

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE

FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT

THEME

**Elaboration et Caractérisation des biochars à base de
(grignons d'olive, fumier de volaille, figuier, grenadier, vigne
et mélange du grignon d'olive et fumier de volaille)**

Présenté par : **HADJOU KATIA**

BOUGHAZI SOUAD

Soutenu le 29 septembre 2022 devant le Jury composé de :

M ^f : KADOUCHE Slimane	MCA	UMMTO	Président
M ^f : MAKHLOUF SAID	Professeur	UMMTO	Examineur
M ^{me} : LOUNI DALILA	MAA	UMMTO	Promotrice
M ^{me} : BOURBIA SOFIA	MCA	UMMTO	Co-promotrice
M ^f : GRABI HOCINE	Docteur	UMMTO	Invité



Remerciements

Avant tout, nous remercions DIEU le tout puissant de nous avoir donné le courage, la patience et la volonté pour réaliser ce travail.

*En premier lieu, notre promotrice **M^{me} LOUNI**, nous reconnaissons le privilège que nous avons eu de travailler à ses côtés et de partager son savoir. Nous lui témoignons notre profond respect.*

*Nous remercions notre Co-promotrice **M^{me} BOURBIA** pour sa contribution à ce modeste travail.*

*Nous remercions également les membres de jury **M^r S.KADOUCHE** le président du jury et **M^r MAKHLOUF** de nous avoir honorés de leurs présences afin d'examine et de juger notre travail.*

*Nous remercions **M^r GRABI** pour son aide précieux durant la réalisation de ce travail*

Merci également à tout le personnel du département et les professeurs qui nous ont accompagnés jusqu'ici.

Nous adressons nos remerciements à toutes les personnes ayant contribué à la réalisation de ce travail.



Dédicaces

Je dédie ce travail :

A mes très chers parents, pour leur sacrifice, leur amour, leur tendresse, leur soutien tout au long de mes études. Que dieu vous protège et vous accorde une longue vie pleine de sante et de bonheur

A mes chères frères Karim, Djamel, Samir et Cherif

A mes chères sœurs Farida, Nadia et Nassima

A tous mes neveux et nièces

A toute ma famille

A ma binôme Souad et sa famille

A tous mes amis

Katia



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

*Mes chères parents, ma mère **Fatiha** et mon père **Hamid**, école de mon enfance qui ont été mon ombre durant toutes les années des études, et qui ont veillés tout au long de ma vie à m'encourager et à me donner l'aide*

Que dieu les protèges et les gardes en bonne santé

*A mes chères sœurs :**Amel** et **kenza***

*A mes chères frères :**Brahim** et **Abd Allah***

*A la mémoire de ma grand mère :**Zahra***

*A mon grand père :**Ahmed***

*A toutes la familles **Boughazi***

*A ma binôme : **Katia Hadjou** et sa **Famille***

A tout mes Amis

souad

ABREVIATIONS

Abs : Absorbance

C : Carbone

°C : Degré Celsius

CE : Conductivité électrique

CEC : Capacité d'échange cationique

CO₂ : Dioxyde de Carbone

Fm : Fumier

g : Gramme

g/l : Gramme par litre

GO : Grignon d'olive

H (%) : Taux d'humidité

h : Heure

IRTF : Infrarouge à Transformée de Fourier

K : potassium

Kcal/kg : Kilocalorie par Kilogramme

m : Masse

MEB : Microscope électronique à balayage

ml : Millilitres

mm: Millimètre

min : Minutes

N : Azote

nm : Nanomètre

O₂ : Oxygène

P : Phosphore

μs : Micro siemens

μm : Micromètre

PH : potentiel d'hydrogène.

T : Température

TC (%) : Taux de cendre

% : Pourcentage

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale

Chapitre I : Généralités sur le biochar

Introduction	03
I. Définition du biochar.....	03
I.1. Propriétés physicochimiques d'un biochar	04
I.1.1. Propriétés physiques	04
I.1.1.1. Surface spécifique	04
I.1.1.2. Porosité	04
I.1.1.3. Densité.....	05
I.1.2. Propriétés chimiques.....	05
I.1.2.1. pH.....	05
I.1.2.2. Capacité d'échange cationique.....	05
I.1.2.3. Composition minérale.....	05
I.1.2.3. Conductivité électrique	06
I.2. Procédés de conversion thermochimique de la biomasse.....	06
I.2.1. Combustion	06
I.2.2. Gazéification.....	06
I.2.3. Pyrolyse.....	07
I.2.3.1. Pyrolyse lente.....	08
I.2.3.2. Pyrolyse rapide ou flash.....	08
I.3. Utilisation du biochar.....	09
I.3.1. Adsorbant	09

I.3.2.Précurseur des catalyseurs.....	09
I.3.3.Amendement du sol.....	09
I.3.4.Stockage d'énergie électrochimique.....	10
I.3.5.Additifs pour la digestion anaérobie et le compostage.....	10
I.4.Intérêt du biochar comme amendement.....	10
I.5.Effet du biochar sur les propriétés physicochimiques du sol.....	11
I .6. Effet du biochar sur les émissions des gaz à effet de serre.....	12

Chapitre II: Les Biomasses utilisées

II.1.Grignon d'olive.....	14
II.1.1.Définition du grignon d'olive.....	14
II.1.2.Différents types de grignon d'olive.....	14
II.1.2.1.Grignon brut.....	14
II.1.2.2 Grignon épuisé.....	14
II.1.2.3.Grignon partiellement dénoyauté	14
II.1.3.Composition des grignons d'olive.....	15
II.1.4.Caractéristiques des grignons d'olive.....	15
II.1.4.1.Caractéristiques physiques.....	15
II.1.4.2.Caractéristiques chimiques.....	16
II .1.5. Utilisations des grignons d'olive.....	16
II.1.5.1 Charbon actif.....	16
II.1.5.2. Combustible.....	17
II.1.5.3.Fertilisant.....	17
II.1.5.4. Ingrédients des matériaux de construction	17
II.2.Fumier de volaille	18
II.2.1.Généralités	18

II.2.2.Caractéristiques du fumier de volaille.....	18
II.2.3.Apport des fumiers sur la culture.....	19
II.3. Figuier	20
II.3.1.Généralités	20
II.3.2.Origine du figuier	20
II.3.3.Classification botanique du figuier.....	21
II.4.Grenadier	21
II.4.1.Généralités	21
II.4.2.Origine du grenadier	22
II.4.3.Classification botanique du grenadier.....	22
II.5.Vigne.....	23
II.5.1.Généralités.....	23
II.5.2.Origine de la vigne	23
II.5.3.Classification botanique du vigne.....	23

Chapitre III: Matériels et Méthodes

III.1.Fabrication du biochar	25
III.1.1. Pyrolyse	25
III.1.2. Four à biochar.....	25
III.2. Préparation des échantillons	27
III.2.1. Lavage.....	28
III.2.2. Séchage	28
III.2.3. Broyage	28
III.2.4. Tamisage.....	29
III.3.Caractérisation physico-chimiques des biochar.....	29
III.3.1. Détermination du taux d'humidité.....	29
III.3.2. Détermination du taux de cendre	30

III.3.3. Mesure du PH.....	31
III.3.4. Mesure de la conductivité électrique CE.....	32
III.3.5. Analyse des échantillons par Spectroscopie Infrarouge à transformateur de Fourier (IRTF)..	33
III.3.6. Analyse morphologique par microscopie électrique à balayage MEB.....	34

Chapitre IV: Résultats et Discussion

IV. Caractérisation physico chimique du biochar.....	35
IV.1.Détermination du taux d'humidité	35
IV.2. Détermination du taux de cendre.....	36
IV. Mesure du PH.....	37
IV.1. Mesure de la CE.....	37
IV. Analyse des échantillons par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF.....	38
IV. Analyse morphologique par Microscopie Electronique à Balayage MEB.....	42

Conclusion

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

LISTE DES FIGURES

Figure 01 : Biochar à base de grignon d'olive	03
Figure 02 : Production du biochar par le procédé de pyrolyse	07
Figure 03 : Séquestration du carbone dans un système sans et avec production et incorporation de biochar au sol	11
Figure 04 : Grignons d'olives	14
Figure 05 : Fumier de volaille.....	18
Figure 06 : Le figuier	20
Figure 07 : Le grenadier	21
Figure 08 : la vigne.....	23
Figure 09 : Schéma du four à biochar	26
Figure 10 : Étapes de fabrication du biochar	26
Figure 11 : Les différents biochar qu'on a utilisés	27
Figure 12 : Lavage du biochar.....	28
Figure 13 : Séchage du biochar	28
Figure 14 : Broyeur électrique	28
Figure 15 : Tamiseur électrique	29
Figure 16 : Résultat du tamisage	29
Figure 17 : Balance analytique	30
Figure 18 : Les échantillons dans l'étuve	30
Figure 19 : Four à moufle	31
Figure 20 : Echantillons après le four	31
Figure 21 : Mesure du pH.....	32

Figure 22 : Mesure de la CE avec un conductimètre	33
Figure 23 : Spectromètre Infrarouge IRAffinity-1S.....	33
Figure 24 : Microscope Électronique à Balayage (MEB).....	34
Figure 25 : Histogramme de taux d'humidité	35
Figure 26 : Histogramme de taux de cendre	36
Figure 27 : Spectre IR du biochar à base du grignon d'olive.....	38
Figure 28 : Spectre Spectre IR du biochar à base du fumier de volaille	39
Figure 29 : Spectre IR du biochar à base du figuier.....	39
Figure 30 : Spectre IR du biochar à base du grenadier	39
Figure 31 : Spectre IR du biochar à base du vigne	40
Figure 32 : Spectre IR du biochar à base du mélange GO et Fm de volaille.....	40
Figure 33 : Microphotographie MEB du biochar à base du grignon d'olive.....	42
Figure 34 : Microphotographie MEB du biochar à base du fumier de volaille.....	42
Figure 35 : Microphotographie MEB du biochar à base du figuier	43

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 01 : Condition opératoires selon les différents types de pyrolyse	08
Tableau 02 : Caractéristiques des grignons bruts issus de divers procédés d'extraction de l'huile	15
Tableau 03 : Composition chimique indicative des différents types de grignon	16
Tableau 04 : Les compositions en matières fertilisantes des fumiers de volaille	19
Tableau 05 : Les résultats de la mesure du pH.....	37
Tableau 06 : Les résultats de la mesure de la CE	37
Tableau 07 : Les bandes d'absorptions enregistrées des différentes biochar étudiées par IRTF ..	41

INTRODUCTION GENERALE

Introduction Générale

Ces dernières années, le développement de l'activité agroindustrielle a engendré une large production de déchets qui sont notamment issus de la transformation des matières premières de l'agriculture. Ce développement constitue un vrai problème environnemental : pollution de l'air, du sol. Depuis quelques années, il y a eu des recherches qui se sont penchées sur l'étude de plusieurs déchets jusque là négligés et qui ont prouvé qu'ils ne sont pas sans aucune valeur. Cette valorisation a éveillé des intérêts pour le développement de nouveaux procédés et la production d'adsorbants a connu un vrai essor. Par conséquent, des résidus peu coûteux à haute teneur en carbone et à faible teneur en matières inorganiques peuvent être considérés comme des matières premières pour la production de biocharbon.

Le biocharbon est un sous-produit de faible valeur obtenu par la conversion thermochimique de la biomasse en chaleur, en électricité, en combustibles et en produits chimiques dans un environnement où l'oxygène est limité [1]. Les procédés thermochimiques les plus courants sont la pyrolyse et la gazéification [2]. Le matériau biochar peut être utilisé dans l'agriculture, la séquestration du carbone et le traitement des eaux usées [2]. Ce matériau est également efficace pour retenir les nutriments et les garder disponibles pour les plantes [3], donc en l'appliquant directement dans le sol, la productivité agricole conventionnelle et la fertilité du sol peuvent augmenter [4]. Cependant, l'application spécifique du biochar dépend de ses propriétés physico-chimiques, qui peuvent changer en fonction du processus utilisé pour l'obtenir, c'est-à-dire les conditions d'exploitation et les matières premières de la biomasse ; par conséquent, la compréhension des propriétés chimiques et physiques du biochar est cruciale pour trouver ses applications les plus appropriées [4].

Dans ce travail, nous voulons réaliser six biochar à partir des biomasse ligneuse (figuier, grenadier, vigne) et un sous produit oléicole (grignon d'olive) et un fumier de volaille dans un four à pyrolyse, et les caractériser par des différents tests tels que le taux d'humidité, le taux de cendre, le pH, la conductivité électrique (CE), Infrarouge (IR) et le MEB.

Ce travail est divisé en deux parties : une partie bibliographique et une partie expérimentale

Une partie bibliographique est divisée en deux chapitres : Le premier est consacré à une étude générale sur le biocharbon ; Le deuxième est consacré à la présentation des biomasses qu'on a utilisées dans notre étude : les grignons d'olive, fumier de volaille, figuier, grenadier, vigne et mélange de grignon d'olive et fumier de volaille.

Introduction Générale

Une partie expérimentale est divisée en deux chapitres : présente les matériels utilisés et les différentes méthodes d'analyse effectuées ; le deuxième présente les résultats obtenus au cours de notre expérimentation suivis de leurs discussions.

Et enfin, dans la conclusion générale, nous tentons à mettre en avant les points importants apportés par notre travail, ainsi que nos perspectives

Partie bibliographique

Chapitre I

Généralités sur le biochar

Introduction

Le biocharbon a été utilisé par les humains pendant des siècles comme amendement du sol. L'intérêt récent pour l'usage du biocharbon en agriculture résulte de l'étude des sols anthropogéniques, c'est-à-dire formés par l'accumulation des résidus de combustion lente des déchets organiques, dans le bassin amazonien incluant le Brésil, le Pérou et la Colombie. Ces sols, dits Terre Preta, ou «Terre noire», sont beaucoup plus fertiles que les sols environnants, même des siècles après qu'on ait cessé d'appliquer le charbon [5].

I. Définition du biochar

Le biochar est la partie solide produite par la pyrolyse, processus de dégradation d'une biomasse organique par la chaleur en absence d'oxygène. Il existe différents biochars, selon le matériel utilisé et la température de pyrolyse [6]. Les biomasses organiques utilisées pour former le biochar sont d'origines végétales ou animales et les déchets organiques. Lors de la dégradation de la biomasse, trois phases sont générées par la pyrolyse. Il y a une partie solide (biochar), une partie liquide organique (biohuile) et une partie gazeuse. La quantité de chaque composante (gaz, liquide et biochar) est différente selon la méthode de pyrolyse utilisée [6].



Figure 01 : Biochar à base du grignon d'olive [Originale, 2022]

Le biochar possède une forte affinité pour les ions inorganiques sans compter sa composition dominée par la présence de composés aromatiques récalcitrants, lui offrant une excellente résistance à la dégradation et un grand pouvoir d'adsorption [7].

