



Université Mohamed Khider de Biskra  
Faculté des Sciences et de la Technologie  
**Département de Chimie industrielle**

# MÉMOIRE DE MASTER

Sciences et technologie  
**Génie des procédés**  
**Génie Chimique**

Réf. : Entrez la référence du document

---

Présenté et soutenu par :  
**Hamidi Alia**

Le : dimanche 7 juillet 2019

## **Etude expérimentale de l'effet des Sels sur l'équilibre liquide- liquide du système Ternaires : Eau+ Phénol + Xylène**

---

### **Jury :**

M.	AbdelmalekHASSEINE	Pr	<b>Université de Biskra</b>	Président
M.	Djemoui LAIADI	MCB	<b>Université de Biskra</b>	Examineur
M.	Abdelkrim MERZOUGUI	MCA	<b>Université de Biskra</b>	Rapporteur

# REMERCIEMENT

**Tout d'abord merci à Dieu de m'avoir donné la force pour terminer ce travail, et pour ses bienfaits illimités.**

Merci à mes parents qu'ils veillaient beaucoup *pendant mon long trajet d'étude.*

Mes sincères remerciements à **Dr Abdelkrim MERZOUGUI** mon encadreur pour avoir suivi ce travail de mémoire de très près, Je vous remercie pour votre confiance, vos encouragements et vos nombreux conseils dans la réalisation de ce travail.

Je suis très honoré de la présence du Dr.HASSEINE Abdelmalek président de jury et **Dr.Djemoui LAIADI** examinateur, je leur remercie pour avoir accepté de juger mon travail.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance et mes respectueux remerciements au Dr.A.SAKRI pour les encouragements et l'aide qu'ils m'ont prodigué au cours de mes études. Je voudrais remercier M<sup>me</sup> **Radial** ingénieure responsable de laboratoire et ses adjoints et tout le groupe administratif.

Un grand merci à Mr. **Ilyes** l'ingénieur de laboratoire pour son aide, son soutien et sa serviabilité.

Que soient remerciés comme il se doit, mes sœurs et mes ami(e)s mes proches, et tous ceux qui m'ont encouragé et aidé.

## *DEDECACE*

*A MON PÈRE ET MA MÈRE,*

*Mes parents, Je voudrais vous rendre un hommage mérité et vous dire combien je suis fier de l'éducation que vous nous avez donnée. Enfin ! Merci tout simplement d'être...*

*mes parents*

*A MES SOEURS,*

*Qui je sais que ma réussite est très importante pour vous. Que Dieu vous paye pour tous vos bienfaits.*

*A MON ONCLE, MES GRANDS-MÈRES,  
MES TANTES, MES COUSINS ET MES COUSINES,*

*Reconnaissance infinie.*

*A MES CHÈRES AMIES ET TOUS MES  
COLLÈGUES,*

*Continuons dans la voie de la consolidation de nos liens d'amitié.*

*Bonne chance à nous tous... Amicalement*

## LISTES DES FIGURE

### LISTES DES FIGURES :

Figure	Page
Fig.I.1.Extraction liquide-liquide	4
Fig.I.2.Principe d'extraction liquide-liquide	4
Fig.I.3.Déférents types d'extraction liquide-liquide	6
Fig.I.4.Présente ampoule	7
Fig.I.5.Présenterlenmeyemrs	7
Fig.I.6.Courbe d'équilibre en rapports massique	7
Fig.I.7.Diagramme de Janecke	12
Fig.I.8. Diagramme Triangle-Rectangle	12
Fig.II.1.Sels minéraux de Vichy	14
Fig.II.2.Cristaux de sel en gros plan	15
Fig.II.3.Taux de sel de l'eau de mer, et proportion des différents sels, dont oligo-éléments	16
Fig.II.4.Représentation schématique des théories d'hydratation	18
Fig.II.5.Représentation schématique des théories électrostatique	19
Fig.II.6.Phénomène de la solvation de l'eau avec un cation	21
Fig.II.7.Structure des molécules d'eau autour d'un cation et un anion (NaCl)	21
Fig.III.1.Chlorure de Potassium	24
Fig.III.2.Chlorure de Lithium	24
Fig.III.3.Formule de Phénol	24
Fig.III.4.Formule de xylène	25
Fig.III.4.Matériels Utiliser	26

## LISTES DES FIGURE

Figure.III.5.Les étapes initiales pour atteindre l'équilibre liquide-liquide.	28
Fig.III.6.Les courbes de distribution de phénol entre les phases E et R pour le système Eau-phénol-xylène en présence de Chlorure de sodium NaCl.	31
Fig.III.7.Les courbes de distribution de phénol entre les phases E et R pour le système Eau-phénol-xylène en présence de Chlorure de sodium NaCl.	32
Fig.III.8.Les courbes de distribution de phénol entre les phases E et R pour le système Eau-phénol-xylène en présence de Chlorure de sodium LiCl.	33
Figures .III.9.Les courbes de distribution de l'éthanol entre les phases E et R pour le système (Eau-phénol-xylène+sel), 5% fraction de sel.	34
Fig.III.10.Les courbes de distribution de phénol entre les phases E et R pour le système Eau-phénol-xylène en présence de 10%.	35
Figures. III.11.Les courbes de distribution de l'éthanol entre les phases E et R pour le système (Eau-phénol-xylène+sel), 15% fraction de sel.	35

# LISES DES TABLEAUX

---

## Liste des Tableaux :

<b>Tables</b>	<b>Pages</b>
Tableau.I.1.Applications industrielles d'extraction liquide-liquide	9
Tableau.II.1.Sources et Rôle des Principaux Sels Inorganiques	17
Tableau.III.1.Propriétés physiques de produits chimiques utilisés dans notre travail	23
Tableau.III.2. Propriété Physique et Chimique de Phénol	24
Tableau.III.3.Propriété physique et chimique de l'xylène	25
Tableau.III.4.Quantités en gramme prises pour chaque opération d'extraction	26
Tableau.III.5. La composition massique de mélange1	27

# Table de Matière

---

Remerciement	i
Dédicace	ii
Listes des figures	iii
Liste des tableaux	iv
Introduction générale	1

## **CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE SUR L'EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE :**

I.1.introduction	3
I.2. Définition :	3
I.2.1. Extraction	3
I.3.Termologie	3
I.3.1.solvant:	3
I.3.2.Diluant	3
I.3.3.Phase lourde	3
I.3.4.Phase légère	3
I.3.5.Phase aqueuse/Phase organique	3
I.4.Principe de l'extraction liquide-liquide	4
I.5.Classification des systèmes d'extraction liquide-liquide	4
I.5.1.Extraction par solvation	4
I.5.2. Extraction par échange des cations	5
I.5.3.Extraction par échange des anions	5

## Table de Matière

---

I.1.5.4.Extraction par chélation	5
I.6.Défferents types d'extraction liquide-liquide	6
I.6.1.Simple équilibre	6
I.6.2.Extraction multiple	6
I.7.Appariel liée l'extraction liquide-liquide	6
I.8.Equilibre de phase liquide	7
I.9.Application industriel de l'extraction liquide-liquide	8
I.10.Solvant	9
I.10.1.Choix- de solvant	9
I.10.2. Les Risque Liés A Utilisation Des Solvants	10
I.10.3.Protection Contre Le Risque Des Solvants	10
I.11.Evaluation de pouvoir d'extraction liquide-liquide	10
I.11.1.Coéfcient de distribution	10
I.11.2.Coéfcient de partition	10
I.11.3.Rendement où efficacité	11
I.12.Diagraime ternaire	11
I.13.Avantages et inconvénients	12
I.13.1.Avantages	12
I.13.2.Inconvénients	12
I.14.Nouvelles solutions pour une Extraction Liquide-Liquide plusEfficace et Rapide et Moins Couteuse	12
<b>Chapitre II :ETUDE DE L'EFFETS DES SELS SUR LIQUILIBRE LIQUIDE-LIQUIDE :</b>	
II-1-Introduction	14
II.2.Sels	14
II.2.1.Definition	14



## Table de Matière

---

II.2.2.Origine	15
II.2.3.Déférents types des sels	15
a-Sels raffiné	15
b-Sels rosé d'Himalaya	15
c-Sels de mer	16
d-Sels celtique	16
II.2.4.Sources et rôles des déférents sels	17
II.3.Effet de sel sur l'équilibre liquide liquide.	17
II.3.1.Définition.	17
II.3.2.Sinification générale de l'effet de Salting-out	17
II.4.Théories de L'effet de sel.	18
II. 4.1. Théorie d'hydratation.	18
II.4.2. Théorie électrostatique.	18
II.4.3.Concept des forces de van der Waals	19
II.6.Application de l'effet de sel	19
II.7. Solvation dans les solutions aqueuses des sels	20
II.7. Solvation dans les solutions aqueuses des sels	20

### **Chapitre III:Etude expérimentale et résultats obtenues**

III.Procédure expérimentale	23
III.1.Produits chimiques utilises	23
a-Phénol (le soluté)	24
b- xylène(le solvant	25
III.2.Matériels	25

## Table de Matière

---

III.3.Mode Opérateur	26
III.3.1.Préparation des solutions	26
III.3.2.procédure de travail.	27
III.4.Détermination des compositions des phases à l'équilibre	28
III.1.Composition de l'extrait	28
a. La fraction massique du diluant	28
b. La fraction massique du solvant	
c. La fraction massique du soluté	28
d. La fraction massique du sel	28
III.4.2.Composition de raffinat	29
a. La fraction massique du diluant	29
b. La fraction massique du solvant	29
c. La fraction massique du soluté	29
d. La fraction massique du sel	30
III.5.Résultats et discussions	30
III.5.1.L'extraction en présence de sel (NaCl, KCl et LiCl)	30
III.6 .Comparaison entre les sels	32
CONCLUSION GENERALE	35
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES A	
ANNEXES D	
RESUME	

# Table de Matière

---

A decorative border with a repeating floral and leaf pattern in black and white, framing the central text.

## **INTRODUCTION GENERALE**

## INTRODUCTION GENERALE

---

Le besoin de séparer des mélanges est de plus en plus important dans les industries chimiques. Avec l'intérêt croissant porté aux matières et aux carburants de la substitution, couplée à la nécessité de lutter contre la pollution de l'environnement et de recycler les produits, la diversité des types de séparation qui doivent être réalisés s'est considérablement élargie. Parmi les procédés de séparation, les plus utilisés c'est l'extraction par solvant.

Dans une telle situation, on a au moins trois constituants (les deux à séparer tiers corps, ou solvant), c'est ce qui explique l'intérêt de l'étude des équilibres liquide-liquide de mélange ternaire. [1]

L'étude des équilibres liquide-liquide pour une large variété des systèmes a toujours été un thème de recherche majeur et d'un grand intérêt. Le développement de méthodes efficaces pour la corrélation ou la prédiction des données d'équilibre est essentiel pour la conception des unités de séparation et l'optimisation des conditions de travail, de nombreux travaux de recherche ont considéré les systèmes multi composants contenant des électrolytes afin de comprendre leur comportement de phase, calculer leurs propriétés thermodynamiques et bien les représenter [2].

En effet, l'addition d'un sel à de tels systèmes cause une certaine dynamique au niveau moléculaire où les ions présents dans la solution sont généralement hydratés, engendrant ainsi un déficit de molécules d'eau, privant l'hydratation des molécules organiques. Par conséquent ces derniers sont encouragés à migrer hors du milieu aqueux, donnant ce qui connut comme étant le phénomène de « *salting-out* ». Inversement, par ajout d'un solvant polaire, les cages de solvation (hydratation) peuvent être détruites, créant une certaine disponibilité de molécules d'eau pour les molécules organiques qui deviennent hydratées, donnant cette fois le phénomène de « *salting-in* ».

