

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE
POPULAIRE**

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT

SUPERIEUR ET DE LA

RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université Kasdi MERBAH

Ouargla

Faculté des Sciences Appliquées

Département de Génie des

Procédés



Mémoire

MASTER ACADIMIQUE

Domaine : Science et Technologie

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Procédés de l'Environnement

Présenté par :

Allia CHENNOUF et Salsabil BEN BAH

Thème

**Élimination des Hydrocarbures du Sol : une Étude
Comparative**

Soutenu publiquement :

Devant le jury composé de :

Nacer Eddine CHENNOUF	Pr. (UKM Ouargla)	Président
Mourad CHAOUKI	MCA (UKM Ouargla)	Examineur
Ridha CHERRAYE	MCB (UKM Ouargla)	Encadreur

Année universitaire : 2023/2024

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

En second lieu, Nous tenons à remercier très chaleureusement Mr Ridha CHERRAYE qui nous a permis de bénéficier de son encadrement, ses précieux conseils, son temps et son aidedurant toute la période de la réalisation de ce travail.

Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury Pr. Nacer Eddine CHENNOUF et Dr. Morad CHAOUKI pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche enacceptant d'examiner notre travail et l'enrichir par leurs propositions.

Enfin, nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près oude loin à la réalisation de ce travail Sans oublier nos chers Parents pour contributions, leursoutien et leur patience ainsi que nos professeurs.

Salsabil BEN BAHI

Remerciements

Je souhaite d'abord exprimer ma reconnaissance et ma gratitude envers Dieu Tout-Puissant, qui m'a accordé la force et la patience nécessaires pour mener à bien cette mémoire .

Par la suite, je tiens à exprimer ma sincère reconnaissance envers Mr Ridha CHERRAYE qui m'a apporté son soutien, son expertise, ses conseils précieux et son temps pour m'aider à élaborer mes mémoires.

Je tiens aussi à exprimer ma sincère reconnaissance envers les membres du comité d'arbitrage, Pr. Nacer Eddine CHENNOUF et Dr. Morad CHAOUKI pour leur intérêt porté à nos recherches en acceptant d'étudier nos travaux et de l'enrichir de leurs suggestions.

Au final, je ne peux qu'adresser mes sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.

Surtout ma mère, mes sœurs, mes frères et mes chers amis pour leur contribution, leur soutien et leur patience, ainsi que mes professeurs qui m'ont accompagné tout au long de mon parcours éducatif.

Alia CHENNOUF

Dédicace

D'un profond amour et d'une immense gratitude et reconnaissance,
Je dédie ce travail aux deux personnes qui me sont les plus chères dans le monde, mes parents pour leur amour, leur patience, leur présence et encouragements qu'ils m'ont offerts durant toute ma vie. Mes chers parents «SAMIA et RACHID»
qui m'ont aidée à concrétiser mon rêve sans ne jamais manquer de rien,
Qu'Allah Le Tout Puissant me les garde.
A mes chères sœurs «Chaima, Soundous, Aroua » et à mes frères « Fakhro, Louai», je suis très reconnaissante pour leur bonheur qu'elle m'apporte, pour leurs aide et encouragement.
A tous les membres de ma famille, grands et petits.
A ma très chère amie et collègue « Allia », avec qui j'ai passé les meilleurs moments.
A tous mes amis et ceux de promotion génie des procédé de environnement.
A toutes les personnes qui m'ont aimée et respectée tout au long de ma vie.

Liste des Figures

1.1	Mécanisme de transfert du soluté au cours de l'extraction solide-liquide . . .	5
1.2	Extracteur Rotocel™ de Dravo (d'après Frémeaux et Leybros (1990b)) . . .	8
1.3	Extracteur LM™ De Smet (d'après Frémeaux et Leybros (1990b)).	8
1.4	Extracteur bi-vis (d'après Roustel et al. (2000)).	9
1.5	Diffuseur Robert (d'après Frémeaux et Leybros (1990b)).	10
1.6	Colonne Chromatographique pour Séparation des Asphaltes par Elution-Adsorption (Méthode A ou B)	25
2.1	éthanol	28
2.2	bécher	28
2.3	Papier filtre	29
2.4	Balance	29
2.5	Présentation de site de prélèvement	30
2.6	Les échantillons	30
2.7	Les extraits	32
2.8	Rota-vapeur	33
2.9	Diagrammes à barres pour des échantillons de Pétrole 15 ml	34
2.10	Diagrammes à barres pour des échantillons de Pétrole 25 ml	35
2.11	Diagrammes à barres pour des échantillons de Pétrole 35 ml	35
2.12	Diagrammes à barres pour des échantillons de Pétrole 45 ml	36
2.13	Diagrammes à barres pour des échantillons de Pétrole 55 ml	36
2.14	Un graphique à barres pour le solvant S5/95	37
2.15	Un graphique à barres pour le solvant S10/90	37
2.16	Un graphique à barres pour le solvant S15/85	38

2.17 Un graphique à barres pour le solvant S20/80	39
---	----

2.18	
------	--

Liste des Tableaux

2.1	Propriétés physiques et chimiques	31
2.2	Les différents solvants.....	31

Liste des Tableaux

Table des matières

Remerciements	I
Dédicace	III
Liste des Figures	IV
Liste des Tableaux	VI
Table des Matières	VII
Introduction Générale	1
1 PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE	3
1.1 Introduction à l'extraction solide-liquide	4
1.1.1 Définition et concepts fondamentaux	4
1.1.2 Importance de l'extraction solide-liquide dans divers domaines	4
1.2 Principes fondamentaux de l'extraction solide-liquide	5
1.2.1 Mécanismes d'extraction	5
1.2.2 Facteurs influençant l'efficacité de l'extraction	6
1.2.2.1 La nature du solvant	6
1.2.2.2 La température	6
1.2.2.3 Degré d'agitation	6
1.2.2.4 Concentration résiduaire du soluté	6
1.2.2.5 Humidité	6
1.3 Équipements et techniques d'extraction solide-liquide	7
1.3.1 Extracteurs et Équipements	7

1.3.1.1	Extracteurs continus	7
1.3.1.2	Extracteurs discontinus	8
1.3.2	Techniques d'extraction couramment utilisées	9
1.3.2.1	Hydrodistillation	9
1.3.2.2	La décantation	11
1.3.2.3	La filtration	11
1.3.2.4	La centrifugation	12
1.3.2.5	La distillation	12
1.3.2.6	Extraction liquide – liquide	13
1.3.2.7	La macération	13
1.3.2.8	Extraction solide liquide	13
1.4	Applications de l'extraction solide-liquide	14
1.4.1	Industrie alimentaire	14
1.4.2	Industrie pharmaceutique	14
1.5	Introduction aux solvants dans l'extraction solide-liquide	15
1.5.1	Définition des solvants	15
1.5.2	Rôle des solvants dans le processus d'extraction	15
1.6	Classification des solvants	16
1.6.1	Solvants organiques	16
1.6.2	Solvants inorganiques	16
1.7	Propriétés des solvants	17
1.7.1	Solubilité des solides	17
1.7.2	Polarité et miscibilité	17
1.8	Solvants couramment utilisés dans l'extraction solide-liquide	18
1.9	Synthèse bibliographique	19
2	PARTIE EXPÉRIMENTAL	27
2.1	Introduction.....	27
2.2	Présentation du Haoud el Hamra	27
2.3	Matériel requis	28
2.4	Matériels de prélèvement.....	29
2.4.1	Technique d'échantillonnage.....	29

2.4.2	Mode opératoire.....	29
2.5	Résultats.....	35
CONCLUSION GÉNÉRALE		39
Références		40
Résumé		42

Introduction Générale

La pollution consiste à altérer l'environnement en introduisant dans l'air (gaz), l'eau (liquide) ou le sol (solide) des substances qui ne sont pas naturellement présentes. La perturbation de l'écosystème peut entraîner la migration ou l'extinction de certaines espèces qui ne peuvent pas s'adapter au changement.

Il existe ainsi différentes catégories de pollutions, qui peuvent être classées soit en fonction de la nature de leurs polluants, du compartiment de l'environnement affecté ou de la nature de ses effets.

Un polluant désigne un agent physique, chimique ou biologique qui provoque une gêne ou une nuisance dans le milieu liquide ou gazeux.

Au sens large, le terme désigne des agents qui sont à l'origine d'une altération des qualités du milieu, même s'ils y sont présents à des niveaux inférieurs au seuil de nocivité.

On distingue deux types de polluants :

1. Polluants minéraux : sont les métaux lourds le cadmium (Cd), le mercure (Hg), le plomb (Pb), le chrome (Cr), vient ensuite Ni, Cu, Zn et Se qui est toxique pour les végétaux.
2. Les sels : les nitrates (NO_3^-), les sels de sodium.

Polluants organiques : (dioxines et furanes, hydrocarbures aromatiques polycycliques HAP, PCB).

Les types de pollution :

1. La pollution du sol est fréquemment causée par des activités industrielles ou agricoles telles que l'utilisation d'engrais et de pesticides...
2. L'eau peut être polluée par la contamination des eaux usées, les rejets de produits (les produits phytosanitaires, tels que ceux utilisés dans les engrais, les hydrocarbures...
3. Les différentes formes de pollution : pollution industrielle, radioactive, électromagnétique, thermique, lumineuse et spatiale.

Un sol pollué est un sol qui présente une pollution susceptible de provoquer une nuisance ou un risque pérenne pour les personnes ou l'environnement. (KHELLOUT, 2004)

Parmi les pollutions les plus redoutables sur l'environnement, la pollution pétrolière qui relève à la fois de la pollution chimique et celle organique. Elle est surtout importante en mer et sur les côtes.

Leur présence dans les sols est généralement associée aux activités de production de gaz (cokeries, anciennes usines à gaz), de raffinage du pétrole ou de traitement du bois.

Les hydrocarbures sont des composés organiques contenant exclusivement des atomes de carbones (C) et d'hydrogènes (H) (Heider et al., 1998)

D'après Harayama et al. 1999, le terme hydrocarbure pétrolier (HP) est un terme générique qui désigne les mélanges de composés organiques présents dans des matières géologiques comme l'huile, le bitume et le charbon ou dérivés de ces matières.

Les hydrocarbures font partie des polluants potentiels qui peuvent avoir un impact sur les sols, car ils sont présents partout. Ce sont des organismes hydrophobes qui persistent dans les écosystèmes principalement en raison de leur faible solubilité en eau et de leurs propriétés toxiques, mutagènes et cancérigènes. Quelques-uns d'entre eux sont perçus comme des produits dangereux. (Hassaine, 2016).

La réhabilitation des sols contaminés est donc primordiale. L'élimination des hydrocarbures pétroliers présents dans les sols contaminés peut être envisagée par différents traitements. Parmi les traitements extraction solide-liquide.

Dans cette mémoire, nous trouvons :

1- Le partie théorique : généralités sur le l'extraction, généralités sur solvant, synthèse bibliographique

2- parties pratiques :

Présentation de site

Présentation de houad lhamra

Origine

Matériel requise

Matériels de prélèvement

Les diagrammes

Chapitre 1

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1 Introduction à l'extraction solide-liquide

1.1.1 Définition et concepts fondamentaux

L'extraction solide-liquide est l'opération essentielle qui vise à extraire un ou plusieurs composants d'un solide en l'immergeant dans un liquide et en le dissolvant.

