

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université A. MIRA – BEJAIA



Faculté de Technologie  
Département de Génie des Procédés  
En vue de l'obtention du diplôme de

## **MASTER**

En Génie des Procédés

**Option :**

Génie chimique

**Thème**

**Extraction de Cr(VI) par des membranes polymériques à inclusion à base de PVC/Aliquat336**

**Par :** BRAHMI Wissam

HACHEMI Samira

**Devant le jury composé de :**

<b>Mr. DJEMAA Amar</b>	<b>MCB</b>	<b>Président</b>	<b>Univ. Bejaia</b>
<b>Mr. KERKOUR A/Hakim</b>	<b>MCA</b>	<b>Examineur</b>	<b>Univ. Bejaia</b>
<b>Mr. BEY Saïd</b>	<b>MCA</b>	<b>Encadreur</b>	<b>Univ. Bejaia</b>
<b>Mme. SEMGHOUNI Hassina</b>		<b>Co-encadreur</b>	<b>Univ. Bejaia</b>

**Promotion 2018**

## REMERCIEMENTS

*Au terme de ce travail,*

*D'abord je remercie le bon DIEU qui dans sa miséricorde nous a donné santé, courage, volonté et beaucoup de force pour que nous puissions mener à bien ce modeste travail.*

*Nous remercions en premier lieu notre promoteur Mr S. Bey d'avoir accepté de nous encadrer et pour son suivi et ses orientations.*

*Nous remercions également notre Co-promotrice M<sup>me</sup> H.Semghouni pour son suivi attentif tout au long de ce travail ainsi que ces encouragements et sa bonté.*

*Nous exprimons nos profondes gratitudeux membres de jury d'avoir accepté de juger ce travail, qu'ils trouvent ici l'expression de notre profond respect.*

*En fin, J'adresse aussi mes remerciements à mes collègues et tous le personnel du laboratoire des Procédés membranaires et des techniques de séparation et de récupération (LPMISR) et tous les personnels responsables du département de génie des procédés, ainsi à tous ceux qui nous ont aidés, de près ou de loin, à accomplir ce travail.*

# DEDICACE

*Je dédie ce travail :*

*A mon père, mon premier encadrant, depuis ma naissance ;*

*A ma très chère mère : qu'elle trouve ici l'hommage de ma gratitude  
qui, si grande qu'elle puisse être, ne sera à la hauteur de ses  
sacrifices et ses prières pour moi*

*A ma grande mère que le bon DIEU te garde encore longtemps  
devant nous*

*A mes sœurs : Wahiba, Nadia, N'djima, Sourya et leurs familles*

*A mes chers frères Kassa et Mokran qui je souhaite beaucoup de  
réussite et de bonheur*

*A mes anges : Asma, Meriem, Ayoub et Célia*

*A mes tantes et oncles ;*

*A mes cousines et cousins ;*

*A mes copines de chambres ;*

*A tous mes amis(es) qui me sont chers, a tous ceux que j'aime et  
m'aiment : qu'ils trouvent ici l'expression de mes sentiments les plus  
dévoués et mes vœux les plus sincères ;*

*A ma binôme Wissam et sa famille*

*Que Dieu le tout puissant vous préserve tous et vous procure sagesse et  
bonheur.*

SAMIRA

# ***DEDICACE***

*Je dédie ce mémoire à :*

*Ma mère et mon père qui m'ont indiqué la bonne voie en me  
rappelant que le secret de la réussite est la présence et que la volonté  
fait les grands hommes et femmes.*

*Aucune dédicace ne pourrait exprimer mon respect, ma  
considération, et mes profonds sentiments en vers eux pour leur  
patience illimitée, leur encouragement continu, leur aide, tous les  
sacrifices consentis et leurs précieux conseils et pour toute leur  
assistance et leur présence dans ma vie.*

*Mes chers soeurs Imane, Khadidja et Foufa*

*Sans oublier mon cher frère Adam*

*A mes oncles et tantes ;*

*A mes cousines et cousins ;*

*A mes chères amies chacune à son nom en particulier*

*Meriem, Loubna, Kenza, Sonia*

*Katia, Chadia et Nawal*

*A mon fiancé et ma belle famille*

*Ma collègue Samira et sa famille.*

*de les voir réussir leur vie.*

*Toute ma famille et à toute personne que j'estime.*

***Wissam***



# **SOMMAIRE**

## Table de matière

Remerciements

Dédicace

Liste DES ABREVIATIONS

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....1

### Chapitre I : Généralités sur les membranes

Introduction .....3

I.1. Les procédés membranaires ..... 3

I.2. Définition d'une membrane.....3

I.3. Structures des membranes ..... 4

I.4. Type des membranes .....5

I.4.1. Les membranes solides .....5

I.4.2. Les membranes liquides .....6

I.4.2.1. Choix des membranes liquides .....7

I.4.2.2. Types des membranes liquides.....7

I.4.3. Membranes polymères à inclusion (MPI) .....10

I.4.3.1. Mécanisme de transport dans les MPP.....11

I.5. Application des membranes .....11

I.5.1. En industrie chimique.....11

I.5.2. Séparation des gaz.....12

I.5.3. Traitement des eaux.....12

I.6. Avantages .....12

### Chapitre II: Les contacteurs membranaires

II.1. Extraction liquide-liquide ..... 13

II.1.1. Définition.....13

II.1.2.Principe.....13

II.1.3. Les paramètres d'extraction liquide-liquide.....	14
II.1.3.1. Le diluant .....	14
II.1.3.2. Extractant.....	15
II.1.4. Applications de l'extraction liquide-liquide.....	16
II.2. Les contacteurs membranaires.....	17
II.2.1. Définition.....	17
II.2.2. Géométrie des modules.....	17
II.2.2.1. Les modules plans .....	17
II.2.2.2. Les modules spiraux .....	18
II.2.2.3. Les modules tubulaires.....	19
II.2.2.4. Les modules à fibres creuses.....	19
II.2.3. La nature chimique du matériau.....	20
II.2.4. Propriétés hydrophobes et hydrophiles des membranes.....	20
II.3. Les avantages et inconvénients des contacteurs membranaires .....	21
II.3.1. Les avantages.....	21
II.3.2. Les inconvénients.....	22

### Chapitre III : Les Plans d'expériences

Introduction.....	23
III.1. Principe.....	24
III.2. Avantages de la méthode des plans d'expériences.....	24
III.3. Les Différents types de plans.....	25
III.4. Présentation des plans d'expériences.....	26

III.4.1. Variables naturelles (réelles) ou facteurs.....	26
III.4.2. Variables codées .....	26
III.4.3. Formules de codage.....	26
III.5. Modélisation par les plans d'expériences .....	27
III.5.1. Matrice d'expériences.....	28
III.5.2. Construction de plans d'expériences .....	28
III.5.2.1. Plans factoriels complets à deux niveaux .....	28
III.5.2.2.1. Avantages et inconvénients des plans factoriels complets .....	28
III.5.2.2. Plans factoriels fractionnaires.....	29
III.5.3. Calcul des coefficients du modèle.....	29
III.5.3.1. Analyse statistique .....	29
III.5.4. Validation du modèle (test de FICHER).....	31
III.5.5. Coefficient de détermination .....	32
III.5.6. Validation expérimentale par des points au centre du domaine.....	32
III.5.7. Analyse des résidus.....	32
III.6. Plans composites centrés.....	33
III.6.1. Propriétés des plans composites.....	33

## Chapitre IV : Matériels et méthodes

IV.1. Appareillage et réactifs.....	35
IV.1.1. Description du montage d'extraction .....	35
IV.1.2. Réactifs utilisés .....	36
IV.1.2.1. Membrane polymère à inclusion .....	36



IV.2. Préparation des membranes .....	37
IV.2.1. Les membranes .....	37
IV.3. Procédure expérimentale .....	38
IV.4. Techniques d'analyse des échantillons et de caractérisation des membranes .....	39
IV.4.1. La spectrophotométrie infrarouge (IR) .....	39
IV.4.2. Angle de contact.....	39

## Chapitre V : Résultats et discussions

V.1. Les Membranes Polymères à Inclusions (PIM) .....	41
V.2. Caractérisation des membranes .....	42
V.2.1. Epaisseur des membranes .....	42
V.2.2. Angle de contact .....	42
V.2.3. La spectrophotométrie infrarouge (IR) .....	43
V.3. Modélisation.....	45
V.3.1. Pour la phase source .....	45
V.3.1.1. Plans d'expériences .....	45
V.3.1.2. Analyse des résultats .....	47
V.3.2. Pour la phase réceptrice .....	54
V.3.2.1. Plans d'expériences.....	54
V.3.2.2. L'étude de réponse.....	55
Conclusion générale.....	63
Références bibliographique	

## LISTES DES ABREVIATIONS

**Aliquat-336** : tri-octyl méthyl ammonium chloride.

**MEI** : membranes échangeurs d'ions.

**MLV** : membrane Liquide Volumique.

**MLS** : Membrane Liquide Supportée.

**MLE** : Membrane Liquide Émulsionnée.

**ELL** : Extraction Liquide-Liquide.

**MPI** : membranes polymères à inclusion.

**MPP** : membranes polymères plastifiés.

**EPS** : Extraction en Phase Solide.

**D2EHPA** : Acide di-2-éthylhexyl Phosphorique.

**HPBI** : 3-phenyl-4-benzoylisoxazol-5-one.

**DPC** : Diphylnilcarbazine.

**PVC** : chlorure de polyvinyle.

**DF** : Degré de liberte.

**SS** : Somme des carrés.

**MS** : Moyenne de la somme des carrés.

**F-Value** : Test de Fischer.

**P-Value** : Probabilité.

## LISTES DES FIGURES

<b>Figure I.1:</b> Schéma d'une membrane sélective.....	4
<b>Figure I.2:</b> Schéma des principaux types de structure membranaire.....	4
<b>Figure I.3:</b> Schéma représentatif d'un procédé utilisant une membrane liquide.....	6
<b>Figure I.4:</b> Exemple d'une membrane liquide épaisse.....	8
<b>Figure I.5:</b> Membrane liquide à émulsion.....	9
<b>Figure I.6:</b> Exemple de membranes liquides supportées.....	10
<b>Figure II.1 :</b> Schéma de Principe de l'extraction liquide-liquide .....	13
<b>Figure II.2 :</b> Etapes pour la détermination de l'équilibre liquide-liquide.....	14
<b>Figure II.3:</b> Les modules plans .....	17
<b>Figure II.4 :</b> Les modules bobinés en spirale .....	18
<b>Figure II.5 :</b> Les modules tubulaires.....	19
<b>Figure II.6 :</b> Contacteur gaz-liquide à fibres creuses Liqui-Cel®.....	19
<b>Figure II.7:</b> Interface entre une phase gazeuse et liquide dans une membrane hydrophobe...21	
<b>Figure II.8 :</b> Principaux avantages des contacteurs membranaires.....	21
<b>Figure II.9:</b> Principaux inconvénients des contacteurs membranaires .....	22
<b>Figure III.1:</b> Variables centrés réduites.....	27
<b>Figure IV.1 :</b> Schéma d'un contacteur membranaire à extraction liquide-liquide à plusieurs plaques monter en série.....	35
<b>Figure. IV.2 :</b> le N-méthyle-N, N-dioctyloctane-1-chlorure d'ammonium.....	36
<b>Figure. IV.3 :</b> Formule chimique de chlorure de polyvinyle.....	37
<b>Figure VI.4 :</b> Principe de fonctionnement de l'angle de contact.....	40
<b>Figure V.1 :</b> les membranes utilisées à différentes concentrations .....	41
<b>Figure V.2 :</b> les angles de contact des membranes utilisées .....	43
<b>Figure V.3 :</b> Spectre IR des membranes utilisées.....	45

<b>Figure V.4 :</b> Diagramme d'Effet de Pareto.....	47
<b>Figure V.5 :</b> Les effets individuels des paramètres .....	48
<b>Figure V.6 :</b> Représentation des effets d'interactions entre les différents paramètres.....	48
<b>Figure V.7 :</b> le rendement théorique en fonction de rendement expérimentale.....	50
<b>Figure V.8 :</b> Surface de découpe du rendement d'extraction du Cr(VI).....	51
<b>Figure V. 9 :</b> La surface de réponse du rendement d'extraction du Cr(VI).....	52
<b>Figure V.10 :</b> Optimisation des paramètres expérimentaux.....	53
<b>Figure V.11:</b> Diagramme d'Effet de Pareto.....	56
<b>Figure V.12 :</b> Les effets individuels des paramètres.....	56
<b>Figure V.13 :</b> les effets d'interactions entre les différents paramètres.....	57
<b>Figure V.14 :</b> le rendement de réextraction du Cr(VI) prédit en fonction du rendement expérimental.....	59
<b>Figure V.15 :</b> Surface de découpe de rendement.....	60
<b>Figure V. 16 :</b> La surface de réponse du rendement.....	61
<b>Figure V.17 :</b> Optimisation des paramètres expérimentaux.....	62

## LISTES DES TABLEAUX

<b>Tableau I.1:</b> Tableau des principaux types de structure membranaire.....	5
<b>Tableau II.1 :</b> Applications de l'extraction liquide-liquide.....	16
<b>Tableau II.2 :</b> Comparaison des caractéristiques liées à la géométrie des modules membranaires.....	20
<b>Tableau III.1 :</b> Valeurs de $\alpha$ et $N_0$ selon la propriété recherchée pour le plan composite centré.....	34
<b>Tableau V.1.</b> Mesurer les épaisseurs des membranes utilisées.....	42
<b>Tableau V. 2 :</b> bande d'absorption des groupements fonctionnels caractérisant le PVC/THF et Aliquat336.....	44
<b>Tableau V. 3 :</b> Facteurs et domaine d'étude.....	46
<b>Tableau V. 4 :</b> Matrice des expériences .....	46
<b>Tableau V. 5 :</b> les effets des paramètres et leurs coefficients.....	49
<b>Tableau V.6 :</b> Analyse de la variance.....	50
<b>Tableau V.7:</b> Facteurs et domaine d'étude.....	54
<b>Tableau V. 8 :</b> Matrice des essais.....	55
<b>Tableau V.9:</b> Coefficients de régression prévus de facteur et leur effet.....	58
<b>Tableau V.10:</b> Analyse de la variance.....	58



**INTRODUCTION  
GENERALE**

### Introduction générale

Au cours de ces dernières décennies, l'évolution des techniques industrielles a souvent entraîné une production de déchets et de polluants de plus en plus importante et complexe.

Dans le cadre de la protection de l'environnement, et sous la pression des autorités gouvernementales les industriels ont été amenés à prendre des mesures afin de diminuer la quantité et la toxicité des déchets industriels. Cette lutte a contribué au développement de techniques liant progrès industriel et protection de l'environnement [1].

Actuellement, l'exigence de la protection de l'environnement peut être résolue via différents procédés physico-chimiques, cependant, le problème de la valorisation reste entier.

En effet, il existe plusieurs procédés qui permettent de récupérer les métaux lourds contenus dans les effluents aqueux parmi lesquels on peut citer la précipitation, l'adsorption, la séparation par membrane, l'extraction liquide-liquide [2-3].

L'extraction liquide-liquide joue un rôle très important dans divers secteurs industriels et ses applications couvrent les champs des industries de chimie organique, minérale, pétrochimique, nucléaire...etc [4]. C'est une technique efficace et peu coûteuse, elle est capable de répondre aux critères de sélectivité, de productivité et de pureté. Les méthodes d'extraction se basent essentiellement sur le suivi d'équilibre, et donc le transfert de masse ne peut être ignoré.

Le chrome est un polluant très répandu dans les effluents de plusieurs types d'industries [5]. Il est largement employé dans l'industrie de traitement de surface et dans la tannerie. Sous sa forme hexavalente, le chrome est réputé être toxique à cause de sa grande solubilité qui lui confère une mobilité élevée en solution. Par contre, sous la forme trivalente, il est très peu mobile et présente une toxicité relativement faible [6].

Dans ce travail nous avons l'étude de l'extraction liquide-liquide sans dispersion de phase du chrome (VI) par des membranes polymère à inclusion en utilisant la méthode des plans d'expériences. Le but consiste à déterminer les paramètres les plus influents sur l'extraction du Cr(VI) et leur optimisation. Les paramètres étudiés sont la concentration de l'extractant Aliquat336 fixé dans la membrane, la température, la concentration en Cr (VI) de la phase source ainsi que la concentration en Na Cl de la phase réceptrice.

Ce travail est réparti en cinq chapitres, le chapitre I est consacré à des généralités sur les membranes, le chapitre II exposera des généralités sur l'extraction liquide-liquide et les contacteurs membranaires. Le chapitre III présentera les plans des expériences. Le chapitre IV s'attachera à décrire la

## Introduction générale

---

méthodologie expérimentale adoptée au cours de ce travail, en présentant les matières premières utilisées, les dispositifs expérimentaux, les différents procédés appliqués ainsi que les analyses physico-chimiques. Le chapitre V exposera les résultats obtenus ainsi leurs discussions. Pour finir une conclusion générale et les perspectives sont présentées.





# **CHAPITRE I**

## **Généralités sur les membranes**

## Chapitre I

### Généralités sur les membranes

#### Introduction

Les membranes ont acquis une place importante dans la technologie chimique et sont utilisées dans un large éventail d'applications.

La technologie membranaire est devenue une véritable technologie de séparation durant cette dernière décennie. Les principaux avantages de cette technologie est le fait qu'elle nécessite peu de produits chimiques, consommation d'énergie relativement faible et une conduction du procédé facile et bien arrangée [7].

#### I.1. Les procédés membranaires

La force de transfert recouvre le gradient de pression, de concentration, d'activité ou de potentiel électrique. De ce fait les membranes incluent une grande variété de matériaux et de structure qui forme autant de possibilités de configuration et de classification. Il existe différents procédés de séparation par membrane qui peut être regroupés en fonction des forces de transfert mises en œuvre [8].

#### I.2. Définition d'une membrane

D'après l'I.U.P.A.C, une membrane est une structure possédant des dimensions latérales beaucoup plus grande que son épaisseur et à travers laquelle des transferts de matière peuvent avoir lieu sous l'effet de diverses forces motrices figure I.1 [9].

Ou encore est définie comme une couche mince semi-perméable qui joue le rôle d'une barrière sélective qui sépare les substances dissoutes ou non, sous l'action d'une force chimique (Concentration...) ou physique (pression...) [10]. Les critères de séparation des particules, des molécules et/ou des ions peuvent être [11] :

- La dimension et la forme ;
- La nature chimique ;
- L'état physique ;
- La charge électrique, etc.

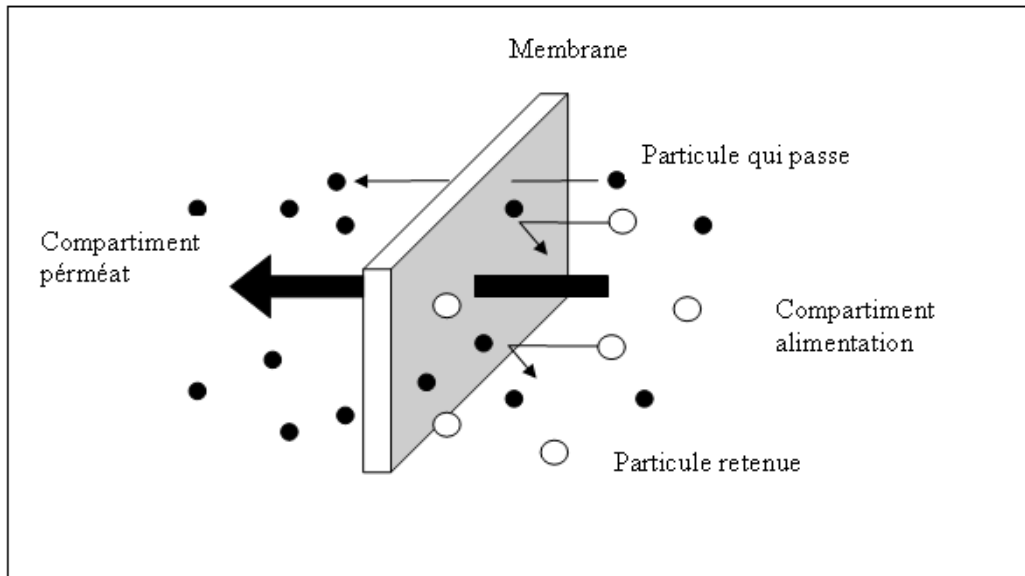


Figure I.1 : schéma d'une membrane sélective [12].

### I.3. Structures des membranes

Les membranes permselectives sont actuellement classées en quatre catégories, correspondant approximativement à leur structure, au mécanisme du transport, et à leur domaine d'utilisation. On peut les classées comme suit :

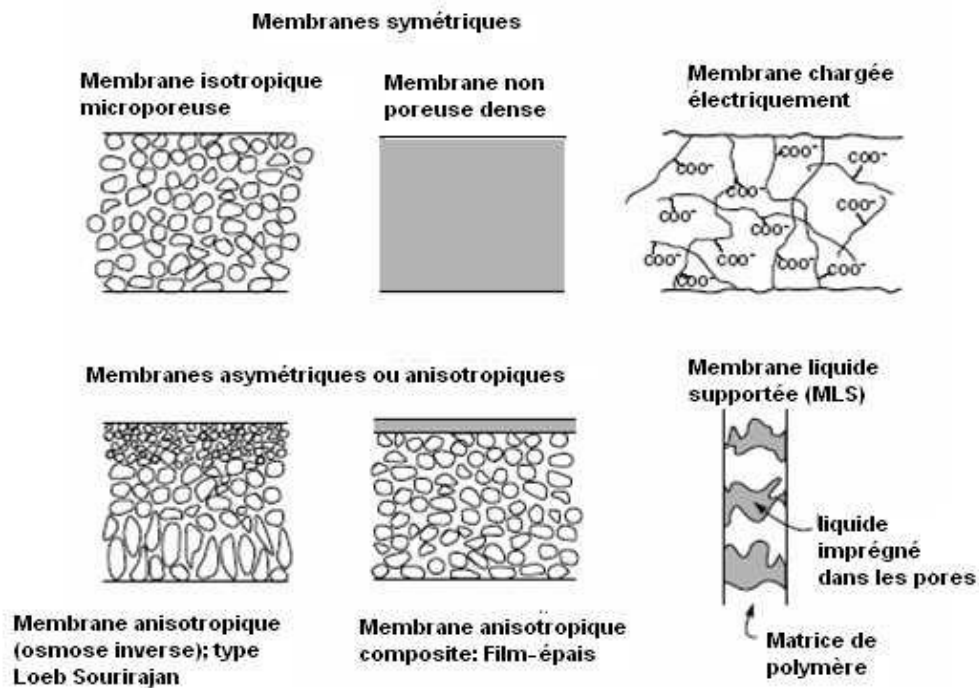


Figure I.2. Schéma des principaux types de structure membranaire [13].

# Chapitre I : Généralités sur les membranes

---

Les membranes peuvent être classées aussi par leurs types de structure membranaires.

**Tableau I.1** : Classification des membranes [13].

Membranes	Matrice	Mécanisme	procédés
Microporeuses	Pores de 0.1 à 10 $\mu$ m	Filtration	microfiltration
Homogènes ou composites	dense	Solution-diffusion	Perméation de gaz osmose inverse et pervaporation
Ioniques	Dense ou microporeuse	Charge fixe	électrodialyse
Anisotropes	Couche dense ou ultra-microporeuse	Solution-diffusion Filtration ou mixte	Osmose inverse Ultrafiltration, dialyse

## I.4.Type des membranes

On distingue trois catégories de membrane, qui sont : les membranes solides ; les membranes liquides et les membranes polymères à inclusion [14].

### I.4.1.Les membranes solides

Il existe une grande diversité de membranes solides dont on cite quelques unes et qui sont classées selon leur matériau et leur forme comme suite :

- **Membranes organiques** : elles sont fabriquées à partir de polymères organiques (acétate de cellulose, polysulfones, polyamides,...etc.) et possèdent principalement une structure asymétrique [15]. la majeure partie des membranes d'ultrafiltration et de microfiltration est constituée de membrane organique (90%) [16]. Aussi sont les plus utilisées malgré leurs résistances thermiques et chimiques relativement limitées car elles sont nettement moins chères que les membranes minérales [15].
- **Membranes minérales ou inorganiques** : ces membranes présentent une structure à la fois composite et asymétrique ; elles sont composées d'un support macroporeux à base d'alumine ou de carbone sur lequel sont déposées un nombre variable de couches d'oxydes minéraux. Le rôle de ces couches filtrantes de faible épaisseur est d'assurer la séparation des solutés grâce à un rayon de pore adapté, alors que le support assure la résistance mécanique.