Cet effet de sel peut être exploité pour agir sur les courbes de solubilité en augmentant ou en diminuant l'aire délimitée par la courbe bimodale et aussi pour influencer l'inclinaison des pentes des lignes d'attache reliant les phases en équilibre. [3]

Dans le cadre de ce mémoire nous nous sommes intéressés à l'élimination du phénol de l'eau en utilisant un solvant organique totalement immiscible. Dans laquelle on a étudiée l'effet de sel sur l'équilibre liquide-liquide du système ternaire: eau + phénol + xylène. En présence de trois sels (chlorure de sodium et potassium et lithium) à (5%,10% et 15%).

Le travail réalisé, outre l'introduction et la conclusion générale se divise en trois chapitres suivants :

## INTRODUCTION GENERALE

---

Dans le premier chapitre ; concerne une revue Bibliographique sur l'extraction Liquide – Liquide.

Le deuxième chapitre ; traite l'étude de l'effet des sels sur l'équilibre liquide-liquide du système ternaire.

Le dernier chapitre ; consacré la technique expérimentale utilisée pour l'étude des systèmes ternaires et les résultats obtenus et leurs discussions.



**CHAPITRE I :**

**REVUE BIBLIOGRAPHIQUE SUR EXTRACTION LIQUIDE -  
LIQUIDE**

### I.1.Introduction :

L'extraction liquide – liquide est un mélange de composés (soluté +diluant) +Apport d'un autre composé le Solvant  $\Rightarrow$  phases liquides (extrait +raffinat). Une des phases a tendance à s'enrichir en produit le plus soluble. [4]

Elle repose sur la différence de solubilité du soluté entre deux phases non totalement miscibles, l'une aqueuse et l'autre organique. Celle-ci est généralement constituée d'un extractant approprié assurant le rôle chimique dans le processus d'extraction mélangé avec un diluant inerte, permettant de conférer à la phase organique un comportement physique convenable L'extraction. [5]

### I.2.Définition :

#### I.2.1.Extraction :

L'extraction liquide-liquide est un procédé physico-chimique de séparation. Elle est basée sur le principe de transfert de matière d'une ou plusieurs espèces métalliques dites « soluté » entre deux phases liquides. [6]Pour que l'opération soit réalisable il est nécessaire :

- que les deux phases ne soient pas complètement miscibles.
- que leur masse volumique soitdifférente.
- qu'il n'existe pas de réactions chimiques entre les divers constituants du mélange. [7]

### I.3.Termologie :

#### I.3.1.Solvant:

Est le liquide destinée à extraire les solutés. [7]

#### I.3.2.Diluant :

C'est un composé qui n'aurait d'influence sur l'extractibilité des ions métalliques que par ces propriétés physiques conformément à la règle de Taube.[8]

**I.3.3.Phase lourde** : phase ayant la plus grande masse volumique.

**I.3.4.Phase légère** : phase ayant la plus faible masse volumique.

**I.3.5.Phase aqueuse/Phase organique** : ces termes sont liés à la nature du solvant et du diluant. [9]





Fig.I.1.Extraction liquide-liquide.

#### I.4.Principe de l'Extraction Liquide-Liquide :

Le principe est fondé sur la distribution du soluté entre les deux phases, en fonction de son affinité pour chacune d'elles.

Un composé donné en solution aqueuse est extrait par un solvant organique approprié qui piège le composé à l'interface entre la solution aqueuse et le solvant organique les entraînant dans ce dernier. Après décantation la solution aqueuse est complètement débarrassée du composé qui est piégé dans le solvant organique. [10]

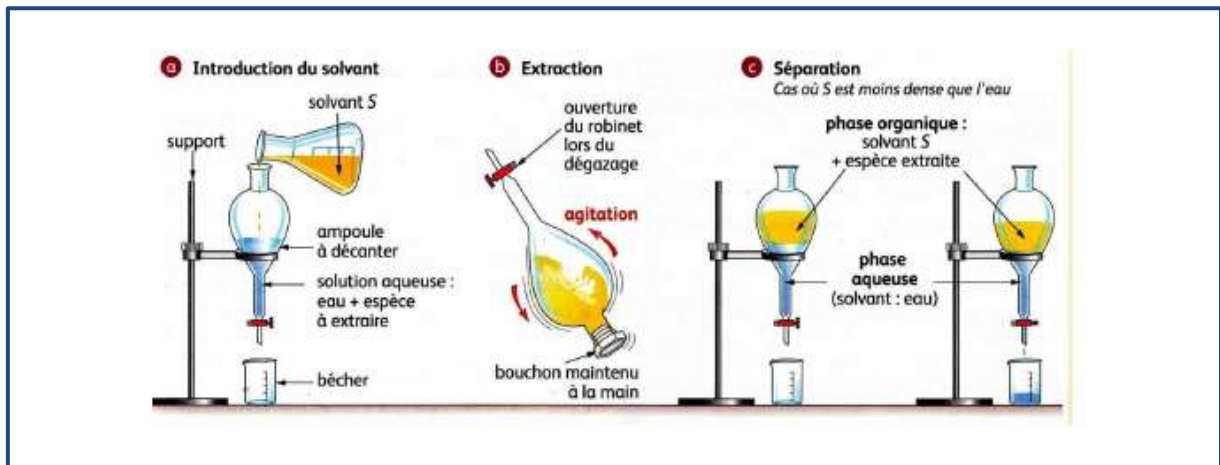


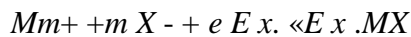
Fig-I-2-Principe d'extraction liquide-liquide.

#### I.5.Classificaion des systèmes d'extraction:

##### I.5.1. Extraction par solvatation : [6]

Un composé organique est dit solvant s'il possède un atome d'oxygène, de soufre, de phosphore ou d'azote susceptible d'engager un doublet électronique dans une liaison. Les

composés solvants les plus utilisés sont les éthers, les cétones, les alcools et les composés phosphorylés. Le mécanisme :



Où Ex: le composé organique extractant.

M<sup>+</sup> m : l'ion métallique à extraire.

X<sup>-</sup> : l'anion qui lui est associé.

### I.5.2. Extraction par échange de cations : [11]

L'extraction se produit par simple réaction de l'acide organique avec les cations métalliques de la phase aqueuse, en échangeant ces derniers avec les propres protons de l'acide.

L'extraction peut être décrite par l'équilibre général suivant:



Si on appelle  $\alpha_{MN}$  le coefficient de séparation de deux métaux M et N

### I.5.3. Extraction par échange d'anions

Certains milieux aqueux complexent les cations métalliques en formant des espèces anioniques. L'extraction peut être décrite par l'équilibre général suivant:



Avec :  $n > m$

### I.5.4. Extraction par chélation :

Dans ce cas, la molécule d'extractant fonctionne comme échangeur de cations et comme solvant. Il s'agit d'un composé comportant un groupement fonctionnel acide d'une part et un atome donneur de doublets électroniques d'autre part.

L'hydrogène acide est échangé avec le cation métallique ce qui neutralise ses charges; le groupement donneur solvate le cation et sature ses sites de coordination.

En général, si on est en présence d'un extractant acide ou chélate, on a le même équilibre:



## I.6. Différents types d'extraction liquide-liquide :

Il existe plusieurs manières de réaliser un système d'extraction liquide-liquide :

### I.6.1. Simple équilibre

On réalise l'équilibre entre deux phases miscible par agitation, puis séparation des deux liquides mécaniquement. Cet équilibre peut être une simple extraction, une déextraction ou un lavage.

### I.6.2. Extraction multiple

La réalisation de ce mode peut être soit continue soit discontinue.

a. **Extraction discontinue:** on fait subir à la phase aqueuse des extractions successives, on utilise à chaque fois une phase organique neuve.

b. **Extraction continue:** elle peut être réalisée par le passage continu du solvant organique à travers la solution aqueuse immobile.

c. **Extraction chromatographique:** la phase liquide mobile est une phase aqueuse. Elle est plus polaire que la phase stationnaire qui est une phase organique adsorbée par un support hydrophobe et poreux.[8]

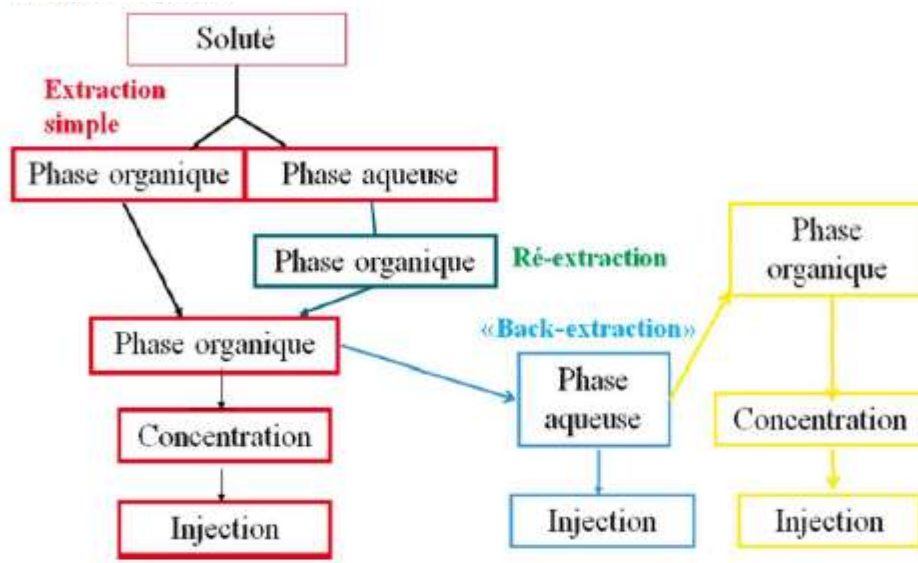


Fig.I.3. Différents types d'extraction liquide-liquide.

## I.7. Appariels liés à l'Extraction Liquide-liquide :

- Ampoule à décanter
- Bouchon
- Support à ampoule
- Entonnoir
- Cylindre gradué
- Erlenmeyers.[12]

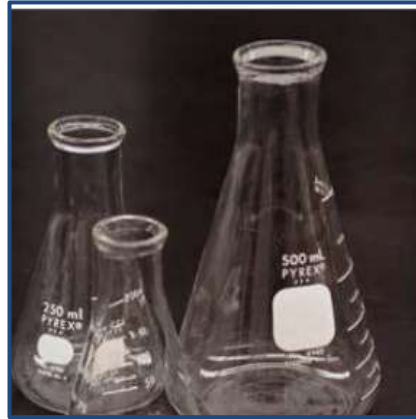


Fig.I.4.Présente ampoule.Fig.I.5-Présenter lenmeyemrs.

