

# Extraction du plomb (II) par des membranes polymères à inclusion en utilisant l'Aliquat 336 comme transporteur

## Lead (II) extraction by polymer inclusion membranes using Aliquat 336 as a mobile carrier

Nassila Sabba, Omar Arous and Djamel Eddine Akretche

Volume 26, Number 2, 2013

URI: <https://id.erudit.org/iderudit/1016062ar>

DOI: <https://doi.org/10.7202/1016062ar>

[See table of contents](#)

Publisher(s)

Université du Québec - INRS-Eau, Terre et Environnement (INRS-ETE)

ISSN

1718-8598 (digital)

[Explore this journal](#)

Cite this article

Sabba, N., Arous, O. & Akretche, D. E. (2013). Extraction du plomb (II) par des membranes polymères à inclusion en utilisant l'Aliquat 336 comme transporteur. *Revue des sciences de l'eau / Journal of Water Science*, 26(2), 107–117. <https://doi.org/10.7202/1016062ar>

Article abstract

Polymeric membranes used for the selective transport and separation of metal species have emerged in recent years. In this work, the extraction and transport of Pb(II) in polymeric membranes (PM) using Tricapryl-methylammonium chloride (Aliquat 336) as a mobile carrier has been investigated. The optimum conditions of liquid - liquid extraction were determined. The liquid - liquid extraction tests showed a maximum extraction when the agitation time was greater than eight minutes. A good elimination of lead (extraction efficiency 80% to 94%) was observed. A membrane was prepared consisting of cellulose triacetate (CTA) modified by Aliquat 336 incorporated into the polymer as carrier; tris(2-ethylhexyl) phosphate (TEHP) was included as a hydrophobic plasticizer. The membrane polymer + plasticizer + carrier was characterized using chemical techniques as well as Fourier Transform Infrared spectroscopy (FTIR). The metal concentrations were determined by collecting aliquots at different time intervals from both the feed and strip solutions; these samples were analyzed with an atomic absorption spectrophotometer. Thickness (10 to 20  $\mu\text{m}$ ) and water content values showed that carrier inclusion in the CTA polymer resulted in a homogeneous and hydrophobic polymer inclusion membrane. The CTA polymerization process in the presence of carrier and plasticizer should cause changes in the intermolecular interaction of CTA chains. However, no signs for new chemical bonds between CTA, Aliquat 336 and TEHP using FTIR spectroscopy were observed. In transport experiments, the trans-membrane flux increased with increasing carrier concentration, reaching a limiting value at concentrations greater than  $10^{-3}$  M. The optimum values for the other fundamental parameters (metal concentration and pH) were determined; pH values in the range  $1 \leq \text{pH} \leq 2$  were shown to be the best conditions for maximum efficiency in the studied systems. Our results indicate that facilitated transport through plasticized membranes is an attractive and effective way to solve the long-standing problem of membrane stability, while improving the permeability to metal ions.

# EXTRACTION DU PLOMB (II) PAR DES MEMBRANES POLYMÈRES À INCLUSION EN UTILISANT L'ALIQUAT 336 COMME TRANSPORTEUR

*Lead (II) extraction by polymer inclusion membranes using Aliquat 336 as a mobile carrier*

NASSILA SABBA<sup>1\*</sup>, OMAR AROUS<sup>1,2</sup>, DJAMEL EDDINE AKRETICHE<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire d'Hydrométallurgie et de Chimie Inorganique Moléculaire, U.S.T.H.B, Faculté de Chimie,  
BP 32, El Alia, 16111 Bab Ezzouar, Alger, Algérie.

<sup>2</sup>Centre de Recherche en Analyses Physico-chimiques, CRAPC, BP 248, Alger, RP 16004, Algérie.

Reçu le 23 avril 2011, accepté le 8 février 2013

---

## RÉSUMÉ

Au cours de ce travail, nous avons étudié l'extraction liquide - liquide et le transport du plomb à travers des membranes polymériques en utilisant le chlorure de tricaprile ammonium (Aliquat 336) comme transporteur. L'extraction du plomb par Aliquat 336 nous a permis de mettre au point les conditions optimales d'extraction et de déterminer les rendements d'extraction. Les expériences d'extraction liquide - liquide ont montré qu'un maximum de rendement était obtenu après huit minutes d'agitation à une vitesse de 2 400 (rpm). Les pourcentages d'extraction obtenus varient entre 80 à 94 % et donc une très bonne élimination du plomb a été réalisée (la concentration initiale du plomb varie entre  $2 \cdot 10^{-6}$  M et  $30 \cdot 10^{-6}$  M). Nous avons préparé par la suite des membranes à base du polymère triacétate de cellulose (TAC) plastifiées par le tris-ethyl-hexyl-phosphate (TEHP) et modifiées par l'extractant Aliquat 336 utilisé comme transporteur. Les membranes élaborées ont été également caractérisées par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Les valeurs obtenues pour les épaisseurs (entre 10 et 20  $\mu\text{m}$ ) et les densités sont tout à fait comparables à celles des supports commerciaux utilisés pour la préparation

des membranes liquides supportées. L'ajout du plastifiant a donné une très bonne hydrophobie des membranes élaborées.

Les expériences du transfert du plomb à travers les nouvelles membranes ont montré que les flux augmentent considérablement avec la concentration du transporteur pour atteindre un maximum à partir de  $10^{-3}$  M. D'autres paramètres caractérisant le transport (concentration initiale du métal et le pH) ont été déterminés. Un bon rendement d'élimination du plomb a été obtenu dans la gamme de pH très acide ( $1 \leq \text{pH} \leq 2$ ).