Ce processus implique le transfert ou l'échange de matière entre une phase solide contenant la matière à extraire et une phase liquide, le solvant. Étant donné la grande étendue du domaine d'application de l'extraction solide-liquide, il est nécessaire de définir quelques termes couramment utilisés pour définir les opérations et les produits circulants.

Le solvant, également connu sous le nom de liquide d'extraction, dissout un ou plusieurs composants solides ou liquides, appelés soluté(s), afin de créer une solution ou un extrait (solvant + soluté(s)). Le matériau solide réduit.

On le nomme raffinat ou résidu lorsqu'il est soluble ; il est inerte ou insoluble[13]. Cette étape est essentielle dans la plupart des analyses chimiques.

Cela implique de retirer l'analyte de sa matrice d'échantillon et de le faire passer dans la phase nécessaire pour l'identification et la quantification spectre-chromatographique ou chromatographique.

Lorsque l'échantillon est solide et que la phase requise pour l'analyse est liquide, le processus est appelé extraction solide-liquide.

Une méthode simple et largement applicable d'extraction solide-liquide consiste à mélanger le solide avec un solvant dans lequel l'analyte est soluble. En agitation, l'analyte se divise en phase liquide, qui peut ensuite être séparée du solide par filtration. Il est nécessaire de choisir le solvant en fonction de la solubilité du cible analyte, ainsi que de l'équilibre entre les coûts, la sécurité et les préoccupations environnementales.

1.1.2 Importance de l'extraction solide-liquide dans divers domaines

L'extraction consiste à extraire des plantes et des organes d'animaux, des produits alimentaires, pharmaceutiques ou odoriférants, que ce soit sous forme de breuvages, de drogues ou de parfums. En général, on utilise des solvants tels que l'eau, les alcools, les solvants organiques et/ou chlorés pour séparer les produits végétaux.

Dans l'industrie les extractions se font très souvent selon des opérations continues en raison du grand tonnage de matière à traiter et par des méthodes à contre-courant. Elles sont caractérisées par un cheminement ininterrompu du solide et du solvant

1.2 Principes fondamentaux de l'extraction solide-liquide

1.2.1 Mécanismes d'extraction

L'extraction solide-liquide implique la manipulation d'une substance provenant d'un solide vers un solvant dans lequel elle se dissout et dont elle sera facilement extraite. Il est essentiel que le solvant reste en contact avec le solide préalablement broyé avant d'être extrait. On effectue l'extraction solide-liquide en contactant directement le solvant avec le solide, puis en procédant à une décantation et à une filtration. Elle est définie comme la conséquence de la migration du soluté du solide vers le liquide. Le processus de transfert nécessite un certain temps et introduit la notion de vitesse d'extraction qui est contrôlée par trois processus fondamentaux (figure 1.1).

1. Le solvant pénètre dans le solide et se dissout dans les particules du solide.
2. Le soluté se propage du cœur vers la surface de la particule.
3. Le soluté se propage de la surface de la particule vers le centre du solvant[13].

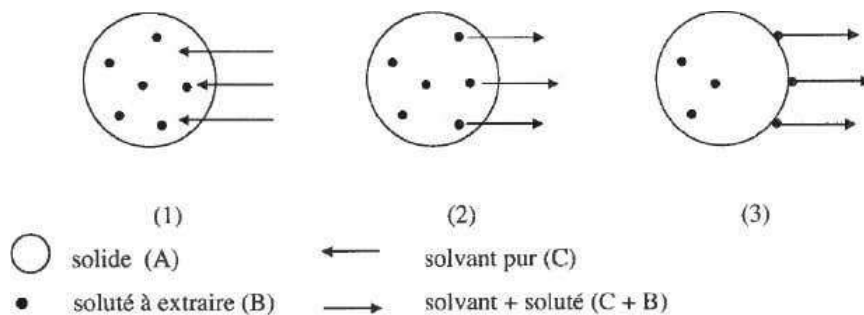


FIG. 1.1 : Mécanisme de transfert du soluté au cours de l'extraction solide-liquide

1.2.2 Facteurs influençant l'efficacité de l'extraction

1.2.2.1 La nature du solvant

Il est important qu'il soit sélectif, qu'il ait une capacité de dissolution élevée, qu'il ait une température d'ébullition faible, qu'il ait une faible viscosité et qu'il soit, si possible, non toxique, ininflammable et non explosif.

1.2.2.2 La température

En général, lorsque la température augmente, cela entraîne une augmentation de la solubilité du soluté dans le solvant ainsi que du coefficient de diffusion du soluté interne. Les molécules thermosensibles peuvent être dégradées par une température trop élevée.

1.2.2.3 Degré d'agitation

Le solide reste en suspension, le liquide est homogène et les échanges de chaleur et de matière à la surface du solide sont favorisés.

1.2.2.4 Concentration résiduaire du soluté

Le taux de saturation du solvant influence la vitesse d'extraction. Si le soluté est un liquide présent dans un solide poreux, la dissolution propre du liquide est rapide et la vitesse de transfert est principalement influencée par la vitesse de diffusion du liquide dans le film à la surface du solide. Cependant, pour les cellules végétales, qui ont des parois très imperméables, c'est la diffusion interne qui est très lente et qui régule la vitesse de transfert, car la vitesse de dissolution du soluté dans le solvant n'a qu'un impact minime.

1.2.2.5 Humidité

Ce paramètre revêt une importance capitale lorsqu'il s'agit de solvants hydrophobes, car la diffusivité est inversement liée à la quantité d'eau présente dans le solide[13].

1.3 Équipements et techniques d'extraction solide-liquide

1.3.1 Extracteurs et Équipements

1.3.1.1 Extracteurs continus

Les extracteurs continus sont souvent utilisés dans l'industrie pour traiter de grandes quantités de matériaux végétaux. La pression et la petite taille de ces machines permettent une meilleure maîtrise de la production et réduisent les pertes en cas d'accident. Le système à contre-courant est souvent préféré pour améliorer le rendement d'extraction et diminuer le temps d'extraction. Bien qu'il existe de nombreux appareils d'extraction liquide-solide continue, certains sont sous-utilisés ou obsolètes. Ils sont classés en fonction de la manière dont les solides sont transportés : lits mobiles, chaînes de transport ou vis de citerne [14].

1. Les extracteurs à lits mobiles

Les extracteurs mobiles servent à extraire des cellules qui se déplacent autour d'un axe central. Ces cellules peuvent être présentes avec un fond perforé ou un tamis. Le solide frais est ajouté à l'aide d'un distributeur fixe et le solvant frais passe à travers chaque cellule, où il collecte les extraits. Ces extraits sont recyclés à travers les cellules suivantes. Finalement, l'extrait final et le solide épuisé sont collectés à un point spécifique. Le Rotocel™ de Dravo, sont les exemples [14].

2. Les extracteurs à chaîne de convoyage

La méthode de fonctionnement des extraits de chaîne de convoyeur consiste à faire passer l'acier à travers une bande de convoyeur imprégnée de solvant. On récupère les extraits moins concentrés afin de les réutiliser sur le lit dur. L'extracteur à couronne ou l'extracteur LMTM de Smit est un exemple d'équipement connu. Avec succès, ces systèmes ont permis d'extraire le sucre de la canne à sucre ou de la betterave, ainsi que l'huile des oléagineuses [14, 15].

3. Les extracteurs à vis de convoyage

Ces extracteurs opèrent principalement à l'opposé du courant. Une ou plusieurs vis sont utilisées pour transporter le solide, qui peut être immergé dans le solvant, soit à contre-courant, comme dans la tour d'extraction de soit à co-courant, comme dans l'extracteur bi-vis de Clextral [18, 19].

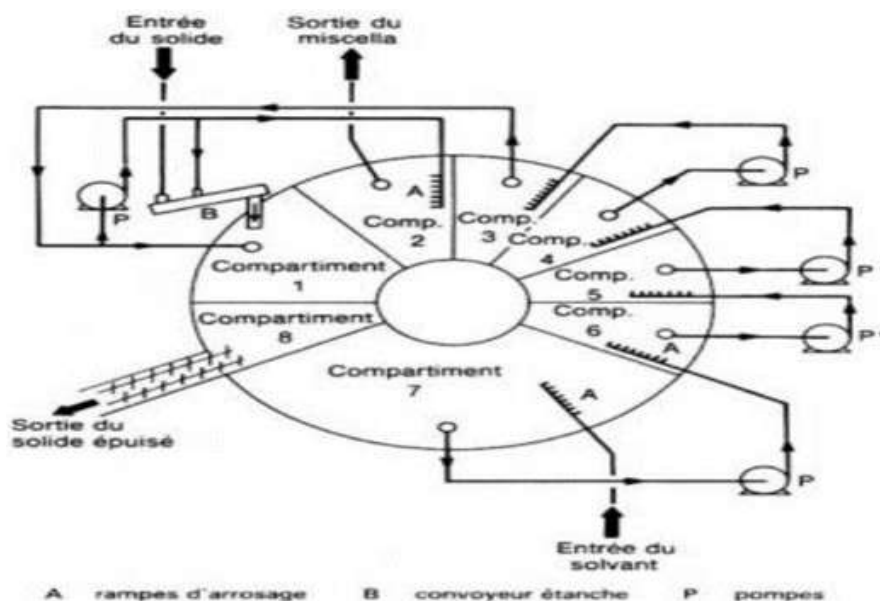


FIG. 1.2 : Extracteur Rotocel™ de Dravo (d'après Frémeaux et Leybros (1990b))

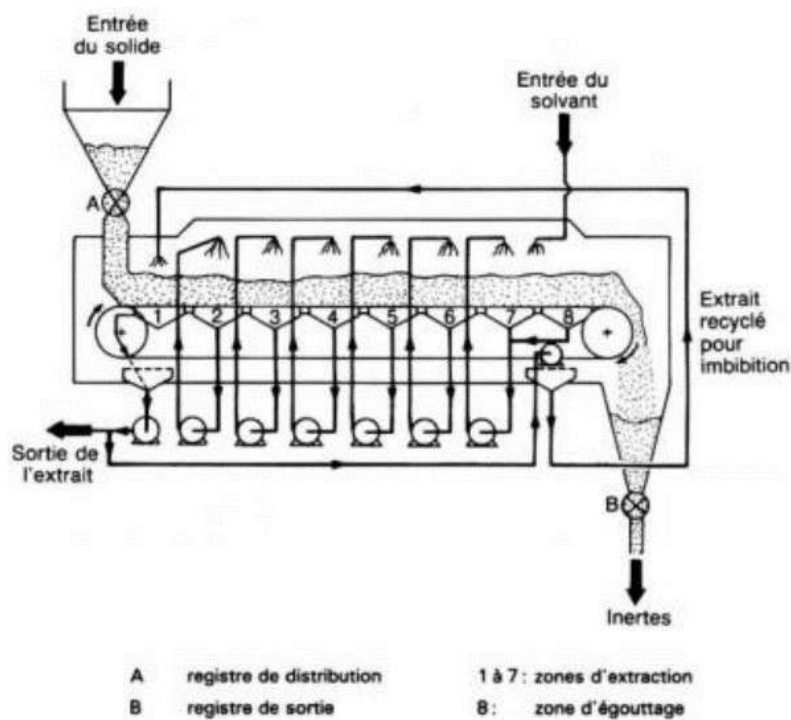


FIG. 1.3 : Extracteur LM™ De Smet (d'après Frémeaux et Leybros (1990b)).

