



## (12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication : **MA 31127 B1** (51) Cl. internationale : **B09B 3/00**

(43) Date de publication :  
**01.02.2010**

---

(21) N° Dépôt :  
**31126**

(22) Date de Dépôt :  
**16.07.2008**

(71) Demandeur(s) :  
**UNIVERSITE HASSAN II MOHAMMEDIA - CASABLANCA, AVENUE HASSAN II MOHAMMEDIA (MA)**

(72) Inventeur(s) :  
**RABIA WAHBI ; NAIMA HANAFI ; MINA OUMAM ; HASSAN HANNACHE**

(74) Mandataire :  
**OUMAM MINA**

---

(54) Titre : **PROCEDE D'ELABORATION DU CHARBON ACTIF A PARTIR D'ECORCE DE GRENADE**

(57) Abrégé : LA PRÉSENTE INVENTION CONSISTE À DÉVELOPPER UN NOUVEAU PROCÉDÉ D'ÉLABORATION DE CHARBON ACTIF À PARTIR D'ÉCORCE DE GRENADE, PRODUIT ISSU DES DÉCHETS ALIMENTAIRES. DANS CETTE ÉTUDE NOUS AVONS PU ÉLABORER DE CHARBON ACTIVÉ AVEC DES CARACTÉRISTIQUES DÉVELOPPÉES DANS DES CONDITIONS MODÉRÉES DE TEMPÉRATURES (500C). LA CARACTÉRISATION DU PRODUIT AINSI ÉLABORÉ A MONTRÉ QUE LE CHARBON ACTIVÉ A DES PROPRIÉTÉS TEXTURALES ET STRUCTURALES TRÈS DÉVELOPPÉES (SURFACE SPÉCIFIQUE 1500M2/ G) CE QUI CONFIRME LEUR GRANDE CARACTÈRE ADSORBANT. L'ANALYSE CHIMIQUE ÉLÉMENTAIRE EFFECTUÉE PAR UN SPECTROMÈTRE À DISPERSION D'ÉNERGIE (EDS) LIÉE AU MEB A MONTÉ LA FORTE TENEUR EN CARBONE 83.44%. EN PLUS L'ÉTUDE DE LA CHIMIE DE SURFACE A MONTRÉ LA FORCE PRÉSENCE DE GROUPEMENTS ACIDES (FONCTION CARBOXYLIQUE ET HYDROXYLE) QUI JOUENT UN RÔLE TRÈS IMPORTANT DANS LE PROCESSUS D'ADSORPTION. A L'OBTENTION DES RÉSULTATS OBTENUS, ET DANS LE BUT D'UNE INDUSTRIALISATION, NOUS AVONS TESTÉ L'EFFET ADSORBANT DU CHARBON ACTIF ÉLABORÉ VIS À VIS DES IONS MÉTALLIQUES (CUIVRE, PLOMB ET CHROME) ET DES BACTÉRIES (ESCHERICHIA COLI). LES PREMIERS TESTES ONT MONTRÉ QUE LE CHARBON ACTIF ÉLABORÉ POSSÈDE UN POUVOIR ADSORBANT DES MÉTAUX LOURDS TRÈS INTÉRESSANT AINSI QU'UNE CAPACITÉ D'ADSORPTION

VIS À VIS DES BACTÉRIES. LE CHARBON ACTIF ÉLABORÉ À PARTIR DES ÉCORCES DE GRENADE EST UN BON ADSORBANT DES POLLUANTS ORGANIQUES ET INORGANIQUES PRÉSENTS DANS L'EAU. IL POURRAIT ÊTRE UTILISÉ DANS LES STATIONS D'ÉPURATION.

## RESUME

### **PROCEDE D'ELABORATION DU CHARBON ACTIF A PARTIR D'ECORCE DE GRENADE**

La présente invention consiste à développer un nouveau procédé d'élaboration de charbon actif à partir d'écorce de grenade, produit issu des déchets alimentaires.