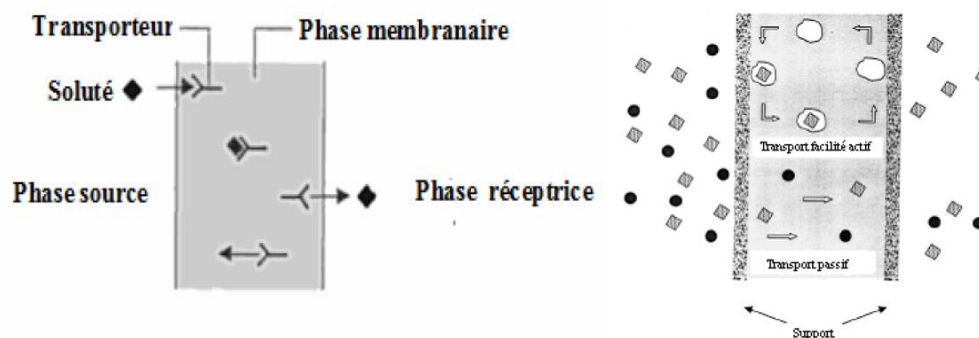
Ces membranes peuvent travailler dans des conditions plus sévères que les membranes organiques grâce à leur résistance mécanique, chimique et thermique (jusqu'à  $P=40$  bar,  $T=120^{\circ}\text{C}$  et  $\text{pH}=1-14$ ) [10].

- **Membranes composites** : Apparues au début des années 1990, elles sont caractérisées par une structure asymétrique dont la peau est beaucoup plus fine que celle des membranes classiques non composites et par une superposition de plusieurs couches différenciées soit par leur nature chimique, soit par leur état physique. Elles sont créées à partir des deux types précédents. Il s'agit de membranes minérales sur lesquelles on dépose des polymères où sur lesquelles on greffe d'autres composés tels que des silanes [17].
- **Membranes échangeuses d'ions (MEI)** : introduites en 1950, elles fonctionnent sur le principe du rejet d'ions grâce à leur charge. Les techniques d'électrodialyse, la dialyse et l'électro-désionisation font appel à cette technologie. Leur principal domaine d'application actuel est le dessalement de l'eau et le traitement des effluents [7].

### I.4.2. Les membranes liquides

Une membrane liquide est essentiellement constituée d'une couche (phase organique) qui sépare deux phases adjacentes (phase aqueuse) dont l'une est contaminée (source) et l'autre réceptrice (Figure I.3).

La phase organique (membrane) constituée d'un extractant, d'un diluant et d'un tensioactif [18].



**Figure I.3** : Schéma représentatif d'un procédé utilisant une membrane liquide [19].

### I.4.2.1. Choix des membranes liquides

La membrane est utilisée pour isoler ou extraire une substance ou un groupe de substances d'un mélange. Elle est le principal facteur influençant l'efficacité de l'extraction. Elle doit :

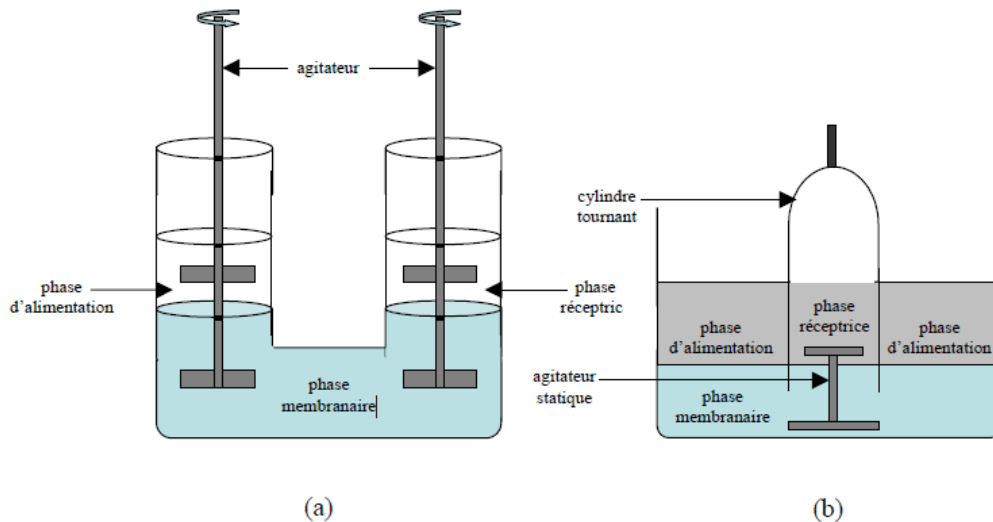
- Être insoluble (ou peu soluble) dans l'eau, afin d'éviter la perte de membrane dans la phase aqueuse.
- Avoir une bonne stabilité chimique (être chimiquement inerte et thermiquement stable).
- Avoir une viscosité plutôt faible, afin de ne pas limiter le transfert de matière.
- Avoir une faible tension interfaciale, afin d'assurer un bon contact entre les phases.
- Avoir une pression de vapeur saturante faible.
- N'être ni toxique, ni inflammable.
- Avoir une densité différente par rapport à celle de l'eau, afin que la phase aqueuse et la phase organique puissent se séparer par simple décantation [20].

### I.4.2.2. Types des membranes liquides

Cette technique d'extraction avec des membranes liquides est relativement récente. L'avantage des membranes liquides réside dans la possibilité d'utiliser des extractants-transporteurs spécifiques permettant une sélectivité importante même pour des espèces de même taille et de même charge. Trois catégories essentielles des membranes liquides sont à distinguer [1].

#### A. Les membranes liquides épaisses ou volumiques (MLV)

Ce type de membrane liquide est le plus utilisé à l'échelle du laboratoire car il est simple à mettre en œuvre. C'est un outil fondamental pour l'étude théorique du phénomène de transport. Le principe consiste à mettre en contact une solution organique avec deux solutions aqueuses. L'étude du transport se fait au moyen du dispositif pont de Schulmann (tube en U) (Figure I.4.a). Burgard et son équipe, ont modifié ce système en utilisant un cylindre tournant (Figure I.4.b). Dans ce type de système, le volume de la phase membranaire est important par rapport aux phases d'alimentation et réceptrice ce qui nécessite l'utilisation d'une quantité considérable de l'agent transporteur [1].



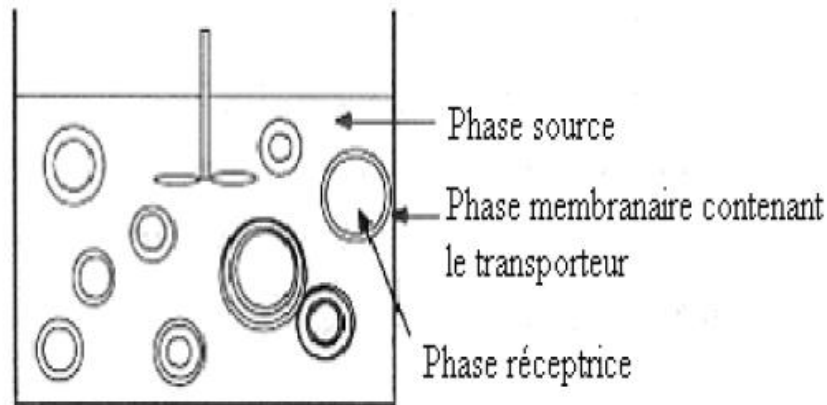
**Figure I.4 :** Exemple d'une membrane liquide épaisse.

a) pont de Schulmann (tube en U) ; b) cellule avec une cloche tournante [1].

## B. Les membranes liquides à émulsions (MLE)

Les membranes émulsion représentent une variante intéressante des membranes liquides. Elles offrent, grâce à une diminution de l'épaisseur de la membrane et une surface d'échange plus grande, des flux importants [21]. Les systèmes membranaires impliqués se composent comme pour les cas classiques de trois phases : une phase externe, une phase membranaire et une phase interne (Figure I.5).

La phase externe ou encore la phase source contient le solvant à extraire. La phase membranaire sépare physiquement la phase interne de la phase externe et contient un tensioactif pour maintenir la stabilité de l'émulsion. Dans la phase interne (la phase réceptrice), le soluté est converti en espèce qui ne peuvent plus diffuser en retour vers la phase externe. Pour se faire, le soluté diffuse de la phase externe vers la phase membranaire, pénètre dans cette dernière phase pour atteindre la phase interne où il est converti, par réaction, en une autre substance. Le transfert des constituants se fait de l'extérieur de l'émulsion vers l'intérieur [22].



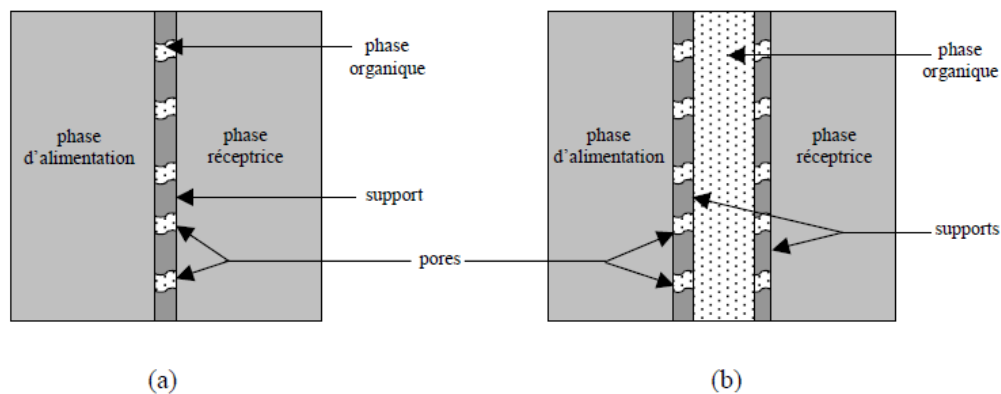
**Figure I. 5 : Membrane liquide à émulsion [22].**

- ✚ Les membranes liquides émulsionnées présentent plusieurs avantages tels que :
  - Vitesse de transport élevée à travers la couche organique (membrane).
  - Grande surface de contact.
  - Flux élevés (la diffusivité est grande dans les liquides que dans les polymères).
  - Possibilité d'une récupération totale.
  - Aptitude au traitement de différents éléments et composés dans un arrangement industriel à grandes vitesses et efficacités.
  - Pas de production de boue (technologie environnementale) [23].

### **C. Les membranes liquides supportées (MLS)**

Dans ce type de membrane, la phase organique est introduite dans différentes formes de support poreux. Le terme membrane liquide supportée définit les membranes solides poreuses dont les pores contiennent une phase organique (Figure I.6.a). Ce terme se réfère également aux membranes liquides soutenues des deux côtés par des supports solides poreux (Figure I.6.b). Afin de résister au liquide organique, le support doit être formé d'une matière inerte chimiquement stable [1].





**Figure I.6 :** Exemple de membranes liquides supportées [1].

- a) la phase organique introduite dans des pores d'un support solide.
- b) la phase organique comprise entre deux supports solides poreux.

✚ Les MLS présentent beaucoup d'avantage entre autres :

- une consommation faible du solvant organique et de l'extractant et la facile régénération de ce dernier.
- sélectivité élevée.
- une faible consommation d'énergie.
- traitement de solutions diluées [19].

### I.4.3. Membranes polymères à inclusion (MPI)

La perte et le passage de la phase organique adjacentes est la principale raison de l'instabilité des membranes liquides supportées, ainsi leur durée de vie limitée qui a sévèrement réduit les possibilités de leurs applications à l'échelle industrielle. Afin de remédier à cet inconvénient majeur, un intérêt particulier a été porté au développement des membranes polymères plastifiées (inclusion).

Une membrane polymère plastifiée est un système constitué essentiellement d'un transporteur piégé dans une matrice polymère plastifié à l'aide d'un plastifiant approprié. La phase membranaire est composée de [19] :

- Transporteur (extractant).
- Support.
- Plastifiant.

## A. Transporteur

Le transporteur ou agent d'extraction est la substance active complexant des métaux, responsable du transfert des ions métalliques de la phase organique.

C'est en général, un produit très visqueux ou même solide que l'on dissout dans un diluant comme le chloroforme ou le kérosène pour assurer un bon contact entre les deux phases [24]. Le transporteur doit être hydrophobe pour éviter sa migration vers les phases aqueuses [25], il peut être neutre ou chargé [26], acide ou basique [27] et doit donner des complexes très stables et des coefficients de distribution très élevés avec l'ion à transporter [28].

## B. Support

Le support joue un rôle important dans l'établissement de la résistance mécanique de la membranes. il est de type thermoplastique [19]. Le choix du support polymérique est lié à la nature des ions à transporter. En effet, le support doit être chimiquement inerte et parfaitement hydrophobe, de plus la dimension de ces pores doit être compatible avec les rayons atomiques de ces ions [29].

## C. Plastifiant

Le rôle du plastifiant est d'envelopper la membrane, de la rendre élastique et d'augmenter la durée de vie du polymère. il permet aussi d'empêcher la diffusion de la phase organique dans les phases aqueuses, autrement dit, de minimiser les pertes de masse de la membrane en transporteur afin de lui assurer une longue vie [30].

### I.4.3.1. Mécanisme de transport dans les MPP

Le transport à travers une MPP comme à travers les membranes liquides s'effectue en quatre étapes qui sont : la complexation du métal par le transporteur à la première interface, la diffusion du complexe métal-complexant à travers la membrane, la décomplexation du métal à la deuxième interface et en fin la rétrodiffusion du transporteur vers la première interface [23].

## I.5. Application des membranes

Le nombre d'applications des membranes liquides est très important et cela dans plusieurs domaines tels que [31] :

### I.5.1. En industrie chimique pour la séparation et la récupération des différents composés organiques ou minérales tels que

- Séparation et extraction des dérivés aromatiques.
- Récupération du phénol.
- Transport des peptides.

- Séparation du fructose à partir d'un mélange de sucre.
- Transport et extraction des sucres.
- Transport des colorants textiles à partir des huiles végétales.
- Séparation d'énantiomères d'acides aminés.
- Séparation du lignosulfonate (sous-produit issu de la production de pâte de bois).
- Dessalement de l'eau de mer.

### **I.5.2. Séparation des gaz**

- Séparation du biohydrogène à partir de mélange de gaz.
- Séparation du CO<sub>2</sub> et du méthane.
- En industrie pétrochimique pour la séparation d'un mélange propylène/propane.

### **I.5.3. Traitement des eaux**

Ces dernières années, les membranes liquides ont suscitées un intérêt dans le domaine de traitement des eaux polluées par les métaux lourds dans différents effluents industriels :

- L'industrie nucléaire pour la séparation et/ou la concentration d'éléments radioactifs.
- La récupération des traces d'éléments précieux.
- L'extraction des métaux toxiques à partir des eaux usées industrielles.

### **I.6. Avantages**

Les techniques membranaires peuvent fournir des avantages clairs et importants par rapport aux autres techniques d'extraction telle que l'extraction liquide-liquide (ELL) ou l'extraction en phase solide (EPS), en particulier ; la sélectivité, la puissance d'enrichissement et le potentiel d'automation [23].



## **CHAPITRE II**

### **Les contacteurs membranaires**

## Chapitre II

### Les contacteurs membranaires

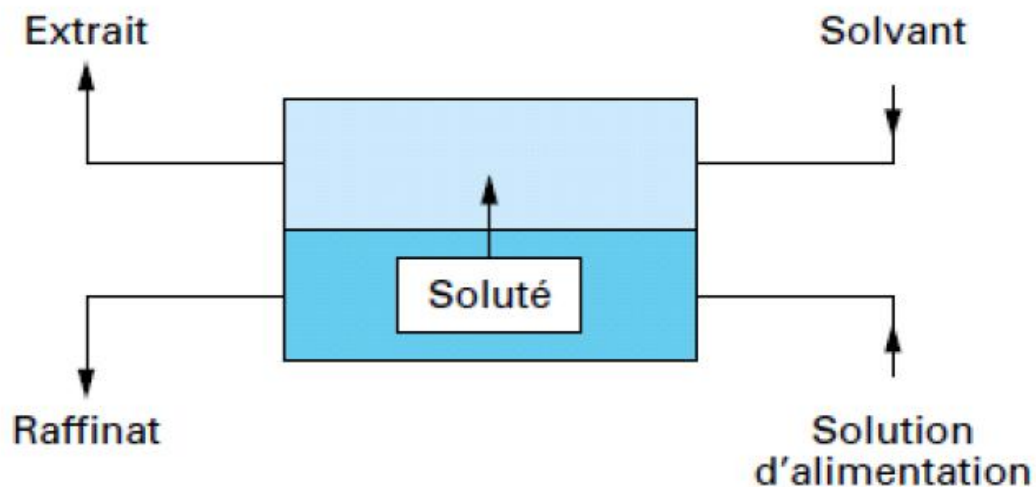
#### II.1. Extraction liquide-liquide

##### II.1.1. Définition

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 métallique 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 appelé solvant. C'est une méthode de choix qui permet de résoudre plusieurs problèmes de séparation et de purification des métaux grâce à son efficacité et sa sélectivité [19].

##### II.1.2. Principe

Généralement, on met en contact intime une solution d'alimentation, contenant les constituants à séparer ou solutés avec une seconde phase liquide appelée solvant qui extrait préférentiellement un ou plusieurs des solutés. Le solvant qui contient alors le ou les solutés est désigné sous le terme d'extrait, la solution d'alimentation ayant perdu la majeure partie de ces mêmes constituants est appelée raffinat.



**Figure II.1** : Schéma de Principe de l'extraction liquide-liquide [32].

## Chapitre II: Les contacteurs membranaires

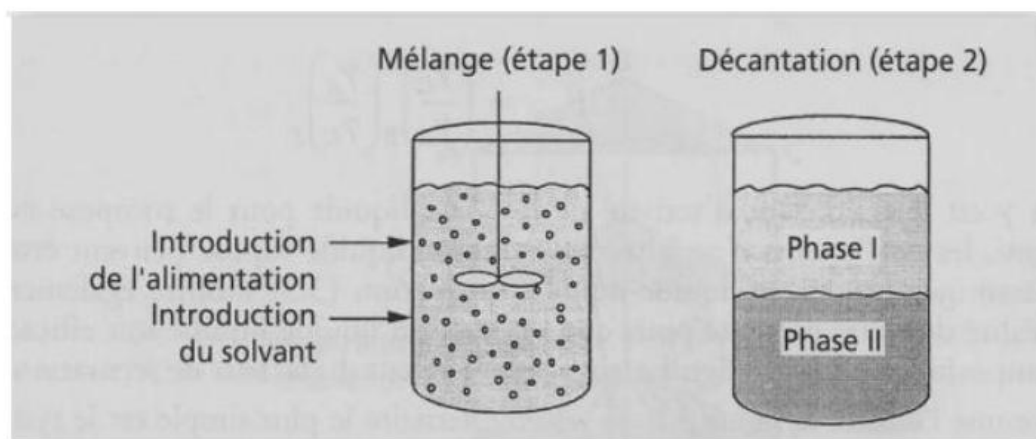
---

En pratique, l'utilisation d'un procédé d'extraction liquide-liquide requiert deux étapes successives :

- Etape 1 : une mise en contact intime des deux phases liquides durant un temps suffisant à l'obtention de l'équilibre ou d'un état proche de l'équilibre et pendant lequel le ou les solutés sont transférés de la phase d'alimentation dans le solvant.

À l'équilibre, le rapport des concentrations du soluté dans l'extrait et le raffinat, est appelé coefficient de distribution ou partage.

- Etape 2 : Après leur contact, une séparation ultérieure des deux liquides (extrait et raffinat) sous l'effet de la gravité naturelle auquel peut s'ajouter dans certains cas la mise en œuvre d'autres forces, force centrifuge, champ électrique, etc [32].



**Figure II.2 :** Etapes pour la détermination de l'équilibre liquide-liquide [32].

### II.1.3. Les paramètres d'extraction liquide-liquide

#### II.1.3.1. Le diluant

Souvent, l'extractant est un liquide assez visqueux ou un solide. Le diluant a pour but de solubiliser l'extractant et de rendre la phase organique peu visqueuse. Il s'agit du composant prépondérant de la phase organique.

En extraction liquide-liquide, la phase organique extractante est caractérisée, outre sa capacité d'extraction, par :

- une différence de masse volumique avec l'eau permettant d'avoir une décantation aisée après contact des deux phases.

## Chapitre II: Les contacteurs membranaires

---

- une viscosité faible permettant d'éviter des difficultés de pompage et de faciliter le contact des deux phases et leur séparation.
- une très faible solubilité dans l'eau.
- une tension interfaciale pas trop élevée avec la phase aqueuse pour favoriser la dispersion des phases et augmenter la surface de contact mais pas trop faible pour avoir une coalescence rapide lors de la décantation ; un compromis doit être effectué.
- un coût faible et une grande disponibilité.
- de faibles dangers.

Le diluant doit dissoudre les composants de la phase extractante. Cependant, il n'a pas forcément le devoir d'extraire seul le soluté mais il doit solubiliser le complexe formé entre le soluté et l'extractant [33].

- **Le choix du solvant**

Le solvant est choisi de telle façon à former avec la charge un mélange de deux phases non miscibles et il doit non seulement permettre la séparation des produits mais aussi être utilisable aisément dans les extracteurs et être facilement séparable des produits dissous et son emploi doit être aussi économique que possible.

Donc l'extraction n'est possible que si le mélange solvant-charge donne naissance à deux phases liquide non miscible, cette condition est satisfaite en choisissant la température et le rapport solvant/charge appropriés.

L'augmentation du rapport solvant/charge diminue le rendement du raffinat et améliore sa qualité, mais les pertes de solvant et la consommation de l'énergie pour la régénération augmente.

De ce fait, le solvant doit répondre à un certain nombre de spécifications :

- Facteur du solvant caractérisant la séparation (solubilité, sélectivité).
- Facteur du solvant important pour le fonctionnement des appareils (masse volumique, viscosité, température).
- Facteur économique du solvant (il ne doit pas être coûteux, toxique, corrosif, instable... etc.)

[32,34].

### II.1.3.2. Extractant

Il s'agit de l'agent d'extraction appelé aussi complexant. Les extractants sont généralement des composés organiques caractérisés par un poids moléculaire très élevé et une solubilité élevée

## Chapitre II: Les contacteurs membranaires

---

en phase organique et très faible dans l'eau. Ils sont responsables du transfert de masse entre les phases grâce à leur forte sélectivité vis-à-vis du soluté à extraire. Il existe sous forme de liquide visqueux comme le (D2EHPA) ou même solide comme le (HPBI). Le choix d'un extractant est une étape déterminante pour réaliser une extraction efficace [19].

### II.1.4. Applications de l'extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide a pour but de concentrer, de séparer, de purifier ou de répartir des substances. Elle est largement utilisée dans divers secteurs industriels et ses applications couvrent les champs des industries de chimie organique, nucléaire, pétrochimique, ...etc [35].

Le tableau II.1 donne une vue schématique des différentes applications dans les industries de cette technique.

**Tableau II.1** : Applications de l'extraction liquide-liquide [35].

Industrie	Applications
<b>Pétrochimique</b>	-Production d'aromatique -séparation des hydrocarbures aliphatiques et aromatique -Purification du pétrole raffinage des huiles de graissage
<b>Chimique</b>	-Synthèse de polymères fibres, pesticides, herbicides -Purification des solutions diluées.
<b>Pharmaceutique et Biotechnologique</b>	-Récupération des antibiotiques et vitamines -Purification des produits génétiques
<b>Métallurgique</b>	-Récupération et purification des métaux
<b>Nucléaire</b>	-Traitement des déchets, obtention des produits de haute pureté
<b>Environnementale</b>	-Traitement des eaux polluées pour la -Récupération et le recyclage des produits à haute valeur ajoutée.



