute suit la loi de Freundlich. Cette loi ne s'applique plus à des concentrations élevées, et on observe alors que fréquemment

qu'avec l'accroissement de la concentration, l'adsorption passe par un maximum, puis décroît pour devenir négative.

➤ La température

L'adsorption est un processus exothermique et son déroulement doit être favorisé par l'abaissement de la température.

La vitesse d'adsorption

Alors que l'adsorption physique des gaz ou des vapeurs par les adsorbants solides est extrêmement rapide, l'adsorption en phase liquide est beaucoup moins rapide. La viscosité de la solution doit être un facteur agissant sur la vitesse d'adsorption, et il est vraisemblable qu'en diminuant la viscosité on accroît la vitesse d'adsorption.

➤ La nature de l'adsorbant

L'adsorption en phase liquide a lieu le plus souvent par le mélange, l'adsorbant étant introduit dans la solution à l'état poudreux. Il est ensuite séparé par filtration. Les adsorbants travaillant en milieu liquide agissent tout d'abord par leur surface externe. Certains adsorbants ont une action spécifique caractérisée suivant la polarité de la surface externe, car cette dernière a une affinité avec l'eau ou l'alcool. Les adsorbants polaires sont « hydrophiles », d'autre part les adsorbants non polaires sont en général dits « hydrophobes ». Les adsorbants polymériques, et les adsorbants carbonés sont des exemples d'adsorbants non polaires qui ont moins d'affinité pour l'eau.

➤ La nature de l'adsorbat

Suivant la polarité d'adsorbants et d'adsorbat, le taux d'adsorption est différent. Plus une substance est polaire, plus grande est son adsorption sur une surface non polaire. La réduction de la concentration de l'adsorbat sur la surface de l'adsorbant entraîne l'enlèvement d'une plus grande quantité d'adsorbat à partir de la solution. Les isothermes d'adsorption sont établies en fonction de la concentration à l'équilibre entre le liquide et le solide englobant les effets cumulés de l'adsorption à la surface totale du solide (externe et interne).

I.7. Applications d'adsorption

Les nombreuses applications techniques de l'adsorption résultent de trois caractéristiques qui la différencient des autres procédés de séparation, à savoir :

- La rétention de très petites particules, comme par exemple les colloïdes.
- La rétention des composants à très faible concentration, par exemples des impuretés ou des molécules et ions métalliques qui confèrent au produit couleurs, odeurs, ou saveurs désagréables, voire une toxicité.
- La sélectivité de l'adsorbant par apport à certains constituants du mélange. Parmi les applications, on cite :
 - ✓ Le séchage, purification et désodorisation de l'air et des gaz.
 - ✓ Le raffinage des produits pétroliers.
 - ✓ La catalyse de contact.
 - ✓ La récupération des solvants volatils exemple de l'alcool dans le processus de fermentation.
 - ✓ La décoloration des liquides.
 - ✓ La chromatographie gazeuse.

Il concerne l'élimination de deux familles de composés mal ou non biodégradables :

- Les composés aromatiques relativement volatils et bien adsorbés, dans la mesure où la température de l'eau est située très dessous de leur température d'ébullition.
- Les composés à masse molaire élevée, les composés d'addition chlorés, phosphorés, ou même nitrés, et les hydrocarbures poly aromatiques [19]. Dans le cas de la purification de liquides par adsorption, les applications sont multiples. On trouve par exemple :
 - Le traitement des eaux potables sur un lit de charbon actif granulaire pour enlever les goûts et odeurs résiduelles.
 - La décoloration des liqueurs de sucrerie pour obtenir un sucre blanc.
 - L'élimination de polluants dans les eaux résiduaires industrielles ou alimentaires [20].

I.8. Isothermes d'adsorption

On peut décrire un processus d'adsorption à l'aide d'une isotherme d'adsorption. Une telle isotherme est une courbe qui représente la relation entre la quantité de soluté adsorbé par unité de masse d'adsorbant **q_e** ou **X/m** et la concentration de soluté en solution **C_e** [21].

On obtient une telle courbe à partir des résultats d'essais de laboratoire effectués à une

température constante. Pour ce faire, on introduit des quantités connues d'adsorbant dans des volumes d'eau à traiter et après un temps de contact donné, on peut mesurer la concentration résiduelle de soluté en solution.

La quantité de soluté adsorbé est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$q_e = (C_0 - C_e)m / V = X/m \quad (I.1)$$

Où :

C_0 : concentration initiale de soluté (mg/L).

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

q_e : quantité de soluté adsorbé à l'équilibre par unité de poids de l'adsorbant (mg/g).

X : quantité de soluté adsorbé à l'équilibre (mg).

m : masse d'adsorbant (g).

V : volume de la solution (L).

I.8.1. Classification des isothermes d'adsorption

Tous les systèmes adsorbant-adsorbât ne se comportent pas de la même manière. Expérimentalement, on distingue quatre classes principales nommées : S (Sigmoidale), L (Langmuir), H (Haute affinité) et C (partition Constante). La figure (I.5) présente cette classification.

Après cette description nous abordons l'interprétation des différentes classes d'isothermes. Nous commençons par la plus fréquente : l'isotherme de Langmuir.

a- Classe L : Les isothermes de classe L présentent, aux faibles concentrations de la solution, une concavité tournée vers le bas qui traduit une diminution des sites libres au fur et à mesure de la progression de l'adsorption. Ce phénomène se produit lorsque les forces d'attraction entre les molécules adsorbées sont faibles. Elle est souvent observée quand les molécules sont adsorbées à plat, ce qui minimise leur attraction latérale. Elle peut également apparaître quand les molécules sont adsorbées verticalement et lorsque la compétition d'adsorption entre le solvant et le soluté est faible. Dans ce cas, l'adsorption des molécules isolées est assez forte pour rendre négligeable les interactions latérales.

b- Classe S : Les isothermes de cette classe présentent, à faible concentration, une concavité tournée vers le haut. Les molécules adsorbées favorisent l'adsorption ultérieure d'autres molécules (adsorption coopérative), ceci est dû aux molécules qui s'attirent par des forces de Van Der Waals, et se regroupent en îlots dans lesquels elles se tassent les unes contre les autres. Ce comportement est favorisé d'une part, quand les molécules de soluté sont adsorbées verticalement comme c'est le cas des molécules possédant un seul groupe fonctionnel et d'autre part, quand les molécules se trouvent en compétition d'adsorption forte avec le solvant.

c-Classe H : La partie initiale de l'isotherme est presque verticale, la quantité adsorbée apparaît importante à concentration quasiment nulle du soluté dans la solution. Ce phénomène se produit lorsque les interactions entre les molécules adsorbées et la surface du solide sont très fortes. L'isotherme de classe H est aussi observée lors de l'adsorption de micelles ou de polymères formées à partir des molécules de soluté.

d-Classe C : Les isothermes de cette classe se caractérisent par une partition constante entre la solution et le substrat jusqu'à un palier. La linéarité montre que le nombre de sites libres reste constant au cours de l'adsorption. Ceci signifie que les sites sont créés au cours de l'adsorption. Ce qui implique que les isothermes de cette classe sont obtenues quand les molécules de soluté sont capables de modifier la texture du substrat en ouvrant des pores qui n'avaient pas été ouverts préalablement par le solvant.

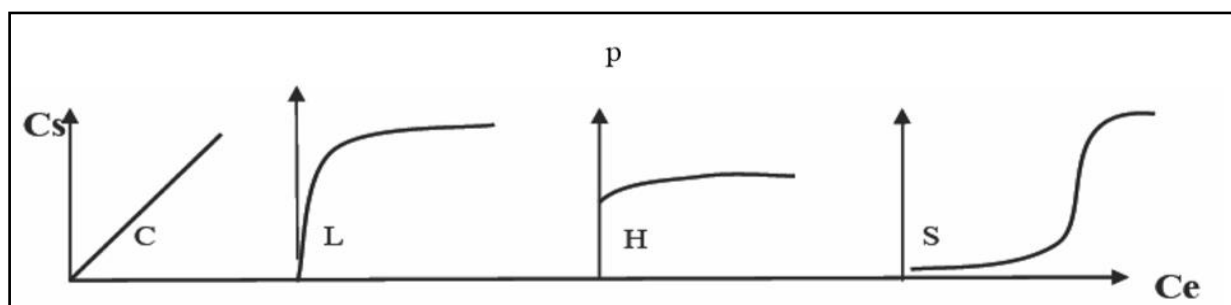


Figure I.5: Allures des isothermes d'adsorption

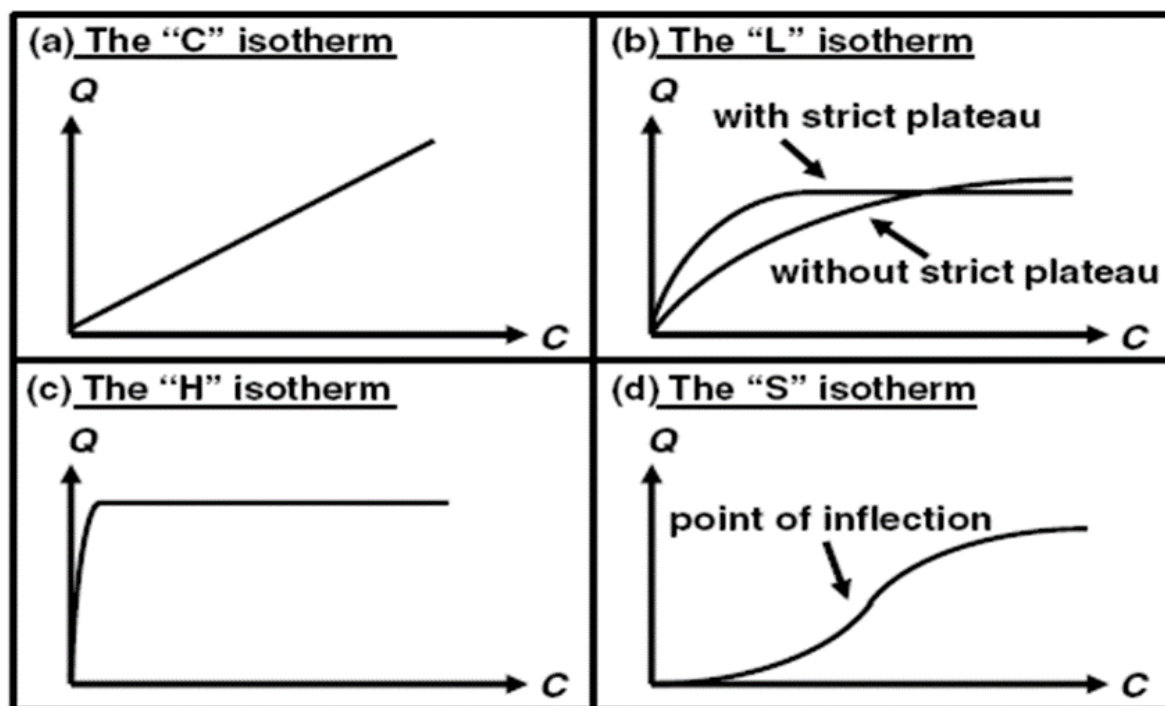


Figure I.6 : Les isothermes d'adsorption en phase liquide

I.8.2. Modèle d'isotherme d'adsorption

D'assez nombreux auteurs ont proposé des modèles théoriques ou empiriques pour d'écrire la relation entre la masse d'adsorbant fixée à l'équilibre et la concentration sous laquelle a lieu. Il s'agit de relation non cinétique que l'on nomme isotherme. En pratique, on observe qu'une masse d'adsorbant ne peut fixer une quantité illimitée de substance, elle se sature. Ce phénomène de saturation n'est pas expliqué par toutes les formules, dont nous n'exposerons que les plus utilisées.

I.8.2.1. Modèle de Langmuir

L'équation de Langmuir est donnée par la relation (1.2) :

$$q_e = q_m K_L C_e / (1 + K_L C_e) \quad (1.2)$$

Ou :

q_e : quantité du polluant adsorbée par gramme d'adsorbant (mg/g).

q_m : quantité maximale adsorbée à la saturation de la monocouche ou capacité maximale d'adsorption (mg/g).

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

K_L : constante de Langmuir, dépendant de la température et des conditions expérimentales (L/mg).

La linéarisation de cette équation donne les expressions mathématiques rassemblées dans le **tableau 1.2**.

Tableau I.2 : Différentes expressions mathématiques du modèle de Langmuir.

Isotherme	Expression non linéaire	Expression linéaire
Langmuir-1	$\frac{q_e}{q_m} = \frac{K_L C_e}{1 + K_L C_e}$	$\frac{1}{q_e} = \left(\frac{1}{C_e}\right) \left(\frac{1}{q_m K_L}\right) + 1/q_m$
Langmuir-2		$\frac{C_e}{q_e} = C_e 1/q_m + 1/q_m K_L$
Langmuir-3		$q_e = (-1/K_L) \left(\frac{q_e}{C_e}\right) + q_m$

La théorie de Langmuir implique en fait :

- L'existence de sites définis d'adsorption.
- Une seule entité adsorbée par site.
- Une énergie d'adsorption constante.

- L'absence d'interaction entre molécules adsorbées. Ce modèle est compatible avec la saturation (**Figure. I.4**). La favorable de l'isotherme est vérifiée par le paramètre R_L un facteur constant sans dimensions, d'après le paramètre d'équilibre R_L qui définit comme suit:

$$R_L = 1 / (1 + K_L C_0) \quad (1.3)$$

Où C_0 correspond à la valeur la plus élevée de la concentration initiale de l' adsorbat (mg/L).

La valeur de R_L est liée au type d'isotherme. Elle peut indiquer que l' adsorption est soit favorable, défavorable, linéaire ou irréversible.

Valeur de R_L	Adsorption
$R_L > 1$	défavorable
$R_L = 1$	linéaire
$R_L = 0$	irréversible.
$0 < R_L < 1$	favorable

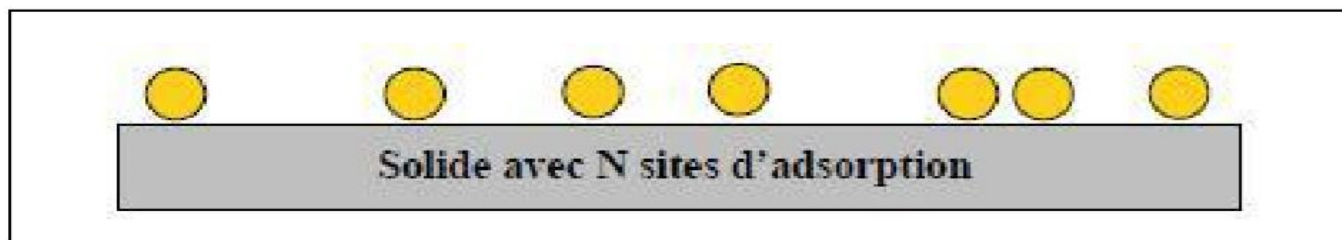


Figure I.7 : Modèle d'adsorption en monocouche.

I.8.2.2. Modèle de Freundlich

L'isotherme de Freundlich est le modèle empirique le plus couramment utilisé. Il est basé sur la distribution des polluants entre la surface de l'adsorbant et la phase liquide à l'équilibre. L'équation proposée par Freundlich est la suivante :

$$q_e = K_f C_e^{1/n} \quad (\text{I.4})$$

Où

K_f et n : les constantes de Freundlich, dépendant de la nature du soluté et de l'adsorbant

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

q_e : quantité du polluant adsorbée par gramme d'adsorbant (mg/g).

Des valeurs élevées de K_f et n traduisent une forte adsorption dans l'intervalle des concentrations étudiées. Inversement, les faibles valeurs indiquent une faible adsorption pour des faibles concentrations en soluté [13].

Ce modèle est très valable pour les solutions diluées, mais il est incompatible avec la saturation, car q_e croît sans limite si C_e croît.

I.8.2.3. Modèle d'Elovich

L'équation définissant le modèle d'Elovich est basée sur une principale cinétique en supposant que les sites d'adsorption augmentent exponentiellement avec l'adsorption, ce qui implique une adsorption multicouche, elle est exprimée par la relation suivante:

$$q_e/q_{max} = K_E C_e \exp(q_e/q_{max}) \quad (1.5)$$

Où

K_E : constante d'équilibre d'Elovich (L/mg).

q_m : capacité maximale d'adsorption d'Elovich (mg/g).

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

I.8.2.4. Modèle de BET

Le modèle de Brunauer, Emmett et Teller (BET) tient compte de la formation de plusieurs couches de molécules adsorbées une distribution homogène des sites sur la surface de l'adsorbant et l'existence d'une énergie d'adsorption qui retient la première couche de molécules adsorbées et une deuxième énergie qui retient les couches suivantes (**figure I.8**).

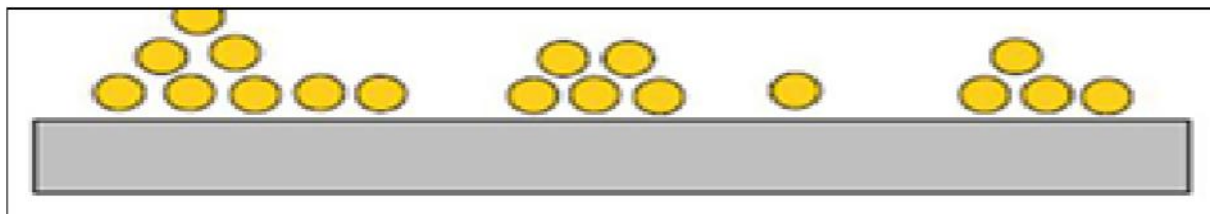


Figure I.8 : Modèle d'adsorption en multicouches

L'isotherme de BET est représentée par l'équation suivante :

$$q/q_{max} = K \left(\frac{C}{C_0} \right) / \left[1 - \frac{C}{C_0} \right] \left[1 + (K - 1) \cdot \frac{C}{C_0} \right] \quad (1.6)$$

Où :

q_m : capacité de rétention mono moléculaire (mg/g),

q_e : quantité adsorbée par gramme d'adsorbant (mg/g).

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

C_0 : concentration initiale de l'adsorbant (mg/L).

C : constante de B.E.T.

I.8.2.5. Isotherme de Temkin

La dérivation de l'équation d'isotherme de Temkin (**équation (I.7)**) suppose que l'abaissement de la chaleur d'adsorption est linéaire plutôt que logarithmique, comme appliqué dans l'équation de Freundlich [22].

$$q_e = (RT/b_T) \cdot \ln(A_T C_0) = B \ln A + B \ln C_e \quad (\text{I.7})$$

Où

b_T et A_T : Constantes de l'isotherme de Temkin.

R : Constante des gaz parfaits (8.314 J/ (k mol)).

C_e : Concentration à l'équilibre (mg/L).

T : Température absolue (K).

La modélisation des différentes isothermes est donnée sous forme linéaire (**Tableau I.3**), cette modélisation permet la détermination des constantes des différents modèles.

Tableau I.3: Représentations graphiques de l'isotherme déférente modèle

Modèle	Equation de l'isotherme	Graphe
Langmuir	$q_e = q_m K_L C_e / (1 + K C_e)$	$\frac{C_e}{n_e} = f(C_e)$
Freundlich	$q_e = K_f C_e^{1/n}$	$\ln q_e = f(\ln C_e)$
Evolich	$q_e/q_{\max} = K_E C_e \exp(q_e/q_{\max})$	$\ln \left(\frac{q_e}{q_{\max}} \right) = f(q_e)$
B.E.T	$q/q_{\max} = K \left(\frac{C}{C_0} \right) / [1 - \frac{C}{C_0}] [1 + (k-1) \cdot \frac{C}{C_0}]$	$C_e/[q_e(C_0 - C_e)] = f(\frac{C_e}{C_0})$
Temkin	$q_e = (RT/b_T) \cdot \ln(A_T C_0)$	$q_e = f(\ln C_e)$

I.9. Cinétique d'adsorption

La cinétique d'adsorption est un paramètre indicateur de la performance d'un adsorbant. Elle permet d'estimer la quantité de polluant adsorbé en fonction du temps. La cinétique fournit des informations relatives au mécanisme d'adsorption et sur le mode de transfert des solutés de la phase liquide à la phase solide.