1.3.1.2 Extracteurs discontinus

Les extracteurs discontinus sont employés pour effectuer des extractions basiques sur de petites quantités de solides. Ils comprennent des dispositifs qui ont la capacité de maintenir

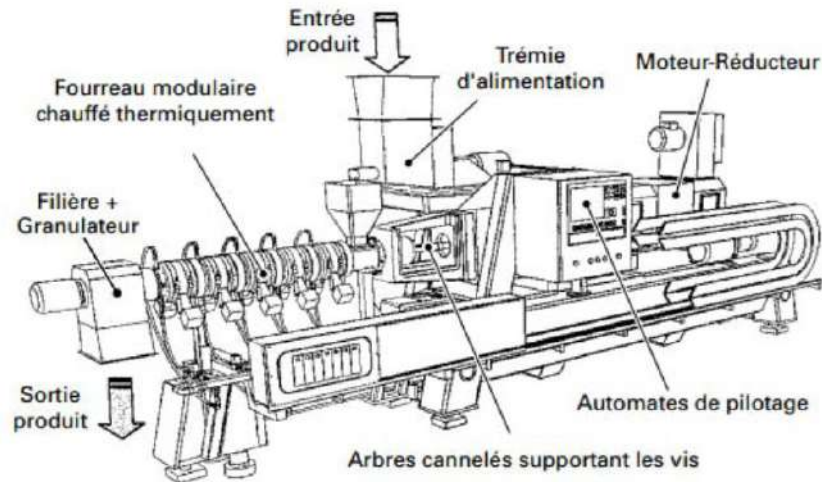


FIG. 1.4 : Extracteur bi-vis (d'après Roustel et al. (2000)).

le solide immobile ou de se déplacer dans un solvant. Par exemple, les extracteurs à simple agitation font appel à une agitation mécanique ou pneumatique afin de faire entrer en contact le solide et le solvant. Ils sont fréquemment équipés de filtres pour différencier les phases solide et liquide. Le réacteur batch ou cuve agitée est un exemple fréquent, une technologie flexible et largement répandue, même si elle nécessite des interruptions pour recharger le solide et le solvant [14, 16].

Le diffuseur Robert est une machine d'extraction qui est employée dans différentes méthodes industrielles, comme l'extraction à chaud du sucre de betterave. Il ne possède pas de mécanisme d'agitation, contrairement aux extracteurs à agitation, ce qui peut restreindre l'épuisement total de la matière végétale. Afin d'optimiser l'efficacité, il est courant d'installer ces diffuseurs en série, comme dans le dispositif Shanks, ce qui permet un fonctionnement semi-continu où les extracteurs sont régulièrement chargés et déchargés, ce qui permet d'optimiser le processus d'extraction [14, 15].

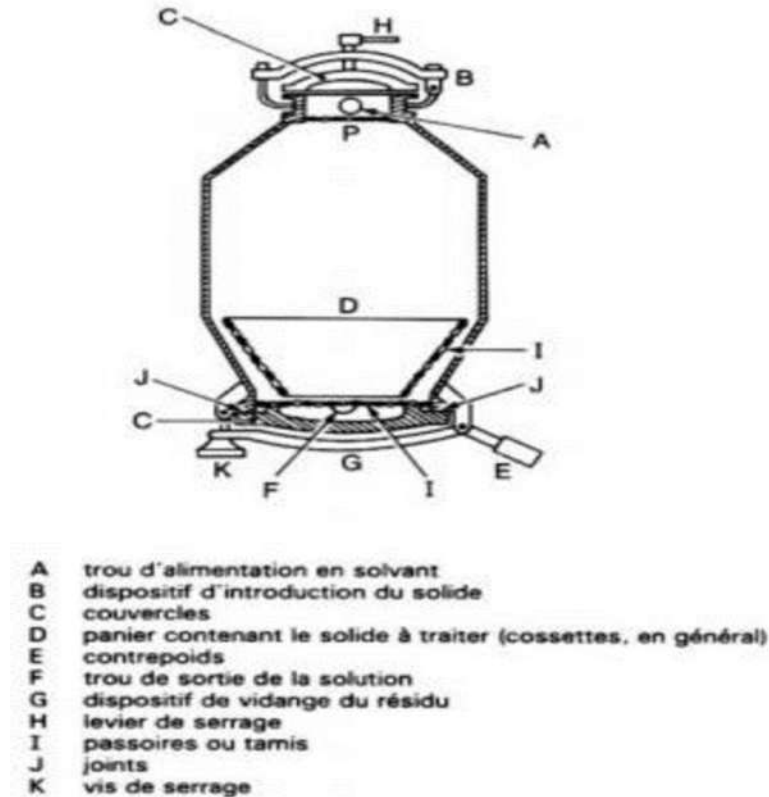


FIG. 1.5 : Diffuseur Robert (d'après Frémeaux et Leybros (1990b)).

le produit brut sont entraînées par la vapeur. Finalement, ces vapeurs sont condensées en utilisant un réfrigérant.

En se vaporisant, les huiles essentielles présentes dans le produit brut (clou de girofles, écorces d'oranges, lavande...) sont entraînées par l'eau. Les vaporisations pénètrent dans le liquide réfrigérant où la température est d'environ 15°C. Elles se décomposent progressivement dans l'éprouvette.

1.3.2 Techniques d'extraction couramment utilisées

Filtration :

Cette technique fait intervenir quatre étapes :

Filtration simple : L'extraction implique de faire circuler un liquide d'extraction à travers un faisceau cylindrique contenant le matériau à extraire. Le solide est broyé et humidifié, puis placé dans un récipient contenant du coton et du sable. Le solide se dissout par diffusion et osmose suite à la réaction entre le fluide d'extraction et le solide. Le lixiviat obtenu a été récupéré.

La filtration continue : Il s'agit d'extraire les substances actives des plantes en utilisant divers appareils de filtration. Ces dispositifs alimentent en permanence le matériau à extraire, assurant ainsi un gradient de concentration. Bien que performante, elle peut entraîner une réduction d'environ 50% des matériaux exploitables.

La distillation à la vapeur actuelle :

La distillation à la vapeur permet d'extraire les huiles essentielles des plantes en passant la vapeur à travers un matériau solide. Les composés volatils sont transportés dans un condenseur où ils deviennent liquides. C'est une méthode d'extraction liquide-solide qui est plus rapide et plus performante que le trempage. L'eau est fréquemment utilisée comme liquide auxiliaire pour extraire les plantes aromatiques. Bien que cette méthode soit efficace pour certaines substances, elle ne convient pas à tous les composés organiques en raison des températures critiques nécessaires.

Extraction accélérée par solvant :

L'extraction assistée par solvant (ASE) est une technique qui permet d'extraire des composés à partir de substances complexes en utilisant un solvant conservé à l'état liquide à des températures plus élevées. Pour cette technologie, il est nécessaire d'utiliser un récipient en acier inoxydable pour supporter les pressions élevées engendrées par des températures supérieures au point de fusion du solvant. En raison de la température et de la pression, le solvant encourage l'adsorption et la dissolution des analytes, ce qui facilite leur extraction rapide. Cependant, l'ASE présente des limites telles que l'extraction partielle et la possibilité de détérioration des ingrédients actifs.

Extraction assistée par ultrasons :

L'extraction assistée par ultrasons (EAU) est une technique qui utilise des impulsions ultrasonores pour décomposer les structures cellulaires et faciliter l'extraction. Dans cette méthode, il est nécessaire d'utiliser des sondes en titane pour transmettre des impulsions ultrasonores à travers un liquide, ce qui provoque la création de millions de petites bulles pendant le vide. Dans divers domaines, comme la recherche biomédicale, pharmaceutique, environnementale, cosmétique et biotechnologique, les huiles essentielles sont fréquemment utilisées pour rendre les composés homogènes et solubles. Cependant, la consommation d'énergie élevée peut limiter les performances de l'extraction par solvant assistée par ultrasons, ce qui entraîne des extraits similaires à ceux obtenus par pression, ainsi que le bombardement direct des cavités peut entraîner des modifications dans les composés extraits.

Extraction assistée par micro-ondes :

La méthode d'extraction assistée par micro-ondes (MAE) est une technique rapide et efficace qui exploite les micro-ondes pour chauffer l'échantillon ou le mélange de solvant, ce qui permet d'accélérer le processus. À la différence du trempage traditionnel, la MAE agit directement sur la solution et la matrice solide, ce qui permet de réduire les délais de thermisation. Cette méthode est souvent utilisée en laboratoire pour extraire les polluants organiques et isoler les produits naturels. Bien qu'il y ait une exposition aux micro-ondes.

Avec une vitesse supérieure à celle du trempage, elle peut endommager la matrice solide et altérer les principes actifs.

Trempage :

Le trempage permet une séparation directe et rentable des matériaux des matrices solides, notamment pour extraire les composés actifs des plantes médicinales. Le solide est placé dans un récipient inerte, recouvert de solvant et fermé, pour permettre la diffusion des composés dans le liquide. Les températures élevées ou des techniques modernes comme l'utilisation d'ultrasons ou de micro-ondes peuvent accélérer le processus, qui peut prendre des jours ou des semaines. Le trempage est spécialement conçu pour les substances actives solubles ou sensibles

à la chaleur, ce qui empêche leur dégradation. Il est primordial de procéder à une gîte régulière et de faire plusieurs cycles de solvant pour maximiser l'extraction des composés actifs.

Décoction :

Un autre procédé de trempage est la décoction, où le solvant est chauffé avec la matrice pendant une période pouvant aller jusqu'à 30 minutes .Elle convient à une consommation immédiate en raison de sa validité limitée, ce qui la rend adaptée aux matériaux compacts avec des principes actifs thermorésistants. On peut également chauffer la substance avec un solvant à une température de 35 à 60 degrés Celsius pour améliorer l'extraction. Même si la décoction peut être utilisée pour extraire les actifs ou les arômes des plantes médicinales ou des aliments, elle ne convient pas aux substances qui sont sensibles à la cuisson.

1.4 Applications de l'extraction solide-liquide

1.4.1 Industrie alimentaire

Le transfert de matière, également connu sous le nom d'extraction solide-liquide, consiste à séparer les composés solubles d'un substrat solide en les diffusant dans un solvant (Mafart et Béliard, 2004).

Il est important de considérer le lavage de la caséine du lait comme une extraction du lactose et des minéraux. De la même manière, le processus de blanchiment des pommes de terre visant à réduire partiellement les sucres est une méthode d'extraction solide-liquide. De plus, l'extraction par solvant peut être utilisée pour éliminer les lipoprotéines de soja ou la caféine du thé ou du café (Mafart et Béliard, 2004).

Selon Mafart et Béliard, avril 2004. On peut résumer le processus d'extraction solide-liquide en les étapes suivantes :

La sorption du solvant dans la phase solide (gonflement des particules ou des cossettes) ; Le lessivage : une quantité de 10 à 20 % de soluté est extraite à partir des cellules blessées pendant la mouture ; La dissolution des composés solubles : une hydrolyse des composés insolubles tels que l'hydrolyse des hémicelluloses du café en oligosaccharides à un pH acide ($\text{pH} = 5$) et une température de 180°C . Les amylases dégradent l'amidon en dextrines et maltose, tandis que les peptidases solubilisent les protéines lors du brassage. Il y a une dénaturation des lipoprotéines cellulaires causée par le solvant chaud et une augmentation de la perméabilité de la membrane pour le solvant.