Généralement, le biochar est alcalin, mais peut présenter un pH de 4 à 12 selon les conditions entourant le processus de fabrication, dont la température et le degré d'oxydation [8]. De plus, le contenu en éléments nutritifs du biochar varie selon la matière première utilisée. L'utilisation du biochar comme amendement au sol permet une réduction des émissions de gaz à effet de serre, contrairement à son utilisation comme carburant fossile [9].

I.1. I.1. Propriétés physicochimiques d'un biochar

Les éléments constituant le biochar sont produits par carbonisation de la biomasse. En fonction des températures atteintes lors de la pyrolyse et de la nature de la biomasse initiale, les propriétés physiques et chimiques du produit biochar obtenu peuvent varier [10][11]. Le biochar a plusieurs propriétés physiques et chimiques qui font de lui un élément bénéfique pour les terres agricoles qui sont :

I.1.1.1. Propriétés physiques

I.1.1.1.1. surface spécifique

Le biochar présente une grande surface spécifique qui varie selon la température et les conditions de la pyrolyse. Cette surface est créée essentiellement par les micro- et mésopores. Plus la surface spécifique est grande plus la surface de contact est élevée et plus la quantité de matières adsorbées est importante. Ce paramètre est obtenu en appliquant la théorie de Brunauer, Emmet et Teller d'où l'appellation surface BET [12].

I.1.1.1.2. porosité

Le biochar est constitué de milliers de pores qui sont formés lors de la pyrolyse. Pour cette raison, il est en mesure d'adsorber jusqu'à cinq fois son poids propre en eau ainsi que les éléments nutritifs qui s'y trouvent sous forme diluée [13]. On appelle cette caractéristique la capacité d'adsorption du biocharbon. Cette capacité est fonction du type de biomasse pyrolysée et de la température de pyrolyse [14].

I.1.1.3. Densité

La densité du biochar dépend de la nature de la biomasse ainsi que de la température à laquelle il est produit. Mais d'une manière générale, elle varie entre 0,2 et 0,8g/cm³. L'ajout d'un biochar de faible densité au sol permet de l'améliorer sur deux plans : premièrement, il réduit la densité massique du sol permettant aux racines des plantes de pénétrer dans le sol pour mieux se développer ; deuxièmement, il favorise une forte rétention humidité [15].

I.1.2. Propriétés chimiques

I.1.2.1. pH

Le pH du biochar est proportionnel avec la température de la pyrolyse propre à chacune des biomasses végétales. Par exemple un biochar produit à une température élevée (700 °C) avait un pH plus élevée comparativement à un biochar produit à faible température (250 °C) [16]. L'augmentation de la température de pyrolyse peut favoriser la production de cendre et une augmentation du contenu en cations basiques (Na⁺, K⁺, Mg²⁺ et Ca²⁺) qui sont directement corrélés avec le pH du biochar [17].

I.1.2.2. Capacité d'échange cationique

Il a été établi que plus la température de la pyrolyse est faible plus la CEC est faible [8]. De plus, l'amendement avec un biochar possédant une surface spécifique élevée peut favoriser davantage la CEC des sols [18]. La CEC du biochar est attribuée en partie à une augmentation de l'oxygénation des groupements fonctionnels retrouvés sur la surface du biochar [19]. Ces différents groupes fonctionnels qui interagissent avec le milieu sont les groupements pyrannes, phénoliques, carboxyliques, lactones et les amines [20]. Ces groupes peuvent agir sur l'agrégation des particules du sol, sur la matière organique dissoute et sur le transport des gaz et de l'eau [21]. Selon certains chercheurs, l'oxydation de la surface du biochar mènerait à une plus grande CEC par unité de carbone dans le sol [18].

I.1.2.3. Composition minérale

La biomasse utilisée lors de la pyrolyse peut avoir un effet sur la concentration en éléments minéraux retrouvés dans le biochar [22]. De façon générale, le contenu en éléments minéraux semble être plus élevé dans les biochars d'origine animale, de déchets alimentaires et de maïs, que dans les biochar de produits forestiers (pin, chêne et noix) [23].

I.1.2.4. conductivité électrique

La conductivité électrique varie plus en fonction du type de biomasse que de la température de la pyrolyse [23]. Par exemple la CE dans des biochar d'origine animale (bovin et volaille) n'a pas été influencée avec l'augmentation de la température de la pyrolyse, allant de 300 à 600 °C. En excluant les résidus alimentaires et ceux des boues de papeteries, la CE des biochars est généralement plus élevée dans les biochar d'origine animale (200 à 500 mS.m⁻¹) que ceux d'origine végétale (3,8 à 203 mS m⁻¹) [23].

I.2. Procédés de conversion thermochimique de la biomasse

Les procédés thermochimiques se basent sur une conversion de la biomasse par effet de la chaleur en énergie thermique (chaleur) ou en combustibles solide, liquide et gazeux. Ils incluent les procédés thermochimiques secs (combustion, pyrolyse et gazéification).

I.2.1. Combustion

La combustion est un processus dans lequel l'énergie chimique stockée dans la biomasse est obtenue sous forme de chaleur par sa combustion directe en présence d'oxygène /air. La combustion de la biomasse a lieu dans la plage de température comprise entre 800-1000 °C, récupérant presque toute l'énergie chimique disponible en énergie thermique ne laissant aucune énergie non convertie dans les gaz de combustion et très faible énergie non convertie dans les cendres. Bien que la combustion puisse être utilisée pour tout type de biomasse, elle n'est possible que si la teneur en humidité de la biomasse est inférieure à 50 % [24].

I.2.2. Gazéification

La gazéification est un processus thermochimique dans lequel les contenus carbonés de la biomasse sont convertis en combustible gazeux en présence de milieu gazeux comme l'oxygène, l'air, l'azote, le dioxyde de carbone, vapeur ou un mélange de ces gaz à une température élevée comprise entre 700 °C et 900 °C [25]. Dans ce processus, l'énergie chimique intrinsèque du carbone présente dans la biomasse est convertis en gaz combustibles qui peuvent être utilisés plus efficacement et plus facilement que la biomasse brute.

Le gaz produit par la gazéification est généralement appelé « bio-syngaz ». Ce bio-syngaz se compose principalement de CO, CO₂, H₂ et N₂. Le résidu après la gazéification est du charbon solide des cendres, du goudron et un peu d'huile. La gazéification est une méthode très efficace pour produire du H₂ à partir de la biomasse, non seulement à l'échelle du laboratoire, mais aussi pour la production d'hydrogène à grande échelle [26].

I.2.3. Pyrolyse

La pyrolyse est un processus thermochimique dans lequel la biomasse est dégradée thermiquement dans ses constituants chimiques sous une atmosphère inerte [27] en absence d'oxygène à des températures généralement comprises entre 350 et 1000 °C [28]. Cette action résulte généralement en la production de trois fractions différentes : une fraction gazeuse incondensable, formée majoritairement de CO, CO₂, CH₄ et de H₂ ; une fraction liquide (biohuile ou mélange d'hydrocarbures lourds), et un résidu solide qui est souvent désigné sous le nom de « coke » de « char » ou de « biochar » [29].

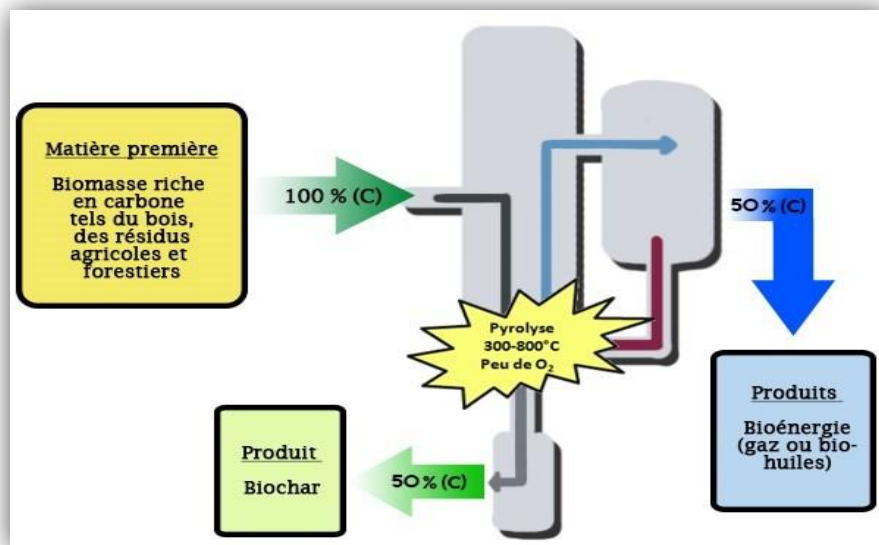


Figure 02 : production du biochar par le procédé de pyrolyse [30].

Le rendement du produit dépend des propriétés de la biomasse utilisée mais aussi très largement des conditions opératoires telles que, la vitesse de chauffe, la température finale et le temps de séjour [31]. Ainsi, on distingue trois types de pyrolyse selon la vitesse de chauffe :

I.2.3.1. Pyrolyse lente

La pyrolyse lente c'est le type conventionnel de pyrolyse qui se caractérise par un taux de chauffage lent et un temps de séjour long .La biomasse est pyrolyse jusqu'à une température de l'ordre de 550 à 650°C et de l'utilisation d'une large gamme de granulométrie (5-50 mm) [32]. La décomposition thermique de la biomasse se déroule généralement sous un flux de chaleur très faible ($< 10 \text{ kw.m}^{-2}$) ce qui crée un temps suffisant pour le déroulement des réactions de re-polymeration et conduit à une augmentation du rendement de production de la phase solide.

I.2.3.2. Pyrolyse rapide ou flash

La pyrolyse rapide ou flash, c'est le type de pyrolyse qui s'opèrent pour des températures comprises entre 850 et 1300°C [33] .La réaction totale se caractérise par le fait qu'elle ne dure que quelques secondes .Elle s'effectue dans des conditions de densités de flux de chaleur externe intenses ($> 10 \text{ kw.m}^{-2}$). Elle conduit à une production réduite de biochar et favorise la production majoritaire des phases liquides et gazeuses en proportions variables selon la température et le temps de séjour des vapeurs dans le réacteur, du fait de l'existence de réactions de craquage secondaires [34].

Tableau (01) : Condition opératoires selon les différents types de pyrolyse [35].

Types de pyrolyses	Plage de température (°C)	Vitesse de chauffe	Pression	Temps de séjour	Produit principale
Pyrolyse lente	350 - 800	Lente	Atmosphérique	Heures à jour	Charbon
Pyrolyse rapide	400 - 600	Très rapide	Vide – atmosphérique	Secondes	Goudron
Pyrolyse flash	300 - 800	Rapide	Elevée	Minute	Solide carboné

I.3. Utilisation du biochar

Le biocharbon est peu coûteux et peut être facilement préparé à partir de diverses ressources en utilisant des procédés thermochimiques avec des applications étendues d'une manière rentable par rapport aux matériaux de pétrochimie ou d'autres procédés chimiques. Combinant ses propriétés uniques, telles qu'une surface relativement grande, un volume poreux élevé, une stabilité à long terme et des groupes fonctionnels de surface enrichis, le biocharbon peut être utilisé à de nombreuses fins, telles que le traitement des eaux usées, précurseur de catalyseurs, amendement des sols, additif pour la digestion anaérobie et le compostage et le stockage d'énergie [36].

I.3.1. Adsorbant

Le biochar est considéré comme un adsorbant prometteur pour l'élimination de divers polluants dans les eaux usées et le sol, en raison de leur grande surface spécifique et de la forte affinité de leur groupe actif de surface pour les ions métalliques et d'autres polluants. Un biocharbon pyrolyse plus élevé (généralement supérieur à 550 °C) avec une surface spécifique très élevée pourrait servir d'adsorbant efficace, ce dernier pourrait être utilisé pour l'adsorption des métaux lourds, des contaminants organiques ou inorganiques et d'autres contaminants [36].

I.3.2. Précurseur des catalyseurs

Le biochar est considéré comme un matériau de support ou un catalyseur, qui a été largement appliqué dans l'environnement, l'énergie, l'agriculture et d'autres aspects. Sa surface spécifique relativement plus grande est bénéfique à son activité catalytique en fournissant des sites plus actifs pour les réactions [36].

I.3.3. Amendement du sol

L'utilisation du biocharbon dans l'assainissement des sols attire une attention croissante en raison de sa composition particulière des éléments et de la structure de sa surface, par conséquent, le biocharbon a été largement utilisé dans les aspects agronomiques comme amendement du sol dans les aspects suivants : Augmenter la structure du sol et la fertilité des sols dégradés; Améliorer la capacité d'échange de cations et réduire la toxicité de l'aluminium; Augmenter la productivité des cultures en améliorant la rétention d'eau; L'atténuation du lessivage des nutriments et l'augmentation de l'activité biologique [36].

En général, la présence de biocharbon dans le sol (surtout dans les sols acides et non fertilisés) pourrait améliorer la qualité du sol en augmentant les éléments nutritifs, la capacité de rétention de l'eau, le pH et le rendement des cultures.

I.3.4. Stockage d'énergie électrochimique

Le biochar gagne une attention croissante dans le domaine du stockage d'énergie électrochimique en tant que produit issu du processus thermochimique de la biomasse. Le biocharbon peut être utilisé comme électrode pour les supercondensateurs (SCs), entre les batteries électrochimiques et les condensateurs conventionnels. Les SCs possèdent une haute densité de puissance, une longue durée de vie et une capacité de charge/décharge rapide, qui peut être utilisée comme source d'énergie ininterrompue dans les véhicules électriques, les systèmes de communication numérique [36].

I.3.5. Additifs pour la digestion anaérobie et le compostage

En plus de l'assainissement des sols, le biocharbon produit par pyrolyse lente de la biomasse a également montré de bonnes performances en favorisant la dégradation des composés organiques, réduisant les émissions de gaz à effet de serre et la perte totale d'azote pendant le processus de compostage. Une rétention d'azote plus élevée et une meilleure stabilisation des métaux lourds ont été obtenues par l'incorporation de biocharbon dans les matériaux de compostage. De plus, le volume de matériaux de compostage a été réduit plus rapidement en raison de la minéralisation accrue du carbone, et la structure de la communauté microbienne a été considérablement modifiée, cela doit être attribué à la stabilité exceptionnelle et à la porosité élevée du biocharbon [36].

I.4. Intérêt du biochar comme amendement

Ce qui fait l'intérêt du biochar est sa teneur élevée en carbone. Cette caractéristique fait que son application au sol a d'abord été considérée comme un moyen de fixer de façon quasi permanente du carbone atmosphérique, grâce à un processus à bilan carbone négatif (figure 03)

La stabilité du biochar dans le sol est une question fondamentale puisque que seule une longue période de résidence peut assurer une séquestration durable du carbone. La stabilité du biochar peut être expliquée par la formation d'anneaux aromatiques extrêmement récalcitrants durant la pyrolyse [19]. Cette stabilité dans les sols est affectée par les conditions climatiques,

le type de sol, la composition du biochar et les paramètres de production, de telle sorte que l'extrapolation de résultats spécifiques n'est pas évidente [8].