Deux modèles simplifiés de cinétique d'adsorption ont été réalisés pour examiner le mécanisme du processus d'adsorption d'un liquide sur la surface d'un solide, parmi ces modèles on retient;

I.9.1 Modèle de pseudo premier ordre :

Le modèle de pseudo premier ordre a été décrit par Lagergren [23] et exprimé par la relation (I.8)

$$dq_t/dt = k_1(q_e - q_t) \quad (I.8)$$

Où :

q_e : quantité adsorbée par gramme d'adsorbant (mg/g).

q_t : quantité adsorbée par un gramme d'adsorbant à temps t (mg/g).

K_1 : constante de vitesse du modèle cinétique du pseudo-premier ordre (1/min).

L'intégration de l'équation, et pour les conditions aux limites $t=0$ à t et de 0 à q_t donne la forme linéaire suivante:

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t \quad (I.9)$$

I.9.2. Modèle du pseudo-deuxième ordre :

L'expression du pseudo-deuxième ordre, également très souvent utilisée, est la suivante [28].

$$dq_t/dt = k_2(q_e - q_t)^2 \quad (I.10)$$

L'intégration de l'équation (I.10) donne la forme linéaire (I.11)

$$1/(q_e - q_t) = 1/q_e + k_2 t \quad (I.11)$$

Où

q_t (mg.g-1) : quantité adsorbée en adsorbât par gramme d'adsorbant à un temps t .

q_e (mg.g-1) : quantité adsorbée de l'adsorbât par gramme d'adsorbant à l'équilibre.

t : temps (min).

k_2 : constante de vitesse (g/ (mg min)).

I.9.3. Modèle de diffusion intra particulaire

Le modèle de diffusion intra-particulaire est représenté par l'équation (I.12) :

$$q_t = K_{id}t^{1/2} + C \quad (I.12)$$

Où

K_p : Constante de vitesse de la diffusion intra-particulaire ($\text{mg/g min}^{-1/2}$)

C : Constante

I.10. Thermodynamique de l'adsorption :

Les isothermes d'adsorption sont généralement utilisées pour la caractérisation des adsorbants, mais cette caractérisation est incomplète sans avoir des informations sur la quantité d'énergie mise en jeu.

L'adsorption est un processus généralement exothermique qui se produit donc avec un dégagement de chaleur, ce qui conduit à un échauffement du solide et à une réduction des quantités adsorbées. Les variations de la température sont souvent importantes dans les

procédés industriels d'adsorption et peuvent constituer un des principaux facteurs de la dégradation de performances.

Le coefficient de distribution k_d est défini comme étant le rapport des quantités fixées par gramme de solide sur la quantité de soluté restante en solution par volume de solution. Il caractérise l'affinité du soluté pour l'adsorbant, et peut se traduire par l'expression (1.13).

$$k_d = (C_0 - C_e)V/(C_e \cdot m) \quad (I.13)$$

Où

k_d : Coefficient de distribution (L/g).

C_0 : Concentration initiale de l'adsorbat (mg/L).

C_e : Concentration à l'équilibre de l'adsorbat (mg/L).

V : Volume de l'adsorbat (L).

M : Masse de l'adsorbant (g)

La relation thermodynamique de Gibbs-Helmhotz :

$$\Delta G^{\circ} = \Delta H^{\circ} - T\Delta S^{\circ}$$

(I.14)

Associée à la relation obtenue par intégration de Van't Hoff :

$$\Delta G^{\circ} = -R \cdot T \cdot \text{Ln}k_d \quad (\text{I.15})$$

Nous permet de déterminer l'enthalpie et l'entropie à partir de l'équation suivante :

$$\text{Ln}k_d = -\Delta H^{\circ}/RT + \Delta S^{\circ}/R \quad (\text{I.16})$$

Où

ΔH° : Enthalpie (kJ/mol)

ΔS° : Entropie (J /K.mol)

ΔG° : Energie libre (kJ/mol)

R: Constante des gaz parfaits (J/mol.K)

T : Température (K)

II.1. Les adsorbants

Les adsorbants sont des solides poreux se présentant sous forme de granulés et de poudre. Les charbons actifs ont été les premiers matériaux adsorbants à être utilisés à l'échelle industrielle. En 1860, le charbon de bois a été employé pour éliminer le goût et les odeurs des eaux distribuées en Angleterre par les municipalités. La première guerre mondiale vit apparaître les gels de silice, puis dans les années 1939-1940, les alumines activées, et à l'évolution industrielle du XIX^{ème} siècle, les charbons actifs ont fait l'objet de nombreuses recherches qui en a fait un produit industriel conventionnel mais aussi de haute technologie

Dans l'industrie, les solides les plus utilisés sont les charbons actifs, les zéolithes, les gels de silice et les alumines activées. Les capacités d'adsorption particulièrement élevées de ces matériaux sont en partie liées à leurs structures poreuses très développées et leurs grandes surfaces spécifiques [24].

II.2. Types des adsorbants

On distingue cinq grands types d'adsorbants qui sont plus utilisées dans le domaine de l'industrie: les argiles activées, les zéolithes, les alumines activées, les gels de silice et les charbons actifs.

Tableau II.1: Principales caractéristiques physiques des adsorbants [25].

<i>Adsorbant</i>	<i>Surface spécifique (m² /g)</i>	<i>Taille des pores (nm)</i>	<i>Porosité Interne</i>	<i>Masse volumique apparente (kg/m³)</i>
<i>Charbons Actifs</i>	400-2000	1-4	0,4-0,8	300-600
<i>Zéolites</i>	500-800	0,3- 0,8	0,3-0,4	600-750
<i>Gels de Silice</i>	600-800	2-5	0,4-0,5	700-800
<i>Alumines Activées</i>	200-400	1-6	0,3-0,6	800-950

II.2.1. Argiles activées

On obtient les argiles activées par addition d'eau à certaines qualités d'argile (bentonite, kaolinite, terre de Fuller), puis incorporation à la pâte ainsi obtenue d'une certaine quantité d'acide chlorhydrique. L'opération est suivie d'un lavage et séchage à des conditions déterminées. Il apparaît qu'une valeur du rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ plus grande confère à l'adsorbant un pouvoir de décoloration plus important. La décoloration et la purification des huiles minérales et végétales utilisent ce type d'adsorbant [20].

II.2.2 Zéolithes

Les zéolithes sont des cristaux poreux d'aluminosilicates. La structure primaire consiste en un assemblage de tétraèdres de SiO_4 et d' AlO_4 . Ces éléments s'assemblent par la mise en commun d'atomes d'oxygène pour former une structure secondaire qui peut être sous forme de cubes, d'octaèdres, etc. La structure finale de la zéolithe consiste en un assemblage de ces unités secondaires en une structure cristalline régulière comme représenté sur la figure II.1.

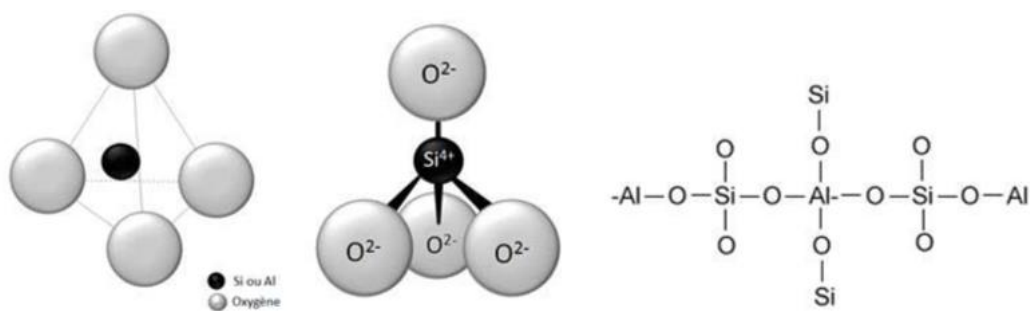


Figure II.1 : Structure élémentaire des zéolithes.

Chaque zéolithe possède ses propres caractéristiques tridimensionnelles constituées de réseaux de canaux et de cavités de plus ou moins grandes tailles. La figure II.1 au-dessous représente les différentes structures de zéolithe. Les principales propriétés physiques des zéolithes sont données dans le tableau II.1.

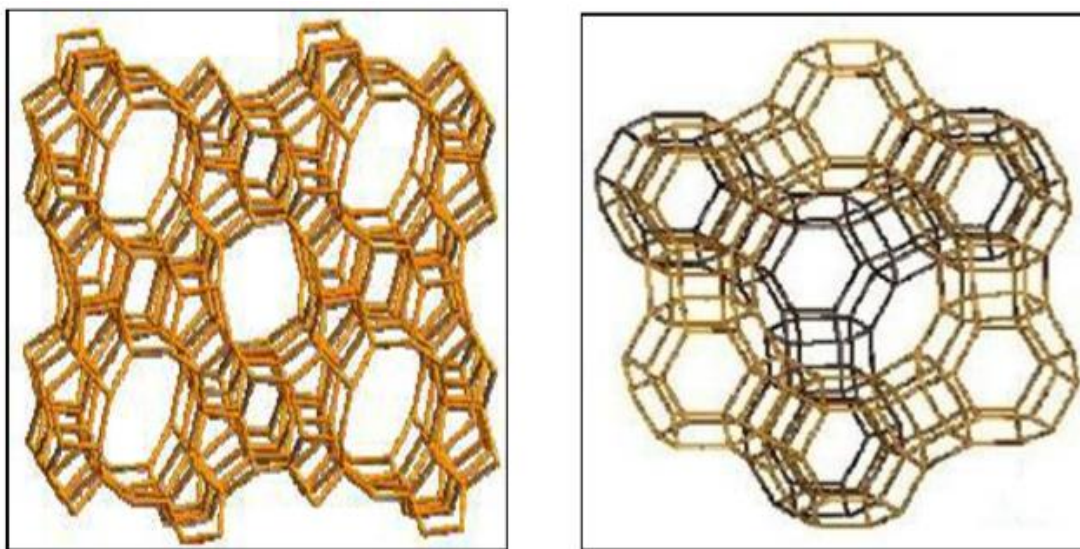


Figure II.2: Une structure des zéolithes [26].

II.2.3. 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 [20].

II.2.4. Gels de silice

Les gels de silice ($\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) peuvent être obtenus par précipitation de silice en faisant réagir une solution de silicate de sodium avec un acide minérale comme l'acide sulfurique ou chlorhydrique. Le gel obtenu est ensuite lavé, séché et activé, la structure des pores est créée par l'agglomération des microparticules sensiblement sphériques de dimension à peu près uniforme comprise entre 2 et 20 nm.

II.2.5. Charbon actif

Le charbon actif est l'adsorbant le plus utilisé industriellement. Il est caractérisé par une surface quasi non polaire, qui lui permet d'adsorber préférentiellement les composés organiques ou non polaires par rapport aux composés polaires tels que l'eau. Il peut ainsi être utilisé pour des opérations de séparation/purification de gaz sans déshumidification préalable contrairement à la plupart des autres adsorbants. L'énergie de liaison adsorbat/adsorbant est généralement plus faible pour le charbon actif que pour les autres adsorbants, ce qui diminue la quantité d'énergie nécessaire pour la phase de régénération [27,28].

Le charbon actif présente une faible sélectivité (capacité à séparer deux composés) par rapport aux autres adsorbants du fait de sa large distribution de tailles de pores. Cependant cette grande distribution permet d'adsorber de nombreuses espèces chimiques en particuliers les composés organiques volatiles. Il peut être obtenu à partir d'un grand nombre de matériaux contenant du carbone organique d'origine animale, végétale ou minérale, y compris la tourbe, le bois, ou les coques. Le principe est de créer une structure rigide et poreuse.

Le charbon actif ou charbon activé est une poudre noire et légère, constituée essentiellement de matière carbonée à structure microporeuse (**figure II.3**).

Plusieurs paramètres permettent de caractériser un charbon actif:

- Le volume poreux et la taille des pores sont déterminés par manométrie d'adsorption- désorption (sous azote à 77 K).
- La surface spécifique d'un adsorbant qui est une surface par unité de masse (m^2/g), représentant l'aire disponible pour adsorber une monocouche de molécules. Ce paramètre est obtenu en appliquant la théorie de BRUNAUR-EMMET et TELLER (BET) [29].

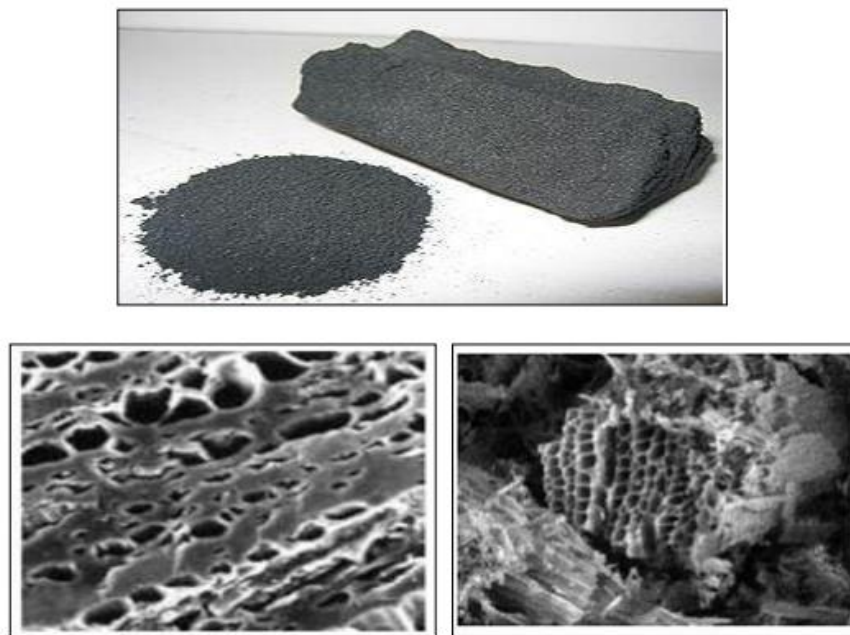


Figure II.3 : Images de microscopie électronique à balayage de la structure d'un charbon actif [38].

II.3. Différentes formes du charbon actif

Les formes du charbon actif les plus utilisés sont : extrudé, poudre et granulé.

II.3.1. Le charbon actif extrudé

Le charbon actif extrudé comme présentée dans la figure II.4 est de forme cylindrique avec des diamètres allant de 0.8 mm à 5 mm. Il est principalement utilisé pour des applications en phase gazeuse à cause de sa faible perte de charge, de sa grande résistance mécanique et de sa faible teneur en poussières.



Figure II. 4: charbon actif extrudé

II.3.2. Charbon actif en poudre

Le charbon actif en poudre prend la forme de grains, 95-100 % de ces particules traverseront un tamis de maille donnée. Par exemple la norme ASTM D5158 classe les particules de diamètre inférieur ou égal à 0.177 mm.



Figure II. 5: Charbon actif en poudre.

Tableau II.2 : Les avantages et les inconvénients du charbon actif en poudre [29].

<i>Avantages</i>	<i>Inconvénients</i>
Le charbon actif en poudre est 2 à 3 fois moins cher que le charbon actif en granulé.	Le charbon actif en poudre ne peut pas être régénéré quand il est mélangé avec des boues d'hydroxyde.
Des quantités supplémentaires peuvent être rajoutées en cas de pointes de pollution accidentelles ou temporaires.	Il est difficile d'enlever les dernières traces d'impuretés sans ajouter une quantité très importante de charbon actif en poudre.
L'adsorption est rapide dans la mesure où une grande partie de la surface de contact est directement disponible.	La détection des pointes de pollution est problématique et sa concentration applicable est limitée.

II.3.3. Charbon actif granulé

Le charbon actif granulé peut être soit en forme granulée soit extrudée il est représenté par des tailles telles que 8x20, 20x40, ou 8x30 pour des applications en phase liquide et par 4x6, 4x8 ou 4x10 pour des applications en phase vapeur.



Figure II.6: Charbon actif granulé

Le charbon actif granulé est utilisé dans des différents types dans le système de traitement des eaux pour la réduction des oxydants chlorés résiduels, il est aussi utilisé pour enlever la turbidité et pour dissoudre des composés organiques, l'odeur, les taches et les colorants. Le traitement au charbon actif granulé est reconnu comme étant le procédé le plus efficace contre les goûts et les odeurs. Ce composé de faible poids moléculaire favorise une durée de vie prolongée. Il est utilisé pour l'élimination des micropolluants organiques et de la matière organique sous forme de carbone dissous.

Tableau II.3 : les Avantages et les Inconvénients du charbon actif en granulé [37].

<i>Avantages</i>	<i>Inconvénients</i>
Le choix du type de charbon actif est également déterminant sur le rendement de l'élimination.	Une durée de vie limitée.
Il a une grande capacité d'adsorption pour les substances organiques en particulier les solvants.	Pré filtration: les carburants dissous et matières en particules peuvent rapidement encrasser le charbon, nécessitant un prétraitement dans la plupart des cas.
Il retient un grand nombre de substances chimiques en même temps.	Coût: le besoin de remplacer régulièrement le charbon épuisé rend le charbon actif granulé plus cher que le stripping pour des concentrations élevées de contaminants.
Il fonctionne bien dans un domaine large de température et d'humidité.	Déchets dangereux : tout le charbon doit être finalement jeté, puisque il ne peut être régénéré qu'un certain nombre de fois, ou pas du tout dans le cas de l'adsorption de métaux ou de résidus d'explosifs. Selon les caractéristiques du charbon épuisé, il peut être jeté comme déchet dangereux.

II.4. Structure du charbon actif

La structure du charbon actif est semblable à celle du graphite. En effet la structure cristalline de ce dernier consiste en un ensemble de couches planes d'atomes de carbone, ordonnés en hexagone réguliers, comparables aux cycles aromatiques [31].

II.4.1. Texture du charbon actif

La texture du charbon actif se caractérise essentiellement par deux paramètres qui sont l'aire spécifique et la porosité. Ils sont essentiels pour la détermination des capacités et des cinétiques d'adsorption. Une classification simple permet de distinguer trois sortes de pores il s'agit des :

- Macrospores : ils possèdent un rayon moyen compris entre 500 et 1000 Å et peut atteindre jusqu'à 20000 Å.
- Méso pores : ils ont un rayon compris entre 18-20 Å et 500-1000 Å. En effet, les phénomènes de condensation capillaire ne peuvent se dérouler qu'à l'intérieur de ces méso pores.
- Micropores : ils constituent pratiquement l'essentiel de la surface spécifique totale (95 %). Leur rayon qui est inférieur à 18-20 Å (de l'ordre de la taille des molécules simples) leur confère un très grand rôle dans le processus d'adsorption.

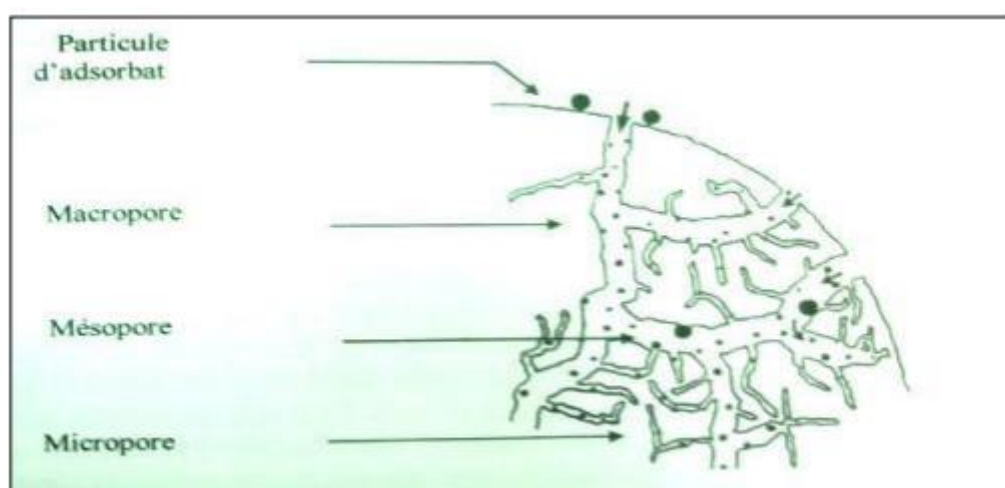


Figure II.7: Schématisation de la structure du charbon actif.