---

## Chapitre II: Les contacteurs membranaires

---

### II.2. Les contacteurs membranaires

#### II.2.1. Définition

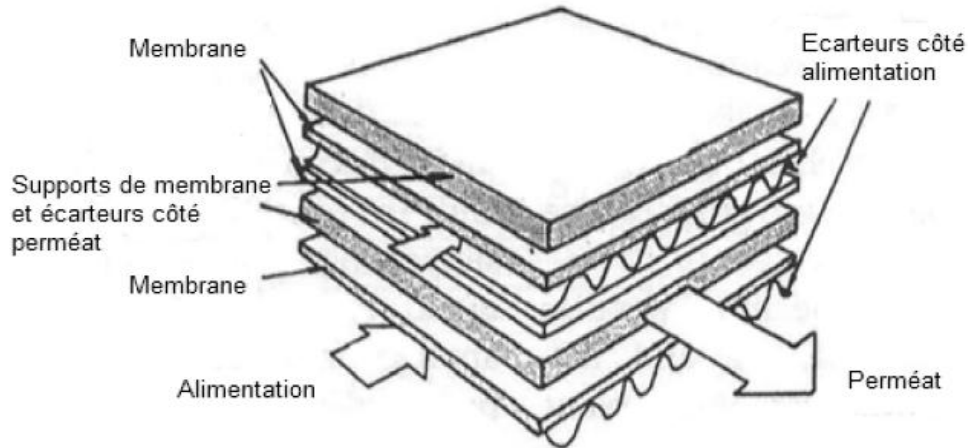
Le terme contacteur membranaire identifie un système membranaire employé pour mettre en contact deux phases. Contrairement à l'idée traditionnelle voulant que les membranes réalisent la séparation grâce à leur sélectivité, les contacteurs membranaires n'offrent pas de sélectivité pour une espèce particulière par rapport à une autre, mais agissent simplement comme barrière entre les phases impliquées, en permettant leur contact selon une aire interfaciale bien définie [36].

#### II.2.2. Géométrie des modules

La faisabilité d'un processus à base de membrane dépend en grande partie de sa conception géométrique puisque l'aire active du module dans la séparation est directement influencée par la configuration géométrique du contacteur membranaire. La réduction des coûts des contacteurs membranaires a conduit directement à leur commercialisation dans les années 1960 et 70. Les contacteurs membranaires en film plan et tubulaires sont les premiers modules utilisés dans la conception de contacteur employé dans la technologie de la simple perméation gazeuse. Les deux systèmes sont toujours disponibles jusqu'aujourd'hui, mais en raison de leur coût relativement élevé et leur faible efficacité, ils ont été supplantés principalement par des membranes en spirale enroulée et à fibres creuses. Selon leur géométrie, les contacteurs membranaires sont mis en œuvre dans les configurations suivantes [37].

##### II.2.2.1. Les modules plans

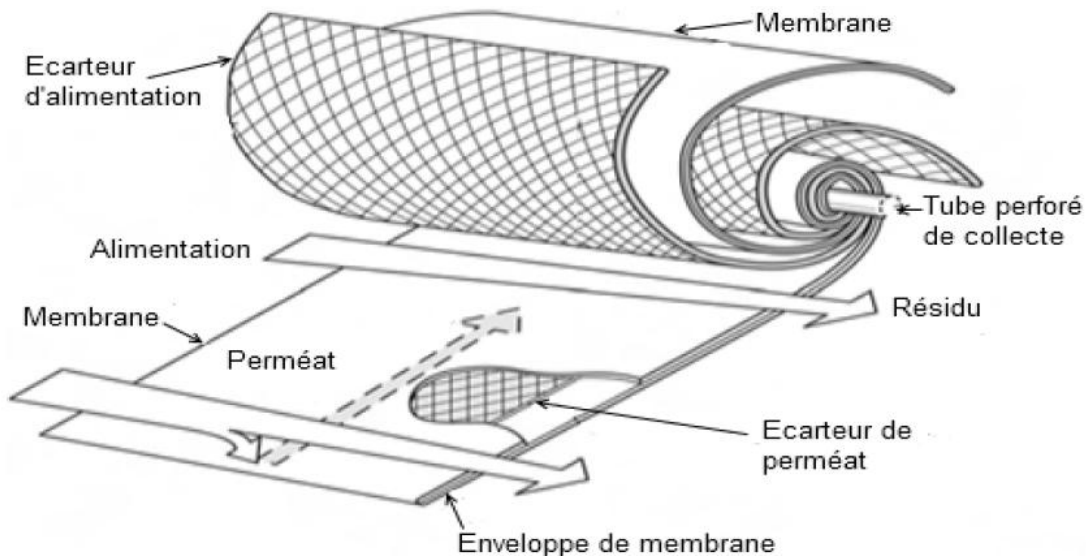
Les modules plans sont les plus anciens et les plus simples : les membranes sont empilées en mille-feuilles séparées par des cadres intermédiaires qui assurent la circulation des fluides [38].



**Figure II.3:** Les modules plans [38].

### II.2.2.2. Les modules spiraux

Au sein des modules spiraux, une membrane plane est enroulée sur elle-même autour d'un tube poreux qui recueille le filtrat. On obtient ainsi un cylindre multi-couches où le perméat s'écoule selon un chemin spiralé vers le tube poreux tandis que l'alimentation circule axialement dans les canaux [38].



**Figure II.4 :** Les modules bobinés en spirale [38].

## Chapitre II: Les contacteurs membranaires

### II.2.2.3. Les modules tubulaires

Les modules tubulaires (figure II.5) sont constitués par un faisceau de tubes de 4 à 25 mm de diamètre intérieur. Ils sont basés sur une technologie simple, facile d'utilisation et de nettoyage, mais ils sont grands consommateurs d'énergie pour une faible surface d'échange par unité de volume [37].

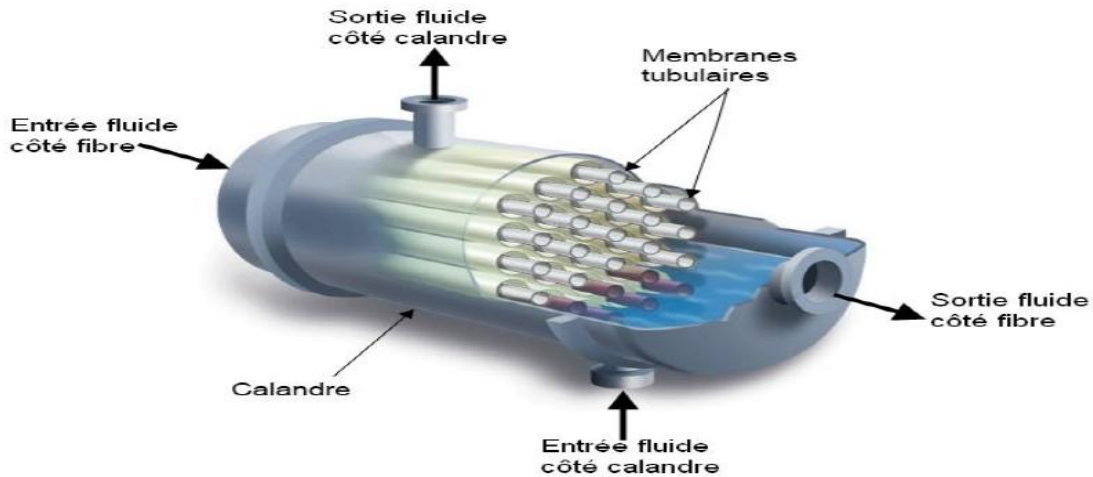


Figure II.5 : Les modules tubulaires [37].

### II.2.2.4. Les modules à fibres creuses

Les modules à fibres creuses (figure II.6) rassemblent en faisceau un ensemble de fibres creuses de diamètre externe inférieur à environ 1 millimètre. Cette configuration leur procure la plus forte densité d'écoulement possible [37].

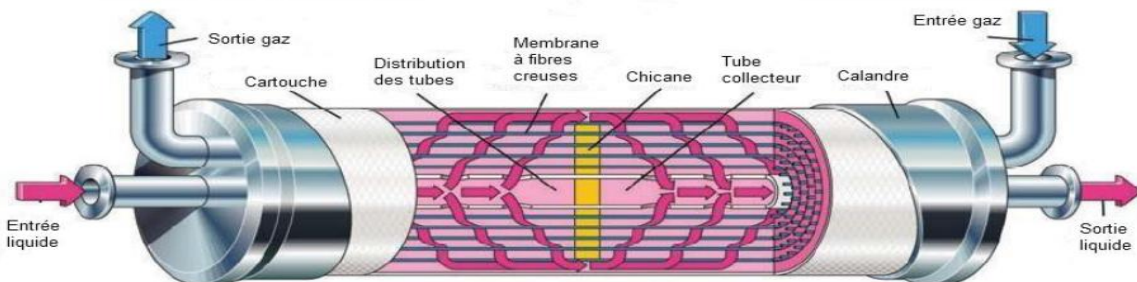


Figure II.6 : Contacteur gaz-liquide à fibres creuses Liqui-Cel® [37].

## Chapitre II: Les contacteurs membranaires

---

Le tableau II.2 compare d'une manière non exhaustive les quatre configurations possibles de contacteurs membranaires. Les aires interfaciales les plus élevées présentées par les contacteurs membranaires à fibres creuses s'avèrent être un atout majeur pour l'intensification des procédés.

En outre, les contacteurs à fibres creuses permettent une plus grande flexibilité dans la circulation des fluides : liquide à l'intérieur ou à l'extérieur des fibres et à co-courant ou contre-courant.

**Tableau II.2 :** Comparaison des caractéristiques liées à la géométrie des modules membranaires [37].

Configuration	Plane	Spirale enroulée	Tubulaire	Fibre creuse
Densité de remplissage	Faible	Modérée	Elevée	Très élevée
Résiste à l'encrassement	Bon	Modéré	Faible	Faible
Usage à des pressions élevées	Difficile	Bon	Bon	Bon
Application limitée aux membranes	Non	Non	Oui	Oui
Coût de fabrication	Élevé	Élevé	Modéré	Modéré
Aire interfaciale ( $m^2/m^3$ )	~ 100	~ 500	~ 1000	5 à 10 000

### II.2.3. La nature chimique du matériau

Bien que les membranes dans les contacteurs puissent être réalisées à partir de divers matériaux, dont ils sont à base de matériaux polymériques. Ce choix est motivé par les nombreux avantages que procurent ces polymères, à savoir leur disponibilité commerciale à des prix compétitifs et sous diverses géométries (film plan, spirale et fibre creuse), et structures variées (homogène, composite, poreuse et dense).

Les polymères, qui sont de loin les matériaux les plus polyvalents pour la préparation de membranes, peuvent être adaptés pour répondre aux exigences spécifiques telles que la stabilité mécanique, thermique, hydraulique, chimique et la biodégradabilité élevée. Cependant, leur propriétés chimiques et physiques diffèrent tellement que peu de membranes ont atteint un statut commercial et encore moins obtenu l'approbation réglementaire pour leur utilisation dans les industries alimentaires, pharmaceutiques etc [37].

### II.2.4. Propriétés hydrophobes et hydrophiles des membranes

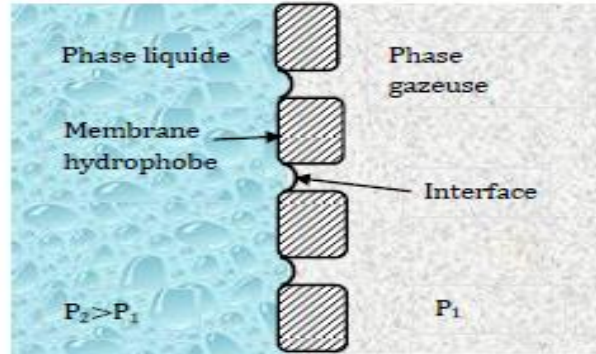
Généralement microporeuses et symétriques, les membranes peuvent être hydrophobes ou hydrophiles. Les deux phases étant séparées par la paroi membranaire, aucun mélange

## Chapitre II: Les contacteurs membranaires

---

niphénomène de dispersion ne se produisent entre elles, et les espèces sont transférées d'une phase à l'autre seulement par diffusion.

Dans le cas des matériaux hydrophobes, les pores de la membrane peuvent être remplis de gaz, car la phase aqueuse ne peut pas pénétrer dans les pores (figure II.7). Il est possible, ainsi, de définir l'aire de contact par rapport à l'embouchure des pores. Afin d'éviter le mélange des deux phases, un contrôle rigoureux des pressions dans les deux compartiments s'avère impératif. Tout d'abord, la pression de la phase aqueuse doit être égale ou supérieure à la pression de la phase de mouillage. Cela permet d'écarter toute éventualité de dispersion d'une phase vers l'autre. En outre, l'aire interfaciale ne peut être établie à l'embouchure des pores que si la pénétration de la phase aqueuse dans les pores de la membrane est évitée [36].

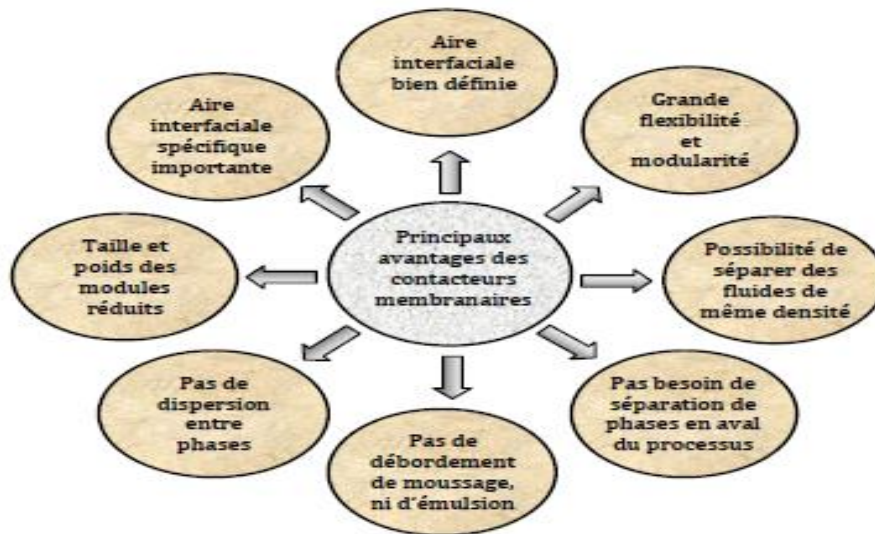


**Figure II.7:** Interface entre une phase gazeuse et liquide dans une membrane hydrophobe [36].

### II.3. Les avantages et inconvénients des contacteurs membranaires

#### II.3.1. Les avantages

Les contacteurs à base de membrane jouissent de plusieurs propriétés particulières qui les rendent plus attrayants par rapport aux procédés traditionnels, et les principaux avantages sont répertoriés dans la figure II.8 [37].



**Figure II.8 :** Principaux avantages des contacteurs membranaires [37].

### II.3.2. Les inconvénients

Malheureusement, ces systèmes présentent aussi certains inconvénients, dont les plus importants sont recensés dans la figure II.9 [37].



**Figure II.9:** Principaux inconvénients des contacteurs membranaires [37].



**CHAPITRE III**  
**Plans d'expérience**



### Chapitre III

#### Les Plans d'expériences

##### Introduction

Traditionnellement, un chercheur effectue des expériences de manière séquentielle en faisant varier les paramètres les uns après les autres. Cette méthode donne des résultats mais elle est coûteuse en temps et nécessite la réalisation d'un grand nombre d'expérience.

Pour résoudre ce problème, il faut adopter une démarche rigoureuse dans la réalisation des essais. La méthode des plans d'expériences se base sur le fait qu'une expérience convenablement organisée, conduira fréquemment à une analyse et à une interprétation statique relativement simple des résultats. La méthode des plans d'expérience vise à organiser de façon économique et rationnelle une expérience dépendant de plusieurs paramètres. Cette méthode permet d'assurer la qualité des résultats de l'expérience tout en apportant le maximum de renseignements pour un minimum d'expériences à réaliser [39].

Pour utiliser les plans d'expériences, nous devons aborder une méthodologie. Cette méthodologie s'articule selon les étapes suivantes :

- Formalisation du problème ;
- Planification ;
- Expérimentation ;
- Analyse des résultats ;
- Optimisation de la réponse ;

Rappelons l'objectif de ce travail qui est la recherche des liens qui existent entre une grandeur d'intérêt  $Y$  (ou réponse) et les variables  $X_i$  (ou facteur). Ce travail s'intéresse donc à une fonction du type de l'équation (III.1) et nous conduit directement aux plans d'expériences pour permettre d'organiser au mieux les expériences et les essais de caractérisation avec sûreté et précision.

$$Y=f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_k) \quad (\text{III.1})$$

Dans le but de répondre à des préoccupations liées à la recherche d'un modèle, différents groupes de plans sont mis en œuvre [40,41].



- ❖ Les objectifs de l'utilisation des plans d'expériences sont nombreux parmi lesquels on peut citer [42,43] :
  - ✓ **La connaissance du système étudié** : les plans d'expériences permettent d'identifier tout les effets moyens et les interactions moyennes entre les paramètres et ce en un minimum d'expériences. Ils minimisent l'effort expérimental pour un maximum d'exactitude.
  - ✓ **Le contrôle du système** : le choix du meilleur ensemble de paramètres permet d'optimiser la production. Les plans d'expériences permettent une recherche rationnelle de cet optimum avec une grande efficacité et un minimum de coût car seules les expériences indispensables sont réalisées.

### III.1. Principe

Le principe des plans d'expériences consiste à ne pas étudier tous les points expérimentaux possibles, mais seulement certains points choisis pour leur propriété d'orthogonalité. On fait varier simultanément les niveaux d'un ou plusieurs facteurs (qui sont les variables discrètes ou continues), à chaque essai [44]. Ce qui nous permet de diminuer fortement le nombre d'expériences à réaliser tout en augmentant le nombre de facteurs étudiés, en détectant les interactions entre ceux-ci et leurs optimums par rapport à une réponse et de modéliser facilement les résultats. Le point fort de l'utilisation des plans d'expériences est donc de minimiser le plus possible de nombre d'expériences à mener sans sacrifier la fiabilité des résultats.

L'idée essentielle qui doit mener à la démarche expérimentale de l'expérimentateur est de mettre en œuvre un plan d'expériences afin de répondre à une problématique bien précise, pour cela la méthodologie à suivre s'articule en trois étapes [45] :

- ✓ La formalisation du problème expérimental c'est-à-dire les étapes préliminaires qui posent la problématique ;
- ✓ Si l'analyse du problème conduit à choisir une stratégie de construction d'un plan d'expériences alors, l'expérimentateur a accès à deux familles de plans : les plans pour l'étude des facteurs et les plans pour la modélisation des surfaces de réponse ;
- ✓ Les analyses (statistiques, mathématiques et graphiques) et les résultats (interprétations, validations, conclusions).

### III.2. Avantages de la méthode des plans d'expériences

Les principaux avantages de cette méthode sont les suivant [42] :

- Diminution du nombre d'essais ;
- Possibilité d'étudier un grand nombre de facteurs ;

- Détection des interactions entre les facteurs ;
- Modélisation des réponses étudiées ;
- Précision optimale des résultats.

La méthode des plans d'expériences permet une interprétation rapide et sans équivoque en fournissant un modèle expérimental précis du système étudié [44], pour cela quelques termes utilisés sont définis comme suit :

- ❖ **La réponse** : grandeur physique étudiée ;
- ❖ **Les facteurs** : grandeurs physiques, sensées influencé sur les variations de la réponse [46].

On peut distinguer deux types de facteurs :

✓ **Les facteurs contrôlables** : ce sont des facteurs modifiables (réglables) par l'expérimentateur leurs valeurs varient de façon programmée d'un essai à l'autre ;

✓ **Les facteurs non contrôlables** : leurs niveaux varient de façon anarchique d'un essai à l'autre lors de l'expérimentation.

❖ **Domaine expérimental** : délimite la zone d'étude des facteurs qui peuvent éventuellement influencer le système.

❖ **Effet d'un facteur** : l'effet d'un facteur sur la réponse s'obtient en comparant les valeurs prises par réponse quand il passe du niveau minimal au niveau maximal [43,44, 47,48].

❖ **Interaction entre deux facteurs** : Il y a interaction entre deux facteurs si l'effet d'un facteur sur la réponse dépend du niveau de l'autre facteur ou inversement.

### III.3. Les Différents types de plans

Les plans d'expériences peuvent être classés en trois catégories. Les deux premières catégories de plans couvrent les facteurs indépendants. La troisième catégorie est réservée aux facteurs qui ne sont pas indépendants.

Par définition, les facteurs indépendants sont des facteurs dont on peut choisir les niveaux comme on le désire. Les facteurs dépendants sont des facteurs dont les niveaux sont liés entre eux par une relation [49].

- ✓ **Plans de criblage** :

Ces plans permettent de découvrir les facteurs les plus influents sur une réponse donnée. Parmi ces plans, on distingue les plans fractionnaires et les plans factoriels complets qui sont aussi utilisés dans la modélisation.

### ✓ Plans de modélisation :

Ils servent à obtenir une relation précise entre les variations des facteurs retenus et celle de la réponse. Les plans composites s'avèrent très pratiques pour maîtriser le nombre d'essais et une modélisation du second degré.

### ✓ Plans de mélanges :

Ce sont des plans particuliers adaptés aux facteurs dépendants. Ils sont surtout utilisés pour étudier l'influence des proportions des constituants d'un produit sur une réponse donnée.

## III.4. Présentation des plans d'expériences

### III.4.1. Variables naturelles (réelles) ou facteurs

Ces facteurs étudiés sont notés  $Z_j$  ( $j = 1$  à  $k$ ,  $k$  le nombre de facteurs). Lorsque la variable naturelle  $Z_j$  prend deux niveaux dans une expérimentation, on convient de désigner par  $Z_j$  (min) son niveau inférieur et par  $Z_j$  (max) son niveau supérieur [50].

### III.4.2. Variables codées

Le traitement des données, issues des plans d'expériences, exige l'utilisation de variables centrées, réduites et sans dimension, désignées par « variables codées », à la place des « Variables réelles ». Pour cela, on associe à chaque variable réelle  $Z_j$  une variable codée  $x_i$ , qui prend le niveau  $(-1)$  pour le niveau  $Z_j$  (min) et le niveau  $(+1)$  pour le niveau  $Z_j$  (max) comme indique sur la figure (III.1) [50].

### III.4.3. Formules de codage

L'établissement du modèle exprimant la réponse en fonction des paramètres opératoires, nécessite la transformation de ces derniers en variables codées ou variables centrées réduites.

La formule permettant le passage des variables réelles aux variables codées est [51] :

$$X_j = \frac{Z_j - Z_j^\circ}{\Delta Z_j} \quad j = 1, 2 \dots k \quad (\text{III.2})$$

Où :

$$Z_j^\circ = \frac{Z_{j\max} + Z_{j\min}}{2} \quad (\text{III.3}) \quad \text{Et} \quad \Delta Z_j = \frac{Z_{j\max} - Z_{j\min}}{2} \quad (\text{III.4})$$

Avec :

$X_1, X_2, \dots, X_k$  : Variables centrées réduites ou variables codées.

$Z_1, Z_2, \dots, Z_k$  : Facteurs contrôlables (variables réelles).

$Z_1^\circ, Z_2^\circ, \dots, Z_k^\circ$  : Variables réelles correspondantes au centre du plan ou parfois niveau fondamental.

$\Delta Z_j$  : Unité ou intervalle de variation suivant l'axe des  $Z_j$ .

$Z_{\min}$  : Valeur minimale de la variable réelle.

$Z_{\max}$  : Valeur maximale de la variable réelle.

K : le nombre de facteurs indépendants.

Il est important de bien préciser ce que nous entendons par « variables centrées réduites » car nous donnons ici, à cette expression, un sens différent de celui qui est habituellement retenu en statistiques, où une « variable centrée réduite » est une variable de moyenne nulle et de variance unité [52].

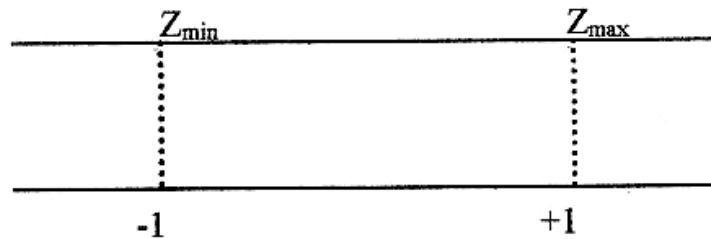


Figure III.1: Variables centrées réduites [50].

### III.5. Modélisation par les plans d'expériences :

La modélisation est l'objet même des plans d'expériences. Elle permet une fois que les facteurs influents sont identifiés, de trouver l'équation ou la fonction qui décrit au mieux les variations du phénomène étudié en fonction de ces facteurs [43,44].

Toute réponse expérimentale peut être écrite sous la forme suivante :

$$Y = f(Z_1, Z_2, \dots, Z_k) + \varepsilon \quad (\text{III.5})$$

↓                      ↓                      ↓

Réponse                      Facteurs                      Erreur

Expérimentale                      contrôlés                      expérimentale

Où  $f$  est une fonction inconnue (modèle théorique) des facteurs influents contrôlé ( $Z_1, Z_2, \dots, Z_k$ ).

