

## Complexation de l'aluminium par des hétéropolyanions lacunaires : Récupération par membrane liquide émulsionnée

Nacéra Zabat, Mohamed El Hadi Samar et Mostefa Abbessi

Laboratoire de Recherche Génie de L'environnement,  
Département de Génie des Procédés, Faculté des Sciences de L'ingénieur,  
Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000, Algérie.

Accepté le 13/12/2009

### ملخص

الهدف المحدد من هذه الدراسة هو تطهير المياه على اساس تركيب معدن سام الأليومنيوم ( $Al^{3+}$ ) في شكل محلول بواسطة ايونات متعددة غير متجانسة (HPA) مسامية من نوع داوسن. المركبات الناتجة يتم استرجاعها بواسطة غشاء سائل مستحلب (غ س م). نتائج تركيب الأليومنيوم (Al) مع هذين المركبين  $(\alpha_2P_2W_{17}O_{61})^{10-}$  و  $(P_2W_{15}Mo_2O_{61})^{10-}$  اظهرا أهمية كبرى. توابث استقرار المركبات الناتجة  $(\alpha_2P_2W_{17}O_{61})^{7-}$  و  $Al^{3+}$  و  $Al^{3+}$  تكون جد معتبرة هي  $\beta_1=6,12.10^7$  و  $\beta_2=1,28.10^6$  على التوالي. أما فيما يخص عملية استرجاع هذه المركبات الناتجة بواسطة (غ س م) فإن مردود الاستخراج لـ  $(\alpha_2P_2W_{17}O_{61})^{7-}$  هو 86 % في زمن تماس يقدر بـ 4 دقائق ونسبة 91 % بالنسبة لـ  $(P_2W_{15}Mo_2O_{61})^{7-}$  في زمن تماس يقدر بـ 6 دقائق.

**الكلمات المفتاحية:** هيتيرو بوليانيون؛ اليمونيوم؛ تركيب؛ استخراج؛ غشاء سائل مستحلب.

### Résumé

L'objectif visé par cette étude est la dépollution des eaux à partir de la complexation d'un métal toxique, l'aluminium en solution, par des hétéropolyanions lacunaires (HPA) de type Dawson. Les complexes formés sont récupérés par membrane liquide émulsionnée (MEL). Les résultats de la complexation de l'aluminium par deux hétéropolyanions :  $(\alpha_2P_2W_{17}O_{61})^{10-}$  et  $(P_2W_{15}Mo_2O_{61})^{10-}$  se sont avérés très intéressants. Les constantes de stabilité des complexes formés  $Al^{3+}(\alpha_2P_2W_{17}O_{61})^{7-}$  et  $Al^{3+}(P_2W_{15}Mo_2O_{61})^{7-}$  sont respectivement :  $\beta_1=6,12.10^7$  et  $\beta_2=1,28.10^6$ . En ce qui concerne la récupération des complexes formés, par (MEL), le rendement d'extraction est de 86% pour  $Al^{3+}(\alpha_2P_2W_{17}O_{61})^{7-}$ , pour un temps de contact de 4min, et de 91 % pour  $Al^{3+}(P_2W_{15}Mo_2O_{61})^{7-}$ , pour un temps de contact de 6min.

**Mots clés :** hétéropolyanions; aluminium; complexation; extraction; membrane liquide émulsionnée

### Abstract

The aim of this study is the depollution of water starting from the complexation of a toxic metal, aluminium in solution, by hétéropolyanions lacunar (HPA) of DAWSON type. The formed complexes are recovered by emulsified liquid membrane (MEL). The results of the complexation of aluminium by both hétéropolyanions  $(\alpha_2P_2W_{17}O_{61})^{10-}$  and  $(P_2W_{15}Mo_2O_{61})^{10-}$  proved very interesting. The constants of stability of the formed complexes  $Al^{3+}(\alpha_2P_2W_{17}O_{61})^{7-}$  and  $Al^{3+}(P_2W_{15}Mo_2O_{61})^{7-}$  are respectively  $\beta_1=6,12.10^7$  and  $\beta_2=1,28.10^6$ . With regard to the recovery of these complexes formed by (MEL) the output extraction of  $Al^{3+}(\alpha_2P_2W_{17}O_{61})^{7-}$  is of 86% for a time of contact of 4min, and 91% for  $Al^{3+}(P_2W_{15}Mo_2O_{61})^{7-}$  at a time of contact of 6min.