Les températures élevées sont bénéfiques lorsque l'hydrolyse enzymatique n'est pas impliquée, car elles : Dégradent les membranes cellulaires et augmentent la perméabilité membranaire ; La température augmente la solubilité des matières à extraire et les coefficients de diffusion [17].

1.4.2 Industrie pharmaceutique

Le transfert de matière entre une phase contenant la matière à extraire « solide » et un solvant d'extraction « liquide » est appelé extraction solide-liquide. L'objectif de ce procédé est d'extraire et de dissoudre un ou plusieurs éléments mélangés à un solide dans un solvant. La phase d'extraction est indispensable et se retrouve dans de nombreux processus de production dans les secteurs de la pharmacie, de la cosmétique, de la parfumerie et de l'agroalimentaire.

Depuis dix ans, la qualité et la sécurité des aliments et des médicaments sont très préoccupantes, avec les réglementations sur le niveau de toxicité et la volonté d'augmenter la préférence pour les produits « naturels » par rapport aux substances synthétiques. De plus, la perception populaire de ce qui est « naturel » comme bénéfique encourage positivement le développement de l'industrie des produits naturels, notamment dans les aliments, les herbes aromatiques, les produits de parfumerie et le secteur pharmaceutique. Il est indéniable que la protection des producteurs et des consommateurs est devenue une préoccupation essentielle de tout produit ou procédé. Par conséquent, les réglementations concernant l'utilisation de solvants dangereux, cancérigènes ou toxiques, ainsi que les dépenses énergétiques élevées liées à la régénération du solvant, ont entravé la croissance des industries traditionnelles d'extraction de produits naturels [18].

1.5 Introduction aux solvants dans l'extraction solide-liquide

1.5.1 Définition des solvants

Un solvant est une substance liquide, généralement liquide, capable de dissoudre un soluté (solide, liquide ou gazeux) afin de produire une solution homogène sans modifier chimiquement le soluté. On utilise des solvants pour dissoudre, extraire ou transporter des produits. Ils sont choisis selon leurs propriétés physico-chimiques (polarité, volatilité, solidité) et selon des critères pratiques (toxicité, sécurité, impact sur l'environnement).

1.5.2 Rôle des solvants dans le processus d'extraction

Les solvants occupent une place centrale dans le processus d'extraction, en particulier dans le domaine de la fusion solide-liquide. Les fonctions principales qu'ils exercent sont récapitulées dans la liste ci-dessous :

1. **Les Composés Cibles sont dissous** : Les solvants permettent de dissoudre les composants d'intérêt, qui se trouvent dans la matrice solide, et de les extraire du reste de la matière.
2. **Sélectivité** : Il est possible de choisir les solvants en fonction de leur polarité afin d'extraire les composés désirés (polaires ou non polaires), ce qui améliore la sélectivité de l'extraction.
3. **Transfert de Masse** : Les solvants facilitent le déplacement de masse vers le profil désiré. Cela rend l'extraction beaucoup plus performante.
4. **Facilitateur des Processus Physico-Chimiques** : Les solvants ont la capacité de pénétrer à l'intérieur de la matrice solide pour libérer les composés cibles. Cela facilite la réalisation de l'extraction de manière plus rapide.
5. **Stabilité Chimique** : Ils veulent garantir que les composés extraits ne sont pas dégradés chimiquement pendant l'extraction.
6. **Contrôle de la Température** : Certains solvants offrent la possibilité de procéder à l'extraction à des températures spécifiques. Il peut s'agir d'une étape essentielle afin d'éviter la détérioration de composés sensibles à la chaleur.

1.6 Classification des solvants

1.6.1 Solvants organiques

Les solvants organiques sont des liquides qui renferment du carbone dans leur composition. Les produits de solvants. Les caractéristiques des solvants organiques diffèrent grandement, cependant certains éléments sont communs à ces produits chimiques :

- Forte volatilité
- Point d'ébullition plus faible que l'eau
- Inflammable
- Toxique

1.6.2 Solvants inorganiques

Il n'y a pas de carbone dans la composition des solvants inorganiques. Les solvants organiques ne sont pas aussi courants, mais ils jouent un rôle crucial dans certaines applications spécifiques.

1. Eau :

- a. Caractéristiques : Solvant polaire protique, le plus couramment utilisé, universellement présent et non toxique.

2. Acides :

- a. Exemples : Acide sulfurique, acide nitrique.
- b. Caractéristiques : Solvants extrêmement polaires et réactifs, utilisés pour des dissolutions spécifiques et des réactions chimiques fortes.

3. Bases :

- a. Exemples : Ammoniaque, hydroxyde de sodium en solution.
- b. Caractéristiques : Solvants polaires et réactifs, utilisés pour dissoudre des substances acides et organiques spécifiques.

4. Solvants Ioniques :

- a. Exemples : Chloroaluminate de sodium fondu.
- b. Caractéristiques : Composés fondus à haute température utilisés dans des applications électrochimiques et métallurgiques

1.7 Propriétés des solvants

1.7.1 Solubilité des solides

On peut dissoudre un soluté dans un solvant de même polarité. Les molécules du solvant et du soluté sont donc exposées aux mêmes types d'interactions.

- L'émulsion en polaire
- Un solvant polaire rend la dissolution plus facile : les ions solides ; les molécules polaires polaires. Les molécules du solvant polaire sont attirées par les ions ou les molécules polaires du soluté. Il est donc plus facile de dissoudre un soluté ionique ou polaire dans un solvant polaire que dans un solvant apolaire.

1.7.2 Polarité et miscibilité

Il existe une distinction entre les composés polaires et non polaires, qui sont moins énergiquement propices à leur fusion. En séparant les substances non polaires et polaires, on observe

un nombre élevé d'interactions intermoléculaires fortes. En mélangeant des substances non polaires et polaires, on diminue le nombre d'interactions intermoléculaires intenses.

Les substances non polaires sont souvent combinées avec d'autres substances non polaires. En cas de séparation ou de mélange des substances de soluté et de solvant non polaires, le nombre d'interactions intermoléculaires faibles sera à peu près identique.

Lorsqu'on sépare les substances de solvant et de soluté non polaires, le nombre d'interactions intermoléculaires est faible, avec environ un nombre x . Les interactions intermoléculaires sont peu nombreuses lorsque les substances de solvant et de soluté non polaires sont combinées pour former une solution homogène. Ce raisonnement permet de comprendre pourquoi la plupart des substances non polaires sont compatibles entre elles.

1.8 Solvants couramment utilisés dans l'extraction solide-liquide

- Les hydrocarbures aromatiques : benzène, toluène, xylène

Points forts : Ils contiennent des anneaux benzéniques, qui sont employés pour dissoudre des résines et des polymères.

- Les hydrocarbures aliphatiques : hexane, heptane, pentane

Points forts :: Faible polarité, employés dans la dissoudre de substances non polaires.

- Les alcools : méthanol, éthanol, isopropanol

Points forts : Des tissus de protection, capables de créer des liens hydrogène.

- Les cétones : acétone

Points forts : Les solvants industriels utilisent fréquemment des polaires aprotiques

- Les esters : acétate d'éthyle, acétoacétate d'éthyle

Points forts : Les solvants de peinture et d'encre sont souvent utilisés comme des polaires aprotiques.

- Les éthers : éther éthylique

Points forts : Dans les réactions chimiques et les extractions, les polaires aprotiques sont utilisés.

- Les éthers de glycol : 2-butoxyéthanol

- Les hydrocarbures halogénés : dichlorométhane, 1-bromopropane

- Les solvants particuliers : nitrile (acétonitrile), amine (triéthylamine)

1.9 Synthèse bibliographique

On rapporte une méthode gravimétrique utilisée pour évaluer les concentrations lourdes d'hydrocarbures pétroliers totaux (TPH) présentes dans les sols. En modifiant les méthodes standard précédentes publiées, la méthode a été ajustée et ajustée, en intégrant des éco- nomies d'énergie et de coûts lorsque cela était envisageable. L'étalonnage a été effectué en utilisant des sols contaminés artificiellement avec diverses quantités de matière organique et vieillis en mode stationnaire pendant 8 mois. On a identifié une évaporation insuffisante du solvant comme l'interférence positive la plus courante et la plus significative dans la détection gravimétrique. Afin de résoudre ce problème, tout en réduisant le besoin de chauffage, on a utilisé une combinaison de trois étapes : un évaporateur rotatif de 10 minutes et une période de vide de 30 minutes dans un dessiccateur , pour un total de 60 ml de solvant. Le solvant utilisé pour l'extraction a été l'hexane, et un traitement de 40 à 60 minutes dans un bain à ultrasons de 260 W s'est révélé adéquat pour extraire 80 à 95% de TPH extrait par la méthode Soxhlet. Finalement, il a été jugé inutile d'utiliser du gel de silice pour nettoyer la matière organique naturelle co-extraite, car les quantités co-extraites sont faibles pour les sols contenant jusqu'à 5% de carbone organique, et la nature chimique de la matière organique co-extraite empêche son adsorption sélective sur la silice[1].

Les sols contaminés des sites de traitement du bois sont souvent contaminés par le penta-chlorophénol (PCP), un agent de protection du bois. Les solvants utilisés pour l'extraction du PCP à partir de sols contaminés sont des mélanges d'eau-éthanol. Un mélange mixte d'eau et d'éthanol, un solvant miscible à l'eau, a démontré son efficacité pour extraire le PCP des sols contaminés par des pointes et des champs. Le maximum de PCP a été récupéré dans le sol pendant la première heure de contact entre le sol et le solvant mélangé. L'utilisation du mélange eau-éthanol à 50% pour l'extraction au PCP était similaire à l'utilisation de procédures de Soxhlet et de sonication. L'utilisation de l'éthanol à 50% a été efficace dans les expériences d'extraction par lots pour extraire le PCP à partir de sols enrichis jusqu'à 99 mg/kg de PCP. Pour éliminer le PCP des sols de terrain trouvés sur un site de préservation

du bois, ce mélange eau-éthanol était aussi efficace que des solutions d'éthanol plus riches, en extrayant environ 720 mg/kg de PCP d'un sol avec les hydrocarbures (alcane et HAP) présents dans le sol de terrain[1]

Les conclusions de l'étude sur l'impact de certains éléments sur l'extraction avec des sol- vants de composés organiques hydrophobes du sol ($K_{oc} > 10$) à partir de fuites accidentelles d'huile sont exposées dans l'article. Une méthode gravimétrique a été employée pour mesurer les hydrocarbures sur des échantillons de sol contaminés avec des pétroles bruts de compo- sition chimique différente, en utilisant divers solvants (trichloréthylène, éther de pétrole et hexane). Afin de mettre en évidence l'impact de l'humidité du sol sur l'extraction des TPH (hydrocarbures pétroliers totaux), les résultats des échantillons de sol sec ont été comparés à ceux des échantillons humides. Les résultats présentent une variété de valeurs pour la concen- tration de TPH, qui dépend du type de solvant utilisé, du type de pétrole brut qui a infesté la région et de l'humidité du sol. Peu importe le solvant utilisé dans le sol saturé de pétrole brut contaminé, l'extraction des hydrocarbures est plus importante pour les échantillons de sol sec et, pour un sol contaminé par du pétrole brut aromatique, l'extraction est plus impor- tante pour les échantillons de sol humide. La quantité d'huile extraite par le trichloréthylène est la plus importante de tous les solvants, peu importe le type d'huile qui a infesté la ré- gion et l'état du sol (sec ou humide). Il est conseillé d'utiliser ce solvant pour extraire des hydrocarbures à partir de fuites d'huile contenant un taux élevé d'acides aromatiques[2, 3].

