

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE CONSTANTINE 3**



FACULTE DE GENIE DES PROCEDES

DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

N° d'ordre :

Série :

Mémoire de Master

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Thème :

**ETUDE EXPERIMENTALE DE L'EFFET DE SEL SUR LA
DETERMINATION DES DONNEES D'EQUILIBRE LIQUIDE-
LIQUIDE DU SYSTEME : EAU/ ACIDE FORMIQUE/ BUTAN-1-OL**

Dirigé par :

Dr. BOULKROUNE Nadjjet

Grade : MCB

Présenté par :

MAHDJOUR Mountaha

BOUDJERDA Souâd

BOUDEBZA Oumaima

Année Universitaire 2022/2023

Session : (juin)

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Nomenclature

| | |
|------------------------------|----|
| Introduction générale | 01 |
| Références bibliographiques | 03 |

Chapitre I

Extraction liquide-liquide et effet de sel sur l'équilibre liquide-liquide

| | |
|--|----|
| I.1 Introduction | 04 |
| I.2 Extraction liquide-liquide | 04 |
| I.2.1 Principe et définition | 04 |
| I.2.2 Critères de choix du solvant | 05 |
| I.2.3 Equilibres liquide-liquide | 06 |
| I.2.3.1 Miscibilité des phases | 06 |
| I.2.3.2 Diagramme ternaire | 07 |
| I.2.4 Types de diagramme ternaire | 07 |
| I.2.5 Paramètres de suivi de l'extraction liquide-liquide | 09 |
| I.2.5.1 Coefficient de distribution ou de partage | 09 |
| I.2.5.2 Facteur de séparation | 09 |
| I.2.6 Avantages et inconvénients de l'extraction liquide-liquide | 10 |
| I.2.6.1 Avantages | 10 |
| I.2.6.2 Inconvénients et solutions | 10 |
| I.2.7 Applications de l'extraction liquide-liquide | 11 |
| I.3 Effet de sel sur l'équilibre liquide-liquide | 11 |
| I.3.1 Principe de phénomène de solvation (hydratation) | 12 |
| I.3.2 Définition de l'effet de sel | 12 |
| I.3.2.1 Salting-out | 12 |
| I.3.2.2 Salting-in | 12 |
| I.3.3 Théories de l'effet de sel | 13 |
| I.3.3.1 Théorie d'hydratation | 13 |
| I.3.3.2 Théorie électrostatique | 14 |

| | |
|--------------------------------------|----|
| I.3.3.3 Théorie de pression interne | 14 |
| I.3.4 Applications de l'effet de sel | 15 |
| Références bibliographiques | 16 |

Chapitre II

Procédure expérimentale

| | |
|--|----|
| II.1 Introduction | 18 |
| II.2 Matériel et produits utilisés | 18 |
| II.2.1 Matériel | 18 |
| II.2.2 Produits | 20 |
| II.2.2.1 Acide formique | 20 |
| II.2.2.2 Butan-1-ol | 21 |
| II.2.2.3 Diluant | 22 |
| II.3 Méthode d'analyse | 22 |
| II.4 Procédure expérimentale | 23 |
| II.4.1 Construction la courbe de solubilité (Binodale) | 23 |
| II.4.2 Lignes d'équilibre | 23 |
| Références bibliographiques | 25 |

Chapitre III

Résultats et discussion

| | |
|---|----|
| III.1 Introduction | 26 |
| III.2 Données d'équilibre liquide-liquide | 26 |
| III.2.1 Système Eau / Acide formique / Butan-1-ol / NaCl | 26 |
| III.2.1.1 Courbes d'étalonnage | 30 |
| III.2.1.2 Lignes d'équilibre | 31 |
| III.2.1.3 Courbes de distribution | 34 |
| III.2.1.4 Coefficient de distribution et facteur de séparation | 36 |
| III.2.2 Système Eau / Acide formique / Butan-1-ol / CaCl ₂ | 38 |
| III.2.2.1 Courbes d'étalonnage | 41 |
| III.2.2.2 Lignes d'équilibre | 41 |
| III.2.2.3 Courbes de distribution | 43 |
| III.2.2.4 Coefficient de distribution et facteur de séparation | 45 |
| III.3 Comparaison des effets de sels sur le système Eau/Acide formique/Butan-1-ol | 46 |
| III.4 Fiabilité des données expérimentales | 47 |