**Key words:** hétéropolyanions; aluminium; complexation; extraction; emulsified liquid membrane

## 1. INTRODUCTION

L'analyse qualitative et quantitative des métaux lourds, susceptibles d'être présents dans les eaux de rejets industriels, nécessite le plus souvent une complexation préalable. Le ligand ou

agent complexant doit être choisi selon sa capacité à donner un complexe stable et facilement identifiable. Le ligand doit posséder des propriétés physicochimiques nettement différentes de celles du

Auteur correspondant: zabatnassira@yahoo.fr (Nacéra Zabat)

complexe formé donnant ainsi la possibilité de vérifier cette complexation et de suivre son l'évolution. Les hétéropolyanions lacunaires de type Dawson [1], qui possèdent des propriétés physico-chimiques spécifiques, se prêtent parfaitement à des réactions d'addition conduisant à des composés mixtes [2]. Les espèces mixtes (hétéropolyanion lacunaire-métal) possèdent des propriétés physico-chimiques nettement différentes de celles du ligand et du métal à complexer considéré. A cet effet, nous avons étudié la complexation de l'aluminium, par deux ligands monovacants :  $(\alpha_2\text{P}_2\text{W}_{17}\text{O}_{61})^{10-}$  [3] et  $(\text{P}_2\text{W}_{15}\text{Mo}_2\text{O}_{61})^{10-}$  [4] ( en abrégé  $\alpha_2\text{P}_2\text{W}_{17}$  et  $\text{P}_2\text{W}_{15}\text{Mo}_2$ ).

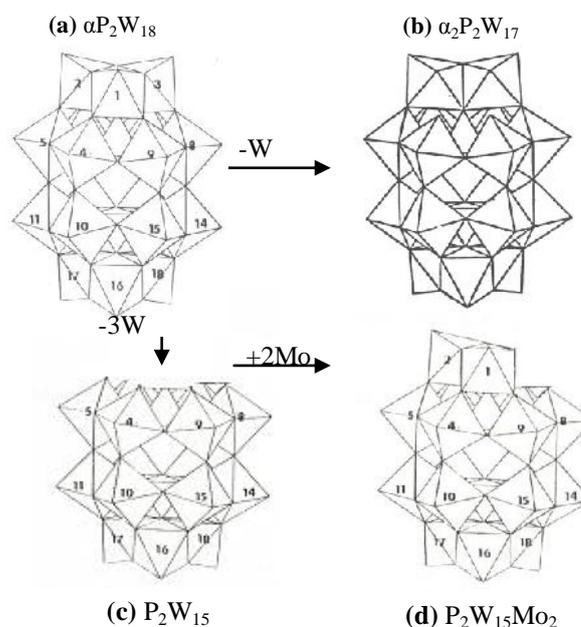
Dans une première partie, on s'est intéressé aux facteurs influençant la stabilité de ces complexes tels que le pH du milieu réactionnel et le temps de réaction, ainsi qu'à la détermination de la stoechiométrie et des constantes de stabilité, en utilisant les méthodes de saturation, de déplacement d'équilibre [5] et des séries isomolaires [6].

La complexation a été suivie par l'étude de la récupération des complexes formés, afin de les soumettre aux différentes méthodes d'analyse physico-chimiques, en utilisant la technique de l'extraction par membrane liquide émulsionnée [7]. Cette technique, permettant d'extraire des composés à de très faibles concentrations [8], nécessite une optimisation préalable des principaux facteurs qui la gouvernent à savoir:

- Composition de la membrane (extractant, diluant, tensio-actif)
- Rapport du volume de la phase organique sur la phase aqueuse (O/A)
- Rapport du volume de la phase organique sur le volume de l'émulsion ( $V_{\text{ext}}/V_{\text{emul}}$ )
- Vitesse d'agitation
- Concentration de la phase externe à extraire

## 2. PARTIE EXPERIMENTALE

Le composé lacunaire  $\alpha_2\text{P}_2\text{W}_{17}$  a été synthétisé par dégradation alcaline stéréospécifique de l'espèce saturée  $\text{P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$  [5] (fig. 1a). Cette dernière est obtenue par polycondensation d'ions tungstates en milieu acide, en présence d'un hétéroatome : en l'occurrence le phosphore. La dégradation a porté sur l'élimination d'un octaèdre  $\text{WO}_4^{2-}$  situé en site (a) (fig. 1b). Le deuxième ligand  $\text{P}_2\text{W}_{15}\text{Mo}_2$  est issu d'une stratégie consistant à éliminer un groupement tritungstique de site a (fig. 1c) et à ajouter, sur le site trivacant, deux ions molybdates  $\text{MoO}_4^{2-}$  [6], de manière à garder une seule lacune (fig. 1d).



**Figure 1.** Structure des hétéropolyanions

### 2.1 Préparation

Pour préparer les complexes  $\text{AlL}_1$  et  $\text{AlL}_2$  où  $\text{L}_1$  est le ligand  $(\text{P}_2\text{W}_{17}\text{O}_{61})^{10-}$  [3] et  $\text{L}_2$ ,  $(\text{P}_2\text{W}_{15}\text{Mo}_2\text{O}_{61})^{10-}$  [4], il a été procédé de la manière suivante :

A une solution de 10ml de sel d'aluminium ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) 0,1M et 30ml d'eau, une masse de 4,7g de  $\text{L}_1$  ou  $\text{L}_2$  a été ajoutée. Le mélange est agité. Le produit formé est précipité par une

solution saturée de KCl puis récupéré par filtration, lavé à l'alcool, bien essoré et séché à l'air libre. Le produit obtenu est une fine poudre blanchâtre.