Lorsqu'on utilise les méthodes statistiques, le modèle mathématique se présente sous forme d'un polynôme. Du fait que dans le processus réel, il existe toujours des variables qui ne peuvent être commandées ni contrôlées, la variation de la grandeur  $Y$  présente un caractère aléatoire. On obtient donc, en traitant les données expérimentales des coefficients  $b_0, b_j, b_{jj}$ , dit coefficients de régression, qui constituent des évaluations des coefficients théoriques.

L'équation de régression obtenue sur la base de l'expérience s'écrit sous la forme suivante [43] :

$$\hat{y} = b_0 + \sum_{j=1}^k b_j x_j + \sum_{\substack{u,j=1 \\ u \neq j}}^k b_{uj} x_u x_j + \sum_{j=1}^k b_{jj} x_j^2 \quad (\text{III.6})$$

Où :

$x_j$  : sont les coordonnées des facteurs  $Z_j$  exprimées en variables centrées réduites ;

$\hat{y}$  : la valeur prédite par le modèle.

### III.5.1. Matrice d'expériences

Il est maintenant possible d'introduire la matrice des expériences qui traduit les niveaux à assigner à chaque facteur pour chacun des essais.

### III.5.2. Construction de plans d'expériences

#### III.5.2.1. Plans factoriels complets à deux niveaux

Ces plans sont les plus utilisés, ils permettent d'étudier  $k$  facteurs à raison de 2 niveaux par facteur. Ils sont formés des  $2^k$  combinaisons possibles des niveaux minimum  $Z_{\min}$  et niveau maximum  $Z_{\max}$  des  $k$  facteurs [53].

Pour un plan factoriel complet à  $k$  facteurs, il va donc falloir mener  $2k$  expériences. Le principe consiste alors à répartir, de façon optimale, les essais dans le domaine expérimental. Ce sont des plans qui se basent généralement sur des modèles mathématiques linéaires de premier degré par rapport à chaque facteur [50].

L'hypothèse de base est d'assigner à chaque facteur sa valeur codée. Il est donc plus facile, à partir de cette hypothèse, de passer par une matrice d'expérience permettant de planifier les différents essais à réaliser [54].

#### III.5.2.1.1. Avantages et inconvénients des plans factoriels complets

##### ➤ Les avantages

Les avantages des plans factoriels complets sont nombreux et nous n'en citerons que les principaux :

- Les plans factoriels sont faciles à construire.
- Chaque facteur ne prend que deux niveaux.
- Les essais sont faciles à contrôler et les risques d'erreurs sont minimisés.
- Le calcul des effets et des interactions est très simple et ne demande pas d'outils informatiques évolués.

- En les employant, l'expérimentateur est sûr d'avoir la procédure expérimentale optimale puisque ces plans sont basés sur des matrices d'Hadamard et qu'il a été démontré que l'on ne pouvait pas faire mieux.
- L'interprétation des résultats est à la portée de tout expérimentateur et ne demande pas de connaissances approfondies en statistiques. La modélisation mathématique est immédiate.
- Les résultats obtenus avec un premier plan peuvent être utilisés en partie ou en totalité soit, pour explorer une autre zone du domaine expérimental soit, pour établir un modèle mathématique de degré plus élevé.

### ➤ **Les inconvénients**

Le seul inconvénient de ces plans est qu'ils obligent rapidement à faire beaucoup d'essais.

Par exemple, pour étudier simplement six facteurs il faut réaliser 64 expériences. Ce qui est prohibitif. Cela est d'autant plus regrettable que l'on s'aperçoit souvent, au moment de l'interprétation, que beaucoup d'essais ont été réalisés pour rien. En effet, de nombreuses interactions sont nulles et certains facteurs sont sans influence. C'est pour pallier cet inconvénient que les plans factoriels fractionnaires ont été développés [50].

### **III.5.2.2. Plans factoriels fractionnaires**

Les plans fractionnaires sont très utiles et mettent en évidence l'intérêt primordial de la méthode des plans d'expériences, qui permettent de diminuer considérablement le nombre d'expérience nécessaires à la construction d'un modèle [44]. Ces plans utilisent les matrices des effets des plans complets. Leurs matrices des effets ont donc également toutes les qualités des matrices d'Hadamard.

On parlera de plan  $2^{k-1}$  (p entier) pour indiquer un plan fractionnaire issu du plan complet  $2^k$  avec k facteurs à 2 niveaux.

Néanmoins les plans fractionnaires nécessitent une phase de conception plus longue car l'interprétation qui résultera des résultats dépend essentiellement du choix de p. Plus le nombre p augmente, plus la charge expérimentale va diminuer mais au détriment d'un risque de plus en plus grand sur la qualité des informations tirées du plan. Il faudra donc évaluer les risques avant de démarrer l'expérimentation et les minimiser en construisant le plan fractionnaire adéquat. C'est le pari du plan fractionnaire [39].

### **III.5.3. Calcul des coefficients du modèle**

#### **III.5.3.1. Analyse statistique**

#### ➤ **Test de signification des coefficients (test de STUDENT)**

## Chapitre III : Les plans d'expériences

---

La signification des coefficients de l'équation de régression se fait par le test de Student.

### 1. Dans le cas où chaque essai est répété m fois

On détermine la moyenne des résultats des essais :

$$\bar{y} = \frac{\sum_{u=1}^m y_{iu}}{m} \quad i=1, 2, \dots, N \quad (\text{III.7})$$

Puis les variances de sondage :

$$S_i^2 = \frac{\sum_{u=1}^m (y_{iu} - \bar{y}_i)^2}{m-1} \quad i=1, 2, \dots, N \quad (\text{III.8})$$

Avec :

m : le nombre de répétitions pour chaque essai.

N : le nombre d'expériences.

Si les variances de sondage sont homogènes, on calcule alors la variance de reproductibilité :

$$S_{\text{rep}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N S_i^2}{N} \quad (\text{III.9})$$

Pour  $f=N(m-1)$  degrés de liberté.

### 2. Dans le cas où l'essai au centre est répété $n_0$ fois

Dans ce cas, la variance des mesures (ou de reproductibilité) est estimée par celle calculée au centre du domaine expérimental :

$$S_{\text{rep}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} (y_i - \bar{y}_0)^2}{n_0 - 1} \quad (\text{III.10})$$

Avec  $f = n_0 - 1$  degré de liberté et  $\bar{y}_0$  étant la moyenne sur les mesures au centre :

$$\bar{y}_0 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} y_i}{n_0} \quad (\text{III.11})$$

Dans les deux cas, la variance de reproductibilité est indispensable pour estimer la signification des coefficients de l'équation de régression par le test de Student :

$$t_j = \frac{a_j}{S_{b_j}} \quad (\text{III.12})$$

Où :

$t_j$  suit une loi normale.

$a_j$  : est le  $j^{\text{ième}}$  coefficient de l'équation de régression

$S_{b_j}$  : son écart quadratique moyen donné par :

$$S_{b_j}^2 = \frac{S_{\text{rep}}^2}{N} \quad (\text{III.13})$$

Si la valeur  $t_j$  de Student est plus grande que la valeur tabulée  $t_{\alpha}(f)$  pour le niveau de signification  $\alpha$  choisie, et le nombre de degrés de liberté  $f$ , alors le coefficient  $a_j$  est

significativement différent de zéro. Les coefficients non significatifs sont exclus de l'équation du modèle [55].

### III.5.4. Validation du modèle (test de FISHER)

#### a- Recherche de biais

La variance résiduelle estimée par :

$$S_{\text{rés}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2}{N-l} \quad (\text{III.14})$$

Avec :

$N-l$  : nombre de degrés de liberté

$l$  : est le nombre de coefficients significatifs de l'équation de régression

$\hat{y}_i$  : résultat calculé à partir du modèle.

$y_i$  : résultat expérimentaux est comparée à la variance de reproductibilité.

Le modèle est considéré sans biais si l'inégalité suivante est vérifiée :

$$F = \frac{S_{\text{rés}}^2}{S_{\text{rep}}^2} < F(0.95, N-l, m-1) \quad (\text{III.15})$$

#### b- Validation de l'équation de régression

Le test de validité de l'équation de régression est basé sur la statistique de Fisher.

$$F = \frac{\sum_{i=1}^N \frac{(\hat{y}_i - \bar{y})^2}{(l-1)}}{\sum_{i=1}^N \frac{(y_i - \hat{y}_i)^2}{(N-l)}} \quad (\text{III.16})$$

Où  $\bar{y}$  est la grandeur moyenne sur toutes les mesures:

$$\bar{y} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \bar{y}_i \quad (\text{III.17})$$

$\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2$  : C'est le somme des carrés des écarts résiduels.

$\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2$  : C'est la somme des carrés dus à la régression.

La somme des écarts résiduels et des carrés dus à la régression donne la somme des carrés des écarts totaux.

$$\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2 = \sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2 + \sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2 \quad (\text{III.18})$$

$\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2$  : La somme des carrés des écarts totaux.

Si le rapport de l'équation (III.16) est supérieure à la valeur tabulée  $F\alpha (f_1, f_2)$  pour le niveau de signification choisi  $\alpha$  et les nombres de degrés de liberté  $f_1=l-1$  et  $f_2=N-l$ , l'équation est adéquate. Le test de Fisher indique de combien est réduit la variance relative à l'équation obtenue en comparaison avec la variance relative à la moyenne. Plus la valeur de  $F$  excède celle de  $F\alpha (f_1, f_2)$ , plus l'équation de régression est efficiente [54].



### III.5.5. Coefficient de détermination (coefficient de corrélation multiple)

Le coefficient de corrélation  $R^2$  ou le coefficient de détermination est le rapport entre la variation due à la régression et à la variation totale. il se calcule comme suit [55] :

$$R^2 = \frac{\text{variation due à la régression}}{\text{variation totale}} \quad (\text{III.19})$$

Ou d'une façon plus explicite :

$$R^2 = \frac{\sum_i^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_i^N (y_i - \bar{y})^2} \quad (\text{III.20})$$

Plus la valeur de coefficient de détermination s'approche de 1 plus notre modèle est représentatif (meilleur).

Lorsque l'échantillon est d'étendue assez faible, il est nécessaire d'apporter une correction pour l'erreur systématique. L'estimation de la force de la liaison par le coefficient de corrélation multiple est d'autant plus exagérée que le nombre de degrés de liberté de l'échantillon  $f = N-1$ . La formule de correction est :

$$\bar{R}^2 = 1 - (1 - R^2) \frac{N-1}{N-l} \quad (\text{III.21})$$

Où  $\bar{R}^2$  est la valeur corrigée du coefficient de régression multiple.

### III.5.6. Validation expérimentale par des points au centre du domaine

On contrôle la validité et stabilité des plans factoriels en ajoutant des points d'expériences situés au centre du domaine. Ces points sont importants et ils ont plusieurs rôles parmi lesquels on peut citer [47,40] :

- Ils servent à vérifier l'hypothèse de linéarité ;
- Ils permettent d'obtenir une estimation de l'erreur expérimentale ;
- Ils diminuent l'erreur de prédiction près du point du centre.

### III.5.7. Analyse des résidus

Un résidu est la différence entre la réponse mesurée et la réponse calculée. L'analyse des résidus consiste à porter ces derniers en fonction des réponses prédites ou en fonction d'autres grandeurs. On peut ainsi détecter s'il existe une relation entre les résidus et la grandeur portée en abscisse. On doit arriver à des diagrammes ne laissant apparaître aucune relation ou tendance entre les grandeurs étudiées [56].

### III.6. Plans composites centrés

Le plan composite se prête bien au déroulement séquentiel d'une étude, la première séquence étant la réalisation d'un plan factoriel  $2^k$  (ou fractionnaire  $2^{k-s}$ ). Si la validité du modèle du 1er ordre n'est pas retenue, c'est-à-dire, la réponse mesurée statistiquement est différente de celle calculée au même point et s'il semble que le centre de l'expérience soit proche de l'optimum, on ajoutera d'autres essais pour établir un modèle du 2<sup>ème</sup> degré. Les nouvelles combinaisons des traitements sont représentées par les points d'expériences à une distance  $\alpha$  du centre du domaine expérimental et appartiennent aux axes du plan factoriel, dits points en étoile et par  $N_0$  répétitions au centre du domaine conduisant à  $N$  essais égal à la somme :

- des essais du plan factoriel (ou fractionnaire), notés  $N_f$  ;
- des essais du plan en étoile, notés  $N_\alpha$  ;
- des essais au centre, notés  $N_0$  ;

Soit :

$$N = N_f + N_0 + N_\alpha \quad (\text{III.22})$$

❖ Les plans composites centrés présentent de nombreux avantages :

- Ils sont très économiques : le nombre total d'essais est réduit ;
- chaque facteur est étudié sur 5 niveaux ;
- ils permettent une modélisation séquentielle : si après avoir réalisé un plan factoriel à 2 niveaux et des points au centre, l'expérimentateur veut améliorer son modèle en ajoutant des termes carrés, il lui suffit de compléter les essais déjà réalisés par les points en étoile [49].

#### III.6.1. Propriétés des plans composites

##### a- Modèle mathématique postulé

Le modèle mathématique construit à l'aide des plans composites est un polynôme du [second degré avec interactions. On ne conserve, en général, que les interactions d'ordre deux [52].

Ainsi pour deux facteurs ( $k = 2$ ), l'équation de régression s'écrit :

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{12}x_1x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + \varepsilon \quad (\text{III.23})$$

##### b- Critères d'optimalité

###### ✓ Plan iso variant par rotation

Cette propriété consiste à avoir une même précision dans l'estimation de la variable dépendante  $y$  à l'aide de l'équation de surface de réponse, en tous les points situés à une même distance de l'origine, quel que soit la direction. Cela s'obtient pour :

$$\alpha = N_f^{1/4} \quad (\text{III.24})$$

## Chapitre III : Les plans d'expériences

---

### ✓ Plan presque orthogonal

Le critère de presque orthogonal est respecté si l'on choisit le nombre total de point au centre  $N_0$  pour satisfaire la relation :

$$\alpha = \left( \frac{Nf(\sqrt{N} - \sqrt{Nf})^2}{4} \right)^{1/4} \quad \text{Avec } N_0 \geq 1 \quad (\text{III.25})$$

### ✓ Plan précision uniforme

Elle est obtenue quand la variance de la réponse prédite est constante à l'intérieur du domaine. Son intérêt est d'assurer une même précision de réponse prédite sur tout le domaine.

Sur la base de ces critères d'optimalités, l'expérimentateur peut déterminer le nombre  $N_0$  de points au centre et les valeurs du paramètre  $\alpha$  qui sont fonction du nombre de facteur  $k$  et du plan factoriel choisi [57].

**Tableau III.4** : Valeurs de  $\alpha$  et  $N_0$  selon la propriété recherchée pour le plan composite centré [43].

Nombre de facteurs k		2	3	4	5	5	6	6
					(2 <sup>5</sup> )	(2 <sup>5-1</sup> )	(2 <sup>6</sup> )	(2 <sup>6-1</sup> )
N <sub>0</sub>	Iso variance par rotation	≥1	≥1	≥1	≥1	≥1	≥1	≥1
	Précision uniforme	5	5	5	5	5	5	5
	Quasi-orthogonalité	8	8	8	8	8	8	8
	$\alpha$	1.410	1.680	2.000	2.380	2.000	2.380	2.380
N	Orthogonalité	16	16	16	16	16	16	16
	Précision uniforme	13	13	13	13	13	13	13

Dans ce type de plan, le point au centre est répété un certain nombre de fois, dans le but notamment de disposer d'une estimation de la variation de reproductibilité [43].



**CHAPITRE IV**  
**Matériels et méthodes**

## CHAPITRE IV

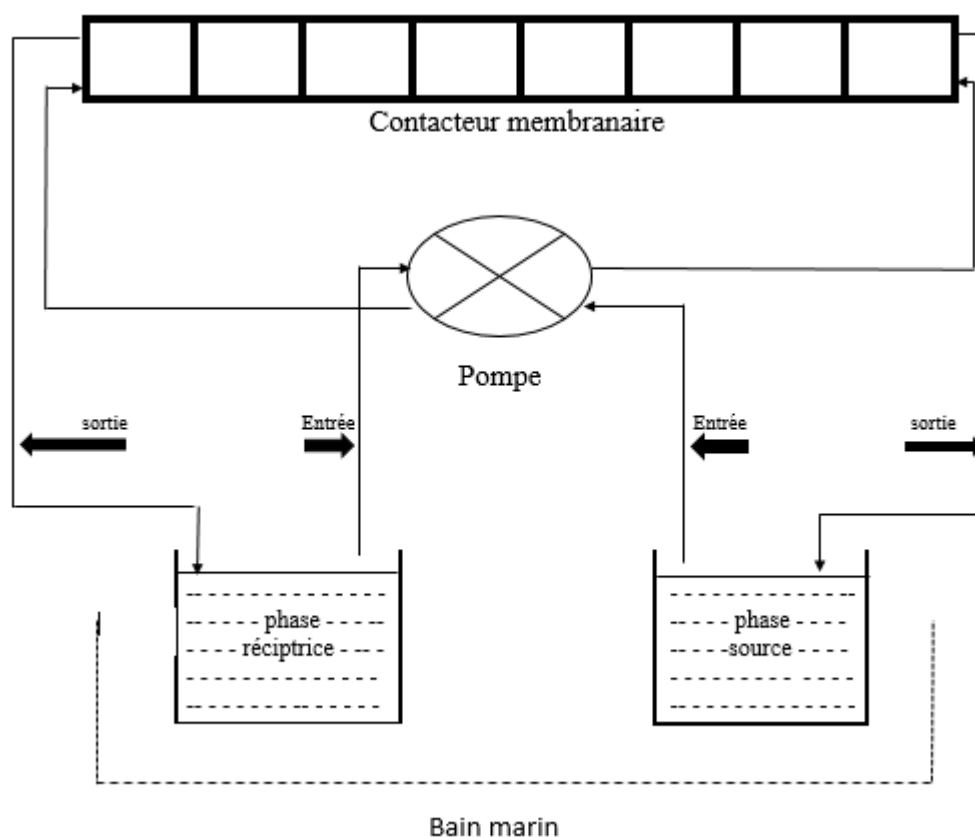
### Matériels et méthodes

Dans ce chapitre nous présentons le matériel et les produits chimiques utilisés dans cette étude. Nous décrirons également les techniques expérimentales utilisées, le mode de préparation des membranes, le protocole des expériences de transport et les méthodes d'analyse et de caractérisation utilisées.

#### IV.1.Appareillage et réactifs

##### IV.1.1.Description du montage d'extraction

En nous inspirant des systèmes trouvés dans la littérature, nous avons réalisé au laboratoire le montage décrit sur la figure IV.1. Il est constitué des parties suivantes :



**Figure IV.1 :** Schéma d'un contacteur membranaire à extraction liquide-liquide à plusieurs plaques monter en série

### IV.1.2.Réactifs utilisés

#### IV.1.2.1.Membrane polymère à inclusion

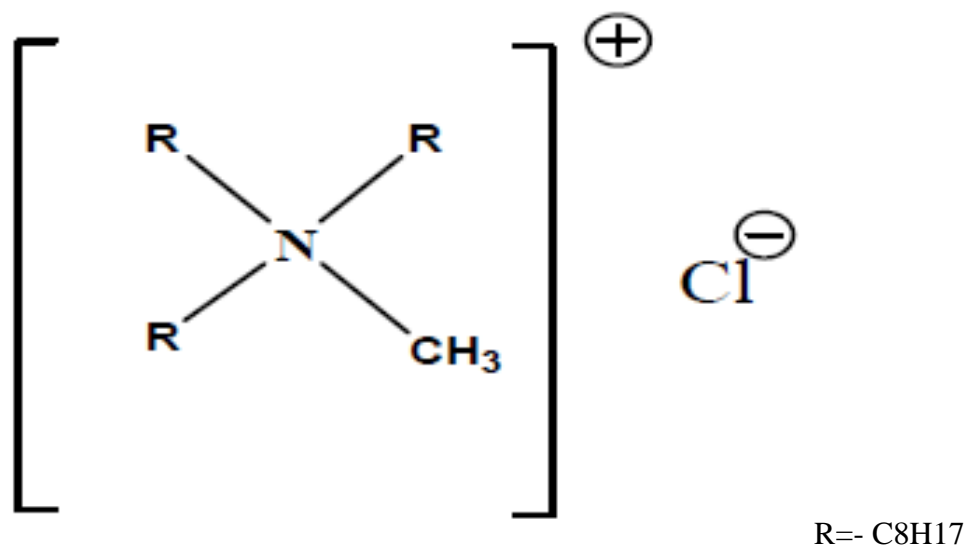
Les membranes utilisées dans ce travail ont été élaborées au laboratoire, elles sont constituées des composés suivants :

##### A. Transporteur

Comme extractant nous avons utilisé le chlorure de méthyltrioctylammonium commercialisé sous le nom Aliquat336, c'est un liquide jaunâtre visqueux incolore de:

- Masse moléculaire de 404.16 g /mol.
- Densité de 0.884.
- Point d'ébullition de 225°C.

Aliquat336 est insoluble dans l'eau mais soluble dans les solvants organiques. Il est composé d'un cation organique associé à un chlorure comme montre la figure IV.2 [58].



**Figure. IV.2. :** le N-méthyle-N, N-dioctyloctane-1-chlorure d'ammonium [58].

##### B.Support :

Le Chlorure de Polyvinyle, connu sous le sigle PVC, est un polymère thermoplastique de grande consommation, amorphe ou faiblement cristallin, principal représentant de la famille chloropolymères. Sa structure chimique est représentée sur la figure IV.3 [2]. Le PVC est de :

**Formule :**  $(C_2H_3Cl)_n$

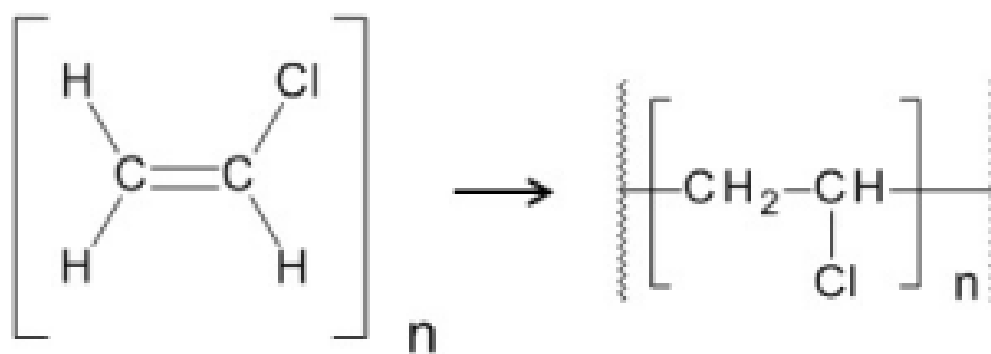
**Masse volumique :**  $1,38 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$

**Indice de réfraction :** 1,52–1,55

**T° fusion :**  $>180 \text{ }^\circ\text{C}$  (décomposition)

**Formule brute :**  $(\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl})_n$ ;  $n = 700$  à  $1\,500$ .

**Limites d'explosivité dans l'air :** inférieure:  $60 \text{ g}\cdot\text{m}^{-3}$



**Figure. IV.3 :** Formule chimique de chlorure de polyvinyle [2].

### C. Plastifiant :

Le plastifiant qu'on a utilisé est le même que le transporteur (le chlorure de méthyltrioctylammonium 'Aliquat336'). L'Aliquat336 joue deux rôles en même temps dans ce travail.

## IV.2. Préparation des membranes

### IV.2.1. Les membranes

Les membranes dont le support polymérique est le Chlorure de polyvinyle (PVC) sont préparées suivant une procédure rapportée de Sugiura, décrit par White et coll. [59, 60] :

- Dissoudre une masse de PVC dans un volume de tétrahydrofurane (THF) (200mg dans 20ml) et laisser bien mélanger sous agitation jusqu'à la dissolution totale du PVC.
- Après la dissolution totale, on ajoute sous agitation une quantité donnée de Aliquat336 qui joue les deux rôles de transporteur et de plastifiant en même temps;
- Après un temps d'agitation supplémentaire de 1 heures, la solution ainsi obtenue est versée dans une boîte de pétri en verre de 9 cm de diamètre couverte légèrement avec un papier filtre et déposée sur une surface parfaitement horizontale pour avoir la même épaisseur sur toute la surface de la membrane ;

- la solution est laissée pour une évaporation lente du solvant pendant 24 heures, et la membrane obtenue est enlevée délicatement du pétri, en utilisant un cutter et une pince à membranes.
- La membrane ainsi obtenue est découpée sous forme d'un cercle, puis placée dans les contacteurs planes qui sépare les deux compartiments (source et réceptrice).
- Avant utilisation, les épaisseurs des membranes ont été mesurées avec un micromètre de marque Filetta (0-25 mm, de précision 0.001mm) Les membranes élaborées dans ce travail ont des épaisseurs de (0.04 mm à 0.12 mm).l'épaisseur de la membrane est directement proportionnelle à la quantité du transporteur utilisé.

