



Mémoire de Master

Présenté par :

- BENKAID Lydia
- TAIB Nabila

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie

Spécialité : Analyses chimiques

Thème :

Etude de l'élimination de l'acide salicylique du milieu aqueux par extraction liquide-liquide en utilisant les liquides ioniques imidazoliums

Soutenu le : 02/07/2018

Devant le jury composé de :

Nom	Prénom	Département d'affiliation	Qualité
ZIDANE	Youcef	Chimie	Président
HENNACHE	Zahir	Chimie	Examinateur
SIFAOU	Hocine	Chimie	Encadreur

REMERCIEMENT

Nous remercions d'abord ALLAH tout puissant qui nous a donné le privilège et la chance d'étudier et qui nous a permis d'arriver un jour à la réalisation de ce travail.

En second lieu, nous tenons à remercier notre encadreur Mr SIFAOUI Hocine, pour ses conseils très précis et aides durant toute la période de notre travail.

Ainsi nous tenons à remercier les membres de jurys Mr ZIDANE Youcef et Mr HENACHE Zahir pour leurs précieuses remarques.

Nous adressons tous nos remerciements les plus sincères à notre Co-promotrice Melle RABHI Fadila pour son suivi attentif tout au long de ce travail ainsi que ces encouragements et sa bonté.

Nous tenons également à remercier toutes les techniciennes de laboratoire de génie des procédés de l'université d'A. Mira Béjaia.

Enfin nous tenons à remercier toutes les personnes qui ont participé à la réalisation de ce modeste travail.

Dédicace

*Je dédie cet humble travail à toutes personnes ayant le succès comme objectif
dans leur vie*

*A la mémoire de mes chers grands parents qui sont dignes de ma
gratitude et mon estime*

*Aux prunelles de mes yeux, mes chères parents qui m'ont toujours soutenu
pendant toutes mes études, en témoignage d'affection et de profondes
reconnaisances envers eux, et aux quel je ne rendrai jamais assez*

*Je n'aurais pas suffisamment de mots pour qualifier la patience et le soutien
permanent de mes chères frères Adel, Imad, Foufi, Halim et Didine
qui ont eu à supporter mes exigences*

A mon future mari AZIZ et sa famille

A toute ma famille

A ma sœur et chère binôme Nabila

A tous mes amis

A toute la promotion Master II analyses

LYDIA 121

Dédicace

*Je dédie cet humble travail à toutes personnes ayant le succès comme objectif
dans leur vie*

*A la mémoire de mes chers grands parents paternels qui sont dignes de ma
gratitude et mon estime*

*A mes chers grands parents maternels
Aux prunelles de mes yeux, mes chères parents qui m'ont toujours soutenu
pendant toutes mes études, en témoignage d'affection et de profonde
reconnaissances envers eux, et aux quel je ne rendrai jamais assez*

*Je n'aurais pas suffisamment de mots pour qualifier la patience et le soutien
permanent de mes chers frères Mohand, Karim, A. Ghani, Salim et Tahar, et mes
chères sœurs Naima, Sabrina, Karima, Fatma et Tilleli qui ont eu à supporter
mes exigences*

A mes chères belles sœurs Hanane, Sihame et Lynda

A mes chers beaux frères Alili, Said et Fateh

A mon adorable neveu Sid Ali et adorable nièce Rjaal

A mes copines Lydia, Samia, Lynda, Sihame et kenza et à tout mes amis

A ma sœur et chère binôme Lydia

A toute la promotion Master II analyses

NABILA

Liste des figures

Figure 1 : Les types de pollution

Figure 2 : Sources des polluants des eaux

Figure 3 : Les différents types des polluants chimiques

Figure 4 : La formule chimique de l'acide salicylique.

Figure 5 : Synthèse de l'acide salicylique par la réaction de Kolbe.

Figure 6 : Présentation de l'extraction liquide-liquide.

Figure 7 : Processus de l'extraction

Figure 8 : la formule chimique de L'acide salicylique

Figure 9 : la structure chimique du liquide ionique ([Emim][Pf₆])

Figure 10 : la formule chimique du liquide ionique chlorure de 1-octyl-3-méthylimidazolium

Figure 11 : Structure de la molécule d'eau

Figure 12 : Structure de Dichlorométhane

Figure 13 : Structure de 1,2-Dichloroéthane

Figure 14 : Structure de L'Octanol-1

Figure 15 : Structure de pentan-1-ol

Figure 16 : les diverses formes d'ampoule

Figure 17 : le pH-mètre

Figure 18 : la balance

Figure 19 : Principe de la spectrophotométrie d'absorption du visible

Figure 20 : le spectromètre UV-Visible

Figure 21 : Courbe d'étalonnage de Dichlorométhane

Figure 22 : Courbe détalonnage de 1,2- Dichloroéthane.

Figure 23 : Courbe d'étalonnage de pentanol-1.

Figure 24 : Courbe d'étalonnage de l'Octanol-1.

Figure 25 : K en fonction de solvant à T= 30°C

Figure 26 : le rendement R (%) en fonction de solvant à T= 30°C

Figure 27 : K en fonction de solvant à T= 25°C et 30°C

Figure 28 : le rendement R(%) en fonction de solvant à T= 25°C et 30°C

Figure 29 : K en fonction de pH obtenu avec le DCM et DCE.

Figure 30 : le rendement R (%) en fonction de pH obtenu avec le DCM et le DCE.

Figure 31 : le rendement R (%) en fonction de la masse du LI1 dans 10 ml du DCM.

Figure 32 : le rendement R (%) en fonction de la masse du LI1 dans 10 ml du DCE.

Figure 33 : le rendement R (%) en fonction de la masse du LI2 dans 10 ml du DCM.

Figure 34 : le rendement R (%) en fonction de la masse du LI2 dans 10 ml du DCE.

Liste des tableaux

Tableau 1 : la miscibilité des solvants

Tableau 2 : Tableau des produits utilisés.

Tableau 3 : les propriétés physico-chimiques de L'acide salicylique

Tableau 4 : les propriétés physico-chimique du liquide ionique ([Emim][Pf₆])

Tableau 5 : les propriétés physico-chimiques du liquide ionique chlorure de 1-octyl-3-méthylimidazolium

Tableau 6 : les propriétés physico-chimiques d'eau

Tableau 7 : les propriétés physico-chimiques de Dichlorométhane

Tableau 8 : les propriétés physico-chimiques de 1,2-Dichloroethane

Tableau 9 : les propriétés physico-chimiques de l'Octanol-1

Tableau 10 : les propriétés physico-chimiques de pentan-1-ol

Tableau 11 : Les valeurs de l'absorbance et la concentration obtenues de l'acide salicylique avec le Dichlorométhane

Tableau 12 : Les valeurs de l'absorbance et la concentration obtenues de l'acide salicylique avec le 1,2 Dichloroéthane.

Tableau 13 : Les valeurs de l'absorbance et la concentration obtenues de l'acide salicylique avec le Pentanol-1

Tableau 14 : Les valeurs de l'absorbance et la concentration obtenues de l'acide salicylique avec l'Octanol-1.

Tableau 15 : les valeurs de coefficient de partage K et l rendement R(%) des solvants à T=30°C.

Tableau 16 : les valeurs de coefficient de partage K et l rendement R(%) des solvants à T= 25 °C et 30°C.

Liste des tableaux

Tableau 17 : les valeurs de coefficient de partage K et le rendement R (%) obtenues avec DCM et DCE.

Tableau 18 : les valeurs de coefficient de partage K et le rendement R (%) obtenues avec le Dichlorométhane avec et sans LI 1.

Tableau 19 : les valeurs de coefficient de partage K et le rendement R (%) obtenues avec le 1,2-Dichloroéthane avec et sans LI 1.

Tableau 20 : les valeurs de coefficient de partage K et le rendement R (%) obtenues avec le Dichlorométhane avec et sans LI 2.

Tableau 21 : les valeurs de coefficient de partage K et le rendement R (%) obtenues avec le 1,2-Dichloroéthane avec et sans LI 2.

REMERCIEMENT

Nous remercions d'abord ALLAH tout puissant qui nous a donné le privilège et la chance d'étudier et qui nous a permis d'arriver un jour à la réalisation de ce travail.

En second lieu, nous tenons à remercier notre encadreur Mr SIFAOUI Hocine, pour ses conseils très précis et aides durant toute la période de notre travail.

Ainsi nous tenons à remercier les membres de jurys Mr ZIDANE Youcef et Mr HENACHE Zahir pour leurs précieuses remarques.

Nous adressons tous nos remerciements les plus sincères à notre Co-promotrice Melle RABHI Fadila pour son suivi attentif tout au long de ce travail ainsi que ces encouragements et sa bonté.

Nous tenons également à remercier toutes les techniciennes de laboratoire de génie des procédés de l'université d'A. Mira Béjaia.

Enfin nous tenons à remercier toutes les personnes qui ont participé à la réalisation de ce modeste travail.

Sommaire

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

CHAPITRE I: Généralités sur la pollution

I.1 Introduction	2
I.2 Définition.....	3
I.3 Types de pollutions	3
I.4 les sources de pollution des eaux	5
I.5 Type de polluants	7
I.6 Acide salicylique et ses dérivés.....	9
I.7 Traitement d'élimination de l'acide salicylique.....	10

CHAPITRE II: Extraction liquide-liquide

II.1 Introduction	11
II.2 Les différentes techniques d'extraction.....	11
II.3 Principe physico-chimique d'une extraction liquide- liquide.....	12
II.4 Processus de l'extraction.....	12
II.5 Coefficient de distribution (ou partage)	13
II.6 Rendement	14
II.7 Les facteurs influencent l'extraction liquide-liquide	14
II.8 Notion de miscibilité et de solubilité	14
II.9 Les solvants organiques	15
II.10 Avantages et inconvénients de l'extraction liquide- liquide	17

CHAPITRE III: Partie expérimentale

III.1 Matériels, produits et mode opératoire	19
III.2 Résultats expérimentaux et discussion	30
Conclusion générale	41

Références bibliographique

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

L'eau est un bien économique, social et environnemental. Il est donc nécessaire et important de sauvegarder sa qualité. La problématique de l'eau est dans sa quantité et sa qualité, liées à ses ressources et à sa pollution. La pollution de l'eau est une altération de sa qualité et de sa nature qui rend son utilisation dangereuse. Elle peut concerner les eaux de surface (rivières, plans d'eau) et/ou les eaux souterraines. La pollution de l'eau a pour origines principales, l'activité humaine, les industries et l'agriculture. La pollution de l'eau se manifeste principalement, dans les eaux de surface, par :

- La présence des produits toxiques rejetés par, l'industrie, l'activité agricole et des décharges de déchets domestiques.
- La présence de bactéries ou virus dangereux générés par les foyers domestiques, les hôpitaux, les élevages et certaines industries agro-alimentaires qui rejettent des germes susceptibles de présenter un danger pour la santé humaine.

Comme l'eau est une ressource vitale pour tout l'écosystème, un grand effort est réalisé ces dernières années afin de dépolluer les eaux provenant du milieu industriel. Parmi les procédés de dépollution utilisés, on rencontre l'extraction liquide – liquide.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'élimination de l'acide salicylique (polluant organique) de l'eau par la méthode d'extraction liquide-liquide, en utilisant le Dichlorométhane, le 1,2-Dichloroéthane, le pentanol-1 et l'octanol-1 comme solvants organiques d'extraction. En introduisant les liquides ioniques, l'hexafluorophosphate de 1-éthyl-3-méthylimidazolium [Emim][PF₆] et le chlorure de 1-octyl-3-méthylimidazolium [Omim][CL], nous avons testé la possibilité de l'amélioration de l'extraction de cette molécule dans le cas des solvants, Dichlorométhane et 1,2-dichloroéthane, où, on a enregistré relativement une faible extraction de l'acide salicylique par rapport aux deux autres solvants.

Dans la littérature, plusieurs chercheurs se sont intéressés à l'élimination des polluants organiques en utilisant différentes techniques de séparation telles que :

- 1- L'extraction par solvant
- 2- L'extraction par membrane
- 3- L'adsorption sur des phases solides
- 4- L'oxydation et le traitement biologique

La technique utilisée dans ce travail est l'extraction liquide-liquide, technique courante de l'industrie chimique qui est basée sur le transfert de matière entre deux solvants non ou partiellement miscibles : une phase aqueuse contaminée et un solvant qui est choisi en fonction de son efficacité et sa sélectivité pour les composés à extraire.