## 2.2 Etude par spectrophotométrie UV - Visible des complexes AIL<sub>1</sub> et AIL<sub>2</sub>

Cette étude a pour but d'optimiser les paramètres favorisant la formation de ces complexes, à savoir: pH et temps de stabilité. L'étude est suivie par la détermination de la stœchiométrie de la réaction (rapport ligand-métal) et de la constante de stabilité des complexes formés.

L'analyse a été réalisée par un spectrophotomètre 6405 UV/VIS (JENWAY).

### 2.2.1 Influence du pH

Un balayage UV-Visible, à différents pH, a été effectué afin de choisir le pH auquel correspond le maximum d'absorbance pour chaque complexe : il s'agit du pH optimum. Pour y parvenir, nous avons opéré avec des solutions préparées comme suit:

- 5ml d'une solution tampon à pH fixe.
- 5ml d'une solution  $5 \cdot 10^{-4} \text{M}$ , de l'hétéropolyanion lacunaire (ligand).
- 5ml d'une solution du métal à complexer, d'une concentration identique à celle du ligand.

La mesure de l'absorbance a été réalisée par rapport à une solution de référence constituée de:

- 10 de solution tampon, correspondant au pH désiré.
- 5ml de la solution du ligand.

Les résultats obtenus pour les deux complexes, à différents pH, sont illustrés sur les tableaux 1 et 2.

D'après les résultats obtenus, il a été constaté que le pH optimal pour les deux complexes formés est  $\text{pH} = 6$ . Les longueurs d'ondes maximales respectives sont :  $\lambda_1 = 312 \text{ nm}$  pour AIL<sub>1</sub> et  $\lambda_2 = 313 \text{ nm}$  pour AIL<sub>2</sub>.

**Tableau 1.** Influence de pH acide sur la formation des complexes

pH		3	4	5	6
AIL <sub>1</sub>	ABS	0.575	0.708	0.533	1.116
	$\lambda_{\text{max}}$ (nm)	318	313	313	312
AIL <sub>2</sub>	ABS	0.279	0.463	0.903	1.071
	$\lambda_{\text{max}}$ (nm)	312	317	312	313

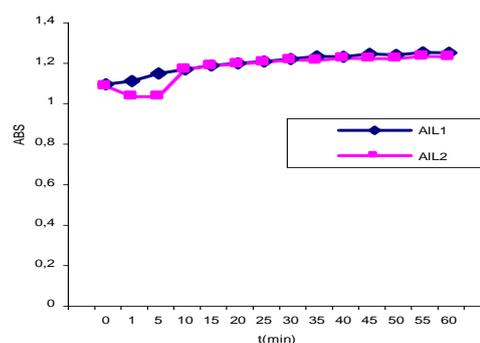
**Tableau 2.** Influence de pH basique sur la formation des complexes

pH		8	9	10	11	12
AIL <sub>1</sub>	ABS	0.558	0.777	0.805	0.824	0.918
	$\lambda_{\text{max}}$ (nm)	311	259	277	292	286
AIL <sub>2</sub>	ABS	0.926	0.712	0.722	0.902	0.891
	$\lambda_{\text{max}}$ (nm)	309	281	277	222	220

### 2.2.2 Influence du temps sur la stabilité des complexes formés :

La variation de l'absorbance des complexes formés en fonction du temps a été suivie, dans le but de déterminer le temps de stabilité des complexes considérés, au pH optimal ( $\text{pH} = 6$ ). Dans ce cas, une solution équimolaire constituée de ligand, du métal et du tampon a été utilisée.

La figure n°2 montre que les deux complexes formés sont stables dans un intervalle de temps suffisamment large : (1 heure).



**Figure 2.** Variation de l'absorbance des complexes en fonction du temps

### 2.2.3 Détermination de la stœchiométrie de la réaction

Pour déterminer la stœchiométrie de la réaction, c'est à dire le rapport des concentrations ligand-métal ( $C_L/C_M$ ), deux méthodes de calcul ont été utilisées : la

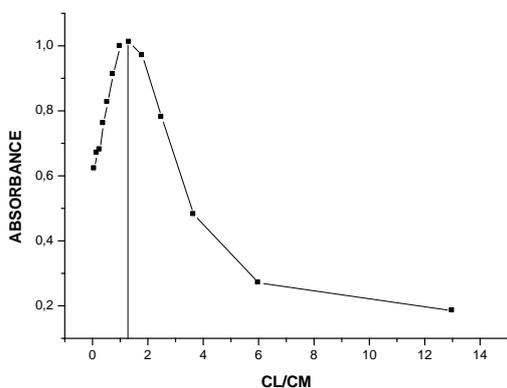
méthode des séries isomolaires et la méthode de saturation.