### IV.3.Procédure expérimentale

La solution d'alimentation (source) est une solution contenant  $K_2Cr_2O_7$  à des concentrations bien définies et la solution réceptrice est une solution aqueuse de NaOH/ NaCl (1M). Les expériences de transport ont été accomplies à la température ambiante (23-25°C).

Les membranes sont placées comme sandwich entre deux chambres des contacteurs membranaires.

Les expériences d'extraction liquide - liquide avec membranes plans sont réalisées en faisant circuler les deux phases aqueuses à contre-courant. La circulation des deux phases est régulée par une pompe.

Pour maintenir l'interface entre les deux phases aqueuses stable on a travaillé sous pression atmosphérique (0 bar) et un débit constant de 0.30 ml/s.

Avant de lancer l'expérience, on place une électrode de pH-mètres dans la phase source afin de mesurer le pH, puis on a introduit les deux phases aqueuse (source et réceptrice) dans le bain marin à une température constante, les deux phases ayant un volume de 250 ml respectivement.

Dès la sortie de la phase source on fait le premier prélèvement à  $t=0$  puis on fait des prélèvements à différentes intervalles de temps jusqu'à 6h d'extraction.

Ces échantillons prélevés sont complexés par diphénylcarbazine puis analysés par un spectrophotomètre UV-Visible à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorbance du complexe ( $\lambda_{max} = 542$  nm), Il est à noter que la 1,5- diphenylcarbazine (DPC) est largement utilisée comme agent de dosage spectrophotométrique pour le chrome (VI) vu sa grande sensibilité et sa sélectivité.



Le passage de l'absorbance à la concentration de la solution analysée est réalisé à l'aide de la courbe d'étalonnage construite à partir d'étalons de concentration fixée dans le domaine d'application de la loi de Beer –Lambert [61,62].

### IV.4. Techniques d'analyse des échantillons et de caractérisation des membranes

#### IV.4.1. La spectrophotométrie infrarouge (IR)

C'est une méthode d'analyse qualitative, non destructive et l'une des méthodes d'absorption les plus efficaces (et une des plus répandues) pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles et permettant d'identifier les groupements caractéristiques d'une substance donnée.

La spectrométrie infrarouge est la mesure de la longueur d'onde et de l'intensité de la lumière infrarouge moyenne pour un échantillon, car dans ce domaine spectral. L'absorption de la lumière par la matière a pour origine l'interaction entre les radiations de la source lumineuse et les liaisons chimiques.

Le domaine infrarouge se subdivise en trois régions :

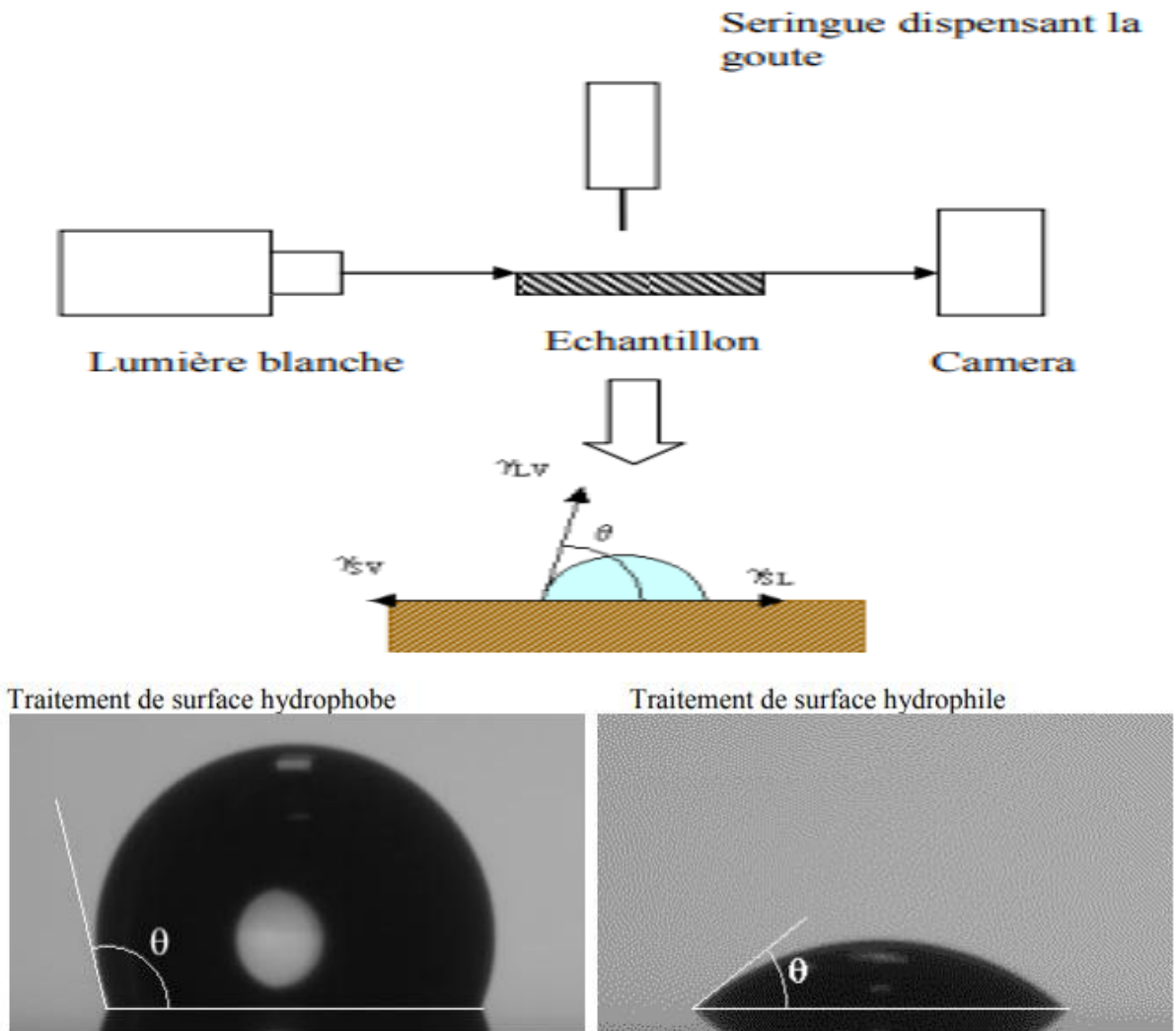
- L'infrarouge proche (IRP) :  $13333-4000\text{ cm}^{-1}$  ou  $0.8-2.5\ \mu\text{m}$ .
- L'infrarouge moyen (IRM) :  $4000-700\text{ cm}^{-1}$  ou  $2.5-15\ \mu\text{m}$ .
- L'infrarouge lointain (IRL) :  $700-10\text{ cm}^{-1}$  ou  $15-1000\ \mu\text{m}$ .

Dans le domaine d'infrarouge moyen (IRM) les bandes d'absorption ou de réflexion sont normalement dues aux divers groupements atomiques [16].

Des analyses IR des différentes membranes étudiées dans ce travail et de leurs constituants purs ont été réalisées avec un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) 710 de Nicolet dans le but de détecter les groupements fonctionnels dans chaque membrane.

#### IV.4.2. Angle de contact :

La mesure de la tension de surface se fait en mesurant l'angle de contact  $\theta$  entre la surface d'une goutte de liquide et la surface de l'échantillon sur laquelle elle est déposée. Cela est rendu possible en imageant la forme de la goutte déposée sur la surface à caractériser. Dans le cas de l'eau : - Grand angle : surface hydrophobe - Petit angle : surface hydrophile



**Figure VI.4.** Principe de fonctionnement de l'angle de contact.



**CHAPITRE V**  
**Résultats et discussion**

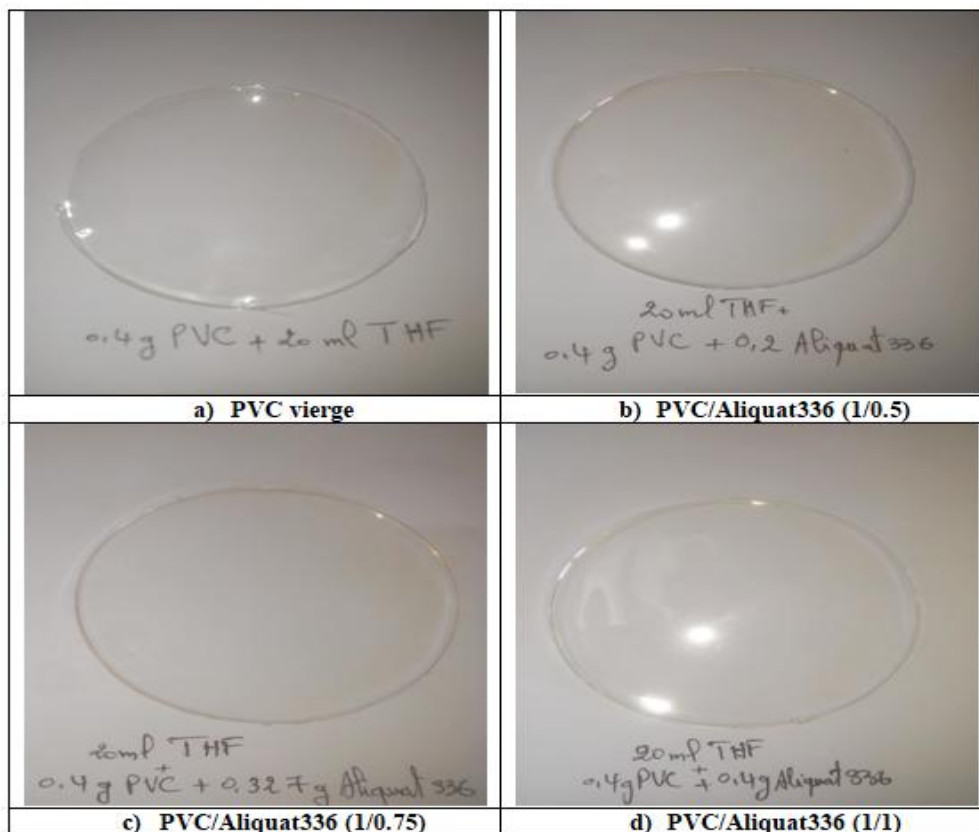
## Chapitre V

### Résultats et discussions

L'objectif de cette étude est l'extraction du Chrome hexavalent (Cr(VI)) par les membranes polymères à inclusion en utilisant un contacteur à membrane planes. Pour cela des membranes polymères à inclusions à base de PVC/Aliquat336 à différents rapports ont été préparé par la méthode d'évaporation de solvant et caractérisées par différentes méthodes à savoir l'angle de contact, l'IR et leur épaisseur a été déterminé. Un plan factoriel complet a été utilisé pour l'étude de deux réponses à savoir le rendement d'extraction du Cr(VI) dans la phase source et le rendement de réextraction du Cr(VI) dans la phase réceptrice. Une optimisation des différents facteurs pour les deux réponses a été faite.

#### V.1.Les Membranes Polymères a Inclusions (MPI)

Après l'évaporation totale du solvant (THF), les membranes obtenues ont été récupéré. Les images de ces dernières sont représentées dans la figure (V.1). Ces membranes sont homogènes, transparentes et aussi résistantes et non rigides. Elles ont un caractère plastifié à cause du type de transporteur ajouté qui est l'Aliquat336.



**Figure V.1.** les membranes utilisées à différentes concentrations.

## Chapitre V : résultats et discussions

---

### V.2.Caractérisation des membranes

Les membranes planes asymétriques à base de PVC/Aliquat336 préparées ont été caractérisées par différentes méthodes (épaisseur, angle de contact et IR) ce qui nous a permis d'envisager l'effet de l'additif Aliquat336 sur les propriétés des membranes.

#### V.2.1.Epaisseur des membranes

L'épaisseur des membranes formées par la méthode d'évaporation de solvant (THF) a été mesurée à l'aide d'un micromètre de marque Filetta (0-25mm, de précision 0.001mm).

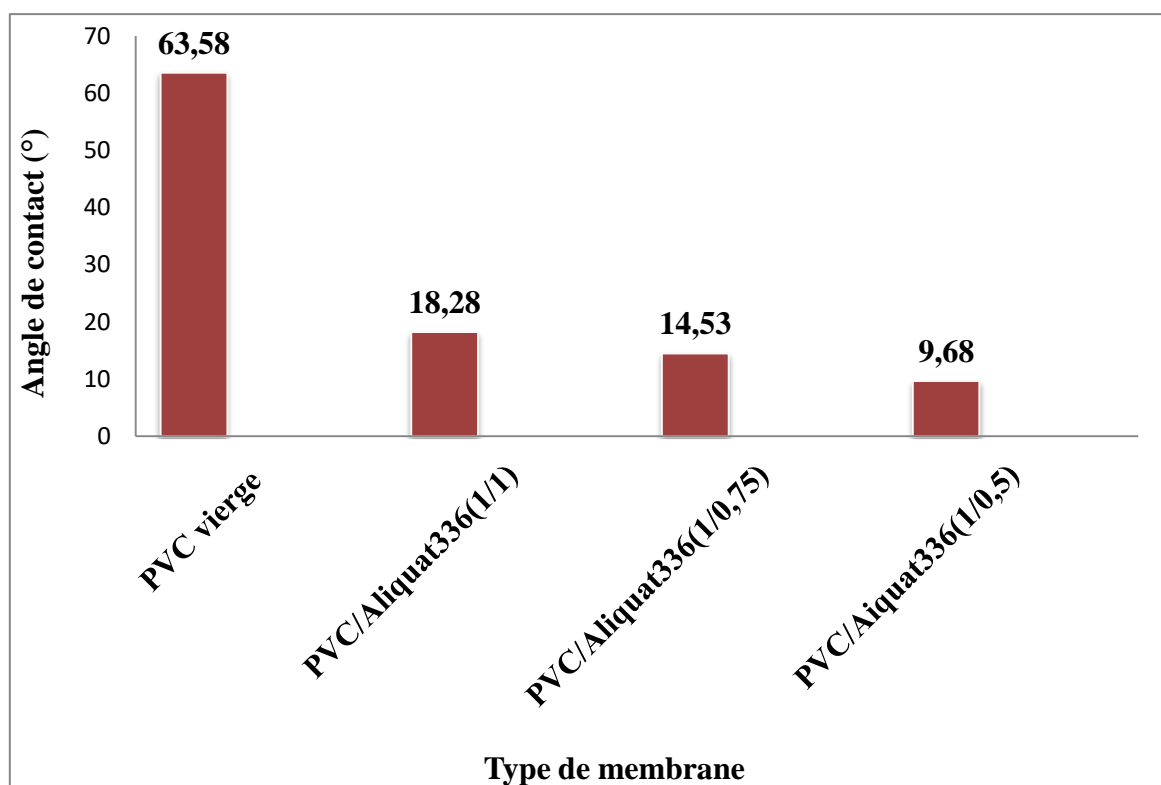
Le tableau V.1 représente les valeurs des épaisseurs des membranes en fonction de la concentration de l'additif Aliquat336. Nous constatons que la présence d'additifs affecte l'épaisseur des membranes. En effet, l'épaisseur de la membrane sans additifs qui est de 0.05mm augmente en augmentant la quantité d'Aliquat336 piégé dans la membrane.

**Tableau V.1.** Mesurer les épaisseurs des membranes utilisées.

Les membranes	PVC vierge	PVC/Aliquat336 (1/0.5)	PVC/Aliquat336 (1/0.75)	PVC/Aliquat336 (1/1)
L'épaisseur (mm)	0.04<e<0.07	0.07<e<0.08	0.08 <e<0.10	0.10<e<0.12

#### V.2.2. Angle de contact

L'angle de contact permet d'identifier le caractère hydrophobe ou hydrophile des matériaux. Plus la valeur est grande (en général  $> 90^\circ$ ) le matériau est hydrophobe ; et plus la valeur de l'angle de contact est petite ( $< 90^\circ$ ) le matériau est hydrophile [63]. La figure V.2 illustre les valeurs de l'angle de contact des différentes membranes. On constate que le PVC avec le transporteur (Aliquat336) a tendance d'être plus hydrophile que la membrane vierge (PVC seul). Et d'après la comparaison entre les angles de contact des membranes à différentes rapport en Aliquat336, on conclue que l'augmentation de ce dernier cause l'augmentation de l'angle de contact.



**Figure V.2 :** les angles de contact des membranes utilisées.

### V.2.3. La spectrophotométrie infrarouge (IR)

Le but des analyses IR est de recherché les groupements fonctionnels pour chaque membrane afin de définir la formation éventuelle de nouvelles liaisons entre les différents constituants dans chaque cas, en commençant par le spectre obtenu par le PVC vierge, puis celui donné par la membrane PVC+Transporteur (Aliquat336) par apport à la concentration de ce dernier.

Les spectres IR ont été acquis en utilisant un spectrophotomètre FTIR 710 de Nicolet iN10. Les mesures ont été enregistrées dans la gamme de nombre d'onde de 400 à 4000  $\text{cm}^{-1}$ .

Le spectre IR illustré sur la figure V.2 (le spectre en noir) donne les bandes d'absorption du PVC, qui est caractérisé par la présence des bandes d'élongation dans la région de 506  $\text{cm}^{-1}$  à 745  $\text{cm}^{-1}$  du groupement C-Cl. Une bande d'élongation dans la région de 1409  $\text{cm}^{-1}$  du groupement C=C et des bandes larges dans la région de 3130  $\text{cm}^{-1}$  à 3742  $\text{cm}^{-1}$  du groupement O-H, l'existence de plusieurs bandes dont celle du groupement méthylène (-CH<sub>2</sub>) dans la région 1425  $\text{cm}^{-1}$  et 1466  $\text{cm}^{-1}$  et une autre bande dans la région 1607  $\text{cm}^{-1}$  du groupement vinyle (-CH=CH<sub>2</sub>). Ainsi que d'autres bandes dans la région de 2854  $\text{cm}^{-1}$  à 2924  $\text{cm}^{-1}$  du groupement méthyle (C-H).

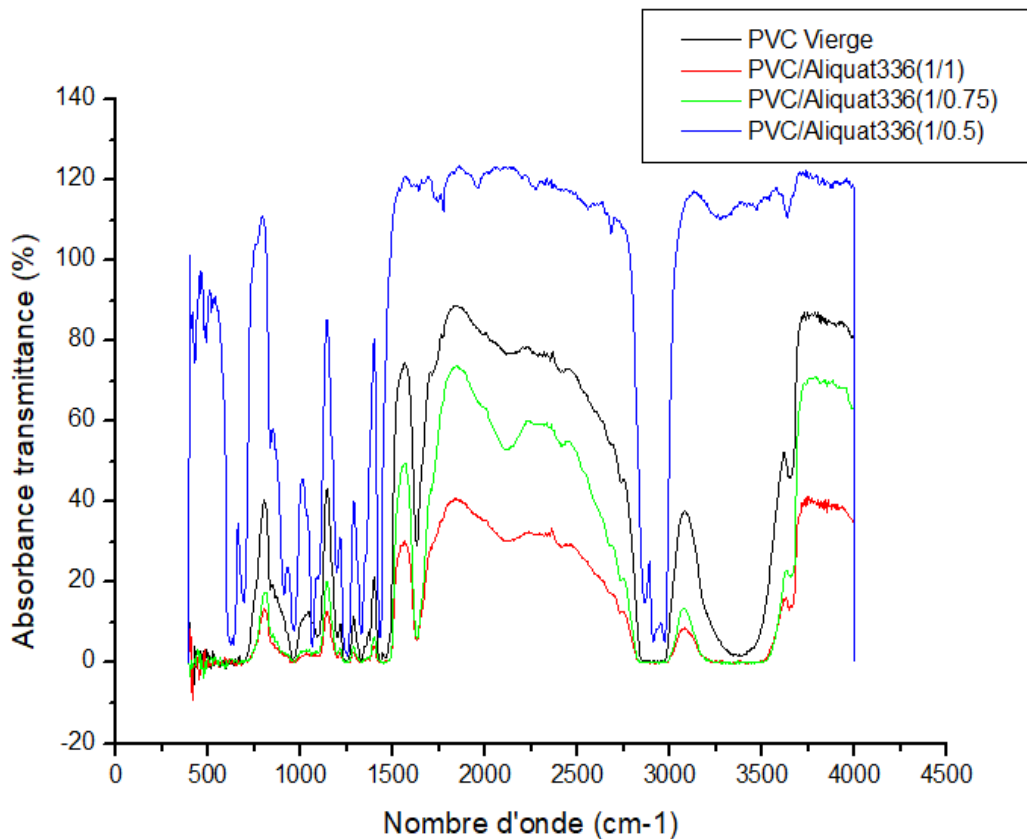
## Chapitre V : résultats et discussions

---

Les spectres IR illustré sur la figure V.2 (spectre en rouge) montre les bandes d'absorption de la membrane PVC/Aliquat336 (1/1), ce spectre n'a pas montré l'apparition de nouveaux pics liés à des nouvelles bandes de transmittance, toutes les bandes indiquées par le spectre de référence (sans Aliquat336) sont également présentées et presque non changées sur les membranes contenant les molécules du l'Aliquat336. On remarque l'apparition d'un nouveau pic entre 3500 à 3700  $\text{cm}^{-1}$  permettant de repérer le groupement C-N.

**Tableau V. 2** : bande d'absorption des groupements fonctionnels caractérisant le PVC et Aliquat336.

Membrane	Bandes d'absorption ( $\text{cm}^{-1}$ )	Groupements Chimiques
PVC	3130 à 3742 2854 à 2924 1607 1425 et 1466 1409 506 à 745	O-H C-H (methyl) -CH=CH <sub>2</sub> (vinyl) -CH <sub>2</sub> (méthylène) C=C C-Cl
Aliquat336	3500 à 3700	C-N



**Figure V.3** : Spectre IR des membranes utilisées

### V.3. Modélisation

L'extraction du chrome (VI) par les membranes polymères à inclusion à base de PVC/Aliquat336 a été réalisée en utilisant la méthodologie des plans d'expérience avec MINITAB 17. L'objectif de cette étude est d'évaluer les effets des différents paramètres ainsi que les interactions éventuelles pouvant exister entre ces paramètres opératoires.

Un plan factoriel complet à deux niveaux  $2^n$  a d'abord été construit afin de visualiser les effets des paramètres et leurs interactions sur l'efficacité d'extraction et de réextraction du Cr(VI), où  $n$  = nombre de facteurs en cours de vérification (ici  $n = 3$ ). Ainsi, le nombre total d'expériences nécessaires pour l'étude des deux réponses est de 8 pour chacune. Nous avons opté pour l'optimisation de deux réponses ; le rendement d'extraction du Cr(VI) dans la phase source et le rendement de réextraction du Cr(VI) dans la phase réceptrice.

#### V.3.1. Pour la phase source

##### V.3.1.1. Plans d'expériences

Pour l'étude du rendement d'extraction du Cr(VI) dans la phase source nous avons choisi trois paramètres : la concentration du Cr(VI), le rapport ou la concentration de l'Aliquat336 piégé dans les membranes élaborées et la température.



## Chapitre V : résultats et discussions

Le domaine expérimental défini pour les trois facteurs retenus pour cette étude est présenté dans le tableau V.3. Ceci permet d'établir un plan factoriel complet. Les différents domaines d'expériences ont été choisis selon une étude bibliographique.

Ce plan d'expérience est constitué par un total de huit expériences où les différents facteurs sont représentés par des variables codés.

**Tableau V. 3 :** Facteurs et domaine d'étude.

Valeurs réels	Variable centrées Réduites	Niveau bas	Niveau haut
Z1 : Concentration [Cr(VI)] (ppm)	X <sub>1</sub>	10	50
Z <sub>2</sub> : Température (°C)	X <sub>2</sub>	20	50
Z <sub>3</sub> : concentration [Aliquat336] (%)	X <sub>3</sub>	50	100

Les variables centrées réduites X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>, X<sub>3</sub> correspondent respectivement aux variables réels, Z<sub>1</sub>, Z<sub>2</sub>, Z<sub>3</sub>.

En introduisant les différents paramètres et leurs valeurs minimales et maximales sur MINITAB 17 celui-ci nous fournit la matrice des essais suivante (Tableau V.4).

