

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE

SCIENTIFIQUE



UNIVERSITÉ SALAH BOUBNIDER, CONSTANTINE 03
FACULTÉ DE GÉNIE DES PROCÉDÉS
DÉPARTEMENT DE GÉNIE DE L'ENVIRONNEMENT

N° d'ordre :... ..

Série :... ..

Mémoire

PRESENTÉ POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE MASTER
EN GÉNIE DES PROCÉDÉS
OPTION : GÉNIE DES PROCÉDÉS DE L'ENVIRONNEMENT

EXTRACTION DE COLORANT ROSE BENGAL PAR
MEMBRANE LIQUIDE EMULSIONNÉE ET
MODELISATION DE LA STABILITE DE L'EMULSION
PAR PLAN D'EXPERIENCE

Présenté par :

BENSALEM Alla Ouadjdene

SEFRAOUI Rania

Dirigé par :

ZAMOUCHE Meriem

Grade : MCA

Année universitaire

2022-2023

Session : juin

Table des matières

Introduction générale	1
Chapitre I : Revue bibliographique	
1. Introduction	4
2. Généralités sur les colorants	4
2.1. Définition	4
2.2. Types de colorants	4
2.2.1. Colorants naturels	4
2.2.2. Colorants synthétiques	5
2.3. Classification des colorants	5
2.3.1. La classification chimique	5
2.3.2. La classification tinctoriale	8
2.4. Utilisations des colorants	8
2.5. Impact des colorants sur l'environnement et la santé	9
2.5.1. L'environnement	9
2.5.2. La santé	9
2.6. Toxicité des colorants	9
2.7. Procédés de traitement des effluents chargés en colorants	10
2.7.1. Traitements physiques	10
2.7.2. Traitements Chimiques	10
2.7.3. Traitements Biologiques	10
3. Procède d'extraction par les membranes liquides	10
3.1. Définition de la membrane	10
3.2. Différents procédés membranaires	10

3.2.1. L'osmose inverse (OI)	11
3.2.2. La Nanofiltration (NF)	11
3.2.3. L'ultrafiltration (UF)	12
3.2.4. Microfiltration (MF)	12
3.3. Définition de la membrane liquide	12
3.4. Types des membranes liquides	12
3.4.1. Membranes liquides volumiques (MLV)	12
3.4.2. Membranes liquides supportées ou immobilisées(MLS)	13
3.4.3. La membrane liquide émulsionnée (EML)	13
3.5. Théorie et Principe de l'extraction par membrane liquide émulsionnée	14
3.5.1. L'extraction liquide-liquide	14
3.5.2. Définition d'une émulsion	14
3.5.3. Types d'émulsions	14
3.5.4. Fabrication des émulsions (Emulsification)	15
3.5.5. Composition de la membrane liquide émulsionnée	16
3.5.6. Domaines d'applications des émulsions	16
3.6. Stabilité des émulsions	17
3.7. Avantages et inconvénients de l'extraction par membrane liquide émulsionnée	21
3.8. Désémulsification (Rupture de l'émulsion)	21
3.8.1. Traitements physiques	22
3.8.2. Traitements chimiques	22
3.9. Mécanisme de transfert de masse	22
4. Généralités sur les plans d'expériences	23
4.1. Introduction	23

4.2. Définition	23
4.3. Présentation du logiciel Minitab	24
4.4. Les types des plans d'expériences	24
4.5. Terminologie	24
4.6. Plan de surface de réponse	25
4.6.1. Plans composites centrés	25
4.6.2. Plans de Box-Behnke	25
4.6.2.1. Propriétés des plans de Box-Behnken	26
4.7. Le coefficient de détermination (R^2)	26
4.8. Le R^2 ajusté	27
4.9. Le R^2 prévu	27
5. Références	28

Chapitre II: Matériels et méthodes

1. Introduction	31
2. Protocole Expérimental	31
2.1. Réactifs et Produits	31
2.2. Matériels	33
2.3. Préparations des solutions	34
2.3.1. La solution mère	35
2.3.2. Les solutions filles	35
2.4. Préparation de l'émulsion	35
2.5. Procédure de l'extraction	36
2.6. Détermination de la longueur d'onde maximale	37
2.7. Courbe d'étalonnage de Rose Bengale et méthode d'analyse	38
2.8. Etude de la stabilité de la membrane	39
2.9. L'étude des paramètres influençant la stabilité de la membrane	40
2.10. Les paramètres pour la modélisation par le plan d'expériences	40
2.11. Les paramètres influençant l'extraction	40