**a. Méthode des séries isomolaires**

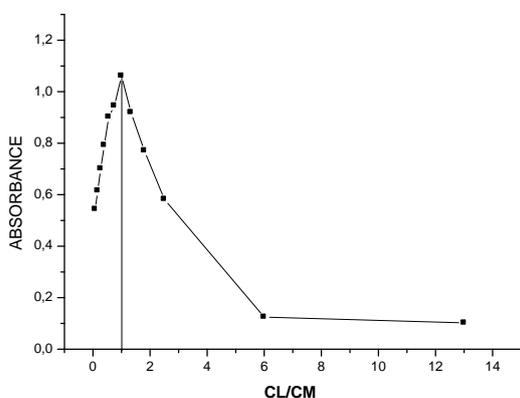
Dans cette méthode, le volume de la solution tampon (pH=6) est maintenu constant alors que les volumes des solutions du ligand et de l'aluminium de même concentration ( $5.10^{-4}M$ ), sont mélangés dans des proportions variables. Le volume total du mélange est maintenu dans tous les cas constant (24ml).

Les variations de l'absorbance de  $AlL_1$  et  $AlL_2$  en fonction du rapport de concentration ( $C_L/C_M$ ), sont représentées sur les figures 3 et 4. Les absorbances sont mesurées à pH=6 et à des longueurs d'ondes correspondants à chaque complexe  $\lambda_1 = 312 \text{ nm}$  et  $\lambda_2 = 313 \text{ nm}$ .

Pour les deux complexes, on a abouti à un même rapport stœchiométrique  $C_L/C_M=1 : 1$ .



**Figure3.** Variation de l'absorbance en fonction du rapport CL/CM pour  $AlL_1$



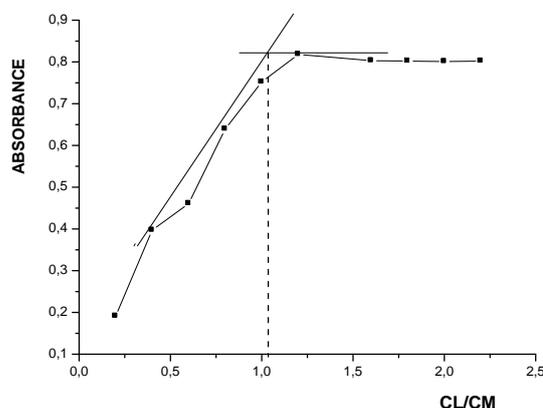
**Figure4.** Variation de l'absorbance en fonction de CL/CM pour  $AlL_2$

**b. Méthode de saturation**

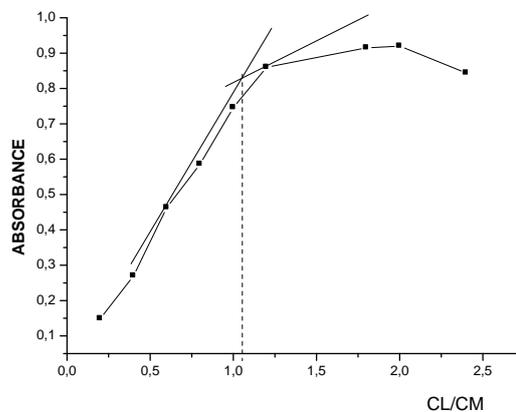
Cette méthode consiste à faire varier les volumes des ligands et de la solution tampon, et à maintenir le volume du métal constant. Le volume total est gardé constant.

Cette méthode permet de déterminer l'absorbance maximale du complexe ( $A_{max}$ ) et les absorbances ( $A_i$ ) du complexe pour chaque rapport  $C_L/C_M$ . Ces valeurs sont des données de base pour le calcul de la constante de stabilité, par la méthode de déplacement d'équilibre.

La variation des absorbances des solutions en fonction du rapport  $C_L/C_M$  est représentée sur les figures 5,6.



**Figure 5.** Variation de l'absorbance en fonction du rapport CL/CM pour  $AlL_1$



**Figure 6.** Variation de l'absorbance en fonction de CL/CM pour  $AlL_2$

Deux parties sont observées sur ces deux courbes. Dans la première partie, on note une augmentation progressive jusqu'à ce que le rapport ligand-métal soit au voisinage de 1, pour les deux complexes  $AIL_1$  et  $AIL_2$ . Dans la deuxième partie, on atteint le palier de saturation pour  $C_L/C_M$  supérieur à 1. L'intersection des tangentes des deux parties de la courbe, permet de déduire la stoechiométrie de la réaction, désignée par le rapport  $C_L/C_M$ , appelé aussi nombre de ligand  $n$ . Les deux complexes ont un rapport de l'ordre de 1, confirmant ainsi, les résultats obtenus par la méthode des séries isomolaires

**2.2.4 Détermination des constantes de stabilité :**

Les constantes de stabilité des complexes formés sont déterminées par la méthode de déplacement d'équilibre. Cette méthode est basée sur l'étude de la linéarisation de l'équation :

$$\text{Log} (A_i/A_{\text{max}} - A_i) = n\text{Log}C_{Li} + \text{Log} \beta \quad (1)$$

Cette méthode est basée sur les valeurs des absorbance  $A_{\text{max}}$  et  $A_i$  trouvées par la méthode de saturation, où  $A_i$  représente les absorbances du complexe correspondant à la partie croissante de la courbe et  $A_{\text{max}}$  est l'absorbance maximale correspondant au palier de la courbe (fig. 5,6).  $C_{Li}$  représente la concentration du ligand pour chaque valeur de  $A_i$ .

