

République Algérienne Démocratique et Populaire

9/96

Ministère de l'Education Nationale

Ecole Nationale Polytechnique

Département de Génie de l'Environnement

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Projet de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention d'un Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie de l'Environnement

Sujet

*Application d'un champ électrique
au procédé d'ultrafiltration
d'une solution protéique de B.S.A.*

Proposé par :

M^r S.M. OUSSEDIK

Etudié par :

M^{lle} RAHIL Mounira
M^r CHABOU Moulay Abdelkader

Dirigé par :

M^r S.M. OUSSEDIK

Promotion
Juin 1996

E.N.P. 10, Avenue Hassen Badi - EL-HARRACH - ALGER

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Education Nationale

Ecole Nationale Polytechnique

Département de Génie de l'Environnement

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Projet de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention d'un Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie de l'Environnement

Sujet

*Application d'un champ électrique
au procédé d'ultrafiltration
d'une solution protéique de B.S.A.*

Proposé par :

M^r S.M. OUSSEDIK

Etudié par :

M^{lle} RAHIL Mounira
M^r CHABOU Moulay Abdelkader

Dirigé par :

M^r S.M. OUSSEDIK

Promotion

Juin 1996

E.N.P. 10, Avenue Hassen Badi - EL-HARRACH - ALGER

DEDICACES

A ma très chère Mère pour sa gentillesse, sa patience, ses encouragements et pour sa précieuse amitié;

A mon Père;

A Mamani, à la mémoire de BABA EL HADJ;

A mes soeurs : Kenza, Hafida et Ounassa;

A mes frères : Mohamed, Hamza et spécialement Hssinou à qui je souhaite la réussite et la joie de vivre Inchallah;

A toute ma Famille, précisément à mon oncle Lounes;

A mes ami(e)s qu'ils trouvent ici mes sincères salutations et remerciements et à tous ceux que j'aime : Keltoum, Nawel, Nadia, Fahima, Samia, Djamilia, Fouzou, Hayet, Linda, Kheira, Nabila, Sadja, Wahiba, Hassina, Amel, Sousou, Doudja, Kawthar, Nadjwa, Lila, Raghed, Wassila, à toi Rabea;

A ma Promo (96) : Yacine, Mourad, Amel,...

A mon binôme : Kadero qui a su être patient et gentil le long du déroulement de ce projet;

A moi même.

Mounira

Je dédie ce travail :

A la mémoire de mes grands-parents défunts;

A la mémoire de mes oncles défunts : le Colonel Moulay Abdelkader CHABOU et le professeur Moulay Idriss CHABOU;

A ma très chère Mère;

A mon Père;

A mes frères et à ma soeur;

A toute ma Famille;

A Lynda;

A mon meilleur Ami Boualem;

A tous mes ami(e)s.

Kadero

REMERCIEMENTS

Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements à tous ceux qui ont contribué par leur précieuse collaboration ou leur soutien moral au bon déroulement de ce travail.

Nous remercions vivement le Docteur N. MAMERI pour nous avoir confié ce travail et d'avoir mis à notre disposition son laboratoire et pour son soutien sans réserve.

Un très grand merci à Monsieur S.M. OUSSEDIK, enseignant à l'U.S.T. Blida et qui a été aussi notre promoteur. Nous avons découvert en lui une personne précieuse et généreuse qui nous a fait profiter de ses riches réflexions, qu'il trouve ici l'expression de notre profonde estime.

Nous sommes très reconnaissant envers tous nos enseignants du département du Génie de l'Environnement, qui ont efficacement contribué à notre formation et nous leur souhaitons une très bonne continuité dans la plus noble tâche qu'est l'enseignement.

Nous tenons à témoigner de la grande qualité de travail des bibliothécaires et plus spécialement Krimo, Karim et Salah et nous les remercions pour leur patience et sympathie exemplaire.

Notre profonde gratitude va vers Monsieur CHERGUI, enseignant de Chimie à l'E.N.P, pour son aide et son intérêt à l'égard de notre travail.