La conversion de la biomasse en biochar change fondamentalement les dynamiques de transformation en ce qui concerne la séquestration du carbone. En carbonisant la biomasse, 50% de son carbone est immédiatement libéré, laissant stable le reste du carbone dans le biochar.

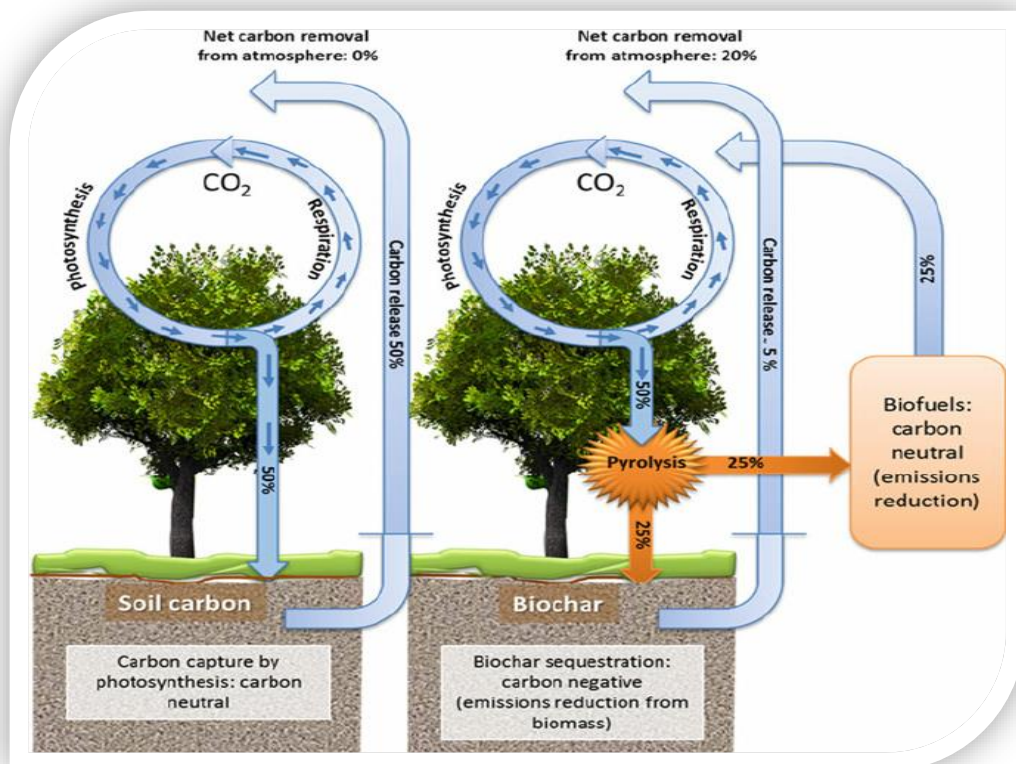


Figure 03 : Séquestration du carbone dans un système sans et avec production et incorporation de biochar au sol [8].

I.5. Effets du biochar sur les propriétés physicochimiques du sol

La présence de biochar pourrait augmenter la fertilité de certains sols par une augmentation de leur capacité d'échange cationique, de la rétention des nutriments, et de leur disponibilité. Ceci est probablement dû à leur surface spécifique plus grande, à une plus grande charge négative et à une plus forte densité de charges [18]. Toutes ces propriétés font des biochars des substances uniques, qui retiennent des nutriments échangeables dans les sols et

qui peuvent diminuer la pollution environnementale générée par le lessivage de ces nutriments [37]. L'ajout des biochars aux sols peut aussi influencer le cycle de l'azote. L'adsorption d'ammonium, ainsi que du nitrate a été observée . Plusieurs études ont également montré une réduction des émissions de protoxyde d'azote (N_2O) en présence de biochar [38], mais les mécanismes sous-jacents et les conditions de validité de ces observations sont encore inconnus. Le pH des biochars varie entre 4 et 12 en fonction des biomasses de départ et des conditions de pyrolyse [39]. En général, les biochars produits par pyrolyse sont alcalins, et le pH augmente avec la température de production. L'ajout des biochars augmente le pH des sols, effet particulièrement utile pour améliorer des sols tropicaux fortement altérés et souvent acides. Les capacités d'adsorption des biochars pourraient également être bénéfiques pour la rétention de l'eau des sols et pour leur capacité de fournir de l'eau aux plantes pendant les périodes de sécheresse [40]. La capacité de rétention en eau, ainsi qu'en nutriments a été améliorée grandement dans des sols sableux après l'ajout des biochars.

I.6. Effets du biochar sur les émissions des gaz à effet de serre

Les changements climatiques sont l'un des enjeux les plus importants du monde agricole moderne avec des émissions de gaz à effet de serre (GES) de l'ordre de 10 à 12 % de l'ensemble des émissions anthropogéniques [41]. De ce fait, le dioxyde de carbone (CO_2), le méthane (CH_4) et les oxydes d'azote (NO_x) sont les principaux gaz responsables de l'effet de serre, qui sont libérés à la fois par la combustion de combustibles fossiles et de la biomasse ainsi que de la décomposition de la matière organique [42]. L'oxyde nitreux (N_2O) reçoit une très grande attention puisqu'il est un gaz à effet de serre puissant avec une concentration atmosphérique actuelle de 319 ppb, pouvant persister plus de 150 années et possédant un potentiel de réchauffement climatique de 298 fois celui du CO_2 [43]. Il s'avère donc primordial de réduire cette incidence des gaz à effet de serre d'une part en séquestrant le carbone dans l'environnement afin de diminuer les émissions de CO_2 et de CH_4 et d'autre part en améliorant les processus biologiques du sol qui émettent du N_2O .

Ces dernières années, les chercheurs se sont intéressés à la capacité du biochar de séquestrer le carbone dans le sol et ainsi l'utiliser comme moyen de réduire les émissions excessives de CO_2 et autres gaz du réchauffement climatique dans l'atmosphère. En effet, le biochar possède la capacité de réduire les émissions d'oxyde nitreux (N_2O) et de méthane (CH_4) du sol ainsi que d'autres polluants environnementaux tels que les métaux lourds, les pesticides et autres contaminants organiques [44].

Le biochar suscite énormément d'intérêt dans le contexte du réchauffement climatique en présentant une capacité à réduire les émissions de gaz à effet de serre par sa particularité d'être un matériau riche en carbone, stable et durable dans le sol lui permettant de séquestrer le carbone atmosphérique. Il peut être perçu comme une solution immédiate à l'impact négatif des activités agricoles fortement émettrices de gaz à effet de serre. D'ailleurs, l'utilisation du biochar comme stratégie de réduction des émissions de gaz à effet de serre est également effective pour un sol fertilisé et présentant un bon contenu en azote [41]. Bien que de grandes quantités de CO₂ circulent par le cycle du carbone entre l'atmosphère et la recapture par photosynthèse des plantes sur une base annuelle, la majorité du carbone organique mondial est stocké dans le sol. Cela dit, détourner, par le biais du biochar, une petite proportion de cette grande quantité de carbone qui circule annuellement dans le cycle du carbone permet d'engendrer une bonne différence dans les concentrations de CO₂ atmosphériques, mais n'engendre que peu de différence dans l'ensemble du carbone stocké dans le sol [21].

Chapitre II

Les Biomasses utilisées

II.1. Les grignons d'olive

II.1.1 Définition du grignon d'olive

Le grignon d'olive est un résidu solide de couleur brune, résultant du processus de production d'huile d'olive, par pressage mécanique des fruits d'oliviers, sans aucun traitement chimique. Il se compose de la coque du noyau réduit en morceaux, de la peau et de la pulpe d'olive ; il contient encore une certaine quantité de matières grasses et une importante quantité d'eau variable selon la variété des olives et surtout du procédé d'extraction utilisé [45][46].



Figure 04: Grignon d'olives [originale, 2022]

II.1.2. Les différents types de grignon d'olive

II.1.2.1. grignon brut

Le grignon brut c'est le résidu de l'extraction de l'huile de l'olive entière, ses teneurs relativement élevées en eau et en huile favorisent son altération rapide lorsqu'il est laissé à l'air libre [47].

II.1.2.2. grignon épuisé

Le grignon épuisé c'est le résidu obtenu après déshuilage du grignon brut par un solvant, généralement l'hexane [47].

II.1.2.3. grignon partiellement dénoyauté

Le grignon partiellement dénoyauté résulte de la séparation partielle du noyau de la pulpe par tamisage ou ventilation.

Il est dit « gras » si son huile n'est pas extraite par solvant.

Il est dit « dégraissé ou épuisé » si son huile est extraite par solvant [47].

II.1.3.Composition des grignons d'olive

La composition des grignons d'olive varie dans de très larges limites selon le stade de maturité, le procédé d'extraction de l'huile (**tableau 02**).

Tableau (02) : Caractéristiques des grignons bruts issus de divers procédés d'extraction de l'huile [48]

Paramètres	Extraction par Pressage	Systèmes continu à	
		2- phases	3- phases
Humidité en %	27,2	50,23	56,8
Huile %	8,72	3,89	4,56
Protéines %	4,77	3,43	2,87
Sucres totaux %	1,38	0,99	0,83
Cellulose %	24,1	17,37	15,54
Hémicellulose %	11,0	7,92	6,63
Cendres %	2,36	1,7	1,42
Lignine %	14,1	10,21	8,54
Azote %	0,71	0,51	0,43
Phosphore P2O5	0,07	0,05	0,04
Composes Phénoliques %	1,14	0,326	2,43
Potassium K2O %	0,54	0,39	0,32
Carbone Total %	42,9	29,03	25,37
C/N	60,42	59,92	59,00
C/P	612,85	580,60	634,25

C/N : Carbone total (%) / Azote (%) , C/P : Carbone total (%) / Phosphore (%)

II.1.4.caractéristiques du grignon d'olive

II.1.4.1.caractéristiques physiques

Le grignon d'olive renferme la plus grande partie de la matière sèche de l'olive et une certaine proportion d'eau de végétation (margines) qui contient les composants hydrosolubles de l'olive et une certaine quantité d'huile résiduelle qui favorise leur altération rapide [49].

II.1.4.2. Caractéristiques chimiques

Contrairement aux autres tourteaux oléagineux les grignons bruts sont pauvres en matières azotées et riches en cellulose brute, ils restent relativement riches en matières grasses. L'épuisement par les solvants diminue la teneur en matières grasses et augmente relativement les autres teneurs. Le dénoyautage partiel par tamisage ou ventilation réduit les teneurs en cellulose brute (**tableau 03**). Les pulpes, du fait de la séparation totale du noyau avant pression, ont la valeur la plus faible en cellulose brute [50].

Tableau (03) : Composition chimique indicative des différents types de grignons [50].

Type	Matière Sèche	Matières minérales	Matières Azotées totales (%)	Cellulose brut	Matières Grasses
Grignon brut	75-80	3-5	55-10	35-50	8-15
Grignon gras partiellement dénoyauté	80-95	6-7	9-12	20-30	15-30
Grignon épuisé	85-90	7-10	8-10	35-40	4-6
Grignon épuisé partiellement dénoyauté	85-90	6-8	9-14	15-35	4-6
Pulpe grasse	35-40	5-8	9-13	16-25	26-33

II.1.5. Utilisations du grignon d'olive

Le grignon d'olive est une ressource renouvelable, qui peut occasionner de la pollution à cause de sa teneur en matière organique. Actuellement, beaucoup de débouchés se présentent notamment dans les pays développés :

II.1.5.1. Charbon actif

La préparation du charbon actif à partir du grignon d'olive a fait l'objet de plusieurs recherches pour son pouvoir de bio sorption des métaux lourds et du phénol. C'est une technologie alternative dans le traitement des eaux usées et de la margine [51].

II.1.5.2. Combustible

Utilisation du grignon d'olive comme combustible c'est l'application la plus courante dans la majorité des pays producteurs de l'huile d'olive. Traditionnellement, le grignon est utilisé à l'échelle domestique ou dans les huileries pour la production de chaleur lors du processus d'extraction. De nos jours, il se trouve des applications comme combustible dans les chaudières centrales et à lit fluidisé pour générer de l'énergie électrique [52].

Le grignon d'olive est un combustible de valeur calorifique moyenne de 2950 Kcal / Kg, apporté principalement par la coque qui représente 60% du total du grignon brut avec un pouvoir calorifique relativement élevé (4000 Kcal / Kg). La pulpe n'apporte que peu de calories (1400 Kcal/Kg) [53].

II.1.5.3. Fertilisant

L'épandage direct du grignon comme fertilisant est à éviter car le grignon est un sous-produit difficilement dégradable à cause de sa richesse en lignine et à sa phytotoxicité. Pour pouvoir l'utiliser comme fertilisant, il est recommandé de lui faire subir un compostage qui génère une matière organique stabilisée non phytotoxique [52].

II.1.5.4. Ingrédient des matériaux de construction

L'usage du grignon d'olive dans la fabrication de la brique constitue une percée intéressante à plusieurs points de vue ; Il diminue la masse volumique des briques ce qu'il les rend plus légères .Il crée aussi des pores, c'est une caractéristique recherchée aujourd'hui dans le but d'économiser l'énergie, car la présence des pores dans les matériaux contribue à diminuer la conductivité thermique et augmente ainsi son pouvoir d'isolation [54].

II.2. Fumier de volaille

II.2.1.Généralités

Le fumier de volaille est un engrais naturellement nourrissant pour les plantes. Ce sont des engrais à haute valeur. Riche en éléments nutritifs comme l'azote, le phosphore, le calcium, le potassium et le magnésium, il est reconnu, depuis longtemps, pour ses excellentes propriétés favorisant la croissance des végétaux [55].

L'azote contenu dans la fiente de poule est rapidement disponible pour la plante qui l'absorbe très vite. Il en est de même pour les autres éléments fertilisants, présents en concentrations élevées.

Le fumier de volaille pondeuse est un engrais de ferme traditionnel utilisable pour fertiliser toutes les plantes de pleine terre et en pots. C'est aussi source d'oligo-éléments parmi lesquels le fer, le magnésium, le zinc, le cuivre, le soufre et le bore. Sa décomposition produit l'humus, qui améliore durablement la structure du sol qui devient meuble et perméable à l'air et aux racines. Le fumier de volaille permet de relever le pH du sol, favorisant une bonne nutrition de la plante et une bonne activité biologique du sol [55].



Figure 05 : Fumier de volaille [Originale,2022] .

II.2.2.Caractéristiques fumier de volaille

Les fumier sont le résultat du mélange dans les bâtiments d'élevage, des déjections animales avec une litière (paille, copeaux ou sciure).Leurs aspects varient en fonction de leur humidité :

- de 15 à 20 % d'humidité, elles sont sèches, poussiéreuses, gris clair, elles sont plus volontiers appelées « fumiers », et concernent les volailles de chair ;
- à 70% d'humidité, elles sont visqueuses, magmatiques, et très foncées, on parle alors de fientes de volailles pondeuses.