### I.8.Equilibre de phases liquides :

La connaissance et la maîtrise du calcul des équilibres de phases sont primordiales pour les procédés industriels qui mettent en jeu un contact entre deux ou plusieurs phases. Avant l'atteinte de l'état d'équilibre, un transfert de matière a lieu entre les phases en contact, jusqu'à ce qu'il y'ait égalité des potentiels chimiques des espèces présentes dans la solution. [13]

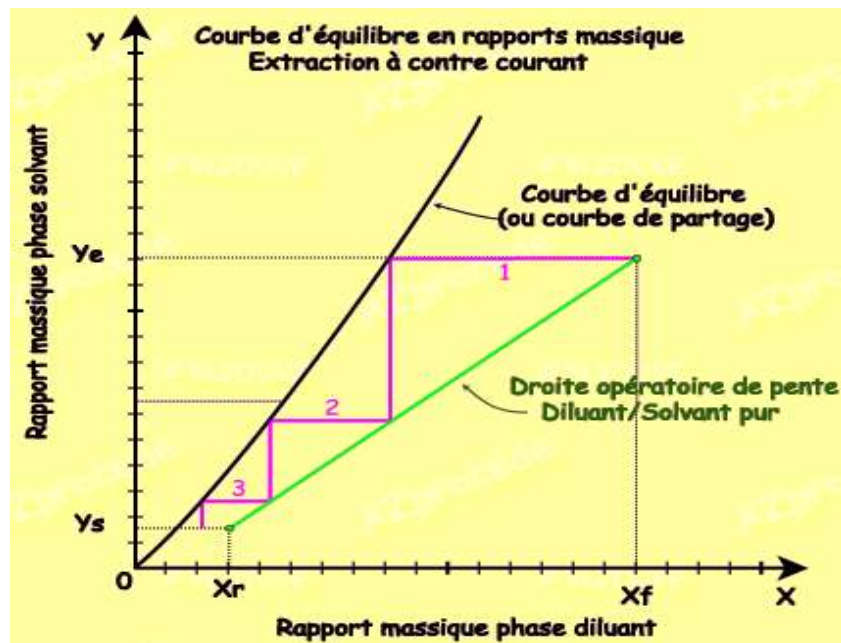


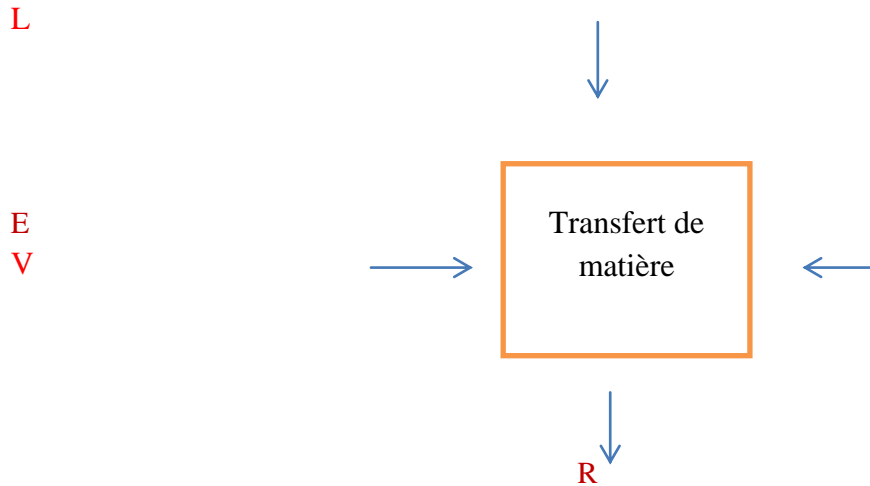
Fig.I.6.Courbe d'équilibre en rapports massique.

L'extraction liquide-liquide peut être représentée par un seul équilibre, ne faisant intervenir que les espèces majoritaires. [6]

**Notion : [16]**

**Transfert de matière**

A : diluant ; B : solvant ; C : soluté



Entrées :

$L = A_0 + C_0$ ,  $V = B_0 (+C)$  selon le système étudié.

Sorties :

$R = A + (C \text{ en moins}) (+B)$

$E = B + (C \text{ en plus}) (+A)$  en fonction de la solubilité.

**I.9. Application industriel 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.

Le tableau donne une vue schématique des différentes applications dans les Industries. [11]

**Tableau.I.1.Applications industrielles d'extraction liquide-liquide : [13]**

<b>Applications et Etat d'Activités de L'Extraction Liquide-Liquide</b>					
<b>Industrie</b>	<b>Pétrochimique</b>	<b>Chimique</b>	<b>Alimentaire et pharmaceutique</b>	<b>Métallurgique</b>	<b>Environnementale</b>
<b>Application</b>	* Production d'aromatiques *Purification du Pétrole * Alkylation	* Synthèse de polymères Fibres, Pesticides, Herbicides	* Récupération des antibiotiques et Vitamines * Purification des Produits génétiques	* Récupération et purification des métaux	* Traitement des eaux polluées * Récupération et recyclage de sous produits.
<b>Activités</b>	Optimisation de Procédés	Optimisation et développement du procédé	Optimisation et développement du procédé	Recherche de solvants plus efficaces	Optimisation et développement du procédé

## **I.10.Solvant :**

### **I.10.1.Choix de solvant :**

- Le solvant extracteur et l'eau ne sont pas miscibles (ils forment 2 phases)
- le solvant extracteur ne doit pas réagir chimiquement avec l'espèce à extraire.
- Avant d'utiliser un solvant, il faut étudier son étiquette pour prendre les précautions nécessaires et manipuler en toute sécurité.
- le solvant extracteur est choisi de telle sorte que l'espèce chimique à extraire y soit le plus soluble possible.[14]

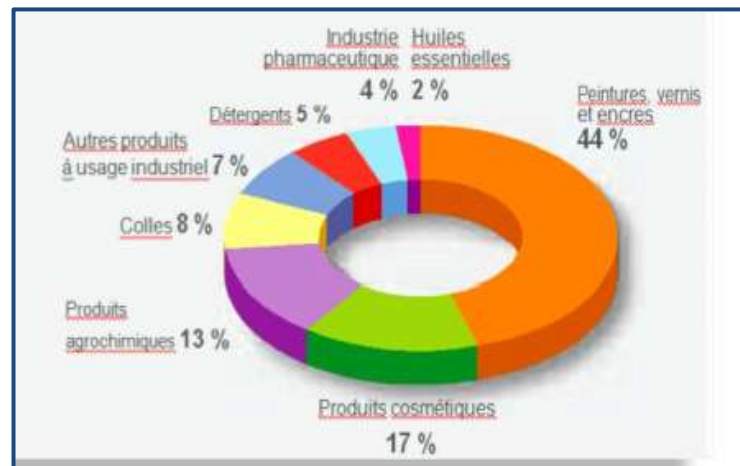


Fig.I.7.Exemple d'utilisation des solvants dans l'industrie.

### I.10.2.Les Risques Liés à Utilisation Des Solvants :

- ❖ Compte tenu de leur affinité pour les organes riches en graisse (système nerveux, foie, reins) et de leur volatilité, les solvants pénètrent très facilement dans l'organisme par voie cutanée et respiratoire mais également digestive suite à une absorption accidentelle.
- ❖ À l'exception des hydrocarbures halogénés, tous les solvants sont inflammables à des degrés différents. Leurs vapeurs peuvent former avec l'air des mélanges susceptibles d'exploser en présence d'une flamme, d'une étincelle ou d'une source de chaleur.
- ❖ L'utilisation, l'élimination et les déversements accidentels de solvants participent à la pollution de l'atmosphère, du sol et de l'eau. Par leur volatilité. [15]

### I.11.3.Protection Contre Le Risque Des Solvants:

- On préférera un procédé de nettoyage associant des ultrasons à un nettoyage aprotant.
- On remplace le n-hexane (autrefois utilisé dans certaines colles de chaussures) par du cyclohexane ou du n-heptane.
- Dans les peintures de carrosserie, les éthers de glycol de la série P remplacent ceux de la série E. [15]

### I.12.Evaluation du pouvoir d'extraction liquide-liquide :

#### I.12.1.Coefficient de Distribution :

En pratique, pour caractériser un équilibre de partage et évaluer le degré d'extraction on utilise le coefficient de distribution D, son expression est la suivante :

$$DM = \frac{\sum M_{org}}{\sum M_{aq}}$$

Avec,

$M_{aq}$  : concentration à l'équilibre de l'espèce métallique en phase aqueuse, en mol/L,

$M_{org}$  : concentration à l'équilibre de l'espèce métallique en phase organique, en mol/L.

-Une extraction dite faible ( $D < 1$ ).

- Une forte extraction ( $D \gg 1$ ). [11]

### I.12.2. Coefficient de partition : [6]

Le coefficient de partition " P " est donné par la relation suivante :

$$P = \frac{M_{aq}}{M_{org}} = \exp(D \mu_i / RT)$$

Où

$D \mu_i$  : représente l'énergie de transfert du soluté " i " d'une phase à l'autre.

$A_i$  : l'activité de l'espèce i.

La relation entre l'activité et la concentration est donnée par la relation:

$$A_i = g \times C_i$$

g: coefficient d'activité.

$C_i$ : concentration de l'espèce i.

$$P = \frac{C_{aq}}{C_{org}}$$

### I.1.3. Rendement ou efficacité de l'extraction :

Le pourcentage d'extraction (EM) est défini comme la fraction de composé M en phase organique à l'équilibre par rapport à la quantité totale de ce composé mise en jeu dans le système et s'exprime en pourcentage (%).

$$EM (\%) = 100 \frac{[M]_{org} V_{org}}{[M]_{aq} V_{aq} + [M]_{org} V_{org}}$$

$V_{aq}$  et  $V_{org}$  : sont les volumes de la phase aqueuse et organique, respectivement. [16]

### I.13. Diagramme de phase Ternaire :

Il y a plusieurs façons de représenter des mélanges à 3 constituants :

Diagramme triangulaire équilatéral, diagramme triangulaire rectangle, diagramme de distribution, diagramme de sélectivité, diagramme de Janecke.



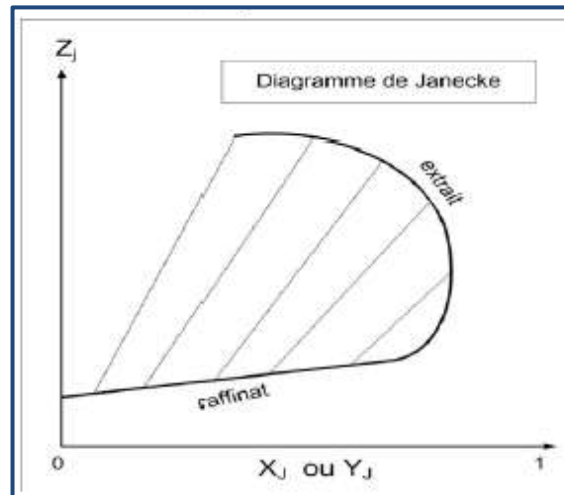


Fig.I.8. Diagramme de Janecke.

On utilisera le diagramme triangulaire rectangle et le diagramme de distribution. On cherchera à représenter à température et pression constantes, des mélanges de trois constituants (A, B, C) pouvant se trouver dans une même phase ou deux phases en équilibre. [7]

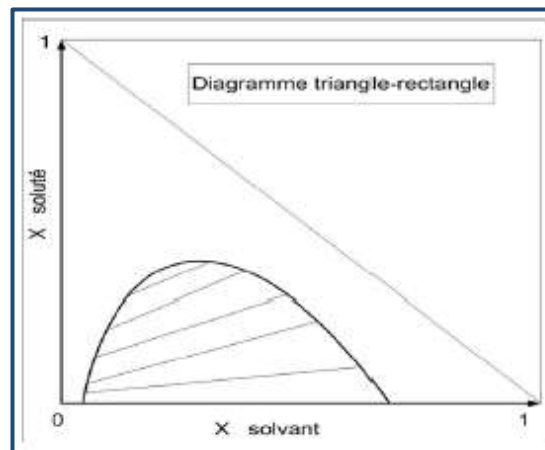


Fig.9. Diagramme Triangle-Rectangle.