Les équations des figures 7 et 8 donnent les valeurs de la stoechiométrie  $n$  (pente de la droite), qui sont respectivement égales à  $n_1=1,7$  et  $n_2=1,4$  pour les complexes  $AIL_1$  et  $AIL_2$ . Ces équations donnent aussi les valeurs des constantes de stabilité  $\beta$  (ordonnée à l'origine  $\log \beta$ ). On en déduit :  $\beta_1=6,12.10^7$ ,  $\beta_2=1,28.10^6$ . Ces valeurs montrent que les deux complexes formés sont stables.

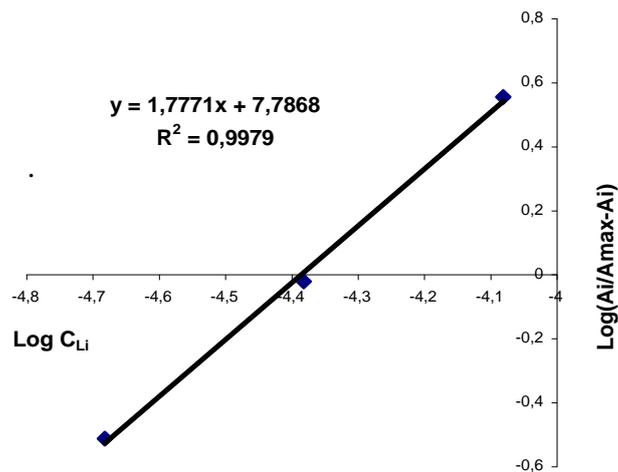


Figure 7. Courbe de déplacement d'équilibre du complexe  $AIL_1$

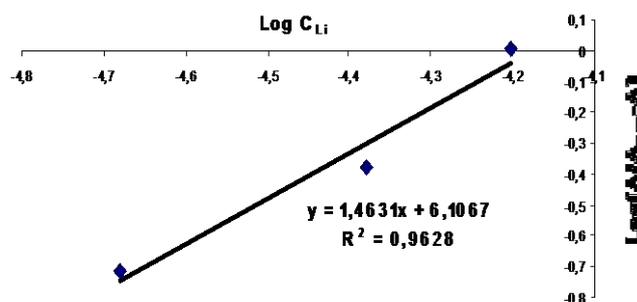


Figure 8. Courbe de déplacement d'équilibre du complexe  $AIL_2$

**3. RECUPERATION DES COMPLEXES FORMES PAR MEMBRANE LIQUIDE EMULSIONNEE**

La membrane liquide de type émulsion constitue une technique séparative d'une grande efficacité pour des mélanges liquides organo-aqueux [8,9]. Elle correspond à une double émulsion eau dans l'huile dans l'eau (E/H/E) : la membrane sépare les deux phases aqueuses adjacentes, dont l'une est contaminée et l'autre réceptrice.

La technique de séparation par membrane liquide émulsionnée (MEL) est

une nouvelle méthode de séparation des composés existant dans l'eau [10-14]. Elle est très largement développée à l'heure actuelle étant donné ses nombreux avantages.

Cette partie est consacrée à la récupération des complexes (ligand-métal) formés dans l'eau,  $AIL_1$  et  $AIL_2$  par MEL. L'étude de l'extraction est basée sur le calcul du rendement d'extraction de chaque complexe. Afin d'optimiser le rendement d'extraction, nous avons fait varier différents paramètres influençant l'extraction par MEL à savoir :

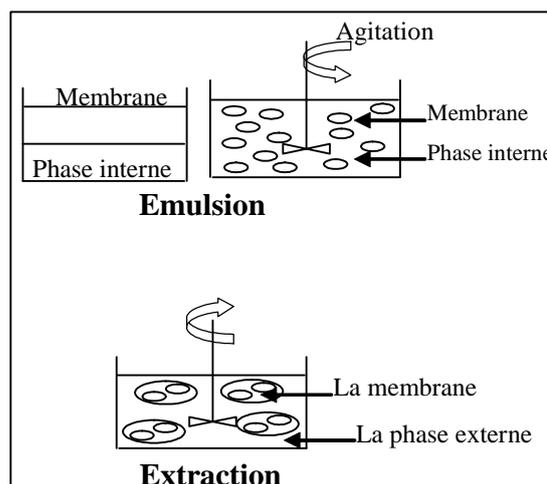
- Composition de la membrane (extractant, diluant, tensio-actif).
- Rapport volume phase organique sur le volume phase aqueuse (O/A).
- volume de la phase externe sur le volume de l'émulsion ( $V_{ext}/V_{emul}$ ).
- Vitesse d'agitation.
- Concentration initiale du soluté dans la phase externe.