Les résultats d'une étude sur l'efficacité de différents tensioactifs pour éliminer le pétrole brut des sols contaminés à l'aide d'un procédé de lavage des sols sont présentés dans cet article. Des solutions aqueuses de rhamnolipide, de saponine et de dodécyl sulfate de sodium (SDS) ont été étudiées comme tensioactifs. Après avoir évalué l'efficacité de l'élimination des tensioactifs, une analyse GC/MS a été réalisée afin d'étudier la répartition des hydrocarbures restants sur les échantillons de sol lavés par rapport à ceux d'un témoin. Il a été démontré que le SDS était le plus efficace pour éliminer le pétrole brut du sol, suivi du rhamnolipide et de la saponine. Toutefois, les divers tensioactifs ont manifesté des préférences en ce qui concerne les composants du pétrole brut qu'ils extraient du sol contaminé. La saponine a principalement éliminé les hydrocarbures aromatiques plutôt que les hydrocarbures aliphatiques, tandis que le SDS a principalement éliminé les hydrocarbures aliphatiques. Ces résultats sont évidents et apportent des données essentielles pour choisir les tensioactifs utilisés pour éliminer le pétrole brut des sols contaminés[4]

Dans cette étude, on a utilisé de l'éthane supercritique pour extraire deux sols naturels certifiés. Les hydrocarbures pétroliers totaux (THP-sol) ont contaminé un échantillon, tandis que les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP-sol) ont contaminé le second. Nous avons effectué les études d'extraction en utilisant un appareil expérimental à haute pression développé dans notre laboratoire. Pour le sol TPH, les conditions d'extraction étaient de 27,1 MPa et 308,15 K, tandis que pour le sol HAP, elles étaient de 23,7 MPa et 308,15 K. Chaque sol d'essai a subi quatre extractions distinctes en utilisant différents volumes de solvant : 10, 20, 30 et 40 L. On a employé la spectroscopie infrarouge afin de mesurer les hydrocarbures présents dans les résidus après avoir extrait le sol en TPH de manière supercritique. Pendant ce temps, on a employé une technique de chromatographie liquide à haute performance, utilisant un détecteur à matrice de photodiodes et un détecteur à fluorescence, afin d'analyser sept hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) présents dans les résidus après avoir extrait le sol en HAP de manière supercritique. Selon les résultats de l'extraction, on observe une diminution des hydrocarbures de 76% en utilisant 10 litres d'éthane, tandis que la diminution est de 90% pour l'échantillon TPH-sol. Dans le cas de l'échantillon de HAP-sol, la concentration de six des sept HAP étudiés a connu une diminution de plus de 80%. Le naphtalène est un composé réfractaire, ce qui signifie qu'il a la plus faible diminution de concentration[5]

Dans de nombreux pays européens, les fuites d'huile isolante pour câbles sont fréquemment responsables de la contamination du sol des câbles électriques souterrains à haute tension. Il est extrêmement complexe de remédier in situ à ces contaminations en raison de la nature de la contamination et des concentrations élevées. Les sols hautement contaminés sont partiellement éliminés par l'oxydation chimique, c'est pourquoi l'oxydation chimique a été analysée et optimisée en vue d'un traitement de biorestauration ultérieure. On a réalisé une étude sur l'oxydation chimique de l'huile de câble en utilisant du H_2O_2 liquide, du CaO solide et du permanganate à des pH de 1,8, 3,0 et 7,5. L'huile de câble est le plus efficacement éliminée par le liquide H_2O_2 à un pH de 7,5 (24%). Avec le CaO solide et le permanganate, on a observé une élimination faible de l'huile inférieure à 5% à pH 7,5, tandis que 18% et 29% ont été éliminés à pH 1,8, respectivement. Une longue période de contact de 7 jours a révélé une diminution de l'huile pour le permanganate à 19%, tandis qu'une telle amélioration n'a pas été constatée pour le CaO . Avec une utilisation peu acide, le traitement liquide H_2O_2 à pH 7,5 était le plus efficace et était le mieux adapté pour un traitement de biorestauration ultérieure. Afin d'améliorer encore plus l'oxydation chimique in situ en utilisant une biorestauration

ultérieure . Afin de rendre l'oxydation chimique in situ plus efficace avec une biorestauration ultérieure, on a étudié l'impact de l'ajout du catalyseur au fer et d'une addition progressive de H_2O_2 liquide. Grâce à l'optimisation, il a été possible de retirer jusqu'à 46% d'huile de câble en utilisant 1469 mm de H_2O_2 et 6,98 mm de Fe(II)chélaté à l'acide citrique (H_2O_2 : $FeSO_4$)=210:1 (mol/mol(-1)). La méthode d'administration idéale consistait à ajouter du catalyseur au fer en une seule étape, puis à Ajouter progressivement du H_2O_2 [6].

La présence d'hydrocarbures pétroliers dans les sols a engendré des problèmes importants pour l'environnement et la santé, ce qui a suscité une attention croissante à l'élaboration de technologies novatrices pour éliminer cette contamination. Dans cette étude, nous avons examiné le processus de nettoyage d'une colonne de sol en utilisant le surfactant ionique dodécyl sulfate de sodium (SDS). On a analysé le débit d'eau ainsi que la durée de contamination (âge).

L'eau a obtenu une performance significative dans l'élimination du carburant diesel, tandis que l'eau a joué un rôle de 24,7% dans l'élimination globale des n-alcanes. Le SDS a un impact important au-delà d'une concentration de 8mm. Après une durée de 4 heures de traitement avec une solution tensioactive, la quantité de sol diesel reste stable, ce qui démontre l'importance d'un temps de contact pour que le tensioactif soit efficace. En utilisant un débit de 3,2 mL / min pour le lavage du sol, 97% du carburant diesel a été éliminé. On a prouvé que ce processus de tensioactif d'assainissement du sol est contrôlé par la cinétique du premier ordre. Ces conclusions sont intéressantes pour l'élaboration d'une technologie performante pour l'élimination des tensioactifs des sols contaminés par le carburant diesel[7].

Les sols vieillis contaminés par des déchets de traitement du bois ont été contaminés par le pentachlorophénol (PCP) en utilisant le lavage au solvant. Différents rapports entre le sol et le solvant ont été pris en compte. Nous avons évalué les méthodes de lavage au solvant en fonction de l'élimination du PCP du sol tout au long de la procédure. La présence d'au moins 50% (en masse) d'éthanol dans les mélanges permet d'extraire des quantités statistiquement équivalentes de PCP, d'une concentration pouvant atteindre 730 mg/kg/sol.

Il a été prouvé par des expériences cinétiques que des temps de contact sol-solvant d'environ 1 heure étaient adéquats pour éliminer la plupart du PCP. On a développé une méthode de lavage du sol à courants croisés afin de calculer le volume de solvant requis pour éliminer le PCP des sols des champs. On a effectué plusieurs étapes de lavage successives avec le solvant à 50% d'éthanol, puis on a procédé à des étapes de rinçage à l'eau. On a utilisé des procédés de lavage à courants croisés à trois et deux étapes, où les sols ont été lavés avec un solvant à 50% d'éthanol en trois et deux étapes successives, puis rincés à l'eau. Les trains de lavage à trois et deux étages produisaient plus de 90% d'éthanol récupéré. Outre le PCP, les sols des champs ont été débarrassés des hydrocarbures grâce à l'utilisation d'un solvant à 50% d'éthanol. La présence d'hydrocarbures dans le solvant à 50% d'éthanol n'a pas entravé l'élimination efficace du PCP dans les sols. L'utilisation de l'éthanol à 50% lors du lavage du sol en trois étapes à contre-courant a réduit la concentration de PCP dans le sol de 785 à moins de 40 mg/kg[8].

L'Agence de protection de l'environnement des États-Unis (EPA des États-Unis) autorise l'extraction par solvant des biphényles polychlorés (PCB) des sols. Cette possibilité présente également des perspectives prometteuses pour éliminer d'autres contaminants organiques résistants. L'efficacité de l'extraction par solvant avec deux techniques de dégradation en tandem a été évaluée dans le cadre d'une étude. La déshalogénéation chimique avec des ré-actifs immobilisés et l'irradiation aux rayons γ étaient les méthodes utilisées pour dégrader. Les sols contaminés provenant de sites de traitement du bois et de sous-stations électriques ont été utilisés pour évaluer l'approche intégrée. On a effectué des évaluations à l'échelle de laboratoire et semi-pilote sur un site contaminé. Les meilleurs rendements d'extraction ont été obtenus en utilisant un mélange de solvants binaires composés d'alcanes et d'alcools. Le rendement d'extraction des PCB, des dibenzo-p-dioxines polychlorées (PCDD) et des hydro-carbures aromatiques polynucléaires (HAP) a dépassé les 90%. Les PCB extraits ont subi une dégradation rapide grâce à une déshalogénéation chimique ou à une irradiation aux rayons γ à forte dose.. Le charbon actif a été utilisé pour éliminer les matières organiques résiduelles présentes dans le mélange de solvants, puis le solvant a été recyclé pour des extractions futures du sol. L'oxydation à contre-courant a été utilisée pour détruire les contaminants adsorbés sur le charbon actif [9].

Cette recherche vise principalement à tirer parti de la possibilité d'utiliser une méthode d'extraction par solvant ex situ pour la dépollution des sols contaminés par des hydrocarbures pétroliers semi-volatils. On a sélectionné la composition de la phase organique afin de créer un mélange monophasique avec une phase aqueuse, tout en évitant toute perturbation (formation d'émulsions stables) par les particules de sol transportant les contaminants. Il est également nécessaire de favoriser une remise en état de la phase solvant organique. Tout d'abord, nous avons analysé la miscibilité des systèmes ternaires sélectionnés composés d'acétate d'éthyle-acétone-eau. Ce système a réussi à répondre aux critères précédents, offrant la possibilité de créer un mélange en phase liquide unique dans une variété de compositions, tout en permettant un contact intime avec le sol. Différents groupes fonctionnels de contaminants de la gamme diesel ont été choisis : xylène, naphthalène et hexadécane. L'analyse a été réalisée en utilisant une chromatographie en phase gazeuse équipée d'un détecteur FID. Les extractions ont été rapides, ce qui a conduit à l'équilibre après 10 minutes. On a examiné l'impact du rapport solide-liquide sur l'efficacité de l'extraction. Les rapports S/L plus faibles (1:8, p/v) ont démontré leur efficacité, avec des récupérations d'environ 95%. La récupération n'a pas été améliorée par rapport à un seul contact en utilisant l'option d'extraction dans plusieurs contacts. On peut régénérer le solvant en distillant avec une diminution d'environ 10%.

