



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCEM

MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

MASTER EN CHIMIE

Spécialité : Chimie Analytique

Par :

M^{lle} HAMIMED Soumia
M^{lle} DAHMANI Fatima Zohra

Sur le thème

Optimisation expérimentale de l'extraction d'un colorant en milieu aqueux par la technique du point de trouble

Soutenu publiquement le 06 juin 2026 à Tlemcen devant le jury composé de :

Mme BELFILALI Imane	MCA	Université de Tlemcen	Présidente
Mme BENMANSOUR Yasmine	MCB	Université de Tlemcen	Encadrante
Mr MIRAOUI Abdelkader	MCA	Université de Tlemcen	Examineur
Mr OUKEBDANE Khalil	Professeur	Université de Tlemcen	Co-encadrant

Année Universitaire : 2025 ~ 2026



Dédicace

À mes chers parents, aucun mot ne saurait exprimer ma gratitude pour votre amour, vos sacrifices et votre soutien sans faille. Vous avez toujours cru en moi et m'avez donné la force d'avancer.

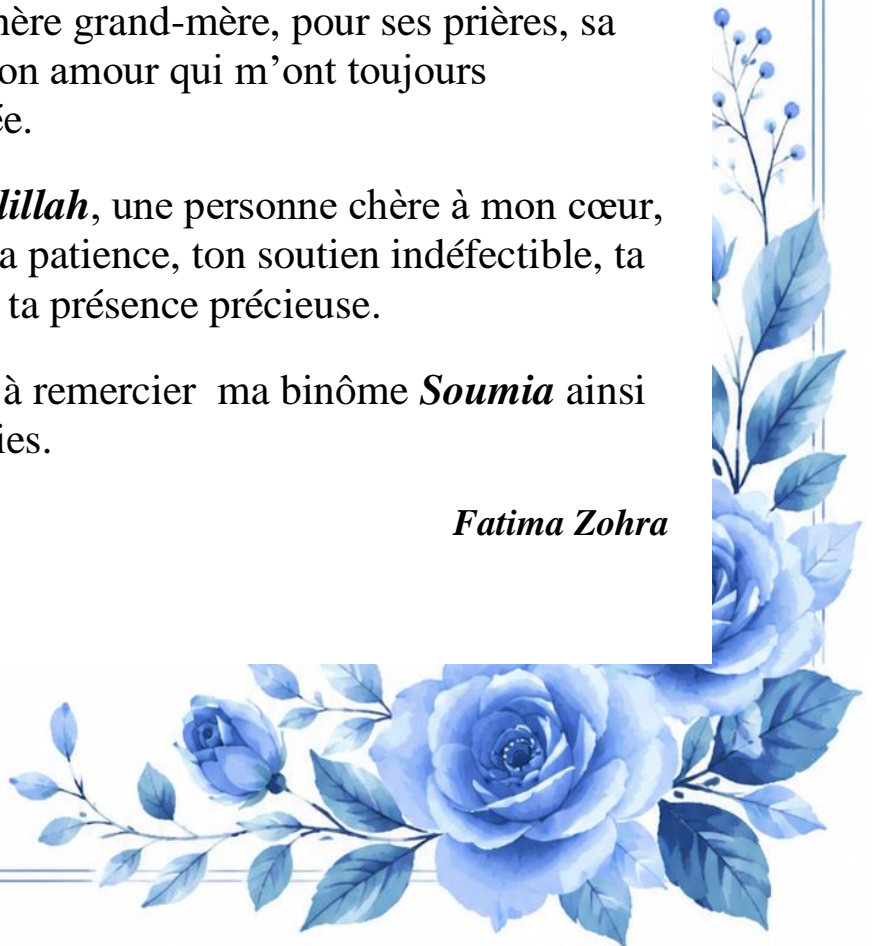
À ma sœur *Somia*, à *Malek* et à mon frère *Djawed*, merci pour votre affection, votre présence et vos encouragements précieux.

À ma chère grand-mère, pour ses prières, sa douceur et son amour qui m'ont toujours accompagnée.

À *Abdelillah*, une personne chère à mon cœur, merci pour ta patience, ton soutien indéfectible, ta confiance et ta présence précieuse.

Je tiens à remercier ma binôme *Soumia* ainsi que mes amies.

Fatima Zohra



Dédicace

Je dédie ce travail :

- ❖ À moi-même, pour avoir gardé le courage malgré les difficultés pour chaque moment de doute surmonté et pour tous les efforts accomplis afin d'arriver jusqu'ici.
- ❖ À mes chers parents, pour leur amour, leurs sacrifices, leurs encouragements et leur soutien constant. Que Dieu les protège et les récompense.
- ❖ À ma binôme, ***Fatima Zohra*** merci d'avoir partagé avec moi ce travail.
- ❖ A mes chères amies ***Zoubida*** et ***Hayat***, merci pour votre présence, votre soutien et tous les beaux moments partagés durant ce parcours. Votre encouragement a été une vraie source de force et de motivation.
- ❖ À une personne très chère à mon cœur, ***Rabiala***, merci pour ton soutien, ta présence et ta gentillesse tout au long de ce parcours. Tes paroles et ton encouragement ont toujours été une source de réconfort et de motivation pour moi.
- ❖ À toutes les personnes qui ont cru en moi, m'ont soutenue, encouragée et accompagnée durant ce parcours, de près ou de loin. Votre présence et vos paroles ont eu une grande valeur dans l'aboutissement de ce mémoire.

Soumia

Remerciements

Avant tout, nous remercions Dieu le Tout-Puissant de nous avoir donné la force, la patience et le courage nécessaires pour mener à bien ce modeste travail.

Nous adressons nos remerciements les plus sincères à toutes les personnes qui nous ont soutenues et accompagnées durant la réalisation de ce travail, particulièrement :

- ❖ Notre encadrante Madame **BENMANSOUR Yasmine**, pour son accompagnement, ses précieux conseils, sa disponibilité ainsi que son soutien tout au long de la réalisation de ce mémoire.
- ❖ Nous adressons également nos sincères remerciements à notre co-encadrent et responsable du Master « Chimie Analytique » ; Monsieur **OUKEBDANE Khalil** pour ses efforts, son encadrement pédagogique ainsi que pour les connaissances et les conseils apportés tout au long de notre parcours. Son engagement et son soutien ont grandement contribué à la réussite de notre formation.
- ❖ Nous remercions chaleureusement Madame **BELFILALI Imane** d'avoir accepté de présider le jury de soutenance de ce mémoire ainsi que pour l'attention accordée à notre travail.
- ❖ Nous remercions vivement Monsieur **MIRAOUI Abdelkader** d'avoir bien voulu examiner ce travail et participer au jury de ce mémoire.
- ❖ Nos profonds remerciements s'adressent également au directeur du laboratoire « LTSP » ; Monsieur **BELKHOUCHE Nasr Eddine** pour son accueil, ses orientations, ainsi que pour le soutien scientifique et les conditions de travail mises à notre disposition tout au long de cette étude.
- ❖ Nous adressons également nos sincères remerciements à Madame **BENAOUDA Wafaa**, ingénieure au laboratoire, pour son aide précieuse, sa disponibilité ainsi que son soutien technique tout au long de la réalisation de ce travail.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	1
------------------------------------	---

**CHAPITRE I
PARTIE THEORIQUE
A- Généralités sur les colorants**

I. Introduction.....	3
II. Définition.....	3
III. Classification des colorants.....	3
III.1. Classification selon l'origine.....	3
III.2. Classification selon la structure chimique.....	3
III.3. Classification selon les domaines d'application.....	4
III.4. Classification selon le mode d'application et leur affinité pour les fibres.....	4
IV. Impact sur l'environnement.....	4
V. Procédés de traitement.....	5
V.1. Méthodes physico-chimiques.....	5
V.2. Méthodes biologiques.....	6
V. Applications.....	7
VII. Colorant étudié : Le Vert Malachite.....	7
VII.1. Définition.....	7
VII.2. Synthèse.....	8
VII.3. Propriétés physico-chimiques.....	8
VII.4. Utilisation.....	9

B- Extraction par point de trouble

I. Introduction.....	10
II. Définition.....	10
III. Historique.....	10
IV. Principe.....	10
V. Mécanisme.....	12
VI. Paramètres affectant l'extraction par point de trouble.....	13

VI.1. Effet de la concentration de tensioactif.....	13
VI.2. Effet de la température	14
VI.3. Effet du pH	14
VI.4. Effet de l'ajout de sel (force ionique).....	14
VI.5. Effet du temps d'incubation.....	14
VII. Avantages de l'EPT.....	15
VIII. Limites de l'EPT.....	15
IX. Applications de l'EPT.....	16

C- Tensioactifs et Liquides Ioniques : propriétés, structures et applications
Les tensioactifs

I. Introduction.....	17
II. Définition.....	17
III. Classification des tensioactifs.....	17
III.1. Les tensioactifs non ioniques.....	17
III.2. Les tensioactifs anioniques.....	18
III.3. Les tensioactifs cationiques.....	18
III.4. Les tensioactifs zwitterioniques (amphotères).....	18
IV. Propriétés des tensioactifs.....	18
IV.1. La concentration micellaire critique « CMC ».....	18
IV.2. La micellisation.....	19
IV.3. Le point de trouble.....	19
IV.4. La Biodégradabilité et la toxicité.....	20
V. Généralités sur les tensioactifs non ioniques.....	20
V.1. Définition.....	20
V.2. Applications.....	21
V.3. Cas du Tween 20.....	21
V.3.1. Propriétés physico-chimiques de tween20.....	22

Les liquides ioniques

I. Introduction.....	23
II. Définition.....	23
III. Structure.....	23

IV. Propriétés des liquides ioniques.....	24
V. Applications des liquides ioniques.....	25
VI. Cas de l'Aliquat 336.....	25
VI.1. Propriétés de l'Aliquat 336.....	25

CHAPITRE II
PARTIE EXPERIMENTALE

I. Introduction.....	26
II. Matériels utilisés.....	26
II.1. Verreries.....	26
II.2. Appareillages.....	26
II.3. Réactifs.....	27
III. Préparation des solutions.....	27
III.1. Préparation de la solution mère du colorant.....	27
IV. Extraction par point trouble.....	28
V. Détermination du point de trouble.....	28
V.1. Influence de la nature et de la concentration des sels.....	28
V.2. Influence de la nature et de la concentration des alcools.....	29
V.3. Influence de la concentration de l'Aliquat 336.....	29
V.4. Influence de la nature et de la concentration des alcanes.....	29
VI. Méthode instrumentale d'analyse : Spectrophotométrie UV-Visible.....	29
VII. Extraction du colorant VM : étude paramétrique.....	30
VII.1. Effet du pH	30
VII.2. Effet du temps d'incubation.....	31
VII.3. Effet de la concentration du tensioactif non ionique (Tween 20).....	31
VII.4. Effet de la force ionique.....	31
VII.5. Effet de la concentration du liquide ionique Aliquat 336.....	32
VII.6. Effet de la concentration initiale du colorant VM.....	32

CHAPITRE III
RESULTATS ET DISCUSSIONS

I. Introduction.....	33
II. Courbe d'étalonnage.....	33

III. Détermination et optimisation du point trouble du Tween 20.....	34
III.1. Influence de la nature et de la concentration des sels.....	34
III.2. Influence de la nature et de la concentration des alcools.....	36
III.3. Influence de la concentration du liquide ionique : Aliquat 336.....	37
III.4. Influence de la nature et de la concentration des alcanes.....	39
IV. Extraction du vert malachite par la méthode du point de trouble.....	40
IV.1. Effet de pH	40
IV.2. Effet du temps d'incubation.....	42
IV.3. Effet de la concentration du tensioactif (Tween 20).....	44
IV.4. Effet de la force ionique.....	46
IV.5. Effet de la concentration de l'Aliquat 336.....	48
IV.6. Effet de la concentration du colorant VM.....	50
CONCLUSION GENERALE.....	53
Références bibliographiques.....	55

Liste des figures

CHAPITRE I : PARTIE THEORIQUE

Figure I.1 : Impact des colorants sur l'environnement et la santé humaine.....	5
Figure I.2 : Diverses méthodes de traitement utilisées pour la purification des colorants.....	7
Figure I.3 : Pierre de « malachite ».....	8
Figure I.4 : Structure du chlorure du vert malachite.....	8
Figure I.5 : Procédure d'extraction par point de trouble (EPT).....	11
Figure I.6 : Diagramme de phase du tensioactif dans l'eau.....	12
Figure I.7 : Représentation schématique d'une molécule de tensioactif.....	17
Figure I.8 : Différents types de tensioactifs en fonction de leur composition en tête.....	18
Figure I.9 : Représentation d'une micelle.....	19
Figure I.10 : Exemple de tensioactif non ionique.....	21
Figure I.11 : Structure du Tween 20.....	22
Figure I.12 : Les cations des liquides ioniques.....	24
Figure I.13 : Structure de l'Aliquat 336.....	25

CHAPITRE II : PARTIE EXPERIMENTALE

Figure II.1 : Solution mère du colorant Vert Malachite.....	27
Figure II.2 : Procédure d'extraction par point de trouble.....	28
Figure II.3 : Montage d'ajustement de pH.....	30
Figure II.4 : Effet de la variation du pH sur la séparation de phases.....	30
Figure II.5 : Effet de la variation de la concentration du tween 20 sur la séparation de phases.....	31
Figure II.6 : Effet de la variation de la concentration de Na ₂ SO ₄ sur la séparation de phases.....	32

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Figure III.1 : La courbe d'étalonnage du VM.....	33
Figure III.2 : Influence du taux de différents sels sur la température du trouble du Tween 20 (5%) (m/V).....	35
Figure III.3 : Influence des alcools et de leurs concentrations sur la température de trouble du Tween 20 (5%) (m/V).....	36

Figure III.4 : Influence de différentes concentrations d'Aliquat 336 sur la température de trouble du Tween 20 (5%) (m/V).....	38
Figure III.5 : Influence de la nature des alcanes et de leurs concentrations sur la température de trouble du Tween 20 (5%) (m/V).....	39
Figure III.6 : Evolution du rendement d'extraction en fonction du pH.....	41
Figure III.7 : Influence du pH sur la fraction volumique (F).....	41
Figure III.8 : Influence du pH sur le coefficient de partage (K).....	41
Figure III.9 : Influence du pH sur le facteur de concentration (FC).....	41
Figure III.10 : Effet du temps d'incubation sur le rendement d'extraction (R%).....	43
Figure III.11 : Influence du temps d'incubation sur la fraction volumique (F).....	43
Figure III.12 : Influence du temps d'incubation sur le coefficient de partage (K).....	43
Figure III.13 : Influence du temps d'incubation sur le facteur de concentration (FC).....	43
Figure III.14 : Effet de la concentration de Tween 20 sur le rendement d'extraction (R%).....	44
Figure III.15 : Influence du [Tween 20] sur la fraction volumique (F).....	45
Figure III.16 : Influence du [Tween 20] sur le coefficient de partage (K).....	45
Figure III.17 : Influence du [Tween 20] sur le facteur de concentration (FC).....	45
Figure III.18 : Evolution du rendement d'extraction en fonction de [Na ₂ SO ₄].....	46
Figure III.19 : Influence du [Na ₂ SO ₄] sur la fraction volumique (F).....	47
Figure III.20 : Influence du [Na ₂ SO ₄] sur le coefficient de partage (K).....	47
Figure III.21 : Influence du [Na ₂ SO ₄] sur le facteur de concentration (FC).....	47
Figure III.22 : Evolution du rendement d'extraction en fonction de la concentration en Aliquat 336.....	48
Figure III.23 : Influence du [Aliquat 336] sur la fraction volumique (F).....	49
Figure III.24 : Influence du [Aliquat 336] sur le coefficient de partage (K).....	49
Figure III.25 : Influence du [Aliquat 336] sur le facteur de concentration (FC).....	49
Figure III.26 : Evolution du rendement d'extraction en fonction de [VM].....	50
Figure III.27 : Influence du [VM] sur la fraction volumique (F).....	51
Figure III.28 : Influence du [VM] sur le coefficient de partage (K).....	51
Figure III.29 : Influence du [VM] sur le Facteur de concentration (FC).....	51

Liste des tableaux

CHAPITRE I : PARTIE THEORIQUE

Tableau I.1 : Propriétés physico-chimiques du chlorure de vert malachite.....	9
Tableau I.2 : Propriétés physico-chimiques de Tween 20.....	22
Tableau I.3 : Propriétés d'Aliquat 336.....	25

CHAPITRE II : PARTIE EXPERIMENTALE

Tableau II.1 : Propriétés physico-chimiques et caractéristiques des réactifs utilisés.....	27
---	----

Liste des abréviations

A : Absorbance.

CMC : Concentration micellaire critique.

C₀ : Concentration initiale du soluté.

C_d : Concentration du soluté dans la phase diluée.

C_c : Concentration du soluté dans la phase coacervat.

C : Concentration de la surface absorbante.

EPT : Extraction par point de trouble.

F : Fraction volumique.

FC : Facteur de concentration.

HLB : Hydrophilic-Lipophilic Balance.

I₀ : Intensité du rayonnement incident à la même longueur d'onde (exprimée en unités d'énergie).

I_t : Intensité du rayonnement transmis à la même longueur d'onde, exprimée dans les mêmes unités que I₀.

K : Coefficient de partage.

LI : Liquide ionique.

l : Longueur du parcours à travers l'échantillon (cm⁻¹).

ppm : Partie par million (mg/L).

pH : Potentiel d'Hydrogène.

PT : Température de trouble.

R% : Rendement d'extraction.

T : Transmittance.

UV : Ultraviolet-visible.

VM : Vert Malachite.

V₀ : Volume initial.

V_c : Volume de la phase coacervat.

V_d : Volume de la phase diluée.

V_t : Volume total.

λ : Longueur d'onde.

ε : Coefficient d'extinction molaire de la substance absorbante (en L.mol⁻¹.cm⁻¹).

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

L'eau représente une ressource naturelle fondamentale considérée comme « élixir de vie ». Bien que la surface terrestre soit majoritairement recouverte d'eau, soit plus des deux tiers de la surface du globe, la fraction d'eau douce exploitable et potable est très limitée et estimée à environ 3% de l'ensemble des ressources en eau de la terre. Malgré cette faible disponibilité, elle permet néanmoins de satisfaire les besoins des plantes, des animaux et de la population humaine [1].

La contamination de l'eau par diverses substances polluantes constitue une menace majeure pour l'environnement [1]. Parmi ces différents polluants, les colorants qui représentent des dangers considérables pour la vie aquatique et la santé humaine, et leur présence dans les effluents aqueux provoque de fortes inquiétudes. En particulier, les colorants d'origine anthropique qui sont largement utilisés dans les industries textiles, l'imprimerie, et les cosmétiques, et se caractérisent par une grande stabilité chimique et une faible biodégradabilité ce qui favorise leur accumulation durable dans les milieux aquatiques. Cette présence persistante peut réduire la pénétration de la lumière solaire dans les écosystèmes aquatiques limitant ainsi la photosynthèse et perturbant l'équilibre biologique. Par ailleurs, leurs produits de dégradation peuvent présenter des propriétés cancérigènes, mutagènes et allergènes entraînant ainsi de graves effets sur la santé humaine lors d'une exposition par contact cutané, inhalation ou consommation d'eau contaminée [2].

Pour limiter ces effets, diverses méthodes de traitement ont été proposées par les chercheurs tels que l'adsorption, la filtration membranaire, la coagulation-floculation, l'oxydation, l'osmose/l'osmose inverse, la réduction électrolytique, l'échange d'ions, l'ultrafiltration, la nanofiltration ou la microfiltration [3] ...

Parmi ces méthodes, on distingue notamment, l'extraction par point trouble qui est considérée comme une approche particulièrement adaptée aux applications industrielles. Il s'agit d'une méthode analytique respectueuse de l'environnement, largement utilisée pour la préconcentration et la séparation de divers analytes, présente des avantages notables par rapport à d'autres méthodes. Elle se caractérise par sa simplicité de mise en œuvre, sa rapidité, son faible coût, ainsi que par une bonne précision et une excellente sélectivité. Cette technique s'inscrit dans le cadre de la chimie verte, puisqu'elle limite fortement l'utilisation des solvants organiques toxiques, son principe repose sur la capacité des tensioactifs non ioniques à s'auto-assembler en micelles en milieu aqueux, suivie d'une séparation de phases induite par

élévation de la température [4].

Dans ce présent travail, on s'est intéressé à l'étude du phénomène d'extraction par point de trouble du colorant « Vert Malachite » en solution aqueuse, en utilisant le tensioactif non ionique « Tween 20 » comme agent d'extraction.

Ce manuscrit est divisé en trois chapitres :

- ❖ Le premier chapitre est dédié à la partie théorique du sujet. La première partie présente des généralités sur les colorants, en mettant en évidence leurs sources, leurs propriétés ainsi que leurs impacts environnementaux dans les différents rejets industriels. La deuxième partie est consacrée à la présentation de la méthode d'extraction par point de trouble en décrivant son principe de fonctionnement, ses avantages ainsi que son utilisation dans les procédés de séparation et de préconcentration des espèces en solution aqueuse. Enfin la troisième partie aborde les tensioactifs et les liquides ioniques, en présentant leurs caractéristiques, leurs propriétés physicochimiques ainsi que leur intérêt dans les procédés d'extraction et de séparation.
- ❖ Le second chapitre aborde la partie expérimentale et expose tous les protocoles expérimentaux et la présentation des réactifs et des appareils utilisés, ainsi que les différents paramètres dans le processus d'extraction du « Vert Malachite ».
- ❖ Le troisième chapitre est consacré à la discussion et les interprétations des résultats expérimentaux trouvés en identifiant les conditions optimales afin d'évaluer l'efficacité du procédé.
- ❖ Ce mémoire se termine par une conclusion générale qui récapitule les principaux résultats obtenus et propose des perspectives pour de futures recherches.