**Tableau V. 4 :** Matrice des expériences.

RunOrder	CenterPt	[Cr(VI)]	[Aliquat336]	T	Rend (%) S	prédites	Résidus
1	0	0	0	0	88,3827	87,0329	1,34984
2	1	-1	-1	1	75,0875617	75,6432	-0,55566
3	1	1	1	1	89,0263293	89,5820	-0,55566
4	1	-1	-1	-1	92,4749442	93,0306	-0,55566
5	0	0	0	0	87,8473	87,0329	0,81440
6	0	0	0	0	87,7480	87,0329	0,71513
7	1	1	1	-1	89,6292217	89,6292	90,1849
8	1	-1	1	1	89,5836196	89,5836	90,1393
9	0	0	0	0	87,8338	87,0329	0,80095
10	1	1	-1	-1	89,4903576	90,0460	-0,55566
11	0	0	0	0	87,7978	87,0329	0,76498
12	1	1	-1	1	88,3417911	88,8975	-0,55566
13	1	-1	1	-1	78,1838172	78,7395	-0,55566

### V.3.1.2. Analyse des résultats

#### a) le diagramme de Pareto

Le diagramme d'effets de Pareto est un champ utile pour identifier les facteurs les plus importants. De la figure V.4, nous pouvons voir que le facteur le plus influent est l'interaction entre la concentration de l'Aliquat336 et la température suivie de l'interaction entre la concentration du Cr(VI), la concentration de l'Aliquat336 et la température puis un autre facteur important qui est la concentration du Cr(VI). Par contre la température et la concentration d'Aliquat336 ainsi que leurs interactions ont un faible effet.

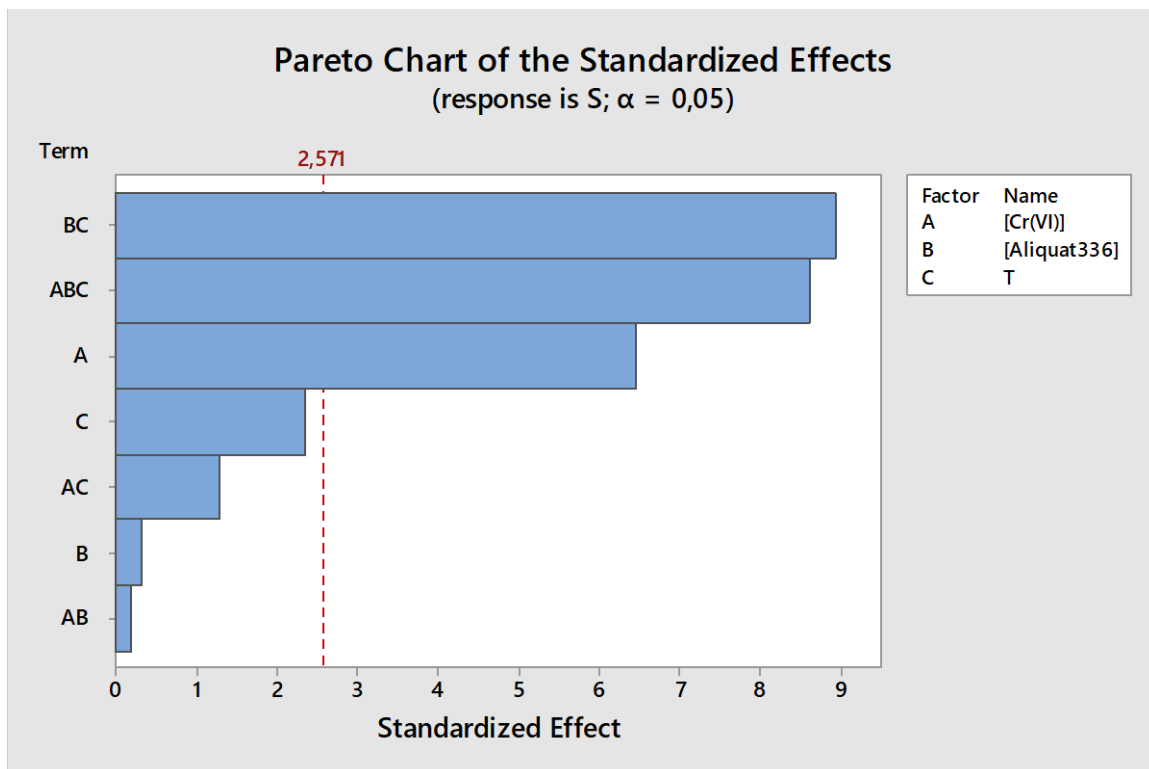
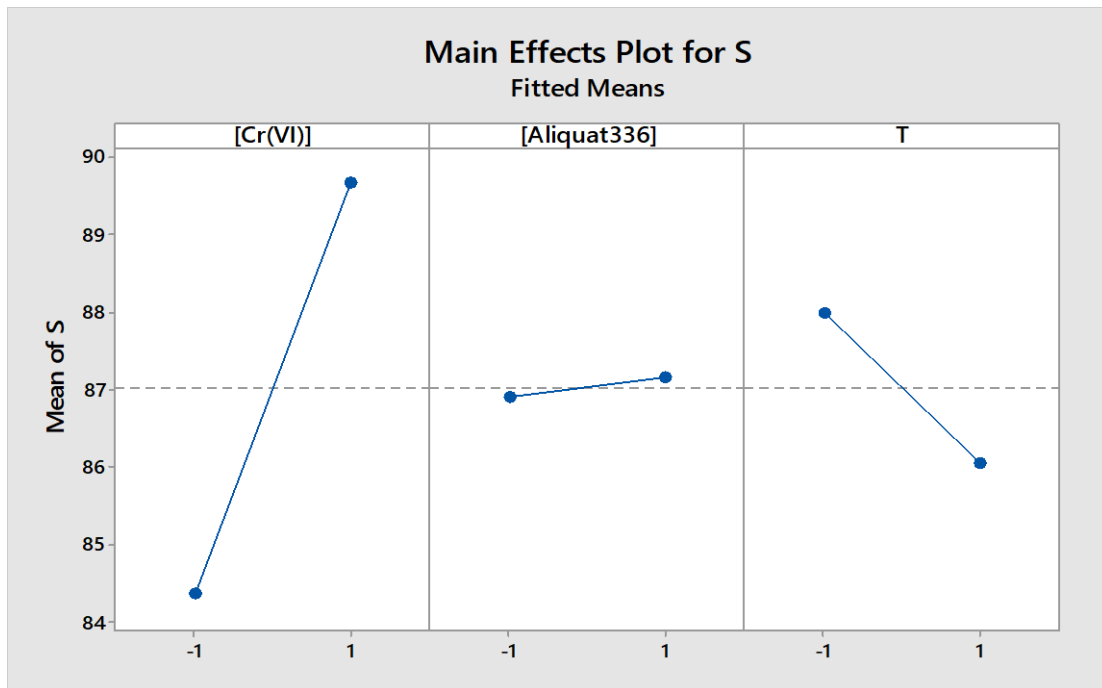


Figure V.4: Diagramme d'Effet de Pareto.

#### b) Effet des paramètres

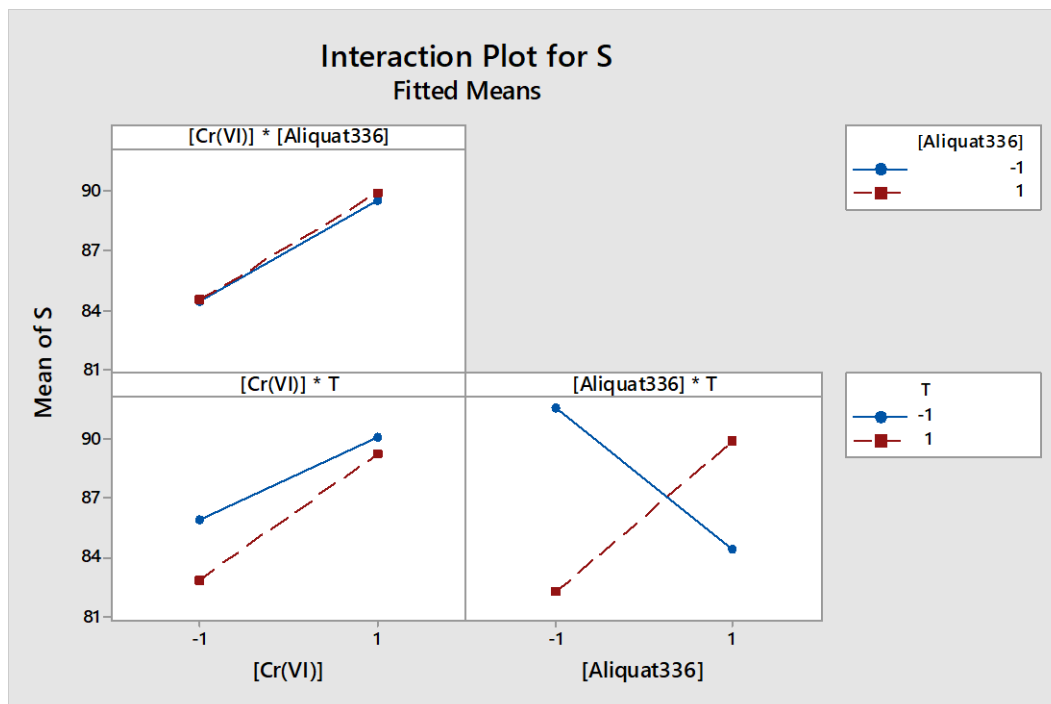
La figure V.5 représente des effets individuels des différents facteurs étudiés. De cette figure on peut voir que la concentration du Cr(VI) et la concentration de l'Aliquat336 ont des effets positifs sur le rendement d'extraction du Cr(VI) dans la phase source, tandis que la température a un effet négatif sur le rendement d'extraction.



**Figure V.5 :** Les effets individuels des paramètres.

### c) Effets des interactions

La figure V.6 représente l'effet d'interaction entre les différents paramètres à deux niveaux -1 et 1. Leurs dispositions montrent que les interactions [Cr(VI)]\*[Aliquat336] et T\*[Aliquat336] sont significatives (forte interaction) dans le domaine d'étude choisit tandis qu'aucune interaction entre la [Cr(VI)] et la température n'a été déterminé.



**Figure V.6 :** Représentation des effets d'interactions entre les différents paramètres.

## Chapitre V : résultats et discussions

### d) Modèle mathématique et l'analyse de la variance

L'analyse de la variance (ANOVA) a été réalisée pour examiner la fiabilité du modèle [64] ANOVA montre si les variations liées au modèle sont significatives par rapport aux variations des résultats expérimentaux ou non [65].

#### ❖ Le modèle mathématique

D'après le logiciel MINITAB on a obtenu l'équation de régression suivante :

$$S = 87,033 + 2,645 [\text{Cr(VI)}] + 0,129 [\text{Aliquat336}] - 0,967 T + 0,077 [\text{Cr(VI)}]*[\text{Aliquat336}] + 0,530 [\text{Cr(VI)}]*T + 3,667 [\text{Aliquat336}]*T - 3,530 [\text{Cr(VI)}]*[\text{Aliquat336}]*T.$$

Les effets individuels, les effets d'interactions et les coefficients du modèle sont présentés dans le tableau V.5.

**Tableau V. 5 :** les effets des paramètres et leurs coefficients.

Terme	Effet	Coefficient
Constant		87,033
[Cr(VI)]	5,289	2,645
[Aliquat336]	0,257	0,129
T	-1,935	-0,967
[Cr(VI)]*[Aliquat336]	0,155	0,077
[Cr(VI)]*T	1,059	0,530
[Aliquat336]*T	7,333	3,667
[Cr(VI)]*[Aliquat336]*T	-7,060	-3,530

#### ❖ Analyse de la variance

Les effets principaux et les effets d'interactions de chaque facteur ayant P- valeur  $\leq 0.05$  signifie que ce facteur est significatif.

D'après les résultats de tableau V.6 on constate que les facteurs [Aliquat336], T et les deux interactions T\*[Cr(VI)], [Cr(VI)]\*[Aliquat336] ont des effets non-significatifs sur la réponse qui est le rendement d'extraction du Cr(VI) dans la phase source. Par contre la [Cr(VI)] et les interactions [Aliquat336]\*T, [Cr(VI)]\*[Aliquat336]\*T ont des effets significatifs.

## Chapitre V : résultats et discussions

**Tableau V.6** : Analyse de la variance

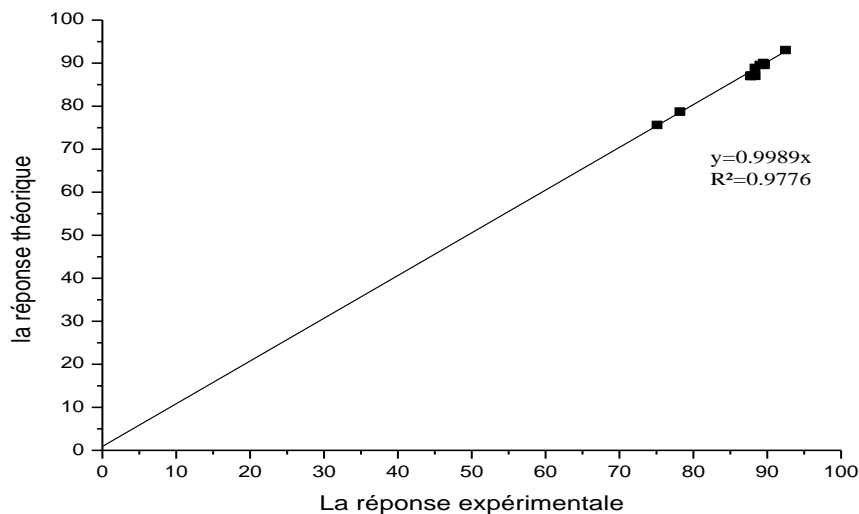
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Régression	7	273.116	39.017	29.14	0.001
[Cr(VI)]	1	55.956	55.956	41.80	0.001
[Aliquat336]	1	0.132	0.132	0.10	0.766
T	1	7.487	7.487	5.59	0.064
[Cr(VI)]*[Aliquat336]	1	0.048	0.048	0.04	0.858
[Cr(VI)]*T	1	2.243	2.243	1.68	0.252
[Aliquat336]*T	1	107.552	107.552	80.34	0.000
[Cr(VI)]*[Aliquat336]*T	1	99.698	99.698	74.47	0.000

Après l'analyse de la variance et en éliminant les facteurs non significatifs, le modèle mathématique obtenue au début devient :

$$S = 87,033 + 2,645 [\text{Cr(VI)}] + 3,667 [\text{Aliquat336}] * T - 3,530 [\text{Cr(VI)}] * [\text{Aliquat336}] * T.$$

### e) Comparaison entre les résultats théoriques prédites et expérimentaux

En comparant entre les résultats expérimentaux du rendement d'extraction du Cr(VI) avec celles prédites, la figure V.7 montre un bon accord entre les rendements expérimentaux et ceux prédits. Le modèle révèle une régression linéaire de premier ordre avec un coefficient de détermination élevé,  $R^2 = 97,77\%$  ( $R^2_{\text{corr}} = 94,26$ ) d'où on peut conclure que notre modèle mathématique est validé.



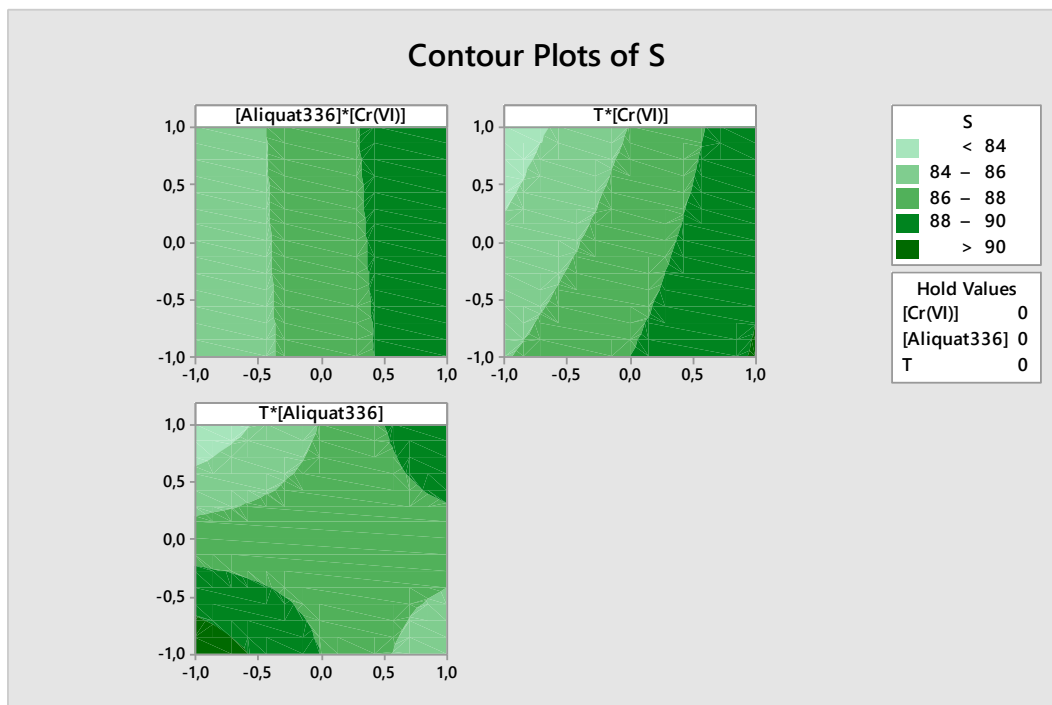
**Figure V.7** : le rendement théorique en fonction de rendement expérimentale.

### f) Contour de réponse

La figure V. 8 montre les courbes d'iso-réponse. L'effet combiné de deux facteurs est étudié sur la réponse.

D'après cette figure on constate que :

- L'extraction est meilleure quand la concentration du Cr(VI) est élevée et quelque soit la concentration d'Aliquat336.
- L'extraction est élevée  $> 90$  quand la concentration Cr(VI) élevée et quelque soit la valeur de la température.
- L'efficacité de l'extraction est élevée  $> 90$  sachant que la concentration d'Aliquat336 et la température sont à leur valeur maximale ou minimale.



**Figure V.8 :** Surface de découpe du rendement d'extraction du Cr(VI).

### g) Surface de réponse

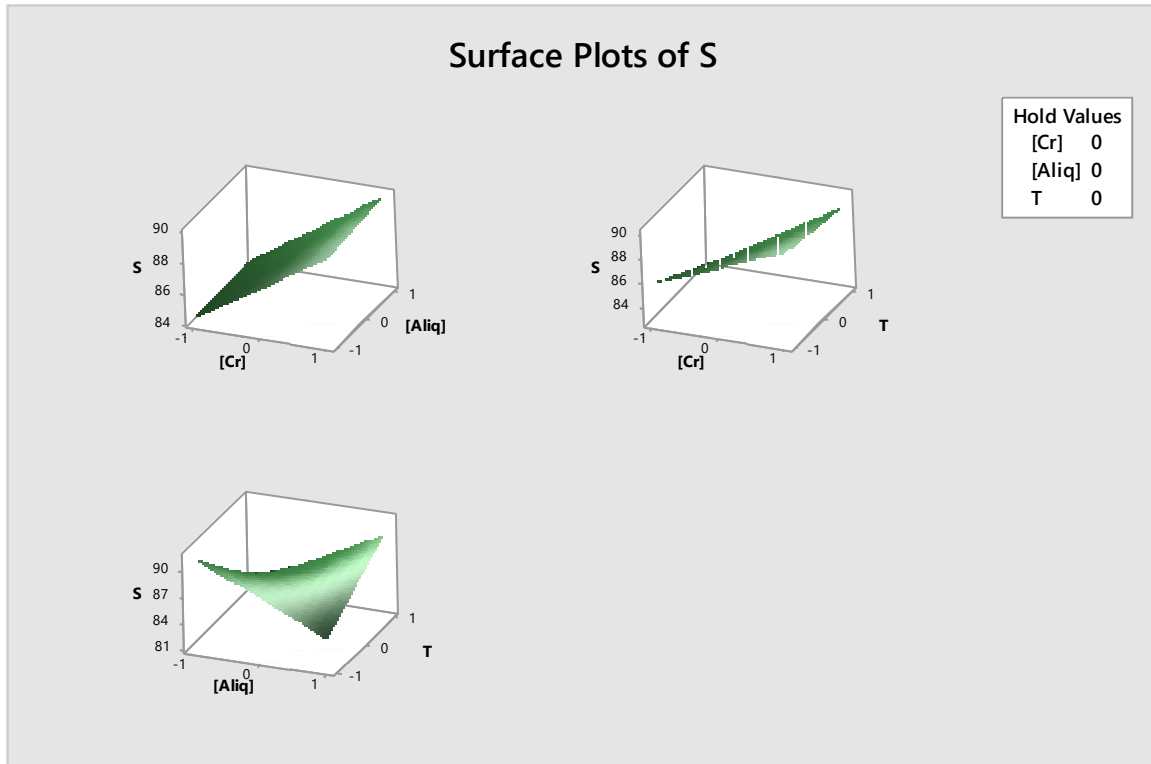
Pour avoir une vue d'ensemble des résultats, on trace les courbes de surface de réponse dans le domaine d'étude.

La figure V.9 représente la surface de réponse du rendement en fonction des paramètres:

- Du plan [Aliquat336] – T la surface de réponse montre une forme concave avec un rendement maximale de 90% quelque soit les deux bornes minimale et maximale de la température et de l'Aliquat336.

## Chapitre V : résultats et discussions

- Un rendement maximal dans le plan [Cr(VI)] – [Aliquat336] quand la [Cr(VI)] est à sa valeur maximale et quelque soit la [Aliquat336].
- Du plan [Cr(VI)] – T la surface de réponse a une forme convexe avec un rendement de 86% quand la [Cr(VI)] est élevé et quelque soit la valeur de la température.



**Figure V. 9 :** La surface de réponse du rendement d'extraction du Cr(VI).

### h) Optimisation

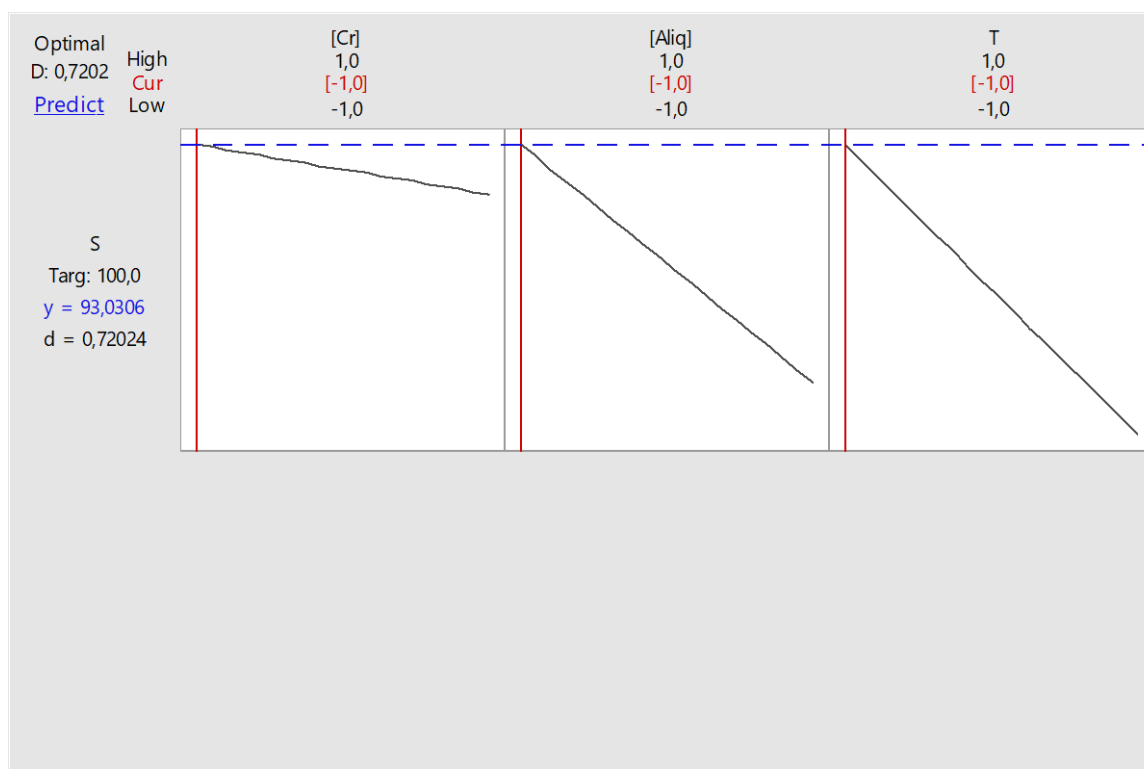
L'un des principaux objectifs de cette étude est de trouver les valeurs optimales de chaque paramètre auxquelles on obtient une meilleure efficacité d'extraction du Cr(VI).