NOMENCLATURE ET ABREVIATIONS

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
 المكتبة — BIBLIOTHEQUE
 Ecole Nationale Polytechnique
 (l/h.m²)

J_v :	Flux de perméat	
N :	Nombre de pores par unité de surface	
r_p :	Rayon de pore moyen	(m)
ΔX :	Epaisseur de la membrane	(m)
μ :	Viscosité dynamique	(Kg/m.s)
L_p :	Perméabilité ou résistance hydraulique de la membrane	(l/h.m ² .bar)
ΔP :	Pression transmembranaire	(bar)
$\Delta \pi$:	Différence de pression osmotique	(bar)
ΔP_f :	Pertes de charges	(bar)
C_0 :	Concentration de la solution	(g/l)
C_p :	Concentration du perméat	(g/l)
C_m :	Concentration au niveau de la membrane	(g/l)
C_g :	Concentration de la couche de gel	(g/l)
R :	Taux de rejet	
Sh :	Nombre de Sherwood = $K.d/D$	
Re :	Nombre de Reynolds = $\rho.V.d/\mu$	
Sc :	Nombre de Schmidt = $\mu/\rho.D$	
a, n, m :	Coefficients déterminés semi-empériquement	
K :	Coefficient de transfert de matière	(m/s)
d :	Diamètre hydraulique	(m)
ρ :	Masse volumique du fluide	(Kg/m ³)
v :	Vitesse tangentielle ou de recirculation	(m/s)
V :	Tension appliquée	(volt)
Q :	Débit de recirculation	(l/h)
D :	Coefficient de diffusion du soluté dans le solvant	(m ² /s)
U :	Mobilité électrophorétique de l'espèce considérée	
E :	Intensité du champ électrique	(volt/m)
E_{CR} :	Intensité du champ électrique critique	(volt/m)
R_T :	Résistance totale	(m ⁻¹)
R_f :	Résistance du film	(m ⁻¹)
R_m :	Résistance de la membrane	(m ⁻¹)
R_c :	Résistance du gâteau	(m ⁻¹)
K_m :	Coefficient électro-osmotique de la membrane	
K_c :	Coefficient électro-osmotique du gâteau	

U.F : Ultrafiltration
 E.U.F : Electro-ultrafiltration

SOMMAIRE

	Page
INTRODUCTION	
PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE	1
CHAPITRE I : LES TECHNIQUES MEMBRANAIRES.....	2
CHAPITRE II : L'ULTRAFILTRATION.....	11
CHAPITRE III : L'ELECTRO-ULTRAFILTRATION.....	32
CHAPITRE IV : CARACTERISATION DES PROTEINES.....	46
PARTIE EXPERIMENTALE	51
CHAPITRE I : DISPOSITIF ET MATERIEL.....	52
CHAPITRE II : RESULTATS ET INTERPRETATIONS.....	60
CONCLUSION GENERALE	87
ANNEXES	89
ANNEXE A : DOSAGE DES PROTEINES.....	90
ANNEXE B : REGENERATION DES MEMBRANES.....	90
ANNEXE C : TABLEAUX DE VALEUR DES RESULTATS EXPERIMENTAUX.....	94

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Les techniques de séparation à membranes, dites « techniques douces » car elles n'occasionnent pas de changement d'état du produit à traiter, prennent un essor considérable.

Parmi ces techniques, l'ultrafiltration prend une importance grandissante dans des domaines aussi divers que la biotechnologie, la biomédecine, l'agro-alimentaire, la fabrication de boissons et le traitement des eaux.

L'inconvénient majeur de l'application du procédé d'ultrafiltration est la diminution du flux de perméat induit par la couche de polarisation qui est une accumulation de matière à la surface de la membrane.

A cet effet plusieurs méthodes sont appliquées, dont l'application d'un champ électrique transmembranaire.

L'opération mixte ultrafiltration et champ électrique est appelée électro-ultrafiltration.

Dans ce travail une contribution à la compréhension des phénomènes concomitant de polarisation et de colmatage a été tenté.

Dans les chapitres I, II et III, nous présentons une revue bibliographique à savoir : les techniques membranaires, l'ultrafiltration et l'électro-ultrafiltration.

Les propriétés physico-chimiques des protéines plasmiques et plus particulièrement la BSA sont présentées au chapitre IV.