II.4.2. Propriétés superficielles

Les procédés de fabrication créent à la surface du charbon des groupements fonctionnels.

Ces groupements fonctionnels de surface définissent le caractère hydrophile et la potentielle électrocinétique du charbon actif. Ils permettent la fixation des molécules polaires.

II.4.3. La surface spécifique

La surface spécifique est la surface des pores ou la surface par unité de masse, généralement exprimé en m^2/g , c'est l'aire nécessaire pour adsorber une monocouche de molécules. Pour un charbon actif, cette aire est comprise entre 500 et 1500 m^2/g . Notent que ce sont essentiellement les micros et méso pores qui créent de la surface. La surface spécifique est obtenue en appliquant la théorie B.E.T.

II.5. Préparation et régénération du charbon actif

II.5.1. Préparation

Le charbon actif est obtenu par la pyrolyse de différents composés organiques: bois, coques de fruits (noix de coco), noyaux de fruits, os et résidus pétroliers. La structure et la nature chimique d'un charbon actif évoluent tout au long des processus de fabrication. En conséquence, le pouvoir adsorbant du charbon est créé ou augmenté en éliminant par un procédé d'activation.

II.5.2. Procédés d'activation

II.5.2.1. Activation chimique

On mélange la substance carbonée (bois, tourbe, paille, papier, os, coquilles de noix, ...) avec des réactifs déshydratants et oxydants, on chauffe le mélange, puis on lave. Parmi les réactifs chimiques utilisés: ZnCl_2 , H_3PO_4 , H_2SO_4 , NaOH , KOH On cherche actuellement à produire des adsorbants de moindre qualité mais à partir de déchets tels que les ordures urbaines [32], cette activation se fait à une température de 500°C qui donne un charbon actif où les pores plus larges méso- et macropores prédominent.

II.5.2.2 Activation par les gaz physique

On part d'un matériau déjà charbonneux (charbon, anthracite, lignite, coke, charbon de coco, ...), qu'on broie finement puis qu'on presse en briquettes avec un liant approprié. Ensuite, on les soumet à la vapeur d'eau, le dioxyde de carbone CO_2 ou leurs mélanges.

Il y a oxydation d'une partie en CO ou CO_2 , et le reste est devenu poreux, donc actif. La température d'activation varie de 300 à 1000°C qui produit un charbon actif dans lequel dominent les pores étroits (micropores).

La(figure II.7) résume les deux méthodes d'activation.

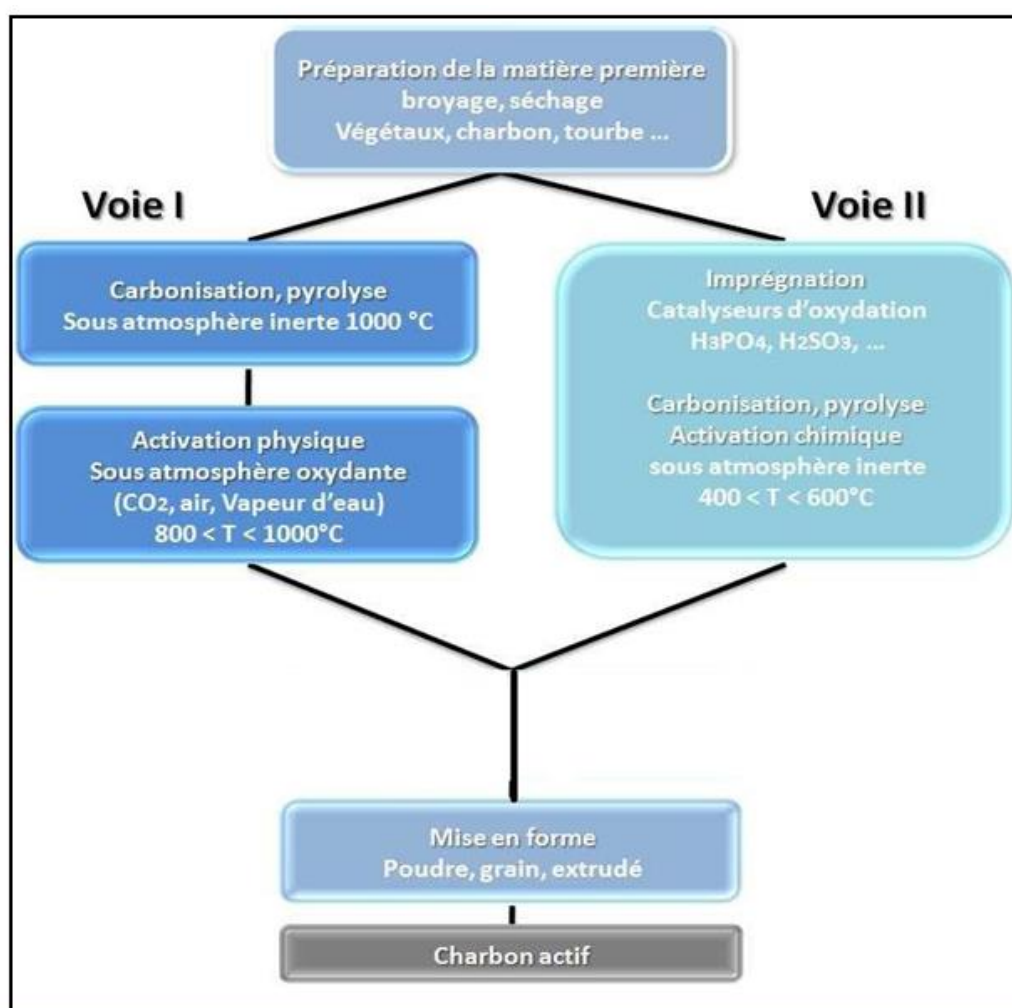


Figure II.8: Principes de fabrication des charbons actifs

II.6. Réactivation

Le charbon actif est un produit relativement couteux. Une fois tous les sites d'adsorptions saturés, le charbon actif est dit saturé ou sur saturé, c'est pourquoi il est

très souvent régénéré. La réactivation appelée aussi régénération consiste à résorber les molécules captées par le charbon actif. Le charbon actif saturé est considéré comme un déchet dangereux et doit être traité par des services spécialisés en interne ou en faisant appel à des entreprises compétentes.

II.6.1. Méthodes de réactivation.

Il existe trois méthodes de régénération.

II.6.1.1. Réactivation à la vapeur :

Cette méthode est réservée à la régénération des charbons actifs qui ont simplement adsorbés des produits très volatiles. Cependant, le traitement à la vapeur peut être utile pour déboucher la surface des grains de charbon. Le chauffage du charbon actif est très rapide. Les molécules d'eau s'adsorbent et chassent les molécules présentes. Un refroidissement à température ambiante du flux sortant provoque la condensation de la vapeur et des composés résorbés.

II.6.1.2. Réactivation thermique

Cette opération est réalisée par pyrolyse ou en brûlant les matières organiques adsorbées par les charbons actifs. Le charbon actif est chauffé à environ 800°C sous atmosphère contrôlée.

II.6.1.3. Réactivation biologique

Elle consiste à utiliser des bactéries. Cette méthode de régénération n'a pas encore été appliquée à l'échelle industrielle.

II.6.1.4. Réactivation chimique

Ce procédé fait appel à un solvant utilisé à une température de 100°C. Cette méthode est

Utilisée pour minimiser les pertes de charbon actif (1%). Les polluants sont ensuite détruits par combustion. Le charbon en poudre se régénère moins facilement que le charbon en grains. Lorsqu'une molécule d'adsorbat est fortement retenue, elle est aussi difficile à résorber lors de la régénération.

II.7. Demande en charbon actif

Le charbon actif trouve une application croissante dans le traitement des eaux de rejet et effluents gazeux pour se débarrasser de composés qui affectent le goût et l'odeur car la réglementation concernant l'environnement en incorporant des systèmes

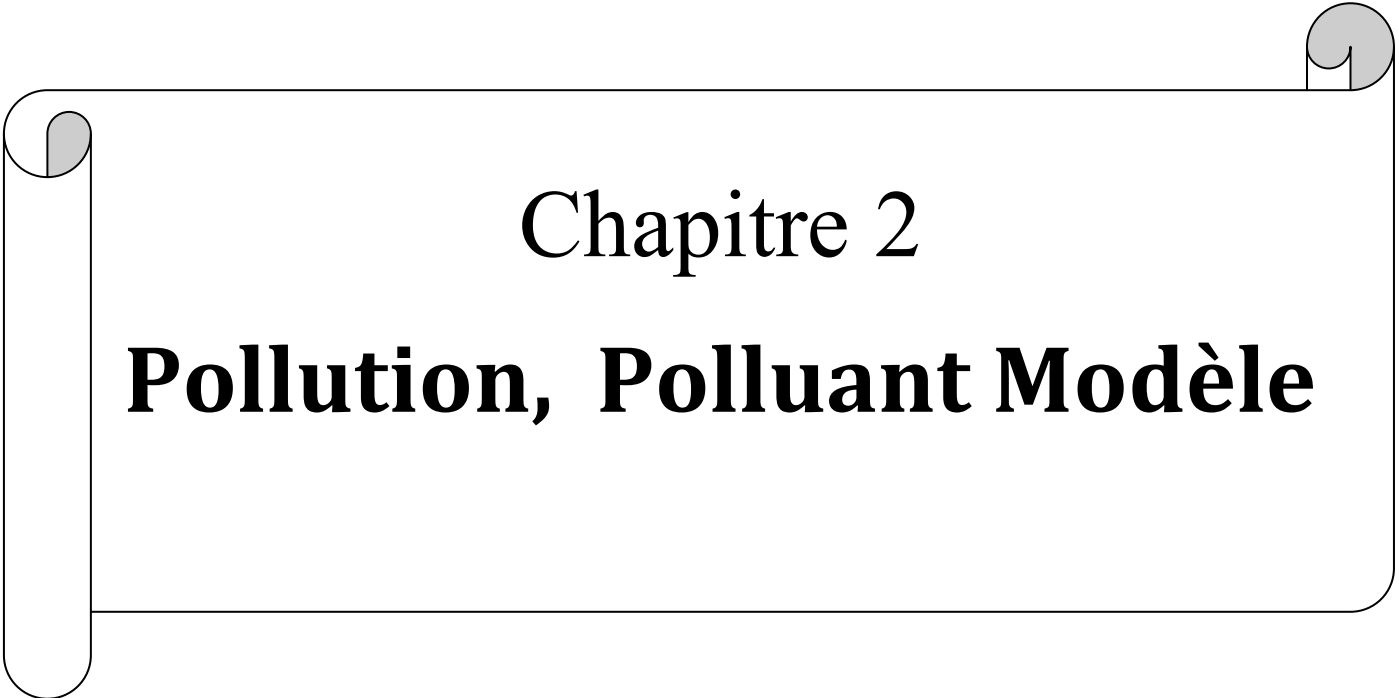
de traitement et d'épuration appropriés. Les multiples défis rencontrés dans la pollution inquiétante de l'environnement à travers le monde entier et qu'il faut relever par tous les moyens font que la demande en charbon actif deviendra très importante à l'avenir.

II.8. Les applications des charbons actifs

Le charbon actif est un matériau stable, pratiquement inflammable en raison de l'absence de produits volatils et doué d'excellentes propriétés d'adsorption qui sont à la base de ses utilisations

Le charbon actif est un bon adsorbant, utilisé dans différents domaines [31]:

- ✓ Le traitement des eaux potables ou des eaux industrielles qui sont produites à partir des eaux de surface. Le charbon actif fixe alors les composés organiques dissous qui n'ont pas été éliminés par autoépuration (ou élimination biologique naturelle). Nous citons en exemple les substances qui donnent le goût et la saveur à l'eau. Ces adsorbants retiennent également certains métaux lourds à l'état de traces. Le traitement tertiaire des eaux résiduaires ou industrielles. Dans ce cas le charbon actif peut être considéré comme un complément au traité biologique. Ce procédé est utilisé pour l'élimination des colorants.
- ✓ Le traitement des eaux résiduaires industrielles : ce traitement est employé lorsque l'utilisation des techniques biologiques n'est pas permise. Le but du charbon actif est donc d'éliminer les composés toxiques non biodégradables.
- ✓ Masques à gaz, filtres à cigarettes et filtres utilisés dans les installations de ventilation en circuit fermé (hotte de cuisine par exemple).
- ✓ Dans l'industrie, les charbons actifs utilisés pour la séparation en phase liquide ont des tailles de pores distribuées autour ou supérieures à 3 nanomètres (nm) tandis que ceux

A decorative graphic of a scroll with a black outline and a light gray fill. The scroll is partially unrolled, with the top and bottom edges curved upwards. The text is centered within the unrolled portion.

Chapitre 2

Pollution, Polluant Modèle

Pollution

Le milieu scientifique s'est largement intéressé aux pollutions des milieux aquatiques ; provenant des rejets de produits chimiques industriels et agricoles. Les effets de ces Pollutions sur les écosystèmes, sur la santé humaine ou animale ont été évalués et des Réglementations ont pu être décidées et mises en œuvre. Néanmoins, d'autres classes de Contaminants des milieux aquatiques sont apparues ces dernières années.

I.1. Définition de la pollution

Selon le dictionnaire encyclopédique des pollutions ; « fort utilisé de nos jours le terme de pollution recouvre bien des acceptions et qualifie une multitude d'actions qui dégradent l'environnement, ce vocable désigne sans aucune ambiguïté les effets de l'ensemble des composés toxiques libérés par l'homme dans la biosphère ».

Dans un sens plus large, les termes ; contamination et pollution comprennent également toute modification physique qui altère l'énergie ou le flux de rayonnement dans Un environnement (comme une source de chaleur ou même la présence d'une espèce envahissante [33].

L'histoire de l'environnement et de sa chimie est avant tout l'histoire de sa pollution. Pour une grande part, ce sont les changements opérés dans l'air, l'eau et le sol par les êtres humains, aux petites et grandes industries et à l'agriculture.

I.2. Classification de la pollution

I.2.1. Pollution de l'air

Dans le passé, les pollutions de l'air étaient en général dues à des problèmes de Fumées, qui concernaient avant tout le dioxyde de soufre.

Selon le dictionnaire encyclopédique des pollutions ; les polluants de l'air « sont des substances gazeuses ou particulaires introduites par les activités humaines dans l'atmosphère ou naturellement présentes dans cette dernière mais dont la concentration est Accrue par suite de diverses sources technologiques ».

La pollution de l'air résulte à la fois ; des émissions de polluants provenant de divers secteurs d'activité:

- ✓ Des installations de chauffage.
- ✓ Des moteurs à combustion
- ✓ Des installations industrielles.

- ✓ Des incinérateurs.
- ✓ De phénomènes d'origine naturelle (vents de sable du Sahara, érosion des sols, éruptions Volcaniques...).
- ✓ De réactions chimiques se produisant dans l'atmosphère entre les polluants dits « primaires » (particules, oxydes d'azote, oxydes de soufre...) qui sont directement émis par les sources de pollution et qui sont à l'origine de la formation de polluants dits « secondaires » (ozone, ...).

I.2.2. Pollution de sols

Le sol est composé de débris de roches, de grains de sable et d'argile, de morceaux de plantes et d'animaux morts. La notion de pollution du sol désigne toutes les formes de pollution touchant n'importe quel type de sol (agricole, forestier, urbain, etc...). On dit qu'un sol est pollué lorsqu'il contient une concentration anormale de composés chimiques potentiellement dangereux pour la santé, les plantes ou les animaux.

Un sol pollué devient à son tour une source possible de diffusion directe ou indirecte de polluants dans l'environnement, via l'eau, les envols de poussières, émanations gazeuses Ou via une nouvelle concentration et transfert de polluants par des organismes vivants (Bactéries, champignons, plantes à leur tour mangé par des animaux).

I.2.3. Pollution de l'eau

On appelle pollution de l'eau toute modification chimique, physique ou biologique de la qualité de l'eau qui a un effet nocif sur les êtres vivants qui la consomment. Quand les êtres humains consomment de l'eau polluée, il y a en général des conséquences sérieuses pour leur santé.

I.3. Différents types de pollution de l'eau

Les sources de pollution de l'eau sont en effet multiples : on distingue généralement les rejets industriels, agricoles et les pollutions urbaines [34].

I.3.1. Pollution industrielle :

Provenant des usines, les rejets industriels sont caractérisés par leur très grande

Diversité, suivant l'utilisation qui est faite de l'eau au cours du processus industriel. Selon l'activité industrielle, nous allons donc retrouver des pollutions aussi diverses que [35] :

- ✓ Des matières organiques et des graisses (abattoirs, industries agro-alimentaires...).
- ✓ Des hydrocarbures (industries pétrolières, transports).
- ✓ Des métaux (traitement de surface, métallurgie).
- ✓ Des acides, bases, produits chimiques divers (industries chimiques, tanneries...).
- ✓ Des eaux chaudes (circuits de refroidissement des centrales thermiques).
- ✓ Des matières radioactives (centrales nucléaires, traitement des déchets médicaux Radioactifs).

La figure suivant donne les principales toxines rejetées dans les eaux par l'industrie, selon l'EPA [36].

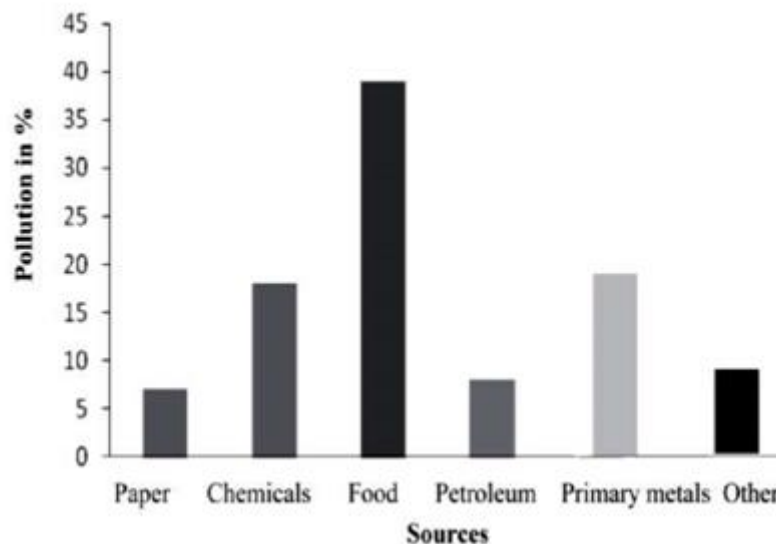


Figure I.1 : Principales sources de la pollution

On remarque que les industries alimentaires provoquent une pollution de 40%, suivie de la pollution induite par les métaux (20%). La plus faible pollution est ôtée de l'industrie papetière.

I.3.2. Pollution urbaine

Les effluents urbains comprennent [35] :

- ✓ **Les eaux résiduaires ou eaux usées:** Ces eaux transportent des concentrations

Élevées en matières polluantes (azote, phosphore, matière organique, métaux lourds, bactéries pathogènes...), ce qui détériore la qualité des eaux pour les milieux récepteurs (Rivières, lac,...).

- ✓ **Les eaux pluviales ou de ruissellement urbain** : Ces eaux résultent du ruissellement sur des surfaces imperméabilisées (toitures, trottoirs) de l'eau de pluie chargée de micropolluants atmosphériques et des métaux lourds etc....

I.3.3. Pollution agricole

En 1960, un agriculteur nourrissait sept personnes. Il en nourrit aujourd'hui quatre-vingt-six. Mais cette agriculture intensive n'est pas sans conséquences pour l'environnement. La pollution agricole due à l'utilisation d'engrais et de produits de traitements des végétaux rend l'eau impropre à la consommation dans de nombreuses régions. Les causes des différentes formes de pollution agricole sont [35] :

- ✓ Les engrais et autres matières fertilisantes épandues (boues de stations d'épuration, effluents d'élevage, cendres) sur les sols agricoles.
- ✓ Les déjections animales non récupérables pour les animaux en pâture.
- ✓ Les produits phytosanitaires (herbicides et pesticides), Les engrais azotés, provoquent. une montée régulière des teneurs en nitrates dans les eaux souterraines.
- ✓ Des métaux (Cu et Zn essentiellement) provenant des compléments alimentaires des animaux d'élevage, des résidus d'antibiotiques utilisés.