Les substances contaminantes ne se volatilisent pas et demeurent en phase non volatile. L'extraction par solvant ex situ est techniquement une option envisageable pour la remédiation des hydrocarbures aromatiques, polyaromatiques et linéaires semi-volatils, comme le démontrent les résultats globaux [10]. On a étudié l'assainissement des sols qui sont contaminés par des composés chlorés. L'extraction par solvant est suivie d'un hydrotraitement catalytique (hydrodéchloration) de la phase d'extrait. L'extraction a utilisé un mélange d'acétate d'éthyle-acétone-eau (E-A-W) comme solvant. Des expériences ont été menées pour extraire du chlorobenzène à partir d'un sol contaminé modèle et l'équation d'adsorption de Langmuir a été analysée. Après avoir été contaminé par divers composés chlorés, le solvant a été hydrotraité en utilisant un catalyseur Pd/C. Le chlorobenzène, l'hexachlorobenzène et l'hexachloroéthane ont été testés à des concentrations initiales différentes. On a réalisé les cycles de réaction à température ambiante et à une pression d'hydrogène de 1 bar. L'hydrotraitement de ces substances est réalisé en utilisant un processus de Les paramètres cinétiques de Langmuir-Hinshelwood ont été établis. Les expériences démontrent qu'il est possible

d'atteindre des efficacités de destruction élevées

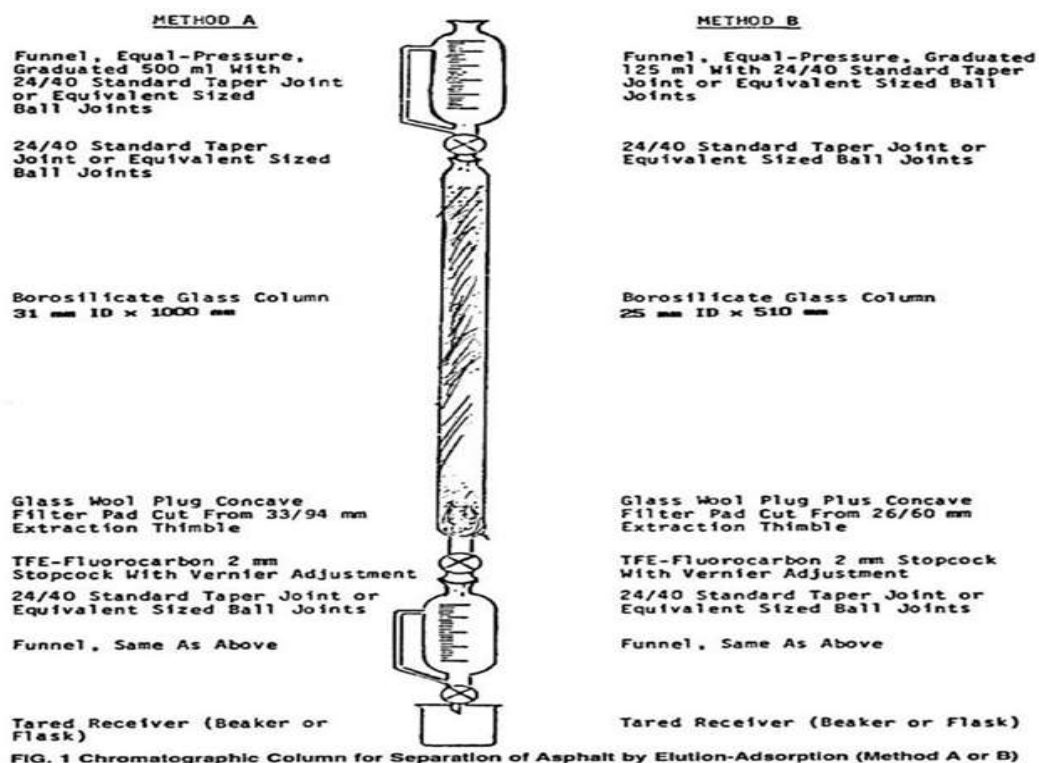


FIG. 1.6 : Colonne Chromatographique pour Séparation des Asphaltes par Elution-Adsorption (Méthode A ou B)

en un temps raisonnablement court, notamment pour l'hexachloroéthane. Les composés aromatiques tels que le chlorobenzène et l'hexachlorobenzène nécessitent des temps plus longs car leur liaison Csingle CL est beaucoup plus forte que celle du composé aliphatique. On a calculé le délai nécessaire pour atteindre une efficacité de destruction de 95% pour toutes les séries expérimentales. Il est important de souligner que l'acétate d'éthyle et l'acétone ne sont pas touchés par l'hydrotraitement. Il est donc possible de recycler la solution d'extrait traitée car elle conserve sa capacité d'extraction maximale vers les composés chlorés. L'un des obstacles au recyclage réside dans l'effet inhibiteur du benzène sur le taux de HDCl : le benzène généré par le HDCl des composés chlorés se retrouve dans le mélange de solvants lors du recyclage.

On a effectué une simulation du processus en utilisant le recyclage du solvant, en prenant en considération l'effet inhibiteur du benzène[11].

Les mesures de solubilité ont été largement utilisées dans le domaine du revêtement afin de simplifier la sélection du solvant. Les polymères sont employés dans d'autres secteurs, toutefois, afin de prédire la compatibilité, la résistance chimique et les taux de perméation, ainsi que pour évaluer la surface des pigments, des fibres et des charges. Les liquides ayant des propriétés de solubilité similaires seront compatibles et les polymères se dissoudront dans des solvants dont les propriétés de solubilité ne diffèrent pas beaucoup des leurs. Le concept fondamental a été comme se dissout tel . Dernièrement, il a été remplacé par comme cherche comme , car de nombreuses caractérisations de surface ont également été réalisées et la surface ne se dissout pas (en général).Le critère de solubilité permet de représenter le nombre dans cette idée qualitative simple. Dans ce chapitre, nous exposons les méthodes fréquemment employées dans les recherches sur les paramètres de solubilité de Hansen (HSP).Les liquides utilisés comme sondes énergétiques et les programmes informatiques pour le traitement des données sont particulièrement concernés. L'objectif est d'atteindre le HSP pour des combats captivants, que ce soit par calcul ou, si besoin, par expérimentation, et de préférence avec un accord entre les deux intervenants[12]

Chapitre 2

PARTIE EXPÉRIMENTAL

2.1 Introduction

La contamination du sol par le pétrole représente un enjeu majeur à l'échelle mondiale. La partie expérimentale de cette étude a été effectuée dans le laboratoire du département de génie des procédés de l'université KASDI MERBAH Ouargla afin de résoudre ce problème. Il s'agit de récupérer le pétrole déversé, d'évaluer l'efficacité des solvants utilisés et de nettoyer le sol contaminé par les hydrocarbures.

2.2 Présentation du Haoud el Hamra

Le réseau de transport par canalisation est composé de deux parties bien précises par rapport à HEH ces parties sont : la région amont et la région aval ... la division de HEH est responsable de la réception et la redistribution de tous les hydrocarbures venant de la région amont ; cette tâche est assurée par le centre de dispatching des hydrocarbures liquides CDHL qu'on va présenter en ce qui vient.

La base de Haoud El Hamra, autrement connue sous le sigle de HEH, représente l'un des sites essentiels de Sonatrach. Il s'agit en fait du carrefour assurant l'acheminement des hydrocarbures liquides du Sud de l'Algérie vers les ports et les raffineries du Nord.

Cette région a été créée en 1956 après Découverte du gisement du Pétrole Brut de Hassi Messaoud. Une première canalisation de diamètre 6" et d'une longueur de 170 km dénommée « Baby Pipe », a été construite pour relier Hassi Messaoud à Touggourt. De là, le pétrole brut, était acheminé par wagons-citernes jusqu'au port de Skikda pour son exportation .

La Région assure le transport des Trois (03) produits d'hydrocarbures issues du sud est :

1. Pétrole brut
2. Condensat
3. GPL

2.3 Matériel requis

1. Sol contaminé par le pétrole
2. Solvant approprié (par exemple, eau distillée, éthanol
3. Bécher
4. Ballon de récupération
5. Réfrigérant à eau
6. Papier filtre
7. Évaporateur rotatif
8. Balance
9. Éprouvettes

2.4 Matériels de prélèvement

2.4.1 Technique d'échantillonnage

Pour effectuer notre échantillonnage, nous avons recours à un équipement composé d'une pioche, d'une pelle, de sacs en plastique et d'étiquettes pour numéroté les échantillon .

2.4.2 Mode opératoire

Propriétés physiques et chimiques L'échantillonnage a été réalisé sur une profondeur de 10 cm en surface.

1. Préparation des échantillons de sol

- La collecte des échantillons représentatifs de la zone à traiter.



FIG. 2.5 : Présentation de site de prélèvement

- Le mélange de sol et le pétrole brut dans 5 bécher ; chacun contient 200 g de sol et de 15 ml ,25 ml, 35 ml, 45 ml, 55 ml de brut (en ordre).



FIG. 2.6 : Les échantillons

2. Choix du solvant organique

- La sélection d'un solvant organique approprié pour extraire le pétrole brut du sol , des solvants couramment utilisés comprennent, l'éthanol, eau distillée ou d'autres hydrocarbures légers.
- Considération des propriétés du solvant telles que la polarité, la volatilité, la toxicité et la capacité de dissolution du pétrole brut.

TAB. 2.1 : Propriétés physiques et chimiques

Autres dénomination	Alcool éthylique
Formule brute	C_2H_6O
Poids Moléculaire	$46,1g.mol^{-1}$
T° d'ébullition	$79^{\circ}C$
T° d'auto-inflammation	$363^{\circ}C$
Densité Gaz/Vapeur	1,59

L'eau distillée désigne l'eau qui a été distillée. Cela signifie qu'elle est dépourvue de tous ses minéraux et de ses microorganismes.

3. Préparation de la solution de solvant

- Préparation d'une solution de solvant en diluant le solvant organique avec un support, si nécessaire.

TAB. 2.2 : Les différentes solvants		
Référence	Eau distille	Éthanol
20G/80ml	5%	95%
	10 %	90%
	15 %	85 %
	20 %	80 %
	30 %	70 %

- Détermination la concentration optimale du solvant dans la solution pour une efficacité maximale de l'extraction.

4. Contact solvant-sol contaminé

- Placer les échantillons de sable dans un récipient approprié.
- Verser la solution de solvant sur les échantillons de sable de manière à ce qu'ils soient complètement immergés.
- Agiter le mélange solvant-sol pour favoriser le contact entre le solvant et le pétrole brut.

5. Laissez le mélange en repos

- Laisser le mélange solvant-sol reposer pendant un certain temps pour permettre au solvant d'interagir avec le pétrole brut et de le dissoudre.

6. Filtration

- (a) Filtre le mélange solvant-sol pour séparer la solution de solvant contenant le pétrole dissous des résidus de sol non dissous par papier filtre.



FIG. 2.7 : Les extraits

7. Récupération du pétrole brut

- (a) Utilisation des techniques de séparation telles que la distillation ou l'évaporation pour récupérer le pétrole brut à partir de la solution de solvant.

i. Principe de Rota-vapeur

En chimie organique, un évaporateur rotatif (ou rota-vapeur, ou Rota-vapeur) est un dispositif de laboratoire qui permet d'évaporer rapidement des solvants après leur utilisation dans une extraction ou dans un milieu réactionnel. Le solvant est généralement évaporé sous une pression réduite (pour accélérer l'étape) que l'on obtient à l'aide d'une trompe à eau ou d'une pompe à vide. L'évaporateur rotatif est fréquemment désigné par des termes abusifs tels que Rota-vapeur ou "Büchi" (deux marques très répandues). Il est constitué de différentes parties :

- A. Un réfrigérant en forme de spirale, muni d'un robinet pour évacuer le vide, ainsi qu'un ballon de recette pour le distillat, placé dans la partie inférieure du réfrigérant.
- B. Un moteur, qui permet de faire tourner le ballon évaporateur (en forme de poire) grâce à un tube rotatif d'entrée. Le ballon évaporateur renferme la solution nécessitant la séparation du/des solvant(s).
- C. Le ballon évaporateur est chauffé par un bain marie, car l'évaporation est un processus endothermique.