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I

A- Généralités sur les colorants

I. Introduction

De nos jours, les colorants occupent une place importante. Ils trouvent une large application dans plusieurs domaines industriels tels que le textile pour teindre les fibres comme le coton, la laine ou la soie, et sont aussi utilisés en cosmétique et en pharmacie pour colorer les crèmes, les comprimés et les gélules [5].

II. Définition

Un colorant est défini comme un composé chimique capable de donner une couleur à un matériau du fait de son affinité avec le matériau sur lequel il est fixé. Cela est lié à la présence de groupements chromophores qui assurent l'absorption sélective de la lumière dans le domaine visible (380–750 nm), ainsi que de groupes auxochromes (amino, hydroxy, alkoxy, etc..), responsables de l'intensification ou de la modification de la couleur.

La majorité des colorants ont des structures aromatiques conjuguées qui favorisent la coloration et la fixité sur la fibre [5].

III. Classification des colorants

La classification des colorants peut se faire selon plusieurs critères, on peut distinguer :

III.1. Classification selon l'origine

- Colorants naturels : Obtenus à partir de plantes, de minéraux ou de sources animales [6].
- Colorants synthétiques : Créés par une synthèse chimique et couramment utilisés dans l'industrie [6].

III.2. Classification selon la structure chimique

La classification chimique des colorants dépend des caractéristiques des groupements chromophores. On peut trouver :

- Colorants azoïques : Ces composés contiennent un groupe azoïque $N = N$ [7].
- Colorants anthraquinoniques : Ces composés sont des colorants naturels ou synthétiques, possédant une structure chimique basée sur le noyau 9,10-anthraquinone. Ces colorants sont connus pour produire des teintes rouges variées (rouge, orange, violet, brun) [8].
- Colorants xanthènes : Les colorants xanthènes sont des colorants organiques tels que les fluorescéines, les rhodamines et les rhodols [9].
- Colorants phtalocyanines : Les colorants phtalocyanines sont des composés macrocycliques, ils ont un système hautement conjugué [10].

III.3. Classification selon les domaines d'application

- Colorants utilisés en industrie textile : pour la teinture des fibres synthétiques, notamment le nylon, l'acétate de cellulose et les fibres acryliques.
- Colorants utilisés pour la coloration du papier : Ils permettent de donner une teinte uniforme au papier [11].
- Colorants utilisés dans l'industrie agroalimentaire : coloration des aliments [12].
- Colorants utilisés dans les applications cliniques : dans le domaine médical ou dans les diagnostics [13].
- Colorants utilisés dans les produits cosmétiques : dans les rouges à lèvres, les fards et les shampoings afin de donner une couleur attractive [14].

III.4. Classification selon le mode d'application et leur affinité pour les fibres

- Colorants acides (anioniques) : très solubles dans l'eau en raison de la présence de groupes sulfonate ($-\text{SO}_3^-$) ou carboxylate ($-\text{COO}^-$) qui leur confèrent une charge négative.
- Colorants basiques (cationiques) : solubles dans l'eau et caractérisés par la présence d'ions positifs en solution [15].
- Colorants directs : des colorants ayant une forte affinité pour les fibres cellulosiques [11].
- Colorants de cuve : généralement solubles dans l'eau chaude. Ils sont utilisés pour la teinture des fibres cellulosiques [11].
- Colorants réactifs : sont des colorants capables de former une liaison covalente avec les fibres [11].

IV. Impact sur l'environnement

Les colorants sont des polluants dangereux pour l'environnement, particulièrement une fois qu'ils sont déversés dans des sources d'eau non traitées de manière adéquate et appropriée, conduisant à des problèmes environnementaux et à des risques majeurs pour la vie humaine.

L'industrie textile est l'un des secteurs les plus consommateurs d'eau et génère un important volume de déchets teintés, néfastes pour l'environnement. Puisque l'eau destinée à l'utilisation humaine ne représente que moins de 3,5% [16]. Il est essentiel d'adopter des technologies de recyclage et de réutilisation des eaux usées dans le secteur du textile. Un grand nombre de micro-organismes sont touchés par la forte toxicité de différents pigments. Ces derniers freinent le développement de plusieurs animaux dans les écosystèmes aquatiques, en diminuant la transmission lumineuse inhibant ainsi la photosynthèse.

Également, les colorants engendrent une toxicité pour l'homme affectant les reins, le cerveau et le système nerveux central. Ils peuvent aussi provoquer des allergies, des effets hémorragiques et cancérigènes [16].

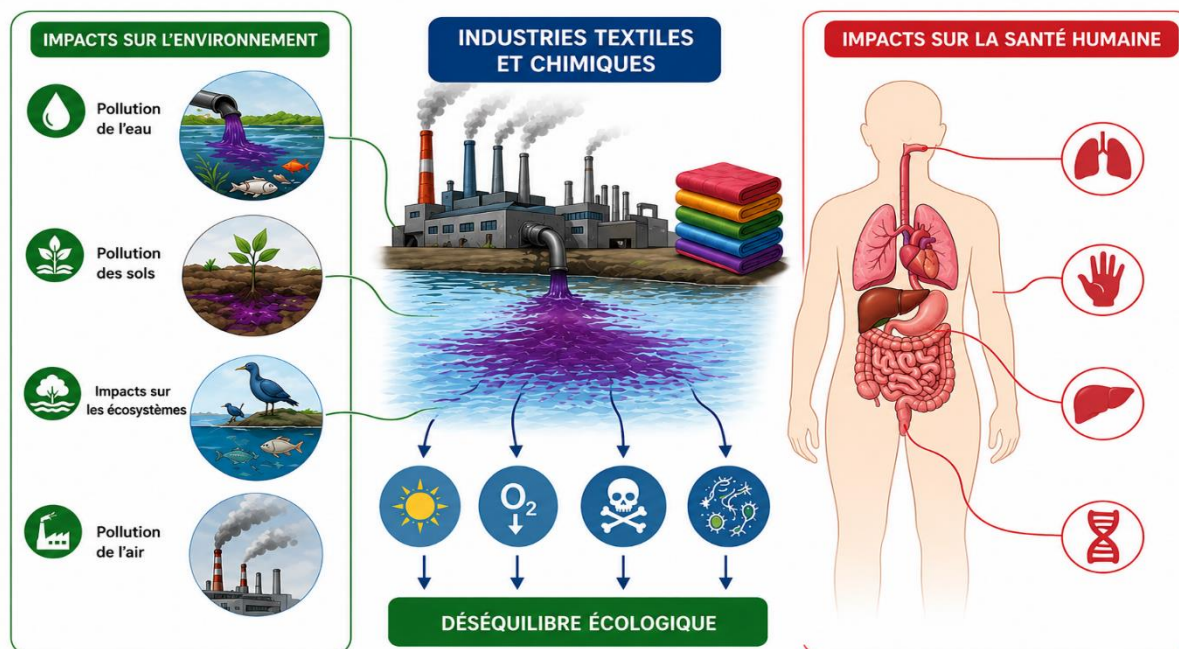


Figure I.1. Impact des colorants sur l'environnement et la santé humaine.

V. Procédés de traitement

Le processus de coloration englobe plus de 100000 colorants synthétiques ainsi qu'une multitude de pigments. Le lavage de cette étape conduit à des pertes de colorants fixes d'environ 30% à 70%, et génère d'importants volumes de rejets pollués contenant divers colorants, susceptibles d'être traités par diverses méthodes physiques et chimiques [16].

Par conséquent, le traitement des eaux usées textiles devient un enjeu environnemental important. Plusieurs techniques physico-chimiques, biologiques ou mixtes pour la suppression des polluants sont employées, cependant, leur élimination totale n'est pas toujours assurée.

V.1. Méthodes physico-chimiques

➤ Coagulation/floculation : C'est l'un des procédés chimiques et physiques le plus courants pour la suppression des substances colorantes dans les eaux usées. Le processus peut être divisé en trois phases : coagulation, floculation et sédimentation. Le premier fait référence à une méthode chimique destinée à neutraliser la charge des suspensions colloïdales afin de les déstabiliser. La seconde étape, appelée floculation, est un processus physique qui consiste à agglomérer les particules de petite taille pour faciliter leur séparation de l'eau durant la troisième et ultime phase, à savoir la sédimentation [17].

- Adsorption : C'est une autre méthode physico-chimique couramment utilisée pour l'élimination des colorants. Elle présente une forte efficacité vis-à-vis de l'adsorption des colorants cationiques, mordants et acides tandis que son efficacité pour les colorants dispersés, directs et réactifs est modérée [17].
- Echanges d'ions : L'échange d'ions est une méthode bien établie qui implique le transfert d'ions mobiles à partir d'une solution externe liée électro statiquement aux groupements fonctionnels dans une matrice solide [18].
- Procédés de séparation par membrane : La filtration par membrane est un procédé physique efficace pour éliminer la couleur des eaux usées, notamment dans l'industrie textile. Elle offre des bénéfices significatifs, tels qu'une solidité face aux températures extrêmes et aux environnements chimiques, sans oublier une efficacité remarquable dans l'élimination des colorants. Des recherches ont indiqué que l'ultrafiltration (UF) peut éliminer jusqu'à 90 % de la couleur, alors que la combinaison de l'ultrafiltration (UF) et de la nanofiltration (NF) pourrait permettre d'obtenir des taux d'élimination allant de 98 % à 100 % pour des eaux usées réelles [17].

Également, au cours de ces dernières années, une méthode innovante, à la fois efficace et économique, nommée extraction par point de trouble (EPT), a été mise en œuvre et a fait l'objet de ce présent travail.

V.2. Méthodes biologiques

Les méthodes biologiques reposent sur la dégradation des colorants par des processus naturels tels que la bioremédiation. C'est une méthode écologique pour éliminer le colorant des effluents textiles avec un coût minimal et un temps de fonctionnement optimal. Ces techniques utilisent des organismes biologiques comme les algues, les bactéries, les champignons et les levures, capables de dégrader et d'adsorber différents types de colorants synthétiques [19].

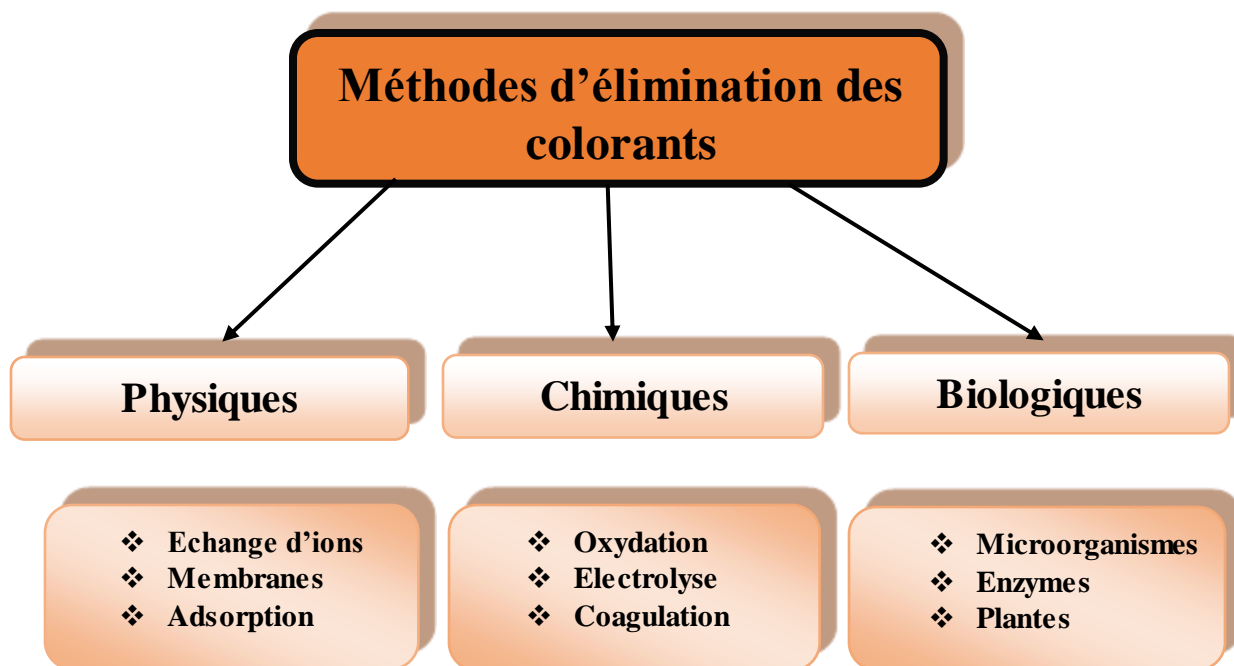


Figure I.2. Diverses méthodes de traitement utilisées pour la purification des colorants [18].

V. Applications

Malgré leur caractère toxique et leurs conséquences sur l'environnement, les colorants possèdent de nombreuses applications industrielles. On les retrouve fréquemment dans divers domaines tels que le textile, le papier, le plastique, les cosmétiques, l'alimentation et le cuir où ils jouent un rôle essentiel dans la coloration des produits [20].

VII. Colorant étudié : Le Vert Malachite

VII.1. Définition

Le vert malachite (VM) est un colorant basique hydrosoluble qui se classe parmi les dérivés diamino au sein de la catégorie des colorants triphénylméthane. Il se présente sous forme de poudre cristalline de couleur verte. Il est hautement soluble et largement utilisé donc VM et son dérivé est libéré dans l'écosystème aquatique à partir de différentes sources [21].



Figure I.3. Pierre de « malachite ».

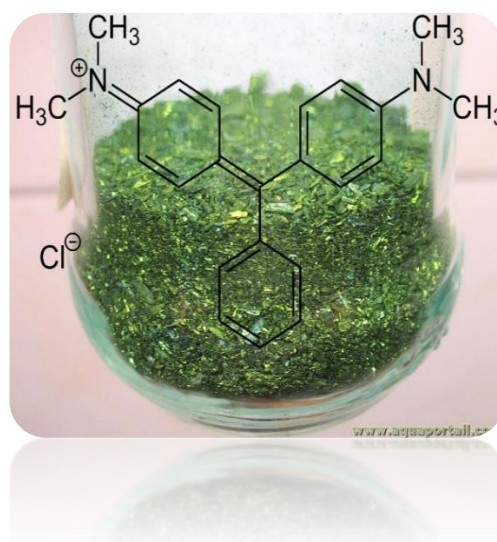


Figure I.4. Structure du chlorure du vert malachite.

VII.2. Synthèse

Le vert malachite est un composé chimique qui existe sous diverses formes, y compris le sel de chlorure ou d'oxalate (forme chromatique), une combinaison de sels acétiques et de chlorhydrate, la forme leuco réduite, ainsi que le carbinol ou pseudobase.

La condensation du benzaldéhyde avec la N, N-diméthylaniline en présence d'acide chlorhydrique conduit à la formation de sel chlorure. Le bis(p-diméthylaminophényl) phénylméthane résultant peut alors être oxydé.

Le sel oxalate du vert malachite est obtenu lorsqu'on fait réagir le chlorure du vert malachite avec du NaOH pour produire la base carbinol du vert malachite, qui est ensuite extraite du benzène suite à sa réaction avec l'acide oxalique [21].

VII.3. Propriétés physico-chimiques

Le tableau I.1 suivant englobe les principales propriétés physico-chimiques du vert malachite :

Tableau I.1. Les propriétés physico-chimiques du chlorure de vert malachite [21].

Nom commun	Chlorure de vert malachite
Nom UIPAC	4{[4(Diméthylamino)phényl] (phényl)méthylidène} -N,N-diméthylcyclohexa-2,5-dien-1-iminium chloride
Formule moléculaire	C ₂₃ H ₂₅ CIN ₂
Masse moléculaire (g/mol)	364,911 g.mol ⁻¹
Longueur d'onde (nm)	617 nm
Numéro d'index de couleur	42000
Propriété physique	Il se présente sous forme de cristaux verts à l'éclat métallique. Les solutions aqueuses sont de couleur bleu-verte.
Solubilité dans l'eau (25°C)	66,67 g.L ⁻¹
Forme chromatique	Cationique
pKa	pka ₁ : 1,3 pka ₂ : environ 12,5

VII.4. Utilisation

Plusieurs utilisations du vert malachite peuvent être citées, parmi elles :

- ✓ L'utilisation principale du VM se situe dans le secteur textile pour la coloration des tissus, il représente 66,7% de la teinture présente dans les eaux usées [22].
- ✓ Le vert malachite est largement utilisé en aquaculture comme biocide car il est très efficace contre les infections fongiques et protozoaires.
- ✓ Il est généralement appliqué comme agent de traitement topique, notamment par des bains de rinçage.
- ✓ Il a été utilisé en tant que colorant alimentaire ou comme aliment additif.
- ✓ Le colorant VM agit comme un ectoparasiticide pour éliminer les parasites externes [22].

B- Extraction par point de trouble

I. Introduction

L'environnement est mis en péril par d'importantes quantités de composants organiques colorés provenant de différentes sociétés du secteur textile [23]. Cette contamination peut provoquer une variété de maladies et contribuer à la détérioration de l'environnement. C'est dans ce cadre qu'a été suggérée la méthode du point de trouble. L'utilisation de l'extraction par point de trouble (EPT) dans le domaine de la chimie analytique a rencontré beaucoup d'intérêt et a donné lieu à de nombreuses études. Des recherches ont été effectuées sur le type et l'étendue de leurs impacts, ainsi que sur les processus mis en jeu, en raison de ses performances analytiques et de son impact environnemental réduit par rapport aux méthodes conventionnelles [24].

II. Définition

L'extraction par coacervat, également appelée « extraction à deux phases aqueuses » ou « extraction par point de trouble », est une technique avancée en chimie analytique verte permettant la séparation et la préconcentration efficaces de composés organiques et inorganiques. Cette technique repose sur l'utilisation d'une solution micellaire aqueuse et a récemment fait l'objet d'un grand intérêt.

Cette méthode est très courante lors de l'élimination de la couleur de métaux ou de composés organiques dans le traitement des eaux, grâce à son efficacité, son faible coût et de son impact environnemental réduit [25].

III. Historique

Historiquement, en 1978, *Watanabe et Tanaka* ont développé le processus d'extraction de point de trouble (EPT) dans le cadre de préconcentrer les ions métalliques à partir des échantillons aqueux. L'extraction par point de trouble est considérée comme une technique respectueuse de l'environnement, ce qui présente un intérêt majeur auprès des chercheurs et des chimistes analytiques en tant qu'alternative aux systèmes d'extraction conventionnels [26].

IV. Principe

C'est une technique de séparation qui consiste à rassembler les monomères du tensioactif non ionique afin de constituer un noyau hydrophobe qui va ensuite capturer les composés à extraire [27]. Il est évident que ces tensioactifs sont des molécules amphiphiles, comportant un groupe de tête polaire et une queue non polaire. En général, la queue est une chaîne d'hydrocarbures linéaire ou ramifiée comprenant différents arrangements d'atomes de carbone

susceptibles de former des cycles aromatiques. Par contre, la tête se compose de groupes ioniques ou polaires tenaces. Dans une solution aqueuse, ces deux fractions sont respectivement hydrophiles et hydrophobes. Les queues hydrophobes ont tendance à se regrouper pour former des agrégats connus sous le nom de micelles.

Les tensioactifs non ioniques forment deux phases au-delà de la température du point de trouble, à savoir une phase riche en tensioactifs (coacervat) et une phase diluée dans une solution aqueuse ; lorsque leur concentration se rapproche de leur concentration micellaire critique (CMC). La solution devient trouble à une température connue sous le nom de point de trouble (PT), à cause de la saturation du tensioactif dans l'eau lors d'une modification des conditions, comme la température, l'ajout de sel ou d'additifs transportés [26].

On peut résumer l'opération en trois étapes, représentées dans la Figure I.5 ci-dessous :

- 1^{ère} étape : L'analyte est incorporé et solubilisé au sein des micelles formées par le tensioactif dans la solution aqueuse.

- 2^{ème} étape : Sous l'influence de la température croissante, la solution se trouble en raison d'une déshydratation partielle des chaînes hydrophiles du tensioactif.

- 3^{ème} étape : On observe ensuite une séparation de phases qui entraîne la création d'une phase coacervat dense, chargée en tensioactif, et d'une phase aqueuse diluée, dépourvue de tensioactif [28].



Figure.I.5. Procédure d'extraction par point de trouble (EPT).

V. Mécanisme

Le phénomène de point de trouble est mis en œuvre en extraction micellaire depuis les premières études de *Watanabe et coll.* Il constitue une propriété spécifique aux tensioactifs non ioniques. Lorsque la température d'une solution micellaire contenant ce type de tensioactif augmente, l'addition d'énergie thermique entraîne une déshydratation des chaînes hydrophiles. La déshydratation est due à la destruction progressive des liaisons hydrogène formées entre les groupements hydrophiles du tensioactif et les molécules d'eau environnantes.