## I.14. Avantages et Inconvénients d'extraction liquide-liquide :

### I.14.1. Avantages :

- permet de travailler à basse température.
- Permet la séparation de produits ayant des volatilités très proches
- les équipements peuvent être compacts et très performants
- les expérimentations au laboratoire sont faciles.
- Il demande moins d'énergie que la distillation dans le cas de la récupération de produits lourds (à point d'ébullition élevé).[4]

### **I.14.2. Inconvénients :**

- Multiplication des étapes d'extraction pour obtenir un rendement optimum.
- Traces d'éluant dans le raffinat qui nécessite un traitement supplémentaire de l'échantillon.
- Difficultés d'émulsion qui ne permet pas la récupération de 100% de l'extrait. [17]
- La toxicité des solvants : les solvants sont des produits toxiques dont il faut se protéger par le port de gant adaptés (nitrile), de lunettes, et qui nécessitent des manipulations sous une hotte.
- Difficultés d'extraire les molécules très polaires de par les caractéristiques chimiques des solvants organiques (polaire, apolaire). [12]

### **I.15. Nouvelles solutions pour une Extraction Liquide-Liquide plus Efficace et Rapide et Moins Couteuse :**

Pour pallier ces problèmes, les industriels ont développé de nouvelles solutions permettant l'extraction liquide-liquide sur un support solide constitué de terres de diatomées.

Après le dépôt de l'échantillon, l'éluant, constitué de préférence à 100% d'eau est alors absorbé sur le support solide, telle de l'encre sur un papier buvard. Au bout de quelques minutes, le solvant d'extraction est additionné à la colonne. L'extrait récupéré est dépourvu de traces d'éluant.

L'extraction devient plus rapide, efficace, les volumes d'extraits à évaporer sont plus faibles. [17]



**CHAPITRE II :**

**ETUDE DE L'EFFET DES SELS SUR L'ÉQUILIBRE**

**LIQUIDE-LIQUIDE**

## II.1.Introduction :

La présence du sel dans la phase liquide a une influence substantielle sur l'équilibre du système et peut provoquer l'effet « salting-out » ou l'effet « salting-in », cette dernière effet peut utiliser pour récupérer des sels à partir des solutions aqueuses concentrées.

Cependant, une attention limitée est donnée pour appliquer ce phénomène dans les opérations industrielles. En fait, relativement peu de données ont été réalisées sur l'effet des divers sels sur l'extraction des non-électrolytes à partir de la solution aqueuse. [1]

## II.2.Les Sels :

### II.2.1.Définition :

Le sel de qualité alimentaire est un produit cristallin se composant principalement de chlorure de sodium, provenant de marais salants, de sel gemme ou de saumures provenant de la dissolution de sel gemme et répondant aux spécifications suivantes :

- chlorure de sodium : pas moins de 94 % de l'extrait sec, non compris les additifs ;
- cuivre : pas plus de 2 mg/kg ;
- plomb : pas plus de 2 mg/kg ;
- arsenic : pas plus de 0,5 mg/kg ;
- cadmium : pas plus de 0,5 mg/kg ;
- mercure : pas plus de 0,1 mg/kg.

La dénomination de vente du sel de qualité alimentaire.[18]



**Fig .II.1.Sels minéraux de Vichy.**

### II.2.2.Origine :

sel, d'origine marine, peut être extrait de la mer, de la saumure, c'est-à-dire d'eau chargée en sel ou de gisements fossiles (gemme de sel). Le sel marin est récolté (cueilli) dans des marais salants, comme à Guérande ou à Salin-de-Giraud ou bien encore sur l'île d'Oléron. Le sel fossile ou sel gemme est extrait des mines de sel, comme à Bex en Suisse, Varangéville en France, ou Wieliczka en Pologne. Le sel de saumure est extrait par l'évaporation de l'eau. Cette évaporation peut être naturelle ou provoquée par l'homme qui chauffe l'eau salée. Ce sel se nomme sel indigène.[18]

### II.2.3.Différents Types des Sels : [19]

Les sels sont présentés en différents types selon la texture, la couleur, et autres critères :

#### a. Sel Raffiné :

Nommé également le sel de table, le sel raffiné se caractérise par son côté raffiné et blanc suite à l'opération de raffinage ce qui rend le sel en manque de ses minéraux.

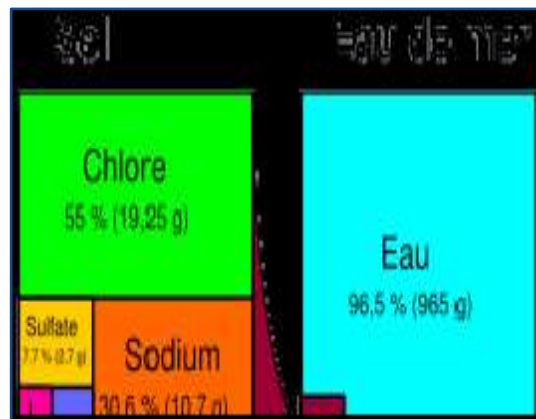


Fig.II.2.Cristaux de sel en gros plan.

#### b.Sel Rose d'Himalaya :

Originaire du Pakistan, le sel rose d'Himalaya a une structure de roche avec une coloration rosâtre, ce sel est assez riche en minéraux essentiels pour le corps à savoir le magnésium, le potassium et le calcium.

**c.Sels de Mer** :est issu de système d'évaporation de l'eau ce qui nous permet de déduire que ce sel connaît de raffinage avec un niveau assez bas pour son extraction, un sel cristallisé en couleur blanche.



**Fig.II.3.** Taux de sel de l'eau de mer, et proportion des différents sels, dont oligo-éléments.

#### **d.Sel Celtique :**

Originnaire de France, ce sel est issu de système d'évaporation d'eau mais qui garde un peu d'eau même après le raffinage d'où l'effet humide qu'on ressent et pour sa couleur, elle est de grisâtre.

## II.2.4.Source et Rôle des principaux sels : [20]

Tableau.II.1.Sources et Rôle des Principaux Sels Inorganiques :

Sels inorganiques	Principales Sources	Rôle
Calcium	Produits laitiers, amandes, légumes, certaines eaux.	-Constituant essentiel des os et des dents. -fonctionnement des muscles, du cœur..
Magnésium	Cacao, chocolat, fruits secs, légumes secs.	-formation des anticorps. -action de nombreux enzymes.
Sodium	Sel, biscuits, olives, fromage...	-hydratation des cellules.
Fer	Moules, jaune d'œuf, levure..	-constitution de l'hémoglobine et de nombreux enzymes.
Cuivre	Foie, légumes secs, poissons.	-intervient dans la synthèse des protéines.

## II.3.Effets des Sels sur l'Equilibre Liquide-Liquide :

### II.3.1.Définition :

L'addition d'un électrolyte (sel) dans une solution aqueuse contenant un nonélectrolyte (soluté) peut provoquer un changement de la solubilité de ce dernier, ce phénomène est connu comme l'effet de sel «*salting effect*». Ainsi, il peut y avoir une augmentation ou une diminution de la solubilité du non-électrolyte avec l'augmentation des concentrations du sel ajouté. Cette augmentation ou diminution sont connues sous le nom de l'effet «*salting-out*» et l'effet «*salting-in*», respectivement.[3]

### II.3.2.Sinification Générale de l'Effet de Salting-Out :

Le phénomène «*salting-out*» est d'intérêt fondamental, son étude peut fournir plusieurs d'information d'importance théorique à comprendre la nature complexe d'interaction entre les ions et les molécules du solvant. Puisque le «*salting-out*» augmente la récupération des solutés, il a tout à fait beaucoup d'application industrielle. Par exemple, il employé pour la

purification des produits chimiques (synthétiques et semi-synthétiques), pharmaceutiques, pétrolière et la purification des enzymes.[1]

## II.4. Théorie de l'Effet de sels :

### II.4. Théorie de l'hydratation :

D'après Rothmundle salting out serait dû à une attraction préférentielle entre les ions et les molécules d'eau selon le concept que chaque ion est entouré de molécules d'eau et n'a pas d'effet sur les propriétés solvates du reste de l'eau. Ceci signifie que les nombres d'hydratation déduits des expériences de salting out seront indépendants de la nature du non –électrolyte, ce qui n'est pas vrai. De plus, l'hypothèse de Rothmund ne permet pas d'expliquer le salting in. Ce modèle ne peut aider à expliquer les variations dans les effets des différents sels sur les solutés non polaires, mais permet d'expliquer quelques effets relatifs dans le cas d'une série de solutés polaires.[2]

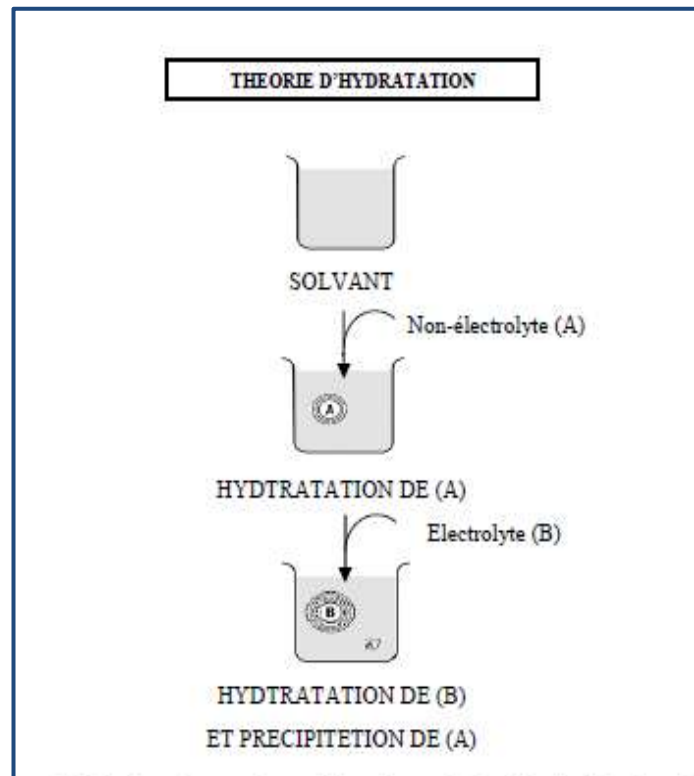


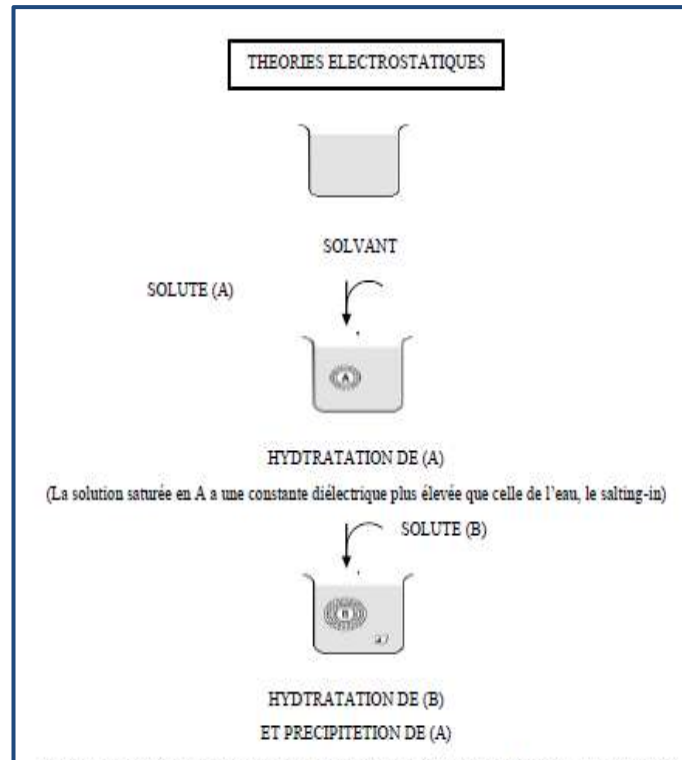
Fig.II.4.Représentation schématique des théories d'hydratation.