2.12. Extraction d'un effluent synthétique	41
3. Référence	43
Chapitre III: Plans d'expériences	
1. Introduction	44
2. Plan d'expérience	44
2.1. Méthodologie des plans d'expériences	44
2.2. Démarches de logiciel MINITAB	45
2.2.1. L'ouverture du logiciel MINITAB	45
2.2.2. Accès et définition de plan d'expérience	46
2.3. Analyse mathématique	49
2.4. Modélisation de plan d'expérience	51
2.4.1. Paramètre et niveaux pour l'étude de la stabilité de l'émulsion	51
2.4.2. Plan Box-Benhken	51
2.5. Analyse statistique	53
2.5.1. Analyse de la variance	53
2.5.2. Modèle mathématique	54
2.5.3. Les effets	55
2.5.4. Diagramme des interactions	57
2.6. Teste de normalité	57
2.6.1. Graphique de surface et contour des réponses	57
2.6.2. Graphique de contour de réponse	58
2.6.3. Graphique de la surface de réponse	59
2.7. Optimisation	61
3. Etude expérimentale	62
3.1. Effet de la concentration de la phase interne	62
3.2. Effet du pourcentage de tensioactif	63
3.3. Effet du rapport V_{int}/V_{org}	64

3.4. Effet de temps d'émulsification	65
4. Comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs prédites par plan d'expérience	65
5. Conclusion	66
6. Référence	67

**Chapitre IV : Extraction du colorant le Rose Bengale par
membrane liquide émulsionnée**

1. Introduction	68
2. Résultats et discussions	68
2.1. Effet du type d'acide dans la phase interne	68
2.2. Effet du type de diluant	69
2.3. Effet du rapport volumique de la phase émulsion sur la phase externe	70
2.4. Effet de la vitesse d'agitation	71
2.5. Effet de la concentration de la phase externe	72
2.6. L'influence du sel dans la phase externe	73
2.7. Extraction d'un rejet synthétique par MLE	74
3. Conclusion	75
4. Référence	77
Conclusion générale	78

المخلص

يعتمد عملنا على دراسة طريقة استخراج لمعالجة المياه الملوثة بصيغة أنيونية (Rose bengal (RB))، باستخدام غشاء سائل مستحلب. تم فحص أمثلية العوامل المختلفة التي تؤثر على استقرار الغشاء واستخراج RB. ينقسم العمل إلى جزأين: الجزء الأول هو دراسة ثبات الغشاء، وهو مستحلب O/W مكون من Span 80 كمادة خافضة للتوتر السطحي، والهكسان كمادة مخففة، والطور المائي الداخلي لحمض الكبريتيك (H_2SO_4) مستخدم. أظهرت دراسة الثبات أن زمن الاستحلاب لمدة دقيقتين، وتركيز المادة الخافضة للتوتر السطحي 2% (بالكتلة)، وتركيز حمض الكبريتيك 1.0 M، ونسبة الحجم V_{org}/V_{int} 1/1 تؤدي إلى صياغة مستحلب مستقر بمعدل كسر منخفض. ثم اعتمدنا على النمذجة بالتصميم التجريبي (Benhken BOX) لتحديد أفضل العوامل التالية: تركيز الحمض في الطور الداخلي، ونسبة حجم الطور الداخلي إلى الطور العضوي، والنسبة المئوية لكتلة امتداد الفاعل بالسطح 0.1؛ بعد النمذجة، وجدنا أن الظروف المثلى للحصول على الحد الأدنى من معدل التمزق قريبة من تلك التي تم العثور عليها تجريبيًا وهي $[H_2SO_4] = 0.1$ M، ونسبة كتلة سبان تساوي 1.4545% ونسبة حجم V_{org}/V_{int} يساوي 1/0.5. الجزء الثاني الذي يمثل الجزء الحاسم من هذا العمل هو استخراج صبغة RB بواسطة MLE. وبالتالي، تم اختبار العديد من المعلمات والتحقق منها، للحصول على أقصى كفاءة في الاستخراج. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أنه تم تحقيق استخلاص شبه كلي (100%) لتركيز حامض الكبريتيك في الطور المائي الداخلي 1.0 M، وتركيز كتلة 80 يساوي 2%، وسرعة تقلاب 300 دورة في الدقيقة / دقيقة، نوع المادة المخففة هو الهكسان، ونسبة الحجم V_{ext}/V_{emuls} تساوي 1.1/0.05 وتركيز الطور الخارجي 20مجم/لتر.