II .POLLUANT MODELE –IODE

II.1. Propriété physico-chimiques

L'iode à l'état naturel est un élément chimique, appartenant à la famille des halogènes, on le trouve essentiellement sous forme [diatomique](#) I_2 , correspondant au [d'iode](#), il prend la forme d'un solide cristallin d'un noir violet, solide à 298 K (25 °C), présentant un éclat légèrement métallique et une odeur caractéristique et irritante.

Le terme « iode » est utilisé pour désigner l'élément sous toutes ses formes, tandis que l'iodure désigne l'anion I^- et l'iode moléculaire désigne le I_2 .

L'iode possède 37 isotopes identifiés ; parmi lesquels seul ^{127}I est stable tous sont radioactifs ou des produits de fission, le plus connu d'entre eux étant I^{131} . Les isotopes

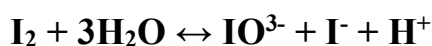
^{131}I et ^{125}I avec une durée de demi-vie courte sont utilisés en médecine comme éléments

Traceurs ou en radiothérapie. A la différence de l'isotope ^{125}I , l'isotope ^{131}I est particulièrement cancérigène à cause de sa radioactivité β^- , dont le rayonnement provoque des mutations génétiques.

L'iode est un oxydant doux, peut prendre de nombreux degrés d'oxydation est compris entre (-1) et (+7) (exp : +1 (I_2O), +3 (I_2O_3), +5 (I_2O_5), +7 (I_2O_7)).

Dans l'eau, l'iodure (I^-) («état d'oxydation -1), le diiode (I_2) (0) et l'iodate (IO_3^-) (+5) sont les espèces inorganiques prédominantes. Dans l'atmosphère, la spéciation et les états d'oxydation de l'iode sont très variés et sa chimie est très complexe [37].

La réaction globale de l'hydrolyse de l'iode entre pH 2 et 7 est donnée ci-dessous [38]:



Les propriétés physico-chimiques de l'Iode sont représentées dans suivant :

Tableau II.1 : Les propriétés physiques et chimiques de l'Iode

Numéro atomique	53
Masse atomique	126,9045 g.mol ⁻¹
Masse volumique	4,93 g.cm ⁻³ à 20°C
Electronégativité de Pauling	2,5
Température	184 °C
Température de Fusion	113,5 °C
Rayon atomique (Van der Waals)	0,177 nm
Energie de première ionisation	1008,7 kJ.mol ⁻¹

II .2 . Iode radioactif

L'iode possède 25 isotopes dont les masses s'échelonnent de 117 à 141. À l'exception de l'iode 127 tous sont radioactifs et treize sont des produits de fission, le plus connu d'entre eux étant I^{131} , utilisé à des fins radio pharmaceutiques[39].

L'iode est un oligo-élément essentiel au fonctionnement de l'organisme, c'est un composant essentiel des hormones thyroïdiennes. Les hormones thyroïdiennes régulent de nombreuses réactions biochimiques importantes, y compris la synthèse des protéines et l'activité enzymatique. Ils sont également nécessaires au bon développement du squelette et du système

nerveux central chez les fœtus et les nourrissons. La carence en cet élément, redoutable, entraîne des troubles thyroïdiens (goitre), et, à terme, le crétinisme (retard mental et staturo-pondéral), avec fort risque de décès prématuré. Lorsque l'iode est consommé en grande quantité (dose élevée pour l'organisme/cellules), il peut-être toxique nocif pour la glande thyroïdienne qui travaille alors trop activement. Ceci affecte le corps entier et ça provoque l'apparition de plusieurs effets indésirable :

- ✓ Amaigrissement.
- ✓ accélération du rythme cardiaque.
- ✓ troubles du sommeil.
- ✓ troubles de l'humeur...
- ✓ prise de poids.
- ✓ troubles de l'humeur...
- ✓ causer des irritations des poumons et des yeux, pouvant conduire à des œdèmes pulmonaires.

II.3. Utilisation de l'iode

L'iode est utilisé dans un certain nombre d'applications, notamment en photographie, dans la formulation des encres et colorants, dans la fabrication de piles, de carburants et de lubrifiants, dans les produits pharmaceutiques et comme agent antiseptique ou désinfectant En agriculture, l'iode est ajouté comme supplément aux aliments pour animaux et est utilisé dans les désinfectants des trayons des bovins laitiers [40]. L'iode est ajouté au sel de table sous forme d'iodure de potassium pour compenser les régimes alimentaires déficients en iode.

II.4. Iode est santé

L'iode est un oligo-élément essentiel joue un rôle important dans le métabolisme de Nombreux organismes vivants, c'est un composant essentiel des hormones thyroïdiennes. Les hormones thyroïdiennes régulent de nombreuses réactions biochimiques importantes, y compris la synthèse des protéines et l'activité enzymatique. Ils sont également nécessaires au bon développement du squelette et du système nerveux central chez les fœtus et les nourrissons. La carence en cet élément, entraîne des troubles thyroïdiens (goitre), et, à terme, le crétinisme (retard mental et staturo-pondéral), avec fort risque de décès prématuré. Lorsque l'iode est consommé en grande quantité (dose élevée pour l'organisme/cellules), il peut-être toxique nocif pour la glande thyroïdienne qui travaille alors trop activement. Ceci affecte le

corps entier et ça provoque l'apparition de plusieurs effets indésirables. Parmi ces effets on site :

- amaigrissement,
- accélération du rythme cardiaque,
- troubles du sommeil,
- troubles de l'humeur,
- prise de poids, irritations des poumons et des yeux

II.5. Iode et l'environnement

On peut trouver l'iode naturellement dans l'air, l'eau et le sol. Les sources les plus importantes d'iode sont les océans. Dans l'air l'iode peut se combiner avec les particules d'eau et précipiter dans l'eau ou les sols. Dans les eaux douces et à des pH faible à neutre et à des potentiels redox positifs, l'iode se trouve sous deux formes minérales iodure (I^-) et iodate (IO_3^-) [41]. Lors de la production de l'eau potable ou sa nécessité d'application des traitements d'oxydation et des tablettes ou l'iode est un composant important l'apparition de l'Iodure (I^-) après traitement peut entraîner la formation de sous-produits indésirables contenant de l'iode [42]. Pour éviter la formation de ces composés iodés, il est nécessaire d'éliminer l'iodure. Dans l'environnement, une autre préoccupation concernant cet élément est l'accumulation d'isotopes radioactifs nocifs de l'iode tels que ^{131}I et ^{129}I (43).

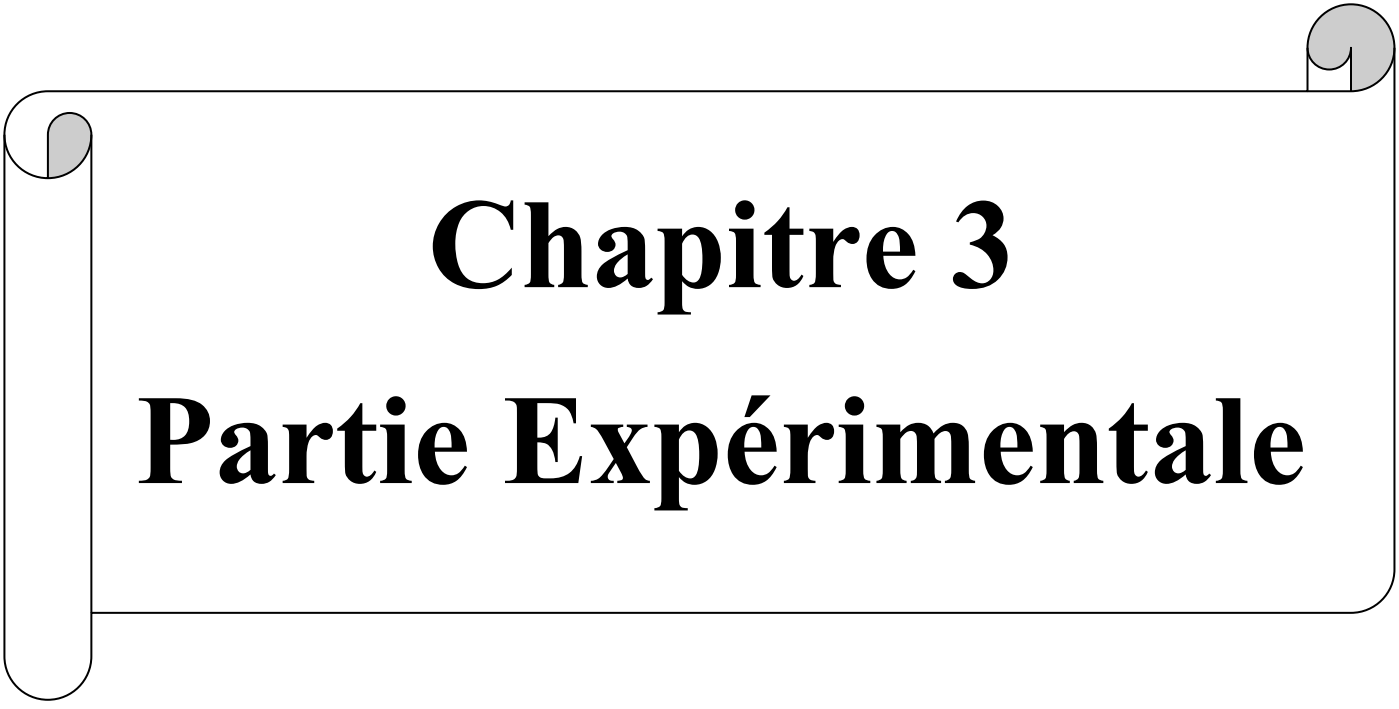
De grandes quantités de ces isotopes s'accumulent dans les glandes thyroïdes des animaux et provoquent des cancers [44]. Avec une demi-vie courte de 8,05 jours et une activité spécifique. En tant que produit de fission important à partir d'uranium-235 et de plutonium-239, ^{129}I a été considéré comme un contaminant à long terme en raison de sa longue demi-vie ($1,57 \times 10^7$ ans) [45].

III. Traitement des eaux contaminées par l'Iode

Dans certaines eaux naturelles, telles que les lacs salés, l'iodure (I^-) est l'une des ressources naturelles utiles. Son extraction est d'une grande importance. L'adsorption est l'une des méthodes efficaces pour éliminer l'iodure nocif ou extraire l'iodure utile. Plusieurs adsorbants ont été utilisés tels que les bactéries [46], les minéraux organo-argileux [47], zéolithes [48] certains matériaux synthétiques comme l'argent colloïdal charbon actif imprégné d'argent [41].

Ces dernières années la plupart des chercheurs sont préoccupés par la récupération de l'iode en solution avec des matériaux adsorbants économique à faible coût [41]. De nombreux travaux sont focalisés sur la préparation des bio-adsorbant par activation physico-chimique des déchets agricoles dans le but d'introduire des groupes fonctionnels sur la surface de l'adsorbant et améliorer la capacité d'adsorption [48].

A cet effet, nous sommes intéressés à élaborer un adsorbant à partir des cupules de glands, fruit de chêne (connu sous le nom de *belot* ou *baloute*) par traitement chimique à l'acide sulfurique (H_3PO_4) dans le but d'éliminer l'iode en solution aqueuse.

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left and a horizontal strip at the top, both featuring rounded ends and a slight 3D effect.

Chapitre 3

Partie Expérimentale

I.1. Introduction

Cette partie à pour but de présenter le charbon actif élaboré à partir d'un résidu de l'agriculture appelé cupules de glands (CCG) ensuite, nous décrivons les analyses utilisées au cours de ce mémoire. Nous avons déterminé ; le taux d'humidité, le taux de cendre, le point isoélectrique (pH) la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) suivi d'une étude paramétrique de l'adsorption de l'iode sur le charbon actif préparé (CCG).

I.2. Préparation de charbon actif

Le charbon actif est préparé à partir des cupules de glands (**figure I.1a**) de chêne (connu sous le nom de *bellot* ou *ballotte* ; provenant de la région de Boumerdès. Les cupules sont préalablement nettoyées puis séchées en premier lieu à l'air libre. Un deuxième nettoyage est effectué à l'eau distillée ensuite, ils sont séchés à l'étuve à 110°C durant 24 heures. Le produit séché est ensuite broyé (**figure I.1b**) et tamisé à l'aide plusieurs tamis de granulométries différentes.



séchage et broyage

Figure I.1. Etape de préparation de Le charbon actif (CCG)

I.3. Activation chimique

Après broyage et tamisage, la poudre obtenue est imprégnée dans l'acide phosphorique. Le rapport massique adsorbant/acide est de 80/100, le mélange obtenu est remué à l'aide d'une baguette de verre pour homogénéiser le mélange, puis le mélange est laissé pendant 24 heures. Après filtration, cette poudre subit plusieurs lavages à l'eau pour éliminer totalement l'acide. Le pH des eaux de lavage est mesuré régulièrement. Les derniers lavages sont effectués à l'eau bouillante [49] jusqu'à ce que le pH de l'eau du dernier lavage soit égal à celui de l'eau utilisée (pH : 6.18). La poudre récupérée est séchée à 100 °C pendant 24 heures, calcinée dans un four à moufle de type « L/LT Série Naber-Therm Maximum 1200°C » à une température de 250°C pendant 6 heures. Ensuite la poudre est calcinée, broyée et tamisée.

Dans l'organigramme (**figure I.2**), nous avons résumé les différentes étapes suivies pour la préparation de l'adsorbant

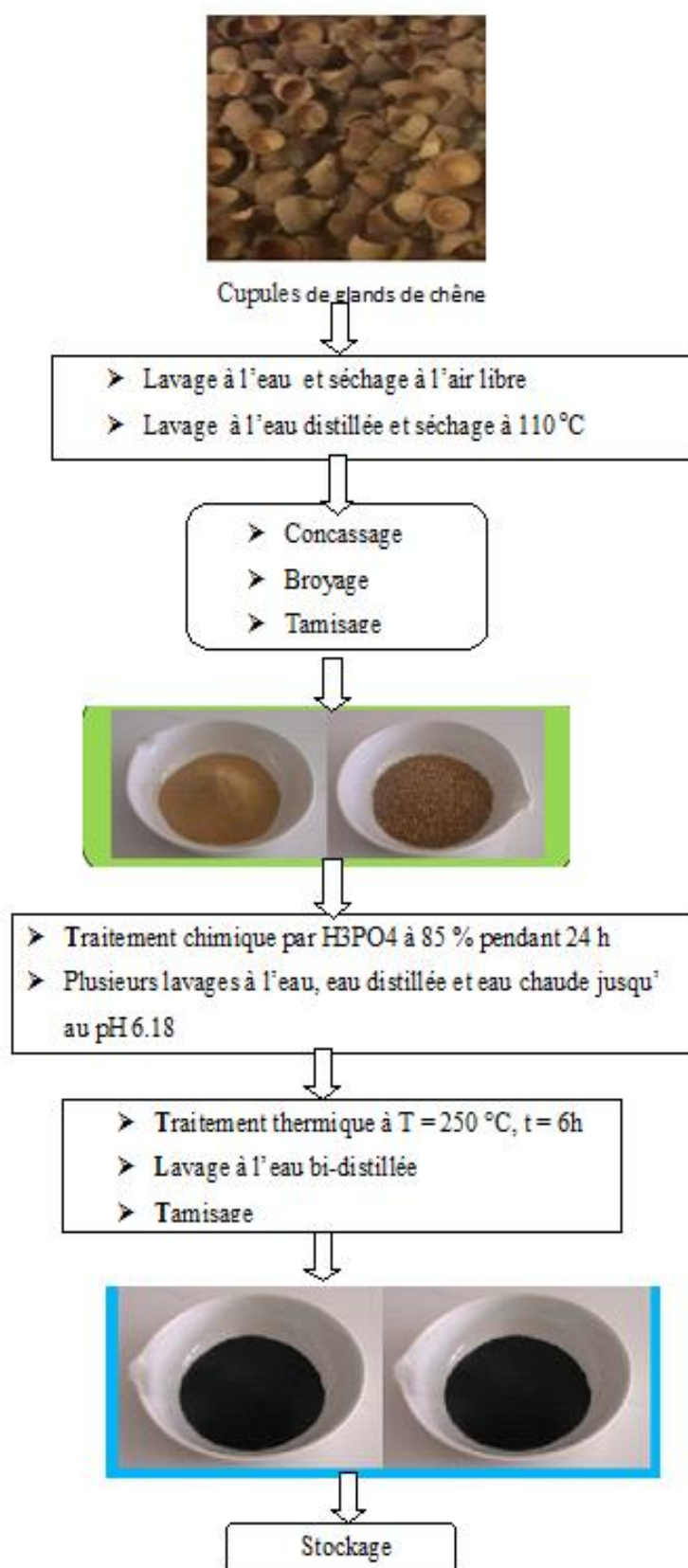


Figure I.2: Protocole de préparation de l'adsorbant(CCG)

I.4. Caractérisation de l'adsorbant**I.4.1. Taux d'humidité**

Le taux d'humidité est un paramètre qui peut être déterminé par une simple expérience en suivant la perte de masse en fonction du temps à une température de 105°C, ou par mesure. Mettre 0.1 g de la poudre dans une capsule en porcelaine et l'introduire dans l'étuve à une température de 105 °C, sécher pendant 24 heures. Retirer la capsule de l'étuve, la placer dans le dessiccateur et après refroidissement la peser. L'opération est répétée jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

L'humidité est exprimée selon la formule suivante :

$$\text{Humidité}\% = (M_0 - M_1/M_0) \times 100 \quad (\text{I.1})$$

Où

M_0 : masse, en gramme, de la prise d'essai ;

M_1 : masse en gramme, de la matière après étuvage.

$$\text{Matière sèche}\% = 100 - H\% \quad (\text{I.2})$$

I.4.2. Le taux de cendre

Le taux des cendres est un critère très utilisé pour la détermination de la contamination en produits inorganiques dans le matériau de départ. Lorsque le pourcentage des cendres est élevé il est conseillé de nettoyer le produit de départ. Il est à signaler que la température à fixer pour la détermination de ce paramètre varie généralement en fonction de la nature de l'échantillon, elle varie de 400 jusqu'à 1000°C pendant une durée allant jusqu'à 16 heures, et parfois le traitement se fait par palier de température. Une prise d'essai de masse 2 g de poudre de granulométrie donnée ont été introduits dans une capsule préalablement tarée. Cet ensemble est mis au four à moufle (de type BIBBY Stnart) à 550°C pendant 4 heures jusqu'à l'obtention d'une couleur blanchâtre et un poids constant, puis pesé de nouveau après refroidissement. La teneur en cendre est exprimée selon la formule suivante :

$$\text{Cendre}\% = (C_0 - C_1/M_0) \times 100 \quad (\text{I.3})$$

Où

M_0 : masse, en gramme, de la prise d'essai.

C_0 : masse, en gramme, de la capsule vide.

C_1 : masse, en gramme, de la capsule + cendres.

I.4. 3. Test de conductivité

La mesure de la conductivité électrique est réalisée à partir d'une suspension de 0,1 g des CCG dans 20 ml d'eau distillée mise sous agitation à l'aide d'un agitateur magnétique à température ambiante.

I.4.4. pH de point de charge zéro (pH_{pzc})

Le point de charge zéro (pH_{pzc}) est déterminé en contact 0,1 g de graines de charbon de lait dans 10 ml d'eau distillée. Le mélange est mis sous agitation pendant 30min. Le pH de la solution est mesuré et cette valeur correspond au point de charge zéro.

I.4.5. Test de relargage

Afin de quantifier les éléments relargués par le charbon préparé, des mesures de pH sont réalisées à partir d'une suspension de 0,1 g des CCG. Dans 50 ml d'eau distillée mise sous agitation à l'aide d'un agitateur magnétique à température ambiante.