CHAPITRE I

GENERALITE SUR LA POLLUTION

I. Généralités sur la pollution

I.1. Introduction

La pollution est une dégradation ou une altération de l'environnement, en général liée à l'activité humaine par diffusion directe ou indirecte de substances chimiques, physiques ou biologiques qui sont potentiellement toxiques pour les organismes vivants ou qui perturbent de manière plus ou moins importante le fonctionnement naturel de l'écosystème.

Pour que l'écosystème ne soit pas déséquilibré, il faut que la qualité de l'eau soit préservée. Pour cela l'être humain en général doit travailler pour arriver à ne pas déverser les différents types de déchets dans la nature et trouver des mécanismes pour extraire les différents types de polluants qui contaminent actuellement les différents milieux aquatiques.

De nos jours, la pollution des eaux par les composés organiques constitue un véritable problème de l'environnement. Les effets les plus néfastes de ces produits sur l'homme sont liés à des intoxications accidentelles aiguës ou chroniques, dues à l'inhalation ou au contact cutané de ces substances par les travailleurs de l'industrie chimique ou les agriculteurs. Par ailleurs, l'incorporation dans la chaîne alimentaire peut conduire au phénomène de bioamplification. Au plan toxicologique, l'exposition chronique aux résidus de ces produits peut entraîner des maladies cancérigènes, des effets néfastes sur le système nerveux et immunitaire, ainsi que des conséquences en termes de reproduction.

I.2. Définition

La pollution est en générale est un sous-produit de l'activité humaine qui peut toucher à l'atmosphère, au sol et aux eaux. Elle peut affecter la santé humaine, l'eau de consommation, l'eau de baignade, la production agricole, les espèces animales ou végétales, la beauté des paysages, etc. [1].

I.3. Types de pollutions

I.3.1. La pollution de l'air

La pollution de l'air (ou pollution atmosphérique) est une altération de la qualité de l'air pouvant être caractérisée par des mesures de polluants chimiques, biologiques ou physiques présents dans l'air, ayant des conséquences préjudiciables à la santé humaine, aux êtres vivants, au climat, ou aux biens matériels sellent la règle de l'environnement.

L'origine des polluants dans l'air extérieur proviennent pour des activités humaines : les transports, les bâtiments (chauffage au bois, au fioul) ; l'agriculture par l'utilisation d'engrais azotés, de pesticides et les émissions gazeuses d'origine animale, brulage à l'air libre des déchets et peuvent aussi avoir une origine naturelle, ils sont émis par les éruptions volcaniques qui envoient dans l'atmosphère d'énormes quantité de gaz (SO_2) et des particules. [2]

I.3.2. Pollution de sol

Les pollutions du sol peuvent apparaitre de différentes manières. Une grande partie des composés, qui ont de l'influence sur les sols et sur les organismes qu'ils contiennent, provient directement de l'air (par dépositions sèches) ou arrivent avec les précipitations (dépositions humides): l'apport de composés acides se fait de cette manière-là, ce qui peut conduire à une acidification des sols.

Le comportement des polluants dans le sol est déterminé par leurs propriétés telles que leur dégradabilité chimique ou biologique, leur volatilité ou leur facilité à être adsorbés. Les polluants, peuvent se répartir sur les parties solides du sol ou dans l'eau qu'il contient, être conduits vers les plantes en même temps que leurs substances nutritives ou en tant que nourriture et/ou être amenés par lessivage jusque dans la nappe phréatique.

La dégradation des composés organiques naturels et synthétiques dans le sol a lieu avant tout par voie microbiologique et chimique, évidemment plus rarement par voie photochimique.

Les contaminations des sols peuvent être diffuses ou ponctuelle. Dans les contaminations diffuses du sol, il y a un ou plusieurs composés dangereux, dont les concentrations varient peu ; dans la plupart des cas, les surfaces concernées sont très étendues. En général, les contaminations sont diffuses lorsque les polluants sont émis :

-à partir de sources non stationnaires (par exemple les automobiles).

-à partir de sources très étendues (par exemple les dépôts de produits en agriculture, les dépôts de sédiment lors d'inondation).

-à partir d'un grand nombre de sources (par exemple les émissions provenant de véhicules, de foyers domestiques...).

Dans les contaminations ponctuelles du sol, il s'agit le plus souvent de grandes quantités de polluants dans un domaine délimité par des clôtures, des terrils, des bâtiments, des sites contaminés. [3]

I.3.3. La pollution de l'eau

La pollution des eaux correspond à tout fait susceptible de provoquer ou d'accroître la dégradation des eaux en modifiant leurs caractéristiques physiques, chimiques, biologiques ou bactériologiques, qu'ils s'agissent des eaux superficielles, souterraines ou des eaux de mers. [4]

La pollution de l'eau connaît différentes origines : naturelle, domestique, industrielle et agricole. L'origine naturelle implique un phénomène tel que la pluie, lorsque par exemple l'eau de ruissellement passe à travers des terrains riches en métaux lourds ou encore lorsque les précipitations entraînent les polluants de l'atmosphère vers le sol. L'origine domestique concerne les eaux usées ménagères ainsi que les eaux rejetées par les hôpitaux, commerce, etc. quant à l'origine agricole et industrielle, elle concerne les eaux surchargées par des produits issus des engrais et pesticides, ou encore les rejets des procédés industriels qui utilisent l'eau dans la composition, la fabrication et le nettoyage. [5]

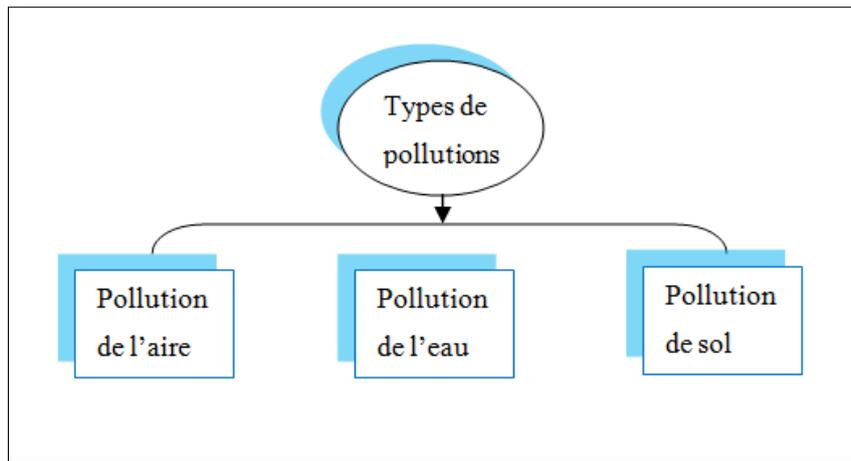


Figure 1 : Les types de pollution

I.4. Les sources de pollution des eaux

La pollution des eaux provienne de quatre origines :

1. Origine naturelle

La pollution naturelle, liée aux surfaces non urbanisées et habitées est essentiellement due aux phénomènes d'érosion et au cycle naturel de la végétation.

Les polluants issus des surfaces non urbanisées sont surtout des particules minérales, de la matière organique et des composés physico-chimiques.

Ce phénomène se retrouve pour toute eau en contact avec l'atmosphère car celle-ci contient du gaz carbonique CO_2 qui est soluble dans l'eau pour donner de l'acide carbonique de formule H_2CO_3 . Ainsi, même avant l'existence des pluies acides d'origine anthropique, les pluies naturelles étaient légèrement acides, ceci étant toujours le cas dans des zones protégées telles que les forêts amazoniennes. [6]

2. Origine domestique

Les eaux usées domestiques se présentent comme un mélange complexe de matières non dissoutes dans une solution aqueuse de matières organiques et minérales.

Les principaux composés organiques sont des graisses, des savons, des protides et des glucides ainsi que leurs produits de décomposition.

Ces composés proviennent en grande partie des excréments humains qui sont en nature et en quantité relativement constante avec une tendance vers un enrichissement en matières azotées et en graisse pour les niveaux de vie les plus élevés des populations concernées. [7]

3. Origine agricole

L'usage d'engrais chimiques à des fortes doses peuvent agir sur le milieu récepteur soit par une pollution directe par la nocivité des produits (herbicides, pesticides, insecticides), soit indirectement par l'apport des sels nutritifs qui favorisent la prolifération des algues qui abaissent le taux d'oxygène et gêne la vie aquatique lors de l'eutrophisation. [8]

L'agriculture moderne est devenue une cause essentielle de la pollution des eaux et des sols (il est impératif de retenir que la pollution des sols entraîne forcément la pollution des eaux par des phénomènes de ruissellement). En effet, ces produits peuvent être clairement apparentés aux armes chimiques. Les pollutions Agricoles sont d'autant plus sournoises qu'elles sont diffuses dans les milieux et sont souvent répandues sur de vastes surfaces. [9]

4. Origine industrielle

Elle constitue les déchets liquides obtenus lors de l'extraction et de la transformation de matières premières en produits industriels.

Les eaux résiduaires proviennent principalement de l'eau consommée dans de nombreuses opérations de fabrication par voie humide, comme par exemple : la précipitation, le lavage, le nettoyage des appareils, les ateliers, les filtrations, les distillations, etc. [10]

Les effluents industriels peuvent causer des pollutions organiques (industries agroalimentaires, papeteries), chimiques (tanneries, usines textiles...) ou physiques (réchauffement par les centrales thermiques, matières en suspension des mines ou de la sidérurgie). Ils sont responsables de l'altération des conditions de clarté et d'oxygénation de l'eau, pouvant aussi causer l'accumulation de certains éléments dans la chaîne alimentaire (métaux, pesticide, radioactivité). La pollution peut aussi être due à l'infiltration de produits toxiques mal entreposés, à des fuites dans les réservoirs ou à des accidents lors du transport de matières dangereuses menant à des concentrations dans les eaux qui peuvent aisément atteindre 1g/l. [5]

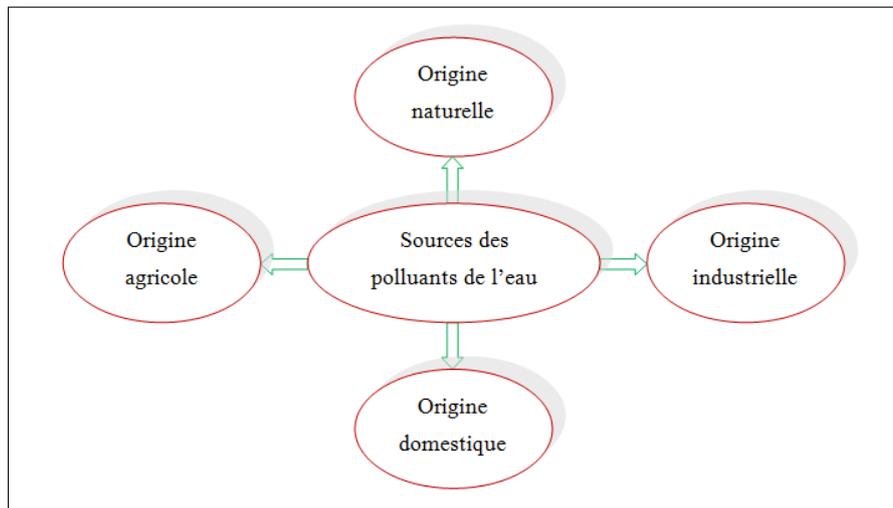


Figure 2 : Sources des polluants des eaux

I.5. Les types de polluants

Les eaux usées véhiculées par le réseau d'assainissement contiennent toutes sortes de résidus rejetés par les utilisateurs de l'eau courante, industriels, mais aussi de l'eau de pluie après ruissellement sur les chaussées, trottoirs et toitures de la ville.