Lorsque les interactions hydrophiles ne suffisent pas à résister aux forces hydrophobes exercées par la chaîne hydrocarbonée, les micelles connaissent une augmentation rapide de leur taille. Cela entraîne une séparation du milieu en deux phases distinctes à l'équilibre :

- Une phase riche en tensioactif, appelée phase coacervat.
- Une phase aqueuse appauvrie en tensioactif, dont la concentration reste généralement voisine de la concentration micellaire critique (CMC). Cette phase aqueuse est ensuite analysée afin de déterminer le rendement d'extraction du soluté, calculé selon la relation suivante :

$$R(\%) = \frac{c_0 - c_e}{c_0} \times 100 \quad (\text{I.1})$$

Avec :

- C_0 : concentration initiale du soluté.
- C_e : sa concentration à l'équilibre dans la phase aqueuse.

La position de cet équilibre biphasique est fonction de plusieurs variables, notamment la nature chimique du tensioactif, sa concentration, la présence et la nature du solubilisant, ainsi que la température du système [28] (Figure.I.6).

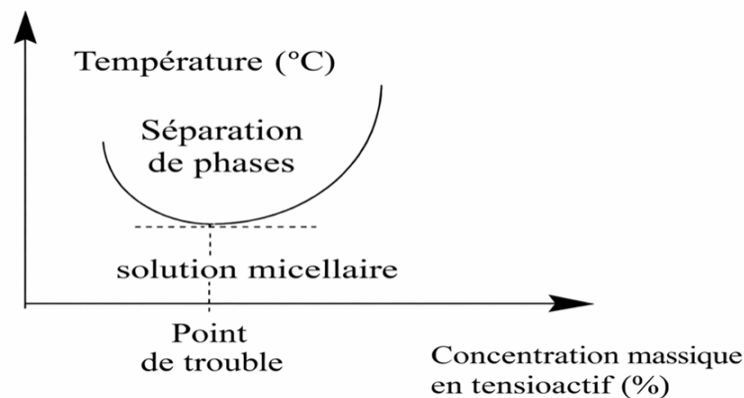


Figure.I.6. Diagramme de phase du tensioactif dans l'eau [29].

VI. Paramètres affectant l'extraction par point de trouble

L'efficacité de l'EPT dépend fortement de plusieurs paramètres expérimentaux, parmi eux, on peut distinguer :

VI.1. Effet de la concentration de tensioactif

La concentration en tensioactif joue un rôle important dans la séparation des phases car une concentration plus faible rend la séparation incomplète tandis qu'une concentration supérieure à la quantité souhaitée améliore la viscosité de la phase riche en tensioactifs, ce qui réduit simultanément son volume [26].

L'efficacité d'extraction augmente avec l'augmentation de la concentration en tensioactif jusqu'à atteindre une valeur maximale, ce qui conduit souvent à une récupération quantitative des analytes. La concentration du tensioactif influence à la fois l'extraction et le facteur de préconcentration. Une extraction quantitative doit être réalisée en minimisant le rapport des volumes de phase [29]. Plusieurs paramètres peuvent être calculés :

- **La fraction volumique de coacervat « F »** : qui correspond au rapport entre le volume de la phase coacervat et le volume totale [30].

$$F = \frac{V_C}{V_T} = \frac{V_C}{V_C + V_D} \quad (I. 2)$$

Une faible fraction volumique est recherchée afin de favoriser l'augmentation de la concentration du soluté dans un petit volume de la phase coacervat.

- **Le coefficient de partage « K »** : est le rapport de distribution du soluté entre les deux phases [31].

$$K = \frac{C_C}{C_D} = \frac{(C_0 \times V_0) - (C_D \times V_D)/V_C}{C_D} \quad (I. 3)$$

Pour $K < 1$, l'extraction est faible indiquant que le soluté se trouve dans la phase aqueuse.

Pour $1 < K < 10$, l'extraction est moyenne traduisant une répartition du soluté entre les deux phases.

Pour $K > 10$, l'extraction est efficace ce qui reflète une forte affinité du soluté pour la phase coacervat.

- **Le facteur de concentration « FC »** : est un paramètre essentiel pour évaluer l'efficacité d'un système micellaire. Il correspond au rapport entre la concentration du soluté dans la phase coacervat et la concentration initiale [30].

$$FC = \frac{C_c}{C_0} = \frac{(C_0 \times V_0) - (C_D \times V_D)/V_c}{C_0} \quad (I.4)$$

Avec :

V_c : le volume de la phase coacervat,

V_D : le volume de la phase diluée,

V_T : le volume total,

C_c : la concentration de l'analyte dans la phase coacervat,

C_D : la concentration de l'analyte dans la phase diluée,

C_0 : la concentration initiale de l'analyte.

VI.2. Effet de la température

La température constitue un des paramètres majeurs de l'EPT car la concentration micellaire critique dépend de la température. Il est généralement observé que l'efficacité de la préconcentration et les facteurs d'amélioration augmentent lorsque la température est augmentée. À haute température, les micelles deviennent des agrégats déshydratés, ce qui abaisse leur rapport de volume en phase [29].

VI.3. Effet du pH

Le pH joue un rôle essentiel dans la formation et l'extraction du chélate métallique et est également un paramètre clé dans la méthode d'extraction au point de trouble (EPT) [27].

La séparation des ions métalliques devient possible en ajustant le pH de la solution. Par conséquent, la sélectivité des méthodes en dépend. Aussi, le pH contrôle le degré de répartition dans la phase riche en tensioactif [29].

VI.4. Effet de l'ajout de sel (force ionique)

La concentration en sel a un impact sur l'EPT, la température du point trouble (PT) diminue avec l'augmentation de la concentration en sel [29]. D'après l'idée du relargage, la solubilité du non-électrolyte diminue en présence d'une concentration plutôt élevée d'électrolyte. L'ajout d'un sel à la solution micellaire augmente les interactions hydrophobes entre les micelles en raison de l'augmentation de la déshydratation entre elles, quand la concentration du tensioactif est importante, une turbidité apparaît permettant la séparation des phases. L'effet de relargage en EPT élimine le besoin de chauffage et accélère la séparation [4].

VI.5. Effet du temps d'incubation

C'est la durée pendant laquelle le système est maintenu à une température donnée (souvent au-dessus du point de trouble). En EPT, c'est un paramètre essentiel pour assurer une séparation de phase simple, efficace et adaptée à la préconcentration. L'accumulation de la

phase riche en tensioactif est principalement déterminée par le comportement physico-chimique du tensioactif utilisé [26].

VII. Avantages de l'EPT

L'EPT présente des différents avantages par rapport à d'autres techniques, on peut citer :

- ✓ Elle sert à la préconcentration de composés inorganiques et organiques et se combine aisément avec des techniques spectroscopiques ou chromatographiques.
- ✓ En raison de sa simplicité, de son efficacité supérieure, l'EPT a suscité un intérêt grandissant en tant que substitut à l'extraction liquide-liquide traditionnelle [31].
- ✓ C'est une méthode écologique qui requiert une quantité minimale de tensioactif inflammable et non volatil, sans avoir recours à aucun solvant organique [24].
- ✓ A Faible coût, elle ne nécessite pas d'équipement spécifique et requiert seulement une petite quantité de produits chimiques [32].
- ✓ L'EPT requiert une quantité minimale de tensioactif, généralement quelques milligrammes.
- ✓ L'effet hydrophobe du tensioactif a une influence sur l'efficacité de la séparation. Sa taille doit être plus ou moins proportionnelle à celle de la substance à analyser.
- ✓ L'élaboration expérimentale de la méthode de séparation et/ou de préconcentration est assez simple à réaliser, et elle a été rapportée par plusieurs chercheurs [28].

VIII. Limites de l'EPT

D'autre part, l'EPT, comme toute méthode de séparation, présente également des limites :

- Une EPT traditionnelle nécessite une période prolongée, certaines étapes peuvent durer entre 15 à 40 minutes, même plus.
- Elle n'est pas si simple de développer un arrangement basé sur le flux (ce n'est pas impossible, mais ce n'est pas non plus très facile). Il est crucial de réaliser la séparation de la phase riche en tensioactifs et de la phase aqueuse avec la plus grande précision possible (pour acquisition de résultats fiables) [32].
- Le besoin de chauffage pour obtenir la température du point de trouble constitue une contrainte pour l'EPT, étant donné que cela peut prolonger le temps du processus, augmenter la consommation d'énergie et impacter la stabilité de certains composés qui sont sensibles à la chaleur [30].

IX. Applications de l'EPT

La méthode EPT offre un large champ d'utilisation dans différents domaines analytiques, tels que :

- Analyse et isolation des molécules organiques,
- Séparation des protéines membranaires hydrophobes,
- Purification des protéines,
- Extraction et purification des enzymes,
- Purification de biomatériaux [33],
- Extraction des métaux lourds [34],
- Purification des métaux [35],
- Élimination des colorants des eaux usées [24],
- Analyse des polluants organiques persistants,
- Analyse des phtalates et des parabènes [26].

C- Tensioactifs et Liquides Ioniques : propriétés, structures et applications

Les tensioactifs

I. Introduction

Les tensioactifs sont des composés organiques qui présentent un fort intérêt chez les chercheurs grâce à leurs applications, notamment comme détergents, émulsifiants, dans la récupération du pétrole et en pharmacie. Ils sont largement utilisés, mais leur utilisation a parfois provoqué une pollution du milieu aquatique [36].

II. Définition

Les tensioactifs, également appelés des agents de surface sont une catégorie des molécules amphiphile qui ont la capacité d'adsorber aux interfaces et de former des agrégats dans les milieux liquide. Ils peuvent être d'origine naturelle (biosurfactants) ou synthétique [37]. Ces molécules actives sont constituées de deux parties distinctes : une partie hydrophile, qui présente une affinité pour l'eau et une partie hydrophobe généralement formée de chaînes d'hydrocarbures ou de fluorocarbures qui interagit avec les composés apolaires tels que les graisses ou les huiles [38].



Figure I.7. Représentation schématique d'une molécule de tensioactif [39].

III. Classification des tensioactifs

Les tensioactifs sont classés selon la nature du groupe hydrophile présent dans leur structure de tête. On distingue quatre grandes catégories : les tensioactifs anioniques, cationiques, non ioniques et amphotères [40].

III.1. Les tensioactifs non ioniques

Les tensioactifs non ioniques se distinguent par la présence d'un groupe hydrophile souvent doté d'oxygène, qui est relié de façon covalente à une chaîne hydrophobe. Leur solubilité dans l'eau dépend principalement sur la formation de liaisons hydrogène entre ces groupes hydrophiles et les molécules d'eau. La classification de ces tensioactifs repose sur la mesure du HLB (Hydrophilic-Lipophilic Balance), qui indique l'équilibre entre les segments

hydrophiles et lipophiles de la molécule. Les valeurs de HLB varient généralement de 1 à 30, même si dans certaines situations, elles peuvent dépasser cette échelle [40].

III.2. Les tensioactifs anioniques

Dans les tensioactifs anioniques, le groupe hydrophile est composé d'un groupe anionique comme carboxylate, sulfonate, sulfate et phosphate [40].

III.3. Les tensioactifs cationiques

Les tensioactifs cationiques se distinguent par la présence de sels d'ammonium quaternaire portant une charge positive permanente. Des exemples notables incluent le bromure de cétrimonium (CTAB), le chlorure d'hexadécylpyridinium, le chlorure d'alkyldiméthylbenzylammonium, le chlorure de benzéthonium (BZT), le chlorure de dioctadécyldiméthylammonium et le bromure de diméthylodioctadécylammonium [40].

III.4. Les tensioactifs zwitterioniques (amphotères)

Ils constituent une classe spécifique car ils possèdent à la fois des centres cationiques et anioniques à l'intérieur de la même molécule [40].

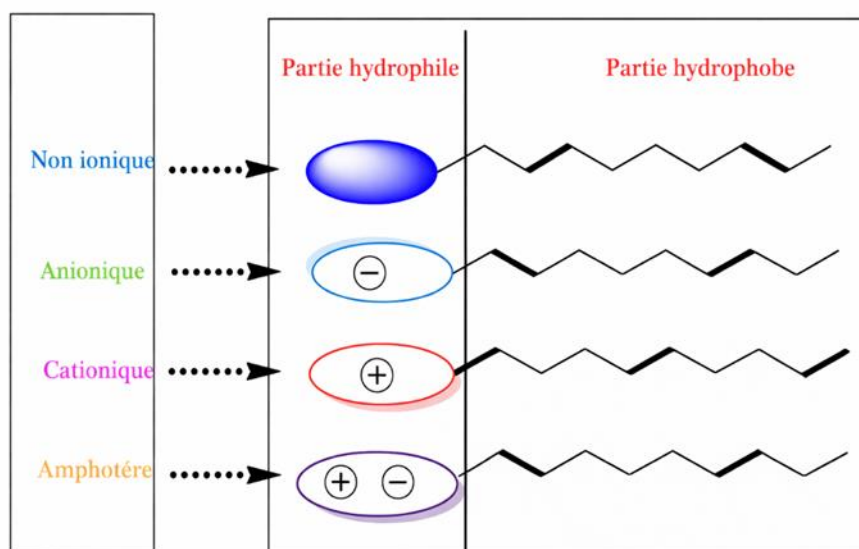


Figure I.8. Différents types de tensioactifs en fonction de leur composition en tête [40].

IV. Propriétés des tensioactifs

IV.1. La concentration micellaire critique « CMC »

La concentration micellaire critique est la concentration minimale à partir de laquelle les micelles commencent à se former spontanément [41]. En solution, lorsque la concentration du tensioactif atteint la concentration micellaire critique (CMC), les molécules s'agrègent

automatiquement pour former des micelles [42]. La concentration micellaire critique (CMC) est fortement dépendante de la structure des tensioactifs, spécialement par la longueur de la chaîne hydrophobe et la taille de la tête hydrophile. La plupart du temps, si une chaîne hydrophobe est courte ou une tête hydrophile est plus grande, la valeur de la CMC augmente [41].

IV.2. La micellisation

La micellisation correspond au phénomène par lequel des molécules amphiphiles, appelées tensioactifs, s'agrègent spontanément en solution aqueuse pour former des agrégats appelés micelles. Ces molécules comportent une partie hydrophile (polaire) et une partie hydrophobe (apolaire).

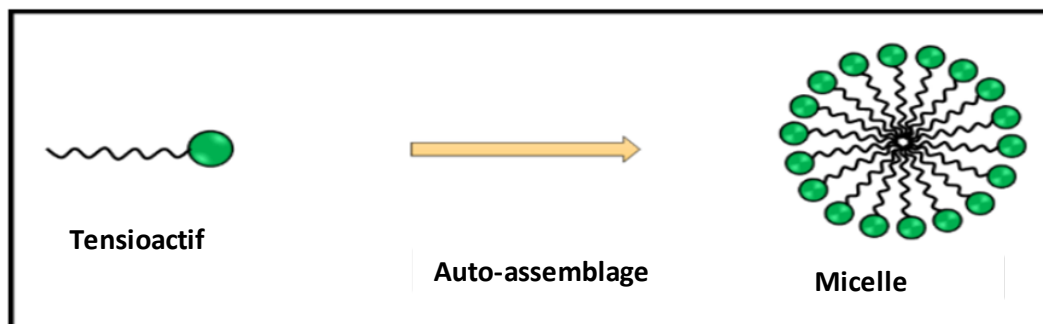


Figure I.9. Représentation d'une micelle [43].

Lorsque la concentration en tensioactif atteint la concentration micellaire critique (CMC), les molécules commencent à s'agréger spontanément, pour former des micelles. Ces dernières sont généralement composées de plusieurs dizaines de molécules, disposées de manière à ce que les têtes hydrophiles soient orientées vers l'extérieur, en contact avec l'eau, tandis que les queues hydrophobes se dirigent vers l'intérieur. Ces agrégats sont stabilisés par des interactions non covalentes et peuvent prendre différentes formes, comme sphériques, cylindriques ou discoïdales. Leur taille et leur forme dépendent de plusieurs facteurs, tels que la température, le pH, la concentration en tensioactif et la force ionique du milieu [43].

IV.3. Le point de trouble

Le point de trouble « PT » (Cloud Point, CP) est une propriété importante des tensioactifs non ioniques. Il correspond à la température à laquelle une solution aqueuse devient trouble et se sépare en deux phases lorsqu'on la chauffe, en raison de la diminution de la solubilité du tensioactif. Cette température dépend de la structure du tensioactif, en particulier de la quantité d'oxyde d'éthylène : plus elle est élevée, plus le PT augmente. Les tensioactifs ayant de longues chaînes polyoxyéthylène peuvent même présenter un PT supérieur à 100 °C. En revanche, une

augmentation de la partie hydrophobe ou hydrophile peut entraîner une diminution du PT. De plus, la présence de sels influence cette propriété à travers les effets de “salting in” et “salting out”, qui modifient la solubilité du tensioactif. Enfin, le point de trouble est important en détergence, car le nettoyage est généralement plus efficace à des températures supérieures au PT [43].

IV.4. La Biodégradabilité et la toxicité

Les tensioactifs, bien qu'indispensables dans de nombreux domaines, présentent une toxicité notable pour l'environnement et la santé humaine. Dans les milieux aquatiques, ils peuvent perturber les membranes cellulaires des organismes vivants et affecter la biodiversité, tandis que chez l'homme, ils peuvent provoquer une irritation cutanée en altérant la barrière lipidique de la peau. Par ailleurs, leur biodégradabilité dépend de leur structure chimique et fait l'objet de réglementations strictes. Cependant, une biodégradation incomplète peut entraîner leur accumulation dans l'environnement, ce qui représente un risque à long terme, d'où l'importance de développer des tensioactifs plus écologiques et moins toxiques [44].

V. Généralités sur les tensioactifs non ioniques

V.1. Définition

Les tensioactifs non ioniques sont les plus couramment utilisés dans la technique d'extraction par point trouble (EPT). Ce sont des substances solubles dans l'eau et leur ionisation est très faible. Ces tensioactifs peuvent être utilisés seuls ou en association avec des tensioactifs ioniques. Ils se caractérisent par une stabilité chimique et non affectés par les ajouts de sels, d'acide et/ou bases. Enfin, leur caractère amphiphile leur permet d'être solubles à la fois dans l'eau et dans les solvants organiques [4].

Les tensioactifs non ioniques peuvent être synthétisés par addition d'oxyde d'éthylène sur différentes fractions apolaires telles que les chaînes alkyles (provenant d'alcools, d'acides gras ou d'amides), les alkylbenzènes, les dérivés du silicone ou les chaînes polyoxypropylène (partie lipophile). La partie hydrophile de ces molécules est généralement formée par des chaînes de polyoxyéthylène [35].

Les tensioactifs non ioniques présentent l'avantage d'être moins coûteux que d'autres types de tensioactifs. De plus, ils se caractérisent par une toxicité faible en raison de leur meilleure biodégradabilité dans les milieux naturels [45].

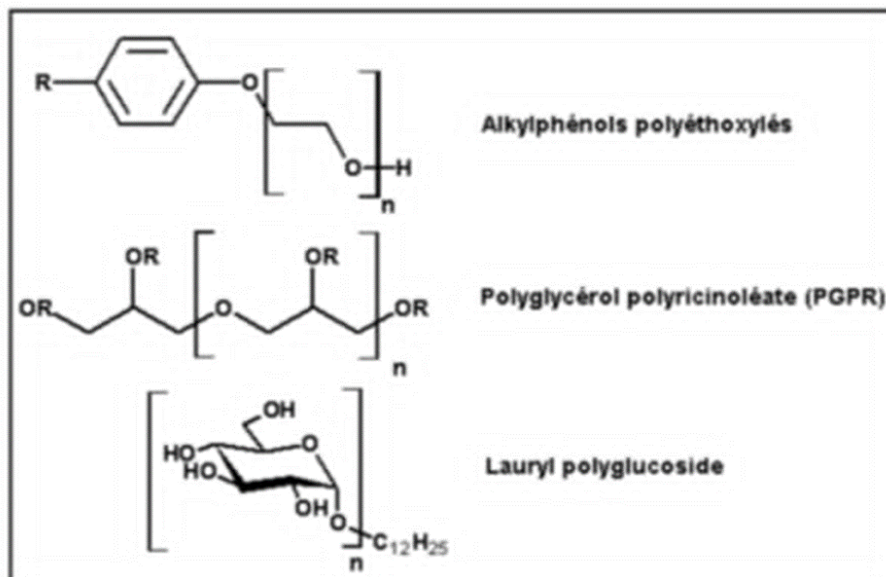


Figure I.10. Exemple de tensioactif non ionique [39].

V.2. Applications

Les tensioactifs sont largement utilisés dans plusieurs domaines grâce à leurs propriétés spécifiques, notamment :

- ✓ Dans le domaine de la cosmétique les tensioactifs sont utilisés dans les shampoings, les crèmes et les lotions.
- ✓ Dans le domaine du textile, ils sont utilisés pour le processus de dégraissage, la coloration et l'imperméabilisation.
- ✓ Dans les produits d'entretien, ils sont employés dans les cires à nettoyer.
- ✓ Dans le domaine de la peinture, ils facilitent la création d'émulsions et l'équilibre des mélanges.
- ✓ Ils sont employés dans les boues de forage dans le domaine pétrolier [46].

V.3. Cas du Tween 20

Le Tween 20, également appelé polyoxyéthylène (20) monolaurate de sorbitan est un agent tensioactif non ionique fréquemment présent dans les produits alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques. Il est nécessaire dans les produits de soins personnels en raison de ses propriétés non toxiques et émulsifiantes. Par exemple, dans les préparations de crème et de lotion, il agit en tant qu'émulsifiant pour assurer une consistance stable en amalgamant des composants huileux et aqueux [40].