### 3.1 Préparation de la membrane [15]

Une membrane contenant un mélange d'extractant, le triéthylamine ( $C_2H_5$ )<sub>3</sub>N, de diluant, le n-heptane et de tensio-actif, le monoléate de sorbitane (SPAN80) : de composition respectivement (30%; 57,5%; 12,5%), a été préparée. Le choix de la composition de cette membrane a été confirmé selon les paramètres à optimiser. Par contre, le choix de la nature de l'extractant, du diluant et du tensioactif a été fait à partir d'une étude bibliographique [16]. L'émulsion est ensuite réalisée. Elle est constituée de NaOH (0,2M) comme phase interne et de la membrane liquide. Le mélange est émulsionné à une vitesse de rotation de 5000tr/min pendant 5min à l'aide d'un homogénéisateur.

De cette émulsion, un volume  $V_1$  a été prélevé et dispersé dans un volume  $V_2$  de la phase externe. Cette dernière contient le complexe dissout, de concentration initiale égale à 100ppm. Le mélange est agité à une vitesse de 200tr/min. Afin de

suivre la cinétique d'extraction des complexes, il a été procédé à des prélèvements de la phase externe pour les temps de contact suivants : (2, 4, 6, 8min). Après filtration, ces échantillons ont été dosés par spectroscopie UV-visible. Cette opération est faite pour les deux complexes considérés. Le schéma de principe est représenté sur la figure 9.



**Figure 9.** Procédure de formation de la membrane liquide émulsionnée

L'étude expérimentale est réalisée en fonction d'une variété de paramètres. Le rendement de l'extraction est déterminé à partir de la relation (2):

$$R = \frac{C_{oext}V_{oext} - C_{fext}V_{fext}}{C_{oext}V_{oext}} \quad (2)$$

$C_{oext}$  = Concentration initiale du soluté dans la phase externe

$C_{fext}$  = Concentration finale du soluté dans la phase externe

$V_{oext}$  = Volume initial du soluté dans la phase externe

$V_{fext}$  = Volume final du soluté dans la phase externe

## 4. RESULTATS ET DISCUSSIONS

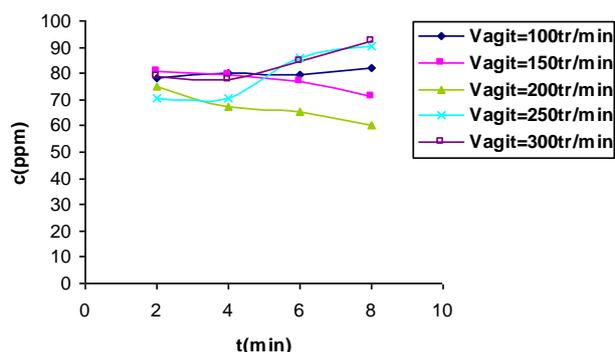
### 4.1 Optimisation des paramètres d'extraction

#### 4.1.1 Influence de la vitesse d'agitation

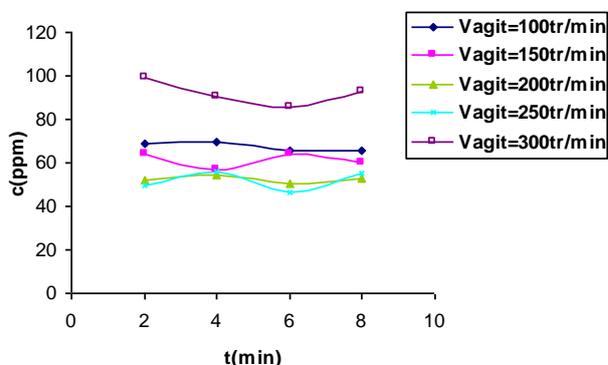
Conditions opératoires :

- Vitesse d'agitation : 100;200; 250 ;300 ; 350 tr/min
- Vitesse d'émulsification : 5000tr/mi
- Concentration de la phase externe :  $C_o=100\text{ppm}$
- Vext/Vemul :10
- Rapport (O/A) :1

Les résultats obtenus pour l'extraction des deux complexes sont représentés sur les figures (10, 11).



**Figure10.** Variation de la concentration résiduelle du complexe  $ALL_1$  en fonction du temps à différentes vitesses d'agitation



**Figure 11.** Variation de la concentration résiduelle du complexe  $ALL_2$  en fonction du temps, à différentes vitesses d'agitation

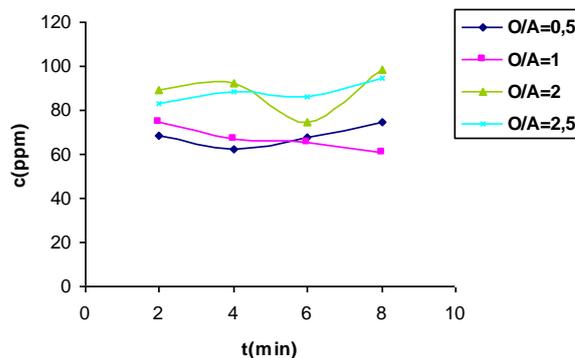
Il a été constaté que le meilleur rendement d'extraction est obtenu pour une vitesse d'agitation égale à 200tr/min pour le complexe  $ALL_1$  et 250tr/min pour  $ALL_2$ . Au delà de ces vitesses, le rendement d'extraction diminue. Cette baisse est probablement due à un cisaillement important, provoqué par l'agitation, entraînant ainsi la rupture de l'émulsion. En dessous de ces deux

vitesse optimales, le rendement d'extraction diminue à cause du mauvais transfert du soluté suite à une cinétique d'extraction lente. Pour le complexe  $ALL_1$  le rendement est de 42% pour une concentration résiduelle dans la phase externe de 60,39mg/l et un temps de contact de 8min. Pour le complexe  $ALL_2$  le rendement d'extraction est de 51 % pour une concentration résiduelle de 46,15mg/l et un temps de contact de 6min.