Tableau (04) : Les compositions en matières fertilisantes des fumiers de volaille [55].

Éléments	N %	P %	K%
Fumier de volaille	23	10	17

II.2.3. Apport des fumiers sur la culture :

Les fumiers sont des apports intéressants et bien équilibré pour un bon départ végétatif des arbres. La fertilité d'un sol ne se limite pas à sa richesse en phosphore ou en potassium. Comparés aux engrais chimiques, les engrais de ferme sont des engrais complets: les propriétés, physiques et chimiques du sol bénéficient des apports réguliers de fumiers, tels que les propriétés physiques qui sont [55] :

- ❖ Favoriser une bonne structure du sol (protection contre l'érosion) ;
- ❖ Permettre une meilleur aération du sol ;
- ❖ Aider a résister à la compaction ;
- ❖ Augmenter la capacité de rétention d'eau.

Et les propriétés chimiques qui sont :

- ❖ Libérer de l'azote, du phosphore, du potassium, du calcium ;
- ❖ Fournir les oligo-éléments (zinc, cuivre, manganèse ...) ;
- ❖ Retenir les minéraux.

II.3. Figuier

II.3.1. Généralité

L'arbre du figuier est nommé *figus carica*, c'est une des espèces qui signifie verrue pour *figus* (le lait pour soigner la verrue) et *carica* qui fait allusion à une région en Turquie [56]. *figus carica* L. est un arbuste ou petit arbre vivace communément appelé « figuier », arbre appartenant à la famille des moracées qui comprend plus de 1400 espèces classées dans environ 40 genres [57].



Figure 06 : Le Figuier [Originale, 2022]

II.3.2. Origine du figuier

Le figuier est très probablement originaire du sud arabe ou de l'Asie mineure, selon certains botanistes, la plante serait originaire du Proche Orient, bien que l'origine exacte soit difficile à déterminer, son centre d'origine serait le Yémen d'où il aurait été diffusé en Palestine, en Syrie puis dans tout le bassin méditerranéen, des restes de fruits datant depuis 7000 ans avant Jésus Christ ont été trouvés dans les fouilles de Jéricho [58]. Cette espèce a été cultivée par les Phéniciens, les Syriens, les Égyptiens et les Grecs dans tout le bassin méditerranéen. C'est une plante indigène à ces milieux [56].

II.3.3. Classification botanique

Le figuier (*Ficus carica* L.) est une dicotylédone de la famille des Moracées. Du point de vue systématique, la classification botanique du figuier est configuré comme suit [59] :

Règne : *Végétale*

Embranchement : *Phanérogames*

Sous Embranchement : *Angiospermes*

Classe : *Dicotylédones*

Ordre : *Urticales*

Famille : *Moracées*

Genre : *Ficus*

Espèce : *Ficus carica* L.

II.4. Grenadier

II.4.1. Généralité

Le grenadier (*Punica granatum*), est un arbre ou arbuste buissonnant de 2 à 5 m de hauteur, légèrement épineux, au feuillage caduc et au tronc tortueux. Il croît majoritairement dans toute la région méditerranéenne, de façon subspontanée ou cultivée [60]. Son nom botanique *Punica* provient du latin *Punicus* (punique) ; il informe sur l'origine de la grenade qui provient de la région punique romaine (Tunisie), d'où les Romains l'ont importée.



Figure 07 : Le grenadier [Originale, 2022]

II.4.2. Origine du grenadier

Le grenadier serait originaire d'Iran et d'Afghanistan , où il croît de façon spontanée depuis plus de 4000 ans. Il existe une multitude de formes spontanées et de variétés cultivées. On le retrouve également sur des bas-reliefs égyptiens datant de 2500 ans avant le Christ et au jardin botanique [61].

En Asie Mineure dans la région méditerranéenne, ainsi qu'en Afrique de Nord, l'espèce se serait naturalisée à la suite d'une très ancienne culture, et de sa dispersion par les oiseaux.

II.4.3. Classification botanique

Le grenadier appartient à la famille des Lythracées, famille comportant 30 genres et 600 espèces .La classification botanique du grenadier est décrite comme suit [59] :

Nom botanique : *Punica granatum*

Embranchement : *Spermaphytes*

Sous-embranchement : *Angiospermes*

Classe : *Magnoliopsida*

Ordre : *Myrtales*

Famille : *Punicaceae (Lythraceae)*

Genre : *Punica*

Espèce : *Punica granatum.L*

II.5. vigne

II.5.1. Généralité

La vigne une plante sarmenteuse, vivace, appartient à la famille des *Vitacées* ou *Ampélidacées* dont les plantes ligneuses, les plantes de cette famille sont des lianes a tige plus ou moins sarmenteuse, mais parfois herbacée [62].

Elle est des phanérogames (végétaux ayant des fleurs), et appartient des angiospermes (ovules toujours cachés dans un ovaire) de la classe de dicotylédones. Il comporte plus de 72 espèces réparties dans les zones tempérées et subtropicales de l'Europe et du Proche-Orient, d'Asie Orientale et d'Amérique du Nord et Centrale.



Figure 08 : La vigne [Originale, 2022]

II.5.2. Origine de la vigne

Les premières traces de ceps de vigne, découvertes dans l'actuelle Géorgie, datent de plus de 7000 ans [63]. Dans plusieurs endroits du monde, notamment en Europe, en Asie et en Amérique, ont été retrouvées des traces du genre *Vitis* datées du Néogène. Mais sans pouvoir leur donner un nom spécifique d'espèce, ces vestiges sont mentionnés en tant que *Vitis* sp.

II.5.3. Classification botanique

La vigne est une plante pérenne ligneuse, de genre *vitis* est un genre d'arbustes et arbrisseaux de la famille des *vitaceae*. Ce genre rassemble les espèces de plantes désignées collectivement sous le nom vernaculaire « vignes ».

La vigne appartient à la classification suivante [64] :

Règne : *Végétale*

Embranchement : *Phanérogames*

Sous embranchement : *Angiospermes*

Classe : *Dicotylédones*

Ordre : *Rhamnales*

Famille : *Vitacées*

Genre : *Vitis*

Espèce : *Vitis vinifera*

Chapitre III

Matériels et méthodes

Dans ce chapitre, nous allons décrire les techniques de caractérisations des propriétés physicochimiques des biochar à base de (grignon d'olive, fumier de volaille, figuier, grenadier, vigne, mélange (Fm de volaille + grignon d'olive)) par une série d'analyses physicochimiques : le taux d'humidité, le taux de cendre, le pH, et la conductivité électrique. Afin de mieux connaître la structure morphologique de nos échantillons, on les a fait passer à la microscopie électronique à balayage (MEB) et enfin à la spectrométrie infrarouge (IRTF).

III.1. Fabrication du biochar

III.1.1. pyrolyse :

La pyrolyse est la décomposition chimique d'un composé organique par une augmentation importante de la température pour obtenir d'autres produits. L'opération est réalisée en absence d'oxygène ou en atmosphère pauvre en oxygène pour éviter l'oxydation et la combustion (l'opération ne produit donc pas de flamme).

Il s'agit du premier stade de transformation thermique après la déshydratation. Elle permet généralement d'obtenir un solide carboné.

III.1.2. Four à biochar

Les matières premières (grignons d'olives, fumier de volaille, figuier, grenadier, vigne, mélange (Fm de volaille et grignon d'olive)) sont mises chacune à part dans un bidon en métal (**bidon à pyrolyse**) de forme cylindrique, complètement hermétique à l'oxygène (conditions de pyrolyse).

Le bidon à pyrolyse est placé à l'intérieur du four à biochar qui est de forme cylindrique pourvu d'une cheminée par où passe la fumée une fois le feu allumé. Le four est troué (deux lignes de trous, l'une à proximité de la base, l'autre en haut).

Une fois tout en place, on allume le feu de façon homogène de part et d'autre du four avec du bois, La fabrication du biochar est obtenue en quelques heures environ 8 à 11 h (**pyrolyse lente**) sous une température de 500 à 600 °C.

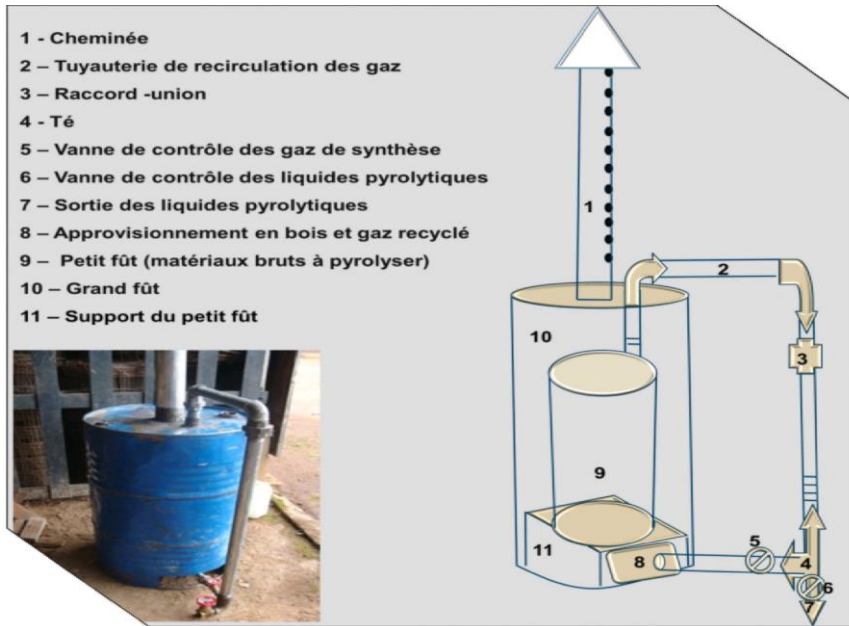


Figure 09 : Schéma du four à biochar [65].



Figure 10 : Étapes de fabrication du biochar [Originale, 2022].

III.2. Préparation des échantillons

Afin d'obtenir des poudre à base des biomasse (**grignon d'olive** , **fumier de volaille** , **figuier** , **grenadier** , **vigne** , **mélange** (fumier de volaille + grignon d'olive), les biochar subit différentes étapes : lavage , séchage , broyage et tamisage .



Figure 11: les différents biochar qu'on a utilisés [originale, 2022]

III.2.1. Lavage

Nous avons procédé au lavage à l'eau le biochar pour enlever toutes sortes d'impuretés qui collent à ce dernier.



Figure 12 : Lavage du biochar [originale]

III.2.2. Séchage

Après lavage, le biochar a été séché naturellement à l'air libre pendant 2 jours .



Figure 13 : Séchage du biochar [originale,2022]

III.2.3. Broyage

Le broyage a été réalisé au moyen d'un broyeur électrique afin d'avoir des petits fragments à différentes dimensions.



Figure 14 : broyeur électrique [originale]

III.2.4. Tamisage

Dans cette étape, on doit tamiser les échantillons obtenus après le broyage à un tamiseur, pour obtenir des fractions des particules, avec différent diamètres. La séparation est ensuite effectuée à l'aide de tamis de différentes mailles. (On a choisi le diamètre **500 μm**)



Figure 15 : tamiseur électrique

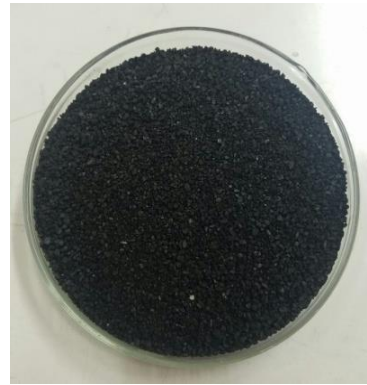


Figure 16 : résultat du tamisage
[originale, 2022]

III.3. Caractérisation physico-chimiques des biochar

III.3.1. Détermination du taux d'humidité

C'est un rapport exprimé en pourcentage, correspond à la quantité d'eau perdue par une substance lors d'un chauffage à 105°C pendant 24 heures.

Pour réaliser cette expérience, nous avons suivi la méthode décrite ci-dessous :

- Peser les creusets à vide et noter **m_0** ;
- Prendre **2g** de chaque échantillon de diamètre **500 μm** , (on a effectués 2 essai pour chaque échantillon);
- Placer ces échantillons dans les creusets et les numéroté puis noter **m_1** ;
- Mettre les creusets dans une étuve à **105°C** durant **24 heures**;
- Sortir ces échantillons de l'étuve et les laisser refroidir;
- Peser l'ensemble une seconde fois et noter **m_2** .

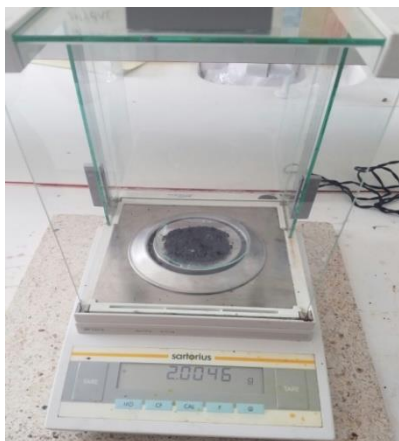


Figure 17 : Balance analytique



Figure 18 : les échantillons dans l'étuve [originale, 2022]

On exprime le taux d'humidité par l'équation :

$$H (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m_0} \times 100$$

m_0 : la masse du creuset à vide (en g) ;

m_1 : la masse du creuset et la prise d'essai avant étuvage ;

m_2 : la masse du creuset et le résidu après étuvage.

III.3.2. Détermination du taux de cendre

Le taux de cendres correspond au taux de cendres non exogènes ou la teneur en matière minérale.

Pour réaliser cette expérience, nous avons suivi la méthode décrite ci-dessous.

- Peser le creuset à vide et noter la masse m_0 ;
- Placer environ 2 g de l'échantillon dans le creuset;
- Placer les échantillons dans les creusets peser et noter la masse m_1 ;
- Placer les creusets dans le four à moufle à $T= 550^\circ\text{C}$ pendant 3h30min jusqu'à disparition des particules charbonneuses;
- Retirer les creusets du four pour les laisser refroidir pendant 10 min, puis les transférer dans un dessiccateur et laisser refroidir jusqu'à température ambiante;
- Peser et noter la masse m_2 .