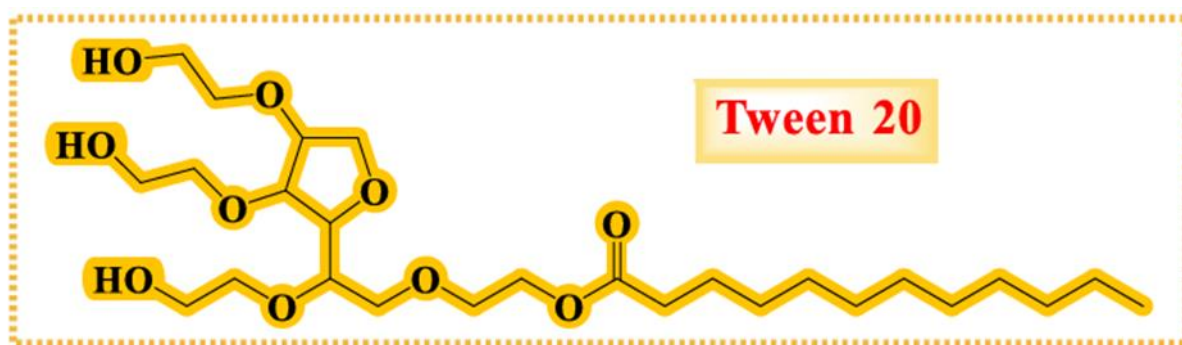


Figure I.11. Structure du Tween 20 [40].

V.3.1. Propriétés physico-chimiques de tween20

Le tableau I.2 suivant présente les principales propriétés physico-chimiques du Tween 20.

Tableau I.2. Propriétés physico-chimiques de Tween 20 [46].

Formule chimique	$C_{25}H_{114}O_{26}$
Masse molaire	$1227,54 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
Apparence	Liquide transparent visqueux
Densité	$1,1 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$

Les liquides ioniques

I. Introduction

Les liquides ioniques sont des substances entièrement formées d'ions. Identifiés pour la première fois en 1914 par *Paul Walden*. Ils ont intéressé les scientifiques récemment, en particulier durant les deux dernières décennies. Aujourd'hui, ils suscitent un intérêt croissant dans divers domaines scientifiques, notamment en chimie et en génie des procédés [47].

II. Définition

Les liquides ioniques (LI) sont des sels de cations organiques volumineux, caractérisés par une température de fusion inférieure à 100 °C. À l'état liquide possèdent des caractéristiques uniques, ils sont complexes donc ils peuvent être analysés directement dans des conditions de vide poussé. Ils se distinguent également par une grande stabilité thermique pouvant atteindre 400 °C une large plage de température à l'état liquide ainsi qu'une vaste plage de stabilité électrochimique (de 3 à 4 eV). De plus leur fort pouvoir de solvant permet de la dissolution d'une grande variété des composés. Grâce à l'ensemble de ses caractéristiques, les liquides ioniques sont considérés comme des solvant performants, faciles à utiliser et souvent qualifiés de « solvant verts » [48].

III. Structure

La structure des liquides ioniques se base sur une diversité importante de cations. Ce sont surtout les ammoniums et phosphoniums quaternaires qui sont conventionnels, grâce à leur encombrement stérique et leur caractère asymétrique. Parallèlement les cycles hétéroaromatiques (pyridiniums, pyrrolidiniums, triazolium) jouent un rôle prépondérant, avec une inclination particulière pour les sels d'imidazolium grâce à leur modularité élevée. Finalement, les travaux de recherche ont évolué vers des structures plus sophistiquées : des cations fonctionnalisés qui intègrent des groupes réactifs tels que les esters, alcools, nitriles, etc., ainsi que des cations chiraux [30]. La figure I.12 suivante montre les cations des liquides ioniques :

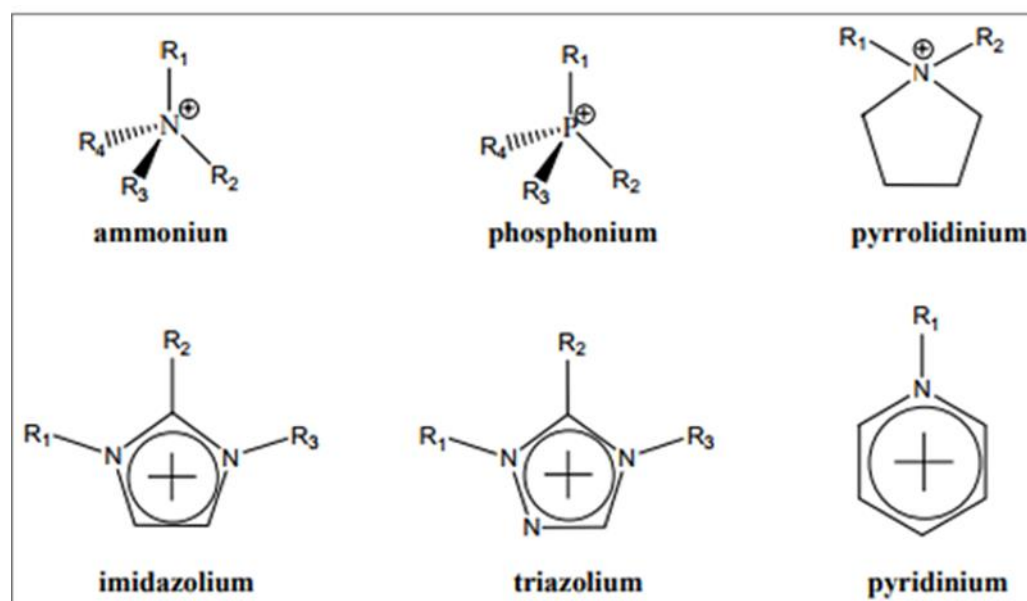


Figure I.12. Les cations des liquides ioniques [30].

Aussi, les anions utilisés pour les liquides ioniques s'articulent autour de deux pôles : les structures inorganiques, avec une prédominance du tétrafluoroborate (BF_4^-) et de l'hexafluorophosphate (BF_6^-) en raison de leur effet sur la solubilité et les structures organiques fluorées telles que (CF_3CO_2^-) ou sulfoniques (CF_3SO_3^- , $\text{C}_4\text{F}_9\text{SO}_3^-$, $(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{N}^-$ et $(\text{CF}_3\text{SO}_2)_3\text{C}^-$). Sont prisées pour leur stabilité thermique et leur faible coordination. De nouveaux anions aux propriétés spécifiques ont récemment été développés y compris des anions chiraux ou modifiés par des groupes comme les nitriles, les hydroxyborates ou encore les bases de Lewis. Enfin, des systèmes anioniques plus complexes, basés sur des hétéropolyanions ou des sels métalliques, font également l'objet de nombreuses recherches [30].

IV. Propriétés des liquides ioniques

Les principales propriétés des liquides ioniques sont les suivantes :

- **Pression de vapeur** : Généralement négligeable dans des conditions normales (non volatils).
- **Inflammabilité** : Habituellement non inflammables.
- **Ajustabilité** : Solvants « sur mesure », avec possibilité de combiner différents cations et anions.
- **Viscosité** : Généralement élevée, de l'ordre de 20 à 97 000 mPa.s.
- **Densité** : Comprise entre 0,8 et 3,3 g.cm^{-3} .
- **Indice de réfraction** : Entre 1,3 et 2,2.
- **Conductivité électrique** : Conducteurs électriques, avec une conductivité pouvant atteindre 120 mS.cm^{-1} .

- **Stabilité thermique** : Généralement élevée [49].

V. Applications des liquides ioniques

Utilisés comme milieux réactionnels en synthèse organique tels que :

- Agents catalytiques pour améliorer les réactions chimiques.
- Intervenant dans les procédés d'électrocatalyse.
- Utilisés pour les opérations de séparation des espèces chimiques.
- Appliqués dans les procédés d'extraction des métaux.
- Utilisés dans l'élaboration de nanostructures de polymères conducteurs [50].

VI. Cas de l'Aliquat 336

L'Aliquat 336 est un liquide ionique, correspondant au chlorure de tri-octylméthylammonium, utilisé comme agent d'extraction dans la phase organique. Il présente une excellente stabilité thermique ainsi qu'une grande efficacité, ce qui le rend efficace pour l'extraction de différentes espèces, en particulier les ions métalliques contenus dans les eaux usées [52]. La structure détaillée de l'Aliquat 336 est représentée dans la figure I.13 suivante :

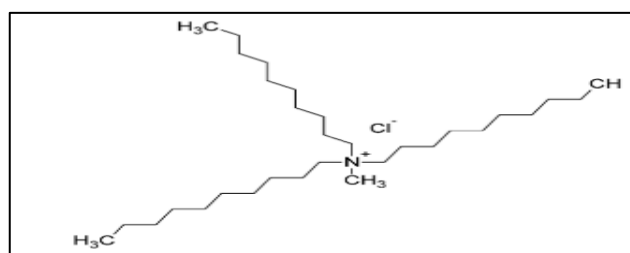


Figure I.13. Structure de l'Aliquat 336.

VI.1. Propriétés de l'Aliquat 336

Les propriétés physico-chimiques de l'Aliquat 336 sont regroupées dans le tableau (I.3) ci-dessous :

Tableau I.3. Propriétés d'Aliquat 336 [51].

Formule chimique	$C_{25}H_{54}ClN$
Masse molaire ($g \cdot mol^{-1}$)	404,2
Densité ($Kg \cdot m^{-3}$)	888
Viscosité (mPa s)	1502,0
La pureté (%)	100,0

PARTIE
EXPERIMENTALE

CHAPITRE II

Partie expérimentale

I. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter l'ensemble des réactifs chimiques et du matériel expérimental utilisés au cours de cette étude. Il présente également les différentes expériences réalisées et le protocole adopté pour l'extraction du vert malachite par la technique du point trouble. Cette méthode repose sur l'utilisation du Tween 20 en tant que tensioactif non ionique, de l'Aliquat 336 comme liquide ionique, et du sulfate de sodium (Na_2SO_4) afin d'abaisser la température du point trouble.

Ce travail comporte deux parties :

- ✚ La détermination et l'optimisation du point trouble du Tween 20 en effectuant plusieurs ajouts tels que :
 - Différents sels à diverses concentrations,
 - Plusieurs alcools à diverses concentrations,
 - Un liquide ionique (Aliquat 336) à différentes concentrations,
 - Des alcanes variés à diverses concentrations.
- ✚ L'extraction du colorant VM en étudiant l'influence des paramètres expérimentaux suivants :
 - Effet de pH,
 - Effet du temps d'incubation,
 - Effet de la concentration du tensioactif non ionique Tween 20,
 - Effet de concentration du liquide ionique Aliquat 336,
 - Effet de la force ionique,
 - Effet de la concentration du colorant VM.

II. Matériels utilisés

II.1. Verreries

Béchers, fioles jaugées, pipette graduée & propipettes, tubes à essais.

II.2. Appareillages

Les appareils utilisés dans cette étude sont présentés ci-dessous :

- Une balance analytique électronique de type OHAUS (SÉRIE CARAT),
- Un pH-mètre Adwa (AD1030),
- Un bain-marie thermostatique de marque LabTech (DaihanLabTech Co., Ltd.), modèle LCB-11D,

- Un spectrophotomètre UV-Visible de type (SPECORD 210 plus),
- Un agitateur magnétique.

II.3. Réactifs

Les réactifs chimiques employés dans cette étude expérimentale sont présentés ci-dessous :

Tableau.II.1. Propriétés physico-chimiques et caractéristiques des réactifs utilisés.

Produits	Formule Chimique	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Degré de Pureté	Fournisseur
Vert Malachite	C ₂₃ H ₂₅ ClN ₂	364,911	99,99%	Emperor
Tween20	C ₂₅ H ₁₁₄ O ₂₆	1227	-	Biochem Chemopharma
Aliquat 336	C ₂₅ H ₅₄ ClN	404	-	Sigma-Aldrich
Sulfate de sodium	Na ₂ SO ₄	142,04	99%	Sigma-Aldrich
Chlorure de sodium	NaCl	58,44	99%	Carlo-Erba
Thiosulfate de sodium	Na ₂ S ₂ O ₃	158,11	99%	Sigma-Aldrich
Carbonate de sodium	Na ₂ CO ₃	105,99	99%	Sigma-Aldrich
Octanol	C ₈ H ₁₈ O	130,23	99%	Sigma-Aldrich
Pentanol	C ₅ H ₁₂ O	88,15	99%	Sigma-Aldrich
Butanol	C ₄ H ₁₀ O	74,12	99%	Biochem Chemopharma
Propanol	C ₃ H ₈ O	60,10	99%	Sigma-Aldrich
n-hexane	C ₆ H ₁₄	86,18	99%	Biochem Chemopharma
n-heptane	C ₇ H ₁₆	100,20	99%	Sigma-Aldrich
Acide chlorhydrique	HCl	36,46	37%	Sigma-Aldrich
Hydroxyde de sodium	NaOH	40,00	97%	Sigma-Aldrich

III. Préparation des solutions

III.1. Préparation de la solution mère du colorant

Une solution aqueuse du Vert Malachite (VM) de concentration 5 ppm a été préparée avec précision, en solubilisant 0,0025g de VM dans une fiole de 500 mL. Le solide a d'abord été dissous dans une petite quantité d'eau distillée pour assurer sa solubilisation, après l'ajustement se fait jusqu'au trait de jauge. La solution doit être bien homogénéisée pour garantir la répartition uniforme du soluté. La figure II.1 ci-dessous représente la solution du colorant du Vert Malachite.



Figure II.1. Solution mère du colorant Vert Malachite.

IV. Extraction par point trouble

L'extraction par point de trouble a été réalisée dans des tubes à essai en mélangeant 10 mL de solution contenant VM avec une quantité de Tween 20, d'Aliquat 336 et de sel. Après homogénéisation, le mélange a été maintenu au bain marie jusqu'à l'apparition du point de trouble marquant le début de la séparation des phases. Ce processus permet de distinguer deux phases : la phase aqueuse (phase diluée) et la phase coacervat (phase riche en tensioactifs) : comme le montre la figure II.2. Par la suite, les différents paramètres ont été optimisés afin de déterminer les conditions optimales.

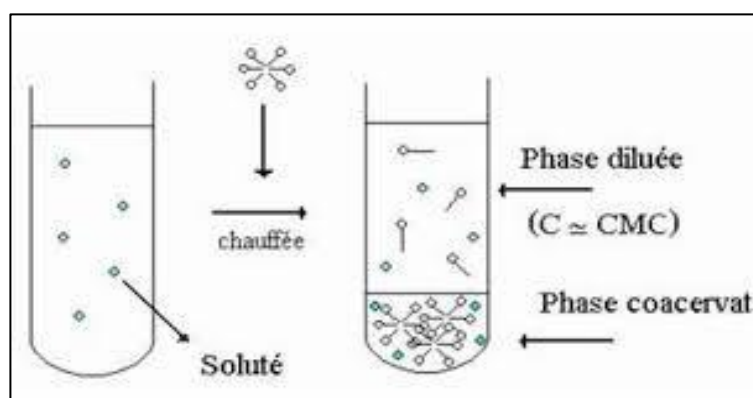


Figure II.2. Procédure d'extraction par point de trouble.

V. Détermination du point de trouble

L'influence de différents paramètres sur le point de trouble d'un système contenant le tensioactif non ionique Tween 20 a été étudiée :

V.1. Influence de la nature et de la concentration des sels

On a étudié l'influence de la nature et de la concentration des sels (NaCl , Na_2SO_4 , Na_2CO_3 et $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) sur le point de trouble, des solutions salines ont été préparées à différentes concentrations selon un rapport masse/volume (m/V) (1, 2, 4, 5, 6, 8 et 10%). Chaque solution a été obtenue par dissolution d'une quantité de sel dans un volume de 10 mL de l'eau distillée suivie d'une agitation jusqu'à dissolution complète. Ensuite Les solutions ont été placées dans des tubes à essai et 5% de Tween 20 ont été ajoutés à chaque tube. Les mélanges ont été soigneusement homogénéisés et placés dans un bain-marie réglé à 20 °C. La température a été augmentée progressivement par paliers de 10 °C jusqu'à atteindre 90 °C à chaque température, les tubes ont été laissés pendant 5 minutes.

V.2. Influence de la nature et de la concentration des alcools

On a étudié l'effet de différents alcools (propanol, butanol, pentanol et octanol) sur le point de trouble. Dans des tubes à essai ont été introduits différentes quantités (1, 2, 4, 5, 6, 8 et 10%) de chaque alcool, 10 mL de l'eau distillée et 5% de Tween 20, Les mélanges ont été homogénéisés et placés dans un bain-marie à 20 °C, Comme précédemment, la température a été augmentée progressivement jusqu'à 90 °C, à chaque température, les tubes ont été laissés en incubation pendant 5 minutes.

V.3. Influence de la concentration de l'Aliquat 336

L'étude de l'influence de la concentration de l'Aliquat 336 sur le point de trouble a été réalisée par la préparation des tubes à essai qui contient différentes concentrations de l'Aliquat 336 (0,5, 1, 2, 3, 4, 5 et 6%), 10 mL de l'eau distillée et 5% de Tween 20. Les tubes ont été homogénéisés et placés dans le bain-marie réglé à 20 °C. La température a été augmentée progressivement par paliers de 10 °C jusqu'à atteindre 90 °C. En maintenant les tubes pendant 5 minutes à chaque température.

V.4. Influence de la nature et de la concentration des alcanes

L'effet des alcanes, notamment le n-hexane et le n-heptane, sur le point de trouble a été étudié. Dans des tubes à essai ont été introduits différentes concentrations des alcanes (1, 2, 3, 4, 6, 8 et 10 %), 10 mL de l'eau distillée et une quantité de 5% de Tween 20, les tubes ont été immédiatement fermés et agités puis placés dans un bain-marie à 20 °C, Comme précédemment, la température a été augmentée progressivement jusqu'à 90 °C, à chaque température, les tubes ont été laissés en incubation pendant 5 minutes.

VI. Méthode instrumentale d'analyse : Spectrophotométrie UV-Visible

La spectroscopie d'absorption est une technique d'analyse qui se base sur l'étude de l'interaction entre la lumière et la matière à travers l'absorption du rayonnement par les molécules. Chaque molécule possède des longueurs d'onde d'absorption spécifique, pour faciliter son identification et sa quantification. Cette méthode fonctionne dans un domaine allant de l'ultraviolet (180–400 nm) à la lumière visible (400–700 nm) et une zone proche à l'infrarouge (700–2500 nm).

La mesure de l'absorbance par UV-Visible repose sur la loi de Beer-Lambert qui établit une relation de proportionnalité entre l'absorbance (A), la concentration molaire de la solution (C) et la longueur du trajet optique (l), comme l'indique l'expression suivante :

$$A = -\log \frac{I_t}{I_0} = \log \frac{1}{T} = \epsilon \cdot l \cdot C \quad (\text{II.1})$$

Où :

A : Absorbance,

I_0 : intensité du rayonnement incident à cette même longueur d'onde (exprimée en unités d'énergie),

I_t : intensité du rayonnement transmis à la même longueur d'onde, exprimée dans les mêmes unités que I_0 ,

T : transmittance,

ε : absorptivité molaire ($L^{-1}.mol^{-1}.cm^{-1}$),

l : longueur du parcours à travers l'échantillon (cm^{-1}),

C : concentration de la substance absorbante (mol/L).

VII. Extraction du colorant VM : étude paramétrique

VII.1. Effet du pH

Un volume de 10 mL du VM (5 ppm) a été introduit dans des tubes à essai en variant le pH de 2, 3, 4, 5, 6, 7, et 8. Les valeurs de pH 2–5 ont été ajustées avec HCl et celles de 6–8 avec NaOH. Après 5% de Tween 20, 2% d'Aliquat 336 et 5% de Na_2SO_4 ont été ajoutés en suivant un rapport masse/volume (m/V) lors de la préparation, les tubes sont homogénéisés et placés au bain-marie à 30 °C pendant 15 min. La phase diluée a été récupérée et analysée par spectroscopie UV-Visible avec une longueur d'onde spécifique de $\lambda=617$ nm.

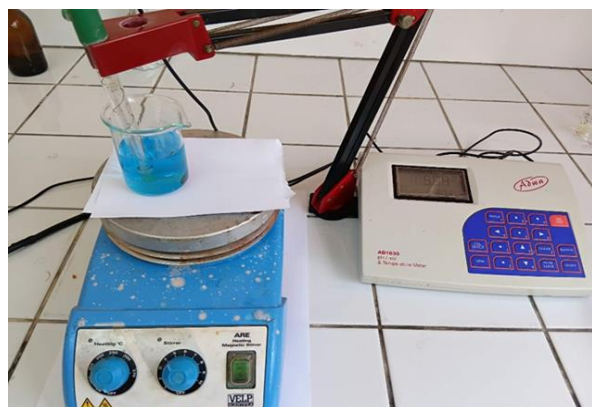


Figure.II.3. Montage d'ajustement de pH.