**Mots clés :** *Extraction, transport facilité, membrane, chlorure de tricaprile ammonium, plomb.*

## ABSTRACT

Polymeric membranes used for the selective transport and separation of metal species have emerged in recent years. In this work, the extraction and transport of Pb(II) in polymeric membranes (PM) using Tricapryl-methylammonium chloride

(Aliquat 336) as a mobile carrier has been investigated. The optimum conditions of liquid - liquid extraction were determined. The liquid - liquid extraction tests showed a maximum extraction when the agitation time was greater than eight minutes. A good elimination of lead (extraction efficiency 80% to 94%) was observed. A membrane was prepared consisting of cellulose triacetate (CTA) modified by Aliquat 336 incorporated into the polymer as carrier; tris(2-ethylhexyl) phosphate (TEHP) was included as a hydrophobic plasticizer. The membrane polymer + plasticizer + carrier was characterized using chemical techniques as well as Fourier Transform Infrared spectroscopy (FTIR). The metal concentrations were determined by collecting aliquots at different time intervals from both the feed and strip solutions; these samples were analyzed with an atomic absorption spectrophotometer. Thickness (10 to 20  $\mu\text{m}$ ) and water content values showed that carrier inclusion in the CTA polymer resulted in a homogeneous and hydrophobic polymer inclusion membrane. The CTA polymerization process in the presence of carrier and plasticizer should cause changes in the intermolecular interaction of CTA chains. However, no signs for new chemical bonds between CTA, Aliquat 336 and TEHP using FTIR spectroscopy were observed. In transport experiments, the trans-membrane flux increased with increasing carrier concentration, reaching a limiting value at concentrations greater than  $10^{-3}$  M. The optimum values for the other fundamental parameters (metal concentration and pH) were determined; pH values in the range  $1 \leq \text{pH} \leq 2$  were shown to be the best conditions for maximum efficiency in the studied systems. Our results indicate that facilitated transport through plasticized membranes is an attractive and effective way to solve the long-standing problem of membrane stability, while improving the permeability to metal ions.

**Key words:** *Extraction, facilitated transport, membrane, tricaprlyl-methylammonium chloride, lead.*

## INTRODUCTION

L'extraction liquide - liquide est une technique de séparation qui a connu un important développement depuis plusieurs années (RITCEY et ASHBROOK, 1984). Cette technique a été appliquée dans divers domaines tels que : l'hydrométallurgie, la pharmacie ou le traitement des effluents industriels (ALGUACIL et ALONSO 2005; AROUS *et al.*, 2004; AZZOUG *et al.*, 2009; GRANADO-CASTRO *et al.*, 2004; HE *et al.*, 2004; MARCHESE *et al.*, 2004; SARANGI et DAS, 2004). Ces dernières décennies ont vu l'apparition de nouvelles techniques utilisant des membranes organiques ou inorganiques très sélectives pour la purification des solutions polluées et pour la séparation d'espèces chimiques. Le transfert de matière se fait d'une phase liquide vers une autre phase

liquide (les deux phases sont séparées par une membrane) où la matrice polluée est un liquide. BRUN (1997), MULDER (1991) et SABBA et AKRETCHE (2006) ont combiné l'effet de la membrane (séparant un solide et un liquide) avec l'effet d'un champ électrique pour la récupération du cuivre à partir d'un sol (la diffusion d'ions métalliques s'effectue dans une matrice solide polluée).

Ces techniques, qui connaissent de nombreuses applications (EL AAMRANI *et al.*, 1999; GUYON *et al.*, 1999; ILIAS *et al.*, 1999; KUMAR *et al.*, 2000; KUMBASAR RESINA *et al.*, 2008; RESINA *et al.*, 2009; SASTRE *et al.*, 2000; TOR *et al.*, 2009; TUTKUN, 2008), présentent l'avantage de réaliser une extraction en une seule étape et d'être particulièrement économes en eau et en réactifs. Malgré les avantages qu'elles procurent, ces membranes ne sont pas encore utilisées à l'échelle industrielle à cause de leur durée de vie très limitée due à la perte de phase organique et à la formation d'émulsions à l'interface de la membrane.

Durant ces dernières années, un regain d'intérêt a été accordé à l'efficacité des membranes ainsi qu'à leur durée de vie en fixant le transporteur dans la matrice d'un polymère pour éviter sa perte. Cette nouvelle génération de membranes est appelée membranes à sites complexants fixes (MSF). Les premiers travaux ont été publiés sur l'utilisation de membranes à base du polymère triacétate de cellulose (TAC) (AROUS *et al.*, 2004; GHERROU *et al.*, 2004; MARTELL et SMITH, 1989; RIGGS et SMITH, 1997; SUGIURA *et al.*, 1987; SUGIURA *et al.*, 1989; SUGIURA, 1993). Récemment, AMARA *et al.* (2009) et AROUS *et al.* (2010) ont combiné des membranes polymères à inclusion (MPI) avec des semi-conducteurs afin d'améliorer les performances du transfert d'ions.

Au cours de ce travail, nous avons élaboré une nouvelle série de membranes à base du polymère triacétate de cellulose (TAC) plastifiées par le tris-éthyl-hexyle-phosphate (TEHP). La surface des membranes a été modifiée par la fixation du transporteur tricaprlyl chlorure ammonium (Aliquat 336). La synthèse de ces membranes a nécessité des conditions opératoires très particulières. Les membranes synthétisées ont été caractérisées par spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR).

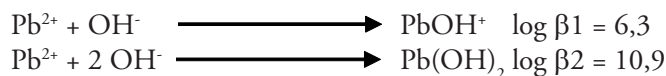
## 1. MATÉRIEL ET MÉTHODES

### 1.1 Sels métalliques

Pour être complexés par l'extractant à l'interface membrane - solution d'alimentation et transportés efficacement

dans la membrane, il faut que la concentration des cations libres soit importante en regard de celle d'autres espèces comme les hydroxydes qui peuvent précipiter.

Nous considérons l'apparition des espèces suivantes (SMITH et MARTELL, 1989) :



La plage de pH à respecter pour un transport efficace va être limitée par l'apparition des hydroxydes. La quantité de cations libres au-delà d'un pH égale à 8 est très faible.