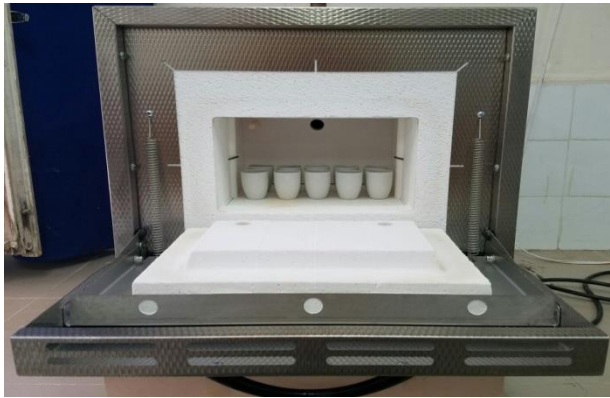


Figure 19 : Four à moufle [originale ,2022]



Figure 20 : échantillons après le four

On exprime le taux de cendres par l'équation :

$$TC (\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

m_0 : tare de creuset vide en (g)

m_1 : masse du creuset et de l'échantillon avant la calcination en (g)

m_2 : masse du creuset et de l'échantillon après la calcination en (g)

III.3.3. Le pH

Le pH (potentiel d'hydrogène) est une notion qui permet de façon commode et précise de désigner le caractère acide, basique ou neutre d'une solution.

Mode opératoire

- Pesé 5g de chaque échantillons;
- Ajouté 100ml d'eaux distillée ;
- Agitation manuelle pendant 15 min ;
- Laisser décanter pendant 2h (au bout de 2 heures on aura deux fractions : le biochar va se sédimenté et la solution deviendra claire) ;
- Immerger l'électrode du pH mètre dans la phase liquide puis dans la phase solide et noter les valeurs ;
- Mesurer le pH avec un pH mètre.

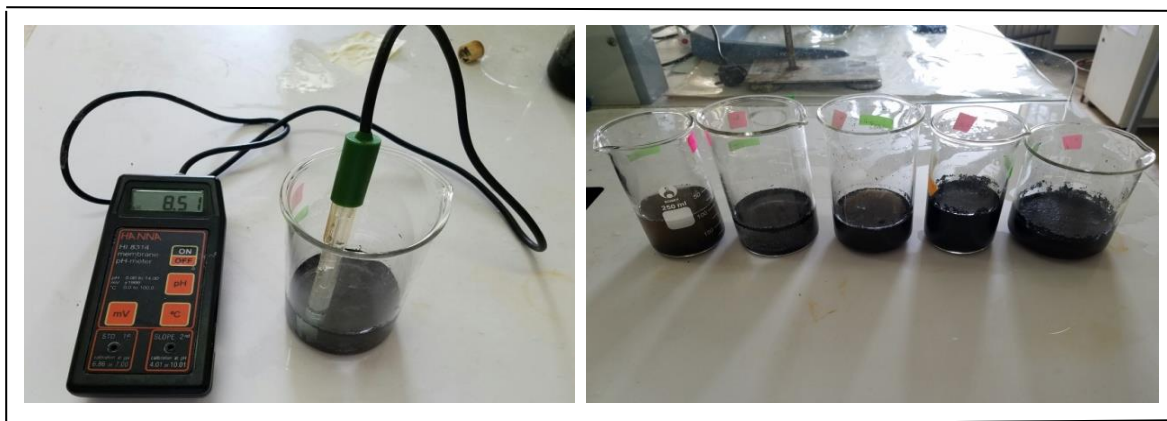


Figure 21 : Mesure du pH [originale, 2022].

III.3.4. La conductivité électrique (CE)

La conductivité électrique d'une solution est un indice des teneurs en sels solubles dans cette solution, elle exprime approximativement la concentration des solutés ionisables présents dans l'échantillon c'est-à-dire son degré de salinité.

Cette propriété électrochimique est basée sur le fait que la conductance (inverse de la résistance électrique) d'une solution s'accroît au fur et à mesure que les concentrations en cations et anions, porteurs de charges électriques, augmentent.

Mode opératoire

- Peser 20 g de chaque échantillons et les mettre dans des béchers ;
- Ajouter 100 ml d'eau distillée ;
- Agiter les solutions pendant 15 minutes ;
- Laisser reposer jusqu'à ce qu'il y ait sédimentation du biochar ;
- Mesurer la CE avec un conductimètre (La valeur numérique affichée correspond à la conductivité de la solution à la température ambiante donnée sur l'appareil).
- Il faut rincer l'électrode avec de l'eau distillée avant après chaque mesure ;



Figure 22 : mesure de la CE avec un conductimètre [originale, 2022]

III.3.5. Analyse des échantillons par Spectroscopie Infrarouge (IRTF)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ou spectroscopie IRTF est une technique spectrale utilisée afin d'identifier les groupes fonctionnels et de suivre le processus réactionnel d'un échantillon solide, liquide ou gazeux. C'est une technique qui permet de collecter simultanément les données spectrales sur un large spectre [66].

Tous les résultats obtenus en IR ont été réalisés en utilisant des pastilles en mode ATR (réflectance totale atténuée), dans un spectrophotomètre à transformée de Fourier de marque IRAFFINITY-1S **figure (23)**, du laboratoire de recherche LCAGC de l'université Mouloud Mammeri de Tizi - Ouzou.

Cette méthode peut être utilisée pour des analyses qualitatives et quantitatives et peut donner des informations sur les propriétés physiques ou chimiques des produits analysés [67].



Figure 23 : Spectromètre Infrarouge IRAffinity -1S [originale ,2022]

III.3.6. Analyse morphologique par microscopie électrique à balayage MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique traditionnellement utilisée dans l'analyse des surfaces. Elle permet d'analyser la morphologie de la surface, la porosité et la composition chimique de la plupart des matériaux solides. Cette technique a la particularité d'offrir une très grande profondeur de champ (plusieurs centaines de microns) et donne des vues qualitatives des surfaces d'une grande utilité [68].

La morphologie des six types de biochar, ont été observée par un microscope électronique à balayage (MEB) environnemental d'un type PHILIPS (**Figure 24**), au niveau du laboratoire de recherche de UMMTO a Hasnaoua .



Figure 24 : Microscope Électronique à Balayage (MEB) [originale, 2022]

Chapitre IV
Résultats et Discussions

Dans ce chapitre, on regroupe l'ensemble des résultats obtenus dans ce travail concernant le calcul de taux d'humidité, le taux de cendre, la mesure de pH, la mesure de la CE, les analyses IR et la microscopie électronique à balayage (MEB).

IV. Caractérisation physico-chimique du biochar

IV.1. Détermination du taux d'humidité

Les résultats du test du taux d'humidité des six biochar sont présentés dans la (figure 25):

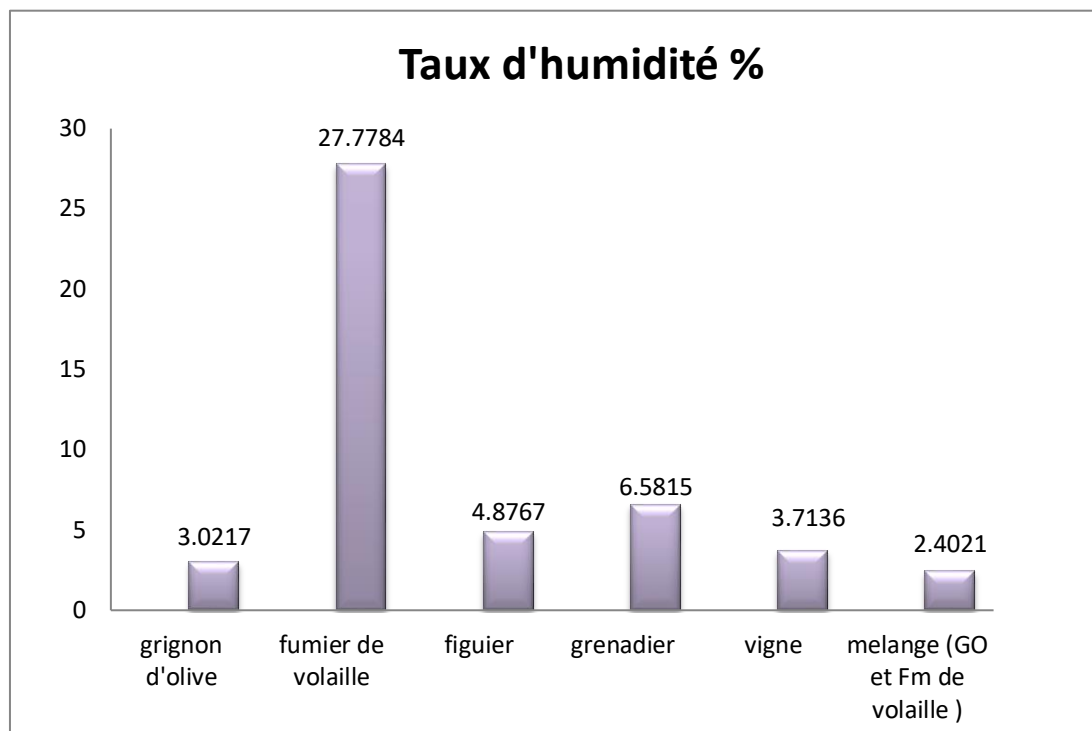


Figure 25 : Histogramme de taux d'humidité

D'après les résultats obtenus, on constate que le taux d'humidité des 6 biochars varie d'un biochar à un autre. Cependant le taux d'humidité le plus élevée est celui du fumier de volaille avec 27.77% qui serait de nature hydrophile.

Les autres biochars ont un taux d'humidité qui varie selon un intervalle de 1 à 6 % sont proches car ils sont d'origine ligneuse (grignon d'olive, figuier, grenadier, vigne) qui souvent dépendent du sol et du climat.

On peut relever que le taux d'humidité du grenadier est de 6 % donne un caractère hydrophile, les sites hydroxyles agissent comme un plastifiant et une résistance à la traction [69].

IV.2. Détermination du taux de cendre

Les résultats du test du taux de cendre des six biochar sont présentés dans la (figure 26):

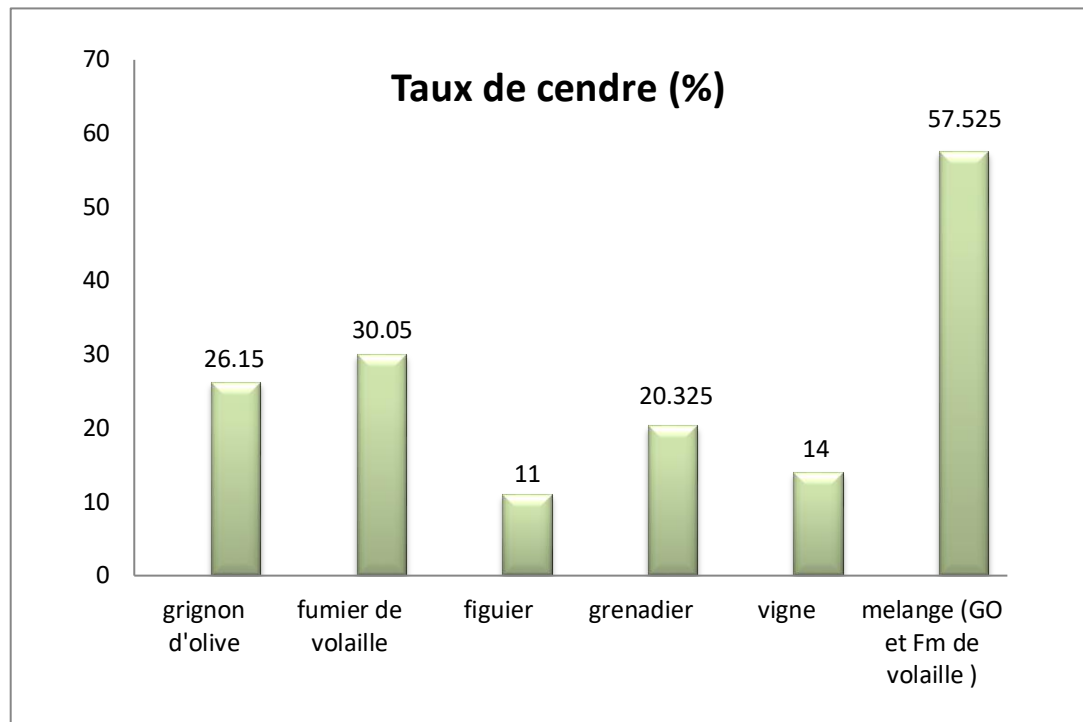


Figure 26 : Histogramme de taux de cendre

Après avoir incinéré nos échantillons, la matière minérale restante des biochar est de 36.05 % dans le fumier de volaille qui contient de la matière minérale (10% phosphore, 17 % potassium et 23 % Azote) qui servie de fertilisant dans le sol.

Cependant le taux de cendre provenant des biochar d'origine ligneuse qui est (figuier, grenadier, vigne) sont proches et concorde avec la littérature qui nous indique qu'un biochar de qualité doit avoir un taux de cendre de 12% [70].

Tandis que le biochar issu d'un grignon a un taux de cendre de 26.15 %, qui est élevé peut être aux contaminations provenant du sol et la présence des olives ramassées avec le résidu [71].

Un mélange élaboré à partir de grignon et fumier de volaille a eu un taux de cendre de 57.52 % c'est la matière minérale qui est additionnée importante issue des deux biochars (grignon d'olive et le fumier de volaille).

IV.3. Mesure du pH

Tableau (05) : les résultats de la mesure du pH

Echantillons	pH de la phase liquide	pH de la phase solide
grignon d'olive	7.99	8.03
Fumier de volaille	9.41	9.59
Figuier	9.43	9.70
Grenadier	8.78	8.90
Vigne	9.82	9.88
Mélange (GO + Fm de volaille)	9.67	9.80

Dans nos résultats on constate que le pH des différents biochars sont proches autour de 8. Selon LEHMANN 2007 le pH de nos biochars variaient dans la même gamme de 4 à 12 afin de neutraliser les sols acides.

IV.4. Mesure de la CE

Tableau (06) : les résultats de la mesure de la CE

Echantillons	La CE ($\mu\text{s}/\text{cm}$)
Grignon d'olive	1131.2
Fumier de volaille	2050
Figuier	794
Grenadier	1031
Vigne	967
Mélange (GO + Fm de volaille)	1408

Les résultats du tableau (06) montrent une CE très variable allant de 794 $\mu\text{s}/\text{cm}$ à 2050 $\mu\text{s}/\text{cm}$.

Le fumier de volaille a une CE relativement élevée de 2050 $\mu\text{s}/\text{cm}$, comparativement aux autres biochars ligneux, elle serait due aux propriétés physico-chimiques de la fiente de volaille qui contient aussi du phosphore ainsi potassium et azote il reste ainsi un excellent engrais car il est très rapidement minéralisé dans le sol.

Le grignon et le grenadier soumis à une pyrolyse, ont une CE autour de 1100 $\mu\text{s}/\text{cm}$, qui sont connus pour leur richesse en potassium, ce dernier est un cation (K^+) qui peut élever la conductivité électrique d'un matériau.

Les deux biochar ligneux restants qui sont (vigne et figuier) ont révélés une CE relativement basse qui serait due à une faible quantité d'éléments nutritifs.

Nous avons également fait la CE du mélange (GO et Fm de volaille) qui est de 1408 $\mu\text{s}/\text{cm}$ ce résultat nous montre que le mélange serait peu efficace dans un sol.