Ces eaux résiduaires peuvent contenir des flottants, des matières en suspension et des matières dissoutes. La pollution chimique (minérale) libère dans ces derniers divers composés tels que les nitrates, les phosphates, des sels utilisés en agriculture ainsi que divers résidus rejetés par la métallurgie (Pb, Cd, Hg) et d'autres activités (hydrocarbures). [11]

I.5.1. Polluants inorganiques

Les éléments sous forme de traces, présents à l'état solide dans les sols, sont mis en circulation par l'érosion qui les met en solution ou suspension. Le ruissellement sur les surfaces imperméables (sols, chaussée) ainsi que les sources anthropiques s'ajoutent à ces sources naturelles liées à l'érosion. Les métaux lourds sont présents le plus souvent dans l'environnement sous forme de traces : mercure, plomb, cuivre, arsenic, nickel, zinc, cobalt, manganèse. Les plus toxiques d'entre eux sont le plomb, le cadmium et le mercure.

De nombreuses activités industrielles telles l'électronique, les traitements de surface, l'industrie chimique, utilisent des métaux d'où la possibilité de rejets dans l'environnement. [12]

Généralement, l'implantation d'unités industrielles privilégie les sites à proximité des fleuves pour le transport de matières premières, pour l'alimentation en eau de refroidissement des installations et aussi pour les possibilités de rejets des effluents industriels. En effet l'eau a longtemps été l'exutoire qui permettait d'évacuer ces déchets, sans respect des normes. [11]

I.5.2. Polluants organiques

Les polluants organiques sont les plus nombreux et les plus dangereux. Certaines de ces substances sont même cancérigènes ou mutagènes, d'où l'importance de les éliminer. Ils peuvent être classés en phénols, hydrocarbures, colorants, détergents et pesticides, formant de loin, la première cause de pollution des ressources en eaux. Ces matières organiques sont notamment issues des effluents domestiques (déjections animales et humaines, graisses, etc.) mais également des rejets industriels. Elles provoquent l'appauvrissement en oxygène des milieux aquatiques, avec des effets bien évidents sur la survie de la faune. Ce sont aussi tous les déchets carbonés tels que la cellulose produite par les papeteries, le sucre ou le lactosérum des industries agro-alimentaires. À l'inverse des matières en suspension (MES), elles constituent une nourriture de choix pour les microorganismes de l'eau et provoquent leur prolifération. Les matières organiques se mettent alors à vider le milieu de son oxygène, ce qui s'avère fatal pour la vie aquatique et les micro-organismes vont le chercher dans les sulfates dissous (SO_4^{-2}), qu'elles réduisent en sulfure, qui se dégage sous forme de sulfure d'hydrogène. [11]



Figure 3 : Les différents types des polluants chimiques

I.6. L'Acide salicylique et ses dérivés

I.6.1. Définition

L'acide salicylique ou acide 2-hydroxybenzoïque est un composé organique aromatique, l'un des trois isomères de l'acide hydroxybenzoïque, constitué d'un noyau benzénique substitué par un groupe carboxyle (acide benzoïque) et un groupe hydroxyle (phénol) en position ortho. C'est un solide cristallin incolore qu'on trouve naturellement dans certains végétaux, dont le saule (d'où il tire son nom), utilisé comme médicament et comme précurseur de l'acide acétylsalicylique, l'aspirine.

L'acide salicylique est naturellement synthétisé par certains végétaux (comme la Reine-des-prés ou le Saule blanc). On le retrouve notamment dans des fruits, sous forme estérifiée de salicylate de méthyle. L'isomère ortho de l'acide salicylique est le seul composant pharmacologiquement actif. Pour en obtenir de grandes quantités avec une garantie de pureté optimale, son mode d'obtention par synthèse chimique est aujourd'hui le plus courant. Cette molécule n'est pas naturellement présente dans le corps mais ses propriétés médicinales sont connues depuis longtemps, surtout pour ses actions contre la fièvre et les douleurs.

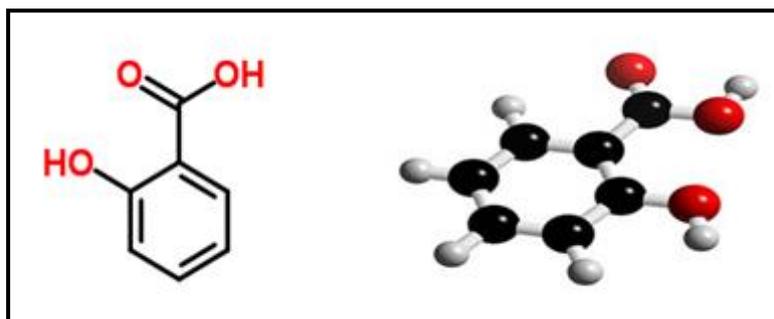


Figure 4 : La formule chimique de l'acide salicylique.

I.6.2. Propriétés

Ingéré en grande quantité, c'est un produit toxique, mais de moindres quantités il est utilisé comme conservateur alimentaire et antiseptique.

Les propriétés médicales de l'acide salicylique sont connues depuis longtemps, surtout pour son action contre la fièvre. On l'extrayait principalement du saule, *salix* en latin dont il tire son nom. Dans la lutte contre la fièvre, il est désormais supplanté par d'autres médicaments plus efficaces comme l'aspirine (qui est un dérivé), ou le paracétamol.

Il n'est désormais plus utilisé pour son action apaisante (analgésique) et on le retrouve dans de nombreux produits en dermatologie en complément d'un autre principe actif. Il est par exemple utilisé dans le traitement de l'acné, des verrues ou de l'hyperhidrose.

I.6.3. Synthèse et propriétés chimiques

Le groupement acide carboxylique (-COOH) peut réagir avec un alcool en donnant de un ester. Le groupe hydroxyle peut réagir avec l'acide acétique pour former de l'acide acétylsalicylique (aspirine).

Industriellement, l'acide salicylique est synthétisé par la réaction de Kolbe :

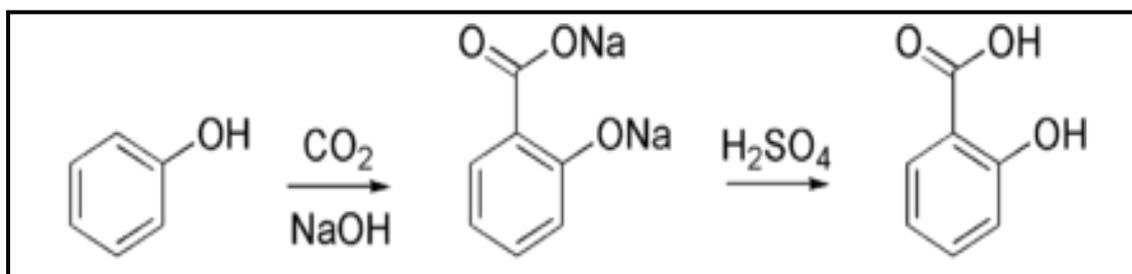


Figure 5 : Synthèse de l'acide salicylique par la réaction de Kolbe.

L'acide salicylique forme avec l'ion salicylate un couple acide/base de formule $\text{C}_6\text{H}_4\text{OHCOOH} / \text{C}_6\text{H}_4\text{OHCOO}^-$.

I.7. Traitement d'élimination de l'acide salicylique

La diversité des polluants organiques présents dans les eaux et leur degré de toxicité, ont amené le développement de plusieurs techniques d'élimination afin de répondre à chaque type de polluant. Ces différentes voies de traitement peuvent être classées selon plusieurs critères : le type d'effluent à traiter, le volume, le coût et l'efficacité du traitement recherché.

L'extraction liquide-liquide est parmi les méthodes les plus utilisées pour la dépollution des eaux car elle consomme peu d'énergie et peut remplacer les techniques classiques comme la distillation et cristallisation d'où l'intérêt d'utiliser cette technique [13].

CHAPITRE II
EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE

II. Généralités sur l'extraction liquide-liquide**II.1. Introduction**

Parmi les techniques d'extraction les plus utilisées dans les laboratoires chimiques est l'extraction liquide-liquide qui consiste à transférer un composé d'une phase à une autre, en utilisant des solvants, non miscibles ou faiblement miscibles entre eux. L'extraction liquide-liquide est une technique très utilisée aussi dans l'industrie chimique, à cause de son rendement et son faible coût, elle fait l'objet de plusieurs études portant sur la récupération et la purification des composés organiques ou inorganiques dans un milieu donnée [14].

II.2. Les différentes techniques d'extraction**➤ Extraction solide-liquide**

L'extraction solide-liquide, encore appelée extraction par solvant est une opération de transfert de matière destinée à séparer les principes solubles d'un substrat solide par leur diffusion dans un solvant. Son but est d'extraire, de séparer ou de dissoudre par immersion dans un liquide ou par arrosage par un liquide, un ou plusieurs composants mélangés à un solide. La diffusion est réalisée grâce à l'existence d'un gradient de concentration en soluté à extraire entre la phase solide et la phase liquide. A la fin de l'opération, le système tend vers l'équilibre. Il s'agit normalement d'une opération à pression constante [15].

➤ Extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide appelée aussi extraction par solvant, est une méthode physico-chimique de séparation et de concentration d'éléments chimiques. Elle est basée sur la distribution d'un soluté entre deux phases liquides non miscible dont l'une est aqueuse et l'autre organique. La phase organique constituée par un ou plusieurs extractants dissous dans un diluant est encore appelée solvant. C'est une méthode de choix qui permet de résoudre plusieurs problèmes de séparation et de purification grâce à son efficacité et sa sélectivité [16].

Cette méthode est utilisée dans notre travail, elle est détaillée dans les paragraphes suivants :

II.3. Principe de la technique d'extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide est une opération qui permet la séparation d'un ou plusieurs constituants par l'utilisation de leur distribution inégale dans deux liquides pratiquement non miscibles. En pratique l'utilisation d'un procédé liquide - liquide requiert deux opérations successives: une mise en contact des deux liquides durant un temps suffisant à l'obtention de l'équilibre pendant lequel le ou les solutés sont transférés de la phase d'alimentation (eau) vers le solvant organique. A l'équilibre, le rapport des concentrations du soluté dans la phase aqueuse et la phase organique, appelé coefficient de distribution ou de partage, donne une mesure de l'affinité relative du soluté pour les deux phases. [17]

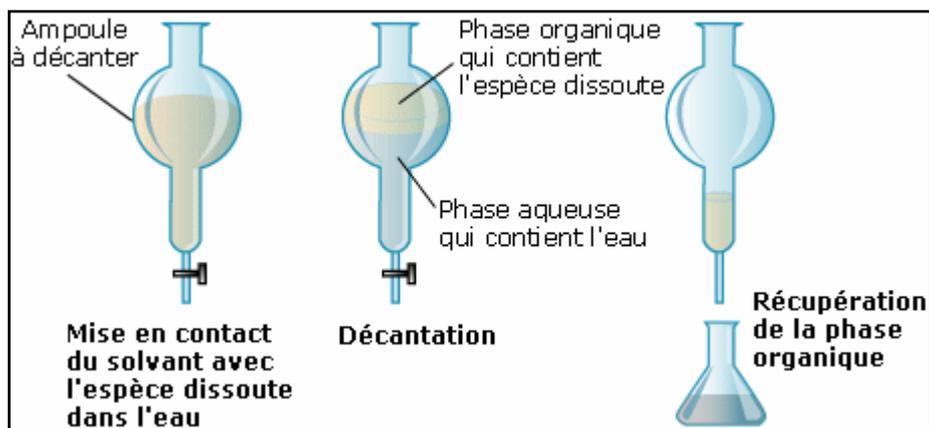


Figure 6 : Présentation de l'extraction liquide-liquide.

II.4. Processus de l'extraction

Pour réaliser une extraction liquide - liquide, les étapes suivantes doivent être effectuées :

- Préparation de la phase aqueuse contenant le composé à extraire ;
- Préparation de la phase organique contenant le système extractant (solvant et si nécessaire un déstabilisant d'émulsion) non miscible avec la phase aqueuse ;
- Mélanger et agiter les deux phases pour un temps bien déterminé ;
- Faire la séparation des deux phases par décantation, sous l'effet de la gravitation naturelle. Dans certain cas, on doit utiliser la centrifugation [18].