### II.4.2.la théorie électrostatique :

La théorie électrostatique qui considère seulement l'action des forces coulombiennes et omet d'autres facteurs, a été utilisée par Debye et McAulay [21] pour calculer l'énergie libre partielle d'une molécule relativement au solvant pur. En raison de la simplification et des approximations faites dans sa dérivation, l'équation de Debye – McAulay est limitée et peut être considérée seulement comme première approximation. Butler [22] ont utilisé un modèle



similairement simplifié et ont obtenu une équation pratiquement identique à celle de Debye et McAulay. De plus Debye et Harned [23-24] tenant compte de l'hétérogénéité du mélange de l'eau et du corps dissous neutre, ont exprimé toute l'énergie libre du système, y compris la contribution due au champ de l'ion, en fonction de la distance de l'ion.



**Fig.II.5** Représentation schématique des théories électrostatique.

### II.4.3. Concept des forces de van der Waals :

Les théories des interactions électrostatiques entre un ion et une molécule neutre font intervenir des forces à courte portée. Ces forces varient en  $1/r^4$  ( $r$  rayon de la molécule du non-électrolyte). Ceci laisse penser que d'autres types de forces de dispersion peuvent jouer un rôle et même être responsables d'effets spécifiques des ions.

Linderstrom-Lang [25] a observé une corrélation entre les différences de salting out des ions et les variations de leurs réfractances molaires. Plus tard Kortum [26] a suggéré que les forces de Van der Waals pourraient être responsables du salting in pour de gros ions. Une suggestion plus spécifique sur le rôle des forces de dispersion a été étudiée récemment par McDevit et Long.

### II.5. Application de l'Effets des Sels :

L'effet de sel sur l'équilibre liquide-liquide a connu un grand développement, de par l'importance de ce phénomène et leurs applications dans divers secteurs :

industriel, agricole, médical...etc. Ceci est aussi démontré par le grand nombre de travaux de recherches scientifiques menés au cours, qui sont rapportés dans la littérature et qui font intervenir ces espèces électrolytes.

Cependant, l'effet de sel sur la distribution du soluté entre deux phases liquides dans les opérations d'extraction a suscité peu d'attention où le seul travail sur l'utilisation de la solution de sel est dû à Meissner et al qui ont étudié la déshydratation extractive d'une solution de méthylethylcétone dans l'eau par le chlorure de calcium. Ce type d'étude peut être d'une signification importante dans de tels systèmes où le soluté préfère la phase aqueuse à la phase organique. Ramana Rao et Subba Reddy et al, Narayana et al ont étudié l'effet de chlorure de sodium, chlorure de calcium, chlorure d'ammonium et sulfate de potassium sur la distribution de l'acide acétique entre la phase aqueuse et la phase de benzène. Dans le système étudié, l'augmentation de la concentration du soluté dans la phase du solvant s'est produite avec l'augmentation de la concentration en sel entre 10% et 20%. Les résultats ont montré que l'addition des sels peut changer favorablement la sélectivité d'un solvant.[3]

## II.6. Solvation dans les Solutions Aqueuses des Sels :

La figure suivante est un schéma explicite du phénomène de la solvation des ions dans l'eau, où on voit bien les liaisons entre l'ion et les molécules d'eau, ainsi que les liaisons hydrogène créées entre les molécules du solvant. Les cavités d'hydratation sont également représentées, qui ne sont d'autres que les différentes couches de solvation. [27]

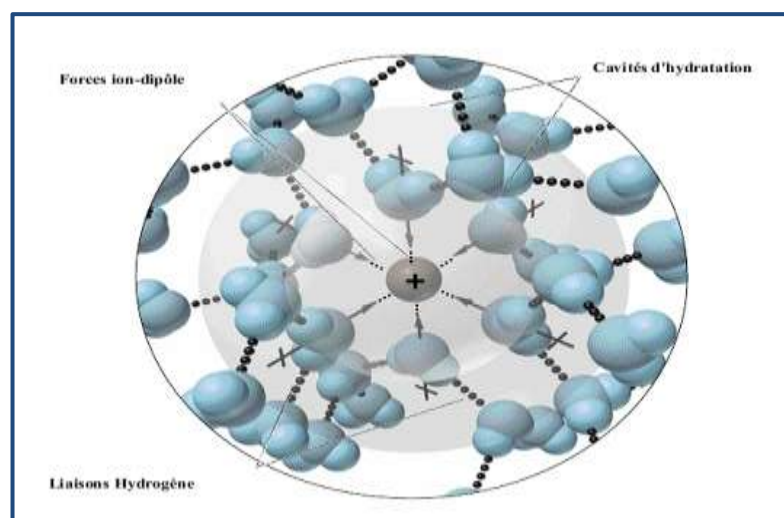


Fig.II.6. Phénomène de la solvation de l'eau avec un cation.

Le cation attire les molécules d'eau par leur partie négative (c'est à dire par l'oxygène), tandis que l'anion les attirent par leur partie positive (c'est à dire hydrogène).

La configuration microscopique des ions dans une solution aqueuse a permis de montrer que les molécules d'eau approchent les cations par leurs atomes d'oxygène, tandis qu'elles approchent les anions par leurs atomes d'hydrogène.

solvatation est d'autant plus importante que les ions sont petits, ayant ainsi un effet sur la structure de la solution, mais également sur leur diffusion

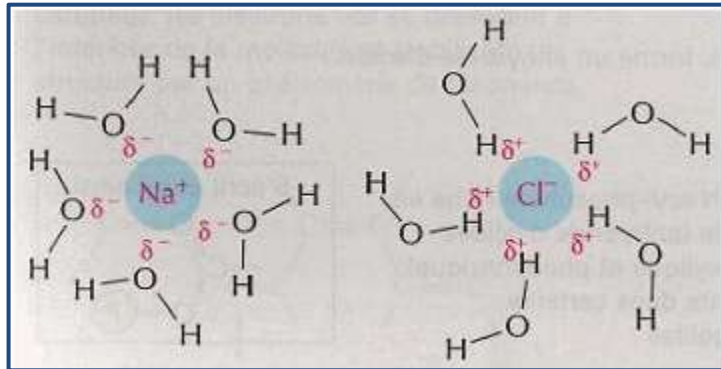


Fig.II.7. Structure des molécules d'eau autour d'un cation et un anion (NaCl).

## II.7.Aspect thermodynamique :

### II.7 .1.Potentiel chimique :

Dans un system ouvert, les fonctions thermodynamiques ne dépendent pas seulement de la pression et de la température mais aussi de la variable nécessaire pour décrire la taille du système et sa composition. Le développement du second principe de la thermodynamique a conduit à attribuer une importance particulière à la fonction énergie libre. Ce point de vue sera confirmé quand on aura établi que l'énergie libre molaire partielle n'est autre que le facteur de tension qui règle les variations de composition, de même que la température règle les échanges de chaleur, par exemple.

Le problème des équilibres de phases est exprimé mathématiquement par le

biais du potentiel chimique " $\mu_i$ " d'un composant "i" qui est défini par Gibbs :

$$\mu_i = \left( \frac{\partial G}{\partial n_i} \right)_{P,T,n_{(s)}} \dots \dots \dots \text{II-1}$$

Où G est l'énergie libre de Gibbs de la solution.

Le potentiel chimique est donné sous forme intégrée par :

$$\dots\dots II-2 \quad \mu_i = \mu_i^0 + RT \ln \left( \frac{f_i}{f_i^0} \right) = \mu_i^0 + RT \ln a_i$$

Où  $\mu_i^0$  et  $f_i^0$  sont respectivement, le potentiel chimique et la fugacité à l'état standard, le rapport  $\frac{f_i}{f_i^0}$  est appelé activité  $a_i$  du constituant  $i$ . [9]

### II.7.2. Coefficient d'activité moyen : [2]

Malgré des discussions récentes concernant l'activité d'un ion isolé, la mesure de l'activité individuelle d'un ion reste impossible à cause de la présence automatique d'un contre ion.

Ainsi, les valeurs mesurées de l'activité sont souvent des valeurs moyennes. C'est ainsi que l'on utilise fréquemment le coefficient d'activité moyen.

$$\text{Ln } y_{\pm} = V_+ \text{Ln } y_{++} + V_- \text{Ln } y_{-} / (V_{++} + V_-) \dots\dots\dots II-3. [2]$$



**CHAPITRE III :**

**PARTIE EXPÉRIMENTALE ET RÉSULTATS OBTENUES**

**III. Procédure expérimentale :**

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à étudier l'équilibre liquide-liquide des systèmes ternaires (eau + phénol + xylène).

Ainsi que les systèmes semi-quaternaires (eau + phénol + xylène + sel (NaCl, KCl et LiCl)) à 25°C et pression atmosphérique.

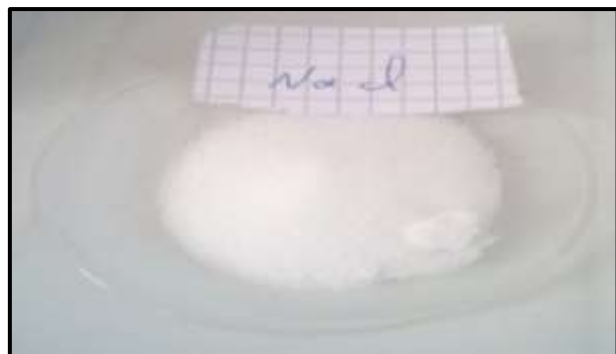
Le coefficient de distribution et le facteur de séparation ont été calculés pour étudier l'efficacité de l'extraction des solvants xylène pour la séparation de phénol à partir des solutions aqueuses.

**III.1. Produits chimiques utilisés :**

Le tableau ci-dessous présente quelques propriétés physiques des produits chimiques purs utilisés dans notre travail.