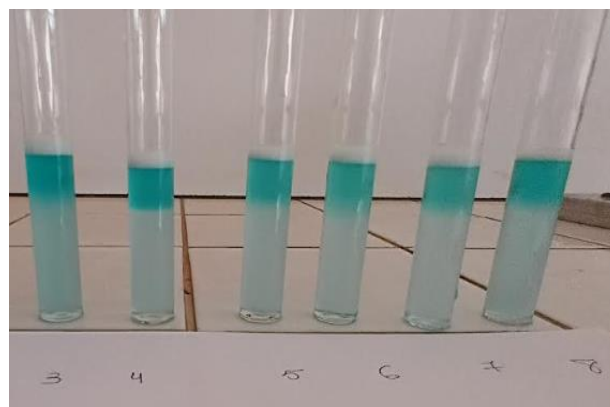


Figure.II.4. Effet de la variation du pH sur la séparation de phases.

VII.2. Effet du temps d'incubation

Un volume de 10 mL du VM (5 ppm) a été transféré dans des tubes à essai en faisant varier le temps d'incubation de 5, 10, 15, 30, 120 et 180 min suivi de l'ajout de 5% de Tween 20, 2% d'Aliquat 336 et 5% de Na₂SO₄. Selon les conditions de pH fixé, les tubes sont homogénéisés et placés au bain marie à 30 °C. La phase diluée a été récupérée et analysée par spectroscopie UV-Visible avec une longueur d'onde spécifique de $\lambda=617$ nm.

VII.3. Effet de la concentration du tensioactif non ionique (Tween 20)

Dans des tubes à essai étiquetés, 5% de Na₂SO₄, 2% d'Aliquat 336 et différentes concentrations de Tween 20 (1, 2, 3, 4, 5, 6 et 7%) sont introduits dans 10 mL de solution de VM (5 ppm). Les tubes sont homogénéisés, puis placés dans un bain-marie à 30 °C pendant un temps déterminé. Enfin, la phase diluée est récupérée et analysée par spectroscopie UV-Visible avec une longueur d'onde spécifique de $\lambda=617$ nm.

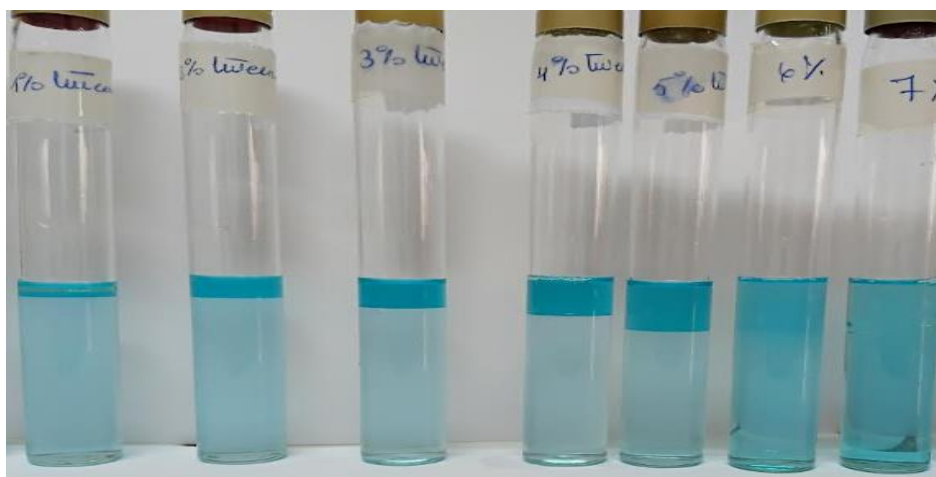


Figure.II.5. Effet de la variation de la concentration du tween 20 sur la séparation de phases.

VII.4. Effet de la force ionique

Dans des tubes à essai étiquetés, 0,4 g de Tween 20 (4%), 0,2 g d'Aliquat 336 (2%) et différentes concentrations de Na₂SO₄ (0,5, 1, 2, 3, 3,5, 4, 4,5, 5, 5,5, 6, 6,5 et 7%) sont introduits dans 10 mL d'une solution de VM (5 ppm). Les mélanges sont ensuite homogénéisés, puis placés dans un bain-marie à 30 °C pendant un temps déterminé. Enfin, la phase diluée est récupérée et analysée par spectroscopie UV-Visible avec une longueur d'onde spécifique de $\lambda=617$ nm.

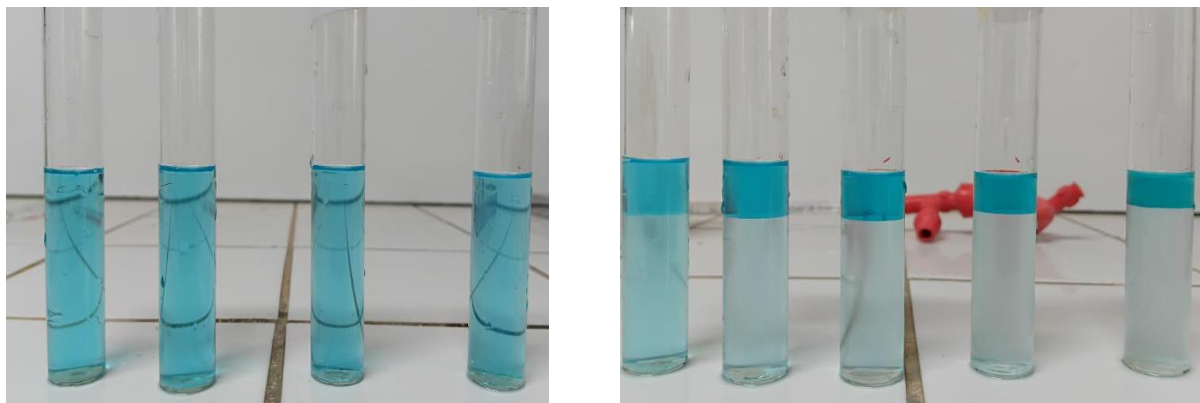


Figure.II.6. Effet de la variation de la concentration de Na_2SO_4 sur la séparation de phases.

VII.5. Effet de la concentration du liquide ionique Aliquat 336

Dans tubes à essai, 4% de Tween 20, 6% de Na_2SO_4 et différentes concentrations de l'Aliquat 336 (0,2, 0,5, 0,8, 1, 1,5, 2, 2,5 et 3%) sont mélangés avec 10 mL de solution de VM (5 ppm). Les tubes sont homogénéisés et maintenus dans un bain-marie à 30 °C pendant un temps déterminé. Enfin, la phase diluée est récupérée et analysée par spectroscopie UV-Visible avec une longueur d'onde spécifique de $\lambda=617$ nm.

VII.6. Effet de la concentration du colorant vert malachite

Dans des tubes à essai, 4% de Tween 20, 2% d'Aliquat 336 et 6% de Na_2SO_4 sont mélangés avec 10 mL de solution de VM à différentes concentrations (0,5, 1, 2, 3,4, 5 et 6 ppm). Ensuite les tubes sont agités puis mis dans un bain-marie à 30 °C pendant un temps déterminé. Enfin, la phase diluée est récupérée et analysée par spectroscopie UV-Visible avec une longueur d'onde spécifique de $\lambda=617$ nm.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

CHAPITRE III

Résultats et discussions

I. Introduction

Ce travail porte sur l'extraction par point de trouble de vert malachite à partir d'une solution aqueuse en utilisant Tween 20 comme tensioactif non ionique. L'étude a été faite afin de déterminer les conditions optimales permettant une élimination efficace de ce colorant industriel.

Ce travail est structuré en deux parties principales :

- ✓ La détermination de la température de trouble du système contenant le Tween 20 en fonction des conditions expérimentales,
- ✓ L'étude de l'extraction du vert malachite par la méthode du point de trouble.

Cette partie présente les résultats obtenus lors de ce travail expérimental accompagnés de discussions approfondies afin de mettre en évidence l'influence des paramètres étudiés sur l'efficacité du procédé d'extraction.

II. Courbe d'étalonnage

Pour établir la courbe d'étalonnage de vert malachite, les solutions aqueuses sont analysées à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible. Suivant la loi de Beer-Lambert, la variation de l'absorbance est proportionnelle à la concentration des solutions aqueuse de VM. L'absorbance est alors mesurée à la longueur d'onde caractéristique du colorant $\lambda=617\text{nm}$.

Plusieurs solutions de concentrations différentes ont été obtenues par dilution de volumes préalablement calculés à partir de la solution mère de VM. La courbe d'étalonnage du VM est représentée dans la figure III.1 suivante :

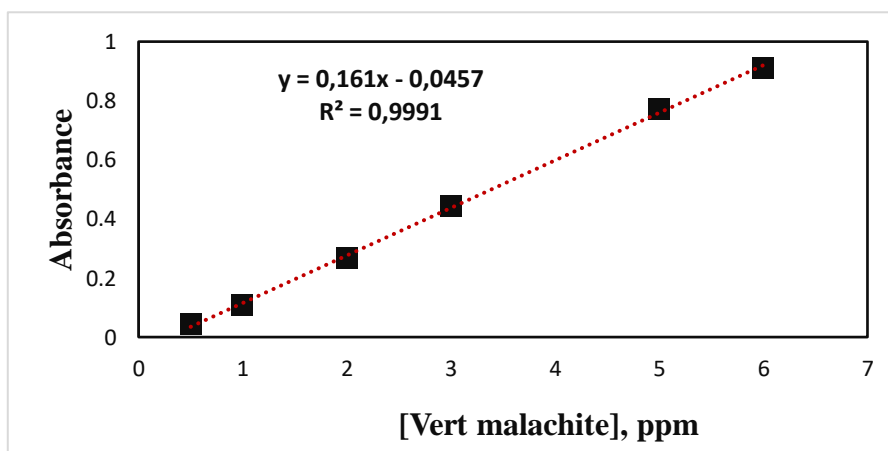


Figure III.1. La courbe d'étalonnage du VM.

Les résultats indiquent que la courbe obtenue est une droite linéaire dans le domaine de concentration étudiée, ce qui confirme que la loi de Beer-Lambert est vérifiée avec un excellent coefficient de corrélation $R^2=0,9991$. L'équation de régression est la suivante :

$$\text{Absorbance} = 0,161 \times [\text{VM}] - 0,0457 \quad (\text{III.1})$$

A partir de cette équation on peut obtenir la relation qui relie l'absorbance et la concentration du colorant, qui sera ensuite utilisée par la suite pour déterminer la concentration résiduelle du VM pour toute valeur d'absorbance mesurée.

$$[\text{VM}] = \frac{\text{Absorbance} + 0,0457}{0,161} \quad (\text{ppm}) \quad (\text{III.2})$$

III. Détermination et optimisation du point trouble du Tween 20

Plusieurs études antérieures ont examiné le comportement du Tween 20 en solution aqueuse sans ajouts, en déterminant notamment sa température de trouble initiale, paramètre essentiel pour la compréhension de ses propriétés physico-chimiques [52,53]. Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de différents additifs et à l'évaluation de leur influence sur le point de trouble du Tween 20, on peut citer :

III.1. Influence de la nature et de la concentration des sels

La température de trouble constitue un paramètre fondamental pour décrire le comportement des systèmes micellaire non ionique en particulier ceux à base de Tween 20 en solution aqueuse. Ce phénomène dépend fortement des interactions entre le solvant, le tensioactif, et les ajouts ; principalement les sels. En effet l'ajout des électrolytes peut modifier l'état d'hydratation des micelles et par conséquent modifier leur stabilité en solution. L'étude de la variation de la température en fonction de la nature des sels (NaCl, Na₂SO₄, Na₂CO₃ et Na₂S₂O₃), et de leur concentration permet de mieux comprendre ce phénomène. La figure (III.2) ci-dessous démontre les résultats obtenus :

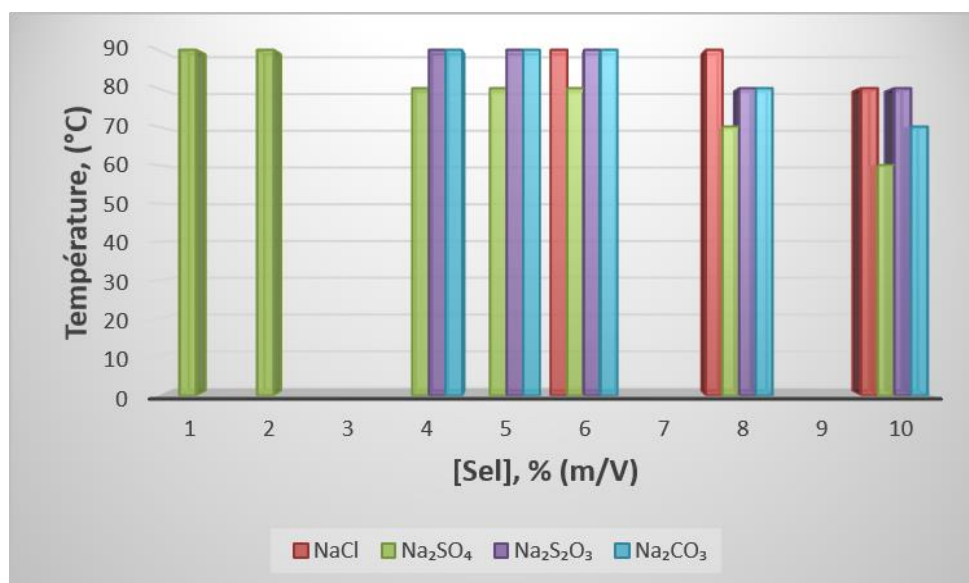


Figure III.2. Influence du taux de différents sels sur la température du trouble du Tween 20 (5%) (m/V).

L'analyse de la figure III.2 confirme l'impact significatif de la force ionique sur la température de trouble (PT), de manière générale l'augmentation de la concentration en sel abaisse la température de trouble ce qui indique une diminution de la stabilité des micelles en solution. Le phénomène résulte d'un effet de « salting-out », par lequel les ions présents en solution entrent en compétition avec les groupes hydrophiles du tensioactif pour les molécules d'eau. Cela provoque une déshydratation des chaînes polyoxyéthylènes et favorise la séparation de phases.

Parmi les sels étudiés, Na₂SO₄ présente un comportement particulièrement remarquable, caractérisé par une diminution progressive et significative de la température de trouble avec l'augmentation de sa concentration, celle-ci passant de 90 à 60 °C à mesure que la solution s'enrichit en sel. Cette efficacité peut également être interprétée par la forte affinité de l'ion sulfate (SO₄²⁻) pour les molécules d'eau, due à sa densité de charge élevée, il renforce la structuration du réseau hydrogène de l'eau, ce qui réduit la disponibilité des molécules d'eau libres pour hydrater les chaînes polyoxyéthylènes du Tween 20, il capte une partie importante des molécules d'eau disponibles, réduisant ainsi l'hydratation des micelles et affaiblissant les interactions entre le solvant et les chaînes hydrophiles du tensioactif. Cette déstabilisation entraîne une agrégation accrue des micelles et provoque la séparation de phase à des températures plus faibles [54].

En comparant les différents sels étudiés (NaCl, Na₂S₂O₃, et Na₂CO₃, le Na₂SO₄), le Na₂SO₄ procure les abaissements du PT les plus significatifs, ce qui confirme son fort pouvoir salting-out et son aptitude à modifier les propriétés physico-chimiques du système. Les résultats

obtenus confirment que Na_2SO_4 constitue un électrolyte optimal pour ce type de système, en raison de sa capacité à induire une séparation de phases nette et efficace [54].

III.2. Influence de la nature et de la concentration des alcools

La température de trouble joue un rôle important dans le phénomène de séparation par point de trouble. Elle dépend de plusieurs paramètres, notamment de la présence d'alcools. L'étude de l'influence de la nature des alcools (propanol, butanol, pentanol et octanol), ainsi que de leur concentration est présentée dans la figure III.3 :

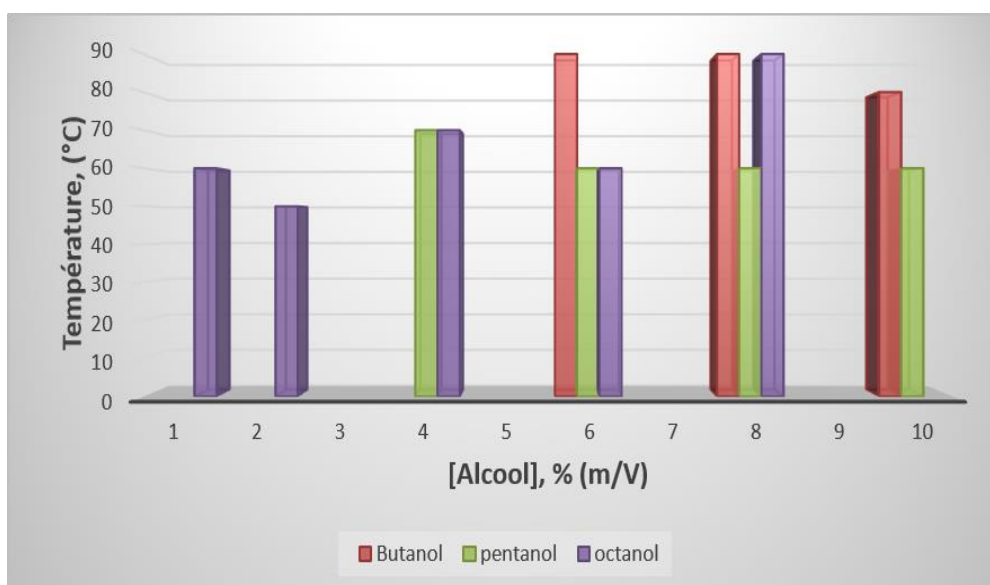


Figure III.3. Influence des alcools et de leurs concentrations sur la température de trouble du Tween 20 (5%) (m/V).

L'analyse de la figure III.3 montre que les alcools à courte chaîne carbonée causent une augmentation de la température de trouble, tandis que ceux, avec de longues chaînes carbonées provoquent une diminution de cette température. Ce comportement s'explique par le rôle particulier des alcools comme co-solvant transformant ainsi l'état d'hydratation des chaînes éthyloxy du Tween 20 [55].

Dans le cas du propanol, qui possède une chaîne carbonée très courte et une forte hydrophilie, les molécules se dissolvent principalement dans la phase aqueuse et renforcent la saturation du milieu par formation de liaison d'hydrogène avec l'eau ce qui provoque la stabilisation de la structure et la préservation de l'hydratation des chaînes polyéthoxylées du tensioactif [55]. Or, la déshydratation de ses groupements constitue une étape essentielle à l'apparition du trouble. Par conséquent, aucune séparation de phases n'a été observée même à

90 °C, ce qui indique que la température de trouble a été déplacée vers des valeurs supérieures à 90 °C.

Dans le cas du butanol, dont la chaîne carbonée est plus longue et que le caractère hydrophobe est plus marqué, le comportement devient intermédiaire, une partie de molécules de butanol reste dans la phase aqueuse et l'autre commence à s'insérer dans le cœur hydrophobe des micelles [55]. Une séparation de phase est observée à des températures élevées (90 °C) traduisant la déshydratation progressive des groupements polyéthoxy. D'autre part, lorsque la concentration en butanol augmente, son caractère hydrophobe devient plus dominant, ce qui favorise la déstabilisation du système micellaire et entraîne ainsi une légère diminution de la température de trouble (80 °C).

Enfin, pour les alcools à chaîne carbonée plus longue tels que : le pentanol et l'octanol, leur caractère hydrophobe prédominant favorise leur localisation dans le cœur micellaire, ce qui conduit à réduire l'hydratation des groupements polyéthoxy et ainsi réduire la température de trouble ; 60 et 50 °C pour le pentanol et l'octanol, respectivement.

Dans certains cas (octanol dans ce cas), une augmentation du PT peut être observée à forte concentration (8%), en raison de la restructuration de micelles et un renforcement des interactions hydrophobes [56].

L'ensemble des résultats montre que l'effet des alcools sur la température de trouble dépend fortement de la structure de ces derniers. Selon leur solubilité dans l'eau et leur interaction avec les micelles, ils peuvent influencer différemment la température de trouble.

III.3. Influence de la concentration du liquide ionique : Aliquat 336

Dans le but de déterminer le point de trouble d'un système contenant un tensioactif non ionique (Tween 20), l'ajout d'un liquide ionique tels que l'Aliquat 336 peut modifier les interactions hydrophiles et hydrophobes au niveau du système, influençant ainsi la formation et la stabilité des micelles. La figure (III.4) montre l'évolution de la température du point de trouble en fonction de la concentration de l'Aliquat 336.

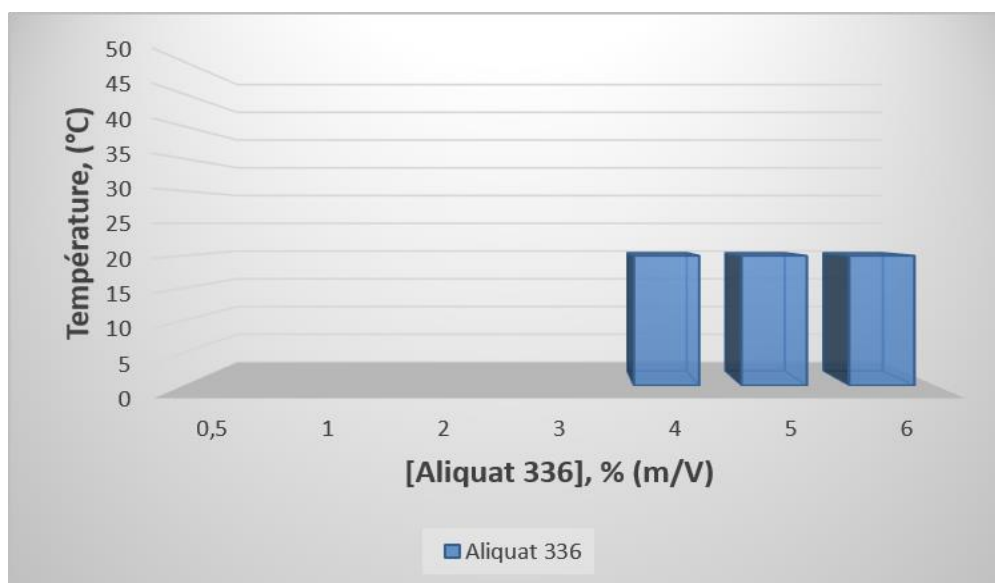


Figure III.4. Influence de différentes concentrations d'Aliquat 336 sur la température de trouble du Tween 20 (5%) (m/V).