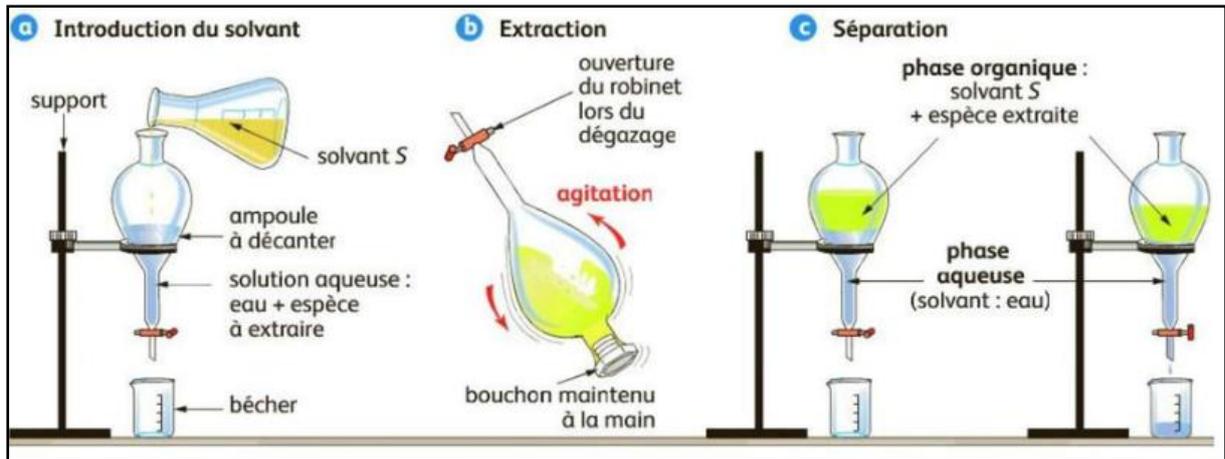


Figure 7 : Processus de l'extraction

II.5. Coefficient de distribution (ou partage)

L'extraction liquide-liquide repose sur la différence de solubilité d'un soluté entre deux phases (aqueuse et organique). Le coefficient de distribution (ou de partage) se définit comme un paramètre expérimental, à une température donnée, qui exprime le rapport des teneurs (massiques ou molaires), d'un soluté entre ces deux phases. Cette grandeur mesure l'affinité du soluté pour les deux phases et dépend généralement de nombreux facteurs : la nature et la concentration du soluté, la température, le pH et la composition du solvant. Ce coefficient est donné par l'expression mathématique suivante :

$$K = C_{\text{org}}/C_{\text{aq}}$$

Où C_{org} est la concentration de l'espèce dans la phase organique et C_{aq} est la concentration dans la phase aqueuse à l'équilibre [19].

OII.5.1. Paramètres influençant le coefficient de partage

Le coefficient de partage ou de distribution « K » dépend de plusieurs facteurs :

- ✓ la température ;
- ✓ le rapport des volumes V_{aq} / V_{org} ;
- ✓ la concentration de l'extractant ;
- ✓ le pH initial de la phase aqueuse ;
- ✓ la concentration initiale du composé dans la phase aqueuse et sa forme dans les deux phases ;

II.6. Le rendement de l'extraction R (%)

Le rendement d'une extraction " R (%) " est la fraction de la quantité totale d'un élément, initialement dans un volume (V_{aq}) de solution aqueuse, qui est passée dans un volume (V_{org}) de solution organique [20].

$$R = [C_{org}/C_{tot}] \times 100$$

II.7. Les facteurs influençant l'extraction liquide-liquide

Beaucoup de facteurs indépendants de la nature du solvant sont susceptibles d'influencer l'extraction du soluté. Parmi ces facteurs :

- ✓ la variation de pH ;
- ✓ la concentration de la phase aqueuse et organique ;
- ✓ le rapport volumique des deux phases ;
- ✓ la température ;
- ✓ le temps d'agitation ;
- ✓ le temps de décantation du mélange des deux phases ;
- ✓ la vitesse d'agitation ;

II.8. Notion de miscibilité et de solubilité

II.8.1. Miscibilité à l'eau

Un solvant est dit non miscible à l'eau lorsque, quand il est ajouté à celui-ci, il se crée deux phases distinctes.

Le composé à extraire doit être beaucoup plus soluble dans le solvant d'extraction que dans le milieu où il se trouve initialement (milieu aqueux en général), Le Tableau 1, résume la miscibilité des solvants [21].

Solvant 1 \ Solvant 2	acetic acid	acetone	acetonitrile	benzene	<i>n</i> -butanol	butyl acetate	carbon tetrachloride	chloroform	cyclohexane	1,2-dichloroethane	dichloromethane	dimethylformamide	dimethyl sulfoxide	dioxane	ethanol	ethyl acetate	diethyl ether	heptane	hexane	methanol	methyl- <i>t</i> -butyl ether	2-butanone	pentane	<i>n</i> -propanol	isopropanol	diisopropyl ether	tetrahydrofuran	toluene	trichloroethylene	water	xylene		
acetic acid																																	
acetone																																	
acetonitrile																																	
benzene																																	
<i>n</i> -butanol																																	
butyl acetate																																	
carbon tetrachloride																																	
chloroform																																	
cyclohexane																																	
1,2-dichloroethane																																	
dichloromethane																																	
dimethylformamide																																	
dimethyl sulfoxide																																	
dioxane																																	
ethanol																																	
ethyl acetate																																	
diethyl ether																																	
heptane																																	
hexane																																	
methanol																																	
methyl- <i>t</i> -butyl ether																																	
2-butanone																																	
pentane																																	
<i>n</i> -propanol																																	
isopropanol																																	
diisopropyl ether																																	
tetrahydrofuran																																	
toluene																																	
trichloroethylene																																	
water																																	
xylene																																	

■ = immiscible
□ = miscible

Tableau 1 : la miscibilité des différents types solvants organiques entre eux

II.9. Les solvants organiques

II.9.1. Définition

Le solvant est le milieu dans lequel s'effectue la réaction, mais il n'intervient pas dans celle-ci. Le solvant a la capacité de dissoudre d'autres substances sans les modifier chimiquement et sans se modifier lui-même. Chaque solvant a des caractéristiques différentes qui sont les conséquences de sa structure moléculaire.

Un solvant se caractérise par :

- sa miscibilité à l'eau ;
- sa constante d'acidité (pK_a , ou l'aptitude à créer des liaisons hydrogène);
- son constant diélectrique (le caractère dissociant du solvant) ;
- son moment dipolaire ou son caractère polaire ;
- sa densité et sa volatilité ;
- sa toxicité; [22]

II.9.2. Propriétés physico-chimiques des solvants

Parmi les caractéristiques physico-chimiques généralement souhaitables d'un solvant, permettant de former une phase organique continue non miscible à la phase aqueuse, on peut citer :

- ✓ L'écart plus moins important de sa densité avec celle de l'eau ;
- ✓ La faible viscosité ;
- ✓ La tension interfaciale avec l'eau suffisamment élevée pour faciliter la décantation ;
- ✓ La faible volatilité ;
- ✓ Le point éclair élevé ;

Les solvants couramment employés sont généralement les hydrocarbures aliphatiques, aromatiques et les solvants chlorés [23].

II.9.3. Classification des solvants selon leur composition

➤ Les solvants organiques

Ce sont des Composé chimique (généralement liquide) contenant du carbone utilisé pour dissoudre d'autres substances telles que peintures, vernis, graisse, huile, etc.

a. Les solvants halogénés

Ce sont des hydrocarbures halogénés de composés organiques dont les molécules contiennent au moins un atome d'halogène (fluorés, chlorés, bromés ou iodés).

Ex : Dichlorométhane, chloroforme, tétrachlorométhane.

b. Les solvants oxygénés

Sont des composés organiques dont les molécules contiennent au moins un atome d'oxygène. (Alcools, les cétones, les acides).

➤ Les solvants inorganiques

Ce sont des Composé chimique qui ne contiennent pas de carbone, comme l'eau, et les solvants inorganiques les plus connus sont les acides [24].

II.9.4. Les diluants et leur rôle ou (Solvant)

Appelés aussi diluants, emploie pour solubiliser et diluer les extractants. Grâce à cette dilution, il devient possible d'ajuster la concentration de ces extractants à la valeur la plus favorable au bon rendement et à la sélectivité des extractions.

Ces solvants choisis doivent être dotés d'une haute inertie chimique, peu inflammables et de propriétés physiques favorables à l'écoulement des liquides et à la décantation des émulsions [25].

Le choix du solvant répond alors à trois critères :

- ✓ L'espèce à extraire doit y être très soluble (plus soluble dans ce solvant extracteur que dans l'eau) ;
- ✓ Le solvant extracteur et l'eau ne sont pas miscibles (ils forment 2 phases) ;
- ✓ Le solvant extracteur ne doit pas réagir chimiquement avec l'espèce à extraire ;

Avant d'utiliser un solvant, il faut étudier son étiquette pour prendre les précautions nécessaires et le manipuler en toute sécurité.

II.10. Avantages et inconvénients de l'extraction liquide-liquide**II.10.1. Avantage**

L'extraction liquide-liquide présente de nombreux avantages parmi lesquels :

- **Le coût** : ce sont des techniques qui ne demandent pas d'investissement de gros matériel ou de réactifs.
- **La concentration des échantillons** : l'utilisation de solvants organiques volatiles permet la récupération du soluté par évaporation du solvant.

– La purification.

– La possibilité de travailler sur des matrices très variées (sang total laqué post mortem, viscères ou cheveux) qui ne sont pas toujours compatibles avec l'extraction en phase solide. [21].

II.10.2. Inconvénients

– La consommation de volumes importants de solvants, surtout lorsqu'il s'agit d'extractions multiples.

– La toxicité des solvants.

– Difficultés d'extraire les molécules très polaires de par les caractéristiques chimiques des solvants organiques (apolaire et aprotiques).

– Ce sont des techniques manuelles, consommatrices de temps et de personnel car peu automatisables [26].

CHAPITRE III
PARTIE EXPERIMENTALE

III. Partie expérimentale

III.1. Matériels et méthodes

III.1.1. Introduction

Cette partie est consacrée à la description de l'ensemble des expériences effectuées concernant l'étude de l'extraction liquide-liquide de l'acide salicylique avec des différents solvants ainsi que les liquides ioniques.

III.1.2. Matériel utilisé

- Bécher ; Eprouvette ; Fiole
- Tube à essais ; Entonnoir ; Pipette
- Pro-pipette ; Cellule ; Plaque chauffante
- Ampoule à décanter ; Thermomètre ; Erlenmeyer

III.1.3. Produits chimiques

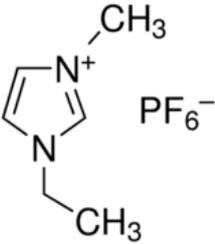
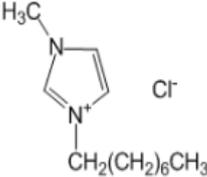
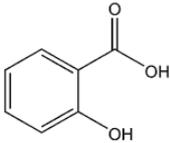
Dichlorométhane	1,2-Dichloroéthane	Octanol-1	Acide salicylique
 Dichloromethane			
Pentanol-1	[Emim][Pf6]	[Omim][Cl]	
			

Tableau 2 : tableau Les produits utilisés.

➤ Acide Salicylique

L'acide salicylique ou acide 2-hydroxybenzoïque est un composé aromatique solide de formule chimique $C_7H_6O_3$; et utilisé dans les médicaments sous forme d'aspirine, les propriétés physico-chimiques de l'acide salicylique sont présentées dans le tableau 3.

Paramètre physico-chimiques	
Etat physique	Solide
Masse Molaire	138,121 g/mol
Point d'ébullition	211°C
Solubilité dans l'eau	2,24 g/l à 25 °C

Tableau 3 : les propriétés physico-chimiques de l'acide salicylique

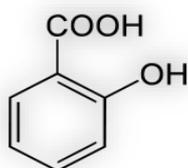


Figure 8 : la formule chimique de l'acide salicylique

➤ Hexafluorophosphate de 1-éthyl-3-méthylimidazolium ([Emim][Pf₆])

Est un solide de formule brute $C_6H_{11}F_6P$, les propriétés physico-chimiques de ce composé sont présentées dans le tableau 4.