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

	Page
CHAPITRE I : LES TECHNIQUES MEMBRANAIRES.....	2
CHAPITRE II : L'ULTRAFILTRATION.....	11
CHAPITRE III : L'ELECTRO-ULTRAFILTRATION.....	32
CHAPITRE IV : CARACTERISATION DES PROTEINES.....	46

CHAPITRE I : LES TECHNIQUES MEMBRANAIRES

	Page
I.1- GENERALITES	3
I.2- DOMAINE D'UTILISATION	3
I.2.1- Les membranes d'osmose inverse.....	3
I.2.2- Les membranes d'ultrafiltration.....	3
I.2.3- Les membranes de microfiltration.....	3
I.3- STRUCTURE	6
I.3.1- Les membranes homogènes.....	6
I.3.2- Les membranes asymétriques.....	6
I.3.3- Les membranes composites.....	6
I.3.4- Les membranes à fibres creuses.....	6
I.4- LES MODULES	8
I.5- CRITERES DE CHOIX DES MEMBRANES	8
I.5.1- Dimension des pores.....	8
I.5.2- Résistance chimique et thermique.....	8
I.5.3- Résistance mécanique.....	9
I.5.4- Flux de filtrat.....	9
I.5.5- Durée de vie.....	9
I.6- CHOIX DU MODULE	9
I.7- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	10

CHAPITRE I : LES TECHNIQUES MEMBRANAIRES

I.1- GENERALITES : [1]

Les techniques séparatives à membranes connaissent à l'heure actuelle un développement spectaculaire. En effet, les traitements par ces techniques intervenant à basse température ou sans changement d'état physique préservent mieux l'intégrité des bio-composés; elles sont présentes dans de très nombreux secteurs industriels : électronique, pharmacie, mécanique, agro-alimentaire,...

La séparation par membranes utilise une force motrice qui peut être la concentration (dialyse) ou une force électrique (électrodialyse) mais qui est généralement la pression (osmose inverse, ultrafiltration, microfiltration,...).

I.2- DOMAINE D'UTILISATION :

Suivant leur sélectivité on peut distinguer : voir figure (I-1) et tableau (I-1).

I.2.1- Les membranes d'osmose inverse :

Les membranes d'osmose inverse laissent passer les molécules d'eau et arrêtent toutes les autres molécules, (sels en particulier) de dimensions comprises entre 10^{-4} et 10^{-3} $\mu.m$.

I.2.2- Les membranes d'ultrafiltration :

Les membranes d'ultrafiltration laissent passer les molécules fines (sels...) et arrêtent les macro-molécules (protéines par exemples) de dimensions comprises entre 10^{-3} $\mu.m$ et $0,1$ $\mu.m$.

I.2.3- Les membranes de micro-filtration :

C'est des membranes micro-poreuses symétriques dont le rayon des pores est de $0,1$ à 100 $\mu.m$, utilisées surtout lors de la stabilisation et la classification des eaux.