IV.5. Analyse des échantillons par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

Les résultats de l'analyse spectrale par spectroscopie infrarouge des biochar à base de (grignons d'olive, fumier de volaille, figuier, grenadier, vigne et le mélange (GO et Fm de volaille)) sont présentés ci-dessous :

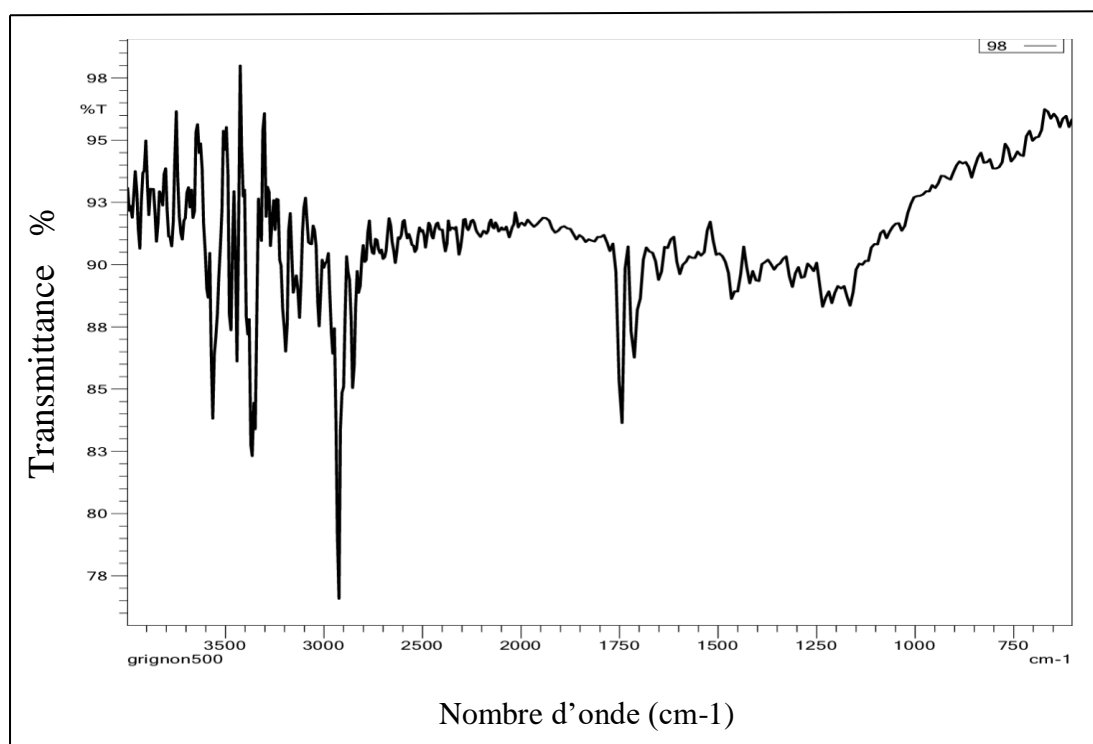


Figure 27 : Spectre IR du biochar à base du grignon d'olive

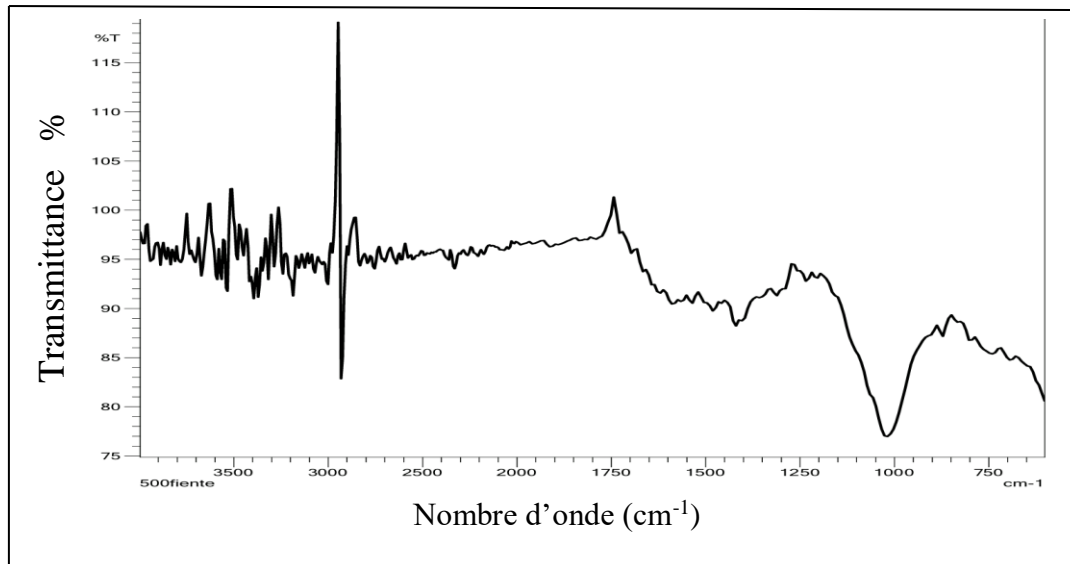


Figure 28 : Spectre IR du biochar à base du fumier de volaille

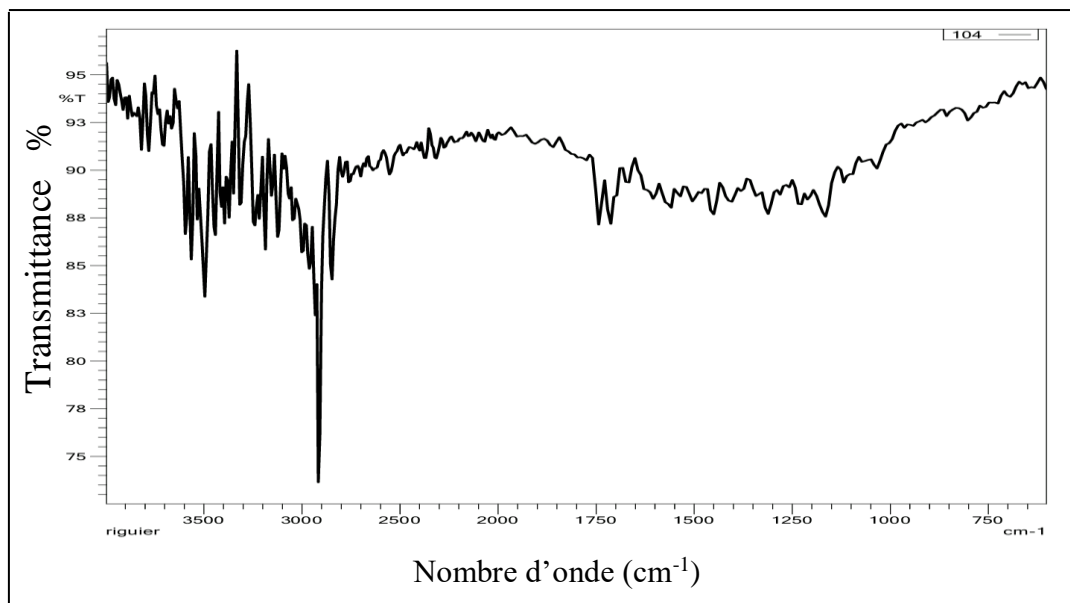


Figure 29 : Spectre IR du biochar à base du figuier

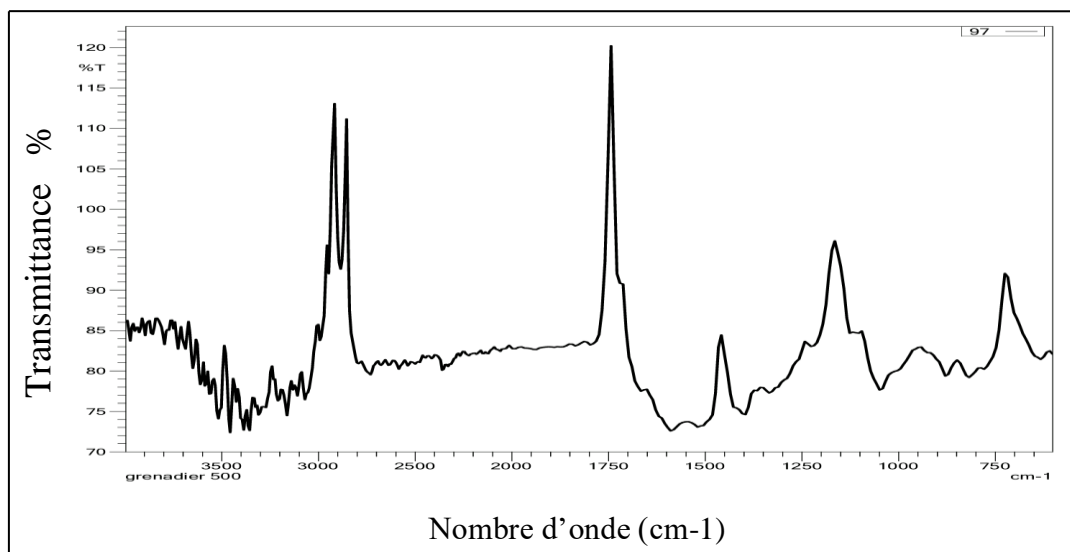


Figure 30 : Spectre IR du biochar à base du grenadier

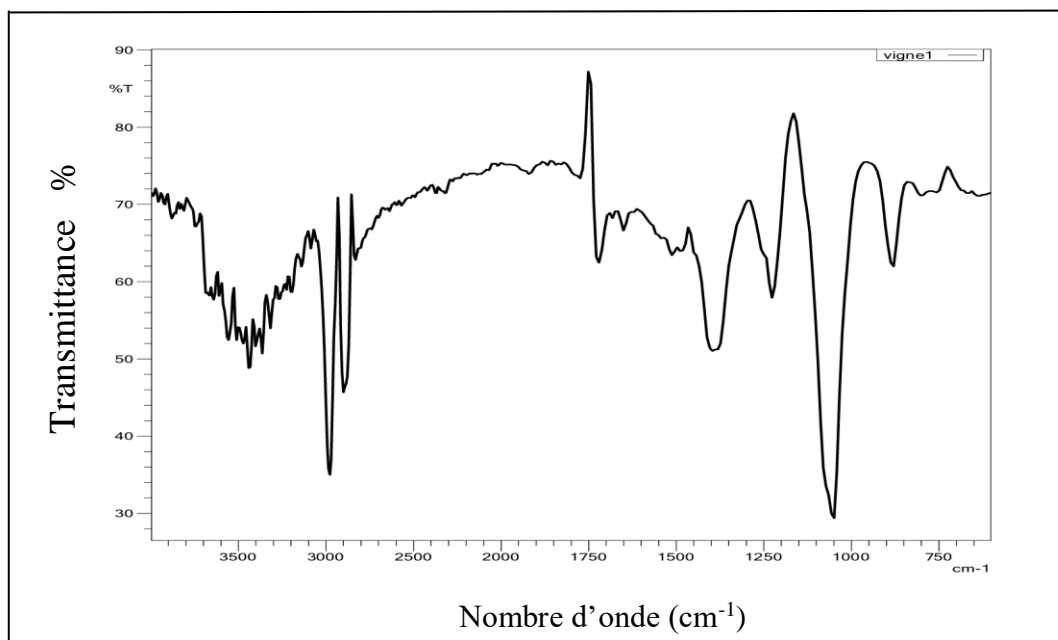


Figure 31 : Spectre IR du biochar à base du vigne

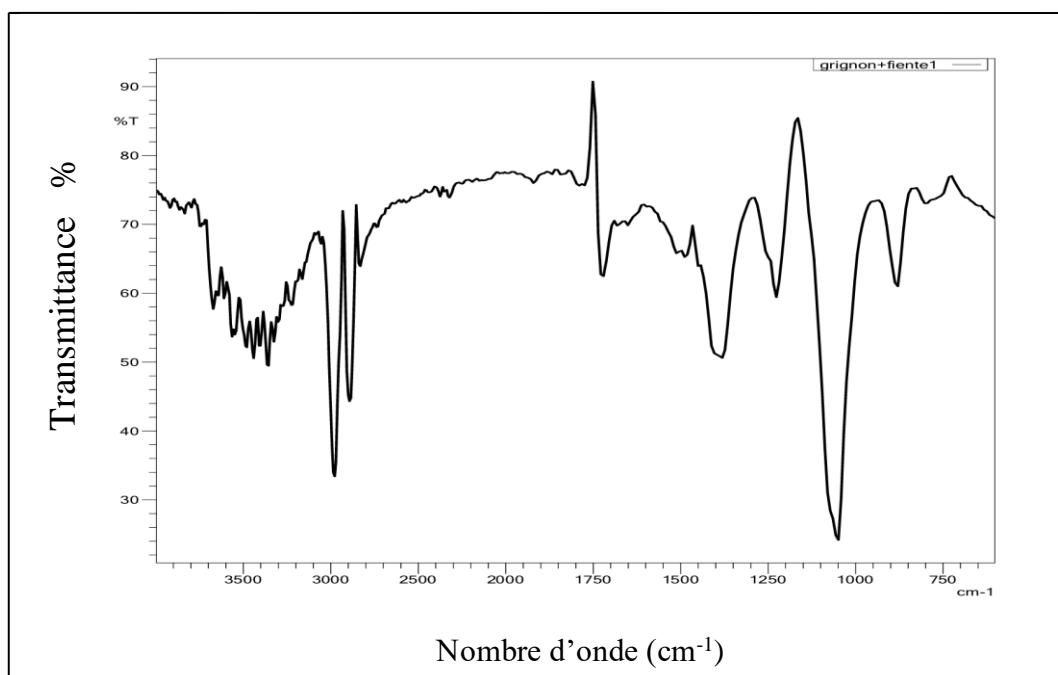


Figure 32: Spectre IR du biochar à base du mélange (GO et Fm de volaille)

L'analyse des échantillons par la spectroscopie IRTF montre la présence de différentes bandes de vibration, chaque bande d'absorption qui apparaît sur le spectre correspond à une fonction ou à un groupement chimique. Les différentes bandes caractéristiques des constituants de nos fibres sont résumées dans le tableau (07).

Tableau (07) : Les bandes d'absorptions enregistrées des différentes biochar étudiées par (IRTF)

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Type de vibrations
3300-3400	Vibration d'élongation N-H des amides
3346-3350	Vibration élongations des groupements hydroxyles O-H
2923- 2925	Vibration d'élongation asymétrique des liaisons C-H des alcanes
1851-1855	Harmonique des déformations C-H des aromatiques
1700- 1715	Vibration d'élongations C=O des cétones
1200 -1320	Vibration d'élongations C-O des acides carboxylique
1037-1042	Vibration d'élongations C-O aliphatique

A partir des six spectres IRTF, on constate que le pic d'étirement O-H (3600- 3200 cm⁻¹) diminue dans les spectres des biochar qui reste conforme à la littérature [72].