Paramètre physico chimiques	
Etat physique	Solide
Masse Molaire	256,13
Point de fusion	61°C
Densité	1.304 g/ml
Solubilité dans l'eau	Légèrement soluble

Tableau 4 : les propriétés physico-chimiques du liquide ionique ([Emim][Pf₆])

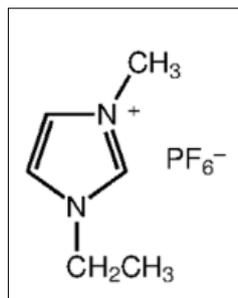


Figure 9 : la structure chimique du liquide ionique ([Emim][PF₆])

➤ Chlorure de 1-octyl-3-méthylimidazolium [Omim][Cl]

Est un liquide visqueux de formule brute C₁₂H₂₃ClN₂, les propriétés physico-chimiques de ce composé sont présentées dans le tableau 5.

Paramètre physico chimiques	
Etat physique	Liquide visqueux
Masse Molaire	230.78 g/mol
Densité	1.01 g/cm ³
Solubilité dans l'eau	4.80 10 ⁻⁴ -2.66 mol/l

Tableau 5 : les propriétés physico-chimiques du liquide ionique chlorure de 1-octyl-3-méthylimidazolium

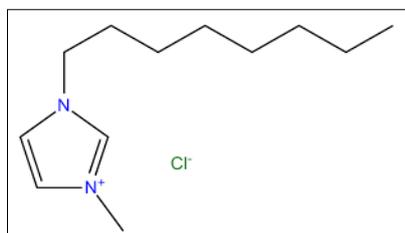


Figure 10 : la formule chimique du liquide ionique chlorure de 1-octyl-3-méthylimidazolium

➤ Eau

L'eau est un liquide transparent, incolore et insipide corps composé, dont les molécules sont formées de deux atomes d'hydrogène et d'un atome d'oxygène (H₂O), il est très stable et néanmoins très réactif.

Sur la terre l'eau est la seule substance qu'on trouve dans ces trois phases à l'état naturel : solide (glace, neige), liquide (eau liquide) et gazeux (vapeur d'eau) [30]. L'eau liquide est un excellent solvant.

L'eau est un composé amphotère, c'est-à-dire qu'elle peut être une base ou un acide. L'eau peut être protonée, capter un ion H^+ est devenir un ion H_3O^+ . à l'inverse, elle peut être déprotonée, capter un ion H^+ et la transformer en ion OH^- . Cependant, ces réactions se produisent très rapidement et sont minimales.



Paramètre physico chimique	
Etat physique	Liquide
Masse Molaire	18 g/mol
Point d'ébullition	100°C à 25 bar
Densité	998 ,30 kg/m ³ à 20°C
Conductivité	1,5 μs à 20°C
Viscosité	1,002 ×10 ⁻³ Pa-s à 20°C.

Tableau 6 : les propriétés physico-chimiques d'eau

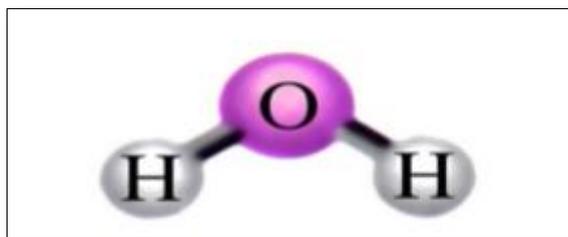


Figure 11 : Structure de la molécule d'eau

➤ Dichlorométhane ou Chlorure de méthylène

Est un liquide incolore, de formule chimique CH_2Cl_2 ; c'est un solvant très volatile, il est peu soluble dans l'eau. Les propriétés physico-chimiques de DCM sont présentées dans le tableau 7.

Paramètre physico chimiques	
Etat physique	Liquide
Masse Molaire	84.93
Point d'ébullition	39.8-40°C
Densité	1,322-1.326 g/ml à 20°C
Solubilité dans l'eau	13 g/l à 20°C
Viscosité	0.43 mPas à 20°C

Tableau 7 : les propriétés physico-chimiques de Dichlorométhane

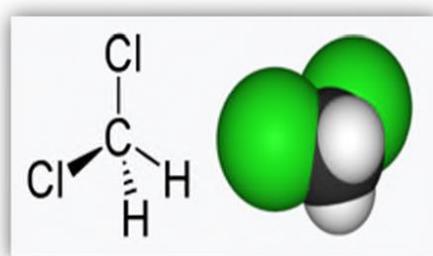


Figure 12 : Structure de Dichlorométhane.

➤ 1,2-Dichloroéthane

Le 1,2-Dichloroéthane (1,2-DCE) aussi connu sous son ancien nom, le dichlorure d'éthylène, est un composé chimique qui a pour formule $C_2H_2Cl_2$. C'est un liquide incolore huileux qui possède une odeur proche du chloroforme. C'est un précurseur du chlorure de vinyle. C'est un hydrocarbure chloré. On l'obtient par l'action de chlore sur l'éthylène. Les propriétés physico-chimiques de 1,2-DCE sont présentées dans le tableau 8.

Paramètre physico chimiques	
Etat physique	Liquide
Masse Molaire	98.959 g/mol
Point d'ébullition	83,5°C
Densité	1.254 g/ml
Solubilité dans l'eau	8,7 g/l
Viscosité	0,84 mPa.s à 20°C

Tableau 8 : les propriétés physico-chimiques de 1,2-Dichloroéthane

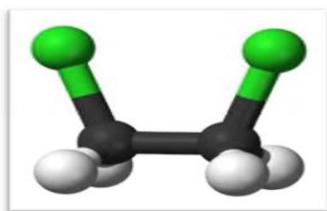


Figure 13 : Structure de 1,2-Dichloroéthane

➤ L'Octanol-1

L'Octanol-1 est un alcool linéaire de formule brute $C_8H_{18}O$, c'est un produit chimique intermédiaire utilisé dans les domaines suivants : parfumerie, cosmétique, anti-écume il est produit à partir de l'éthanol...

Les propriétés physico-chimiques de l'Octanol-1 sont présentées dans le tableau 9:

Paramètre physico chimiques	
Etat physique	Liquide
Masse Molaire	130,23 g/mol
Point d'ébullition	195°C
Densité	0,824 g/cm ³
Solubilité dans l'eau	0,46g/l
Viscosité	7,36 mPa.s à 25°C

Tableau 9 : les propriétés physico-chimiques de l'Octanol-1

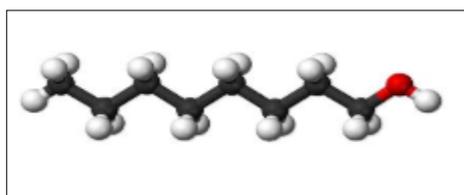


Figure 14 : Structure de L'Octanol-1

➤ Pentan-1-ol

Le pentan-1-ol est un alcool primaire, de formule brute $C_5H_{12}O$, Les propriétés physico-chimique de pentanol sont présentées dans le tableau 10.

Paramètre physico chimiques	
Etat physique	Liquide
Masse Molaire	88,1482 g/mol
Point d'ébullition	138°C
Densité	0,8144 g/cm ³
Solubilité dans l'eau	22g/l

Tableau 10 : les propriétés physico-chimiques de pentan-1-ol

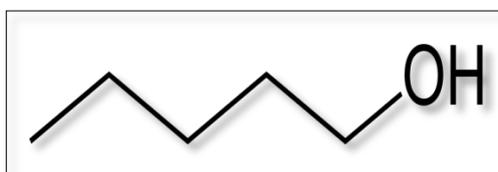


Figure 15 : Structure de Pentan-1-ol

➤ Les liquides ioniques

Les liquides ioniques sont des sels possédant une température de fusion inférieure à 100°C et souvent même inférieurs à la température ambiante. Dans le cas idéal, les liquides ioniques possèdent une tension de vapeur très faible voire non mesurable, cette nature non volatile offre un avantage certain pour la séparation des produits par distillation et évite l'exposition aux vapeurs non contrôlés. Ils ont une stabilité thermique élevée et sont relativement peu coûteux et faciles à synthétiser.

Ils offrent une forte solvatation car c'est un milieu non coordonnant dans lequel un certain nombre de solutés organiques et inorganiques peuvent être dissous. L'ensemble de ses propriétés en font des milieux de choix pour le développement de la chimie verte.

- **Propriétés des liquides ioniques**

- Non volatil ;
- Non inflammable (plus facile à manipuler et à stocker) ;
- Stabilité à haute température (jusqu'à 200°C /392°F ou 400°C/752°F selon les produits) ;
- Très bons conducteurs ;
- Hydrophobe ou hydrophile ;
- Large gamme électrochimique ;
- Très stable avec de l'eau et de l'oxygène.

III.1.4. Appareillages et méthodes analytiques

1. Décantation

La décantation est une opération de séparation mécanique, sous l'action de la gravitation, de plusieurs phases non-miscibles dont l'une au moins est liquide.

Lorsque deux liquides ne sont pas miscibles, comme l'huile et l'eau, il suffit de laisser reposer le mélange pour que le liquide le plus dense se place en dessous du liquide le moins dense, et qu'apparaisse une surface de séparation horizontale entre les deux liquides. Dans les laboratoires de chimie on utilise couramment ce procédé lors des extractions liquide-liquide impliquant une phase aqueuse et une phase organique. On utilise alors une ampoule à décanter pour séparer les deux phases.

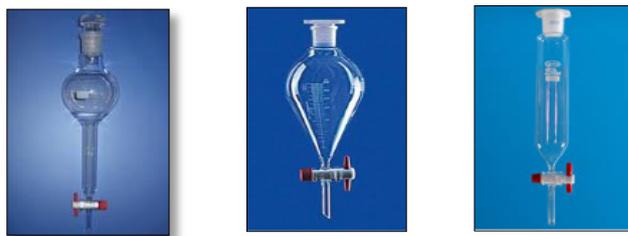


Figure 16 : les diverses formes d'ampoule

2. pH-mètre

Un pH-mètre est un appareil, souvent électronique, permettant la mesure du pH d'une solution.



Figure 17 : le pH-mètre

3. Balance électrique

Les pesées ont été réalisées sur une balance électrique.



Figure 18 : la balance électrique

4. La spectroscopie UV-Visible

La spectroscopie ultraviolet-visible ou spectrométrie ultraviolet-visible est une technique de spectroscopie mettant en jeu les photons dont les longueurs d'onde sont dans le domaine de l'ultraviolet (100 nm - 400 nm), du visible (400 nm - 750 nm) ou du proche infrarouge (750 nm - 1400 nm). Soumis à un rayonnement dans cette gamme de longueurs d'onde, les molécules, les ions ou les complexes sont susceptibles de subir une ou plusieurs transitions électroniques. Cette spectroscopie fait partie des méthodes de spectroscopie électronique. Les substrats analysés sont le plus souvent en solution, mais peuvent également être en phase gazeuse et plus rarement à l'état solide :

Dans notre travail, la concentration de l'acide salicylique dans la phase aqueuse et la phase organique est déterminée par l'analyse UV-Visible. Le spectromètre que nous avons utilisé est un appareil de type (Shimadzu UV 1605) piloté par ordinateur.

La longueur d'onde maximale est obtenue directement par balayage automatique (238nm), parce que c'est cette longueur d'onde qui nous a donné la meilleure absorbance.

❖ Principe

Lorsqu'une solution homogène d'une substance est traversée par un faisceau d'intensité I_0 , l'expérimentateur observe sortie de l'échantillon un faisceau transmis d'intensité I la longueur d'onde n'ayant pas été modifiée (figure 17). Si $I < I_0$ (alors la substance a absorbé une partie de l'onde lumineuse à la longueur d'onde λ).

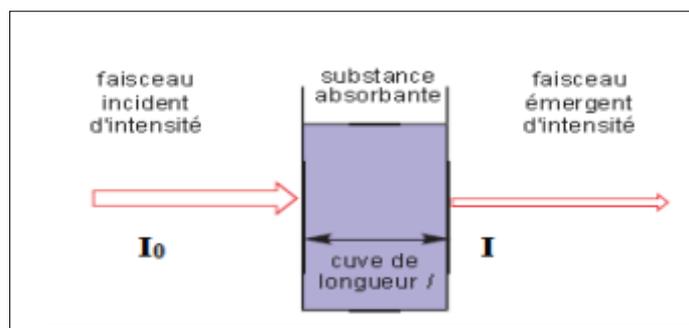


Figure 19 : Principe de la spectrophotométrie d'absorption du visible

On caractérise "le pouvoir d'absorption" d'une solution, pour une longueur d'onde λ fixée, par une grandeur appelée absorbance.