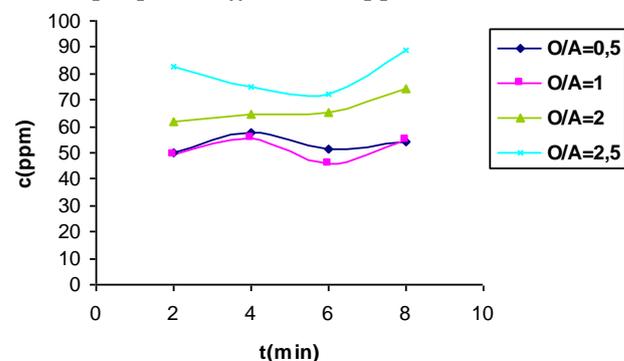
#### 4.1.2 Influence du rapport volumique de la phase organique sur la phase interne (O/A)

L'influence du rapport O/A est menée en gardant les vitesses optimisées constantes ainsi que les autres paramètres opératoires, pour les valeurs :  
O/A : 0,5 ; 1 ; 2 ; 2,5 ; 3

Les figures (12,13), illustrent les résultats obtenus pour les deux complexes



**Figure 12.** Variation de la concentration résiduelle du complexe  $ALL_1$  en fonction du temps, pour différents rapports O/A



**Figure 13.** Variation de la concentration résiduelle du complexe  $ALL_2$  en fonction du temps, pour différents rapports O/A

Les figures (12, 13) montrent que, pour les deux complexes, le rendement d'extraction est faible, pour des rapports O/A inférieurs ou égaux à 0,5. De même, pour des rapports O/A supérieurs à 2, le rendement est de plus en plus faible. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que, plus le volume d'émulsion augmente plus la membrane devient épaisse et plus le soluté à extraire diffuse difficilement à travers la membrane. Par contre pour un rapport O/A=1, l'émulsion est plus stable d'où un meilleur rendement pour les deux complexes à extraire.

Pour le complexe ALL<sub>1</sub> le rendement d'extraction est de 42%, pour une concentration résiduelle de 60,39mg/l. Pour ALL<sub>2</sub>, le rendement est de 51% : concentration résiduelle égale à 45.15mg/l.

#### 4.1.3 Optimisation de la composition de la membrane

##### a. Influence de la masse de l'extractant

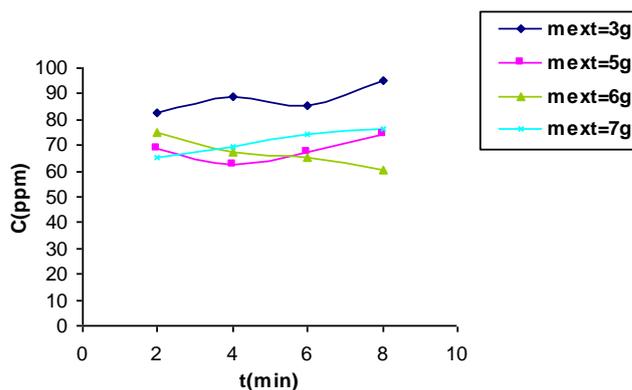
La variation de la masse de l'extractant entraîne automatiquement la composition de la membrane. Nous avons opéré avec les compositions suivantes:

- Tensio-actif (SPAN80): 12,5% (constant)
- 
- Extractant(triéthylamine):15% ;25% ;30% ;35%
- Solvant (n-heptane) :73% ;62,5%;57.5%; 52.5%

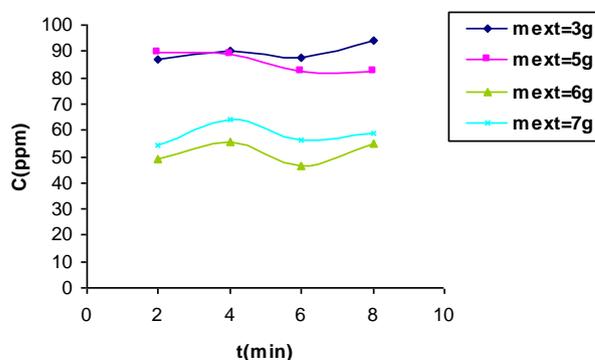
Conditions opératoires :

- Vitesse d'émulsification : 5000tr/min
- Vitesse d'agitation : 250tr/min pour le complexe ALL<sub>1</sub>
- Vitesse d'agitation : 200tr/min pour le complexe ALL<sub>2</sub>
- Rapport O/A=1
- Rapport Vext/Vémul=10
- Concentration initiale de la phase aqueuse externe à extraire pour les deux complexes : 100ppm.