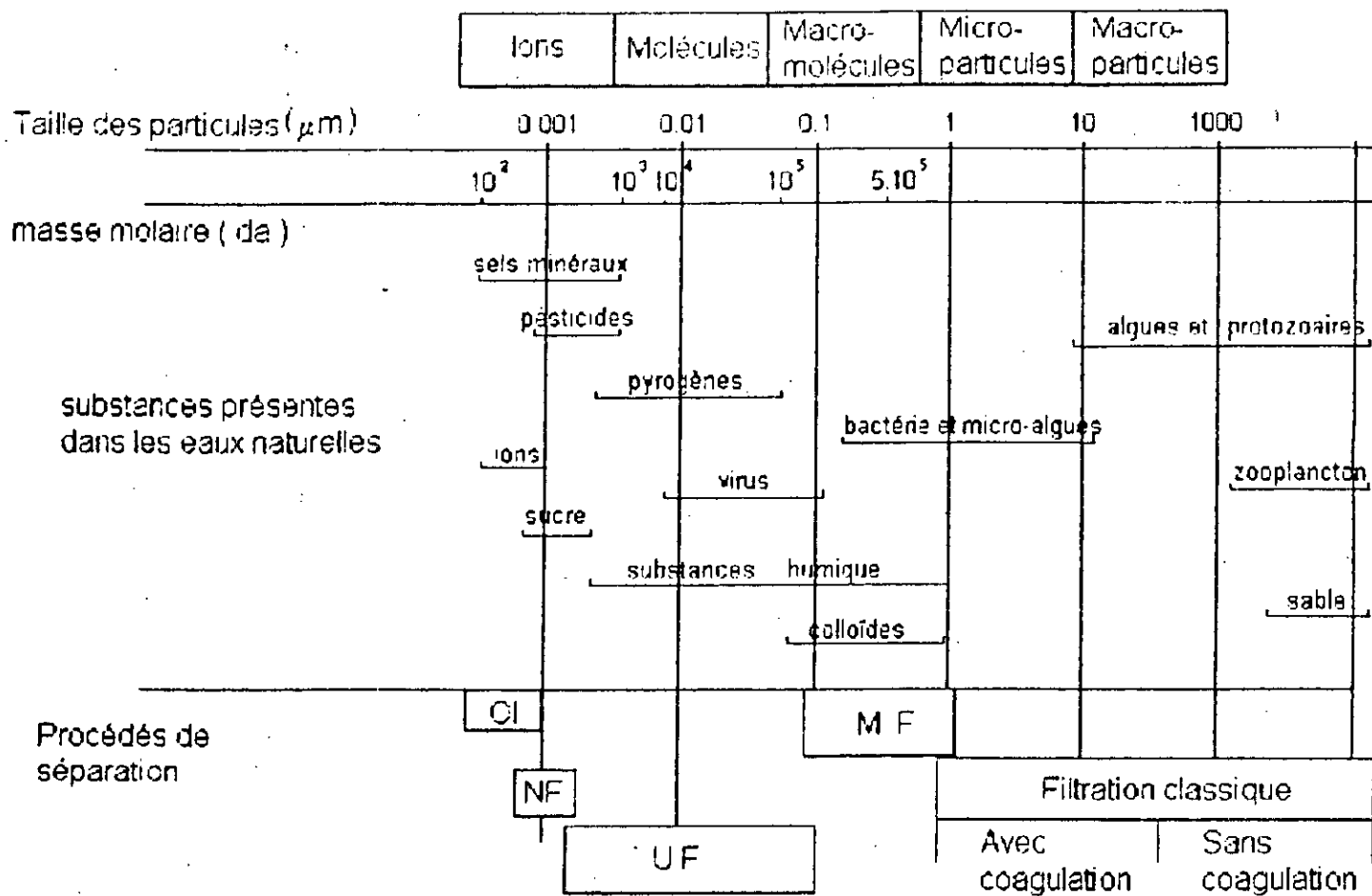


Figure I. 1 : Domaines d'actions des différents procédés de séparation.

Procédé	Type de membrane	Force motrice	méthode de séparation	Domaine d'application
Micro-filtration	microporeuse, symétrique, rayon de pore 0,1-10 µm	pression hydro statique 0,1 - 1 bar	taillage mécanique	filtration à but de stérilisation et clarification
Ultra-filtration	microporeuse, asymétrique, rayon de pore 1-10 µm	pression hydro statique 0,5 - 5 bars	taillage mécanique	séparation de solutés macromoléculaires
Osmose inverse	asymétrique à peau dense	pression hydro statique 20 - 100 bars	diffusion	séparation des sels et microsolutés
Dialyse	microporeuse, symétrique, rayon de pore 0,1-10 µm	gradient de concentration	diffusion	séparation de sels et microsolutés de solutés macromoléculaires
Electro-dialyse	échangeuse de cations et d'anions	gradient de potentiel électrique	taille et charge électrique des particules	désalonnement
Séparation des gaz	homogène	pression hydro statique et gradient de concentration	solubilité et diffusion	séparation d'un mélange de gaz

Tableau I.1 : Domaines d'application des techniques à membrane.

I.3- STRUCTURE : [1]

Du point de vue des structures, on peut distinguer les membranes homogènes, les membranes asymétriques, les membranes composites et les membranes fibres creuses. Voir figure (1-2).

I.3.1- Les membranes homogènes :

Elles sont peu développées, car elles ont une perméabilité relativement faible. La seule membrane de ce type est une membrane de micro-filtration fabriquée par irradiation d'un polymère (polycarbonate ou polyester) par des particules chargées.

I.3.2- Les membranes asymétriques :

Dites aussi anisotropes, découvertes vers 1960 par LOEB et SOUHRJA elles sont constituées de deux couches superposées.

- Une sous-couche de 100 à 200 μm d'épaisseur, de texture relativement poreuse.

- Une « peau » de très fine épaisseur (de 0.1 à 1.5 μm).

Les propriétés de séparation de ces membranes (perméabilité, sélectivité) dépendent uniquement de la structure de leur peau. En particulier, la perméabilité étant inversement proportionnelle à son épaisseur, il est évident qu'elle sera élevée.