**Tableau.III.1.** Propriétés physiques de produits chimiques utilisés dans notre travail :

<b>Produits chimiques</b>	<b>Pureté (%)</b>	<b>Point d'ébullition (C°)</b>	<b>Densité (d)</b>	<b>Masse molaire (g/mol)</b>	<b>Etat physique</b>
Eau distillé	/	100	1	18	liquide
Phénol	/	181.8	1.07	94.11	Liquide-solde
Xylène		144.4	0.88	106.16	liquide
Chlorure De sodium NaCl	99.5	810	2.17	58.5	Solide, cristaux cubiques
Chlorure De potassium KCl	99.5	770	/	74.5	Solide, cristaux cubique
Chlorure de lithium LiCl	/	1360	/	42.394g/mol	Solide, cristaux cubique



**Fig.III.1.**Chlorure de Potassium.

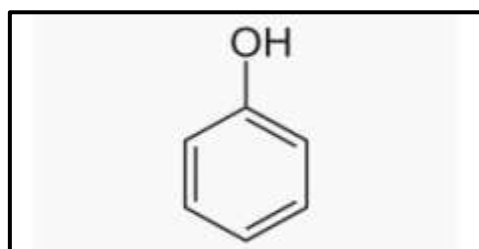


**Fig.III.2.**Chlorure de Lithium.

### a. Phénol (le soluté):

Le phénol, appelé aussi hydroxy benzène, acide phénique, ou encore acide carbolique, est composé d'un noyau phénylène et d'une fonction hydroxyle. [28]

Il est partiellement miscible à l'eau au-dessous de 70C°, totalement miscible à température plus élevée. [29]



**Fig.III.3.**Formule de Phénol.

#### ➤ Quelques propriétés physiques et chimiques :

**Tableau.III.2.-**Propriété Physique et Chimique de Phénol.

Formule brute	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O
Moment dipolaire	1,224+- 0,008 D
T fusion	43C°
Solubilité	76,04 g/l
T ébullition	182C°
Diamètre moléculaire	0,557 nm

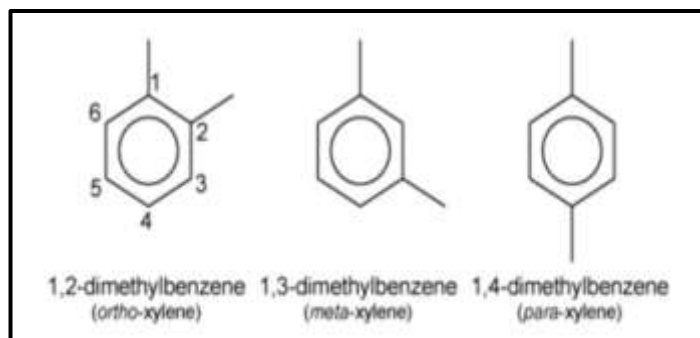
#### ➤ Utilisation :

- Les deux tiers de la production de phénol sont utilisés pour produire des plastiques.
- En parfumerie : thymol, eugénol, vanilline, etc.
- Il est utilisé pour la production de papier. [28]

### b-.xylène(le solvant) :

Le xylène ou diméthylbenzène est un groupe d'hydrocarbures aromatiques dérivés méthyles du benzène.il est représenté par trois isomères structuraux :

1,2-diméthylbenzène, 1,3-diméthylbenzène et 1,4-diméthylbenzène (appelés respectivement ortho, méta et para-diméthylbenzène).



**Fig.III.4.**Formule de l'xylène.

#### ➤ Quelques propriétés physiques et chimiques :

**Tableau.III.3.**Propriétés physiques et chimiques de l'xylène. [30]

<b>Température de fusion</b>	-47,87 C (m-xylène) et 13,26C°(p-Xylène).
<b>La densité</b>	0,87
<b>L'odeur du xylène</b>	Détectable pour des concentrations de l'ordre de 0,08à 3,7 ppm.
<b>Point critique</b>	357,18C°-343,9C°
<b>Paramètre de solubilité</b>	18 MPA

#### ➤ Utilisation :

1. Il est utilisé comme solvant, notamment en tant que céruménolytique.
2. Il est aussi utilisé par les industries de l'impression, du cuir.
3. Il est utilisé comme réactif de départ pour la production d'acide téréphtalique.

[30]

### III.2. Matériels :

- Balance électrique (EMB 600 2) avec une précision 0.01 g.
- Agitateur (Nahita Modèle 690).
- Burette (Nahita).
- Réfractomètre (modèle 2WAJ).
- Ampoule à décanté (Nahita) de 100 ml.



- Becher, support, barre magnétique, Phénol.



**Fig.III.4.**Matériels Utiliser.

### III.3.Mode Opérateur :

#### III.3.1.Préparation des solutions :

Pour chaque sel on prend trois fractions: 5% et 10%et 15% de la phase aqueuse.

A chaque fois (fraction) on fait varier les quantités des constituants : Le diluent, le soluté et le solvant. Etant donné que la fraction du sel est déterminée par rapport à la phase aqueuse et que le poids de cette dernière varie à chaque reprise donc la masse de sel varie par conséquent.

**Tableau .III.4.** Quantités en gramme prises pour chaque opération d'extraction :

Le Diluant(A)	Le Soluté(B)	Le Solvant(S)	Le Sel(C)
60	20	20	(5, 10, 15)% de A
58	17	25	(5, 10, 15)% de A
57	13	30	(5, 10, 15)% de A
55	10	35	(5, 10, 15)% de A
50	10	40	(5, 10, 15)% de A
45	10	45	(5, 10, 15)% de A

Les mesures sont faites de la même manière et même procédure pour toutes les opérations d'extraction, prenant alors à titre d'exemple le premier mélange :

Pour une solution de 100g ;

Mélange 01 :

Tableau .III.5 : La composition massique de mélange1.

Diluant(A)	Soluté(C)	Solvant(B)	Sel(S)
60%	20%	20%	5% de A
57g	20 g	20 g	3 g

Sel :  $m_S = 60 * 0,05 = 3g$

Diluent : Eau :  $m_A = 60 - 3 = 57g$

Soluté : Phénol :  $m_C = 20g$

} Charge (phase aqueuse) = 80g

Solvant: Xylene:  $m_B = 20g$

Solvant (phase organique) = 20g

Ainsi sont préparés tous les mélanges dont les compositions sont données dans le tableau III-4

III.3.2. procédure de travail:

Des quantités connues de solvant(xylène), de l'eau et du sel sont bien déterminée et mélangées dans un bécher à une température et pression atmosphérique.

Le mélange est agité pendant une heure sans sel et 2 heures avec sel jusqu'à dissolution complète du sel sur un agitateur magnétique et après 10 heures au repos dans des ampoules à décanter, les deux phases sont alors séparées par décantation.

Les différentes étapes précédentes sont rassemblées dans la figure (III-4) :



1° Détermination des masses.

2° Agitation.

3° Décantation.

Figure.III.5.Les étapes initiales pour atteindre l'équilibre liquide-liquide.

### III.4.Détermination des compositions des phases à l'équilibre : [9]

#### III.4.1.Composition de l'extrait :

##### a. La fraction massique du diluant :

L'eau, étant immiscible avec xylène, n'existe pas dans la phase extrait ;

$$x_A^E = 0$$

----- 2III-

##### b. La fraction massique de Solvant

$m^E$ : Masse totale d'extrait.

$$x_B^E = \frac{m_B^E}{m^E}$$

----- III-

$m_B^E$  : Masse de solvant dans la phase extrait, elle ne varie pas (immiscible avec l'eau) ; on prend alors la masse initiale du solvant.

##### c.La fraction massique du soluté :

$$x_C^E = \frac{m_C^E}{m^E}$$

----- III-3

$m_C^E$  :Masse de soluté dans la phase extrait.

En considérant que la phase organique ne contient que le solvant et la quantité extraite du soluté, on écrit :

$$m^E = m_C^E + m_B^E \text{ cela donne : } m_C^E = m^E - m_B^E$$

L'équation III- 3 s'écrit alors comme suit :

$$x_C^E = \frac{m^E - m_B^E}{m^E}$$

----- III-4

##### d.La fraction massique du sel :

Le sel ne se dissout pas dans la phase organique, la teneur de cette dernière en sel sera alors nulle.

$$\boxed{x_S^E = 0.} \quad \text{----- III-5}$$

### III.4.2. Composition de raffinat :

#### a. La fraction massique du diluent :

$$x_A^R = \frac{m_A^R}{m^R} \quad \text{----- III-6}$$

:Masse totale de raffinat

$m_A^R$  : Masse de diluant dans la phase raffinat ; elle reste invariable car les phases sont immiscibles, on prend alors la masse initiale de l'eau.

#### b. La fraction massique du solvant :

$$\boxed{x_B^R = 0.} \quad \text{----- III-7}$$

Le solvant n'existe pas dans la phase raffinat à cause de son immiscibilité totale avec l'eau.

#### c. La fraction massique du soluté :

$$\boxed{x_C^R = \frac{m_C^R}{m^R}} \quad \text{----- III-8}$$

$m_C^R$  : Masse de soluté dans la phase raffinat ; La quantité de phénol, par le fait de l'extraction, est distribuée entre les deux phases aqueuse et organique ; la masse totale de soluté sera alors la somme, on écrit :

$$m_C = m_C^R + m_C^E \text{ cela donne } m_C^R = m_C - m_C^E$$

L'équation III-8 s'écrit alors comme suit :

$$\boxed{x_C^R = \frac{m_C - m_C^E}{m^R}} \quad \text{----- III-9}$$

### III.5.Résultats et discussions :

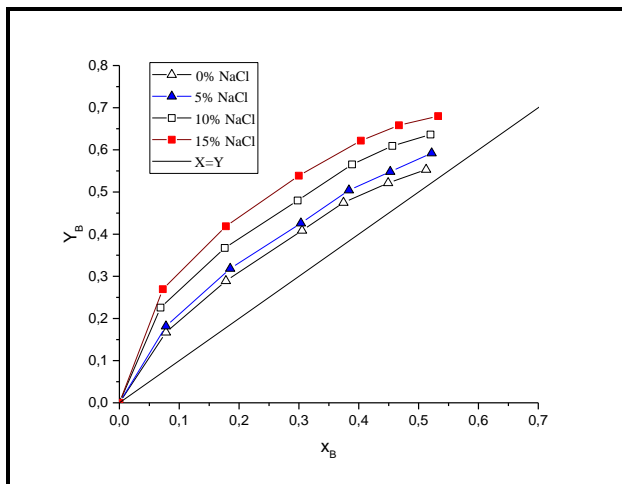
Dans la partie suivante de ce chapitre, nous allons présenter les résultats de l'équilibre entre les phases liquides non miscible du système pseudo-ternaire (Eau- phénol- xylène + sel), qui font sujet de ce mémoire, en présence de trois sels, à différentes proportions des constituants de mélange et à différents pourcentage de sel.

Les résultats seront donnés, en premier lieu, pour chaque sel seul à un tel pourcentage, ensuite on compare les résultats des trois pourcentages (5% et 10% et 15%) pour chaque sel, finalement on compare les sels entre eux pour chaque pourcentage.

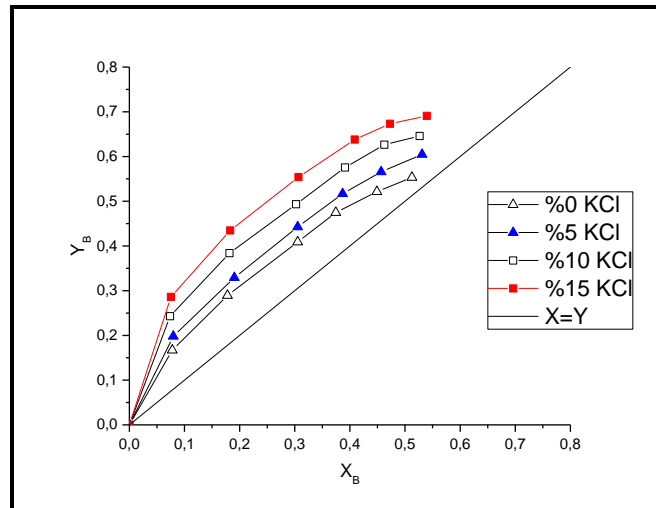
On note également que les résultats de toutes les expériences avec le sel sont discutés par rapport à un blanc (sans sel).