I.4.6. Test de stabilité de pH en fonction de la dose de l'adsorbant

Dans le but de déterminer le pH on doit être mise en jeu des différents quantités de charbon actif ; 0.1g 0.2g 0.3g 0.4g 0.5g dans 20ml de l'eau distillée mis sous agitation magnétique à 300t/min durant 1h 30min après en détermine le pH de chaque solution à l'aide d'un pH mètre.

I.4.7. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

L'appareil utilisé est un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier, Thermo Nicolet iS-10, piloté par un logiciel de traitement et d'analyse Omnic 9. L'appareil donne d'obtenir des spectres représentés soit en transmission (%T), soit en absorbance ($A = \log 1/T$), en fonction du nombre d'onde dans la plage entre 400 - 4000 cm^{-1} .

II.5. Caractérisation de l'adsorbat « L'iode »

II.5.1. Détermination de la longueur d'onde maximale

Le spectrophotomètre UV-Visible utilisé pour la détermination des concentrations résiduelles de l'iode est de type «VIS-7220G». Un simple balayage de la longueur d'onde compris entre 400 et 800 nm nous permet de déterminer la longueur d'onde d'absorbance maximale « λ_{max} ».

II.5.2. Etablissement de la courbe d'étalonnage

Sur la base des résultats précédentes (UV), la courbe d'étalonnage a été effectuée en préparant une solution mère de concentration connue de l'Iode, puis par dilution successives, une série de solutions de concentration connues est préparée. L'étalonnage est réalisé pour des concentrations qui obéissent à la loi de Beer-Lamber.

II.6. Etude paramétrique de l'adsorption de l'iode sur le charbon actif

L'étude de l'adsorption de l'iode est réalisée sur un adsorbant préparé à partir d'un déchet alimentaire « cupules de glands de chêne » et traité par voies chimique. Plusieurs paramètres (pH, Température, ...) qui influent sur la capacité d'adsorption ont été étudiés en mode batch. Après chaque essai, l'adsorbant est séparé de la solution par filtration. L'absorbance du filtrat a été mesurée par UV/visible à la longueur d'onde maximale de la solution d'iode ($\lambda = 430$ nm). La concentration en iode a été déterminée à l'aide de la courbe d'étalonnage réalisée avec une gamme de concentrations connues de l'iode.

Les quantités d'iode adsorbé (Q_t) par unité de masse de l'adsorbant au temps (t) et au temps d'équilibre (t_e) ont été calculées respectivement par les équations suivantes :

$$Q_t = (C_0 - C_t)V/m \quad (\text{II.1})$$

$$Q_e = (C_0 - C_e)V/m \quad (\text{II.2})$$

Où

Q_t : quantité adsorbée par unité de masse d'adsorbant au temps t (mg/g).

Q_e : quantité adsorbée par unité de masse d'adsorbant à l'équilibre (mg/g).

C_0 : concentration initiale d'adsorbant (mg/L).

C_t : concentration d'adsorbant résiduelle au temps t (mg/L).

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

V : volume de l'échantillon (ml).

m : dose d'adsorbant (g/L).

II.6.1. Influence de la concentration du polluant et du temps de contact

Le temps de contact et la concentration initiale en polluant sont des facteurs qui influent le rendement de rétention du polluant par l'adsorbant. Cette étude permet de :

- Déterminer le temps d'équilibre qui correspond à la saturation des sites de fixation.
- Tirer des conclusions relatives à l'évolution de la capacité d'adsorption en fonction de l'augmentation de la concentration du polluant.

Dans le but d'évaluer le rôle de la concentration initiale et le temps de contact lors de l'élimination de polluant par le charbon actif, nous avons varié la concentration de l'iode (25, 50 et 100 mg/L) et le temps de contact de 1 à 30min.

II.6.2. Influence de la granulométrie

La granulométrie possède un effet important sur la capacité d'adsorption, les différentes granulométries obtenues après calcination et tamisage varient entre 450 à 2000 μm . L'adsorption sont établies afin d'apprécier l'influence de la granulométrie de la poudre avec un volume de solution d'iode de 20 ml d'une concentration de 300 mg/l, et une masse de charbon de 10mg, mise sous agitation magnétique pendant 40 min.

L'étude de l'influence de ce paramètre sur la capacité d'adsorption des polluants sur l'adsorbant nous permet de déterminer la granulométrie optimale qui donne le maximum d'adsorption, cette dernière sera fixée dans les autres tests.

II.6.3. Influence du pH

20 mg de CCG dans 20 ml d'une solution d'iode à une concentration de 300 mg/L est mise sous agitation magnétique pendant 40 min à la température ambiante. L'étude a été réalisée sur une gamme de pH allant de 1 à 12. Le pH a été ajusté en utilisant des solutions de NaOH ou de HCl très concentré pour éviter l'effet du volume sur la quantité adsorbée.

II. 6.4. Influence de la vitesse d'agitation

Pour déterminer l'influence de la vitesse d'agitation sur la quantité adsorbée, des tests d'adsorptions sont effectués en fixant les valeurs optimales précédemment déterminées, la seule variable est la vitesse d'agitation qui varie de 100 à 700 trs/mn. Les conditions expérimentales de travail sont résumées solution d'iode (300 mg/L) et la masse de la poudre est 10 mg.

II. 6.5. Influence de la dose de l'adsorbant

L'influence de la dose de l'adsorbant consiste à faire varier la concentration de l'adsorbant de 1 à 10 g/L, et les autres conditions expérimentales correspondent à celles déterminées dans les études précédentes. Ce test d'adsorption permet de déterminer la dose de l'adsorbant qui donne le maximum d'adsorption du polluant étudié. Pour cette étude on va prendre 10 ml de l'iode (100 mg/L).

II.7. Modélisation des isothermes d'adsorption

Après avoir déterminé les conditions optimales pour obtenir la capacité d'adsorption maximale. Les quantités d'adsorptions à l'équilibre Q_e calculées pour des concentrations à l'équilibre C_e nous permettent de tracer l'isotherme d'adsorption $Q_e = f(C_e)$ caractéristique du phénomène étudié et de déduire le type d'isotherme par une simple comparaison de l'isotherme obtenue à celles établies par la classification de Giles et al. [49].

II.8. Détermination des paramètres thermodynamiques d'adsorption

Les paramètres thermodynamiques tel que ΔG° , ΔH° et ΔS° sont importants pour déterminer les changements de chaleur pendant le processus d'adsorption entre adsorbat et adsorbant. Ces paramètres sont calculés à partir des équations suivantes (50):

- La variation de l'enthalpie ΔH° (J/mol) et de l'entropie ΔS° (J/(mol.K)):

$$\ln(Q_e/C_e) = \Delta S^\circ/R - \Delta H^\circ/RT \quad (II.3)$$

- La variation de l'énergie libre ΔG° (J/mol):

$$\Delta G^\circ = \Delta H^\circ - T\Delta S^\circ \quad (II.4)$$

Où

T : température (K).

R : constante des gaz parfaits (8.314 J/(K mol)).

Q_e : quantité adsorbée par unité de masse d'adsorbant à l'équilibre (mg/g).

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

II. 9. Modélisation de la cinétique d'adsorption

L'étude de la cinétique de l'adsorption de l'iode en fonction de la température sur le charbon est réalisée en fixant pH, temps d'équilibre, granulométrie, dose de l'adsorbant et vitesse d'agitations constants. Deux modèles cinétiques (pseudo-second et pseudo-premier ordre) ont été proposés pour représenter les résultats expérimentaux.

Pour élucider la dépendance des constantes des modèles, nous avons appliqué la loi générale d'Arrhenius donnée par l'équation suivante:

$$k = k_0 e^{-E_a/RT} \quad (II.5)$$

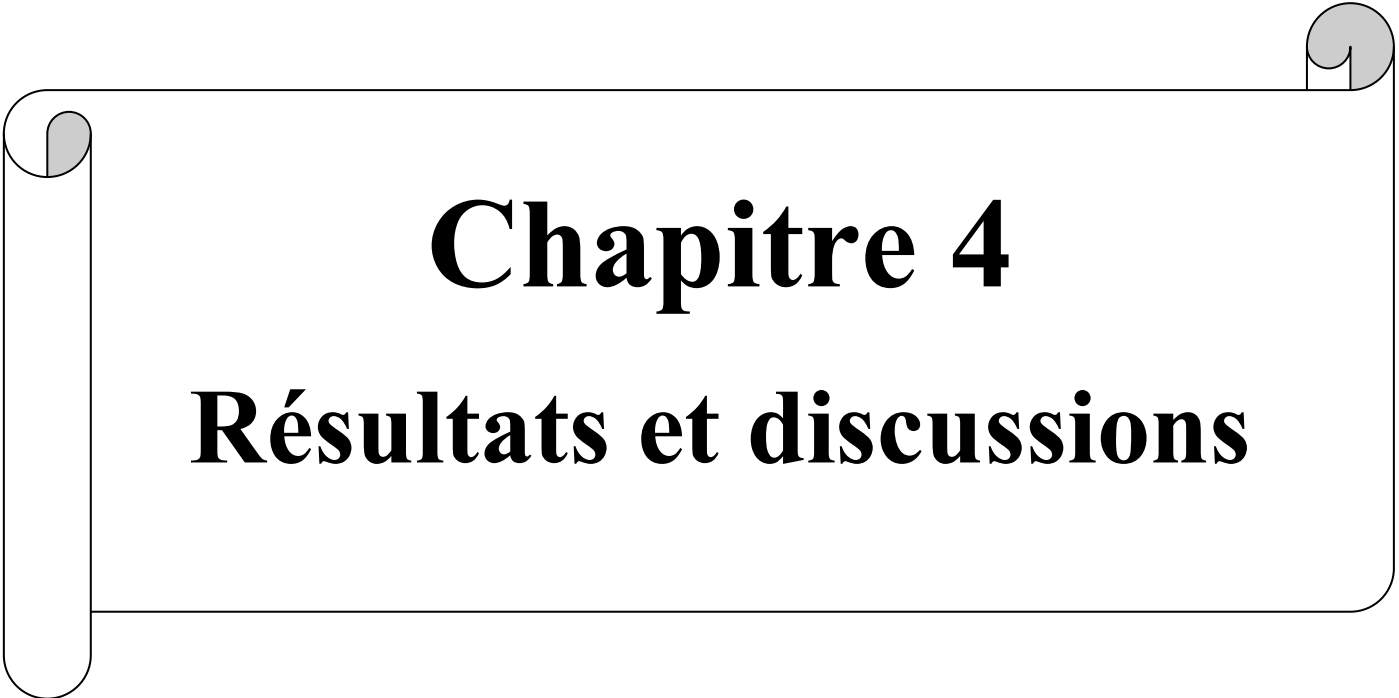
Où

k_0 : facteur pré-exponentiel, indépendant de la température;

E_a : énergie d'activation (kJ/mol);

T : température (K).

Le tracé du graphe $\ln k$ en fonction de $(1/T)$ est une droite qui ne passe pas par l'origine et dont la pente et l'ordonnée à l'origine nous permettent de déterminer respectivement l'énergie d'activation (E_a).

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left and a horizontal strip at the top, both featuring rounded ends and a slight 3D effect.

Chapitre 4

Résultats et discussions

I. Caractérisation de l'adsorbant

I.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

La spectroscopie est une technique importante utilisée pour l'identification des groupes fonctionnels caractéristiques de la surface de l'adsorbant. Les spectres d'analyse par infrarouges du charbon actif préparé est représentés sur la **Figure I.1**.

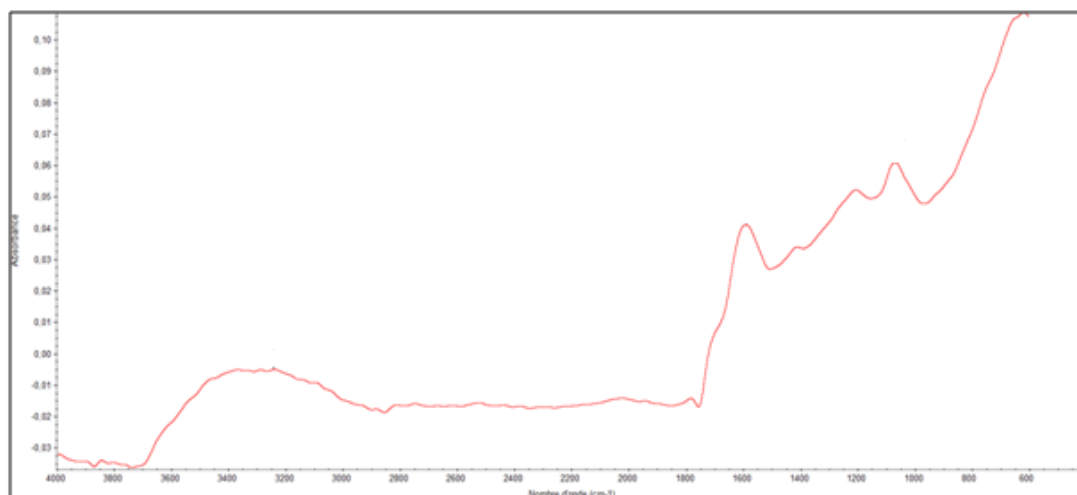


Figure I.1: spectres IRTF de charbon actif

Les résultats obtenus montrent une large bande à 3239 cm^{-1} et de nombreux pics d'absorption correspondant à divers groupements fonctionnels, qui sont souvent responsables des liaisons adsorbant-adsorbat. Le **tableau I.1** les bandes d'absorption caractéristiques observées par une table internationale de spectroscopie du charbon actif.

Tableau I.1: Bandes caractéristiques du charbon actif

Nombres d'ondes (cm^{-1})	Fonction chimique	Type de vibration
3239	O—H libres	vibration d'élongation
1590	C=C aromatique	Vibrations d'élongation
1210	C= O et C-O	Vibration
1071.14	Si-O-Si	déformation angulaire
612.22	Si-O	vibration d'élongation

I.2. pH de point de charge zéro (pH_{pzc})

Le pH_{pzc} correspond au point où la charge totale de l'adsorbant est nulle. D'après la **figure I.1** le pH_{pzc} est égale à 5.11 (caractère acide) ce qui signifie que la surface de **CCG** est chargée positivement lorsque le pH de la solution est inférieur à 5.11 et elle est chargée

négativement lorsque le pH de la solution est supérieur à 5.11

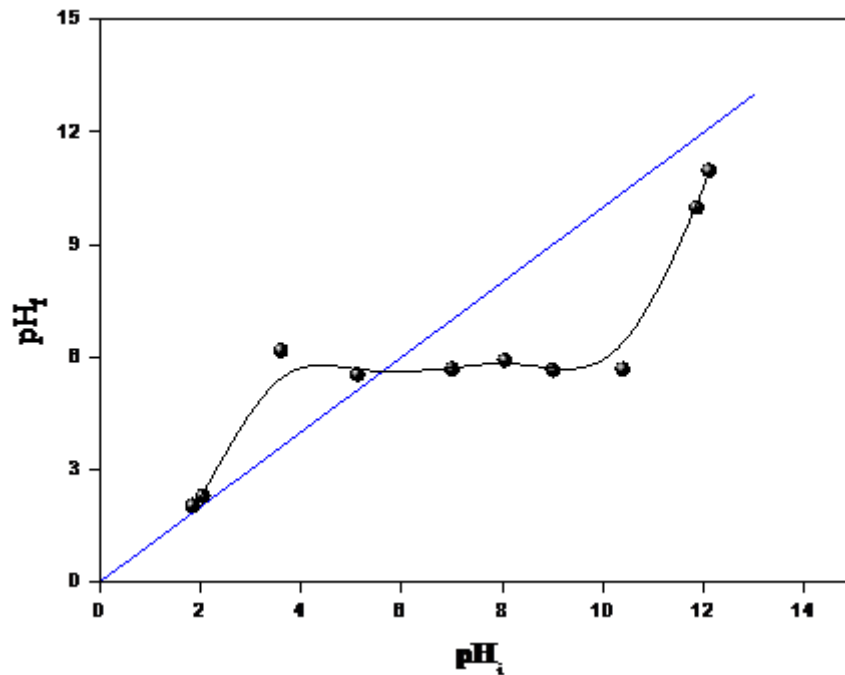


Figure I.2: Variation de pH_i en fonction de pH_f

1.3. Test de relargage (stabilité)

Cette étude nous permet de savoir si l'adsorbant libère des protons en solution ou non. L'évolution du pH de CCG dans l'eau distillée en fonction du temps est présentée sur la Figure I.3.

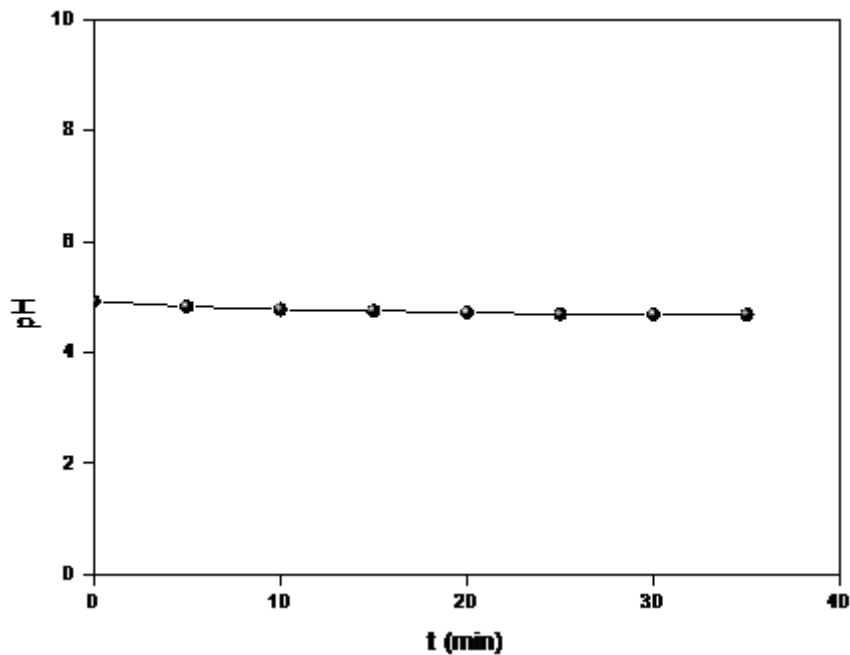


Figure I.3: Variation du pH en fonction du temps

La figure montre que la variation du pH est pratiquement constante de l'ordre de 5. Cela signifie que notre charbon ne libère pas des protons en solution aqueuse, donc il n'a pas d'influence sur le pH de la solution étudiée.

I.4. Test de stabilité de pH en fonction de la dose de l'adsorbant

L'évolution du pH de CCG dans l'eau distillée en fonction de la dose de l'adsorbant est présentée sur la **Figure I.4**. Cette figure montre que la valeur du pH reste pratiquement constante quel que soit la dose de CCG. Donc nous pouvons dire que la masse de l'adsorbant n'a aucun effet sur le pH de la solution.