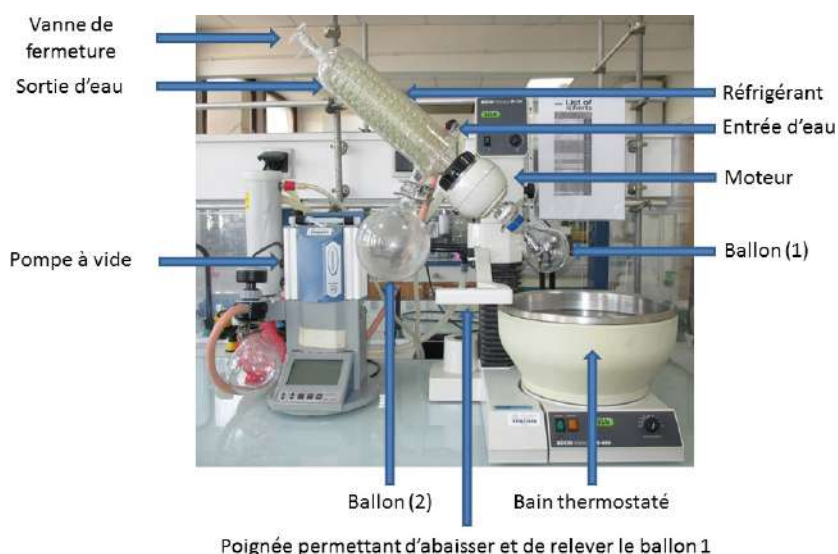


FIG. 2.8 : Rota-vapeur

8. Recyclage du solvant

La récupération du solvant organique utilisé en le distillant ou en l'évaporant pour le réutiliser dans de futures extractions. Assurez-vous de traiter les déchets solvant conformément aux réglementations environnementales.

9. Analyse et contrôle qualité

- (a) Analyser la quantité et la qualité du pétrole brut extrait pour évaluer l'efficacité de la méthode d'extraction.
- (b) Effectuer des ajustements si nécessaire pour optimiser le processus d'extraction.

10. Gestion environnementale

- (a) Assurez-vous de prendre en compte les impacts environnementaux potentiels de l'extraction de pétrole brut du sol.
- (b) Adopter des pratiques et des mesures de sécurité pour minimiser les risques pour l'environnement et la santé humaine.

Il est important de noter que cette méthodologie constitue une ligne directrice générale. Les détails spécifiques du processus peuvent varier en fonction des caractéristiques du site, des propriétés du solvant utilisé et des réglementations locales. Avant de mettre en œuvre cette méthode, il est recommandé de mener des études de faisabilité approfondies et de consulter des experts en la matière.

2.5 Résultats

Les résultats représentés dans la figure 2.9 des colonnes qui illustrent les variations du rendement pétrolier en fonction des différentes concentrations de solvants. Nous constatons que le solvant S10/90 offre le meilleur rendement pétrolier avec une augmentation de 45%, tandis que le solvant S30/70 présente le rendement le plus bas avec une diminution de 25%.

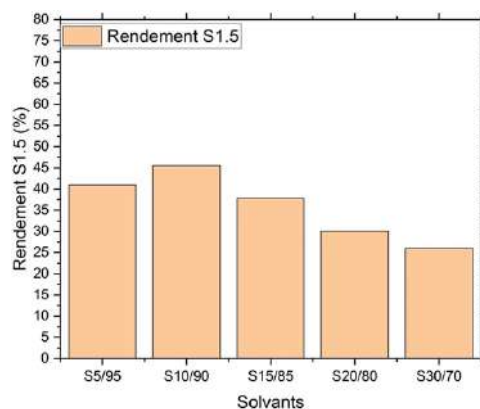


FIG. 2.9 : Diagrammes à barres pour des échantillons de Pétrole 15 ml

Les résultats représentés dans la figure 2.10 des colonnes qui illustrent les variations du rendement pétrolier en fonction des différentes concentrations de solvants. Nous constatons que le solvant S5/95 offre le meilleur rendement pétrolier avec une augmentation de 76%, tandis que le solvant S15/85 présente le rendement le plus bas avec une diminution de 24%.

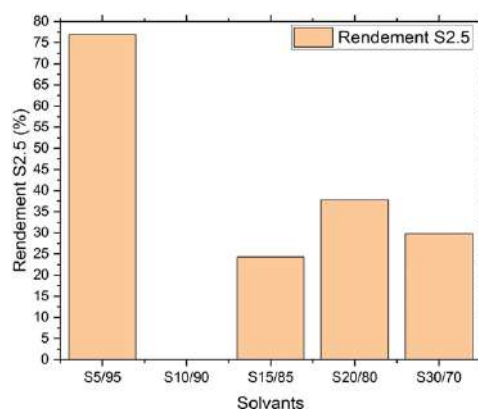


FIG. 2.10 : Diagrammes à barres pour des échantillons de Pétrole 25 ml

Les résultats représentés dans la figure 2.11 des colonnes qui illustrent les variations du rendement pétrolier en fonction des différentes concentrations de solvants. Nous constatons que le solvant S5/95 offre le meilleur rendement pétrolier avec une augmentation de 19%, tandis que le solvant S15/85 présente le rendement le plus bas avec une diminution de 8%.

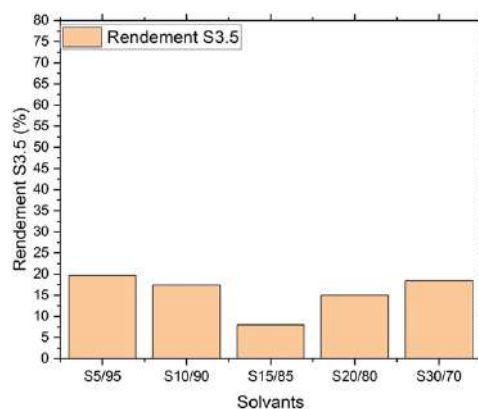


FIG. 2.11 : Diagrammes à barres pour des échantillons de Pétrole 35 ml

Les résultats représentés dans la figure 2.12 des colonnes qui illustrent les variations du rendement pétrolier en fonction des différentes concentrations de solvants. Nous constatons que le solvant S5/95 offre le meilleur rendement pétrolier avec une augmentation de 14%, tandis que le solvant S30/70 présente le rendement le plus bas avec une diminution de

1.3%.

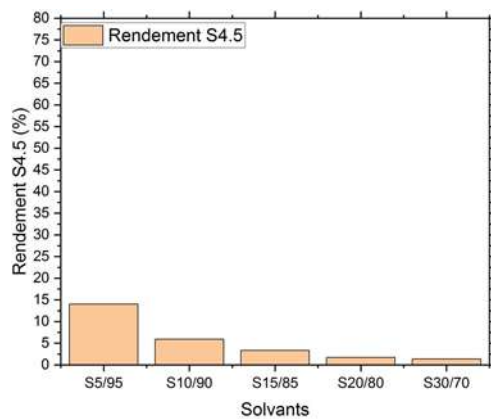


FIG. 2.12 : Diagrammes à barres pour des échantillons de Pétrole 45 ml

Les résultats représentés dans la figure 2.13 des colonnes qui illustrent les variations du rendement pétrolier en fonction des différentes concentrations de solvants. Nous constatons que le solvant S5/95 offre le meilleur rendement pétrolier avec une augmentation de 11% , tandis que le solvant S30/70 présente le rendement le plus bas avec une diminution de 0.8%.

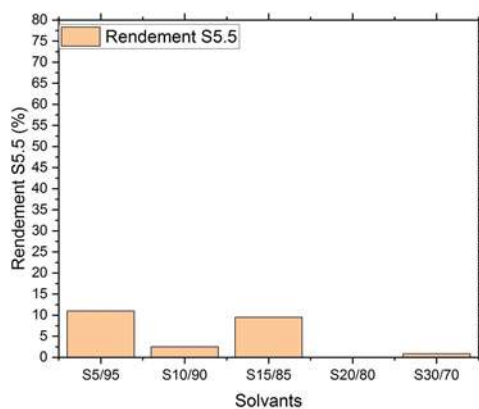


FIG. 2.13 : Diagrammes à barres pour des échantillons de Pétrole 55 ml .

Les résultats représentés dans la figure 2.14 des colonnes qui illustrent les variations du rendement en fonction des différents niveaux de concentration du solvant : en présence de sol contaminé. Nous remarquons que plus la quantité de sol contaminé est faible (S30/70), plus l'efficacité du solvant est élevée, avec une valeur de 76 %.

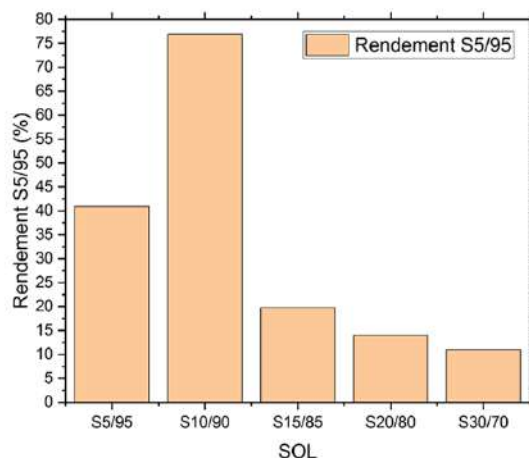


FIG. 2.14 : Un graphique à barres pour le solvant S5/95

Les résultats représentés dans la figure 2.15 des colonnes qui illustrent les variations du rendement en fonction des différents niveaux de concentration du solvant : en présence de sol contaminé. Nous remarquons que plus la quantité de sol contaminé est faible (S30/70), plus l'efficacité du solvant est élevée, avec une valeur de 45 %.

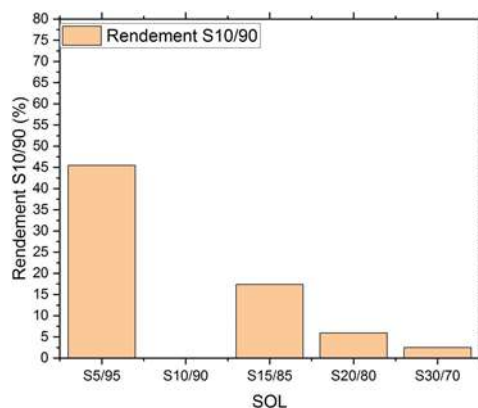


FIG. 2.15 : Un graphique à barres pour le solvant S10/90

Les résultats représentés dans la figure 2.16 des colonnes qui illustrent les variations du rendement en fonction des différents niveaux de concentration du solvant : en présence de sol contaminé. Nous remarquons que plus la quantité de sol contaminé est faible (S20/80), plus l'efficacité du solvant est élevée, avec une valeur de 37 %.