L'absorbance A est la capacité d'une espèce chimique à absorber une radiation de longueur d'onde λ .

L'absorbance A est une grandeur sans dimension.

Une radiation λ non absorbée a une absorbance nulle : $A = 0$. Plus une radiation λ est absorbée plus la valeur de l'absorbance A est grande.

❖ Loi de Beer Lambert

Les spectres dans l'UV-Visible donnent la transmittance ou l'absorbance de l'échantillon analysé en fonction de la longueur d'onde de rayonnement ou parfois de nombre d'onde.

La transmittance, notée T , est donné par :

$$T = I/I_0$$

Où I_0 est l'intensité incidente et I l'intensité transmise. L'absorbance est définie par :

$$A = -\log T$$

Cette dernière grandeur est très utile en analyse quantitative par application de la loi de Beer Lambert qui s'exprime comme suit :

$$A = \log (I_0/I) = \epsilon \times C \times l.$$

Avec:

A : Absorbance.

C : Concentration du soluté (mol/l).

l: épaisseur de la cuve à échantillon (cm).

ϵ : Coefficient d'absorbance molaire ou d'extinction (l/mol.cm).

Plus un composé est absorbant, plus la transmittance est faible et plus l'absorbance est élevée.



Figure 20 : le spectromètre UV-Visible

III.1.5. Préparation des solutions

Afin de préparer les solutions aqueuses, on pèse une quantité de l'acide salicylique, pour laquelle on ajoute un volume de l'eau bidistillée, après un temps d'agitation à température constante.

On prélève un volume de cette solution avec un même volume de solvant organique, après agitation on laisse le mélange décanter dans une ampoule à décanter, puis on sépare les deux phases (aqueuse et organique) et on les fait passer dans le spectromètre pour obtenir les absorbances qui permet de calculer la concentration de l'acide salicylique qui est passée de l'eau vers le solvant organique à l'aide des courbes d'étalonnages.

III.2. Résultats expérimentaux et discussion

III.2.1. Introduction

Cette partie est consacrée à la description de l'ensemble des expériences réalisées :

- Les courbes d'étalonnages présentant la variation de l'absorbance en fonction de la concentration.
- Etude de l'effet de solvant.
- Etude de l'effet de la température.
- Etude de l'effet de pH.
- Etude de l'effet de la présence des deux liquides ioniques, hexafluorophosphate de 1-éthyl-3-méthylimidazolium et chlorure de 1-octyl-3-méthylimidazolium.

On propose dans cette étude la détermination expérimentale de l'extraction de l'acide salicylique du milieu aqueux par les solvants organiques, Dichlorométhane, 1,2-Dichloroéthane, Pentanol-1 et l'octanol-1.

III.2.2. Les courbes d'étalonnages

Les courbes d'étalonnages ont été établies à partir des concentrations et de la mesure d'absorbance à une longueur d'onde 238 nm pour les différents solvants étudiés, et les valeurs sont données dans les tableaux (11-14) et représentées sur les figures (21-24).

Tableau 11 : Les valeurs de l'absorbance et la concentration obtenues de l'acide salicylique avec le Dichlorométhane

Abs	0,893	1,383	1,933	2,688	3,092
C (mg/l)	10	20	30	40	50

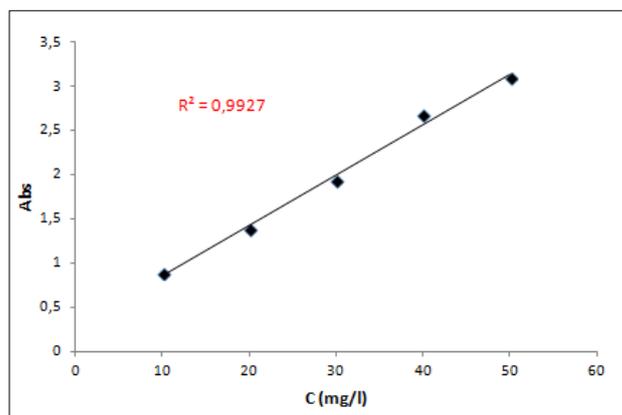


Figure 21 : Courbe d'étalonnage de l'acide salicylique avec le Dichlorométhane

Tableau 12 : Les valeurs de l'absorbance et la concentration obtenues de l'acide salicylique avec le 1,2-Dichloroéthane.

Abs	0,555	1,119	1,769	2,305	2,807
C (mg/l)	10	20	30	40	50

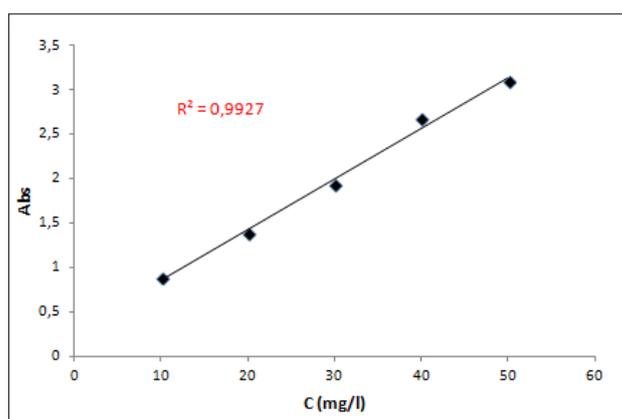


Figure 22 : Courbe d'étalonnage de l'acide salicylique avec le 1,2-Dichloroéthane.

Tableau 13 : Les valeurs de l'absorbance et la concentration obtenues de l'acide salicylique avec le Pentanol-1

Abs	0,493	1,089	1,615	2,09	2,455
C (mg/l)	10	20	30	40	50

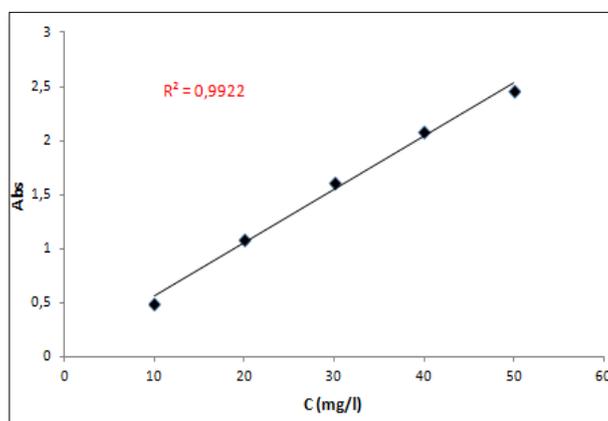


Figure 23 : Courbe d'étalonnage de l'acide salicylique avec le pentanol-1.

Tableau 14 : Les valeurs de l'absorbance et la concentration obtenues de l'acide salicylique avec l'Octanol-1.

Abs	0,402	0,852	1,332	1,811	2,199
C (mg /l)	10	20	30	40	50

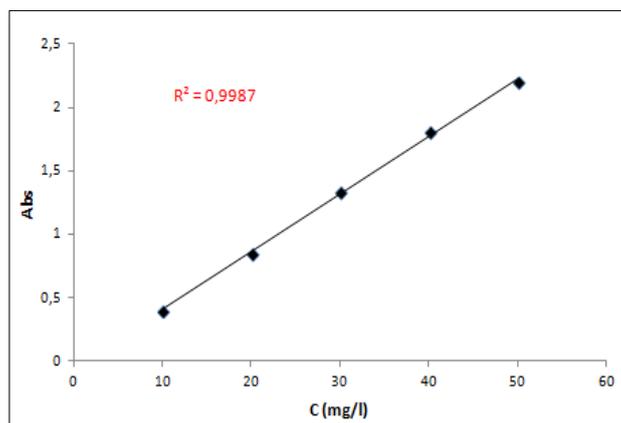


Figure 24 : Courbe d'étalonnage de l'acide salicylique avec l'Octanol-1.

III.2.3. Effet de solvant

L'effet de solvant sur l'extraction de l'acide salicylique est étudié en utilisant : Dichlorométhane, 1,2- Dichloroéthane, Pentanol-1 et Octanol-1.

Les valeurs de K et R (%) obtenues avec les différents solvants à T= 30°C et à pH= 7 sont regroupées dans le tableau 15 et représentées sur les Figures (25, 26) suivantes:

Tableau 15 : les valeurs de coefficient de partage K et le rendement R(%) des solvants à

T=30°C.

Solvant	$C^0_{Ac/eau}$ /g/l	$C_{Ac/So}$ /g/l	$C^R_{Ac/eau}$ /g/l	K	R(%)
DCE	50	17	33	0.52	34
DCM	50	18.03	31.97	0.56	36.06
PNT	50	45.83	4.17	10.89	91.66
OCT	50	48.66	1.34	36.31	97.38

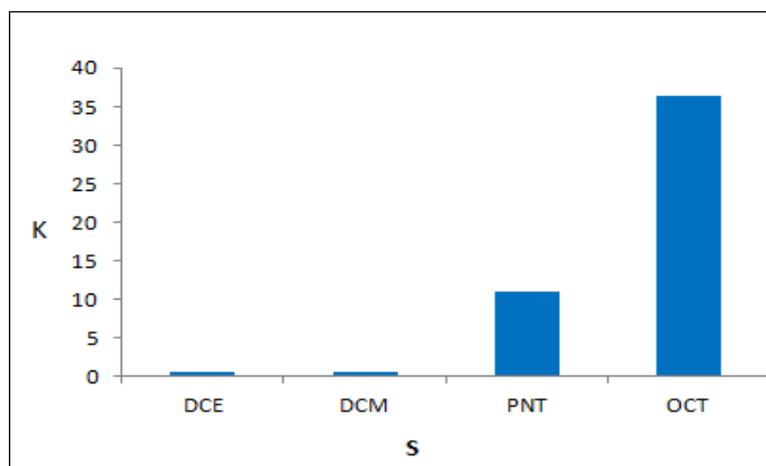


Figure 25 : K en fonction de solvant à T= 30°C

- D'après les résultats représentés sur la figure 25, on observe que la meilleure valeur d'extraction de l'acide salicylique est obtenue pour un K égal à 36.31 par l'octanol-1.

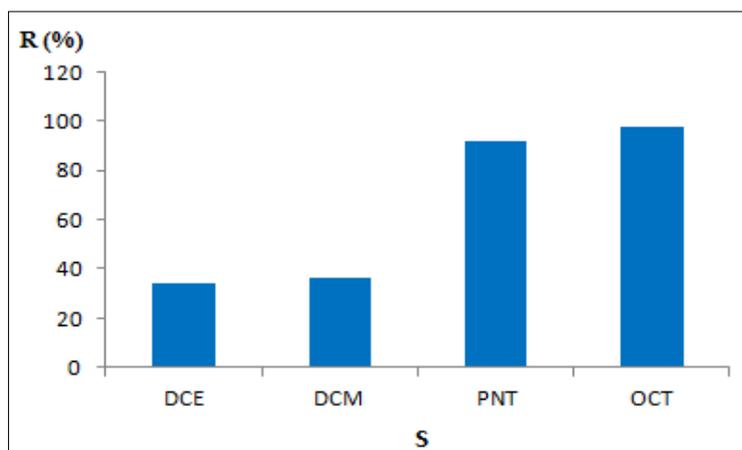


Figure 26 : le rendement R (%) en fonction de solvant à T= 30°C

- D'après les résultats représentés sur la figure 26, on observe que la meilleure valeur d'extraction de l'acide salicylique est obtenue par l'octanol-1 avec un rendement égal à 97.38 (%).

Remarque :

Les meilleures valeurs de K (36.31) et R (97.32) à T=30°C, montre que le meilleur solvant est l'Octanol-1.

III.2.4. Effet de la Température

L'effet de la température sur l'extraction de l'acide salicylique par les solvants organique (DCM, 1,2-DCE, PNT, OCT) est étudié aux températures 25°C et 30°C, et les autres paramètres sont constants :

- Le temps d'agitation.
- La vitesse d'agitation.
- pH.

Tableau 16 : les valeurs du coefficient de partage K et le rendement R(%) déterminés dans les quatre solvants et à T= 25 °C et 30°C.