Les résultats illustrés dans la figure III.4 montrent que l'ajout de l'Aliquat 336 modifie profondément le comportement thermosensible du système à base de Tween 20. En effet, ce dernier seul présente une température de trouble très élevée en raison de la forte hydratation de ses chaînes polyoxyéthylène, qui assurent une bonne solubilité dans l'eau. Dans l'intervalle de faibles concentrations en Aliquat 336 (0,5 à 3%), l'absence de séparation de phase indique que la structure micellaire du Tween 20 reste globalement stable : les interactions hydrophiles dominent, et la quantité d'Aliquat 336 est insuffisante pour perturber l'hydratation des chaînes [57].

Lorsque la concentration en Aliquat 336 est de 4%, on observe une forte diminution de la température de trouble pour atteindre environ 20 °C, ainsi qu'une séparation de phase. Ce phénomène s'explique par les interactions spécifiques entre l'Aliquat 336 (un liquide ionique hydrophobe à longue chaîne alkyle) et les micelles du Tween 20. L'Aliquat 336 ; un liquide ionique de type ammonium quaternaire provoque ainsi une déshydratation des chaînes polyoxyéthylène diminuant ainsi la solubilité du tensioactif, puis provoquant l'agrégation des micelles, et finalement entraînant une séparation de phases à des températures plus basses.

Le maintien de la température de trouble à une valeur pratiquement constante, autour de 20 °C entre 4 et 6 % d'Aliquat 336, indique que le système a atteint une concentration critique, au-delà de laquelle la déstabilisation devient maximale. Une fois les interactions hydrophobes et ioniques devenues prédominantes, une augmentation supplémentaire de la concentration n'entraîne plus de changement significatif de la température de trouble. Cela suggère que le système est déjà dans un état fortement déshydraté et séparé.

III.4. Influence de la nature et de la concentration des alcanes

La température de trouble est un paramètre clé dans le processus de séparation par point de trouble. Elle est influencée par différents facteurs, notamment la présence des alcanes. L'effet des alcanes (n-hexane et n-heptane) a été étudié ainsi que celui de leurs concentrations sur la température de trouble. Ceci est représenté dans la figure III.5 ci-dessous.

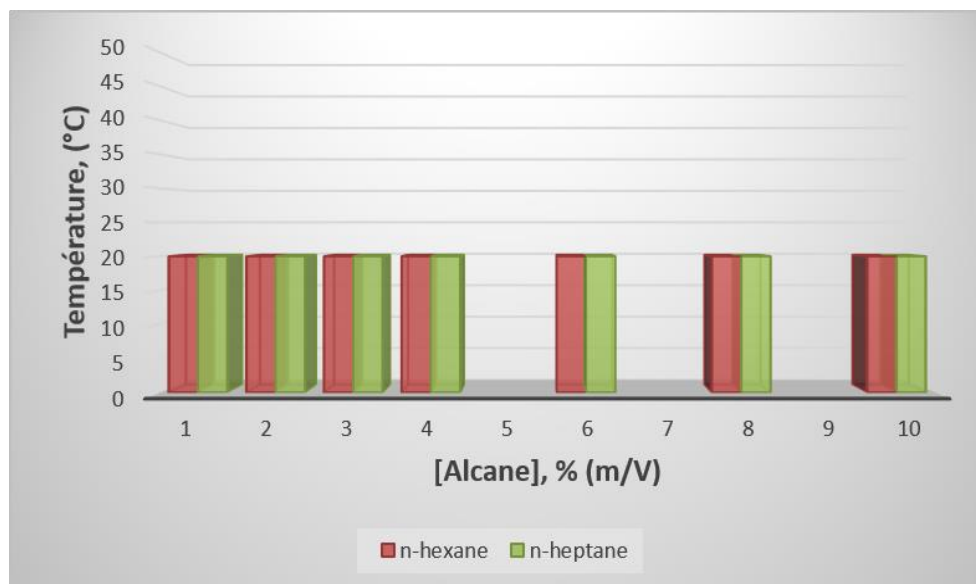


Figure III.5. Influence de la nature des alcanes et de leurs concentrations sur la température de trouble du Tween 20 (5%) (m/V).

Les résultats de la Figure III.5 montrent que l'ajout des alcanes, notamment le n-hexane et le n-heptane, modifie le comportement du système à base de Tween 20. En effet, alors que le Tween 20 possède une température de trouble élevée due à la forte hydratation de ses chaînes polyoxyéthylène, l'introduction même de faibles quantités d'alcanes provoque une diminution de cette température pour atteindre environ 20 °C pour toutes les concentrations étudiées [24].

Cette diminution s'explique par l'intégration des molécules d'alcanes dans le cœur hydrophobe des micelles. Les hydrocarbures apolaires s'introduisent dans les micelles et augmentent leur caractère hydrophobe. Cela perturbe l'équilibre hydrophile/hydrophobe du tensioactif et entraîne une déshydratation des chaînes polyoxyéthylène. Cette déshydratation réduit fortement la solubilité du Tween 20, ce qui favorise l'agrégation des micelles et conduit à une séparation de phases à des températures beaucoup plus basses.

Le fait que la température soit déjà égale à 20 °C dès la plus faible concentration (1%) en alcane et reste constante jusqu'à 10% indique que le système atteint très rapidement un état de saturation micellaire. Autrement dit, une faible quantité d'alcane suffit pour saturer le cœur hydrophobe des micelles.

L'histogramme montre que les valeurs de la température de trouble en présence du n-hexane et du n-heptane sont pratiquement identiques pour toutes les concentrations étudiées. Cela s'explique par leur nature chimique très proche (chaînes linéaires hydrophobes C6 et C7). Les alcanes de chaînes voisines présentent des interactions similaires avec les micelles, ce qui se traduit par un comportement similaire du point de trouble.

Enfin, le fait que la séparation de phase se produise dès 20 °C pour toutes les concentrations confirme que les alcanes agissent comme des agents déstabilisants très puissants.

V. Extraction du vert malachite par la méthode du point de trouble

Dans l'objectif d'extraire le colorant VM par la méthode de point de trouble, notre travail s'est concentré sur la formation d'un système à base de micelles mixtes (Tween 20 comme tensioactif non ionique et l'Aliquat 336 comme liquide ionique) en présence de sel Na₂SO₄. Le système développé a présenté une température de trouble de seulement 30 °C qui présente un avantage important, puisqu'elle permet de réduire la consommation énergétique et de limiter les risques de dégradation thermique des composés traités.

Plusieurs paramètres de l'optimisation de l'extraction du vert malachite ont été étudiés, parmi eux :

IV.1. Effet de pH

Le pH constitue un paramètre clé dans l'extraction par point trouble (EPT), car il contrôle la répartition des molécules organiques cibles au sein de la phase micellaire [24]. La figure III.6 présente l'évolution du rendement d'extraction en fonction de pH, et les figures III.7.8.9 présentent les différents paramètres tels que la fraction volumique « F », le coefficient de partage « K » et le facteur de concentration « FC » en fonction de pH.

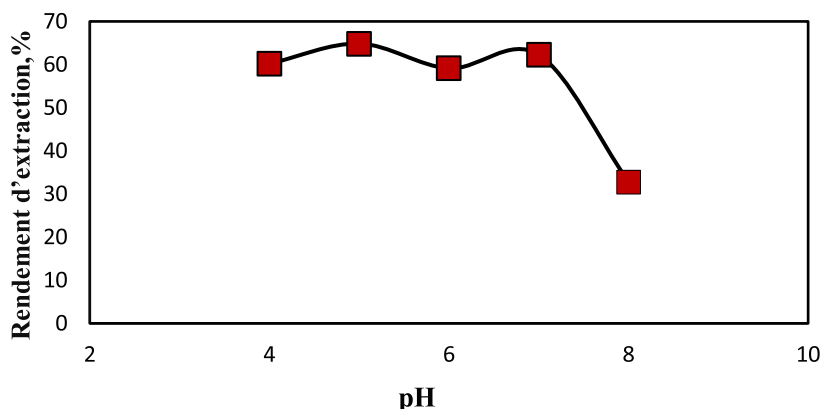


Figure III.6. Evolution du rendement d'extraction en fonction du pH.

$[VM]_0=5\text{ppm}$, $[\text{Tween } 20]=5\%$ (m/V), $[\text{Aliquat } 336]=2\%$ (m/V), $[\text{Na}_2\text{SO}_4]=5\%$ (m/V), $T=30^\circ\text{C}$, $t=15\text{min}$.

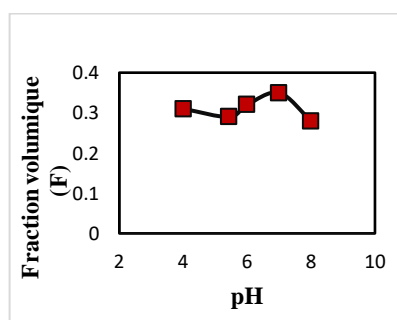


Figure III.7. Influence du pH sur la fraction volumique (F).

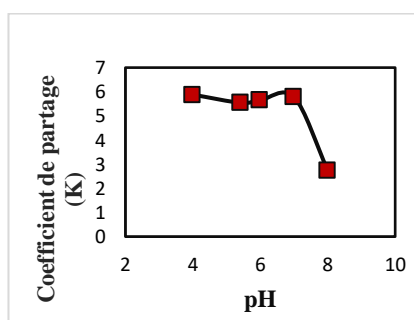


Figure III.8. Influence du pH sur le coefficient de partage (K).

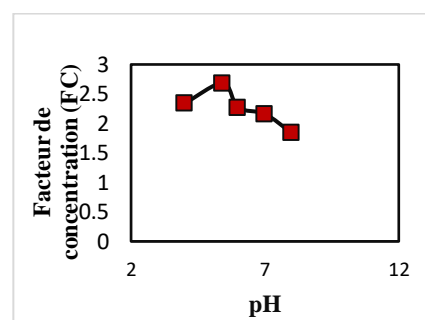


Figure III.9. Influence du pH sur le facteur de concentration (FC).

A pH acide (environ pH 4), le taux d'extraction est assez important (~60%), le VM se trouve majoritairement sous forme cationique ce qui explique que la forte concentration en ion H^+ entre en compétition avec le colorant au niveau de l'interface micellaire, limitant légèrement son extraction. L'efficacité n'est pas quantitative en raison de l'augmentation du caractère ionique des groupes éthyloxy du tensioactif non ionique Tween 20 dans le milieu acide ce qui réduit la solubilisation de colorant [24].

Vers pH=5, le rendement atteint la valeur optimale (~65%), cette amélioration est attribuée à la diminution de la compétition des ions H^+ , ce qui favorise les interactions hydrophobes entre le colorant et le cœur hydrophobe des micelles du Tween 20. Par conséquent, dans ces conditions le transfert du colorant vers la phase riche en tensioactif est favorable ce qui optimise ainsi l'efficacité d'extraction.

Entre pH 5 et 7, le rendement reste globalement élevé et relativement stable, cela indique que le VM maintient une structure chimique favorable à l'extraction (toujours majoritairement

cationique), les micelles restent bien organisées et performantes pour l'incorporation du colorant.

A pH basique (vers pH 8), on observe une chute brutale du rendement (~33%). Ceci est globalement dû à une transformation chimique du VM, ce dernier peut se transformer en une forme carbinol (leuco-base), moins chargée et moins soluble dans la phase micellaire.

Les résultats expérimentaux montrent aussi que le pH influence significativement les paramètres d'extraction tels que la fraction volumique « F », le coefficient de partage « K » et le facteur de concentration « FC » comme indiqués dans les figures III.7, 8 et 9. La fraction volumique « F » varie légèrement en fonction de pH, toutes les valeurs sont inférieures à 1 ce qui indique la formation d'un faible volume de coacervat donc une bonne efficacité d'extraction la valeur minimale est observée à pH 5 ($F \approx 0,29$) correspond à un faible volume de coacervat et une meilleure accumulation du colorant dans la phase riche en tensioactif. Le coefficient de partage « K » est compris entre 1 et 10 pour l'ensemble des pH étudiés, ce qui traduit une extraction intermédiaire et qu'il y a une répartition du VM entre la phase aqueuse et la phase coacervat. Par ailleurs le facteur de concentration « FC » atteint son maximum environ à pH 5,4, ce qui correspond aux meilleures conditions de préconcentration. Ces résultats confirment les résultats observés dans la figure III.5, que l'extraction est optimale dans un intervalle de pH acide à neutre avec un $pH_{\text{optimal}} = 5,4$ avec une bonne performance du système micellaire étudié dans ces conditions.

Aucune extraction n'a été observée aux pH très acides (pH 2 et pH 3), car le VM est un colorant basique en solution aqueuse et forme des espèces (C^+) qui réduisent les ions (CH^+), donc devient fortement protoné à faible pH ce qui augmente sa densité de charge positive [58]. Cette forte charge augmente l'hydrophilie du colorant et réduit son affinité pour le cœur hydrophobe des micelles du Tween 20, limitant ainsi son passage vers la phase micellaire.

IV.2. Effet du temps d'incubation

Le temps d'incubation est un paramètre clé dans les procédés d'extraction du VM par point de trouble en présence du Tween 20, de l'Aliquat 336 et du Na_2SO_4 , car il contrôle la cinétique de formation des micelles, la dissolution du colorant et l'équilibre de distribution. Le rendement d'extraction dépend fortement du temps nécessaire pour atteindre cet équilibre, qui correspond à une stabilisation des interactions hydrophobes et électrostatiques dans le système. La figure III.10 représente la variation du rendement d'extraction (R%) en fonction du temps d'incubation et les figures III.11.12.13 présentent les différents paramètres tels que la fraction

volumique « F », le coefficient de partage « K » et le facteur de concentration « FC » en fonction du temps d'incubation.

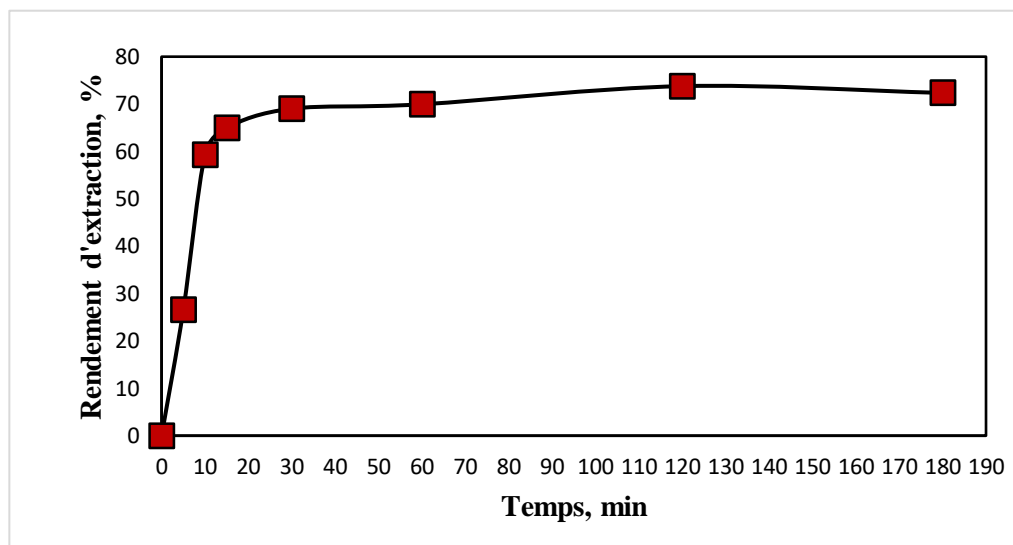


Figure III.10. Effet du temps d'incubation sur le rendement d'extraction (R%).
 $[VM]_0=5\text{ppm}$, $[\text{Tween } 20]=5\%$ (m/V), $[\text{Aliquat } 336]=2\%$ (m/V), $[\text{Na}_2\text{SO}_4]=5\%$ (m/V),
 $T=30\text{ }^\circ\text{C}$.

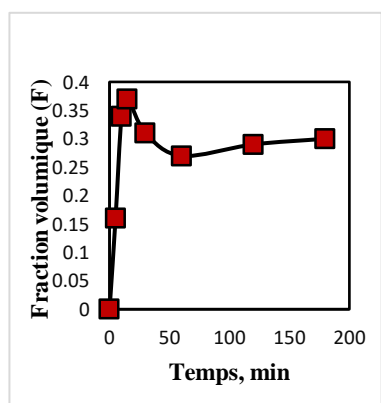


Figure III.11. Influence du temps d'incubation sur la fraction volumique (F).

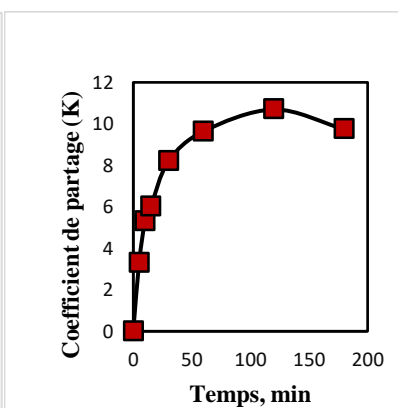


Figure III.12. Influence du temps d'incubation sur le coefficient de partage (K).

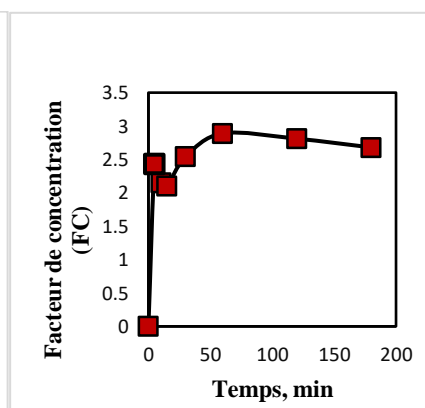


Figure III.13. Influence du temps d'incubation sur le facteur de concentration (FC).

Les résultats obtenus dans la figure III.10 montrent que le rendement d'extraction (R%) augmente rapidement entre 5 et 30 minutes (de 26,54 à 69,02 %). Cette augmentation rapide s'explique par la formation progressive des micelles du Tween 20 et par la diffusion rapide des molécules du VM vers leur cœur hydrophobe [59].

Ensuite, entre 30 et 180 minutes, le rendement d'extraction continue d'augmenter mais de façon plus faible (de 70 à 72%), celle évolution indique que le système approche progressivement de l'état d'équilibre. À ce niveau, l'augmentation du temps favorise la stabilisation des interactions entre le vert malachite et le Tween 20, permettant une meilleure organisation de la phase micellaire. Un temps de 120 min est considéré optimal pour atteindre un équilibre complet du système.

Ces observations sont confirmées en étudiant l'évolution de la fraction volumique (F), du coefficient de partage (K), et le facteur de concentration (FC) en fonction du temps d'incubation (Figures III.11,12 et13). Toutes les valeurs de la fraction volumique sont inférieures à 1 cela indique la formation d'un faible volume de coacervat, ce qui favorise l'efficacité d'extraction. Cependant, le coefficient de partage « K » augmente progressivement avec le temps et atteint une valeur maximale de 10,7 vers 120 min, cela indique une extraction efficace et une forte affinité de VM pour la phase micellaire. Par ailleurs, le facteur de concentration « FC » augmente globalement avec le temps et atteint des valeurs élevées entre 60 et 120 min, ce qui confirme une amélioration de la préconcentration du colorant.

IV.3. Effet de la concentration du tensioactif (Tween 20)

La concentration du tensioactif non ionique est essentielle dans les procédés d'extraction par point de trouble, puisqu'elle contrôle directement la formation des micelles et l'efficacité de la séparation des phases. La figure III.14 représente la variation du rendement d'extraction (R%) en fonction de la concentration du Tween 20 et les figures III.15.16.17 représentent les différents paramètres notamment, la fraction volumique « F », le coefficient de partage « K » et le facteur de concentration « FC » en fonction de la concentration de Tween 20.

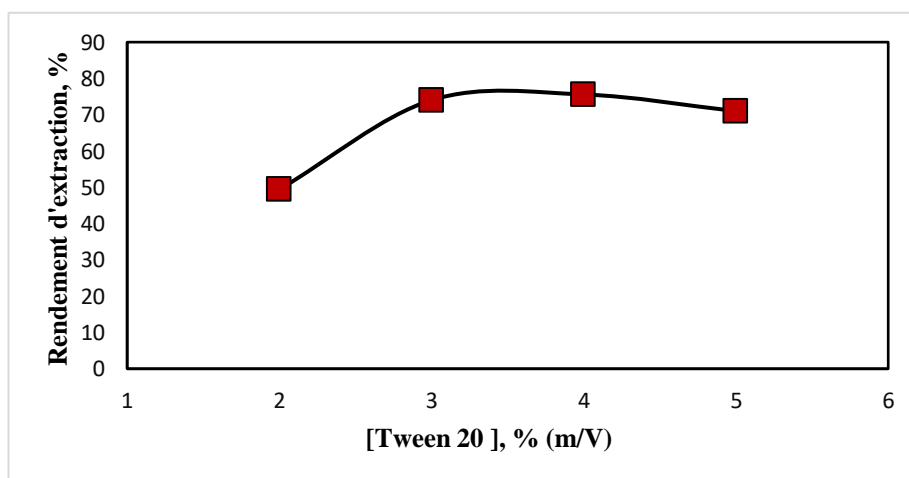


Figure III.14. Effet de la concentration du Tween 20 sur le rendement d'extraction (R%).
[VM]₀=5ppm, [Aliquat 336]=2% (m/V), [Na₂SO₄]=5% (m/V), T=30 °C, t=120min.