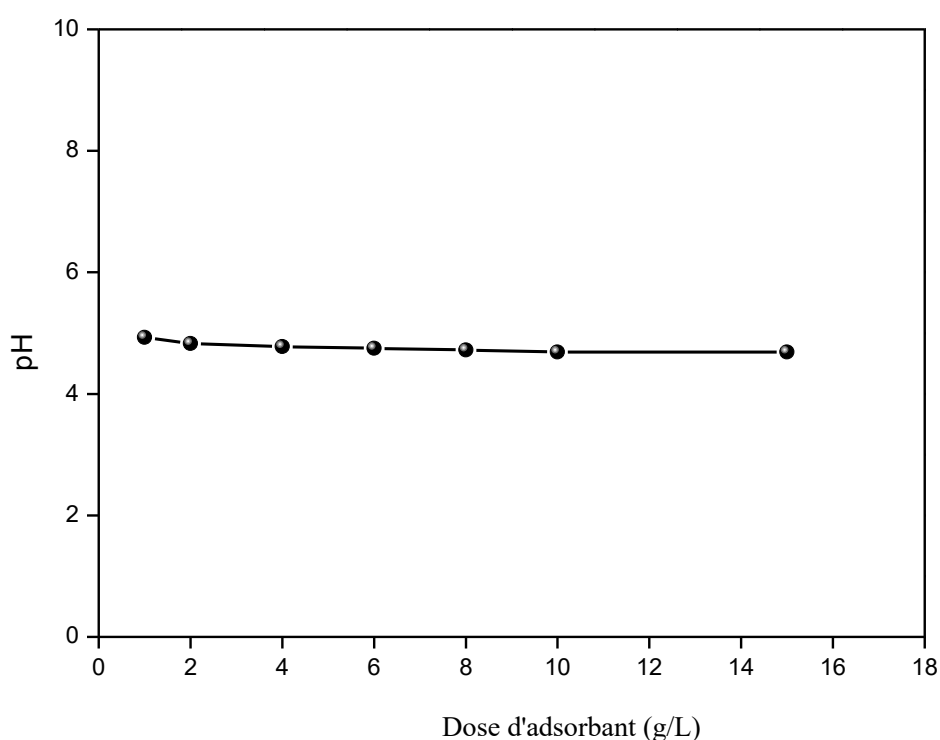


Figure I.4: Variation du pH en fonction de la dose de l'adsorbant

Les autres propriétés physico-chimiques du CCG étudiées au cours de ce travail sont résumées dans le **tableau I.2**

Tableau I.2 : Caractéristiques physico-chimiques de CCG

Caractéristiques	Valeurs
Humidité (%)	15,15
Matière sèche (%)	84 ,85
Cendre (%)	10,66
Conductivité (μS)	6,6
pH _{libre}	4,7
pH _{pzc}	5,11

II. Caractérisation de l'adsorbat « iode »

Spectres UV-visible de l'iode **Figure. II.1** présente une bande d'absorption maximale à 430 nm. Cette valeur est en accord avec celle reportée dans la littérature.

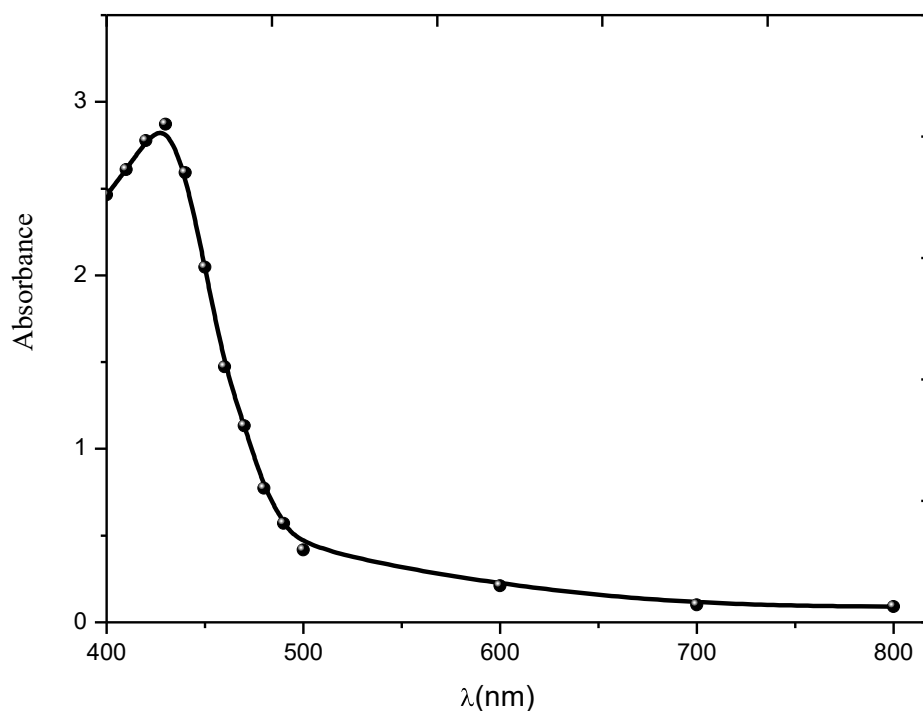


Figure II.1: Spectre UV-visible de l'iode

La courbe d'étalonnage de l'iode a été obtenue en utilisant des solutions de concentrations comprises entre **15** et **300 mg/L** à pH libre, température ambiante =20°C ; $\lambda=430$ nm. Les

données expérimentales, reportées sur le **figure II.2** indiquent une relation linéaire entre l'absorbance et la concentration. La droite montre bien une bonne linéarité avec un coefficient de régression R^2 proche de l'unité, ce qui montre que la loi de Beer-Lambert est bien vérifiée.

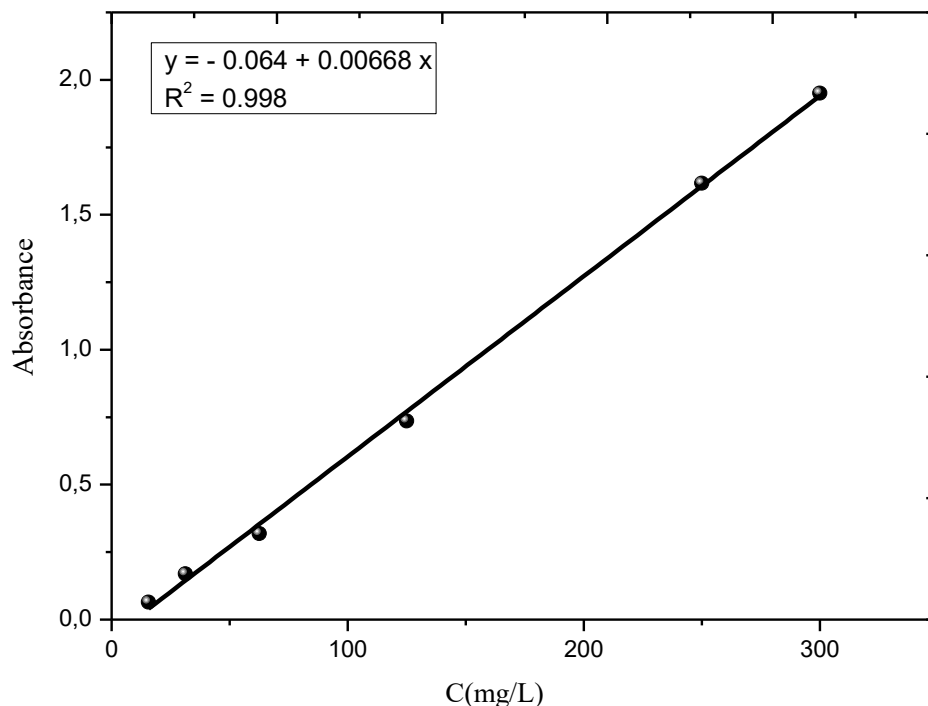


Figure II.2: Courbe d'étalonnage de l'iode

III. Etude paramétrique de l'adsorption

III.1. Influence de la concentration de l'iode et du temps de contact

La **figure III.1** montre l'effet de la concentration du polluant sur la cinétique d'adsorption. On remarque, la même allure des courbes est obtenue pour les différentes concentrations étudiées [51]. On remarque également une adsorption rapide au début puis un étalement avec une saturation. Une augmentation rapide de la capacité d'adsorption a lieu en quelques minutes (~ 3 minutes). On observe ainsi une seconde phase plus lente qui peut durer 10 minutes selon la concentration initiale en iode. Après cette phase on observe un palier de saturation s'établit au bout de 20 minutes.

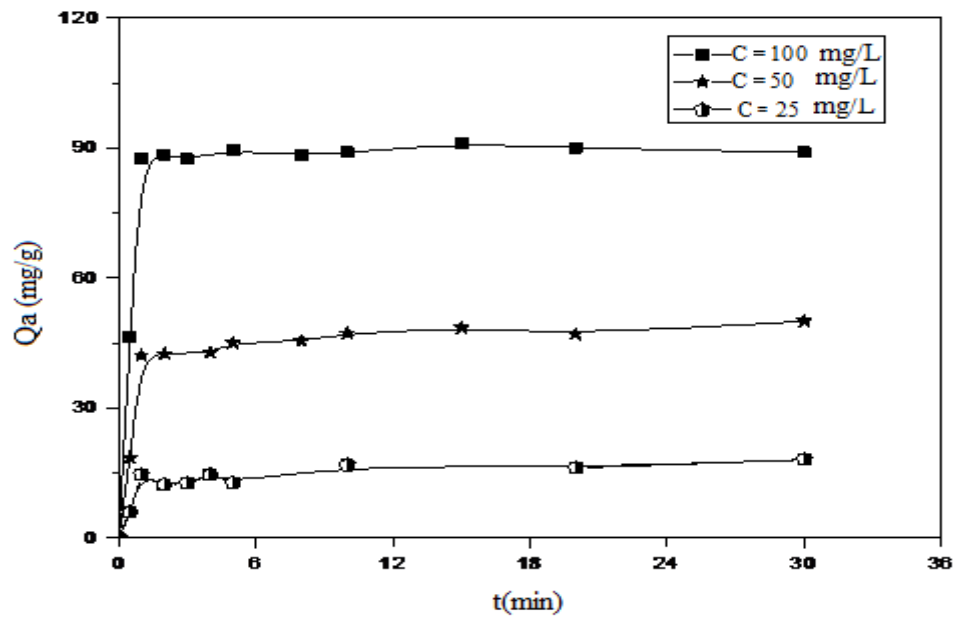


Figure III.1: Effet de la concentration initiale de l'iode et du temps de contact sur la capacité d'adsorption (pH libre; T ambiante; V = 10 ml; charbon= 0.01g)

III.2. Effet de la granulométrie

La figure III.2 illustre l'effet de la granulométrie de l'adsorbant sur la quantité de l'iode adsorbée. Nous remarquons que la capacité d'adsorption maximale est obtenue pour la granulométrie [850-900] μm , cette granulométrie optimale sera utilisée pour la suite du travail.

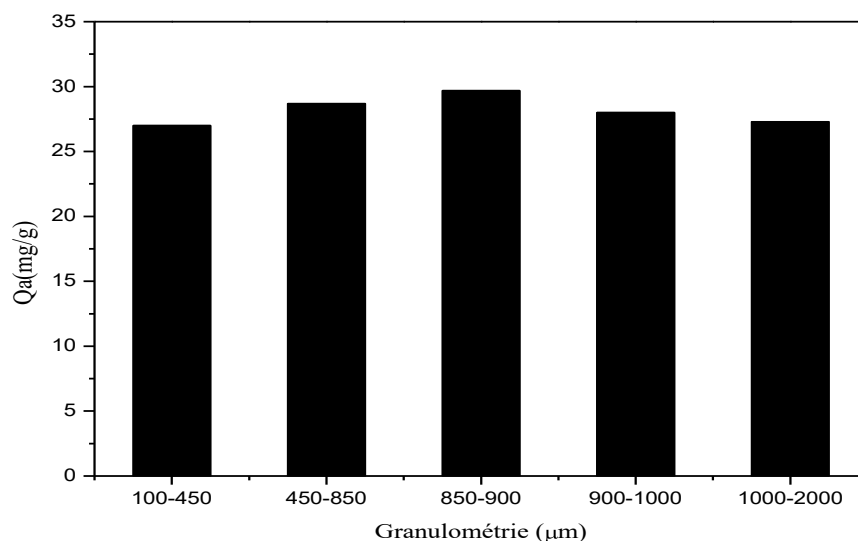


Figure III.2: effet de la granulométrie sur l'adsorption de L'iode (V=10 ml; T ambiante; $C_0 = 10 \text{ mg/L}$; t = 30 min)

III.3. Effet du pH

Le **Figure III.3** montre l'effet du pH sur l'adsorption de l'iode par les **CCG**. Les résultats présentés sur cette figure montrent que la quantité adsorbée diminue avec l'augmentation du pH de la solution. La quantité de l'iode adsorbée passe de 82.8 à 10 mg/g lorsque le pH passe de 1 à 7 respectivement avec un maximum de 85 mg/g à pH 2. Ces résultats peuvent être expliqués par la charge de la surface de les **CCG** qui est chargée positivement à des $\text{pH} < \text{pH}_{\text{pzc}}$ ce qui favorise l'attraction électrostatique entre les anions de l'iode et la surface de l'adsorbant. Par contre, dans les conditions de $\text{pH} > \text{pH}_{\text{pzc}}$ la surface de chardon est chargée négativement, ce qui engendre des répulsions électrostatiques entre l'adsorbant et l'adsorbat. Des résultats sénilaires ont été trouvés dans la littérature [52].

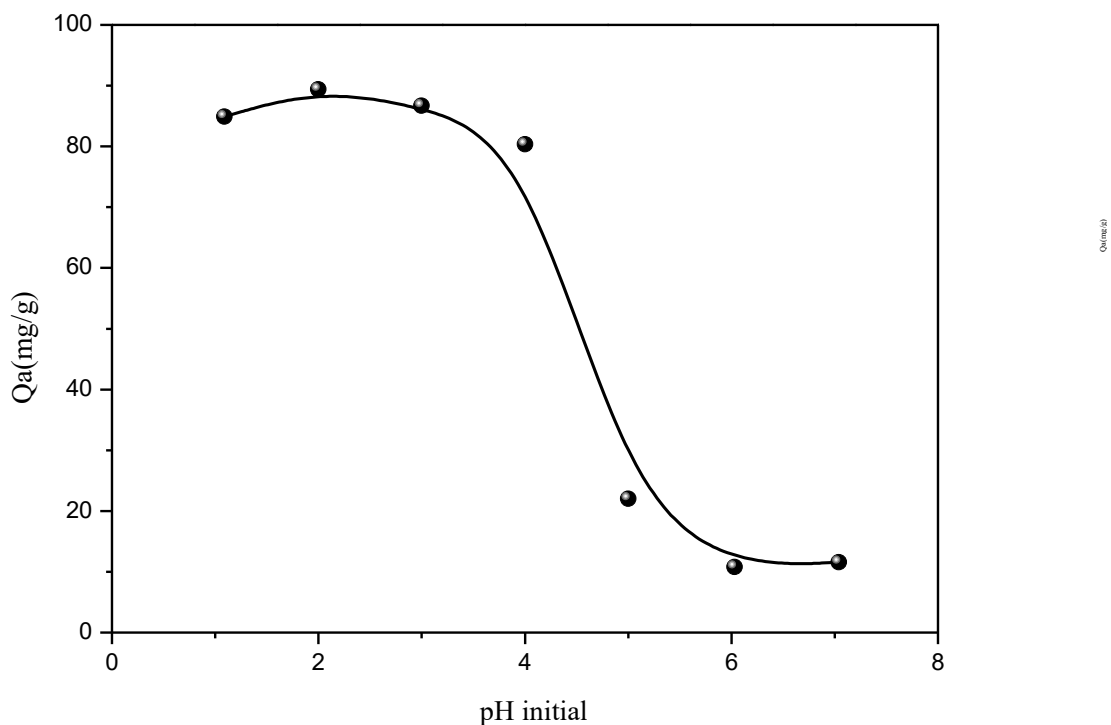


Figure III.3: effet du pH sur l'adsorption de L'iode ($V=20$ ml;
T ambiante; $C_0=300$ mg/L; $t = 30$ min

III.4. Effet de la vitesse d'agitation

L'influence de la vitesse d'agitation sur l'adsorption est représentée sur la courbe de la figure III.4 suivante.

On remarque que quantité adsorbée augmente avec l'augmentation de la vitesse d'agitation pour atteindre le maximum d'adsorption de 89 mg/g pour une vitesse d' agitation optimale de 500 trs/min, au-delà de cette valeur, elle diminue avec l'augmentation de l'agitation.

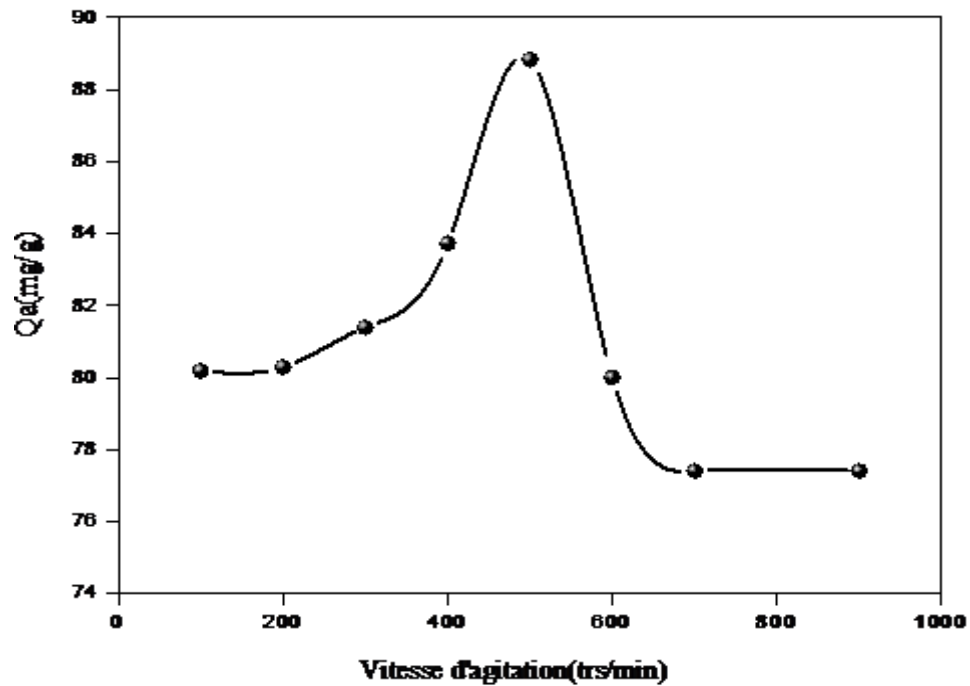


Figure III.4: Effet de la vitesse d'agitation sur la capacité d'adsorption $C_0=300\text{mg/L}$;
 $t= 40\text{min}$; pH libre)

III.5. Effet de la dose de l'adsorbant

La variation de la quantité adsorbée de L'iode en fonction de la dose est illustrée par la figure III. 5.

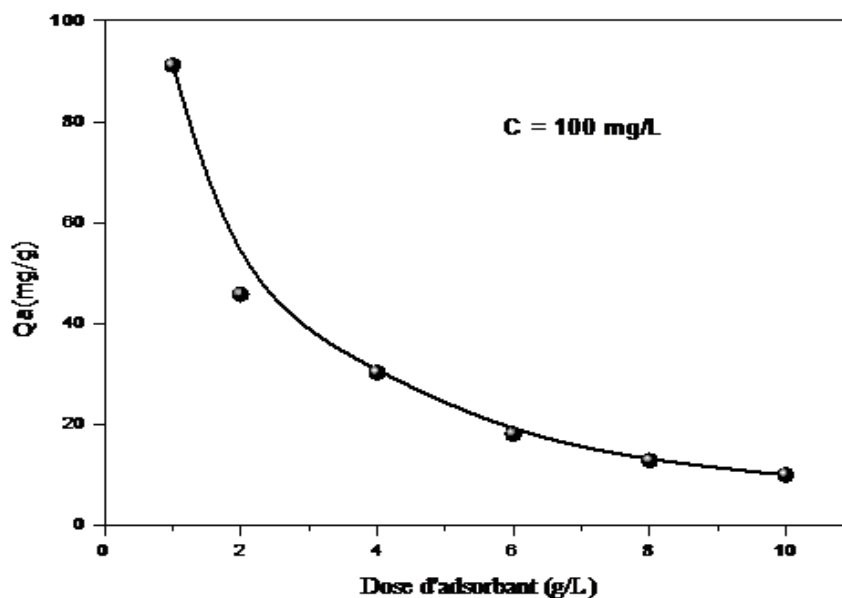


Figure III. 5: Effet de la dose de l'adsorbant sur la capacité d'adsorption $t=40\text{min}$; pH libre; $V = 10\text{mL}$)

Nous remarquons d'après la figure que la capacité d'adsorption est inversement proportionnelle à la dose de l'adsorbant. Le maximum d'adsorption de I_2 est observé pour une dose optimale de 1 g/L.