Solvant	T/°C	C _{0,Ac/eau} /g/l	C _{Ac/So} /g/l	C ^R _{Ac/eau} /g/l	K	R(%)
DCE	25	50	15.76	34.24	0.46	31.52
	30		17.00	33.00	0.52	34.00
DCM	25	50	11.15	38.85	0.29	22.30
	30		18.03	31.97	0.56	36.06
PNT	25	50	25.26	28.74	1.02	50.52
	30		45.83	4.17	10.89	91.66
OCT	25	50	47.80	2.20	21.73	95.60
	30		48.66	1.34	36.31	97.38

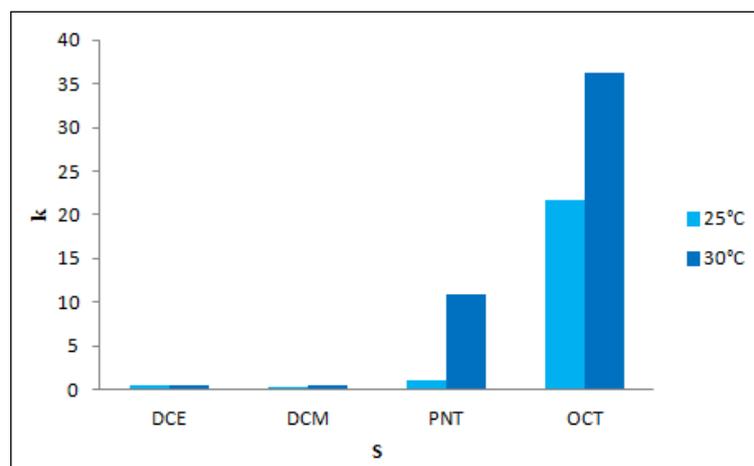


Figure 27 : K en fonction de solvant à T= 25°C et 30°C

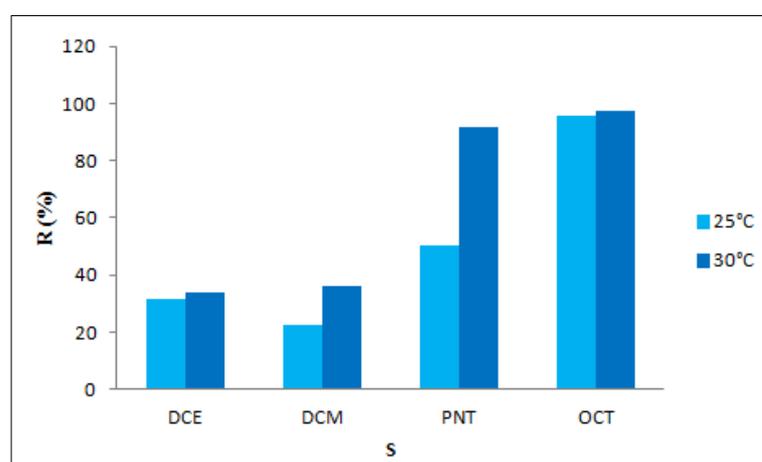


Figure 28 : le rendement R(%) en fonction du solvant à T= 25°C et 30°C

D'après les valeurs de K et R(%) rassemblées dans le tableau 16 et représentées sur les figures (27 et 28) on observe que les deux valeurs augmentent avec l'augmentation de la température, pour tous les solvants étudiés.

Nous constatons que l'effet de la température sur l'extraction liquide-liquide de l'acide salicylique suit l'ordre suivant :

L'Octanol-1 > Pentanol-1 > Dichlorométhane > 1,2-Dichloroéthane.

A T=30°C, l'octanol-1 présente la meilleure valeur d'extraction avec un K (36.31) et R (97.38%).

III.2.5. Effet de pH

La variation du pH de la phase aqueuse a été réalisée en ajoutant des quantités adéquates d'acide chlorhydrique (pour abaisser le pH) ou d'hydroxyde de sodium (pour augmenter le pH) en eau bidistillée (à la solution aqueuse en Acide salicylique).

L'influence de PH a été réalisée à pH=,4 ; 7 ; 8, et en gardant les autres paramètres fixés.

Les valeurs de K et R (%) obtenues dans les différents solvants sont regroupées dans le tableau 17 et représentés sur les Figures (29, 30) suivantes :

Tableau 17 : les valeurs de coefficient de partage K et le rendement R (%) obtenues avec DCM et DCE.

pH	DCM		DCE	
	K	R (%)	K	R (%)
4	3.79	79.12	18.97	94.7
7	0.56	36.06	0.52	34
8	0.17	14.66	0.43	30.2

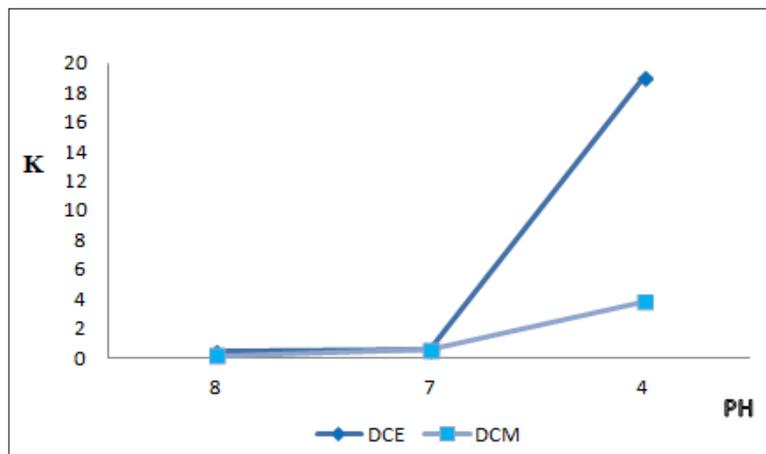


Figure 29 : K en fonction de pH obtenu avec le DCM et DCE.

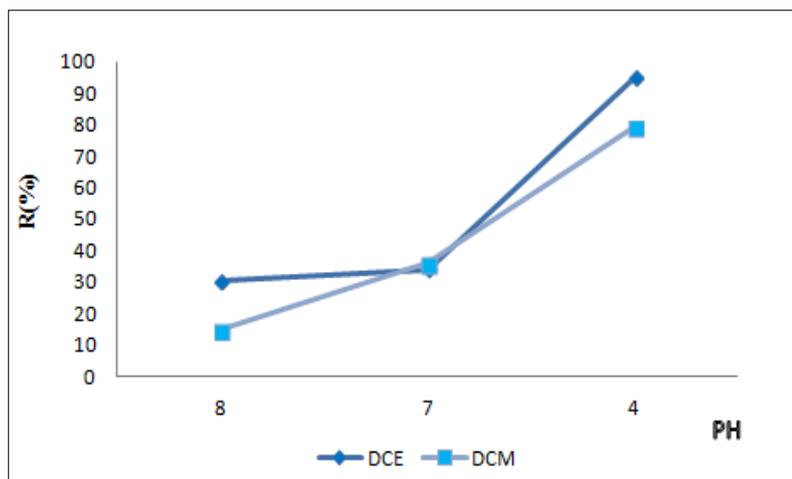


Figure 30 : le rendement R (%) en fonction de pH obtenu avec le DCM et le DCE.

D'après les résultats représentés sur les figures (29, 30), on observe que le pH a une influence sur l'extraction liquide-liquide de l'acide salicylique par le DCM et le DCE, et la meilleure extraction est obtenue pour le pH= 4.

III.2.6. Le Dichlorométhane et le 1,2- Dichloroéthane sans et avec le liquide ionique.

L'étude de ce paramètre est réalisée en fixant tous les paramètres pH=4 et T=30°C, et on ne faisant que rajouter dans la phase organique les liquides ioniques, hexafluorophosphate de 1-éthyl-3-méthylimidazolium et du chlorure de 1-octyl-3-méthylimidazolium.

- **DCM et DCE avec l'exafluorophosphate de 1-éthyl-3-méthylimidazolium (LI 1).**

Les valeurs de K et R (%) obtenues pour le DCM et le DCE avec LI 1 sont regroupées dans le Tableau 18 et 19 et représentés sur les Figures (31,32).

Tableau 18 : les valeurs du coefficient de partage K et du rendement R (%) obtenues avec le Dichlorométhane avec et sans LI 1.

Solvant		$C_{0,Ac/eau}$ /g/l	$C_{Ac/SO}$ /g/l	K	R (%)
DCM Sans LI 1		50	18.03	0.56	36.06
DCM Avec LI 1	0.3 mg	50	14.14	0.39	28.28
	0.6 mg		25.35	1.03	50.70
	0.9 mg		25.94	1.08	51.88

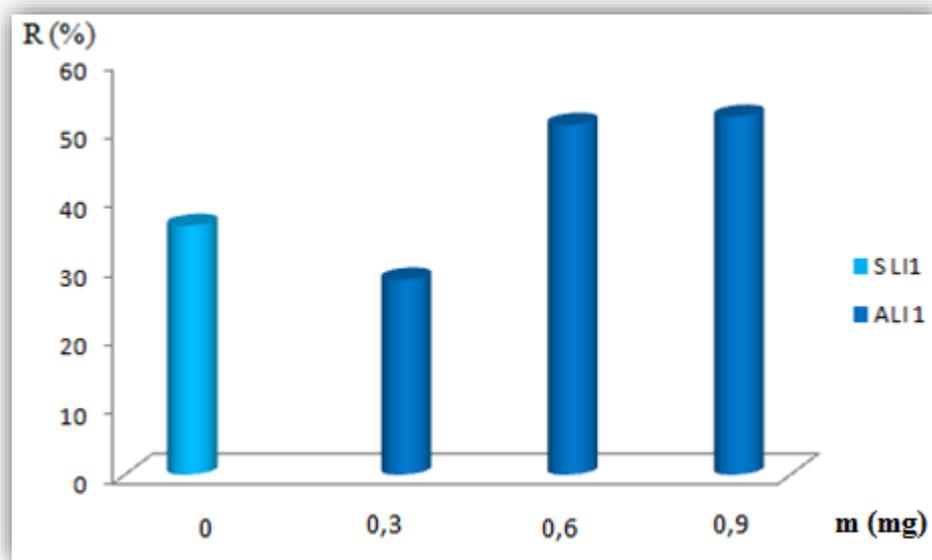


Figure 31 : le rendement R (%) en fonction la masse du LI1 dans 10 ml du DCM.

Tableau 19 : les valeurs de coefficient de partage K et le rendement R (%) obtenues avec le 1,2-Dichloroéthane avec et sans LI 1.

Solvant		$C_{0.Ac/eau}$ /g/l	$C_{Ac/So}$ g/l	K	R (%)
DCE Sans. LI 1		50	17	0.52	34.00
DCE Sans. LI 1	0.3 mg	50	15.03	0.43	30.06
	0.6 mg		15.14	0.43	30.28
	0.9 mg		18.48	0.59	36.96

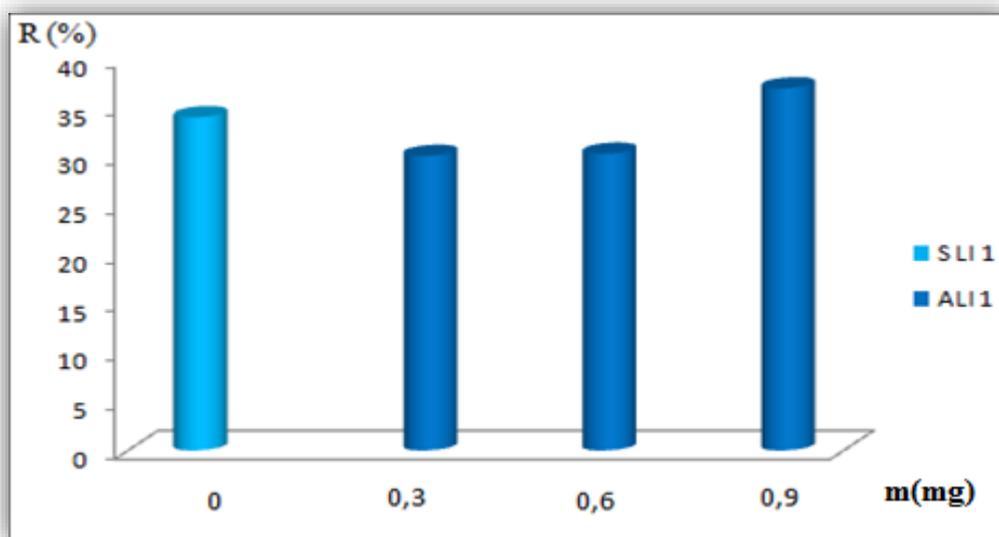


Figure 32 : le rendement R (%) en fonction de la masse du LI1 dans 10 ml de DCE.