D'après la littérature nos six biochars soumis à des températures de pyrolyse élevée entraîneraient des ruptures à la surface de la biomasse, causées par un craquage thermique de la biomasse mère ; par l'analyse IRTF on trouve l'intensité des pics 3300- 3350 cm⁻¹ (étirement - OH), 2850-2950 cm⁻¹ (étirement -CH), et 2925 cm⁻¹(vibration asymétrique des alcanes) diminuait avec l'augmentation de la température de pyrolyse, ce qui peut être dû à l'amélioration de la structure aromatique dans le biochar [73] .

Les pics qui serait attribues à l'hémicellulose et à la cellulose 3000 cm⁻¹ et 3200 cm⁻¹ pour OH et 3100-3000 cm⁻¹ pour CH sont absents dans tous les échantillons de nos 6 biochar, ce qui nous amène à conclure que, l'holocellulose présente dans la matière première se serait

dégradées à la température compris entre 200 - 300 °C et 300 - 400°C [74].

Les pics situés entre 1400 cm^{-1} et 900 cm^{-1} sont généralement attribués à la lignine, principalement en raison des cycles de type C=C. On constate qu'ils sont bien prononcés ce qui peut être dû à la dégradation de la lignine à des températures comprises entre 200 °C et 700 °C [72].

Des pics sont également observés entre 2925 -2923 cm^{-1} sont attribués aux groupes fonctionnels aliphatiques (liaisons C-H), reste peu prononcés, car la dégradation des composés aliphatiques, conduisant à la formation de composés aromatiques [72].

Les pics situés entre 1700-1750 cm^{-1} apparaît dans les spectres serait due à la déformation axiale acide C=O, principalement des aldéhydes et des cétones formés par la dissociation de la cellulose et de l'hémicellulose [72].

L'analyse FTIR nous a permis de conclure que le processus de pyrolyse conduit à la dégradation de la cellulose et de l'hémicellulose, tandis que certains aromatiques liés à la lignine restent dans les échantillons de biochar. Selon [75], ces caractéristiques pourraient améliorer l'application du biochar comme amendement du sol.

IV.6. Analyse morphologique par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Les résultats de l'examen morphologique nous donnent les différentes microphotographies MEB de nos biochar qui sont illustrés ci-dessous :

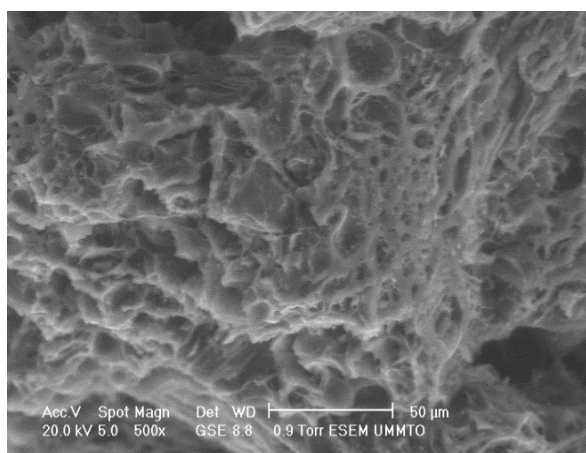


Figure 33 : Microphotographie MEB du biochar à base du grignon d'olive

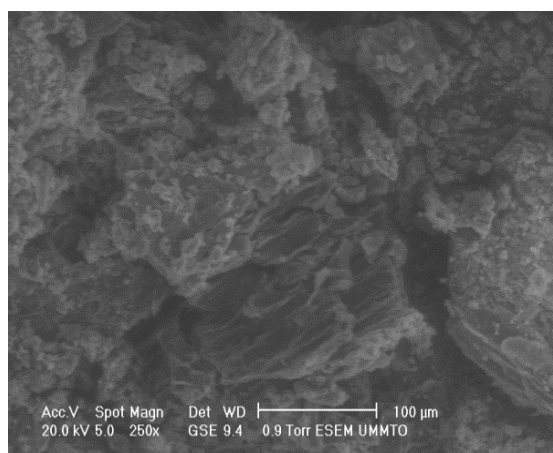


Figure 34 : Microphotographie MEB du biochar à base du fumier de volaille

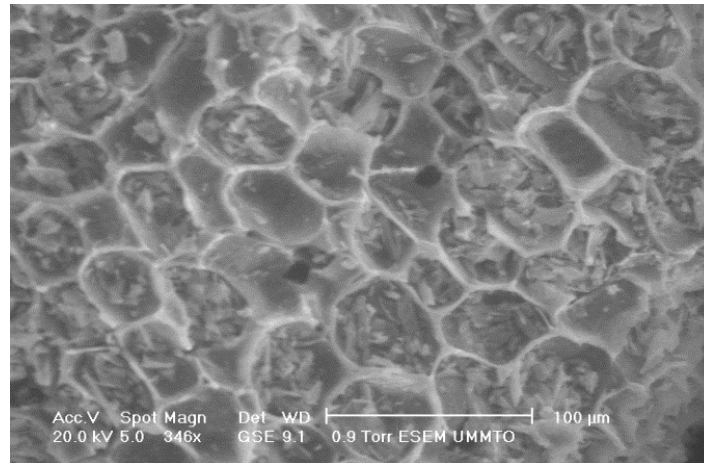


Figure 35 : Microphotographie MEB du biochar à base du figuier

D'après les résultats obtenus les images de MEB des biochars montrent des matériaux dans sa globalité poreux.

La microphotographie de l'échantillon de grignon d'olive montre un aspect poreux et irrégulier .Cependant celui de fumier de volaille nous montre des parties cubiques et claires qui sont probablement des minéraux.

Le figuier à un aspect poreux dû à son anatomie cellulaire on voit de nombreux pores réguliers.

Conclusion

Conclusion générale

Le biochar est un matériau riche en carbone utilisé depuis peu comme amendement de sol avec la possibilité de séquestrer le carbone durable, améliorer la qualité du substrat. Pour cela il suffit de valoriser les déchets ligneux, les sous produits oléicoles et le fumier. Néanmoins un four à pyrolyse à température réglable est nécessaire pour obtenir un biochar à normes adéquats.

De ce fait, l'objectif de cette étude est la possibilité de réaliser un biochar à partir des biomasses ligneuse et un sous produit oléicole et un fumier dans un four à pyrolyse. Cette valorisation des matériaux naturels disponibles apportant aux sols agricoles un amendement de qualité.

A l'issue de la première partie de ce travail, il s'avère que l'élaboration de six biochars dans un four à pyrolyse traditionnel a constitué une première approche, ont donné des résultats différents :

Les résultats des tests physico-chimiques obtenus montrent que le fumier de volaille présente un taux d'humidité important qui est due à sa structure hydrophile selon la littérature.

Concernant le taux de cendre, le mélange GO et Fm de volaille a révélé un taux de cendre élevé qui pourrait être attribué à la nature de ces éléments riches en matières minérales.

Eu égard à la valeur des pH de nos biochars, il serait intéressant pour augmenter le pH de sols légèrement acides.

Le fumier de volaille à une CE relativement élevée, comparativement aux autres biochars ligneux, ainsi il reste un excellent engrais car il est très rapidement minéralisé dans le sol.

L'analyse FTIR nous a permis de conclure que le processus de pyrolyse conduit à la dégradation de l'holocellulose, tandis que certains aromatiques liés à la lignine restent dans les échantillons de biochar, ces caractéristiques pourraient améliorer l'application du biochar comme amendement du sol.

Les photographies microscopiques montrent clairement la présence des cellules végétales de forme polygonale dans le figuier, et des fibres très abondantes en bandes irrégulières, ayant de la matière minérale de forme cubique dans le fumier, et pour le grignon montrent clairement la présence des cellules ayant des ponctuations simples, caractérisées par des parois très épaisses.

Les résultats des caractérisations physico-chimiques des six biochars qu'on a fait dans un four traditionnel sans une température précise, ont montré qu'ils étaient de qualité et qu'ils pourraient être utiles comme amendement organique pour conditionner certaines propriétés des sols :

Conclusion générale

réduction de l'acidité des sols pauvres, amélioration de la capacité d'échange de divers nutriments, de la capacité de stockage de l'eau.

En termes de perspectives de la présente étude on pourra suggérer :

- Pour une analyse plus approfondie il serait souhaitable de faire un BET pour chaque biochar.
- La mesure de la porosité.
- Test de toxicité.
- Elaborer un biochar à différentes températures.
- Nous recommandons de tester ce biochar dans un sol agricole.

Références
Bibliographique

- [1] **J. Lehmann, et J. Stephen**, *Biochar for Environmental Management: Science, Technology and Implementation*. 2nd Ed. New York: Routledge, 2015
- [2] **H. Kambo, et A. Dutta**, " A comparative review of biochar and hydrochar in terms of production, physico-chemical properties and applications ", *Renew. Sustainable Energy Rev.* Vol. 45, pp. 359- 378, 2015.
- [3] **S. Shenbagavalli, et S. Mahimairaja**, "Production and characterization of biochar from different biological wastes," *IJPAES*, vol 2 (1), pp. 197- 201, 2012.
- [4] **M. Sukiran, S. Loh, N. Abu, et Y. Choo**, "Production and Characterization of Bio-Char from the Pyrolysis of Empty Fruit Bunches," *Am. J. Appl. Sci.*, vol 8 (10), pp. 984-988, 2011. DOI: <http://doi.org/10.3844/ajassp.2011.984.988>.
- [5] **Lehmann J., Da Silva Jr. J. P., Steiner C., Nehls T., Zech W., and Glaser B. (2003b)**, Nutrient Anthrosol and a Ferralsol in the Central Amazon Bassin: Fertiliser, Manure and Charcoal Amendments. *Plants and Soil* 249: 343-357.
- [6] **Brewer, C.E., Unger, R., Schmidt-Rohr, K., Brown, R.C., 2011**. Criteria to select biochars for field studies based on biochar chemical properties. *BioEnergy Research* 4, 312–323.
- [7] **Lehmann, J., et Joseph, S. (2009)**. Biochar for environmental management: science and technology. *Earthscan, London*. pp. 1-405.
- [8] **Lehmann J., (2007)**, A Handful of Carbon, *Nature* 447, 143-144.
- [9] **Gaunt, J. L. et Lehmann, J. (2008)**. Energy balance and emissions associated with biochar sequestration and pyrolysis bioenergy production. *Environmental Science & Technology*. 42: 4152-4158.
- [10] **Keech O., Carcaillet C., Nilsson M. C.,(2005)**, Adsorption of Allelopathic Compounds by Wood-Derived Charcoal: The Role of Wood Porosity, *Pant Soil*, 272:291-300.
- [11] **Gundale M. J., and Deluca T.H., (2006)**, Temperature and Source Material Influence Ecological Attributes of Ponderosa Pine and Douglas-fir Charcoal. *For Ecol Manag*231: 86-93.

- [12] **Schimmelpfennig, S., Glaser, B., 2012.** One step forward toward characterization: some important material properties to distinguish biochars. (Special Issue: Environmental benefits of biochar.). *Journal of Environmental Quality* 41, 1001–1013.
- [13] **Prins R., Wayne T., Marier J., Geoff A., Tim C., and Brandon D., (2011),** Design, Construction, and Analysis of A Farm-Scale Biochar Production System, *Catalyzing Innovation*, March 24-26.
- [14] **Mullen A. C., Boateng A., Goldberg N. M., Lima M. I., Laird D. A. and Hicks K. B. (2009),** Bio-oil and Bio-char Production from Corn Cobs and Stover by Fast Pyrolysis, *Elsevier*, 24, October, Vol. 34 N° 1 pp 67-74.
- [15] **Downie A., Crosky A., and Munroe P., (2009),** Physical Properties of Biochar. In *Biochar for Environmental Management*, ed. Lehmann J., and Joseph S., *London: Earthscan Publication*, 12-32.
- [16] **Novak, J.M., Lima, I., Xing, B., Gaskin, J.W., Steiner, C., Das, K.C., Ahmedna, M., Rehrh, D., Watts, D.W., Busscher, W.J., Schomberg, H., 2009a.** Characterization of designer biochar produced at different temperatures and their effects on a loamy sand. *Annals of Environmental Science* 3, 195–206.
- [17] **Singh, R., Babu, J.N., Kumar, R., Srivastava, P., Singh, P., Raghubanshi, A.S., 2015.** Multifaceted application of crop residue biochar as a tool for sustainable agriculture: An ecological perspective. *Ecological Engineering* 77, 324–347
- [18] **Liang, B., Solomon, D., Kinyangi, J., Grossman, J., O’Neill, B., Skjemstad, J.O., Thies, J., Luizao, F.J., Petersen, J., Neves, E.G., 2006.** Black Carbon increases cation exchange capacity in soils. *Soil Science Society of America Journal* 70, 1719–1730.
- [19] **Cheng, C.-H., Lehmann, J., Thies, J.E., Burton, S.D., Engelhard, M.H., 2006.** Oxidation of blackcarbon by biotic and abiotic processes. *Organic Geochemistry* 37, 1477–1488.
- [20] **Brennan, J.K., Bandosz, T.J., Thomson, K.T., Gubbins, K.E., 2001.** Water in porous carbons. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 187–188, 539–568.

- [21] **Joseph, S., Peacocke, C., Lehmann, J., Munroe, P., 2009.** Developing a biochar classification and test methods. Dans : Lehmann, J., Stephen, J. (Eds): Biochar for environmental management. Science and technology. Earthscan Washington. pp: 106–126.
- [22] **Unger, R., Killorn, R., 2011.** Effect of three different qualities of biochar on selected soil properties. Communications in Soil Science and Plant Analysis 42, 2274–2283.
- [23] **Rajkovich, S., Enders, A., Hanley, K., Hyland, C., Zimmerman, A.R., Lehmann, J., 2012.** Corn growth and nitrogen nutrition after additions of biochars with varying properties to a temperate soil. Biology and Fertility of Soils 48, 271–284.
- [24] **Goyal, HB., Seal, D, Saxena, RC.** Bio-Fuels from thermochemical conversion of renewable resources: A review, 2008, 12, 504-517.
- [25] **Neves, D., Thunman, H., Matos, A et al.** Characterization and prediction of biomass pyrolysis products, 2011, 37, 611-630.
- [26] **Saxena, RC., Diptendu, S., Kumar, S., Goyal, HB.** Thermo-chemical routes for hydrogen rich gas from biomass: a review, 2008, 12, 1909-1927.
- [27] **J. J. Manyà,** « Pyrolysis for Biochar Purposes: A Review to Establish Current Knowledge Gaps and Research Needs », Environ. Sci. Technol., vol. 46, no 15, p. 7939-7954, août 2012.
- [28] **M. F. Aller,** « Biochar properties: Transport, fate, and impact », Critical Reviews in Environmental Science and Technology, vol. 46, no 14-15, p. 1183-1296, août 2016.
- [29] **K. Weber et P. Quicker,** « Properties of biochar », Fuel, vol. 217, p. 240-261, avr. 2018.
- [30] <http://www.biochar-international.org/technology> .
- [31] **C. Di Blasi, C. Branca, A. Santoro, et E. Gonzalez Hernandez,** « Pyrolytic behavior and products of some wood varieties », Combustion and Flame, vol. 124, no 1, p. 165-177, janv. 2001.
- [32] **A. Demirbas,** « Effect of initial moisture content on the yields of oily products from pyrolysis of biomass », Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, vol. 71, no 2, p. 803-815, juin 2004.