I.3.3- Les membranes composites :

Elles ont été développées en vue d'augmenter la perméabilité des membranes asymétriques classiques en réduisant l'épaisseur de la couche active. Elles sont obtenues en déposant sur un support poreux préalablement formé (polysulfane ou autre polymères) une mince pellicule semi-perméable de 10 à 100 μm de support poreux et de la peau active sont constituées de polymères différents d'où le nom de membranes.

I.3.4- Les membranes fibres creuses :

Elles sont constituées de tubes creux ayant un diamètre extérieur compris entre 50 et 1000 μm et un diamètre intérieur entre 25 et 800 μm . Elles sont obtenues dans l'industrie textile.

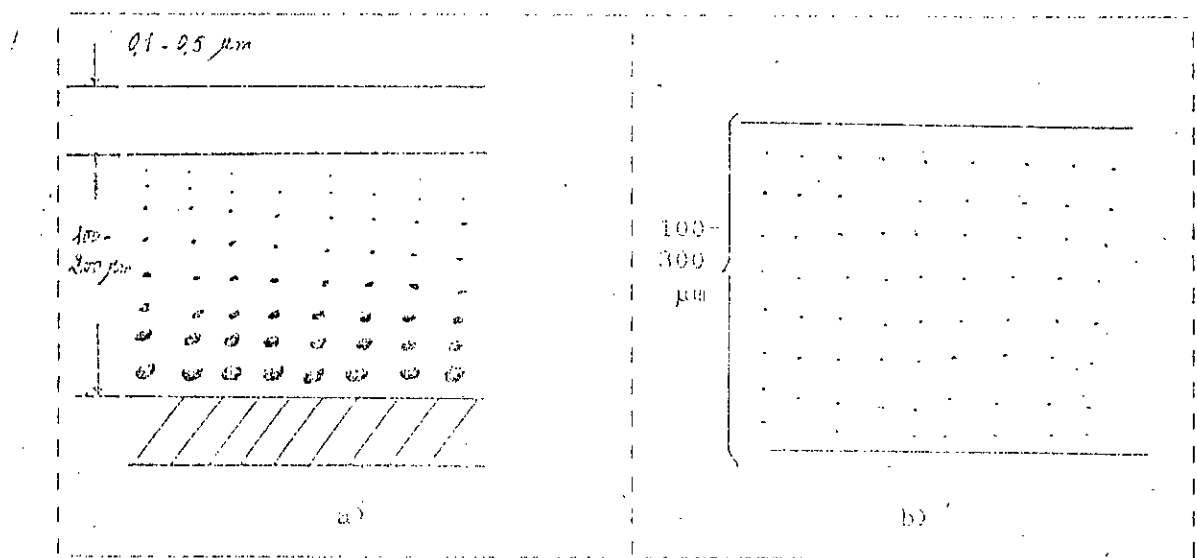


Figure I. 2 : Types de structure membranaire
a) Membrane Asymétrique.
b) Membrane Symétrique.

Leur structure est généralement asymétrique avec la couche active située soit à l'extérieur de la fibre (membrane d'osmose inverse B9 et B10 de DUPONT de NEMOURS, membranes de microfiltration de MEMTEC), soit à l'intérieur de la fibre (membranes d'ultrafiltration d'AMICON).

I.4- LES MODULES : [2]

L'utilisation des membranes implique leur insertion dans des modules dont la conception technologique varie suivant les constructeurs :

* Le module plan se présente en général sous la forme d'un empilement de plaques porte-membranes et de plaques séparatrices serrées entre elles comme dans un filtre-presse.

* Le module tubulaire est constitué par un assemblage en parallèle de tubes en matériau poreux. La couche active de la membrane étant plaquée soit à l'intérieur, soit à l'extérieur des tubes.

Afin de rendre plus compact ce type de module, les canaux sont parfois percés par exemple dans un bloc de céramique (S.C.T Membralox).

* Le module spiral où la membrane est enroulée autour d'un support souple.

* Le module à fibres creuses qui utilise des membranes sous forme de capillaire de diamètre compris entre quelques μm à quelques mm.

I.5- CRITERES DE CHOIX DES MEMBRANES :

Le choix des membranes dépend :

I.5.1- Dimension des pores :

La dimension doit permettre soit l'arrêt des particules à séparer soit l'obtention d'une qualité de filtrat désirée [3].

Chaque pore est assimilable à un capillaire et le flux est la somme de tous les écoulements dus à ces pores [4]... (voir tableau (I-1)).