De la figure V.10 on constate que le rendement d'extraction pourrait être optimisé pour une valeur de 93.0306% quand les valeurs optimales des trois paramètres sont comme suit :

- la concentration du Cr(VI) doit être à 10 ppm.
- la température est à sa valeur minimale qui est de 20°C.

La concentration de l'Aliquat336 dans la membrane doit être fixée selon le rapport PVC/Aliquat336 1/0.5.

## Chapitre V : résultats et discussions



**Figure V.10** : Optimisation des paramètres expérimentaux.



## Chapitre V : résultats et discussions

---

### V.3.2. Pour la phase réceptrice

#### V.3.2.1. Plans d'expériences

Pour l'étude de l'efficacité de réextraction du Cr(VI) dans la phase réceptrice, nous avons choisi trois facteurs : la température (T), la concentration de NaCl dans la phase réceptrice et la concentration d'Aliquat336 fixé dans la membrane.

Le domaine expérimental définit pour les trois facteurs retenus pour cette étude est présenté dans le tableau V.7. Ceci permet d'établir un plan factoriel complet à deux niveaux. Les différents domaines d'expériences ont été bien choisis.

Ce plan d'expérience est constitué par un total de huit expériences où les différents facteurs sont représentés par des variables codées.

**Tableau V.7:** Facteurs et domaine d'étude.

Valeurs réels	Variables centrées Réduites	Niveau bas	Niveau haut
Z <sub>2</sub> : Température (°C)	X <sub>2</sub>	20	50
Z <sub>3</sub> : concentration Aliquat336 (%)	X <sub>3</sub>	50	100
Z <sub>4</sub> : concentration de NaCl (M)	X <sub>4</sub>	1	2

Les variables centres réduites X<sub>2</sub>, X<sub>3</sub>, X<sub>4</sub> correspondent respectivement aux variables réelles Z<sub>2</sub>, Z<sub>3</sub>, Z<sub>4</sub>.

En introduisant les différents paramètres et leurs valeurs minimales et maximales sur MINITAB 17 celui-ci nous fournit la matrice des essais suivante (Tableau V.8).

## Chapitre V : résultats et discussions

**Tableau V. 8:** Matrice des essais.

RunOrder	CenterPt	[NaCl]	[Aliquat336]	T	Rend (R) %	prédites	résidus
1	0	0	0	0	40,7647	43,8725	-3,10782
2	0	0	0	0	42,6697	43,8725	-1,20276
3	1	1	-1	1	50,4817	49,6041	0,87761
4	0	0	0	0	43,1699	43,8725	-0,70258
5	1	1	-1	-1	44,6803	43,8027	0,87761
6	1	-1	1	-1	28,7191	27,8415	0,87761
7	0	0	0	0	42,8673	43,8725	-1,00517
8	1	-1	-1	1	48,0838	47,2062	0,87761
9	1	-1	-1	-1	28,8849	28,0073	0,87761
10	1	-1	1	1	41,5315	40,6539	0,87761
11	0	0	0	0	42,8699	43,8725	-1,00258
12	1	1	1	-1	55,4002	54,5226	0,87761
13	1	1	1	1	60,2193	59,3417	0,87761

### V.3.2.2. L'étude de réponse

#### a) Diagramme de Pareto

De la figure V.11, nous pouvons voir que les facteurs les plus influents sur l'efficacité de réextraction du Cr(VI) dans la phase réceptrice sont la concentration de NaCl, la température, l'interaction [NaCl]\*[Aliquat336] et l'interaction [NaCl]\*T respectivement. Par contre la [Aliquat336], l'interaction [Aliquat336]\*T et l'interaction [NaCl]\*[Aliquat336]\* T ont un faible effet sur le procédé de réextraction du Cr(VI).

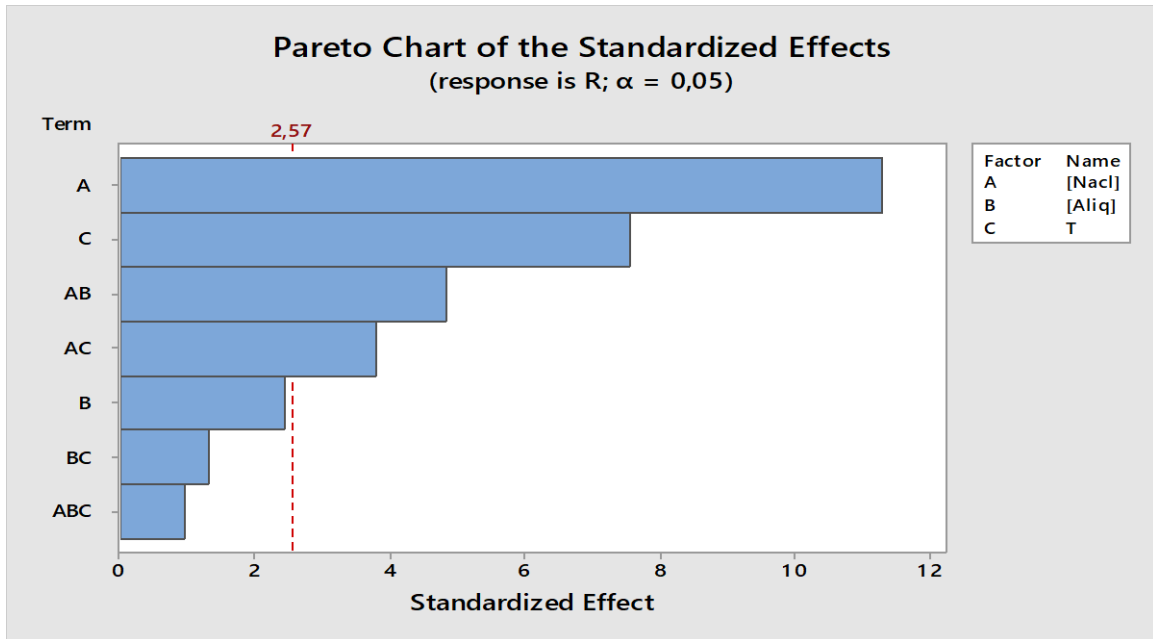


Figure V.11: Diagramme d'Effet de Pareto.

### b) Effet des paramètres

La figure V. 12 montre les effets individuels des différents facteurs choisis pour cette étude.

On peut voir que les trois facteurs choisis ([Aliquat336], [NaCl] et T) ont tous un effet positif sur le rendement de réextraction du Cr(IV) dans la phase réceptrice.

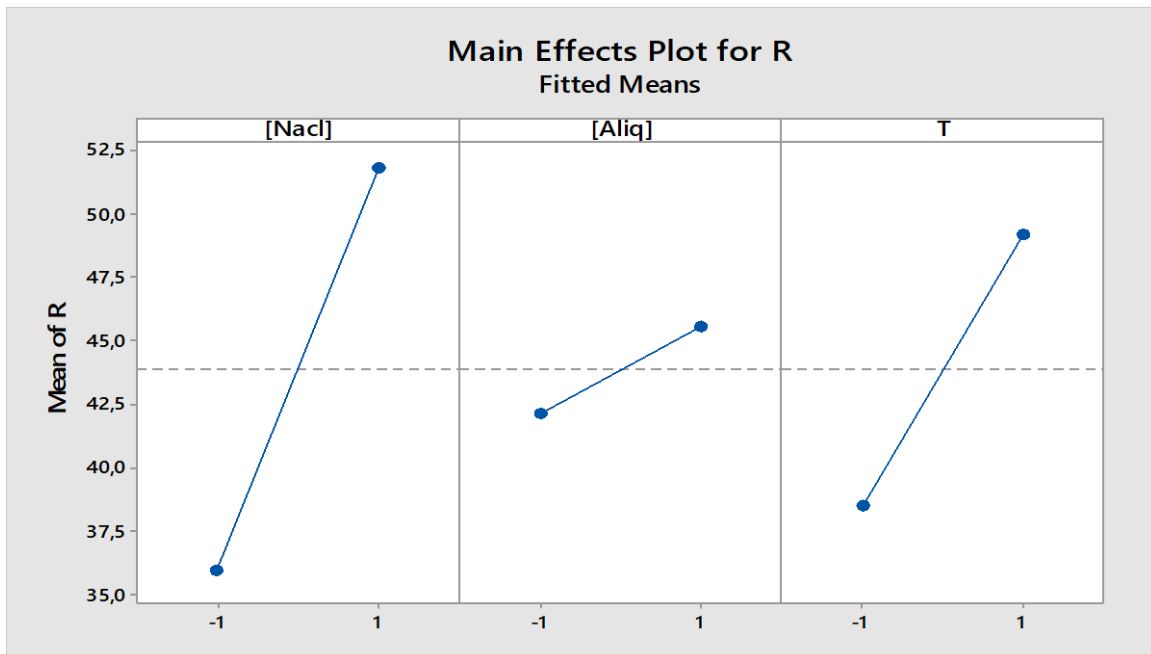


Figure V.12 : Les effets individuels des paramètres.

### c) Les effets des interactions

La figure V.13 représente l'effet d'interaction entre les différents paramètres à deux niveaux -1 et 1, leur disposition montre une forte interaction entre la [NaCl] et la

## Chapitre V : résultats et discussions

[Aliquat336] dans le domaine d'étude choisit. D'autre part les interactions T\*[Aliquat336] et T\*[NaCl] sont faibles et non-significatives.

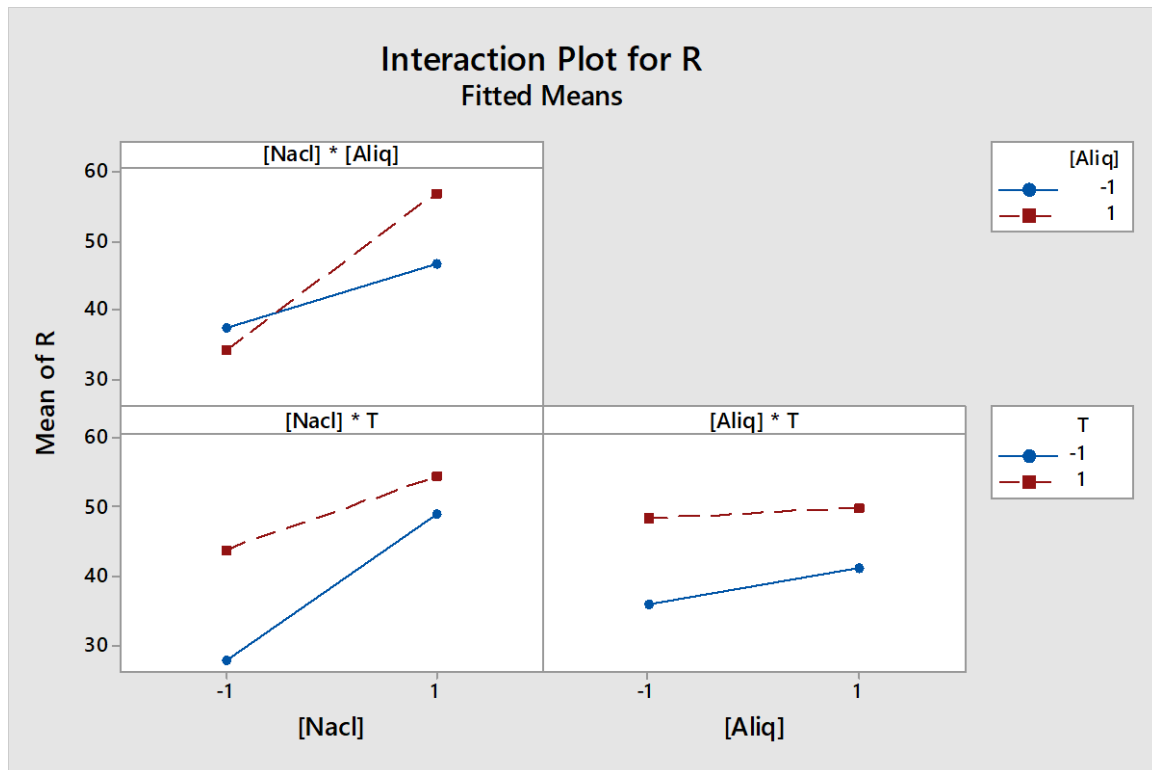


Figure V.13 : les effets d'interactions entre les différents paramètres.

### d) Modèle mathématique et l'analyse de la variance

#### ❖ Le modèle mathématique

Le logiciel MINITAB permet d'obtenir le traitement de résultats par l'équation de régression suivante :

$$R = 43,872 + 7,945 [\text{NaCl}] + 1,717 [\text{Aliquat336}] + 5,329 T + 3,397 [\text{NaCl}] * [\text{Aliquat336}] - 2,674 [\text{NaCl}] * T - 0,921 [\text{Aliquat336}] * T + 0,676 [\text{NaCl}] * [\text{Aliquat336}] * T$$

Les effets individuels, d'interactions et les coefficients du modèle sont présentés dans le tableau V.9.

## Chapitre V : résultats et discussions

**Tableau V.9:** Coefficients de régression prévus de facteur et leur effet.

Terme	Effet	Coefficient
Constant		43.872
[NaCl]	15.891	7.945
[Aliquat336]	3.435	1.717
T	10.658	5.329
[NaCl]*[Aliquat336]	6.794	3.397
[NaCl]*T	-5.348	-2.674
[Aliquat336]*T	-1.842	-0.921
[NaCl]*[Aliquat336]*T	1.351	0.676

### ❖ Analyse de la variance

D'après les résultats de tableau V.10 on constate qu'on obtient une régression linéaire du premier ordre. Les facteurs [NaCl], T et les deux interactions T\*[NaCl] et [NaCl]\*[Aliquat336] ont des effets significatifs sur le rendement de réextraction du Cr(VI), par contre la [Aliquat336] et les interactions [Aliquat336]\*T et [Cr(VI)]\*[Aliquat336]\*T ont des effets non-significatif.

**Tableau V.10:** Analyse de la variance.

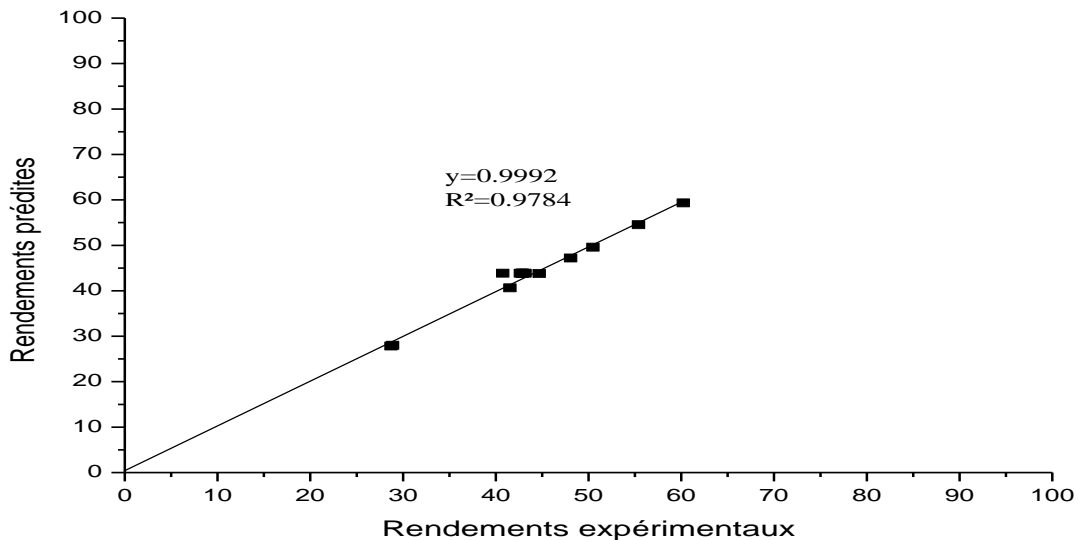
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Régression	7	915.747	130.821	33.08	0.001
[NaCl]	1	505.018	505.018	127.68	0.000
[Aliquat336]	1	23.597	23.597	5.97	0.058
T	1	227.185	227.185	57.44	0.001
[NaCl]*[Aliquat336]	1	92.314	92.314	23.34	0.005
[NaCl]*T	1	57.195	57.195	14.46	0.013
[Aliquat336]*T	1	6.787	6.787	1.72	0.247
[NaCl]*[Aliquat336]*T	1	3.561	3.651	0.92	0.381

Après l'analyse de la variance et en éliminant les facteurs non significatifs, le modèle mathématique obtenue au début devient :

$$R = 43,872 + 7,945 [\text{NaCl}] + 5,329 T + 3,397 [\text{NaCl}] * [\text{Aliquat336}] - 2,674 [\text{NaCl}] * T$$

### e) Comparaison entre les résultats prédites et expérimentaux

La figure V.14 représente la comparaison entre les résultats expérimentaux du rendement de réextraction du Cr(VI) et celles prédites. Cette dernière montre un bon accord entre les résultats expérimentaux et prédits pour une régression linéaire de premier ordre révélant un coefficient de détermination  $R^2 = 97,89\%$  (avec  $R^2_{\text{coor}} = 94,93\%$ ) ce qui nous permet de dire que le modèle mathématique représentant ces expériences est validé.



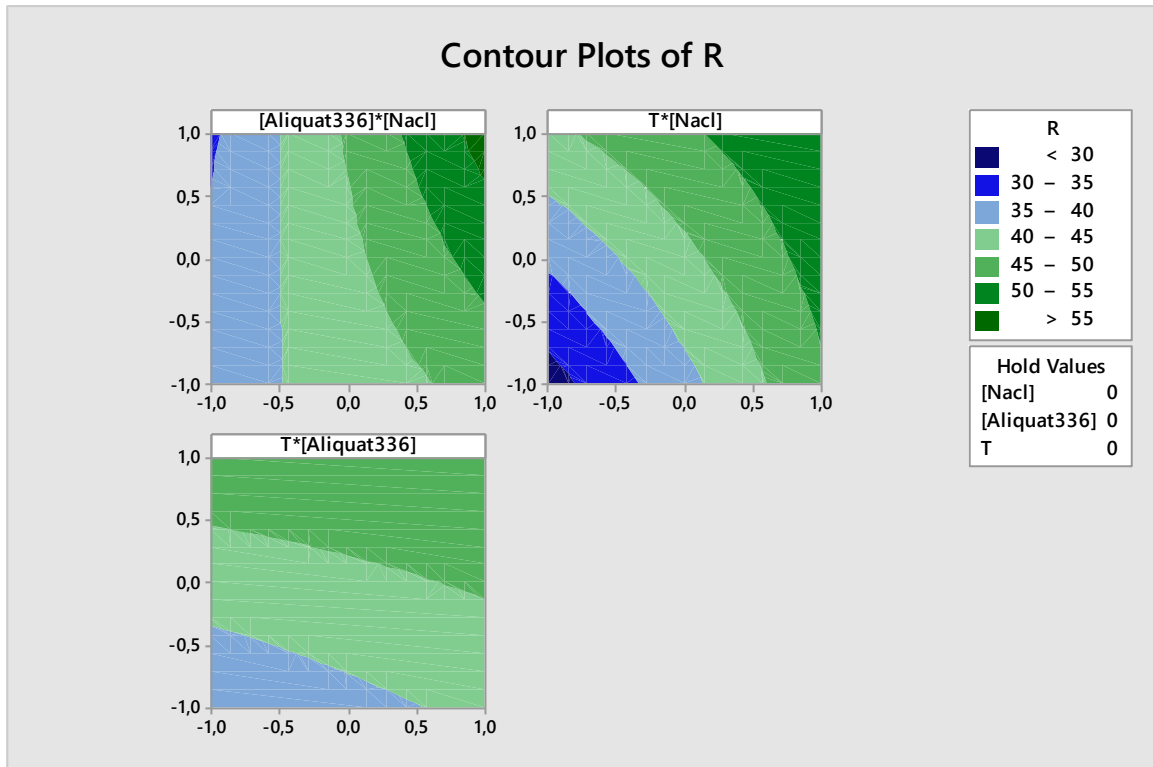
**Figure V.14 :** le rendement de réextraction du Cr(VI) prédit en fonction du rendement expérimental.

### f) Contour de réponse

La figure V. 15 montre les courbes d'iso-réponse. L'effet combiné entre deux facteurs est étudié sur la réponse.

D'après cette figure on peut dire que :

- Le rendement de réextraction du Cr(VI) est élevé  $> 55\%$  quand la concentration de NaCl et la concentration d'Aliquat336 sont élevées.
- Le rendement de réextraction du Cr(VI) est  $> 50\%$  quand la concentration de NaCl et la température atteignent leurs valeurs maximales.
- L'efficacité de réextraction du Cr(VI) est  $> 45\%$  sachant que la concentration d'Aliquat336 et la température sont élevées.

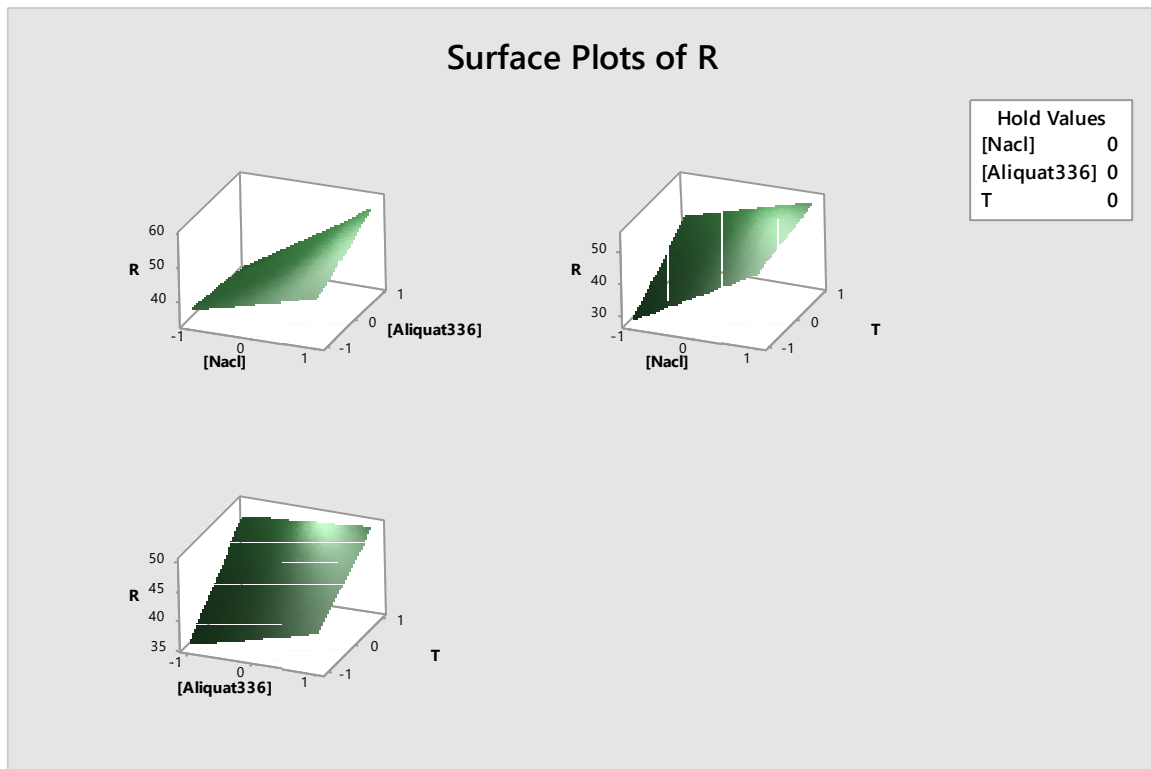


**Figure V.15** : Surface de découpe de rendement.

### g) Surface de réponse

La figure V.16 représente la surface de réponse du rendement de réextraction du Cr(VI) par la phase réceptrice. De cette figure on peut déduire :

- Le rendement de réextraction du Cr(VI) est maximal quand la [Aliquat336] et la [NaCl] sont à leurs valeurs maximales.
- Le rendement de réextraction du Cr(VI) dans la phase réceptrice est meilleur quand la [NaCl] et la température T sont élevées.
- Le rendement de réextraction du Cr(VI) est optimisé quand la [Aliquat336] et la température atteignent leurs bornes maximales.