L'étude expérimentale des différents paramètres nous a permis de connaître les valeurs optimales qui sont consignées dans le **tableau III.1**

Tableau III.1 : Valeurs optimales des différents paramètres

Paramètres	Valeurs optimales
Temps de contact (min)	30
Granulométrie (μm)	850-900
pH	2
Vitesse d'agitation (trs/min)	500
Dose de l'adsorbant (g/L)	1

IV. Modélisation de l'isotherme d'adsorption

Les isothermes d'adsorption de l'iode par CCG pour différentes températures sont présentées sur la **Figure IV.1.**

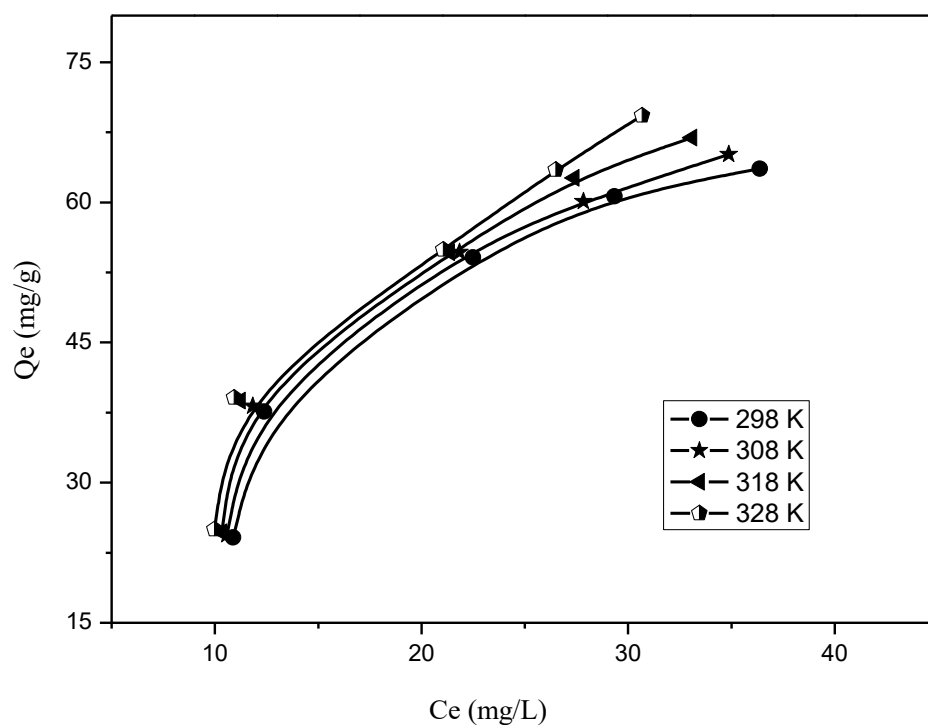


Figure IV.1 : Isothermes d'adsorption de l'iode par le CCG.

Les résultats de la modélisation l'isotherme d'adsorption de l'iode sur le charbon actif par application des modèles de Langmuir **Figure IV.2**, Freundlich **Figure IV.3** et Temkin **Figure IV.3** sont regroupés dans le **Tableau IV.1**.

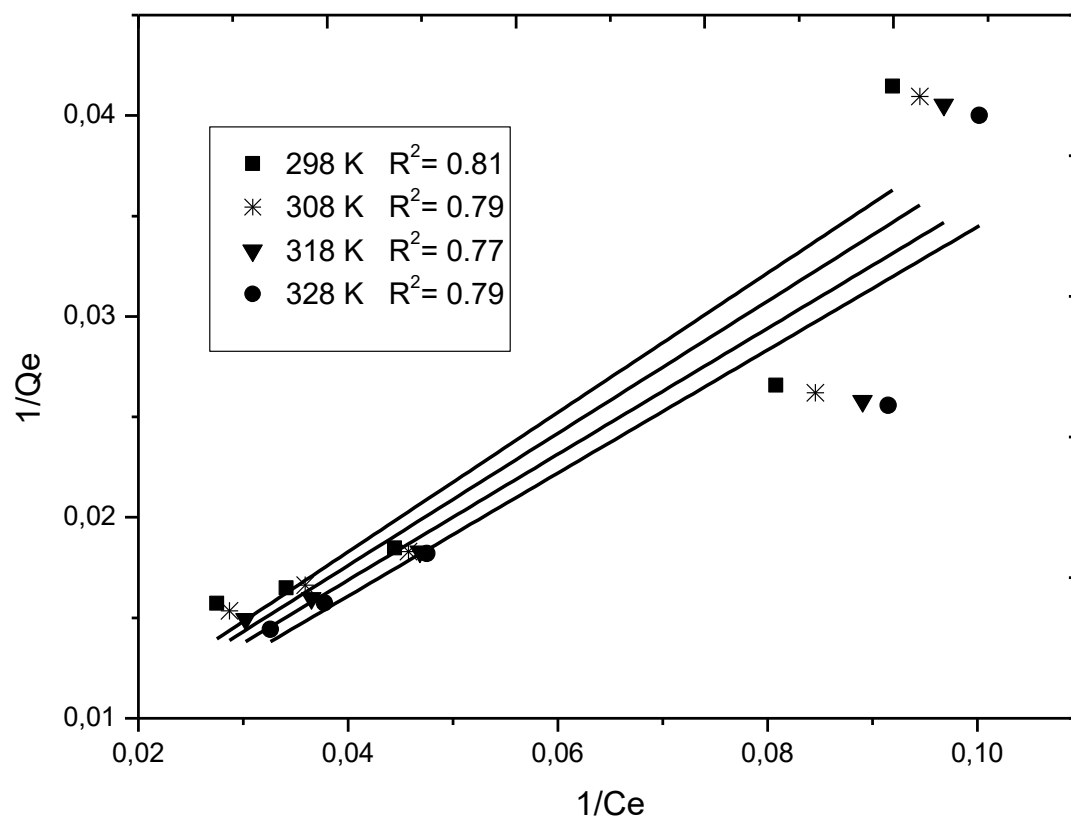


Figure IV.2: Figure Modélisation des isothermes de sorption par l'équation de Langmuir

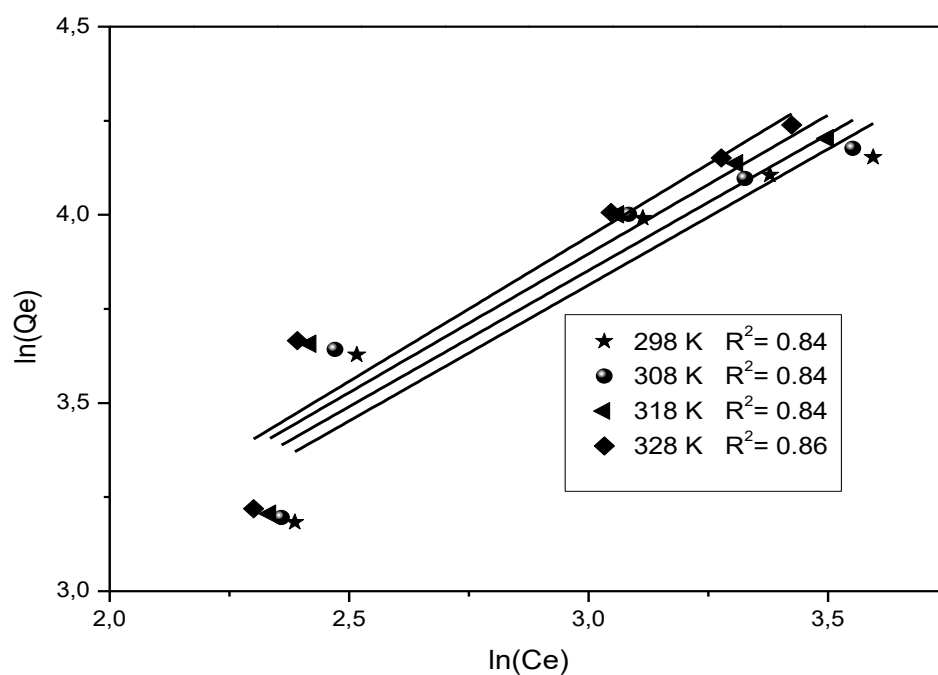


Figure IV.3: Modélisation des isothermes de l'adsorption par l'équation de Freundlich

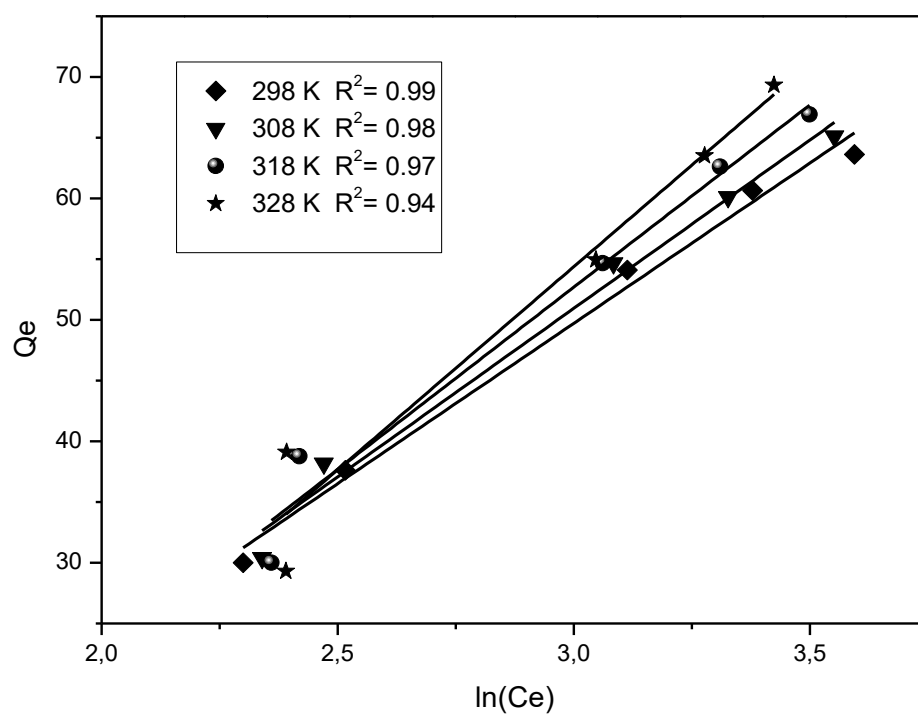


Figure IV.4: Modélisation des isothermes de l'adsorption par l'équation de Temkin

Tableau IV.1. Résultats de la modélisation de l'adsorption de l'iode sur le charbon actif

Modèle	Température K				
Langmuir		298	308	318	328
	R^2	0.811	0.794	0.770	0.790
	K_L	0.011	0.013	0.014	0.012
	$Q_{\max}(\text{mg/g})$	224.72	224.87	232.55	263.16
Freundlich	R^2	0.938	0.840	0.837	0.861
	$K_F (\text{mg/g})$	5.186	5.365	5.392	5.119
	$1/n$	0.723	0.724	0.737	0.770
Temkin	R^2	0.928	0.930	0.927	0.938
	$K_T (\text{L/g})$	0.32	0.31	0.28	0.25
	B_T	26.39	27.73	30.22	33.45

Parmi les modèles utilisés, nous pouvons constater que le modèle de Temkin présente une bonne corrélation comparés au modèle de Langmuir et Freundlich pour toutes les températures étudiées.

V. Paramètres thermodynamiques d'adsorption

La variation de $\ln (Q_e/C_e)$ en fonction de $1/T$ (**Figure V.1**) est une droite de pente $(\Delta H^\circ/R)$, d'ordonnée à l'origine $(\Delta S^\circ/R)$ et un bon coefficient de corrélation ($R^2 = 0,998$).

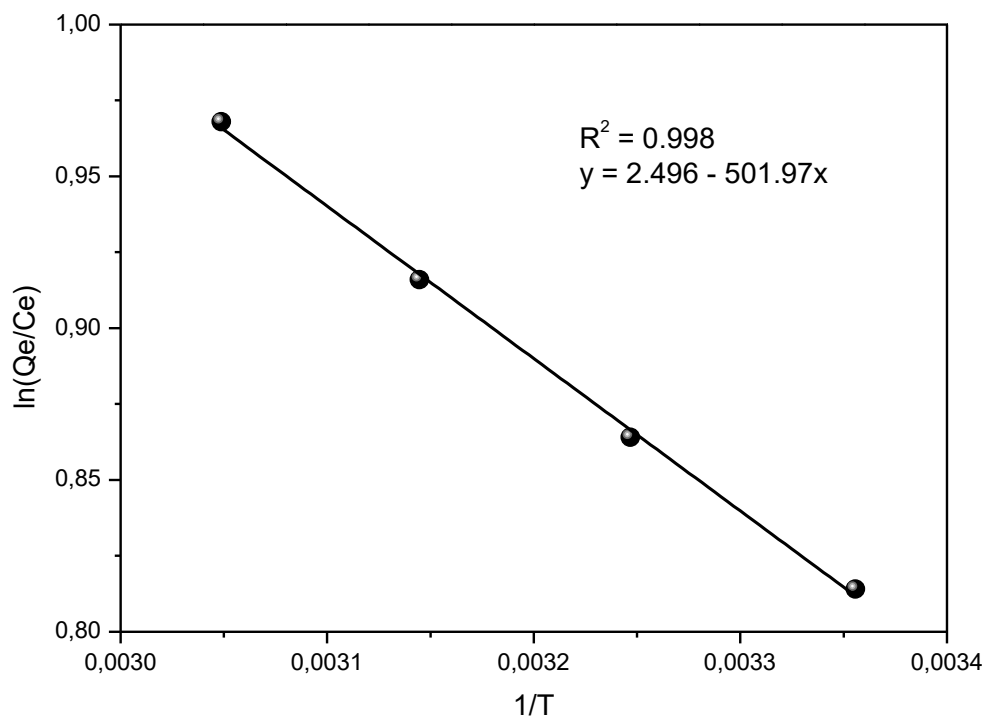


Figure V.1: Effet de la température sur l'adsorption de l'iode en solution aqueuse par le CCG. (pH = 2; m = 0,01 g; V = 10 mL; Temps de contact = 30 min; Agitation = 500 rpm)

Tous les paramètres thermodynamiques calculés à partir de la droite $\ln (Q_e/C_e)$ vs. de $1/T$ sont regroupés dans le Tableau V.1.

Tableau V.1: Paramètres thermodynamiques relatifs à l'adsorption de l'iode sur le CCG

ΔH° (kJ/mol)	ΔS° (J/mol.K)	ΔG° (kJ/mol)			
		Température (K)			
		298	308	318	328
4.171	20.753	-2.011	-2.223	-2.432	-2.644

- Les valeurs négatives de ΔG° indiquent que le processus d'élimination de l'iode en solution par le charbon actif élaboré à partir de cupules de glands est spontanée. Les valeurs décroissantes de ΔG° montrent que la réaction d'adsorption est thermodynamiquement favorisée avec l'augmentation de la température.
- La valeur calculée de l'enthalpie à différentes températures sont supérieures à zéro ($\Delta H^\circ < 0$), ce qui montre que ce procédé est endothermique.

- La valeur positive de ΔS° montre que l'adsorption de l'iode sur le CCG s'accompagne d'une diminution de l'ordre dans le système.

V.1. Effet de la température

L'influence de la température sur l'adsorption de l'iode par le biomatériau est présentée sur la **Figure V.2**. D'après cette figure on peut constater que la capacité d'adsorption augmente avec l'augmentation de la température ceci est vraisemblablement dû à l'amélioration de la diffusion de l'iode au site actif de l'adsorbant. Ainsi que l'élévation de la température augmente la mobilité des molécules, et augmente la force des liaisons entre l'adsorbat et l'adsorbant. Des résultats similaires ont été rapportés dans la littérature [53]

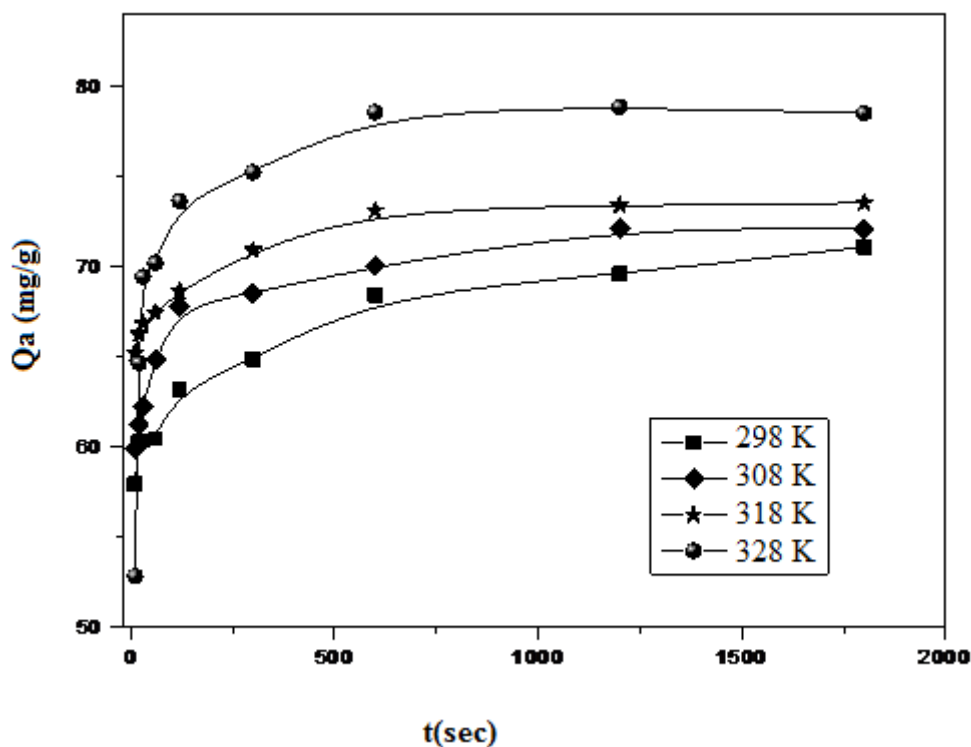


Figure V.2. Cinétique d'adsorption de l'iode en fonction de la Température sur le charbon actif.

V.2. Modélisation de la cinétique d'adsorption de l'iode

Les résultats de la modélisation de l'adsorption de l'iode sur le charbon actif par application de modèle cinétique de pseudo-second ordre **Figure VI.2** et de pseudo-premier ordre **Figure VI.3** sont regroupés dans le **Tableau VI.1**. Parmi les modèles utilisés, nous pouvons constater que le modèle de pseudo-second ordre est adéquate car les quantités adsorbées calculées par ce modèle sont comparable aux quantités obtenues

expérimentalement ou les coefficients de corrélations sont bons ($R^2 = 0.999$) pour toutes les températures étudiées.

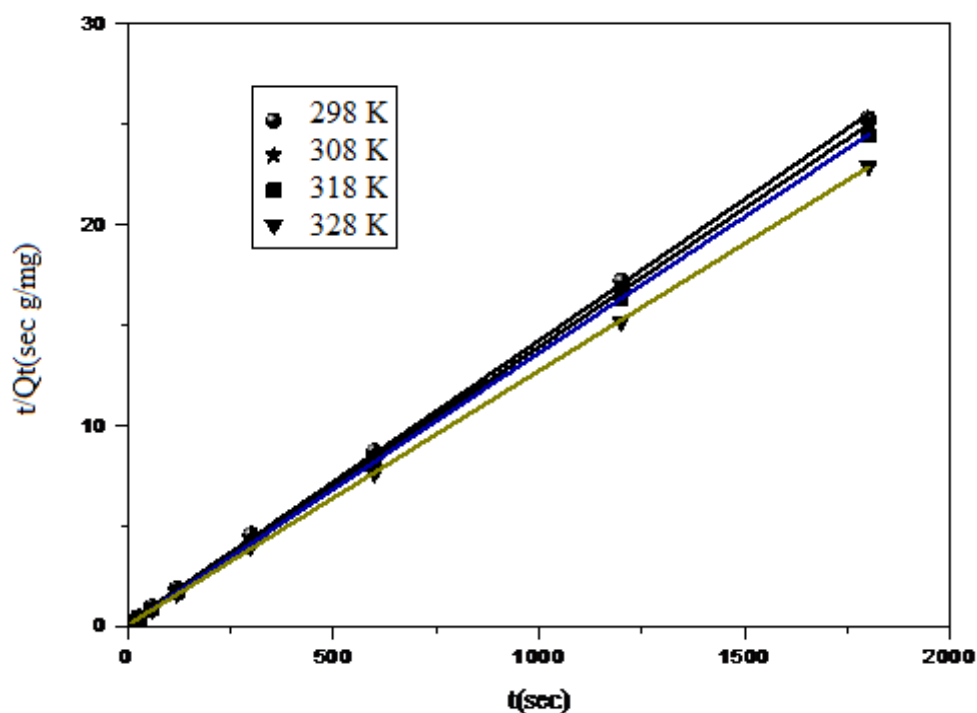


Figure V.3 : Cinétique d'adsorption de pseudo-second Ordre de l'iode sur le charbon actif.