## 1.2 Extraction et transport

L'extractant utilisé au cours de ce travail est le tricapryl chlorure ammonium noté Aliquat 336 (Figure 1a). Les extractions sont réalisées dans des tubes à essais, sous une forte agitation (2 400 tours par minute), en mélangeant des volumes égaux de phase aqueuse contenant l'élément métallique avec la phase organique contenant l'extractant Aliquat 336 à l'aide d'un Vortex de type Heidolph Top-Mix 94323 pendant une durée suffisante pour atteindre l'équilibre d'extraction (10 minutes).

La cellule de transport utilisée est constituée de deux compartiments en poly-tétrafluoroéthylène (PTFE) de 50 mL chacun, séparés par la membrane organique synthétisée. Les deux compartiments (amont et aval) sont agités à une vitesse de 800 tours par minute (tpm). La surface utile (active) du support dans la cellule de transport est de 9 cm<sup>2</sup>.

## 1.3 Élaboration des membranes

Les membranes ont été préparées en dissolvant 0,2 g de triacétate de cellulose (TAC) (Figure 1b) dans 20 mL de chloroforme. Un volume de 0,2 mL de TEHP (Figure 1c) est rajouté à la solution sous agitation pendant quatre heures. Une quantité de 0,1 g de Aliquat 336 est ensuite versée dans le béccher contenant le polymère et le plastifiant et laissée sous agitation pendant 2 heures. La solution obtenue est versée dans une boîte de Pétri de 9 cm de diamètre et laissée à s'évaporer lentement pendant au moins 24 heures. La membrane formée est ensuite enlevée en rajoutant quelques gouttes d'eau bi-distillée, puis séchée avec un papier absorbant. La même procédure a été utilisée pour la préparation d'une membrane contenant uniquement 0,2 g du polymère TAC et une autre membrane contenant 0,2 g du polymère TAC et 0,2 mL du plastifiant TEHP.

Il est à noter qu'une faible quantité de TAC rend la membrane collante sur la paroi de la boîte de Pétri. Il en est de même pour le volume du Tris - (2-ethylhexyl) phosphate (TEHP). Cependant, pour ce dernier, quand son volume est élevé, la membrane devient trop molle et se déchire facilement. Ainsi, les quantités adéquates pour obtenir une bonne membrane pour une surface de 63,62 cm<sup>2</sup> sont : 0,2 g de TAC et 0,2 mL de Tris - (2-ethylhexyl) phosphate (TEHP).

## 1.4 Analyses

La caractérisation et l'étude qualitative des différentes membranes ont été effectuées par spectroscopie infrarouge à

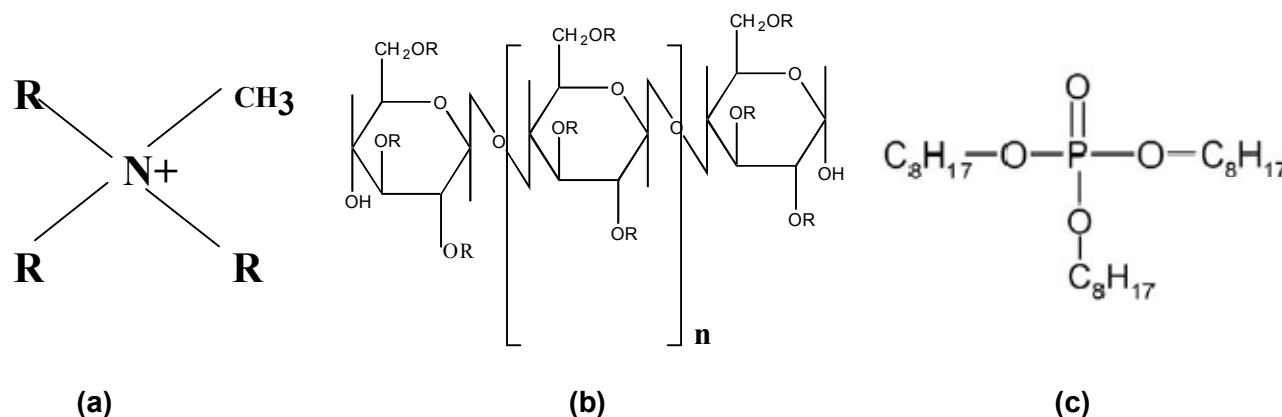


Figure 1. Structures générales : (a) transporteur Aliquat 336, (b) polymère (TAC), (c) plastifiant (TEHP).  
Structures of Aliquat 336 carrier (a), polymer (TAC) (b) and plasticizer (TEHP) (c).

transformée de Fourier, à l'aide d'un appareil de marque Perkin Elmer (Spectrum one), avec un nombre de balayage égal à 10 et une résolution de 2 cm<sup>-1</sup>.

L'analyse du plomb dans les phases aqueuses a été réalisée par spectrophotométrie d'absorption atomique à l'aide d'un spectrophotomètre de type Perkin Elmer 2380 en utilisant une flamme air - acétylène. La quantité de métal extraite dans la phase organique est déterminée à partir du bilan massique. Le plomb est très soluble dans l'eau. Il est détecté par absorption atomique à la longueur d'onde d'absorption optique de 217,0 nm pour un domaine de concentration allant de 5 à 25 mg•L<sup>-1</sup>.

### 1.5 Échantillonnage

L'échantillonnage est primordial car il conditionne la pertinence de l'analyse. Il doit être de qualité mais également représentatif de ce que l'on veut analyser. Nous avons choisi cinq endroits différents pour effectuer l'échantillonnage car l'effluent industriel à la sortie de l'entreprise se disperse en cinq parties. Donc nous avons suivi les cinq déviations de l'effluent pollué pour garantir un bon échantillonnage. Les cinq points de prélèvement sont situés à la même distance (≈ 100 mètres de la source). Nous avons effectué trois prélèvements pour chaque eau à la même profondeur (≈ 50 cm) afin de vérifier la reproductibilité des résultats.

Les échantillons d'eau ont été prélevés dans des récipients en quartz propres, rincés plusieurs fois avec l'eau à analyser, puis fermés hermétiquement sans laisser de bulles d'air dans le flacon. La température, le pH et la conductivité ont été mesurés *in situ*.