Dans cette étude nous avons pu élaborer de charbon activé avec des caractéristiques développées dans des conditions modérées de températures (500°C). La caractérisation du produit ainsi élaboré a montré que le carbone activé a des propriétés texturales et structurales très développées (surface spécifique > 1500m<sup>2</sup>/g) ce qui confirme leur grande caractère adsorbant. L'analyse chimique élémentaire effectuée par un spectromètre à dispersion d'énergie (EDS) liée au MEB a montré la forte teneur en carbone 83.44%. En plus l'étude de la chimie de surface a montré la forte présence de groupements acides (Fonction carboxylique et hydroxyle) qui jouent un rôle très important dans le processus d'adsorption.

A l'optique des résultats obtenus, et dans le but d'une industrialisation, nous avons testé l'effet adsorbant du charbon actif élaboré vis à vis des ions métalliques (cuivre, plomb et chrome) et des bactéries (Escherichia Coli). Les premiers testes ont montré que le charbon actif élaboré possède un pouvoir adsorbant des métaux lourds très intéressant ainsi qu'une capacité d'adsorption vis à vis des bactéries

Le charbon actif élaboré à partir des écorces de grenade est un bon adsorbant des polluants organiques et inorganiques présents dans l'eau. Il pourrait être utilisé dans les stations d'épuration.

✓

## DESCRIPTION DE L'INVENTION

09 FEV 2010

L'écorce de grenade est un résidu alimentaire du fruit de grenade, qui contient une grande proportion de tanins dont la structure est riche en carbone.

Dans cette étude l'activation chimique est réalisée par ajout d'acide phosphorique, généralement utilisée pour les précurseurs lignocellulosiques en conduisant à une distribution poreuse très étendue dans le matériau. Cet agent chimique intervient comme catalyseur de la déshydratation et la protection de la matière organique par inhibition des réactions d'oxydation du carbone. De même il favorise le développement d'une structure tridimensionnelle et par suite la porosité d'adsorbant.

Le procédé adopté est l'activation chimique d'écorce de grenade, broyée (diamètre  $\varnothing < 100\mu\text{m}$ ) et sèche dans un système fermé à l'étuve pendant 4 heures à  $110^{\circ}\text{C}$ , par l'acide phosphorique de concentration à 80%, avec un rapport massique (acide/précurseur) égale à 1. Le malaxage des ingrédients est effectué pendant une durée de 10mn à température ambiante. La pâte obtenue est introduite dans une nacelle à l'étuve pendant 24 heures à  $120^{\circ}\text{C}$ . Le produit carboné résultant, est traité thermiquement sous air, dans un four à moufle, à différentes températures (entre  $250$  et  $600^{\circ}\text{C}$ ) pendant une heure. Les échantillons sont ensuite lavés à l'eau distillée dans un soxhlet pendant 72 heures, a fin d'extraire l'acide en excès, puis séchés dans l'étuve à  $80^{\circ}\text{C}$  pendant 12 heures. Les produits sont broyés (granulométrie inférieure à 1mm), et stockés dans un dessiccateur avant leur utilisation.

A fin d'obtenir des informations sur l'efficacité du mode d'élaboration des adsorbants et de mettre en évidence l'effet des facteurs étudiés sur leur pouvoir adsorbant, les échantillons son soumis à des tests d'adsorption d'une molécule organique couramment utilisée pour évaluer les performances des charbons actifs, à savoir le bleu de méthylène. C'est un colorant basique de formule brute  $\text{C}_6\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Le choix de celle-ci réside dans le fait qu'elle se comporte en même temps comme une molécule organique et un cation.

Différentes techniques d'analyses ont été utilisées pour la caractérisation du charbon actif :

La surface spécifique obtenue par la méthode de BET atteint  $1525\text{m}^2/\text{g}$ . Ceci se traduit par le rôle polymérisant d'acide phosphorique, qui favorise le développement d'une structure tridimensionnelle, et de la porosité.

L'observation des clichés obtenus par microscope électronique montre que l'activation d'écorce de grenade par l'acide phosphorique a une influence notable sur la morphologie. En effet pour l'écorce de grenade brute, on constate que la structure n'est pas poreuse, alors qu'une porosité bien développée apparaît dans le cas du charbon actif élaboré. En plus de l'étude morphologique d'un échantillon, on a pu déterminer, à l'aide du MEB, la teneur des éléments présents dans le matériau. L'analyse chimique élémentaire des échantillons est basée sur l'étude du spectre des rayons X, dont l'énergie émise lors de la désexcitation des atomes dépend de leur nature chimique.