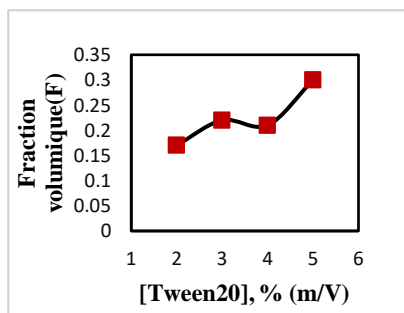


Figure III.15. Influence du [Tween 20] sur la fraction volumique (F).

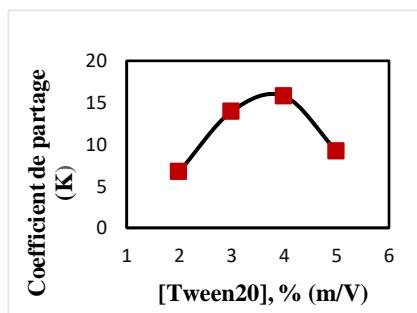


Figure III.16. Influence du [Tween20] sur le coefficient de partage (K).

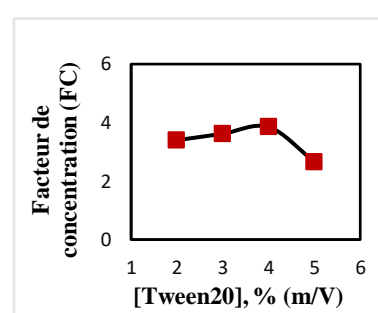


Figure III.17. Influence du [Tween 20] sur le facteur de concentration (FC).

À faibles concentrations du Tween 20 (< 2%), aucune séparation de phase n'est observée, cela s'explique par une concentration du tensioactif inférieure à la concentration micellaire critique (CMC). Cela ne permet pas la formation d'une quantité suffisante de micelles réduisant la solubilisation du vert malachite et maintenant le système en une seule phase.

Ensuite, entre 2 à 4%, on observe une forte augmentation du rendement d'extraction (jusqu'à 75,58% à 4% (m/V) de Tween 20), ceci peut être expliqué par la formation régulière et importante de micelles. En effet, l'augmentation de la concentration en Tween 20 favorise la formation de micelles augmentant le volume de la phase micellaire. L'augmentation du nombre de micelles disponibles favorise le transfert du colorant de la phase aqueuse vers la phase riche en tensioactif (coacervat) [24].

Par contre, à 5% de Tween 20, une légère diminution du rendement est observée (71%). Cette baisse peut être expliquée par plusieurs phénomènes. Tout d'abord, une modification de la structure micellaire peut se produire à forte concentration, provoquant des phénomènes d'agrégation ou de croissance des micelles modifiant leur efficacité de solubilisation. Ensuite, la saturation des micelles peut être atteinte à des concentrations élevées en tensioactif, le système peut entrer dans un état où l'augmentation du nombre de molécules du tensioactif n'améliore plus l'extraction du colorant.

L'évolution de la fraction volumique « F » (figure III.15) présente des valeurs inférieures à 1 dans tous les cas, indiquant la formation d'un faible volume de coacervat et, par conséquent, une bonne efficacité d'extraction. Le coefficient de partage « K » en fonction de la concentration en Tween 20 (figure III.16) montre une augmentation continue de sa valeur jusqu'à 4%, indiquant d'un transfert du vert malachite de la phase aqueuse vers la phase coacervat. Cette augmentation ($K > 10$) s'explique par une meilleure affinité du colorant pour

les micelles du tensioactif non ionique, en raison de l'augmentation du nombre de micelles disponibles et stabilisation des interactions entre le colorant et les micelles. La valeur maximale de K obtenue à 4% confirme que cette concentration correspond aux conditions optimales de la solubilisation du colorant dans la phase coacervat. Cependant, à 5% une diminution de K est observée, ce qui est lié à l'excès de tensioactif peut perturber la distribution optimale de VM entre les deux phases. D'autre part, le facteur de concentration « FC » augmente avec la concentration de Tween 20 et atteint des valeurs élevées jusqu'à 3,85, ce qui confirme une meilleure préconcentration du colorant.

Ces résultats confirment l'efficacité de l'extraction, particulièrement à une concentration de 4% en Tween 20, correspondant aux conditions optimales du système étudié.

IV.4. Effet de la force ionique

L'ajout d'électrolytes dans l'extraction par point trouble facilite et favorise la séparation des phases. Il a été montré que l'effet de salting-out est reconnu pour abaisser la température de trouble pour la séparation des deux phases et améliore la déshydratation des chaînes éthyloxy présentes à la surface externe des micelles [39]. Dans le but d'évaluer l'influence de la force ionique sur l'extraction du VM par le tensioactif non ionique Tween 20, le sulfate de sodium a été employé comme électrolyte. Les rendements d'extraction du VM en fonction de la concentration du sulfate de sodium est représenté dans la Figure III.18. Les paramètres étudiés, tels que la fraction volumique « F », le coefficient de partage « K » et le facteur de concentration « FC » sont aussi illustrés dans les figures III.19, 20 et 21 ci-dessous :

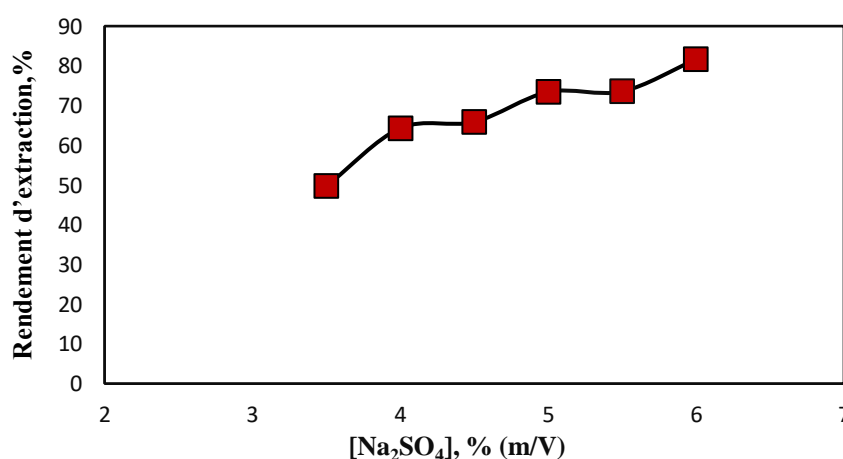


Figure III.18. Evolution du rendement d'extraction en fonction de $[\text{Na}_2\text{SO}_4]$.
pH=5,4, $[\text{VM}]_0=5\text{ppm}$, $[\text{Tween 20}] = 4\%$ (m/V), $[\text{Aliquat 336}] = 2\%$ (m/V), $T = 30^\circ\text{C}$,
 $t=120\text{min}$.

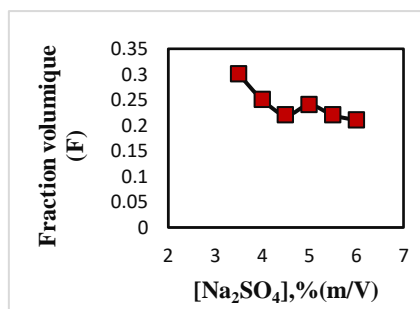


Figure III.19. Influence du [Na₂SO₄] sur la fraction volumique (F).

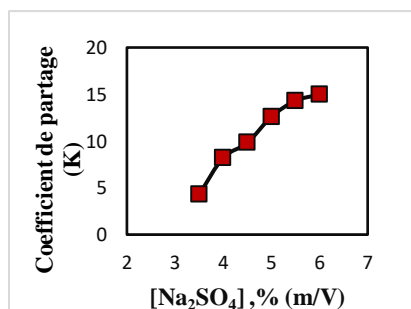


Figure III.20. Influence du [Na₂SO₄] sur le coefficient de partage (K).

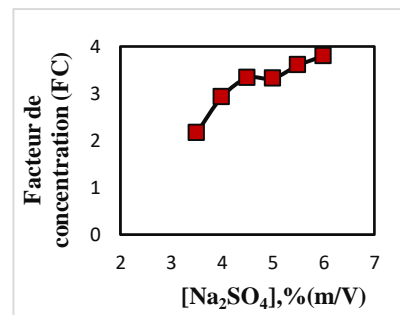


Figure III.21. Influence du [Na₂SO₄] sur le facteur de concentration (FC).

L'effet de Na₂SO₄ présente le paramètre le plus important dans cette étude. Dans ce cadre, le Na₂SO₄ a été étudié dans une gamme de concentration compris entre 3,5% et 6%. Résultats obtenus montrent que le rendement d'extraction de VM augmente avec l'augmentation de la concentration de Na₂SO₄ (de 50 à 80%). La présence de sels provoque la déshydratation des chaînes éthoxy situées à la surface externe des micelles ce qui favorise l'agrégation micellaire et augmente la quantité de colorant solubilisée [24].

L'ajout de sulfate de sodium exerce une influence positive notable sur l'efficacité de l'extraction. Cette amélioration s'explique par l'élévation de la force ionique du milieu qui induit un effet de « salting-out ». Ce phénomène traduit une diminution de la solubilité du VM dans la phase aqueuse en raison de la compétition entre les ions de Na₂SO₄ et les molécules de solvant pour l'hydratation. Les molécules d'eau s'associent davantage aux ions sodium et sulfate, ce qui réduit la capacité du milieu aqueux à solubiliser le VM et favorise son transfert vers la phase micellaire riche en tensioactifs.

D'autre part, les résultats obtenus montrent aussi que l'augmentation de la concentration de Na₂SO₄ influence sur les paramètres d'extraction (figure.III.19,20,21), la fraction volumique « F » diminue légèrement avec l'augmentation de la concentration de sel, ce qui signifie que le volume de la phase coacervat devient plus faible et donc plus compacte c'est-à-dire plus concentrée et plus dense. Cependant le coefficient de partage « K » augmente nettement avec la concentration de Na₂SO₄ et dépasse 10 à partir de 5%, ce qui indique qu'on a une très bonne extraction et une forte affinité de VM pour la phase coacervat, cette évolution s'explique par l'effet de salting-out et que le VM est transféré vers la phase riche en Tween 20. Par ailleurs, le facteur de concentration « FC » augmente progressivement avec la force ionique et atteint des

valeurs maximales aux concentrations élevées en sel, ce qui confirme une amélioration de la préconcentration.

En conclusion, les résultats montrent que l'élévation de la force ionique avec ces conditions de travail (4% de Tween 20) améliore l'efficacité de l'extraction de VM. L'analyse des paramètres suivant : la fraction volumique « F », le coefficient de partage « K » et le facteur de concentration « FC » confirme que les meilleures performances sont obtenues à une concentration de 6% de Na_2SO_4 ; conditions optimales de cette étude.

IV.5. Effet de la concentration de l'Aliquat 336

Dans un système micellaire, l'ajout d'Aliquat 336 interagit avec le tensioactif non ionique pour former des micelles mixtes ce qui influence le comportement du VM et améliore son extraction. Afin d'optimiser les conditions d'extraction du VM par la méthode du point de trouble, il est important d'examiner l'effet de la concentration de l'Aliquat 336 les résultats obtenus en fonction de la concentration en Aliquat 336 sont présentés à travers plusieurs paramètres. La figure III.22 représente le rendement d'extraction, tandis que les figures III.23, 24 et 25 présentent : la fraction volumique « F », le coefficient de partage « K » et le facteur de concentration « FC », afin d'évaluer l'influence de l'Aliquat 336 sur le système d'extraction.

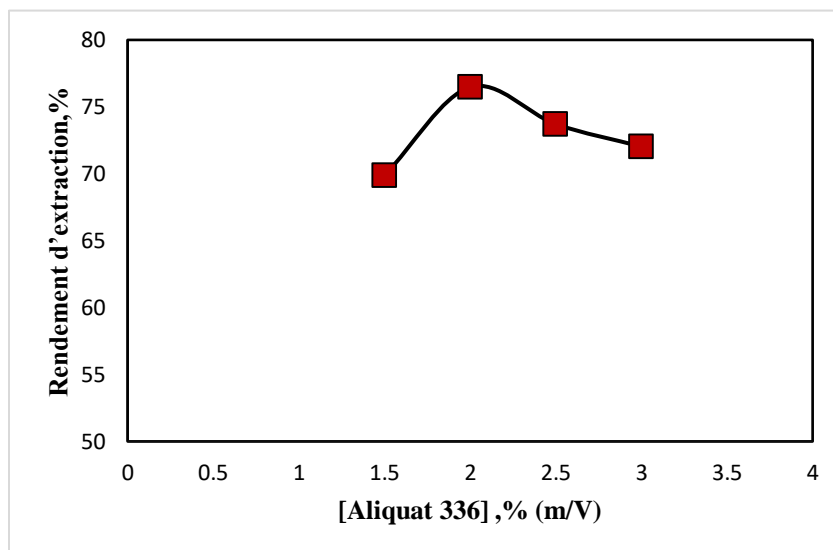


Figure III.22. Evolution du rendement d'extraction en fonction de la concentration en Aliquat 336. pH=5,4, $[\text{VM}]_0=5\text{ppm}$, $[\text{Tween } 20]=4\%$ (m/V), $[\text{Na}_2\text{SO}_4]=6\%$ (m/V), $T=30^\circ\text{C}$, $t=120\text{min}$.

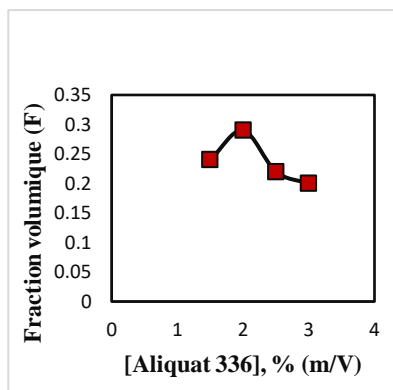


Figure III.23. Influence de [Aliquat 336] sur la fraction volumique (F).

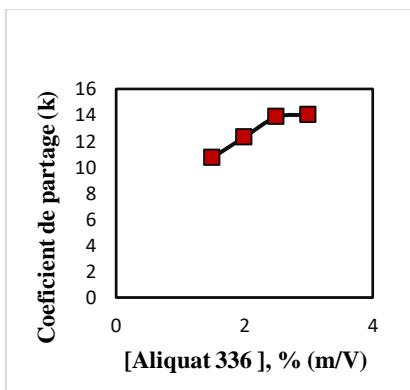


Figure III.24. Influence de [Aliquat 336] sur le coefficient de partage (K).

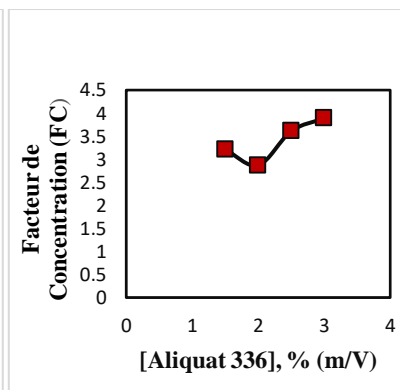


Figure III.25. Influence de [Aliquat 336] sur le facteur de concentration (FC).

Les résultats montrent que le rendement d'extraction évolue de manière significative avec la concentration d'Aliquat 336. À une faible concentration de 1,5%, le rendement reste relativement limité ($\approx 70\%$), ce qui traduit une quantité d'extractant insuffisante pour établir des interactions efficaces avec le colorant et assurer son transfert vers la phase micellaire riche. En augmentant la concentration à 2%, le rendement atteint une valeur maximale ($\approx 77\%$), traduisant des conditions optimales d'extraction. Cette amélioration s'explique par l'augmentation du nombre de sites actifs disponibles, favorisant la formation de paires d'ions entre l'Aliquat 336 et le vert malachite. Au-delà de cette concentration optimale, une diminution progressive du rendement est observée. À 2,5% d'Aliquat 336, le rendement diminue à environ 73%, puis atteint 72% à 3% d'Aliquat 336. Cette diminution peut s'expliquer par l'augmentation de la viscosité du milieu, qui limite la diffusion des espèces et ralentit le transfert de masse, ainsi qu'à une possible saturation de la phase micellaire [24]. D'autre part, un excès de l'Aliquat 336 peut perturber la structure des micelles du Tween 20 et diminuer leur capacité à piéger le colorant.

Les résultats obtenus dans les figures III 23,24,25 mettent en évidence une influence significative de la concentration en Aliquat 336 sur les paramètres la fraction volumique « F », le coefficient de partage « K » et le facteur de concentration « FC ». La fraction volumique « F » montre une légère variation avec la concentration d'Aliquat 336, la valeur la plus faible est observée à 2% ($F=0,22$) indiquant un faible volume de coacervat et donc une meilleure extraction du VM. Le coefficient de partage « K » augmente progressivement avec la concentration en Aliquat 336 et reste supérieur à 10, traduisant une extraction efficace et une

forte affinité de VM pour la phase coacervat. En outre, le facteur de concentration « FC » montre une augmentation globale avec la concentration en Aliquat 336, atteint ses valeurs maximales aux concentrations les plus élevées, ce qui s'explique une amélioration de la préconcentration.

Ces résultats montrent qu'il existe une concentration optimale d'Aliquat 336, fixée à 2%, permettant d'obtenir le meilleur rendement d'extraction du vert malachite dans les conditions étudiées et les paramètres F, K, et FC confirme les résultats obtenus.

IV.6. Effet de la concentration initiale du colorant VM

La concentration du vert malachite joue un rôle important dans le procédé d'extraction par point de trouble, en influençant l'efficacité de la séparation des phases et le rendement d'extraction. La figure III.26 représente la variation du rendement d'extraction (R%) en fonction de la concentration du VM et les figures III.27.28.29 présentent les différents paramètres tels que la fraction volumique « F », le coefficient de partage « K » et le facteur de concentration « FC » en fonction de la concentration du VM.

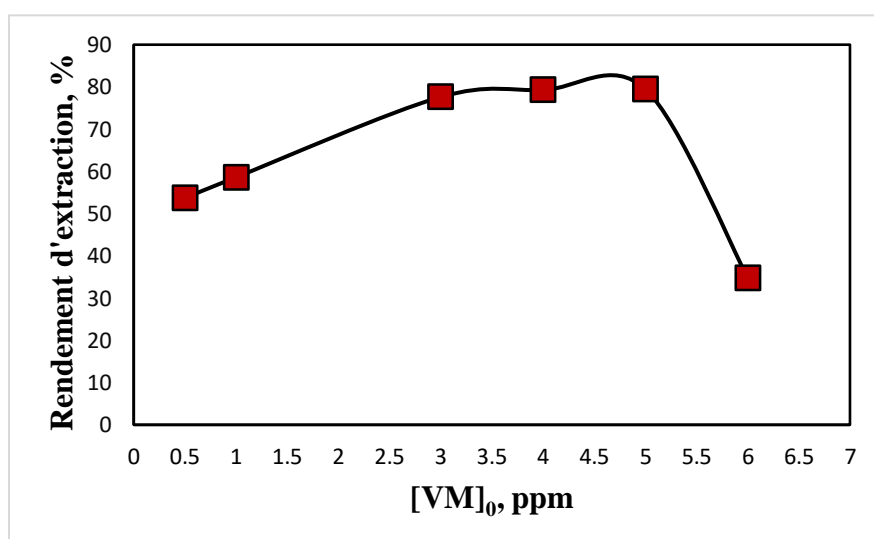


Figure III.26. Evolution du rendement d'extraction en fonction de la concentration initiale en VM.

pH=5,4, [Aliquat 336] =2%, [Tween 20] =4% (m/V), [Na₂SO₄] =6%, T=30 °C, t=120min.

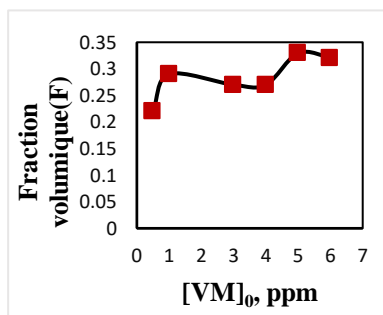


Figure III.27. Influence de [VM] sur la fraction volumique (F)

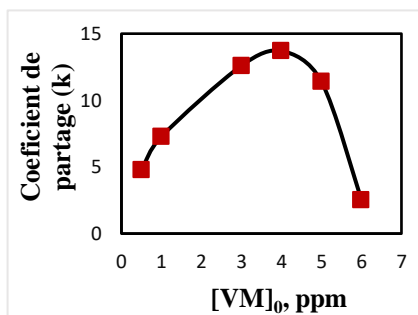


Figure III.28. Influence de [VM] sur le coefficient de partage (K)

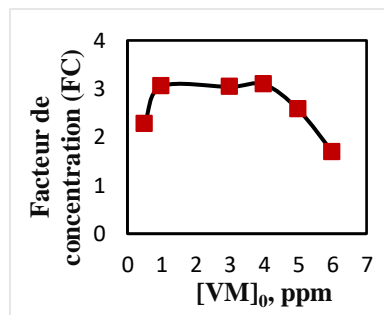


Figure III.29. Influence de [VM] sur le Facteur de Concentration (FC)

On observe une augmentation progressive du rendement d'extraction lorsque la concentration du VM passe de 0,5 à 5 ppm. Cela peut être expliqué par l'augmentation des interactions entre les molécules du colorant et les micelles formées par le tensioactif. Lorsque la concentration du colorant augmente, le nombre de molécules disponibles pour être incorporées dans le cœur hydrophobe des micelles augmente, ce qui favorise le transfert du vert malachite de la phase aqueuse vers la phase coacervat.