### 1.6 Cellule utilisée

En nous inspirant des systèmes trouvés dans la littérature, nous avons réalisé le montage décrit dans nos travaux antérieurs (AZZOUG *et al.*, 2009). Il est constitué :

- de deux demi-cellules en poly-tétrafluoroéthylène (PTFE);
- de deux moteurs synchrones reliés à des générateurs de courants de tension réglable;
- de deux agitateurs en baguettes de verre;
- de deux joints en viton résistants aux phases organiques;
- de tiges filetées assurant le serrage des demi-cellules;
- d'une membrane organique.

## 2. RÉSULTATS ET DISCUSSION

### 2.1 Caractéristiques physiques des membranes

Le tableau 1 regroupe les densités, la teneur en eau et l'épaisseur des différentes membranes élaborées (membrane1 : TAC seul, membrane2 : TAC+TEHP et membrane3 : TAC+TEHP+Aliquat 336). Les valeurs obtenues pour les épaisseurs et les densités sont tout à fait comparables à celles des supports commerciaux utilisés pour la préparation des membranes liquides supportées. Nous remarquons également que la membrane constituée uniquement du polymère TAC est partiellement hydrophile, alors que les deux autres membranes sont hydrophobes. Ceci est probablement dû à la présence du plastifiant qui est très hydrophobe.

**Tableau 1.** Caractéristiques physico-chimiques des membranes.  
**Table 1.** Physical and chemical characteristics of the membranes.

Membrane	Épaisseur (µm)	Masse/surface (mg•cm <sup>-2</sup> )	Teneur en eau (%)
Membrane1 : TAC	10	4,88	32,6
Membrane2 : TAC+TEHP	16	5,25	13,04
Membrane3 : TAC+TEHP+Aliquat	19	5,72	12,68

## 2.2 Caractérisation structurale des membranes par FTIR

Les figures 2 et 3 représentent les spectres FTIR des différentes membranes préparées. Le tableau 2 regroupe les différentes valeurs des pics et les fonctions correspondantes.

Nous remarquons que tous les pics obtenus dans les spectres du polymère seul (Tableau 2) et TEHP seul (Tableau 2) se retrouvent dans le spectre FTIR de la membrane TAC+TEHP sauf le pic du groupement  $\text{COO}^-$  ( $1526 \text{ cm}^{-1}$ ) et le pic du groupement  $\text{P} = \text{O}$  ( $1341 \text{ cm}^{-1}$ ) qui ont disparu mettant en évidence l'interaction entre les deux fonctions et probablement la formation d'un nouveau lien au sein de la membrane.

## 2.3 Extraction liquide - liquide

### 2.3.1 Détermination de la concentration initiale du plomb contenu dans les différentes eaux utilisées

Au cours de ce travail, nous avons utilisé un rejet industriel réel. Les eaux prélevées sont polluées par le plomb. Les prélèvements ont été effectués juste à la sortie d'une entreprise de distribution de produits pétroliers. Nous avons choisi cinq points d'échantillonnage (Eau 1, Eau 2, Eau 3, Eau 4 et Eau 5). La couleur et l'odeur des différents échantillons prélevés confirment la présence d'hydrocarbures dans l'eau du rejet. Les mesures de la température, du pH et de la conductivité (mesurées *in situ* à l'aide d'un appareil de mesure multi-paramètres portatif de type Thermo scientific ORION 5 STAR) ont donné des résultats très semblables (voir Tableau 3).

Avant d'étudier les différents paramètres qui influent sur l'extraction liquide - liquide du plomb en utilisant l'extractant Aliquat 336, nous avons déterminé par absorption atomique les concentrations initiales du plomb dans chaque type d'eau (Eau 1, Eau 2, Eau 3, Eau 4 et Eau 5). Le tableau 3 regroupe les valeurs des concentrations moyennes (trois essais pour chaque type d'eau) du plomb en fonction de la nature de l'échantillon.

### 2.3.2 Influence du temps d'agitation

Le tableau 4 représente l'évolution des concentrations récupérées dans la phase organique et du pourcentage d'extraction du plomb en fonction du temps d'agitation en utilisant une vitesse d'agitation constante et maximale ( $2\,400 \text{ tours} \cdot \text{minute}^{-1}$ ).

Nous remarquons que les rendements d'extraction du plomb augmentent considérablement en augmentant le temps d'agitation pour atteindre un maximum à partir de 8 minutes. Ce résultat est tout à fait comparable avec d'autres travaux (AROUS *et al.*, 2004 a,b; AZZOUG *et al.*, 2009).

### 2.3.3 Influence de la nature de l'eau

Nous avons étudié l'efficacité de l'extractant Aliquat 336 à extraire le plomb en utilisant les cinq différents types d'échantillon. Le tableau 5 regroupe les concentrations récupérées dans la phase organique et les pourcentages d'extraction du plomb pour chaque eau. Nous remarquons que les pourcentages d'extraction varient entre 80 à 94 %, ce qui montre donc une très bonne élimination du plomb. Ceci est probablement dû à la grande différence entre la concentration de l'extractant et celle du métal qui se présente en faibles quantités dans les différentes eaux utilisées.

### 2.3.4 Effet de la concentration de l'extractant Aliquat 336

Nous avons étudié la capacité du ligand Aliquat 336 à extraire le plomb à partir de l'Eau 1. La figure 4 montre l'évolution des quantités de plomb extraites en phase organique en fonction de la concentration de l'extractant ( $10^{-5}$  à  $10^{-1}$  M). Les résultats obtenus montrent que l'extraction augmente pour atteindre un maximum dans une gamme de concentrations en extractant relativement faibles,  $10^{-5}$  -  $10^{-3}$  M. Au-delà, le pourcentage d'extraction devient pratiquement constant. Ceci est peut-être dû soit à l'augmentation de la viscosité de la phase organique et, par conséquent, à la formation d'une couche d'émulsion, soit à la saturation de la surface liquide-liquide par le complexe formé.