#### III.5.1.L'extraction en présence de sel (NaCl, KCl et LiCl) :

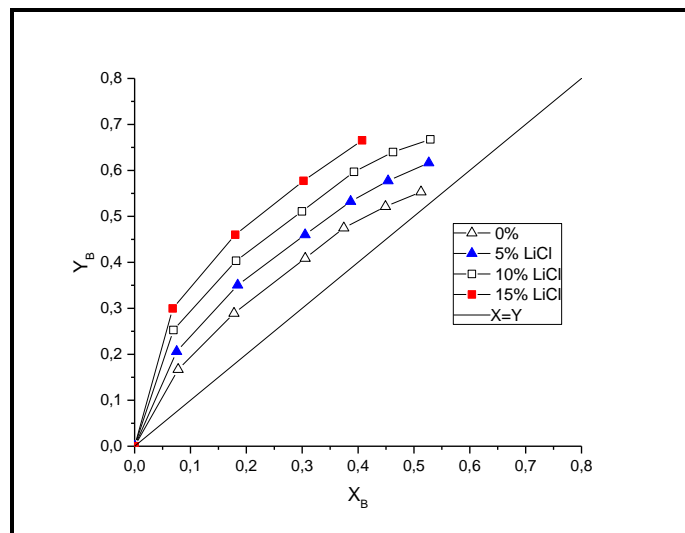
Les données et les résultats expérimentaux de ces extractions sont présentés dans les figures (Fig.III.6 à Fig.III.8) et montrent dans les tableaux en annexe.



**Fig.III.6.** Les courbes de distribution de phénol entre les phases E et R pour le système Eau-phénol-xylène en présence de Chlorure de sodium NaCl.



**Fig.III.7.** Les courbes de distribution de phénol entre les phases E et R pour le système Eau-phénol-xylène en présence de Chlorure de potassium KCl.



**Fig.III.8.** Les courbes de distribution de phénol entre les phases E et R pour le système Eau-phénol-xylène en présence de Chlorure de lithium LiCl.

En premier lieu nous remarquons que la courbe de distribution correspondante à l'extraction sans l'ajout de sel se situe au-dessus de la première bissectrice, cela indique que l'extraction est bonne. Il est remarquable que la présence de sel inorganique a amélioré l'extraction pour le cas de 5%, Lors de l'ajout de 10% et 15% de sel, on remarque que les écarts entre les différentes courbes avec selet la courbe de sans sel est remarquable surtout pour le LiCl. Donc la concentration du phénol dans la phase organique augmente proportionnellement avec la concentration de sel, c'est à dire que le transfert de matière est

augmenté. Cela peut être expliqué par l'éloignement (donc déficit) des molécules d'eau, de sel du phénol, ou par une solvation préférentielle des molécules d'eau autour des ions de sel, fait qui encourage la migration des molécules du phénol vers la phase organique.

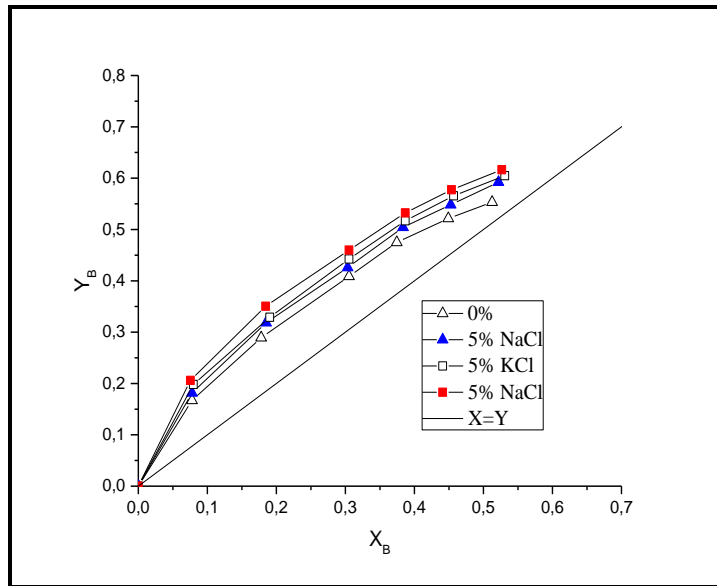
#### III.6 .Comparaison entre les sels:

Les figures (III.9,III.10 et III.11) nous permettent de comparer l'effet des différents sels utilisés dans ce travail.

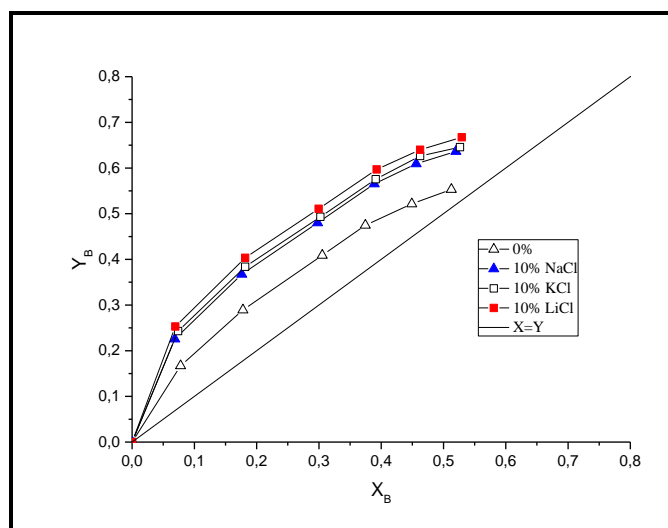
On remarque d'après celles-ci que les courbes de distribution sont au-dessus de la première bissectrice ceci est dû à la grande différence de solubilité de phénol dans la phase organique par rapport à celle dans la phase aqueuse (c.à.d, les compositions dans la phase organique s'enrichit en phénol). On peut aussi dire que les courbes de distribution demeurent en dessus de la première bissectrice même avec des faibles pourcentages massiques de sels.

On peut aussi remarquer que les écarts entre les différentes courbes n'ait pas très grand surtout pour les deux sels NaCl et KCl on peut affirmer que ces derniers ont une influence similaire.

Cependant, le« *salting-out* » de phénol par le LiCl est plus prononcé que par NaCl et KCl, pour plus d'explication et on se base sur l'effet de la force ionique nous pouvons dire que, l'addition des sels fait introduire des forces ioniques qui affectent l'équilibre. Quand les ions de sels sont solvatés, une partie des molécules d'eau devient indisponible pour les molécules de phénol et il y a une migration de ce dernier vers la phase organique.

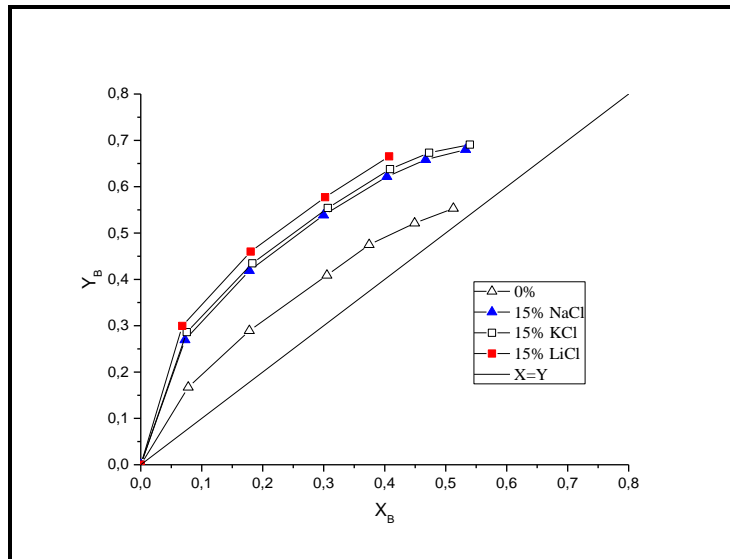


**Figures .III.9.**Les courbes de distribution de phénol entre les phases E et R pour le système (Eau-phénol-xylène-sel) pour 5% fraction de sel.



**Fig.III.10.**Les courbes de distribution de phénol entre les phases E et R pour le système Eau-phénol-xylène en présence de 10% de sel.





**Figures. III.11.** Les courbes de distribution de phénol entre les phases E et R pour le système (Eau-phénol-xylène-sel) pour 15% fraction de sel.

## CONCLUSION GENERALE

---

### CONCLUSION GENERALE :

L'effet de sel sur l'équilibre liquide-liquide constitue un phénomène très important dans les procédés de séparations. Les ingénieurs chimistes exploitent ce phénomène pour favoriser le transfert du soluté vers la phase organique, particulièrement dans le procédé de l'extraction par solvant.

Notre étude nous a permis de mettre en évidence l'effet de sel « Salting-out » dans le cas de système immiscibles Eau-xylene où le soluté était le phenol, en différentes proportions ;

Des séries de mesures expérimentales sur l'effet des trois sels : chlorure de sodium (NaCl), chlorure de potassium (KCl) et chlorure de lithium (LiCl), sont réalisées; nous avons également examiné l'effet de la concentration de sel sur son efficacité en variant sa fraction (5% et 10% et 15%) :

- Nous avons constaté que l'addition du sel a bien favorisé l'extraction du soluté de la phase aqueuse vers l'autre phase organique ce qu'on peut l'expliquer qualitativement par la théorie d'hydratation: les espèces ioniques du sel ont provoqué l'insuffisance des molécules d'eau autour des molécules organiques ce qui encourage la migration du soluté de la phase aqueuse vers la phase organique.
- L'augmentation de la concentration du sel favorise le transfert du soluté et améliore mieux l'extraction.
- L'illustration des résultats et leur comparaison nous a permis de constater que la distribution du soluté entre les phases liquides dans le cas du LiCl est la meilleure, il est donc le sel le plus efficace.

La complexité des équilibres dans les solutions électrolytes fait de ce sujet nécessitant plus de travaux de recherche expérimentaux voire de modélisation afin de mieux comprendre les phénomènes intervenant dans les équilibres de différents systèmes.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES :

[1] : Benkhetta Fatiha <<Etude expérimentale de l'effet de sel sur l'équilibre liquide-liquide des systèmes ternaires>> ; Mémoire de Master ; Université Mohamed Khider-Biskra ; Juin 2015.

[2] : Ghizellaoui Souheila épouse Bouchemaine <<Etude Expérimentale et Modélisation de l'effet de Sel sur l'équilibre Thermodynamique « Liquide-Liquide »>> ; Thèse de doctorat ; Université Mohamed Khider-Biskra ; 31-10-2012.

[3] : Ahlem AIDAOUI << Etude expérimentale de l'effet de sel sur l'équilibre liquide-liquide des systèmes (Eau+ Acide Acétique+ Dichlorométhane) et (Eau+ Ethanol+ Acétate d'éthyle)>> ; Mémoire de Magister ; Université Mohamed Khider-Biskra. 15-02-2019.

[4] : <<Chap9-1 chapitre9Extraction liquide-liquide :Introduction et diagramme d'équilibre PDF>> ; [En ligne] disponible sur le site : <<www.grandjean-bpa.com>distile>-c...>> ; 12-10-2018 /10 :21.

[5] : <<Introduction-Cloud front, net PDF>> ; [En ligne] disponible sur le site :

<<[http://d1n7iqsz6ob2ad.cloud front, net](http://d1n7iqsz6ob2ad.cloudfront.net)>> ; 12-10-2018/ 10 :45.