| | |
|---|-----------|
| III.4.1 Système Eau/ Acide formique / Butan-1-ol sans sel | 48 |
| III.4.2 Système Eau/ Acide formique / Butan-1-ol en présence de sel | 48 |
| Références bibliographiques | 52 |
| Conclusion générale | 53 |

الملخص

يتعلق هذا العمل التجريبي بدراسة تأثير املاح كلوريد الصوديوم وكلوريد الكالسيوم في عملية استخلاص حمض الفورميك من محلول مائي استخدم فيه البوتانول -1 كمذيب. تمت دراسة تأثير كلوريد الصوديوم وكلوريد الكالسيوم على التوازن سائل-سائل لنظام (ماء/ حمض الفورميك /بوتانول -1) في درجة حرارة الغرفة والضغط جوي، لوحظ انه تم إزاحة التوازن لصالح المحلول المستخرج، يمكن أن نستخلص من النتائج التجريبية أن التملح التدريجي يؤدي إلى اتساع منحنى الامتزاج وانزياح التوازن باتجاه المحلول المستخرج. كما تم التحقق من مصداقية البيانات التجريبية التي تم الحصول عليها بنجاح وذلك بتقييم كفاءة المذيب وتحديد كل من عاملي الفصل والتوزيع من خلال تطبيق نظريات أوثر-توبياس وهاند.

الكلمات المفتاحية: توازن السائل-السائل، معامل التوزيع، عامل الفصل، التملح، تأثير الأملاح

Résumé

Le présent travail porte sur l'étude de l'effet de sels sur l'extraction liquide-liquide de l'acide formique à partir d'une solution aqueuse dont le solvant utilisé est le butan-1-ol. La présence du sel introduit des forces ioniques influent directement sur l'élargissement de la courbe d'immiscibilité et la distribution du soluté entre les deux phases extrait et raffinat, conduisant au « salting-out » et « salting-in ». Les données d'équilibre liquide-liquide pour le système ternaire (Eau/ Acide formique/Butan-1-ol) en présence et en absence de sels NaCl et CaCl₂ à différents pourcentages (5%, 10%, 15%) ont été déterminées expérimentalement à une température ambiante et à pression atmosphérique par la méthode de point trouble « Cloud point ». Les résultats expérimentaux ont montré l'influence des différents sels sur l'équilibre liquide-liquide de système ternaire étudié et que la présence de sel modifie cet équilibre en faveur de la phase extraite. La fiabilité des données expérimentales obtenue a été vérifiée avec succès par l'application des corrélations d'Othmer-Tobias et Hand.

Mots clés : Équilibre liquide-liquide, coefficient de distribution, facteur de séparation, effet de sel

Abstract

The present study focuses on the effect of salts on the liquid-liquid extraction of formic acid from an aqueous solution using butanol as the solvent. The presence of the salt introduces ionic forces which directly influence the widening of the immiscibility curve and the distribution of the solute between the extract and raffinate phases, leading to "salting-out" and "salting-in". Liquid-liquid equilibrium data for ternary systems (Water/Formic acid/Butan-1-ol) in the presence and absence of two salts NaCl and CaCl₂ at different percentages (5%, 10%, 15%) were determined experimentally at room temperature and atmospheric pressure using the cloud point method. The experimental results demonstrated the influence of the different salts on the liquid-liquid equilibria of the ternary system studied, and that the presence of salt modifies this equilibrium in favor of the extracted phase. The reliability of the experimental data obtained was successfully verified by the application of Othmer-Tobias and Hand correlations

Key words: Liquid-liquid equilibrium, distribution coefficient, separation factor, effect of salt