**Figure V. 16 : La surface de réponse du rendement**

### **h) Optimisation**

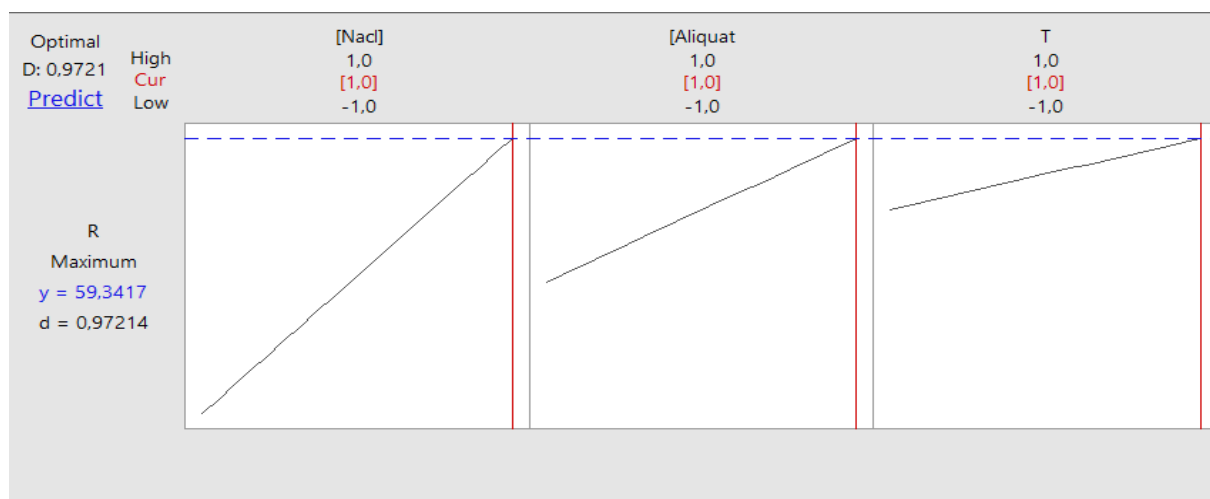
La figure V.17 représente l'optimisation des différents facteurs influents le rendement de réextraction du Cr(VI) dans la phase réceptrice.

On déduit de ces figures que le rendement de réextraction du Cr(VI) dans la phase réceptrice est maximal pour une valeur de 59.3417% quand les valeurs optimales des paramètres sont :

- la concentration NaCl est de 2M.
- la concentration de l'Aliquat336 présente dans la membrane selon le rapport PVC/Aliquat336 est de 1/1.
- la température de la solution est de 50 °C.



## Chapitre V : résultats et discussions



**Figure V.17** : Optimisation des paramètres expérimentaux.



## **CONCLUSION**

# Conclusion générale

---

## Conclusion générale

L'objectif de ce travail est l'étude du rendement d'extraction et de réextraction du Cr(VI) par les membranes polymères à inclusion, en utilisant un contacteur à membranes planes mis en œuvre selon un montage simple alimenté par une pompe péristaltique à contre courant et en continue. Une optimisation des différents paramètres pouvant influencer sur les performances de l'extraction et la réextraction du Cr(VI) par la méthodologie des plans d'expériences a été réalisée.

Les membranes utilisées ont été élaborées à base de PVC par la méthode d'évaporation de solvant (THF). Le transporteur Aliquat336 a été ajouté comme additif et piégé dans la membrane à différentes concentrations selon les rapports (PVC/Aliquat336) suivants: (1/0,5), (1/0,75) et (1/1).

Les membranes élaborées ont été caractérisées par quelques techniques d'analyse, à savoir : l'épaisseur, l'angle de contact et la spectrophotométrie infrarouge. Les résultats obtenus par la mesure de l'angle de contact ont révélé que plus on augmente le rapport (PVC/Aliquat336) et donc la quantité d'Aliquat336 piégé dans les membranes, celles-ci ont tendance à devenir plus hydrophiles.

Les résultats donnés par les analyses l'infrarouge révèlent la présence des groupements chimiques caractéristiques du PVC comme la liaison C=Cl à une bande d'élongation située entre 506 à 745  $\text{cm}^{-1}$ , des groupements chimique caractéristiques de la liaison  $-\text{CH}=\text{CH}_2$  (vinyl) à une bande d'absorption située à 1607  $\text{cm}^{-1}$  et des groupements chimiques caractéristiques de la liaison C-H (methyl) à une bande d'absorption situé entre 2854 à 2924  $\text{cm}^{-1}$ ...etc. Après ajout du transporteur Aliquat336, nous avons remarqué l'apparition d'un nouveau pic aux alentours de 3500  $\text{cm}^{-1}$  à 3700 permettant de repérer le groupement C-N caractéristique de l'Aliquat336 ce qui prouve son addition et son intégration dans la membrane.

L'étude des différents paramètres influents le rendement d'extraction et réextraction du Cr(VI) dans la phase source et réceptrice respectivement a été faite en utilisant un plan factoriel complet à deux niveaux. Trois facteurs ont été choisis pour chaque réponse.

- Pour la phase source

-Les facteurs choisis sont la concentration du Cr(VI), la quantité d'Aliquat336 présent dans la membrane et la température.

## Conclusion générale

---

-Les résultats montrent que les facteurs les plus influents sont l'interaction entre la concentration de l'Aliquat336 et la température suivie de l'interaction entre la concentration du Cr(VI), la concentration de l'Aliquat336 et la température puis un autre facteur important qui est la concentration du Cr(VI).

-La concentration du Cr(VI) et la concentration de l'Aliquat336 ont des effets positifs sur le rendement d'extraction du Cr(VI) dans la phase source, tandis que la température a un effet négatif sur le rendement d'extraction.

-Les interactions  $[Cr(VI)]*[Aliquat336]$  et  $T*[Aliquat336]$  sont significatives (forte interaction) dans le domaine d'étude choisit tandis qu'aucune interaction entre la  $[Cr(VI)]$  et la température n'a été déterminé.

-L'analyse de la variance (ANOVA) présente que les facteurs  $[Aliquat336]$ ,  $T$  et les deux interactions  $T*[Cr(VI)]$ ,  $[Cr(VI)]*[Aliquat336]$  ont des effets non-significatifs sur la réponse qui est le rendement d'extraction du Cr(VI) dans la phase source, par contre la  $[Cr(VI)]$  et les interactions  $[Aliquat336]*T$ ,  $[Cr(VI)]*[Aliquat336]*T$  ont des effets significatifs et sont ceux qui représente le modèle mathématique obtenue.

$$S = 87,033 + 2,645 [Cr(VI)] + 3,667 [Aliquat336]*T - 3,530 [Cr(VI)]*[Aliquat336]*T.$$

- Le modèle révèle une régression linéaire de premier ordre avec un coefficient de détermination élevé,  $R^2 = 97,77\%$  ( $R^2_{corr} = 94,26$ ) d'où on peut conclure que notre modèle mathématique est validé.

- Le rendement d'extraction pourrait être optimisé pour une valeur de 93.0306% quand les valeurs optimales des trois paramètres sont comme suit :

- la concentration du Cr(VI) doit être à 10 ppm.

-la température est à sa valeur minimale qui est de 20°C.

-La concentration de l'Aliquat336 dans la membrane doit être fixée selon le rapport PVC/Aliquat336 (1/0.5).

• Pour la phase réceptrice

- Pour l'étude de l'efficacité de réextraction du Cr(VI) dans la phase réceptrice nous avons choisit trois facteurs : la température ( $T$ ), la concentration de NaCl ( $[NaCl]$ ) dans la phase réceptrice et la concentration d'Aliquat336 fixé dans la membrane.

-Les facteurs les plus influents sur l'efficacité de réextraction du Cr(VI) dans la phase réceptrice sont la concentration de NaCl, la température, l'interaction  $[NaCl]*[Aliquat336]$  et l'interaction  $[NaCl]*T$  respectivement.

## Conclusion générale

---

-Les trois facteurs [Aliquat336], [NaCl] et T ont tous un effet positif sur le rendement de réextraction du Cr(IV) dans la phase réceptrice.

- Une forte interaction entre la [NaCl] et la [Aliquat336] dans le domaine d'étude choisit.

- Les facteurs [NaCl], T et les deux interactions T\*[NaCl] et [NaCl]\*[Aliquat336] ont des effets significatifs sur le rendement de réextraction du Cr(VI).

-L'analyse de la variance montre une régression linéaire de premier ordre révélant un coefficient de détermination  $R^2 = 97,89\%$  (avec  $R^2_{\text{coor}} = 94,93\%$ ) ce qui nous permet de dire que le modèle mathématique représentant ces expériences est validé.

$$R = 43,872 + 7,945 [\text{NaCl}] + 5,329 T + 3,397 [\text{NaCl}] * [\text{Aliquat336}] - 2,674 [\text{NaCl}] * T$$

- Le rendement de réextraction du Cr(VI) dans la phase réceptrice est maximal pour une valeur de 59.3417% quand les valeurs optimales des paramètres sont :

-la concentration du NaCl est de 2M.

- la concentration de l'Aliquat336 présente dans la membrane selon le rapport PVC/Aliquat336 est de 1/1.

- la température de la solution est de 50 °C.

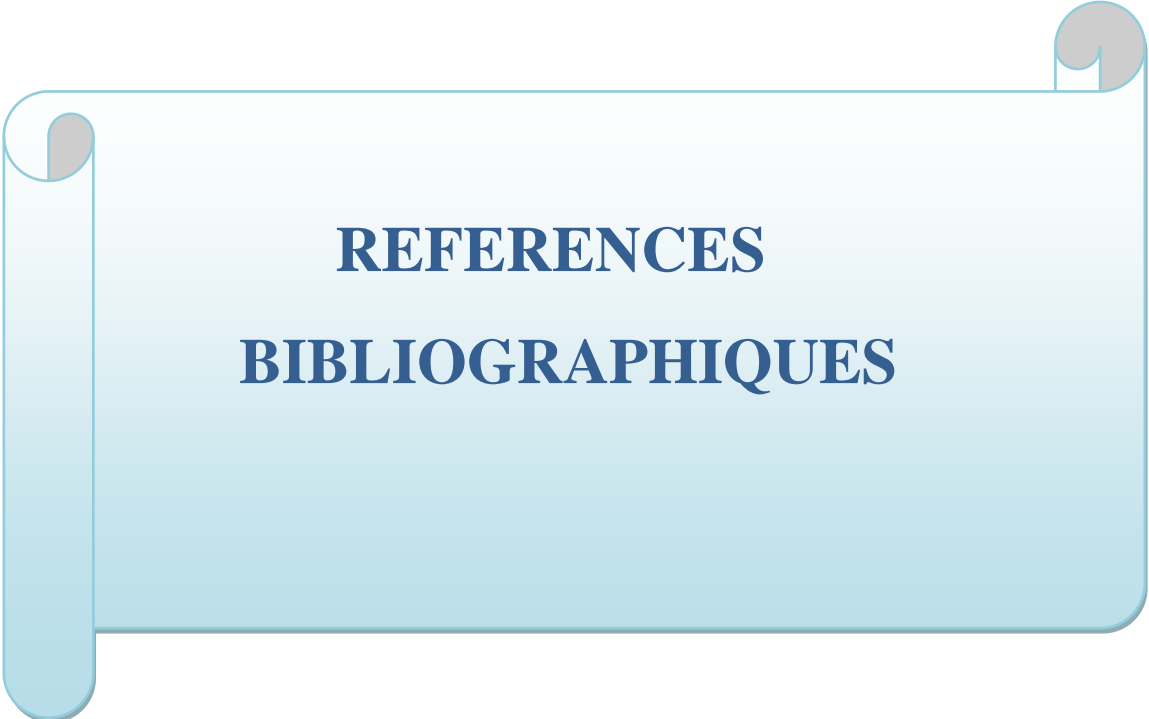
## Perspectives

---

### Perspectives

En perspectives de ce travail :

- Application pour d'autres métaux lourds.
- Analyse microscopique Electronique à Balayage (MEB).
- Analyse Thermogravimétrie (ATG) des membranes à base de PVC/Aliquat336.
- Utilisation d'autres types de transporteurs (D2EHPA) et de polymères (PS).



**REFERENCES**  
**BIBLIOGRAPHIQUES**

## LES REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

### LES REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] J.HADDAOUI, Propriétés complexantes, extractantes et de transport des calix[4]arènes couronnes diamides en conformation cône vis-à-vis des cations alcalins, Thèse du doctorat en chimie, Université Louis Pasteur de Strasbourg,(2004).

[2] Abd El-Halim H F, Mohamed Omar M, Genidy Mohamed G, Sayed M A E E.Spectroscopic and biological activity studies on tridentate Schiff base ligands and their transition metal complexes. European Journal of Chemistry, 2011, 2 178-188.

[3] M.Cegłowski, G. Schroeder, Preparation of porous resin with Schiff base chelating groups for removal of heavy metal ions from aqueous solutions,Chemical Engineering Journal, 2015,263, 402-411.

[4] D.Barkat, A. Tayeb, T.Benabdellah, Z. Derriche, Extraction par solvant du zinc en milieu sulfate par le mélange: 1-Phenyl-3-methyl-4-benzoylpyrazol-5-one/methylisobutylcetone.J.Soc. Alg. Chem, 2001, 11, 149-158.

[5] O.Kebiche Senhadji, S. Sahi, N. Kahloul, S. Tingry, M. Benamor, P. Seta, (2008), Journal of Sciences & Technologie, 27, 43-50.

[6] Dj.Begrache, Elaboration de membranes d'affinité pour la récupération du Chrome hexavalent, mémoire de magister en chimie de l'environnement, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, (2011).

[7] A.Kadous, Extraction de l'ion uranyle par procédés d'extractions solides-liquide & membrane liquide supportée, thèse de doctorat en chimie, Universités Abou Beker Belkaid, Tlemcen, (2011).

[8] J.E Cadotte et R.J.Petersen, synthetic membranaires:1- désaliénation, A.C.S.Symposium Series, A.F.Turbak Ed, (1981).

[9] K.Ndung'u, Liquid membrane extraction techniques for trace metal analysis and speciation in environmental and biological matrices, Department of analytical chemistry, Lund university, Sweden, (1999).



## LES REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [10] H.El Khabbaze, traitement des solutions modèles du lait par des membranes de nanofiltration et d'osmose inverse, thèse de doctorat en chimie, Université Mohammed-Agdal, (2008).
- [11] R.Audinos, P.Isoard, Glossaire des termes techniques des procédés à membrane, Société française de filtration, 1986, p 142.
- [12] J-P. Brun, Procédés de séparation par membrane, 1989. p88-136.
- [13] R.W.Baker, Membrane technology and application, Jon.Wiley and Sons, Ltd, Eng England, (2004).
- [14] H.Strathmann, L.Giorno, E.Drioli, An introduction to membrane science and technology, Consiglio Nazionale Delle Ricerche, Roma, 2006.
- [15] N.Benyahia Séparation de Bi(III) et Pb(II) par membrane liquide émulsionnée. Optimisation et modélisation du procédé, thèse du doctorat en chimie, université Abou Beker Belkaid, Tlemcen, (2015).
- [16] L.Mansouri, Extraction du cadmium(II) par membranes polymères à inclusion à base de triacétate de cellulose, mémoire de magister, Université de Béjaia, 2007.
- [17] M.L. Hamlaoui, R. Kherrat, M. Marrakchi, N. Jaffrezic-Renault and A. Walcarius, Development of an ammonium ISFET sensor with a polymeric membrane including zeolite, Mater.Sci. Engin 21 (2002) 25-28.
- [18] L.Bahloul, Extraction par membrane liquide émulsionnée des colorants cationiques bleus de méthylène et méthyle violet en phase aqueuse, Mémoires de magister, Université Badji Mokhtar, Annaba.
- [19] S.Halli, extraction microfluidique de cations métalliques divalents par membrane d'affinité, Mémoire du magister en chimie, Universités de Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 2010.
- [20] E.Moamer, Purification des eaux polluées par du phénol dans un pertracteur a disques tournants. Thèse doctorat, Institut national des sciences appliquées de Rouen, 2011.
- [21] M.F.Paugam, J. Buff, Comparison of carrier-facilitated cooper (II) ion transport mechanism in supported liquid membrane and in plasticized cellulose triacetate membrane, J. Member. Sci.147, (1998), 207.
- [22] J. Draxler et R. Marr, Phenomenon and Industriel Application, Part I, Chem. Eng. Process. 20, (1986), 319-329.

## LES REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [23] Z. Ykene. Transport facilité des cations  $Zn^{+2}$  et  $Cd^{+2}$  à travers une membrane liquide Supportées (MLS) et une membrane polymère plastifiée (MPP). Thèse de magister. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 2011.
- [24] M.A.Didi, A.H.Elias, L.Meddour, M.Attou et A.Azzouz, science et technologie des agents extractants organophosphores, Office des publications universitaires, Alger, (2004).
- [25] R.P.Cahn et N.N.Li, Separation Science Technology, 9(1974)505-513.
- [26] O.Heitzsch, K.Gloe, H. Stephan et E. Weber, Solvent Extraction Ion Exchange.12 (3) (1994)475-496.
- [27] I.M.Coelhoso, T.F.Moura, J.P.S.G.Crespo et M.J.T.Carrondo, Journal of Membrane Science, 108 (1995) 231-245.
- [28] A.El Bachiri, A.Hagége et M.Burgard, Journal of Membrane Science, 121(1996)159-168.
- [29] F.Zha, A.G.Fane, C.Fell et R.Shofield, Journal of Membrane Science, 75(1992)69-80.
- [30] L.D.Nghiem, P.Mornane, I.D.Potter, J.M.Perera, R.W.Cattrall et S.D.Kolev, Journal of Membrane Science 281(2006)7-41, Review.
- [31] M.Ngoc Nguyen, Étude et caractérisation des propriétés d'absorption électromagnétique du silicium micro/nano-structuré, Thèse doctorat, Université Paris-Est, 2012.
- [32] A.Boultif, Application d'algorithmes évolutionnistes avec hybridation aux calculs des équilibres liquides-liquides dans les systèmes ternaires, Thèse de doctorat, Université Kasdi Merbah Ouargla, Algérie, 2017.
- [33] K.Yim, Comparaison de procédés d'extraction appliqués au domaine des biotechnologies blanches, Thèse de doctorat, École centrale des arts et manufactures Paris, France, 2013.
- [34] J. P.MOULIN, Génie des Procédés Génie Chimique, Opérations Unitaires Idéales, Extraction liquide-liquide, Distillation, Tome 2, Ecole centrale, Paris, 2004-2005.
- [35] A.Guerdouh, Effet du Solvant sur L'extraction Liquide-Liquide du Cuivre(II) et du Chrome(III) par L'acide Laurique et La Salicylidèneaniline, Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, 2017.
- [36] E.Drioli, A.Criscuoli, et E.Curcio, Membrane contactors: fundamentals, Applications and potentialities, 1 vol. Amsterdam, Elsevier, 2006.

## LES REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [37] N.Boucif, Modélisation et simulation de contacteurs membranaires pour les procédés d'absorption de gaz acides par solvant chimique, Thèse de doctorat, Université de Lorraine, France, 2012.
- [38] J.M.Berland, C.Juery, Les procédés membranaires pour le traitement de l'eau, Office International de l'eau(SNIDE), France, 2002.
- [39] J.Demonsant, Comprendre et mener des plans d'expériences, AFNOR, Paris Pp 175, 1996.
- [40] J.Goupy, plans d'expériences pour la surface de réponses, Ed Dunod, paris, Pp404, 1999.
- [41] J.Goupy, introduction aux plans des expériences 3<sup>ème</sup>Ed : Dunod, paris, Pp324, 2006.
- [42] J.Goury, les plans d'expérience, Revue MODUDAD, 2006.
- [43] G.sado et M.C.Sado, les plans d'expérience et l'expérimentation à l'assurance qualité, Edition AFNOR, (2000).
- [44] F.Gillon, Modilisation et optimisation par les plans d'expériences d'un moteur à commutation électroniques, Thèse de doctorat, université de Lille, 1997.
- [45] S.Krama, Application de la méthodologie des plans d'expériences et de l'analyse de données à l'optimisation des processus de dépôt, thèse de doctorat, université de limages, 2004.
- [46] A.Danion, Développement d'un réacteur à base de fibres optiques photocatalytiquement actives pour la dépollution de l'eau, Thèse de doctorat, école doctorale de chimie, Lyon, 2004.
- [47] G.E.P.Box, W.G.Hunter et J.S.Hunter, Statistics for experimenter, Edition Wiley Interscience, 1978.
- [48] J. Goupy, Introduction aux plans d'expériences, 2<sup>ème</sup> édition DUNOD, Paris, 2001.
- [49] J.Faucher, Les Plans d'expériences pour le Réglage de Commandes à base de Logique Floue, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2006.

## LES REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [50] A.Dupuy, Stabilisation de l'interface liquide-liquide dans un contacteur membranaire : Application à l'extraction sélective de terpènes oxygénés d'huiles essentielles d'agrumes, L'Institut des Sciences et Industries du Vivant et de l'environnement (AgroParisTech), 2010.
- [51] V.Kafarov, Méthodes cybernétique et technologie chimique, Ed.MIR Moscou, Russie, 1974.
- [52] P.Ozil, J.P.Caire, Introduction aux plans d'expériences, Exposes théoriques, Cours, Ed-INPG, 2002.
- [53] W.Tinson, plan d'expérience : constructuins et analyses statistiques, softcover XV 532, 2010.
- [54] I. Yahiaoui, Etude cinétique et modélisation du plan de cimentation l'argent (Ag+) dans un réacteur a lit fixe, Mémoire de magister, Université de Bejaia, 2007.
- [55] Y.Bounouri, contribution à l'étude de l'adsorption d'un colorant textile basique par un complexe argile-oxyde métallique, modélisation par la méthode des plans d'expériences, Mémoire de magister université de Bejaia, 2008.
- [56] J.Goupy, Factoriel experimental design, Detecting an outlier with the dynamic variable and the Daniel's diagram chemometrics and intelligent laboratory systems, 80 (2006) 156-16.
- [57] N.Maouche, Modélisation Optimisation du Procédé D'adsorption du Phénol dans un Réacteur Batch par les Plans D'expériences, Thèse de Doctorat en Sciences, 2012.
- [58] J-P.Brun, Procédés de séparation par membrane, 1989.
- [59] M.Sugiura, M.Kikkawa, S.Urita, Effect of plasticizer on carrier-mediated transport of zinc ions through cellulose triacetate membrane, Sep. Sci. Technol, 22, (1987), 2263-2268.
- [60] M.Sugiura, Effect of quaternary ammonium salts on carrier-mediated transport of lanthanide ions through cellulose triacetate membrane, Sep. Sci. Technol., 28, (1993), 1153-1463.
- [61] O.Kebiche-Senhadji, Sophie Tingry b , Patrick Seta b , M.Benamor, Selective extraction of Cr (VI) over metallic species by polymer inclusion membrane (PIM) using anion (Aliquat336) as carrier,258, 2010, 59–65.
- [62] S.Bey , A.Criscuoli , S.Simone , A.Figoli , M.Benamor , E.Drioli, Hydrophilic PEEK-WC hollow fibre membrane contactors for chromium (VI) removal ,283,2010, 16–24.
- [63] K.Boussu, Influence of membrane characteristics on flux decline and retention in nanofiltration, Université Leuven, Belgium, 2007.

## LES REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

[64] A.R.Khataee, M.Zarei, R.Ordikhani-Seyedlar, Heterogeneous photocatalysis of a dye solution using supported TiO<sub>2</sub> nano-particles combined with homogeneous photoelectrochemical process: molecular degradation products, *J. Mol. Catal. A Chem.* 338 (2011) 84–91.

[65] A.R.Khataee, A.Naseri, M.Zarei, M.Safarpour, L.Moradkhannejhad, Chemometrics approach for determination and optimization of simultaneous photooxidative decolourization of a mixture of three textile dyes, *Environ. Technol.* 33 (2012) 2305–2317.

## Résumé

Les techniques membranaires sont utilisées dans des différents domaines, elles permettent de réduire le volume des rejets industriels, de valoriser les déchets et séparer les polluants.

Dans le présent travail, nous avons étudié le procédé d'extraction et réextraction du Cr(VI) par des membranes polymères à inclusion à base de PVC/Aliquat336 à différents rapports.

Dans un premier temps, nous avons élaborés plusieurs membranes et les a caractériser en déterminant leurs épaisseurs, angle de contact et l'IR.

Dans un second temps, nous avons appliqué la méthode des plans d'expérience en utilisant un palan factoriel complet pour l'étude et l'optimisation des effets des différents paramètres à savoir la température, la concentration d'Aliquat336, la concentration de NaCl et la concentration du Cr(VI) ainsi que leurs interactions sur le rendement d'extraction et réextraction du Cr(VI).