## 2.4 Application de la membrane synthétisée pour le transfert du plomb à travers les membranes élaborées

### 2.4.1 Influence de la nature de l'eau

Nous avons étudié l'efficacité de l'extractant Aliquat 336 à transporter le plomb en utilisant les cinq différents types d'échantillon et la même membrane TAC + TEHP + Aliquat 336. Le tableau 6 regroupe les concentrations récupérées dans la phase aval et les rendements du transfert du plomb pour chaque eau. Nous remarquons que les quantités de plomb récupérées dans la phase de réception en utilisant l'Eau 2 sont nettement supérieures à celles obtenues avec les autres eaux. Cependant, les rendements du transfert du plomb de la phase amont vers la phase aval varient entre 20 à 34 %, ce qui correspond donc à une très faible élimination du plomb. Ceci est probablement dû à la faible force motrice du compartiment d'alimentation qui est pauvre en métal (faibles quantités) dans les différentes eaux utilisées.

### 2.4.2 Influence du pH de la solution

Afin d'étudier l'effet du pH de la phase de réception sur l'efficacité du transport du plomb, nous avons utilisé la même

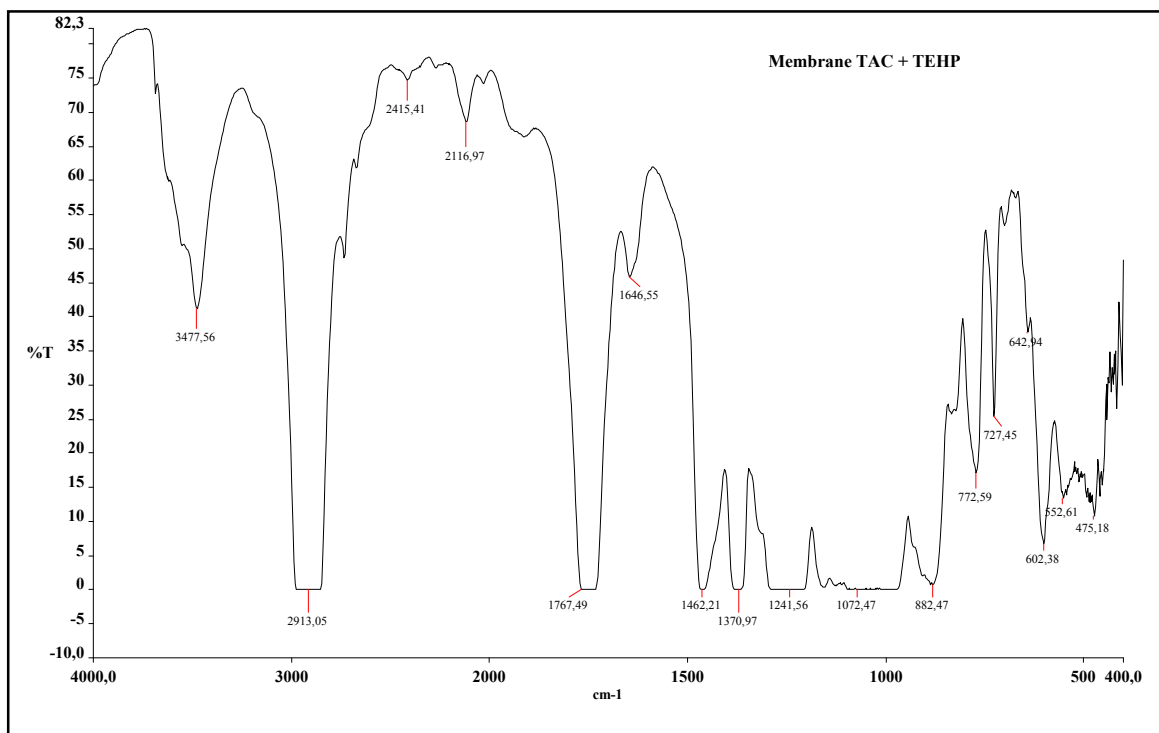


Figure 2. Spectre FTIR de la membrane TAC+TEHP.  
*FTIR Spectrum of TAC + TEHP membrane.*