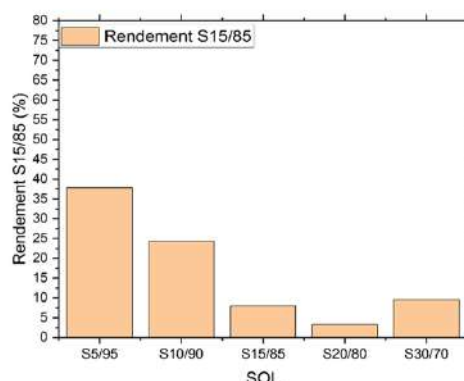


FIG. 2.16 : Un graphique à barres pour le solvant S15/85

Les résultats représentés dans la figure 2.17 des colonnes qui illustrent les variations du rendement en fonction des différents niveaux de concentration du solvant : en présence de sol contaminé. Nous remarquons que plus la quantité de sol contaminé est faible (S20/80), plus l'efficacité du solvant est élevée, avec une valeur de 37 %.

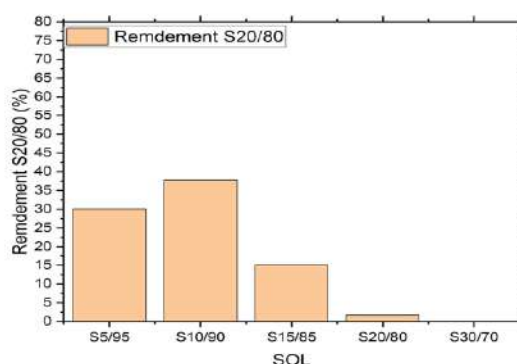


FIG. 2.17 : Un graphique à barres pour le solvant S20/80

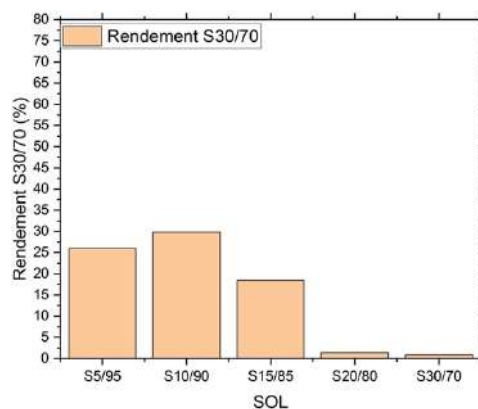


FIG. 2.18 : Un graphique à barres pour le solvant S30/70

Les résultats représentés dans la figure 2.18 des colonnes qui illustrent les variations du rendement en fonction des différents niveaux de concentration du solvant : en présence de sol contaminé. Nous remarquons que plus la quantité de sol contaminé est faible (S30/70), plus l'efficacité du solvant est élevée, avec une valeur de 29 %.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Les sols pollués par le pétrole proviennent généralement de déversements ou de fuites de réservoirs de stockage pendant les opérations d'exploitation et de déchargement. Le pétrole brut est un mélange extrêmement complexe d'hydrocarbures, contenant également de petites quantités d'hétéroatomes comme l'azote, l'oxygène et le soufre, ainsi que des traces de métaux tels que le vanadium et le nickel. La plupart des composants du pétrole sont dangereux pour la santé humaine et la biote du sol. Diverses technologies ont été développées pour assainir les sols contaminés par les hydrocarbures pétroliers.

L'extraction par solvant est une méthode de nettoyage qui utilise des solvants pour extraire ou éliminer les produits chimiques nocifs des matériaux pollués, et elle s'est révélée efficace pour éliminer les contaminants organiques hydrophobes des sols. Cette méthode a été acceptée comme une alternative viable pour la dépollution des contaminants organiques.

L'objectif de cette étude était d'examiner la possibilité d'appliquer l'extraction par solvant en utilisant des solvants mixtes eau-éthanol pour nettoyer les sols contaminés par du pétrole brut. Les mélanges d'eau-éthanol, avec des fractions allant de 5/95 à 10/90, se sont avérés efficaces pour extraire les hydrocarbures pétroliers des sols contaminés, avec des rendements de 76 % et 45 % respectivement. La température d'extraction n'a pas été prise en compte dans cette étude en raison de la volatilité du solvant.

Références

- [1] J. Heider, A. M. Spormann, H. R. Beller, and F. J. F. m. r. Widdel, "Anaerobic bacterial metabolism of hydrocarbons," vol. 22, no. 5, pp. 459-473, 1998.
- [2] S. Harayama, H. Kishira, Y. Kasai, K. J. J. o. m. m. Shutsubo, and biotechnology, "Petroleum biodegradation in marine environments," vol. 1, no. 1, pp. 63-70, 1999.
- [3] D. le Jury, "Biodégradation des Hydrocarbures (Pétrole brut et Kérosène) par la Microflore Microbienne des Eaux de la région de Skikda," Université de Annaba, 2016.
- [4] M. Villalobos, A. P. Avila-Forcada, M. E. J. W. Gutierrez-Ruiz, air,, and s. pollution, "An improved gravimetric method to determine total petroleum hydrocarbons in contaminated soils," vol. 194, pp. 151-161, 2008.
- [5] C. M. Hansen, Hansen solubility parameters : a user's handbook. CRC press, 2007.
- [6] A. P. Khodadoust, M. T. Suidan, C. M. Acheson, and R. C. J. C. Brenner, "Solvent extraction of pentachlorophenol from contaminated soils using water-ethanol mixtures," vol. 38, no. 11, pp. 2681-2693, 1999.
- [7] C. Dumitran, I. Onutu, and F. J. R. d. C. Dinu, "Extraction of hydrophobic organic compounds from soils contaminated with crude oil," vol. 60, no. 11, pp. 1224-1227, 2009.
- [8] K. Urum, S. Grigson, T. Pekdemir, and S. J. C. McMenemy, "A comparison of the efficiency of different surfactants for removal of crude oil from contaminated soils," vol. 62, no. 9, pp. 1403-1410, 2006.
- [9] M. A. Ávila-Chávez, A. J. I. Trejo, and e. c. research, "Remediation of soils contaminated with total petroleum hydrocarbons and polycyclic aromatic hydrocarbons : Extraction with supercritical ethane," vol. 49, no. 7, pp. 3342-3348, 2010.
- [10] J. Xu, T. Pancras, and T. J. C. Grotenhuis, "Chemical oxidation of cable insulating oil contaminated soil," vol. 84, no. 2, pp. 272-277, 2011.
- [11] R. Khalladi, O. Benhabiles, F. Bentahar, and N. J. J. o. H. M. Moulai-Mostefa,

- "Surfactant remediation of diesel fuel polluted soil," vol. 164, no. 2-3, pp. 1179-1184, 2009.
- [12] A. P. Khodadoust, M. T. Suidan, C. M. Acheson, and R. C. J. J. o. h. m. Brenner, "Remediation of soils contaminated with wood preserving wastes : crosscurrent and counter-current solvent washing," vol. 64, no. 2, pp. 167-179, 1999.
- [13] P. Nam, S. Kapila, Q. Liu, W. Tumiatti, A. Porciani, and V. J. C. Flanigan, "Solvent extraction and tandem dechlorination for decontamination of soil," vol. 43, no. 4-7, pp. 485-491, 2001.
- [14] A. Silva, C. Delerue-Matos, and A. J. J. o. h. m. Fiúza, "Use of solvent extraction to remediate soils contaminated with hydrocarbons," vol. 124, no. 1-3, pp. 224-229, 2005.
- [15] D. ASTM, "Standard test methods for separation of asphalt into four fractions," Technical report, ASTM2001.
- [16] F. Murena and F. J. J. o. h. m. Gioia, "Solvent extraction of chlorinated compounds from soils and hydrodechlorination of the extract phase," vol. 162, no. 2-3, pp. 661-667, 2009.
- [17] D. Morvan, *Les opérations unitaires : procédés industriels*. Ellipses., 2009.
- <https://app.jove.com/v/5538/solid-liquid-extraction> [18] J.-B. Jentzer, "Etude d'un procédé d'extraction en continu des glycosides de stéviol à partir des feuilles de Stévia (*Stevia rebaudiana* Bertoni)," 2015.
- [19] J. Leybros and P. Frémeaux, *Extraction solide-liquide. Techniques et appareillage*. Editions TI, 1990.
- [20] S. J. T. d. l. I. A. Roustel, "Cuisson-extrusion des aliments," no. 3120, 2000.
- [21] P. Mafart and E. Beliard, "Industrial food engineering, chap 2," ed : Lavoisier, London, 2004.
- [22] N. Herzi, "Extraction et purification de substances naturelles : comparaison de l'extraction au CO₂-supercritique et des techniques conventionnelles," Institut National Polytechnique de Toulouse-INPT ; École nationale d ..., 2013.
- [23] G. Wypych, "Solvents," 2001. [24] C. Reichardt and T. Welton, *Solvents and solvent effects in organic chemistry*. John Wiley & Sons, 2011.
- [25] J. Q. Cu, F. Perineau, M. Deltnas, A. J. F. Gaset, and f. journal, "Comparison of the chemical composition of carrot seed essential oil extracted by different solvents," vol. 4, no. 4, pp. 225-231, 1989.

Résumé

Résumé

En raison de leur structure et de leurs caractéristiques génétiques, les hydrocarbures pétroliers représentent un problème environnemental majeur, y compris la pollution des sols. Plusieurs techniques ont été identifiées pour lutter contre cette pollution, notamment des techniques d'extraction solide-liquide basées sur l'utilisation de solvants organiques qui n'affectent pas les propriétés du sol et la récupération des hydrocarbures. Ces travaux ont été réalisés dans le but de trouver un procédé écologique de désinfection des sols contaminés par des hydrocarbures, et les résultats ont montré que le solvant constitué d'eau distillée à 5% et d'éthanol à 95% offrait le meilleur rendement de 76%.

Mots clés : solvants organiques, sol, pollution, hydrocarbures, extraction solide et liquide

المخلص

نظراً لتركيباتها وسمياتها الجينية تمثل الهيدروكربونات البترولية مشكلة بيئية رئيسية منها تلويث التربة تم تحديد العديد من التقنيات لمكافحة هذا التلوث ومن بين هذه التقنيات استخلاص الصلب-السائل التي تعتمد □ استخدام المذيبات العضوية التي لا تفسد خصائص التربة واستعادة الهيدروكربونات. تم القيام بهذا العمل بهدف إيجاد عملية بيئية من أجل تطهير التربة الملوثة بالهيدروكربونات، وأظهرت النتائج أن المذيب المتكون من ماء مقطر 5% وإيثانول 95% قدم احسن مردودية بنسبة 76%

الكلمات المفتاحية : المذيبات العضوية، التربة، التلوث، الهيدروكربونات، الاستخلاص الصلب والسائل

Abstract

Due to their structure and genetic characteristics, petroleum hydrocarbons represent a major environmental problem, including soil pollution. Several techniques have been identified to combat this pollution, in particular solid liquid extraction techniques based on the use of organic solvents that do not affect the properties of the soil and the recovery of hydrocarbons. These works were carried out with the aim of finding an ecological process for disinfecting soils contaminated with hydrocarbons, and the results showed that the solvent consisting of 5% distilled water and 95% ethanol offered the best yield of 76%.

Key words : organic solvents, soil, pollution, hydrocarbons, solid and liquid extraction