- [33] **B. V. Babu**, « Biomass pyrolysis: a state-of-the-art review », *Biofuels, Bioprod. Bioref.*, vol. 2, no 5, p. 393-414, sept. 2008.
- [34] **F.-X. Collard et J. Blin**, « A review on pyrolysis of biomass constituents: Mechanisms and composition of the products obtained from the conversion of cellulose, hemicelluloses and lignin », *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 38, no Supplement C, p. 594-608, oct. 2014.
- [35] **A. Demirbas and G. Arin**, “Energy Sources, Part A: Recovery, Util., and Environ,” *Eff*, vol. 24, p. 471, 2002.
- [36] **Zhang, Z., Zhu, Z., Chen, B., Liu, L.** Insights into biochar and hydrochar production and applications: A review. *Energy*, 2019, 171, 581-598.
- [37] **MAJOR J., STEINER C., DOWNIE A., LEHMANN J., 2009** – «Biochar effect on nutrient leaching». In Lehmann J., Joseph S. (eds): *Biochar for environmental management*, London, Earthscan: 271-287.
- [38] **VAN ZWIETEN L., KIMBER S., MORRIS S., DOWNIE A., BERGER E., RUST J., SCHEER C., 2010** – Influence of biochars on flux of N₂O and CO₂ from Ferrosol. *Australian Journal of Soil Research*, 48: 555-568.
- [39] **CHANG K. Y., XU Z., 2009** – «Biochar: nutrient properties and their enhancement». In Lehmann J., Joseph S. (eds): *Biochar for environmental management*, London, Earthscan: 67-84.
- [40] **SOHI S., LOPEZ-CAPEL E., KRULL E., BOL R., 2009** – Biochar’s roles in soil and climate change: a review of research needs. *CSIRO Land and Water Science Report*, 05/09, 64 p.
- [41] **Zhang, A., Bian, R., Pan, G., Cui, L., Hussain, Q., Li, L., Zheng, Ji., Zheng, Ju., Zhang, X., Han, X. et Yu, X. (2012)**. Effects of biochar amendment on soil quality, crop yield and greenhouse gas emission in a Chinese rice paddy: a field study of 2 consecutive rice growing cycles. *Field Crops Research*. **127**: 153-160.
- [42] **Lehmann, J., Gaunt, J. et Rondon, M. (2006)**. Bio-char sequestration in terrestrial ecosystems - a review. *Mitigation and Adaptation Strategies for Global Change*. **11**: 395-419.

- [43] **Wang, Z., Zheng, H., Luo, Y., Deng, X., Herbert, S. et Xing, B. (2013).** Characterization and influence of biochars on nitrous oxide emission from agricultural soil. *Environmental Pollution*. **174**: 289-296.
- [44] **Yao, Y., Gao, B., Zhang, M., Inyang, M., Zimmerman, A., R. (2012).** Effect of biochar amendment on sorption and leaching of nitrate, ammonium, and phosphate in a sandy soil. *Chemosphere*. **89**: 1467-1471.
- [45] **Ferhat, R., Laroui, S., Zitouni, B., Lekbir, A., Abdeddaim, M., Smaili, N., Mohammedi, Y. (2014).** Experimental study of solid waste olive's mill: extraction modes optimization and physicochemical characterization. *J. Nat. Prod. Plant Resour.* 4.p : 16-23.
- [46] **Meziane, S. (2013).** Modélisation de la cinétique du séchage convectif du grignon d'olive. *Energies Renouvelables*.16. p: 379 – 387.
- [47] **Nefzaoui, A.**, contribution a la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimal des sous-produits, OLIVAE IV Tunisie, Janvier 1987.
- [48] **Trigui Ahmed**, PNUD-Tunisie/ANME Etude en vue de l'élaboration d'un plan d'action pour l'utilisation énergétique des sous produits de l'olivieraie tunisienne, Projet 00058135,(33/2008)
- [49] **Amrane T et Belkacemi T.** valorisation des residus agricoles par la culture d'une souche locale d'un champignon comestible. Mémoire de Master, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.2017, P.09.
- [50] **Nefzaoui A.** Importance de la production oléicole et des sous-produits de l'olivier. Etude de l'utilisation des sous-produits de l'olivier en alimentation animale en Tunisie. Étude FAO production et santé animales, 43. 1984.
- [51] **Atmane S et Bareche R.** Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de PVC et de grignon d'olive local. Mémoire de Master, Université Mouloud Mammeri, TiziOuzou. 2017, p.14-15.
- [52] **Anonyme 1** : itafv. (2010). La culture de l'olivier. 44 pages.

- [53] **Nefzaoui A.** Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par une valorisation optimale des sous-produits option méditerranéennes série séminaire, Ecole supérieure d'horticulture Sousse, Tunisie .N° 16, P101-108, 1991.
- [54] **Djadouf Samia et all,** étude de l'influence des ajouts (grignon d'olive et foin) sur les caractéristiques physico-mécaniques de la brique de terre cuite, Communication Science & technologie, N°9, Janvier 2011 COST.
- [55] **NARINDRANIAVO Maherisoa,** Etude et conception d'une unité de transformation et de valorisation des fientes de volailles en engrais biologiques, UNIVERSITE D'ANTANANARIVO, P 6-7, 2014.
- [56] **MICHEL AUBINEAU.2002.** La rousse agricole
- [57] **Baraket G., Chatti K., Saddoud O., Mars M., Marrakchi M., Trifi M., Salhi- Hannachi A., 2009.** Genetic analysis of Tunisian fig (*Ficus carica L.*) cultivars using amplified fragment length polymorphism (AFLP) markers. Horticultural Science and Technology, (120) : 487–492;
- [58] **Flaishman M.A., Rodov V., Stover E. 2008.** The fig: Botany, horticulture, and breeding. Horticultural Reviews., 34: 113–96
- [59] **Aljan F et Ferchichi A, 2009.** Assessment of genetic diversity among some southern Tunisian fig (*Ficus carica l.*) Cultivars based on morphological descriptors. Jordan. journal of agricultural sciences. 5 : 1-16.
- [60] **Wald E., 2009.** Le Grenadier (*Punicagranatum*): Plante historique et évolutions thérapeutiques récentes. Thèse de Doctorat. France. 158 pages.
- [61] **Camouretti M.C., Comet G., 1992.** Les techniques des hommes et des plantes : plantes méditerranéennes, vocabulaire et usages anciens. Mémoire de Magister. Paris. 174pages.
- [62] **Reynier A., 2007.** Manuel de viticulture. 10^{ème} éd. Lavoisier Tec & Doc. Paris. 600p
- [63] **Rowley et al. 2003 :** Le vin. Une histoire de goût, Gallimard.
- [64] **Simon J-L., Eggenberger W., Koblet W., Mischler M. et Schwarzenba.CH. J., 1992.** Viticulture. 3^{ème} Ed. Payot Lausanne la Maison Rustique. Paris. 223p.

- [65] Production et utilisation du biochar pour la restauration d'un oxisol tropical, UNIVERSITÉ LAVAL, 2015, <https://www.researchgate.net/publication/307889893> .
- [66] **Mouna Amimour**. Thèse Doctorat. Université Mentouri Constantine, **2009**.
- [67] **LAURA FATELA.2012**. Utilisation de la spectroscopie proche infrarouge comme un outil PAT pour la quantification de substances en solution
- [68] **S.MANSOURI**. Présentation de voies potentielles de valorisation et des procédés associés
- [69] **Rowell, R. (1984)**. "The chemistry of solid wood", Advances in chemistry series n° 207. American Chemical Society, New-York.
- [70] **Biochar -FEUILLE D'ERABLE, CHARBONNERIE ANCESTRALE ,2020**
- [71] **Mme Arezki née S. Djadouf**. « Etude de l'influence des ajouts (grignon d'olive et foin) sur les caractéristiques physico- mécaniques de la brique de terre cuite ». Mémoire de magister. Université Abderrahmane Mira, Bejaia, 2013.
- [72] **R. Azargohar, S. Nanda, J. Kozinski, A. Dalai et R. Sutarto**, " Effects of temperature on the physicochemical characteristics of fast pyrolysis bio-chars derived from Canadian waste biomass ", *Fuel*, vol. 125, pp. 90-100, 2014. DOI : <http://doi.org/10.1016/j.fuel.2014.01.083>.
- [73] **S. Shaaban, M. Se, M. Dimin, J. Juoi, M. Mohd, et N. Mitan**, " Influence of heating temperature and holding time on biochars derived from rubber wood sawdust via slow pyrolysis ", *J. Anal. Appl. Pyrol*, vol 107, p. 31-39, 2014. DOI : <http://doi.org/10.1016/j.jaap.2014.01.021>.
- [74] **K. Kim, J. Kim, T. Cho, and J. Choi**, "Influence of pyrolysis temperature on physicochemical properties of biochar obtained from the fast pyrolysis of pitch pine (*Pinus rigida*)," *Bioresource Technol.*, vol. 118, pp. 158-162, 2012. DOI : <http://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.04.094>.
- [75] **Y. Sik, S. Uchimiya, S. Chang, et N. Bolan**, *Biochar: Production, Characterization and Applications*. Londres: CRC Press, 2016.
- [76] <http://CHARCOAL KILN>
- [77] [http :// Beston Group Équipement de production de biochar](http://Beston Group Équipement de production de biochar)

Annexes

Annexes

Annexes 1: Résultats des pesées des échantillons avant et après le test de taux d'humidité

Types du biochar	m ₀	m ₁	m ₂	Taux d'humidité (%)	Moyen (%)
Grignon d'olive	18.060	20.013	19.976	1.9311	3.02
	16.563	18.563	18.484	4.1124	
Fumier de volaille	18.013	20.060	19.483	30.2569	27.77
	17.836	19.836	19.330	25.3000	
Figuier	17.774	19.774	19.681	4.8767	4.87
	17.966	19.966	19.871	4.9095	
Grenadier	18.581	20.581	20.460	6.4395	6.58
	17.792	19.792	19.666	6.7235	
Vigne	16.565	18.555	18.435	6.4171	3.71
	17.750	19.750	19.620	6.9518	
Mélange (GO + Fm de volaille)	17.774	19.774	19.699	3.8961	2.40
	18.041	20.041	20.023	0.9081	

Annexes 2: Résultats des pesées des échantillons avant et après le test du taux de cendre

Types du biochar	m ₀	m ₁	m ₂	Taux de cendre (%)	Moyen (%)
Grignon d'olive	18.060	20.060	18.556	24.8	26.15
	16.563	18.563	17.113	27.5	
Fumier de volaille	18,013	20.013	18.741	36.4	36.05
	17.836	19.836	18.550	35.7	
Figuier	17.774	19.774	17.995	11.05	11
	17.964	19.964	18.183	10.95	
Grenadier	18.581	20.581	18.836	12.75	20.32
	17.792	19.792	18.071	27.9	
Vigne	18.012	20.012	18.307	14.75	14
	17.776	19.776	18.041	13.25	
Mélange (GO + Fm de volaille)	17.967	19.967	19.058	54.55	57.52
	17.839	19.839	19.049	60.05	

Annexes

Annexes 3 : les résultats obtenus lors du test du pH

Les échantillons	pH de la phase liquide	pH de la phase solide
Grignon d'olive	7.99	8.03
Fumier de volaille	9.41	9.59
Figuier	9.43	9.70
Grenadier	8.78	8.90
Vigne	9.82	9.88
Mélange (GO+Fm de volaille)	9.67	9.80

Annexes 4 : les résultats obtenus lors du test de la CE

Les échantillons	La CE ($\mu\text{s} / \text{cm}$)
Grignon d'olive	113.1
Fumier de volaille	2050
Figuier	794
Grenadier	1031
Vigne	967
Mélange (GO+Fm de volaille)	1408

Annexes 5 : Les matériels et produits utilisés dans les différentes expériences

Etudes effectuées	Matériels utilisés	Produits utilisés
La préparation des échantillons	-cuvette - broyeur électrique - Tamis vibreurs	-les échantillons de biochars -l'eau de robinet
Taux d'humidité	- Creusets - Balance précise - Etuve	-les échantillons de biochars
Taux de cendre	- Creusets - Balance précise - Four à moufle - Dessicateur	-les échantillons de biochars

Annexes

Calcule de PH	- Balance précise - Bichers de 100ml - PH mètre	- Les échantillons de biochars - Eaux distillées
Calcule de la conductivité électrique	- Balance précise - Bichers de 100ml -conductimètre	- Les échantillons de biochars - Eaux distillées
Spectroscopie IR	Spectromètre infrarouge	les échantillons de biochars
Microscopie électrique à balayage	Spectroscope électrique à balayage	les échantillons de biochars

Annexes 6 : quelques images du four à biochar traditionnel [76]



Annexes

Annexes 7 : quelques images du four à biochar industriel [77]



Résumé

L'objectif de notre travail est la possibilité de réaliser un biochar à partir des biomasses ligneuses (figuier, grenadier, vigne) et un sous produit oléicole (grignon d'olive) et un fumier de volaille dans un four à pyrolyse, cette valorisation des matériaux naturels disponibles apportant aux sols agricoles un amendement de qualité. Toutefois, il est impératif avant toute utilisation de connaître leurs propriétés physico-chimiques.

Afin de caractériser ces biochar, divers méthodes ont été utilisées à savoir : le taux d'humidité, le taux de cendre, la mesure du pH, la mesure de la CE, caractérisation structurale par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et une analyse morphologique par MEB.

Les résultats ont montré que les six biochar pourraient être utile comme amendement organique pour conditionner certaines propriétés des sols : réduction de l'acidité des sols pauvres, amélioration de la capacité d'échange de divers nutriments et de la capacité de stockage de l'eau.

Mots clés : biochar, grignon d'olive, fumier de volaille, figuier, grenadier, vigne, MEB, IRTF

Abstract

The objective of our work is the possibility of making a biochar from woody biomass (fig tree, pomegranate tree, vine) and an olive by-product (olive pomace) and poultry manure in a pyrolysis oven, this valorization of natural materials available providing agricultural soils with a quality amendment. However, it is imperative before any use to know their physic-chemical properties.

In order to characterize these biochar, various methods have been used, namely: determination of humidity level, ash content, pH measurement, EC measurement, structural characterization by fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and a morphological analysis by SEM.

The results showed that the six biochar could be useful as an organic amendment to condition certain soil properties: reducing the acidity of poor soils, improving the exchange capacity of various nutrients and the water storage capacity.

Key Word: biochar, olive pomace, poultry manure, fig tree, pomegranate tree, vine, SEM, FTIR