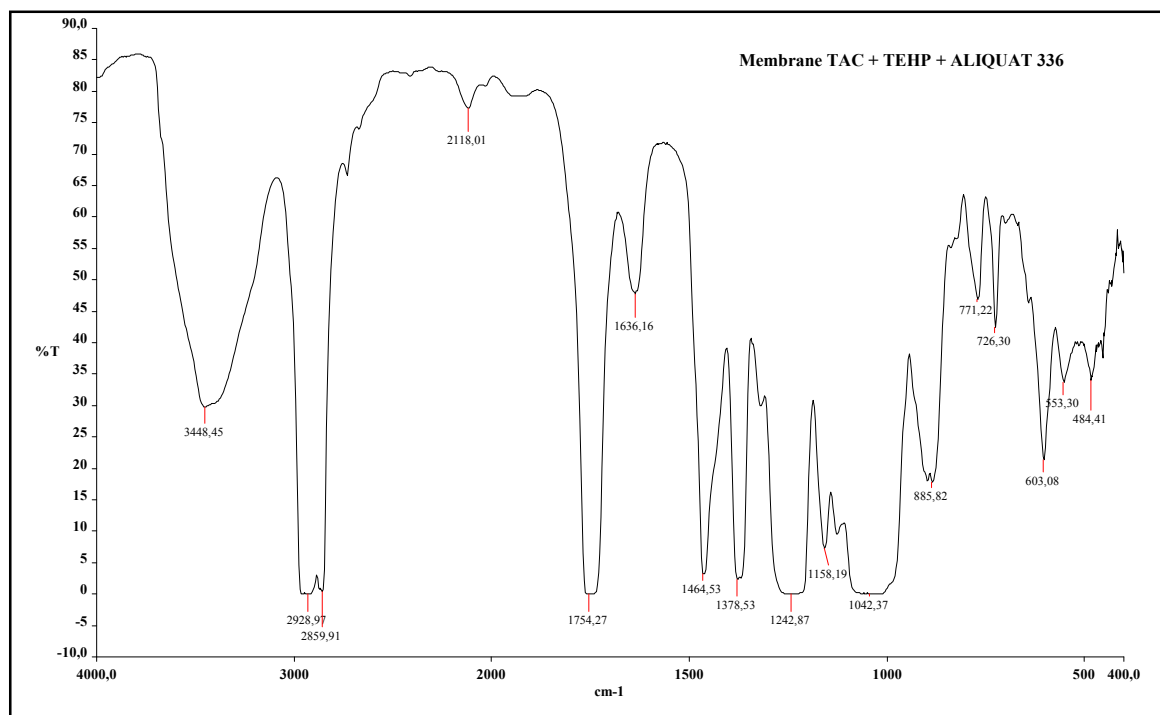


Figure 3. Spectre FTIR de la membrane TAC+TEHP+Aliquat 336.  
*FTIR Spectrum of TAC + TEHP + Aliquat 336 membrane.*

**Tableau 2.** Valeurs des pics et les radicaux correspondants des membranes obtenus par FTIR.  $m$  (TAC) = 0,2 g,  $v$  (TEHP) = 0,2 mL.

*Table 2.* Peak values and the corresponding radicals in different membranes as obtained by FTIR.  $m$  (TAC) = 0.2 g,  $v$  (TEHP) = 0.2 mL.

Membrane	Valeur du pic (cm <sup>-1</sup> )	Radical correspondant
TAC	3 548	O – H
	2 943	C – H
	1 757	C = O
	1 526	COO <sup>-</sup>
	1 219-1 055	C – O – C
TEHP	2 960	C – H
	1 464	P – O
	1 341	P = O
	1 020	C – O
TAC+TEHP	3 477	O – H (TAC)
	2 913	C – H
	1 767	C = O (TAC)
	1 241	C – O – C asym
	1 054	C – O – C sym
	1 464	P – O
TAC+TEHP+Aliquat	3 477	O – H (TAC)
	2 913	C – H
	1 767	C = O (TAC)
	1 241	C – O – C asym
	1 054	C – O – C sym
	1 464	P – O

**Tableau 3.** Concentration initiale du plomb en fonction de la nature de l'eau.

*Table 3.* Initial concentration of lead as a function of the water composition.

Nature de l'eau	[Pb <sup>2+</sup> ] • 10 <sup>6</sup> M	pH	Conductivité (μs•cm <sup>-1</sup> )	Température (°C)
Eau 1	1,94	6,24	945 ± 2	26 ± 0,5
Eau 2	30,5	5,68	1 168 ± 5	27 ± 0,2
Eau 3	2,87	6,35	1 004 ± 1	26 ± 0,1
Eau 4	7,55	6,18	1 132 ± 3	27 ± 0,3
Eau 5	10,4	6,11	1 143 ± 2	27 ± 0,1



**Tableau 4.** Variation du % d'extraction du plomb en fonction du temps d'agitation.  
Eau 1 : Aliquat 0,1 M. Vitesse d'agitation 2 400 t•min<sup>-1</sup>.

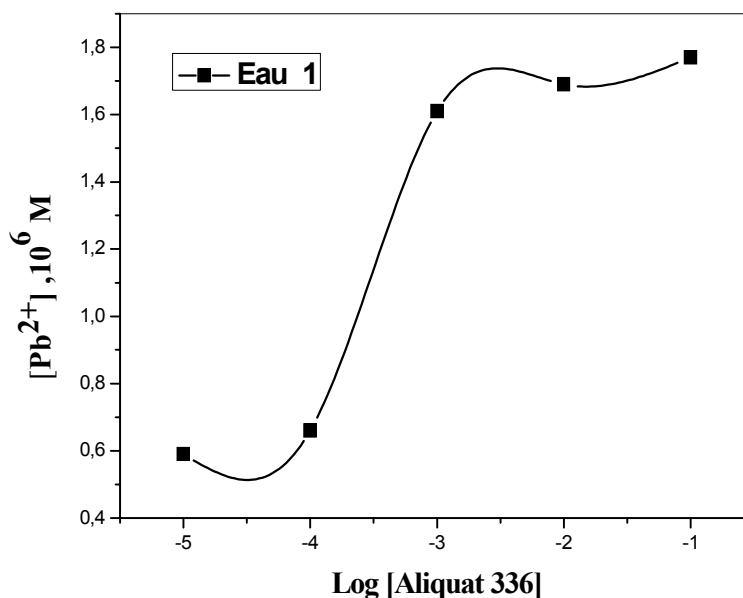
**Table 4.** Variation of extraction % of lead versus agitation time. Water 1: Aliquat 0.1 M. Agitation speed 2400 rpm.

Temps d'agitation (min)	[Pb <sup>2+</sup> ] •10 <sup>6</sup> M	% d'extraction
2	0.58	29.9
4	1.11	57.1
6	1.59	81.8
8	1.73	89.5
10	1.77	91.4

**Tableau 5.** Concentration du plomb et % d'extraction du plomb en fonction de la nature de l'eau. Aliquat 0,1 M. Vitesse d'agitation 2 400 t•min<sup>-1</sup>.

**Table 5.** Lead concentration and extraction % as a function of water composition. Aliquat 0.1 M. Agitation speed 2400 rpm.

Nature de l'eau	[Pb <sup>2+</sup> ] .10 <sup>6</sup> M	% d'extraction
Eau 1	1,77	91,4
Eau 2	27,2	89,1
Eau 3	2,69	93,8
Eau 4	6,04	80,1
Eau 5	8,9	85,7



**Figure 4.** Évolution de la concentration du plomb dans la phase organique en fonction du Log [Aliquat 336].  
*Evolution of lead concentration in the organic phase versus log [Aliquat 336].*

**Tableau 6.** Concentration du plomb et rendement de transport du plomb à travers la membrane en fonction de la nature de l'eau.

*Table 6.* Lead concentration and transport efficiency across the membrane as a function of water composition.