- DCM et DCE avec le chlorure de 1-octyl-3-méthylimidazolium (LI 2)

Les valeurs de K et R (%) obtenues par le DCM et DCE avec LI 2 sont regroupées dans le Tableaux 20 et 21, et représentées sur les Figures (33, 34).

Tableau 20 : les valeurs du coefficient de partage K et du rendement R (%) obtenues avec le Dichlorométhane avec et sans LI 2.

Solvant		$C_{0,Ac/eau}$ /g/l	$C_{Ac/So}$ /g/l	K	R (%)
DCM Sans. LI 2		50	18.03	0.56	36.06
DCM Avec LI 2	0.3 mg	50	11.19	0.29	22.38
	0.9 mg		15.17	0.44	30.34
	1.2 mg		19.98	0.67	39.96
	1.5 mg		20.5	0.69	41.00

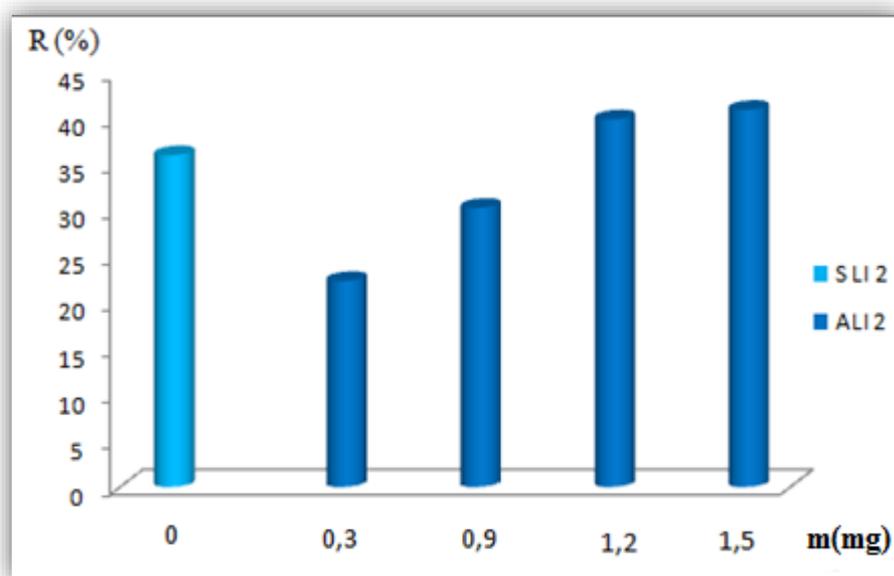


Figure 33 : le rendement R (%) en fonction de la masse du LI2 dans 10

Tableau 21 : les valeurs de coefficient de partage K et le rendement R (%) obtenues avec le 1,2-Dichloroéthane avec et sans LI 2.

Solvant		$C_{0,Ac/eau}$ /g/l	$C_{Ac/SO}$ /g/l	K	R (%)
DCE Sans LI 2		50	17	0.52	34.00
DCE Sans LI 2	0.3 mg	50	2.55	0.05	5.10
	0.9 mg		4.14	0.09	8.28
	1.2 mg		4.89	0.11	9.78
	1.5 mg		23.26	0.87	46.52

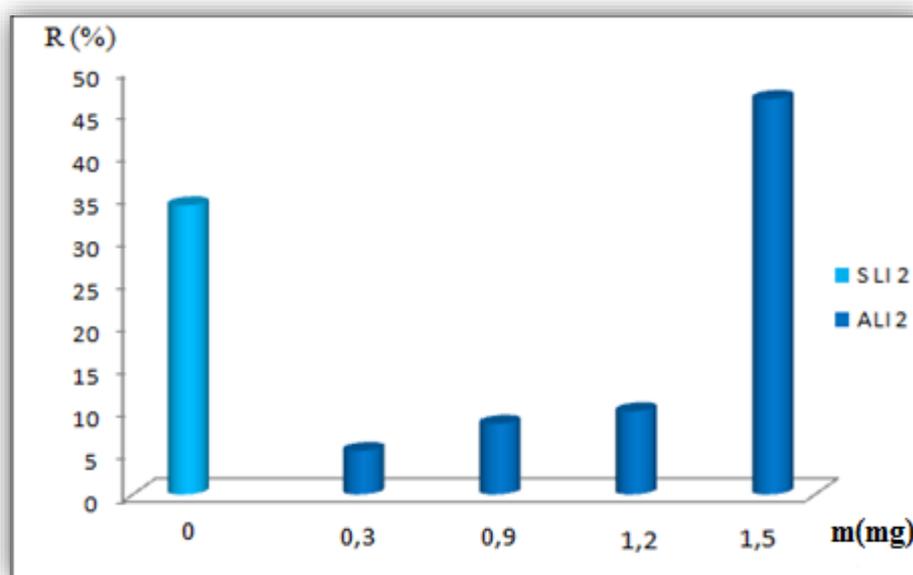


Figure 34 : le rendement R (%) en fonction de la masse du LI2 dans 10 ml de DCE.

D'après les résultats représentés dans les tableaux (18,19 et 20,21) et les figures (31,32 et 33,34), on observe que les liquides ioniques (LI 1 et LI 2) sont une influence considérable sur l'extraction liquide-liquide de l'acide salicylique avec le DCM et DCE. Les meilleures valeurs d'extraction pour LI1 sont données à une concentration $C_{LI1} = 0.9$ g/l qui présentent un rendement de 51.88% et 36.96% pour le DCM et DCE respectivement, Concernant le LI 2 c'est avec une concentration $C_{LI2} = 1.5$ g/l, qui a donné un meilleur rendement de 41% pour le DCM et 46.52 % pour le DCE.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion Générale

Dans ce travail une étude est réalisée sur l'extraction de l'acide salicylique qui est un composé aromatique du milieu aqueux avec la technique d'extraction liquide-liquide en utilisant quatre solvants organiques différents, le Dichlorométhane, le 1,2-Dichloroéthane, l'octanol-1 et le pentanol-1.

Cette étude est menée en fonction de la variation des paramètres suivants :

- 1/ La température
- 2/ Le pH
- 3/ En présence de deux liquides ioniques, hexafluorophosphate de 1-éthyl-3-méthylimidazolium [Emim][PF₆] et chlorure de 1-octyl-3-méthylimidazolium [Omim][Cl].

La première partie d'extraction réalisée à 25 °C avec les quatre solvants montre que le rendement le plus élevé est obtenu avec l'octanol-1 puis le pentanol-1 ensuite Dichlorométhane et en dernier le 1,2-Dichloroéthane ($R_{AS/OCT} > R_{AS/PNT} > R_{AS/DCM} > R_{AS/1,2DCE}$).

L'étude en fonction de la température réalisée à 25 °C et à 30 °C, montre que le taux d'extraction de l'acide salicylique augmente avec l'augmentation de la température pour tous les solvants et la meilleure valeur est obtenue avec de l'octanol-1 avec un rendement de 97.38 % à 30°C. Cette augmentation du rendement est due certainement aux propriétés des solvants.

L'étude en fonction du pH réalisée à pH acide (pH=4), pH neutre (pH=7) et pH basique (pH=8), avec le DCM et le DCE montre que l'extraction la plus élevée est obtenue pour un pH acide.

L'étude réalisée en fonction de l'introduction des liquides ioniques [Emim][PF₆] ; [Omim][Cl] dans les solvants Dichlorométhane et le 1,2-Dichloroéthane qui ont enregistré un rendement relativement plus faible par rapport aux deux autres solvants, a montré une amélioration du rendement de l'ordre de 15% pour le [Emim][PF₆] et de 5 % pour le [Omim][Cl] dans le DCM et une amélioration de l'ordre de 3 % pour le [Emim][PF₆] et de l'ordre de 12 % pour [Omim][Cl] dans le DCE.

En conclusion on peut retenir que :

- 1/ Le meilleur rendement est obtenu avec le solvant octanol-1
- 2/ Le rendement augmente avec l'augmentation de la température
- 3/ Le meilleur rendement est obtenu à pH acide pour les deux solvants DCM et le DCE
- 4/ L'introduction des deux liquides ioniques améliore le rendement

Enfin ce travail nous a permis d'enrichir nos connaissances sur l'extraction liquide-liquide et l'importance des facteurs tels que la température, le pH et les liquides ioniques sur l'optimisation de l'extraction.

REFFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1]: PESSIS C. TOPÇU S. et BONNEUIL C. Modernisation, contestations et pollutions dans la France d'après-guerre, Editions La Découverte, Paris 2013.
- [2]: MOUVIER G. la pollution atmosphérique, Edition Flammarion, paris (1994).
- [3]: CLUSE B. et ROBERT P. Chimie de l'environnement (air, eau, sols, déchets), Edition. De boeck, Paris
- [4]: MELGHIT M. qualité physico-chimique, pollution organique et métallique 2012.
- [5]: CRINI G. et BADOT P. Traitement et épuration des eaux industrielles polluées, thèse de doctorat, Université de Franche-Comté (2007).
- [6]: ATTEIA O. «Chimie et pollution des eaux souterraines », Tec et Doc Lavoisier, (2005).
- [7]: GUERENE H. et GAMELLA C. Le traitement des eaux publiques industrielles et privées, Edition Elyrois 1978.
- [8]: AESN, la qualité de l'eau 2005.
- [9]: TRIFI B. Traitement des polluants organiques persistants par décharges à Barrières diélectriques (DBD) et par décharges glissantes, thèse 2012.
- [10]: MEINCK F. « Les eaux résiduaires industrielles », 2ème édition MASSON (1977).
- [11]: EMILIAN K. « Traitement de pollutions industrielles », (2004).
- [12]: Actes d'une réunion d'experts de l'OCDE, « indicateurs environnementaux pour l'agriculture » volume 3, édition OCDE, Zurich, Suisse, novembre (2001).
- [13]: PERRIN R. et SHARFF JP. Chimie industrielle polluant, édition Masson, Paris (1999).
- [14]: PRESTON J. et PREEZ A. Chimie. Technologie. Biotechnologie. 66, 293-299, 1996
- [15]: POIROT R. thèse doctorat « méthodologie pour le passage en continu d'extraction de soluté a partir de matière végétale », Institut National Polytechnique de Toulouse, 2007.
- [16]: MOAMER E. Purification des eaux polluées par du phénol dans un pertracteur a disques tournants. Thèse doctorat .Institut national des sciences appliquées de Rouen. 2011.
- [17]: FUJII Y. et ALL Soc. Faraday Trans. 174, 1467 (1978).
- [18]: KOJIMA I. Inorg. Nucl. Chem. 32, 987 (1970).

Références bibliographiques

[19]: MESSIKH N. Application des réseaux de neurones pour prédire le rendement de l'extraction liquide- liquide du phénol. Thèse doctorat. Université BADJI Mokhtar-Annaba 2008.

[20]: FIFILD F. et KEALEY D. Principles and Practice of Analytical Chemistry, Fifth Edition, Blackwell Science Ltd, United Kingdom, Cambridge, 2000.

[21]: ABE E. et COLL Annales de Toxicologie Analytique 2010; 22(2): 51-59.

[22]: FULII Y. et Tanaka M. Soc. Jpn. 54, 3696 (1981).

[23]: BRAHIM G. les liquides ioniques et le D2EHPA/TBP dans l'extraction liquide-liquide de Zn (II), Cd (II) et Hg (II), thèse doctorat d'état, Université Abou-Bekr Belkaid de Tlemcen (2014).

[24]: JIMMY I. et ALL Procédés de séparation, techniques, sélection dimensionnement, ed. Dunod (2001).

[25]: JORDAN S. et ALL. Automation of Liquid-liquid extraction using phase boundary detection. JALA 7(1): 74–77. 2002.

[26]: KHARFALLH N. ET MOHDEBL. Mémoire D.E.U.A. De fluor, de sodium, de potassium et les métaux lourds dans les eaux .Bejaia (2007).