L'analyse des résultats permet de constater une augmentation importante du pourcentage atomique du carbone, dans le charbon actif élaboré  $83.44\%$  par rapport à l'écorce de grenade brute

43.07%. Alors qu'une diminution remarquable est observée pour la teneur en oxygène allant de 60.34% pour l'écorce de grenade brute à 13.88% pour le charbon actif élaboré.

Ces résultats peuvent être expliqués par le fait que l'acide phosphorique joue un rôle très important dans la catalyse de la déshydratation (diminution du pourcentage en oxygène) et dans la protection de la matière organique contre l'oxydation (augmentation de la teneur en carbone dans le charbon actif élaboré).

On note également, l'apparition du phosphore dans la composition chimique du charbon actif élaboré, qui refferme l'insertion de cet élément dans le squelette carboné.

La spécificité du charbon actif élaboré est définie, en plus de la structure poreuse, par les groupements chimiques existant à la surface. Le dosage quantitatif des fonctions de surface est réalisé par la méthode de BOHEM.

Les valeurs des fonctions de surface sont regroupées dans le tableau ci-dessous :

	Fonctions carboxyliques (meq/g)	Fonctions lactones (meq/g)	Fonctions hydroxyles (meq/g)	Fonctions basiques (meq/g)
Ecorce de grenade	0.21	0.2	0	0
Charbon actif élaboré	0.26	0.155	0.655	0.02

D'après ces résultats, il apparaît nettement que l'activation par l'acide phosphorique a amélioré les propriétés de la chimie de surface du charbon actif, par formation notable des fonctions hydroxyles. Ces fonctions, en plus des autres fonctions acides déjà présentes dans l'écorce de grenade brute, jouent un rôle très important dans le processus d'adsorption. Les performances du charbon actif élaboré sont évaluées en déterminant la capacité maximale d'adsorption du bleu de méthylène et de l'iode.

Les valeurs des paramètres d'adsorption du BM montrent que le CAEG présente une bonne adsorption superficielle, confirmé par la meilleure capacité maximale d'adsorption obtenue à partir du modèle de Langmuir qui vaut 666 mg/g.

Comparativement au bleu de méthylène, la molécule d'iode est très fortement adsorbée à cause de sa petite taille, dont les résultats montrent que ce dernier présente une capacité d'adsorption extragranulaire importante estimé à 1666mg/g dans le cas du modèle de Langmuir. Les indices du bleu de méthylène et de l'iode confirment la performance et le grand caractère adsorbant du charbon actif élaboré par comparaison à d'autres carbones activés.

L'évaluation des performances du charbon actif élaboré est également déterminée par des essais d'épuration des eaux usées. En effet, l'abattement de la coloration et le taux de réduction de la pollution organique et de la matière minérale indiquent le pouvoir adsorbant du charbon actif élaboré vis-à-vis de différents polluants.

### REVENDEICATIONS

1. Procédé d'élaboration de charbon actif par activation d'écorce de grenade.
2. le procédé développé consiste en un traitement chimique et thermique d'écorce de grenade broyée.
3. l'acide phosphorique est utilisé comme agent activant avec un rapport massique (acide/ d'écorce de grenade broyée) égale à 1. Le malaxage des ingrédients est effectué à température ambiante. La pâte obtenue est traitée thermiquement sous air, dans un four à moufle, à différentes températures (entre 250 et 600 °C) et pour différentes durées (entre 30 min et 4h). les conditions optimales d'élaboration du charbon actif sont déterminée : traitement thermique à 500°C et une durée de 1h.
4. le charbon actif obtenu selon les revendications 1, 2 et 3 a été caractérisé par adsorption /désorption d'azote à 77K, sur un appareil de mesure de surface spécifique. La surface spécifique obtenue par la méthode de BET atteint 1525m<sup>2</sup>/g. Ceci se traduit par le rôle polymérisant d'acide phosphorique, qui favorise le développement d'une structure tridimensionnelle, et la porosité. Les clichés obtenus suite aux caractérisations morphologiques par microscope électronique à balayage (MEB) montre que l'activation d'écorce de grenade par l'acide phosphorique a une influence notable sur la morphologie.
5. Les propriétés de la chimie de surface du charbon actif élaboré sont très développées, par formation notable des fonctions hydroxyles, absentes dans l'Ecorce de grenade brute.