Nature de l'eau	[Pb <sup>2+</sup> ] • 10 <sup>6</sup> M	Rendement %
Eau 1	0,61	31,4
Eau 2	10,40	34,1
Eau 3	0,59	20,8
Eau 4	1,50	19,9
Eau 5	2,66	25,6

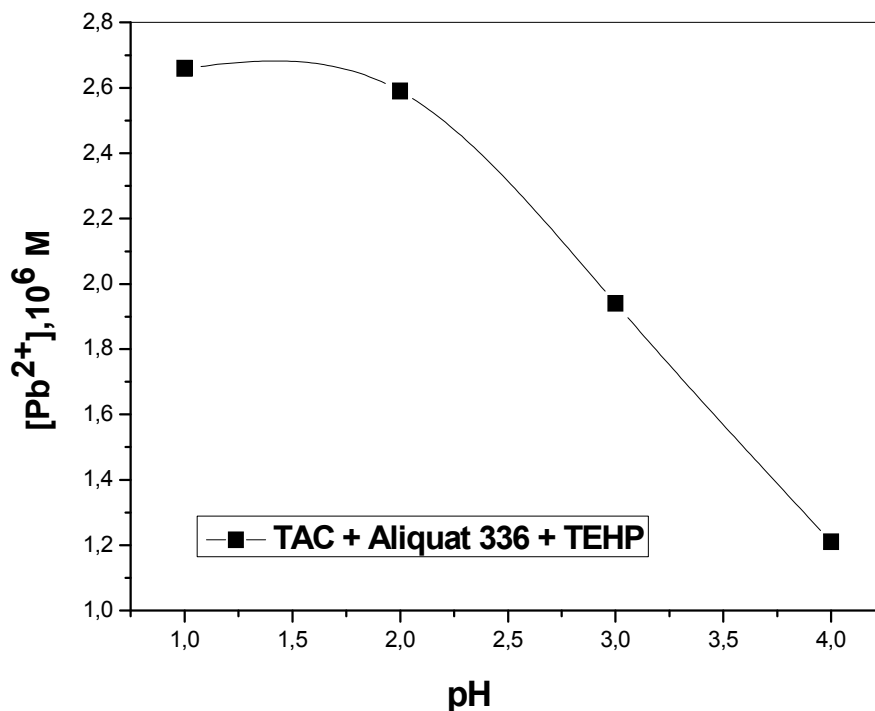
membrane TAC + Aliquat 336 + TEHP et nous avons fait varier le pH de 1 à 4.

La figure 5 représente l'évolution des concentrations du plomb transféré de la phase d'alimentation vers la phase de réception en fonction du pH de la solution aval. Nous remarquons qu'un bon rendement est obtenu dans la gamme de pH très acide (1 à 2). Au-delà du pH = 3, la concentration du plomb en aval chute sensiblement. Ceci est probablement dû à la consommation des protons dans le sens inverse de la diffusion des ions Pb<sup>2+</sup>.

## CONCLUSION

L'extraction du plomb par Aliquat 336 nous a permis de mettre au point les conditions optimales d'extraction et de déterminer les rendements d'extraction. Nous avons abouti aux conclusions suivantes :

- Un temps d'agitation de 8 minutes est largement suffisant pour effectuer une bonne extraction avec une vitesse d'agitation de 2 400 tours par minutes;



**Figure 5.** Évolution de la concentration du plomb récupérée en aval en fonction du pH. Membrane TAC + Aliquat 336 + TEHP.  
*Evolution of lead concentration in the strip phase versus pH. Membrane TAC + Aliquat 336 + TEHP.*

- Les pourcentages d'extraction varient entre 80 à 94 %, donc une très bonne élimination du plomb a été réalisée;
- L'extraction augmente pour atteindre un maximum dans une gamme de concentrations en extractant relativement faibles  $10^{-5}$  -  $10^{-3}$  M.

Concernant l'élaboration des membranes, les valeurs obtenues pour les épaisseurs (entre 10 et 20  $\mu\text{m}$ ) et les densités sont tout à fait comparables à celles des supports commerciaux utilisés pour la préparation des membranes liquides supportées.