À faibles concentrations, notamment entre 0,5 et 1 ppm, le nombre de molécules de VM disponibles est insuffisant pour favoriser un transfert important vers la phase micellaire, ce qui provoque des rendements relativement faibles. L'amélioration du rendement entre 3 et 5 ppm indique que les micelles sont encore capables de solubiliser le colorant.

Lorsque la concentration dépasse 5 ppm, une forte diminution du rendement est observée à 6 ppm. Cette baisse peut être expliquée par la saturation des micelles du Tween 20. Cela s'explique par le fait que, la concentration du colorant devient trop élevée par rapport au nombre de micelles disponibles, le système atteint sa capacité maximale de solubilisation. Une partie de colorant reste dans la phase aqueuse, ce qui réduit le rendement d'extraction [60].

La fraction volumique « F » reste inférieure à 1 dans tous les cas, traduisant la formation d'un faible volume de coacervat associé à une bonne efficacité d'extraction. Le coefficient de partage K en fonction de la concentration de VM montre une augmentation progressive lorsque la concentration du VM passe de 0,5 à 4 ppm. Cette augmentation indique une augmentation de l'affinité du colorant pour la phase micellaire. Dans l'intervalle (3 à 5 ppm), le système présente une forte efficacité d'extraction ($K > 10$), ce qui signifie que la majorité du colorant est transférée vers la phase micellaire. À 6 ppm, on observe une forte diminution de K traduisant une baisse de capacité de transfert du colorant vers la phase micellaire. Cette baisse est attribuée

à la saturation des micelles : les sites disponibles ne permettent plus l'incorporation de toutes les molécules du VM. Par ailleurs, l'excès de colorant peut perturber l'organisation des micelles ce qui diminue le transfert de matière. Ainsi, une partie du colorant reste dans la phase aqueuse, entraînant la diminution du coefficient de partage. Le facteur de concentration « FC » montre une augmentation avec la concentration du VM, ce qui met en évidence une préconcentration plus efficace du colorant.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Cette étude a permis d'évaluer l'efficacité de l'extraction par point de trouble « EPT » du vert malachite en utilisant le Tween 20 comme tensioactif non ionique et l'Aliquat 336 comme liquide ionique. Les résultats obtenus ont montré que plusieurs paramètres expérimentaux influencent significativement le rendement d'extraction, notamment le pH, le temps d'incubation, la concentration du tensioactif, la concentration de l'Aliquat 336 et la concentration du colorant.

L'analyse des résultats obtenus permet de tirer les conclusions suivantes :

- La température de trouble du système à base de Tween 20 est supérieure à 100 °C.
- L'étude de l'effet des sels a été réalisée en utilisant quatre différents sels : Na_2SO_4 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, NaCl et Na_2CO_3 . Les résultats obtenus montrent que l'ajout de ces sels entraîne une diminution de la température de trouble ; le Na_2SO_4 donnant les résultats les plus satisfaisants.
- L'ajout des alcools et des alcanes entraîne une diminution de la température du point de trouble, à 50 °C pour les alcools et à 20 °C pour les alcanes.
- La présence d'Aliquat 336 entraîne une diminution significative du point de trouble à 20 °C.
- L'étude de l'effet du pH sur l'extraction du VM montre qu'un rendement maximal de 64,9% est obtenu à pH=5,4 à T=30 °C.
- L'effet du temps d'incubation indique qu'à 30 °C, le temps optimal d'extraction du VM est de 120 min avec un rendement de 73,8%.
- L'influence de la concentration en Tween 20 montre qu'une concentration optimale de 4% donne un rendement d'extraction maximal de 75,6% à T=30 °C.
- L'étude de l'effet du Na_2SO_4 montre que l'augmentation de la concentration en Na_2SO_4 améliore le rendement d'extraction du VM permettant d'obtenir un rendement maximal de 81,6 % à T=30 °C.
- Les résultats obtenus montrent que la concentration optimale d'Aliquat 336 est de 2%, permettant d'atteindre un rendement maximal de 76,5%.
- Le rendement d'extraction du VM augmente jusqu'à 5 ppm, ou il atteint un maximum (79,5%).

Perspectives futures

Afin d'améliorer le rendement de l'extraction par point de trouble du vert malachite ou d'autres colorants, plusieurs perspectives peuvent être proposées :

- Utiliser des mélanges de tensioactifs (systèmes mixtes),
- Tester d'autres additifs salins,
- Intégrer des techniques d'intensification de procédés (ultrasons, micro-ondes) pour améliorer le transfert de masse et réduire le temps,
- Ajouter les nanoparticules dans le système.

Références bibliographiques

- [1] Ahmad A.R.D, Imam S.S, Hamza M.F. (2025), Recent advances on the mitigation of crystal violet dye from aqueous media via adsorption, *Next Research* ,2.
- [2] Messaoudi N. EI, Miyah Y, Georgin J, et al. (2025), Application of agar-based adsorbents in the removal of dyes and heavy metals from wastewater: Current advances, challenges, and Future perspectives, *Reactive and Functional Polymers* ,217.
- [3] Radoor S, Karayil J, Jayakumar A, et al. (2024), Efficient removal of dyes, heavy metals and oil-water from wastewater using electrospun nanofiber membranes: A review, *Journal of Water Process Engineering*,59.
- [4] Mortada W.I. (2020), Recent developments and applications of cloud point extraction: A critical review, *Microchemical Journal*,157.
- [5] Ben Mansour, H., Boughzala, O., Dridi, D., et al. (2011), Les colorants textiles sources de contamination de l'eau: CRIBLAGE de la toxicité et des méthodes de traitement Textiles dyes as à source of wastewater contamination: screening of the toxicity and treatment methods, *Journal of Water Science* ,24(3), 209–238.
- [6] Alegbe, E.O., Uthman, T.O. (2024), A review of history, properties, classification, applications and challenges of natural and synthetic dyes, *Heliyon*,10(13).
- [7] Benkhaya, S., Mrabet, S., El Harfi, A. (2020), Classifications, properties, recent synthesis and applications of azo dyes, *Heliyon*,6(1).
- [8] Shahid, M., Wertz, J., Degano, I., et al. (2019), Analytical methods for determination of anthraquinone dyes in historical textiles: A review, *Analytica Chimica Acta*,1083,58-87.
- [9] Karaman, O., Alkan, G.A., Kizilenis, C., et al. (2023), Xanthene dyes for cancer imaging and treatment: A material odyssey, *Coordination Chemistry Reviews*,475.
- [10] Maden, Y.E., Karaoglan, G.K., Kose, G.G., et al. (2025), Electrochemical, spectroelectrochemical properties, and application in dye-sensitized solar cells of novel symmetric and A3B-Type unsymmetrical phthalocyanines containing bromonaphthalene groups, *Dyes and Pigments*,242.
- [11] Benkhaya, S., Mrabet, S., El Harfi, A. (2020), A Review On Classifications, Recent Synthesis And Applications Of Textile Dyes, *Inorganic Chemistry Communications*,115.
- [12] Barciela, P., Perez-Vazquez, A., Prieto, M.A. (2023), Azo dyes in the food industry: Features, classification, toxicity, alternatives, and regulation, *Food and Chemical Toxicology*,178.

- [13] Dash, R.P., Sarangi, A.K. (2026), Bio-Responsive optical materials from azo dye–metal coordination complexes: Design, functionality, and applications, *Journal of Molecular Structure*,1365.
- [14] Segovia-Cruz, J.A., Zarate-Romero, A., Herrera-Hernandez, M.M., et al. (2026), Characterization and application of two novel environmental DyP-type peroxidases as sustainable biocatalysts for textile dye treatment, *International Journal of Biological Macromolecules*,355.
- [15] Benkhaya, S., El Harfi, S., El Harfi, A. (2017), Classifications, properties and applications of textile dyes: A review, *Journal of Environmental Engineering Science*,3(3),311-320.
- [16] Feddane, S., Oukebdane, K., Didi, M.A., et al. (2023), Removal of textile dye Bemacid Red from water using *Casuarina equisetifolia* needles: kinetic and thermodynamic modeling, *Desalination and Water treatment*,289,248-257.
- [17] Collivignarellia, M.C., Abbà, A., Miino, M.C. (2019), Treatments for color removal from wastewater: state of the art, *Journal of Environmental Management*,236,727-745.
- [18] Kathing, Ch., Saini, G. (2022), A Review of Various Treatment Methods for the Removal of Dyes from Textile Effluent, *Recent Progress in Materials*,4,1-15.
- [19] Bhatia, D., Sharma, N.R., Singh, J., et al. (2017), Biological methods for textile dye removal from wastewater: A review, *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* ,47,1836-1876.
- [20] Jaina, A., Wadhawan, Sh., Sharma, M., et al. (2026), A review on adsorptive removal of dye pollutants from wastewater using nanoadsorbents, *Particuology*,111,70-90.
- [21] Sharma, J., Sharma, Sh., Soni,V., (2023), Toxicity of malachite green on plants and its phytoremediation: A review, *Regional Studies in Marine Science*,62.
- [22] Oladoye, P.O., Ajiboye, T.O., Wanyonyi, W.Ch.(2023), Ozonation, electrochemical, and biological methods for the remediation of malachite green dye wastewaters: A mini review, *Sustainable Chemistry for the Environment*,3.
- [23] Ramachandran S.K, Tolesa L.D., Abdulkadir Aba Gissa M, et al. (2022), Experimental Design and Optimization of Decolourization of Reactive Black-5 Dye Using Cloud Point Extraction, *Journal of Chemistry*, 2022,11.
- [24] Oukebdane K, Semmoud R, Didi M.A. (2021), Cloud point extraction of Telon Orange anionic azo-dye from aqueous sulphate solutions using Aliquat 336 ionic liquid/Tween 40 as extracting system: factorial design optimization methodology,*Journal of Desalination and Water Treatment*, 247, 272-280.

- [25] Varchenko V, Bryleva K, Bunina Z, et al. (2026), Diphenylthiocarbazone and diphenylthiocarbazide as ligands for effective simultaneous cloud point extraction of lead mercury, and cadmium, *Microchemical Journal*,221.
- [26] Noorashikin M.D.S, Sohaimi N.M, Suda N. (2017), The Application Of Cloud Point Extraction In Environmental Analysis, *Journal of Sustainability Science and Management*,12, 79-95.
- [27] Arya S.S, Kaimal A.M, M. Chib, et al. (2019), Novel, energy efficient and green cloud point extraction: technology and applications in food processing, *Journal of food science and technology*,56,524-534.
- [28] Nait Tahar S, Extraction par cocervat de polluants inorganiques : UO_2^{2+} , Sm^{3+} et La^{3+} optimisation du procédé, 2016, Thèse de Doctorat, Université Abou Bekr Belkaid-Tlemcen.
- [29] Mandal, S, Lahiri S. (2022), A review on extraction, preconcentration and speciation of metal ions by sustainable cloud point extraction Swadesh, *Microchemical Journal* ,175.
- [30] Semmoud R, Extraction par point de trouble de polluants sous chauffage classique et sous micro-ondes. Optimisation des procédés ,2020, Thèse de doctorat, Université Abou Bekr-Belkaid-Tlemcen.
- [31] Snigur D, Chebotarev A, Bulat K, et al. (2020), Fast room temperature cloud point extraction procedure for spectrophotometric determination of phosphate in water samples, *Analytical Biochemistry*, 597.
- [32] Halkoa R, Hagarová I, Andruch V. (2023), Innovative approaches in cloud-point extraction, *Journal of Chromatography A*, 1701.
- [33] Paleologos E.K, Giokas D.L, Karayannis M.I. (2005), Micelle-mediated separation and cloud-point extraction, *Trends in Analytical Chemistry*, 24 ,5.
- [34] Liang H, Chen Q, Xu C, et al. (2019), Selective cloud point extraction of uranium from thorium and lanthanides using Cyanex 301 as extractant, *Separation and Purification Technology*, 210,835-842.
- [35] Sefrou Z, Belkhouche N.E (2020), Cloud point extraction of La (III) by C13E10 non-ionic surfactant: Statistical refinement of experimental optimization by L9 Taguchi's design, *Chemical Engineering Research and Design* ,153, 819-828.
- [36] Tripathya D.B., Mishra A, Clark J, et al. (2018), Synthesis, chemistry, physicochemical properties and industrial applications of amino acid surfactants: A review, *Comptes Rendus Chimie*,21,112-130.

- [37] Kelleppan V.T, King J.P, Butler C.S.G., et al. (2021), Heads or tails ? The synthesis, self-assembly, properties and uses of betaine and betaine-like surfactants, *Advances in Colloid and Interface Science*,297.
- [38] Béven L. (2025), Les tensioactifs : de quoi parle-t-on et où se cachent-ils ? *Surfactants: What are they and where are they hidden ?*, *Revue Française d'Allergologie*,65.
- [39] Sefrou Z., Séparation des ions de lanthane (III) par la technique de point de trouble. Optimisation expérimentale et statistique, 2020, Thèse de doctorat, Université Abou Bekr-Belkaid-Tlemcen.
- [40] Aisha, Iqra B., Shafia I.,et al. (2025), Cleaner Chemical Engineering Wetting the surface: A deep dive intochemistry and applications of surfactants, *Cleaner Chemical Engineering*, 11.
- [41] Marchan G.T., Balogun T.O., Territo K. (2026), Toward harnessing AI for surfactant chemistry: Prediction of critical micelle concentration, *Computational Material Science*,265.
- [42] Deng Z, Tang S, Ou M, et al. (2025), Ionic liquids self-assembled micelles for transdermal delivery: characterization, functions and applications, *International Journal of Pharmaceutics*: X,10.
- [43] Dave J.R., Joshi T.P., (2026), polymer–surfactant interactions: from fundamental concepts to emerging applications, *International journal of creative research thoughts (IJCRT)*,14,2320-2882.
- [44] Lechuga M, Fernández-Serrano M, Núñez-Olea J, et. (2025), Optimization of Toxicity, Biodegradability, and Skin Irritation in Formulations Containing Mixtures of Anionic and Nonionic Surfactants Combined with Silica Nanoparticles, *Toxics*,13(1),17.
- [45] Zhao N, Yang C. (2024), Influence of Nonionic Surfactants on the Adsorption and Elution of Atrazine in Agriculturally Modified Soils, *Agriculture*,14,733.
- [46] Benmnsour M, Séparation et pré-concentration du Pb (II)et du Cu (II) par la technique de membrane liquide émulsionnée (MLE),2012, Thèse de doctorat, Université Abou Bekr-Belkaid-Tlemcen.
- [47] Lei Z, Chen B, Koo Y.M, et al. (2017), Introduction: Ionic Liquids, *Chemical Reviews*,117, 6633–6635.
- [48] Kottsov S.Y, Voshkin A.A., Baranchikov A.E., et al, (2024), Aliquat 336@SiO₂ ionogels: Synthesis of, and insight into, iron (III) extraction mechanisms, *Journal of Molecular Liquids*,399.
- [49] Kaur G, Kumar H, Singla M. (2022), Diverse applications of ionic liquids: A comprehensive review, *Journal of Molecular Liquids* 351, 19.

- [50] Vekariya R.L, (2017), A review of ionic liquids: Applications towards catalytic organic transformations, *Journal of Molecular Liquids*,227, 44-60.
- [51] Srinam, N, Mohdee V, Traiwongsa N., et al. (2024), Liquid-liquid equilibria of Aliquat 336 + green solvents + water for replacement of petroleum-based solvents: Intramolecular analysis and thermodynamic behavior, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*,134,244-259.
- [52] Chautmal, R. C., Patil, T. J. (2012). Influence of Myo-inositol on Thermodynamics of Clouding Behavior of Non-ionic Surfactant Tween-20. *International Journal of ChemTech Research* ,4,1309-1313.
- [53] Chawla, J., Mahajan, R. K. (2011). Cloud point studies of tween and glycol in the presence of salts. *Journal of dispersion science and technology*, 32(6), 822-827.
- [54] Djebbari.N, extraction par point de trouble de polluants organique-inorganique par des liquides ioniques : études comparatives,2024, Thèse de doctorat, Université Abou Bekr-Belkaid-Tlemcen.
- [55] Li J.I, Bai D.S, Chen B.H. (2009), Effects of additives on the cloud points of selected nonionic linear ethoxylated alcohol surfactants, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*,346,237-243.
- [56] Alauddin, M., Parvin, T., Begum, T. (2009). Effect of organic additives on the cloud point of Triton X-100 micelles. *J. Appl. Sci*, 9(12), 2301-2306.
- [57] Morandeira, L., Francisco, J., Deive, M., (2017), Aqueous two-phase systems containing ionic liquids and a Tween surfactant, *J.Chem . Thermodynamics*, 105,209-216.
- [58] Gürkan, Çoruh, (2018), Using Waste Foundry Sand For The Removal Of Malachite Green Dye From Aqueous Solutions – Kinetics And Equilibrium Studies, *Journal of Environmental Engineering and Management*, 17(1), 123-133.
- [59] Ullah, H., Nafees, M., Iqbal, F., et al. (2017), Adsorption Kinetics of Malachite Green And Methylene Blue from Aqueous Solutions Using Surfactant-modified Organoclays, *Acta Chim. Slov*, 64, 449–460.
- [60] Chen, J., Mao, J., Mo, X., et al. (2009), Study of adsorption behavior of malachite green on polyethylene glycol micelles in cloud point extraction procedure, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 345, 231–236.

Résumé

Les colorants industriels représentent une source importante de pollution environnementale, en particulier lorsqu'ils sont déversés dans les milieux aquatiques. Afin de limiter cette pollution l'extraction par point de trouble (ou par coacervat) est considérée comme une méthode de séparation efficace et économique pour l'élimination des colorants. Cette technique repose sur le piégeage des composés à l'intérieur des micelles formées par les tensioactifs. Ce travail s'intéresse à l'extraction de vert malachite (VM) par le tensioactif non ionique Tween 20 comme système micellaire de base. L'extraction du VM a été déterminée par l'étude de l'influence de plusieurs paramètres tels que le pH de milieu, le temps d'incubation, la présence de Na₂SO₄, le taux de Tween 20, la concentration d'Aliquat 336, et la concentration initiale de VM. Les résultats ont montré que l'extraction de VM présente un rendement maximal de 82% en présence du sel Na₂SO₄ à 30 °C.

Mots-clés : Extraction par point de trouble, Vert Malachite, Tween 20, Aliquat 336.

Abstract

Industrial dyes represent an important source of environmental pollution particularly when discharged into aquatic environments. To limit this pollution, Cloud point extraction (or coacervate extraction) is considered an efficient and economical separation method for dye removal. This technique relies on trapping compounds within the micelles formed by surfactants. This work focuses on the extraction of malachite green (MG) using the nonionic surfactant Tween 20 as the base micellar system. The extraction of malachite green was determined by studying the influence of several parameters, including the pH of the medium, the incubation time, the presence of Na₂SO₄, the concentration of Tween 20, the concentration of Aliquat 336, and the initial concentration of MG. The results showed that the extraction of MG has a maximum yield of 82% with Na₂SO₄ at 30 °C.

Keywords: Cloud point extraction, Malachite green, Tween 20, Aliquat 336.

ملخص

تعدّ الأصباغ الصناعية من أهم مصادر التلوث البيئي، خاصة عند طرحها في الأوساط المائية، مما يشكل خطراً على البيئة والصحة العامة. ولحد من هذا التلوث، تُعتبر تقنية الاستخلاص بنقطة التعكر أو الاستخلاص بالمرافق من الطرق الفعالة والاقتصادية لفصل وإزالة الأصباغ من المحاليل المائية. تعتمد هذه التقنية على احتجاز الجزيئات المستهدفة داخل المذيلات المتكونة بواسطة المواد الخافضة للتوتر السطحي.

يهدف هذا العمل إلى دراسة استخلاص صبغة الأخضر المالاكيت باستعمال المادة الخافضة للتوتر السطحي غير الأيونية Tween 20 كنظام مذيلي أساسي. وقد تم تقييم عملية الاستخلاص من خلال دراسة تأثير عدة عوامل، منها درجة حموضة الوسط (pH)، زمن الحضانة، وجود كبريتات الصوديوم (Na₂SO₄)، نسبة Tween 20، تركيز Aliquat 336، والتركيز الابتدائي للأخضر المالاكيت. أظهرت النتائج أن مردود استخلاص الأخضر المالاكيت بلغ قيمة قصوى قدرها 82% في وجود كبريتات الصوديوم عند درجة حرارة 30 °C.

الكلمات المفتاحية: الاستخلاص بنقطة التعكر، الأخضر المالاكيت، Tween 20، Aliquat 336.