[6] : M<sup>r</sup> El HABIRI SID Ahmed : <<Extraction liquide -liquide de Samarium (III) par le D2EHPA, TBP, TOP, D2EHPA/TBP & D2EHPA/TOP et du Cuivre(II) par le D2EHPA>> ; Mémoire de Master ; Université de Tlemcen ; Alger ; 2013-2014. 12-10-2018/11 :00.

[7] : <<extraction liquide-liquide-Eduscol, PDF>> ; [En ligne] : disponible sur le site : <<eduscol.education.fr>rogriguez>extrac >>

[8] : M<sup>elle</sup> Khoualef Hafidha <<Extraction liquide-liquide du Th(IV) par l'acide oléique, le TBP et leur mélange>> Thèse de Master ; Université de Tlemcen ; le 27-06-2011. 24-11-2018/11 :20.

[9] : BOUSNANE Bachir <<Etude expérimentale de l'équilibre liquide- liquide du système Eau+ éthanol +hexane en présence d'un sel inorganique>> ; Mémoire de Master ; Université Mohamed Khider – Biskra ; juin 2017.

[10] : <<Extraction liquide-liquide-Eduscol PDF>> ; [En ligne] disponible sur le site : <<eduscol. Education.fr> rogriguer > extrac>> ; 12-10-2018 ; 10 :17.

[11] : <<Extraction liquide-liquide-Anales de Toxicologie Analytique PDF>> [En ligne] disponible sur le site : <<<https://www.ata-jurnal.org>>ata100009>>; 15-10-2018/17:35.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [12] : <<Extraction liquide-liquide-Elizysman-Colman.Co>>chm302>> ;12-10-2018/10 : 38.
- [13] : <<Extraction liquide-liquide Technique Préparation d'échantillon>> [En ligne] disponible sur le site :<<[www.interchin.com>blog-fr>extraction](http://www.interchin.com/blog-fr/extraction)>>. 15-10-2018.
- [14] : <<Extraction liquide-liquide : cours, principe et fonction>> [En ligne] disponible sur le site :<< chimie,sup.pagesperso,orange,fr/extraction-liq...>>. 01 -2019/20 :31.
- [15] :BACHA Oussama<<Etude Expérimentale et Modélisation des Equilibre Liquide-Liquide des Systèmes Ternaires et Quaternaires>> ; Thèse de Doctorat ; Université Mohamed Khider-Biskra ;le 25 -05 – 2016.
- [16] : Almi SANA <<Extractions synergiques du cuivre(II), cobalt(II) et du nickel(II) par la Salicylidène ortho, méta et para toluidine>> ; Thèse de doctorat en science ; Université Mohamed Khider-Biskra. 31-01-2018.
- [17] : <<Extraction liquide-liquide : cours, principe et fonction>> [En ligne] disponible sur le site :<< chimie,sup.pagesperso,orange,fr/extraction-liq...>>. 01 -2019/20 :31.
- [18] :[En ligne] :disponible sur le site :<<<http://eaukey.com/index.php/2018/03/21/mineraux-organiques>>>.25-01-2019/13 :23.
- [19] :<<Source et rôles des principaux minéraux-liletreatable.org>> [EN ligne] disponible sur le site :<<[www.lalettreatable.org/IMG/pdf/mineraux.pdf](http://www.lalettreatable.org/IMG/pdf/mineraux.pdf)>>.24-01-2019.
- [20] :<<Types de Sels et ses Bienfaits-Millereponses.com>> [En ligne] disponible sur le site :<<[www.millereponses.com/sante/types-de-sels-et-s...](http://www.millereponses.com/sante/types-de-sels-et-s...)>>. 15-02-2019 / 18 :08.
- [21] : Debye, P.; McAulay, J.Phys.Chem., 26, 22, 1925.
- [22]: Butter, J.A.V.J.Phys.Chem.Soc.1929, 33, 1015.
- [23]: Debye, P.Z. Phys.Chem., Stoechion.Verwandtschaftsl.1927, 130, p56. Debye, P.Z. Phys.Chem., Stoechion.Verwandtschaftsl.1927, 130, p56.
- [24]: Harned,Cf.H.S.Owen,B.B.The Physical Chemistry of Electrolytic Solution.Reinhold: New YORK, 1950.
- [25]:G. Kortum,Z. Electrochem. 42, (1936), 287.14-03-2019/ 14:13.
- [26] : K.Linderstrøm-Lang, On the Salting-out Effect, N°4 Comptes rendus des travaux du Laboratoire Carlsberg, édition H. Hagerup (1924) .14-03-2019/11 :14.
- [27] : Labeled Imane << Etude expérimental de l'équilibre liquide-liquide du système ternaire (Eau+ Dichlorométhane+sel)>> ; Mémoire de Master ; Université Mohamed Khider-Biskra ; Juin 2015.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

[28] :<<Phénol(molécule)-Wikipédia>> [EN ligne] : disponible sur le site<<fr.m.wiki/phénol\_(molécule)>>.19-03-2019/10 :38.

[29] :<<Phénols ,propriétés physiques-EncyclopaediaUniversalis>> [En ligne] :disponible sur le site :<<[www.universalis.fr...phénols](http://www.universalis.fr...phénols)>>.19-03-2019/16 :40.

[30] :<<Xylène-Wikipédia>> [En ligne] :disponible sur le site :<<fr.m .wikipedia.org/wiki/ :Xylène>>.20-03-2019/9 :25.

## ANNEXE :

---

### ANNEXE :

**Tableau A.1 :** Distribution de phénol entre les deux phases liquides en absence de sel.

$X_B$	0	0.0779	0.178	0.3053	0.3745	0.4491	0.5126
$Y_B$	0	0.1671	0.2892	0.4088	0.4748	0.5214	0.5532

**Tableau A.2 :** Distribution de l'éthanol entre les deux phases liquides en présence de Chlorure de Sodium (5%)

$X_B$	0	0.0779	0.1851	0.3034	0.3835	0.4526	0.5218
$Y_B$	0	0.1817	0.3184	0.4226	0.5043	0.5481	0.5922

**Tableau A.2 :** Distribution de l'éthanol entre les deux phases liquides en présence de Chlorure de Sodium (10%)

$X_B$	0	0.0687	0.1761	0.298	0.3889	0.4562	0.5199
$Y_B$	0	0.2257	0.3673	0.4799	0.5653	0.6093	0.6363

**Tableau A.2 :** Distribution de l'éthanol entre les deux phases liquides en présence de Chlorure de Sodium (15%)

$X_B$	0	0.0725	0.178	0.2998	0.4035	0.4672	0.5327
$Y_B$	0	0.2695	0.4187	0.5386	0.6217	0.6582	0.6801

**Tableau A.4 :** Distribution de l'éthanol entre les deux phases liquides en présence de Chlorure de Potassium (5%)

## ANNEXE :

---

$X_B$	0	0.0797	0.1904	0.3053	0.3868	0.4567	0.5309
$Y_B$	0	0.1981	0.3291	0.4425	0.5169	0.5657	0.6047

**Tableau A.4 :** Distribution de l'éthanol entre les deux phases liquides en présence de Chlorure de Potassium (10%)

$X_B$	0	0.0739	0.1817	0.3024	0.3912	0.4626	0.5266
$Y_B$	0	0.243	0.3839	0.4933	0.5755	0.6263	0.6458

**Tableau A.4 :** Distribution de l'éthanol entre les deux phases liquides en présence de Chlorure de Potassium (15%)

$X_B$	0	0.0754	0.183	0.3068	0.4087	0.4728	0.5396
$Y_B$	0	0.2862	0.4347	0.554	0.638	0.6733	0.6908

**Tableau A.6 :** Distribution de l'éthanol entre les deux phases liquides en présence de Chlorure de lithium (5%)

$X_B$	0	0.0754	0.1845	0.3052	0.3868	0.4537	0.5266
$Y_B$	0	0.206	0.3506	0.46	0.5324	0.5773	0.6164

**Tableau A.6 :** Distribution de l'éthanol entre les deux phases liquides en présence de Chlorure de lithium (10%)

$X_B$	0	0.0695	0.1817	0.2996	0.3927	0.4626	0.5294
$Y_B$	0	0.2529	0.4034	0.5108	0.5969	0.64	0.6674

## ANNEXE :

---

**Tableau A.6 :** Distribution de l'éthanol entre les deux phases liquides en présence de Chlorure de lithium (15%)

$X_B$	0	0.0682	0.1802	0.3024	0.4072
$Y_B$	0	0.2926	0.46	0.5773	0.6654



## ملخص

يتعلق هذا العمل بدراسة تأثير الأملاح على التوازن بين السوائل، تم إجراء دراسة تجريبية على عملية الاستخلاص سائل - سائل للنظام (ماء-فينول-اكزيلان)، حيث الفينول هو المُذاب، وهذا في وجود الملح بتركيزات مختلفة ( 5% و 10% و 15%)، يتعلّق الأمر بكلوريد الصوديوم (NaCl)، وكلوريد البوتاسيوم (KCl) و كلوريد الليثيوم (LiCl).  
تأثير الملح واضح في جميع الحالات المدروسة، ولكن تحسين عملية الاستخلاص غير كافٍ إلا في بعض الحالات؛ كما أنّ زيادة تركيز الملح يزيد من تأثيره على التوازن، لذا كانت النتائج أفضل في حالات تركيز الملح 15% .  
تأثير الأملاح على التوازن بين السوائل ليس م نقاتل، فمن نتائج هذا العمل وجدنا أنّ تأثير كلوريد الليثيوم (LiCl) على توزيع الفينول هو الأكبر مقارنة مع الأملاح الأخرى، فيما يبقى الأقل تأثيراً هو كلوريد الصوديوم.  
✓ الكلمات المفتاحية: تأثير الأملاح، التوازن سائل-سائل، نظام ثلاثي غير ممتزج،

## Résumé

Le présent travail porte sur l'influence de sels sur les équilibres liquide-liquide, une étude expérimentale a été réalisée sur l'extraction liquide-liquide, le système étudié est le système ternaire (Eau-phénol-xylène) où le phénol est le soluté, en présence de sel à différentes concentrations (5% et 10% et 15%), il s'agit de NaCl, KCl et LiCl ;

L'effet de sel est bien remarquable pour toutes les fractions, cependant l'amélioration de l'extraction n'est suffisante qu'en certains cas ; L'augmentation de la concentration de sel augmente son effet sur l'équilibre, bien entendu alors, les résultats sont mieux pour 15% en sel.

L'influence des sels sur l'équilibre liquide-liquide n'est pas similaire, D'après les résultats de ce travail, l'effet de chlorure de lithium (LiCl) sur la distribution de phénol est majeure par rapport à celles des autres sels, le moins efficace est le chlorure de sodium (NaCl).

✓ Mots clés: effet de sel, l'équilibre liquide -liquide, système non-miscible, salting in, salting out

## Abstract

The effect of salts on liquid-liquid equilibrium investigated. An experimental study was carried out on liquid-liquid extraction in the ternary system (Water-phenol-xylene) where phenol is the solute, in the presence of Salt at different concentrations (5% and 10% and 15%), the salts used are NaCl, KCl and LiCl;

The effect of salt is remarkable for all the fractions, but the improvement of the extraction is insufficient in certain cases only; the increase in salt concentration increases its effect on the balance, obviously then the results are better for 15% salt.

The influence of salts on the liquid-liquid equilibrium is not similar. Based on the results of this work, the effect of lithium chloride (LiCl) on the phenol distribution is greater than the effect of the other salts, the less effective is sodium chloride (NaCl).

✓ Key words : Salt effect, liquid-liquid equilibrium, non-miscible system, salting in, salting out