Les rendements du transfert du plomb de la phase amont vers la phase aval à travers la membrane synthétisée (TAC + TEHP + Aliquat 336) varient entre 20 à 34 % et un bon rendement a été obtenu dans la gamme de pH très acide (1 à 2), au-delà du pH = 3 la concentration du plomb en aval chute sensiblement.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ALGUACIL E.J., M. ALONSO (2005). Separation of zinc(II) from cobalt(II) solutions using supported liquid membrane with DP-8R (di(2-ethylhexyl)phosphoric acid) as a carrier. *Sep. Purif. Technol.*, 41, 179-184.
- AMARA M., O. AROUS, F. SMAIL, H. KERDJOUJ, M. TRARI et A. BOUGUELIA (2009). An assembled poly-4-vinyl pyridine and cellulose triacetate membrane and  $\text{Bi}_2\text{S}_3$  electrode for photoelectrochemical diffusion of metallic ions. *J. Hazard. Mater.*, 169, 195-202.
- AROUS O., A. GHERROU et H. KERDJOUJ (2004). Removal of Ag(I), Cu(II) and Zn(II) ions with a supported liquid membrane containing cryptands as carriers. *Desalination*, 161, 295-303.
- AROUS O., A. GHERROU et H. KERDJOUJ (2004). Utilisation of mono and bicyclic polyethers as mobile carriers of silver, copper and zinc through a supported liquid membrane. *Sep. Sci. Technol.*, 39, 1681-1693.
- AROUS O., H. KERDJOUJ et P. SETA (2004a). Comparison of carrier-facilitated silver(I) and copper(II) ions transport mechanisms in a supported liquid membrane and in a plasticized cellulose triacetate membrane. *J. Membr. Sci.*, 241, 177-185.
- AROUS O., M. AMARA et H. KERDJOUJ, (2004b). Synthesis and characterization of cellulose triacetate and poly (ethylene imine) membranes containing a polyether macrobicyclic: their application to the separation of copper(II) and silver(I) ions. *J. Appl. Polym. Sci.*, 93, 1401-1410.
- AROUS O., M. AMARA, M. TRARI, A. BOUGUELIA et H. KERDJOUJ (2010). Cadmium(II) and Lead(II) transport in a polymer inclusion membrane using tributyl phosphate as mobile carrier and  $\text{CuFeO}_2$  as a polarized photo electrode. *J. Hazard. Mater.*, 180, 493-498.
- AZZOUG S., O. AROUS et H. KERDJOUJ (2009). Cadmium(II) and Lead(II) extraction and transport in supported liquid membrane using TOPO and D2EHPA as mobile carriers. *Fresenius Environ. Bull.*, 18, 2123-2130.
- BRUN J.P. (1997). *Procédés de séparation par membranes*. Éd. Masson, Paris, France, pp 1-270.
- EL AAMRANI F.Z., A. KUMAR, L. BEYER, A. FLORIDO et A.M. SASTRE (1999). Mechanistic study of active transport of silver(I) using sulfur containing novel carriers across a liquid membrane. *J. Membr. Sci.*, 152, 263-275.
- GHERROU A., H. KERDJOUJ, R. MOLINARI, P. SETA et E. DRIOLI. (2004). Fixed sites plasticized cellulose triacetate membranes containing crown ethers for silver(I), copper(II) and gold(III). *J. Membr. Sci.*, 228, 149-157.
- GRANADO-CASTRO M.D., M.D. GALINDO-RIAÑO et M. GARCÍA-VARGAS (2004). Preconcentration of copper from natural water. *Anal. Chim. Acta*, 506, 81-86.
- GUYON F., N. PARTHASARATHY et J. BUFFLE (1999). Mechanism and kinetics of Cu(II) transport through diaza-crown-ether-fatty acid supported liquid membrane. *Anal. Chem.*, 71, 819-826.
- HE D., C. YANG, M. MA, L. ZHUANG, X. CHEN et S. CHEN (2004). Studies of the chemical properties of tri-n-octylamine-secondary octanol-kerosene-HCl- $\text{H}_2\text{O}$  microemulsions and its extraction characteristics for cadmium(II). *Coll. Surf. (A)*, 232, 39-47.
- ILIAS S., K.A. SCHIMMEL et P.M. YEZEK (1999). Nondispersive liquid-liquid extraction of copper and zinc from an aqueous solution by DEHPA and LIX 984 in a hollow fiber membrane module. *Sep. Sci. Technol.*, 34, 1007-1019.
- KUMAR A., R. HADDAD, G. BENZAL, R. NINOUE et A.M. SASTRE (2000). Use of modified membrane carrier system for recovery of gold cyanide from alkaline cyanide media using hollow fiber supported liquid membranes: feasibility studies and mass transfer modelling. *J. Membr. Sci.*, 174, 17-30.

- KUMBASAR R.A. et O. TUTKUN (2008). Separation of cobalt and nickel from acidic leach solutions by emulsion liquid membranes using Alamine 300 (TOA) as a mobile carrier. *Desalination*, 224, 201-208.
- MARCHESE J., F. VALENZUELA, C. BASUALTO et A. ACOSTA (2004). Transport of molybdenum with alamine 336 using supported liquid membrane. *Hydrometallurgy*, 72, 309-317.
- MARTELL A.E. et R.M. SMITH (1989). *Critical stability constants. Volume 4, Inorganic Complexes*. Pergamon Press, New York, Londres, 469 p.
- MULDER M. (1991). *Basic principles of membrane technology*. Kluwer Academic Publisher, Dordrecht, The Netherlands, 1-480.
- RESINA M., J. MACANAS, C. FONTAS, C. PALET et M. MUNOZ (2009). Comparative study of the selective transport of Zn/Cd and Pt/Pd couples with activated composite membranes and hybrid membranes. *Desalination*, 240, 316-325.
- RESINA M., C. FONTAS, C. PALET et M. MUNOZ (2008). Comparative study of hybrid and activated composite membranes containing Aliquat 336 for the transport of Pt(IV). *J. Membr. Sci.*, 311, 235-242.
- RIGGS J.A. et B.D. SMITH (1997). Facilitated transport of small carbohydrates through plasticized cellulose triacetate membranes. Evidence for fixed site jumping transport mechanism. *J. Am. Chem. Soc.*, 119, 2765-2766.
- RITCEY G.M. et A.W. ASHBROOK (1984). *Solvent extraction principles and applications to process metallurgy*. Part 1, Éd. Elsevier, Amsterdam, 362 p.
- SABBA N. et D.E. AKRETCHE (2006). Selective leaching of a copper ore by an electro-membrane process using ammonia solutions. *Min. Eng.*, 19, 123-129.
- SARANGI K. et R.P. DAS (2004). Separation of copper and zinc by supported liquid membrane using TOPS-99 as mobile carrier. *Hydrometallurgy*, 71, 335-342.
- SASTRE A.M., A. MADI et F.J. ALGUACIL (2000). Facilitated supported liquid-membrane transport of gold(I) using LIX 79 in cumene. *J. Membr. Sci.*, 166, 213-219.
- SUGIURA M., M. KIKKAWA et S. URITA (1987). Effect of plasticizer on carrier mediated transport of zinc ion through cellulose triacetate membranes. *Sep. Sci. Technol.*, 22, 2263-2268.
- SUGIURA M., M. KIKKAWA et S. URITA (1989). Carrier mediated transport of rare earth ions through cellulose triacetate membranes. *J. Membr. Sci.*, 42, 47-55.
- SUGIURA M. (1993). Effect of quaternary ammonium salts on carrier mediated transport of lanthanide ions through cellulose triacetate membranes. *Sep. Sci. Technol.*, 28, 1453-1463.
- TOR A., G. ARSLAN, H. MUSLU, A. CELIKTAS, Y. CENGELGLU et M. ERSOZ (2009). Facilitated transport of Cr(III) through polymer inclusion membrane with di(2-ethylhexyl)phosphoric acid (DEHPA). *J. Membr. Sci.*, 329, 169-174.