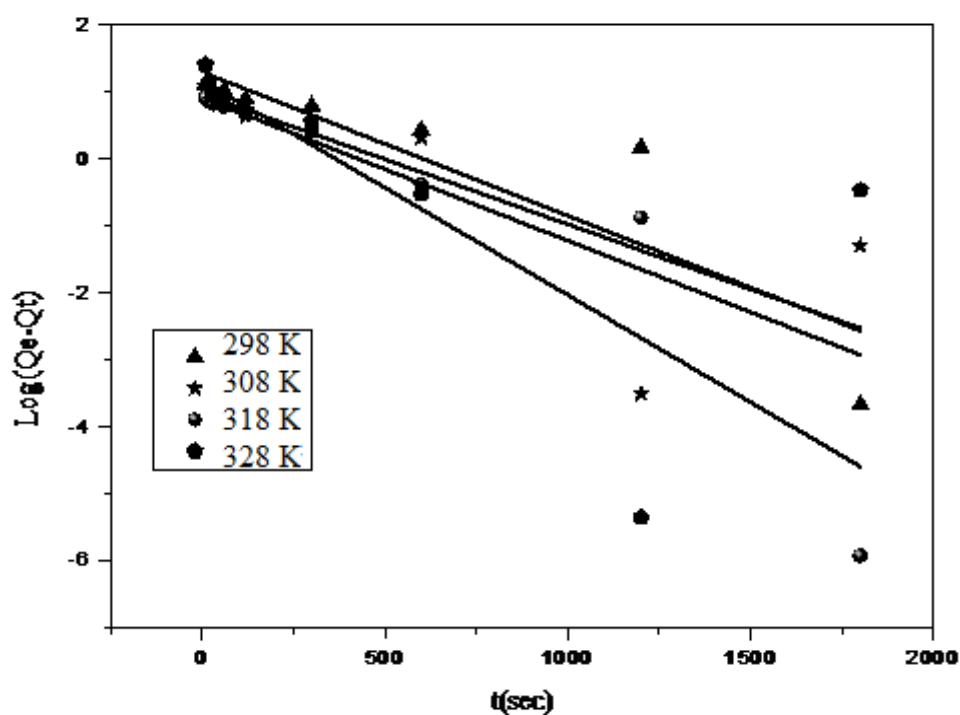


Figure V.4: Cinétique d'adsorption de pseudo-premier ordre de l'iode

Tableau V.2: Résultats de la modélisation de la cinétique de dissolution

Modèle		Température (K)			
		298	308	318	328
Pseudo-premier ordre	R^2	0.775	0.605	0.840	0.338
	$Q_{e(\text{exp})}$ (mg/g)	20.091	9.354	15.031	8.318
	$Q_{e(\text{cal})}$ (mg/g)	71.221	72.100	73.423	78.665
	k (L/min)	5.067	4.376	7.369	4.606
Pseudo-second ordre	R^2	0.999	0.999	0.999	0.999
	$Q_{e(\text{exp})}$ (mg/g)	71.428	71.430	73.746	78.989
	$Q_{e(\text{cal})}$ (mg/g)	71.221	72.100	73.423	78.665
	k_2 (g/mg/min)	$1.13 \cdot 10^{-3}$	$1.81 \cdot 10^{-3}$	$2.60 \cdot 10^{-3}$	$2.06 \cdot 10^{-3}$

Les résultats relatifs à l'influence de la température sur le processus d'adsorption sont consignés dans le **tableau V.3**.

Tableau V.3. Energie d'activation associée à l'adsorption de l'iode sur le charbon actif

Constante	Pseudo premier ordre	Pseudo-second ordre
R^2	0.905	0.899
E_a (kJ/mol)	30.899	23.844

L'énergie d'activation, est une grandeur qui donne une idée du type de l'adsorption, telle qu'adsorption physique ($0-40 \text{ kJ mol}^{-1}$) ou adsorption chimique ($40-800 \text{ kJ mol}^{-1}$) [54]. Nous pouvons constater que le type d'adsorption de l'iode sur le CCG est physique remarquer que le modèle de pseudo premier ordre se traduit par une énergie d'activation maximale, par opposition au modèle de pseudo-second ordre qui génère une valeur minimale (70.899 kJ/mol). Ces valeurs appartiennent à la gamme ($0,2$ à 80 kJ/mol) trouvé pour la diffusion des ions dans les petits pores de la zéolithe [55].

A decorative graphic of a scroll, rendered in a light gray color, framing the text. It features a vertical bar on the left and a horizontal bar at the top, with rounded ends and a slight 3D effect.

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette étude est consacrée à l'élimination d'un polluant en solution aqueuse par adsorption. Bien que la quantité de l'iode rejetée dans l'environnement soit faible, l'accumulation de ce produit constitue un risque potentiel pour l'homme, la faune et la flore à long terme.

L'adsorption est réalisée sur un charbon actif élaboré d'un résidu de l'agriculture appelé cupules de glands (CCG). L'ensemble des résultats obtenus ont permis d'aboutir aux conclusions suivantes :

- ✓ Le charbon préparé CCG ne libère pas des protons en solution aqueuse.
- ✓ L'étude de l'effet de pH montre que l'adsorption se fait de façon efficace dans le milieu acide (pH=2).
- ✓ La capacité d'adsorption diminuée respectivement avec l'augmentation de la masse de charbon actif. Le maximum d'adsorption est observé pour une dose optimale de 1 g/L.
- ✓ La modélisation de la cinétique l'adsorption est montrée que la cinétique est contrôlée par le modèle du pseudo deuxième ordre. Cela est clairement confirmé par la valeur de facteur de corrélation correspondants à ce modèle $R^2 = 0.99$.
- ✓ Le modèle de Temkin modélise mieux l'adsorption de l'iode sur le charbon préparé pour toutes les températures étudiées.
- ✓ Les isothermes d'adsorption sont compatibles avec le modèle d'adsorption de Temkin.

Cette étude ouvre la voie à des investigations futures pour la valorisation des déchets végétaux en les exploitants dans le domaine d'épuration par le procédé d'adsorption de protection de l'environnement d'une manière générale.

Nous proposons d'approfondir ce travail en étudiant :

- La caractérisation de CCG par d'autres techniques (DRX, TGA...)
- Tester l'adsorbant pour d'autre polluants (métaux lourds, produits pharmaceutiques, colorants, ...).
- Chercher le meilleur procédé de régénération.

A decorative scroll frame with a light gray background and a black border. The frame has a vertical strip on the left side and a horizontal strip on the top. The corners are rounded, and there are small gray circular accents at the top-left and top-right corners of the main frame.

Les Références

Les Références

- [1] **Nigarn. P, Bonat L.M, Singh. D, Marchant. R.1996.** Use of activated carbons prepared from sawdust, *Process biochem*, 31, p.435- 442.
- [2] **FuY Viraraghavan.T. 2001.** Fungal de colorization of dye waste waters, review.*Bioresource technology*, 79, p.251-262.
- [3] **Bhattacharya A.K, Venkobachar .C.1984.** Removal of Cadmium (II) by Low Cost Adsorbents .*J,Environ EngASCE*, , 110, p.110-122.
- [4] **Khare S.K, Srivastava K.K, Singh R.M. 1987.**Jute Stick Powder As a Potential Biomass for The Removal of Congo Red and Rhodamine B From Their Aqueous Solution, *J.chem. Techno biotechnol*, ,38, p.99-104.
- [5] **Sartape. A, Mandhare. A, Salvi. P, Pawar. D, Raut. P, Anuse. M, Kolekar. S 2012.**Removal of Bi (III) with Adsorption Technique Using Coconut Shell Activated Carbon. *Chinese Journal of Chemical Engineering*,. **20**(4): 768-775.
- [6] **Cazetta L A, Junior PO, Vargas MMA, dasilva PA, Zou X, Asefa T, Almeida CV. 2013.** Thermal regeneration study of high surface area activated carbon obtained from coconut shell.Characterization and application of response surface methodology. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. **101**: 53-60.
- [7] **Martínez de Yuso A, Rubio B, Teresa Izquierdo M. 2014.**Influence of activation atmosphere used in the chemical activation of almond shell on the characteristics and adsorption performance of activated carbons .*Fuel Processing Technology*. **119**: 74-80
- [8] **Girgis BS, El-Hendawy A.2002.**Porosity development in activated carbons obtained from date pits under chemical activation with phosphoric acid. *Micropor. Mesopor. Mater.* **52**(2): 105-117.
- [9] **Vargas .AMM, Cazetta. AL, Garcia. CA,Moraes. JCG, Nogami. EM, Lenzi .E, Costa .WF, Almeida .VC. 2011.** Preparation and characterization of activated

carbon from a new raw lignocellulosic material: Flamboyant (*Delonix regia*) pods. *Journal of Environmental Management*. **92**(1): 178-184.

[10] **Abbas. M, Aksil .T, Trari. M. 2018.** Removal of toxic methyl green (MG) in aqueous solutions by apricot stone activated carbon-equilibrium and isotherms modeling. *Desalination and water Treatment* 125, 93-101

[11] **Harrache. Z, Abbas. M, Aksil. T, Trari.M. 2019.** Modeling of adsorption isotherms of (5, 5'-Disodium indigo sulfonate) from aqueous solution onto activated carbon: equilibrium, thermodynamic studies, and error analysis. *Desalination and Water Treatment* 147, 273-283.

[12] **Boudy. P. 1950.** Economie forestière Nord-africaine. Tome 1. Fascicule 1. Edition Larousse, Paris V. 686p.

[13] **Sedira. N.** Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes. Mémoire de magister (2013), p 30.

[14] [http://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Charbon actif&oldid=75679853](http://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Charbon_actif&oldid=75679853).

[15] **Shahid Ayoub .2010** «Simulation et optimisation de procédés d'adsorption modulée en pression - Formulation et résolution à l'aide de l'optimisation dynamique hybride » Thèse Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine.

[16] **Chitour. C.E. 1992.** Physico-chimie des surfaces, les interfaces gaz-solide et liquide-solide vol 2, édition O.P.U, Alger.

[17] **Montacer. H, 1999** .Contribution à l'étude du devenir de la Therbutylazine dans le sol et l'eau. These de doctorat d'état.

[18] **Senesi N. J. 1992,** The science of the total environment, pp 63-76,123-124.

[19] **Koller .E. 2005**Aide-mémoire, génie chimique, 2ème édition Dunod, pp 364-366,374- 375.

[20] **Mekhalif .F, (2009),** Réutilisation des eaux résiduaires industrielles épurées comme eau d'appoint dans un circuit de refroidissement. Mémoire de magistère.

[21] **Berné .F, Cordonnier .J, (1991),** Traitement des eaux, édition technip, p 193.

[22] **Bensal .R. C, Donnet .J-B, Stoeckly. F, (1988),** Active carbon, marcel dekker inc.

[23] **Stumm. W, Morgan .J.J, (1981),** Aquatic chemistry, Wiley- interscience, John Wiley et Sons, 2 nd edition

[24] **Desjardins .R , (1990),** Le traitement des eaux. 2ème édition revue et améliorée, édition de l'Ecole polytechnique de montréal.

- [25] **Ferrandon .O, Bouabane .H, Mazet .Z, (1995),** Contribution à l'étude de la validité de différents modèles, utilisés lors de l'adsorption de solutés sur charbon actif, Revue des sciences de l'eau, 8pp 183-200.
- [26] **Temkin. M. J, and Pyzhev. V, (1940).**Recent modifications to Langmuir isotherms, ActaPhysicochimica.U.R.S. S.12.217-222.
- [27] **Philippe. K, (2011),** Zéolithes et chimie organique : Elaboration de nouvelles voies de synthèses vertes, Thèse de doctoratpp 3-4.
- [28] **Yuh-Shan .H,**Review of lagergren kinetic rate equation on adsorption reactions, Scientometrics, vol 59, no 1, (2004), pp 171-177.
- [29]**SelhanKarago.z. a, TurgayTay. b, SuatUcar .a, Murat Erdem. B, (2008),**Activated carbons from waste biomass by sulfuric acid activation and their use on methylene blue adsorption.BioresourceTechnology ,99.
- [30] **Manole Crenga. C, (2009),** Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique), Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse.
- [31] **Lian-Ming S, Francis .M, mars 2009 ,**Traité Génie des Procédés, technique de l'ingénieur, vol JB2, adsorption Aspects théoriques, centre français, J2730, J 2731, pp 3,4,8,.
- [32] **Benarima .A, Kouadri .M , (2017),** Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de coquilles d'œufs. Mémoire de master académique p12.
- [33] **Khirani. S, (2007),** Procédés hybrides associant la filtration membranaire et l'adsorption/échange ionique pour le traitement des eaux usées en vue de leur réutilisation. Thèse de doctorat, institut national des sciences appliquées de Toulouse,
- [34] **Clausse. M, (2008),** Etude d'un procédé d'adsorption TSA (Température swing Adsorption) à chauffage et refroidissement indirects, Thèse de doctorat.
- [35] **Tadjia .D, (2011),** Étude de la préparation d'un charbon actif à partir des grains d'olives et application sur des rejets industriels, Thèse de magister pp 3-10.
- [36] **S. M. Monacha et al.** Porous carbon, vol 28, 2003, pp 335- 348.
- [37] **Yahiaoui.N , (2012),** Etude de l'adsorption des composes phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium hydroxyapatite et charbon actif. Mémoire de magistère

- [38] **Bouziane .N, (2007),** Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. Mémoire de magister en Chimie, Université mentouri de constantine pp 4-5,16.
- [39] **Cadrot .C , (1999),** Génie de l'environnement, les traitements de l'eau, procédés physicochimiques, cours et problèmes résolus, ellipses, pp 89-90.
- [40] **F. Edeline.** L'épuration physico-chimique des eaux, théorie & technologie, 3eme édition, (1996), pp 262-263.
- [41] **M. Moll, N. Moll.** Additifs alimentaires et auxiliaires technologiques, 2eme édition, (1998), p 157.
- [42] **Versini. F, (1991),** Le charbon de bois activé, rouge et vert édition.
- [43] **Nîmes , (1992),** Épuration digestive lors des intoxications digestives.
- [44] **Bestani .B, (2005),** Amélioration du pouvoir d'adsorption d'une plante saharienne en vue de l'élimination de substances organiques et inorganiques, Thèse de doctorat, Université Abdelhamid Ibn Badais de Mostaganem.
- [45] **Salah .M, (2011),** préparation et caractérisations d'un charbon actif à partir d'un bitume d'origine pétrolière activation par voie chimique. Mémoire de master en chimie p18.
- [46] **Quoc-Tuc DINH .M, (2007),** « Transferts et comportements d'antibiotiques à l'échelle du bassin versant élémentaire » thèse de doctorat de l'école pratique des hautes études.
- [47] **Ghasemian. E, Palizban. Z, (2016),** Comparisons of azo dye adsorptions onto activated carbon and silicon carbide nanoparticles loaded on activated carbon. Int. J. Environ. Sci. Technol. 13:501–512.
- [48] **Giles.C.H, Macewan. T.H, Smith.D,(1960),**Journal of Chemical Society, Part XI .3973- 3993.
- [49] **Meena. A.K., Kadirvelu. K, Mishraa. G.K, Rajagopal, C, Nagar, P.N, (2008),** Adsorption of Pb (II) and Cd (II) metal ions from aqueous solutions by mustard husk. J. Hazard. Mater. 150, 619.
- [50] **Banerjee .S, Chattopadhyaya M.C. (2017) ,**Adsorption characteristics for the removal of a toxic dye, tartrazine from aqueous solutions by a low cost agricultural by-product. Arabian Journal of Chemistry. 10, 1629–1638.
- [51] **Jirekar .D, Ghumare. P, (2022),** Comparative Study of Adsorption of Red Gram Seed Husk for the Adsorption of Congo Red, Crystal Violet, and Methylene Blue from Aqueous Solution. Journal of Science and Technology. 7(03). 35-41

[52] Lenntech « FAQ sur la pollution de l'eau » **Deniz. F (2014)**, Optimization of biosorptive removal of dye from aqueous system by cone shell of calabrian pine. Sci World J 2014:1–10.

[53] Aldemir.A, Turan, A, Kul Koyuncu· A.R.H. (2022), Comprehensive investigation of Basic Red 46 removal by pinecone adsorbent: experimental, isotherm,

[54] Inglezakis .V.A ,Zorpas. A, (2012), Heat of adsorption, adsorption energy and activation energy in adsorption and ion exchange systems. Desalination and Water Treatment. 39 149–157.

[55] Schneider C.A., Schneider D.J. (2011) Iodine extraction process. United States Patent No 0108486 A1.

.

.

ملخص

تمت دراسة امتزاز محلول مائي من اليود الهدف من هذا العمل هو تطوير ووصف وتقييم أداء الكربون المنشط المحضر من المخلفات الزراعية او ما يسمى بقبعات البلوط. أجريت العديد من التجارب بصيغة متقطعة تحت التحريك . من خلال هذه التجارب استنتجنا ان قدرة الامتزاز تتأثر بعدة عوامل مرتبطة بوسط الممتزات . يتم وصف حركية الادمصاص للممتزين بنموذج شبه الدرجة الثانية و نموذج شبه الدرجة الاولى حيث تبين من خلال دراستنا أن نموذج شبه الدرجة الثاني توافق جيدا مع النتائج التجريبية. كما تبين من منحنى الأيسوثرم (isotherme) أن نموذج تمكين (temkin) هو الانسب لوصف هذه البيانات التجريبية. تم العثور على الكربون المنشط المحضر ليكون فعالا في إزالة اليود ويمكن أن يكون مادة بديلة مثيرة للاهتمام.

الكلمات المفتاحية

امتزاز، اليود، الكربون المنشط المحضر، قبعات البلوط، تمكين

Résumé

L'adsorption d'une solution aqueuse d'iode a été étudiée.

L'objectif de ce travail est d'élaborer, caractériser et évaluer les performances d'un charbon actif préparé à partir d'un résidu de l'agriculture appelé cupules de glands (CCG). Les essais d'adsorption en mode batch nous ont permis de constater que la capacité d'adsorption est influencée par divers paramètres liés au milieu et à l'adsorbant. La cinétique d'adsorption est décrite par le modèle de pseudo-second ordre et le modèle de premier ordre. Les données expérimentales s'ajustent très bien au modèle cinétique du pseudo second ordre. Le modèle de Temkin semble être le plus adéquat pour décrire les données expérimentales.

Le charbon actif préparé s'avère efficace dans l'élimination de l'iode et pourrait être un matériau alternatif intéressant.

Mots clés : Adsorption, Iode, Charbon actif préparé, Cupules de glands, Temkin.

Abstract

The adsorption of an aqueous solution of iodine has been studied.

The objective of this work is to develop, characterize and evaluate the performance of activated carbon prepared from an agricultural residue called oak cups (CCG). The adsorption tests were conducted in batch mode; It was found that the adsorption capacity is influenced by various parameters related to the system adsorbat/adsorbent. The adsorption kinetics are described by the pseudo-second order and the pseudo-first order equation. The experimental data fitted very well the pseudo second-order kinetic model. The Temkin model seems to be the most adequate to describe the experimental data.

Prepared activated carbon is found to be effective in removing iodine and could be interesting alternative material.

Keywords: Adsorption, Iodine, Prepared activated carbon, Oak cups, Temkin.