الكلمات المفتاحية:

الاستخلاص، الثبات، الغشاء السائل المستحلب، الأصباغ، BOX Benhken.

Abstract

Our work is based on the study of an extraction method for the treatment of water contaminated by the anionic dye (rose bengal (RB)), using an emulsified liquid membrane. Optimization of the various parameters influencing membrane stability and RB extraction was examined. The work is divided into two parts: In the first part, the stability of the membrane was studied, using a W/O emulsion consisting of Span 80 as surfactant, hexane as diluent and an internal aqueous phase of sulfuric acid (H_2SO_4). The stability study shows that an emulsification time of 2 minutes, a surfactant concentration of 2% (by mass), an internal phase concentration of 0.1M (H_2SO_4), and a V_{int}/V_{org} volume ratio of 1/1 lead to the formulation of a stable emulsion with a low breakage rate. We then relied on experimental design modeling (BOX Benhken) to determine the optimum conditions for the following factors: acid concentration in the internal phase, volume ratio of internal phase to organic phase, mass percentage of surfactant span80; After modeling, we found that the optimum conditions for obtaining the minimum breakthrough rate are close to those found experimentally and are: $[H_2SO_4] = 0.1$ M, a span 80 mass percentage equal to 1.4545%, and a V_{int}/V_{org} volume ratio equal to 0.5/1. The second and crucial part of this work is the extraction of the RB dye by MLE. Several parameters were tested and verified to ensure maximum extraction efficiency. The results obtained show that almost total extraction (100%) is achieved for a sulfuric acid concentration in the internal aqueous phase of 0.1M, a mass concentration of span 80 equal to 2%, a stirring speed of 300 rpm, the type of diluent is hexane, the volume ratio V_{emuls}/V_{ext} equal to 0.05/1, and the concentration of the external phase is 20mg/l.

Key Words

Extraction, stability, emulsified liquid membrane, dyes, BOX Benhken.

Résumé

Notre travail est basé sur l'étude d'une méthode d'extraction pour le traitement des eaux contaminées par le colorant anionique (rose bengale (RB)), à l'aide d'une membrane liquide émulsionnée. Une optimisation des différents paramètres qui influencent la stabilité de la membrane et l'extraction de RB a été examinée. Le travail se divise en deux parties: La première partie, c'est l'étude de la stabilité de la membrane, une émulsion E/H formée de Span 80 comme tensioactif, l'hexane comme diluant et d'une phase aqueuse interne d'acide sulfurique (H_2SO_4) est utilisé. L'étude de la stabilité montre qu'un temps d'émulsification de 2 minutes, une concentration de tensioactif de 2% (en masse), une concentration de la phase interne de 0,1 M en H_2SO_4 , et un rapport volumique V_{int}/V_{org} de 1/1 conduisent à la formulation d'une émulsion stable avec un faible taux de rupture. Après on s'est appuyé sur la modélisation par plan d'expérience (BOX Benhken) pour déterminer les optimales des facteurs suivants: la concentration d'acide dans la phase interne, le rapport volumique de la phase interne sur la phase organique, le pourcentage massique du tensioactif span80; Après modélisation, nous avons trouvé que les conditions optimales pour obtenir le minimum de taux de rupture sont proches de ceux trouvés expérimentalement et ils sont: $[H_2SO_4] = 0.1$ M, un pourcentage massique de span 80 égale à 1.4545%, et un rapport volumique V_{int}/V_{org} égale à 0.5/1. La deuxième partie qui représente la partie cruciale de ce travail, c'est l'extraction du colorant RB par MLE. Ainsi, plusieurs paramètres ont été testés et vérifiés, pour l'obtention d'une efficacité d'extraction maximale. Les résultats obtenus révèlent qu'une extraction quasi totale (100%) est atteinte pour une concentration d'acide sulfurique en phase aqueuse interne de 0.1M, une concentration massique de span 80 égale à 2%, une vitesse d'agitation de 300tr/min, le type de diluant c'est l'hexane, le rapport volumique V_{emuls}/V_{ext} égal à 0.05/1, et la concentration de la phase externe est 20mg/l.

Mots clés :

Extraction, stabilité, membrane liquide émulsionnée, colorants, BOX Benhken