Les figures 14,15 illustrent les résultats expérimentaux.



**Figure 14.** Variation de la concentration résiduelle du complexe ALL<sub>1</sub> en fonction du temps à différentes masses de l'extractant



**Figure 15.** Variation de la concentration résiduelle du complexe ALL<sub>2</sub> en fonction du temps à différentes masses de l'extractant

Sur les figures (14,15), on constate que la masse optimale d'extractant est égale à 6g, ce qui correspond à une proportion de l'extractant égale à 30%. Au delà de cette masse, le rendement d'extraction diminue, pour les deux complexes considérés. Ceci est expliqué par le fait que l'augmentation de la masse de l'extractant destabilise l'émulsion et favorise l'émulsion huile dans l'eau, c'est-à-dire l'inversion.

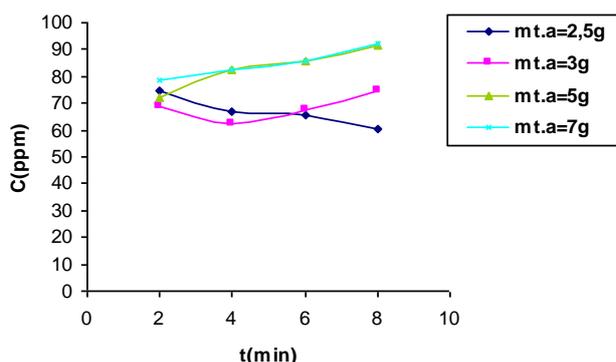
##### b. Influence de la masse de tensioactif

En maintenant les paramètres optimisés précédemment constants, nous avons préparé des membranes à différentes masses de tensioactif, leurs compositions sont comme suit :

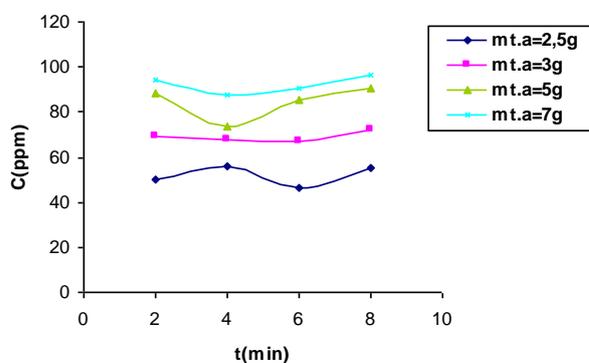
- Extractant : 30% (optimisé)
- Tensioactif : 12,5% ; 15% ; 25% ; 35%
- Diluant : 57,5% ; 55% ; 45% ; 35%

Les conditions opératoires sont les mêmes que précédemment.

La représentation graphique des résultats est illustrée sur les figures 16, 17.



**Figure 16.** Variation de la concentration résiduelle du complexe ALL<sub>1</sub> en fonction du temps à différentes masses de tensioactif



**Figure 17.** Variation de la concentration résiduelle du complexe ALL<sub>2</sub> en fonction du temps à différentes masses de tensioactif

Les résultats obtenus indiquent que la masse de tensioactif donnant le meilleur rendement est  $m=2,5g$  (12,5%) pour les deux complexes. Pour des masses supérieures à 2,5g, le rendement diminue car la membrane devient épaisse, ce qui ralentit la cinétique d'extraction.

#### 4.1.4 Influence du rapport volumique de la phase externe sur le volume de l'émulsion

Les paramètres déjà optimisés nous permettent de choisir la composition de la membrane pour laquelle on a le rendement le plus élevé. La composition de la membrane est la suivante :

- Tensioactif : 25%
- Extractant : 30%
- Diluant : 57,5%

Dans cette expérience, nous avons seulement fait varier le rapport volumique phase externe/émulsion ( $V_{ext}/V_{emul}$ ).

Conditions opératoires :

- $V_{ext}/V_{emul}$  : 5 ; 10 ; 15
- Vitesse d'émulsification : 5000tr/min
- Vitesse d'agitation : 200tr/min pour le complexe ALL<sub>1</sub>
- Vitesse d'agitation : 250tr/min pour le complexe ALL<sub>2</sub>
- Rapport O/A=1
- Concentration de la phase externe : 100ppm

Les valeurs expérimentales obtenues sont reproduites sur les figures 18 et 19.

Sur les figures 18 et 19, il est observé que pour un rapport  $V_{ext}/V_{emul}$  supérieur à 10, l'extraction des deux complexes est moins efficace, car le volume de la phase externe augmente et le volume de l'émulsion diminue. La masse de l'extractant est donc moins importante, pour extraire le soluté. Dans le cas où le rapport  $V_{ext}/V_{emul}$  est inférieur à 10, l'extraction est aussi moins efficace, car le volume de l'émulsion est plus important par rapport à celui de la phase externe, entraînant ainsi l'émulsion de cette dernière. Le rapport  $V_{ext}/V_{emul}$  égal à 10, donne le meilleur rendement pour les deux complexes.