I.5.2- Résistance chimique et thermique :

La membrane doit avoir une bonne résistance chimique et thermique vis-à-vis de la suppression (fluide à filtrer) d'autant plus qu'il ne faut pas oublier d'envisager les possibilités d'une régénération chimique et d'une stérilisation thermique. [3].

I.5.3- Résistance mécanique :

La membrane doit avoir à supporter les pressions imposées, et cela sans qu'il y ait déformation élastique de celle-ci et donc des pores, ni déformation des molécules des solutés qui pourront par la suite traverser les pores les plus petits [5].

I.5.4- Flux de filtrat :

Le débit de filtrat par unité de surface de membrane et par unité de temps et un facteur déterminant pour le choix de celle-ci, et est aussi fonction des critères cités précédemment ainsi que la solution à filtrer, il est aussi dépendant de la mise en oeuvre des membranes [3].

I.5.5- Durée de vie :

Le durée de vie d'une membrane dépend de ses caractéristiques telles que la perméabilité et la sélectivité et dépend aussi de son mode d'utilisation [3] [4].

- La perméabilité de la membrane diminue petit à petit à cause du colmatage.
- La sélectivité diminue au cours du temps par dégradation lente de la membrane.

I.6- CHOIX DU MODULE :

Le choix du module dépend : [6]

- Du régime d'écoulement permettant de minimiser les phénomènes de polarisation de concentration (écoulement laminaire ou turbulent).
- De la capacité exprimée par le support de la surface filtrante et du volume de l'appareil.
- De la facilité du démontage et du remplacement des membranes.
- De la facilité du nettoyage.
- Du volume mort de l'appareil.
- De l'adaptation de l'installation au produit à traiter.

I.7- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES :

[1] H. MENDJEL, synthèse et caractérisation de nouvelles membranes synthétiques asymétriques à propriétés hémocompatibles, thèse, Montpellier, (1984).

[2] F. QUEMNEUR et J.P. SCHLUMPF, traitement des huiles solubles par ultrafiltration. Entropie N° 93 PP 22-29, 1980.

[3] Martine MIETTON - PENCHOT « Contribution à l'étude de la microfiltration tangentielle, application à la filtration des boissons » Thèse de Docteur - Ingénieur, Institut National Polytechnique de Toulouse 1984.

[4] A. DE. BALMANN, M.J. CLIFTON, V. SANCHEZ électrophorèse en veine liquide de formation d'un signal de protéines sous l'effet d'un champ électrique R.P.G.D.T. 1989.

[5] Séparation des membranes toujours performantes A. SARI Science et Technologie N° 6 - Juin 1988.

[6] J.P. BRUN. Procédés de séparation par membranes. Editions MASSON. Paris (1987).

CHAPITRE II : L'ULTRAFILTRATION

	Page
II.1- PRINCIPE DE L'ULTRAFILTRATION	12
II.2- CARACTERISTIQUES DES MEMBRANES D'U.F.	12
II.2.1- Seuil de coupure.....	12
II.2.2- Le taux de rejet.....	14
II.2.3- Perméabilité de la membrane.....	14
II.3- LES MODELES MATHEMATIQUES DE L'U.F.	14
II.3.1- Modèle du tamis moléculaire.....	16
II.3.2- Polarisation de concentration.....	16
II.3.2.1- Polarisation primaire : Modèle du film.....	17
II.3.2.2- Polarisation secondaire : Modèle du gel.....	20
II.3.3- Modèle des résistances en série.....	20
II.3.4- Modèle osmotique.....	22
II.4- CONDITIONS OPERATOIRES EN U.F.	22
II.5- COLMATAGE	23
II.6- DIFFERENTS PROCEDES D'U.F.	23
II.6.1- Ultrafiltration en mode discontinu.....	25
II.6.2- Ultrafiltration en mode continu.....	25
II.7- INTERETS ET APPLICATIONS DE L'U.F.	25
II.8- AMELIORATION DES PERFORMANCES DE L'U.F.	27
II.8.1- Introduction.....	27
II.8.2- Promoteurs de turbulence.....	27
II.8.2.1- Les promoteurs fixes.....	27
II.8.2.2- Les promoteurs mobiles.....	27
II.8.2.3- Modules tournants.....	28
II.8.3- Ultrasons.....	28
II.8.4- Débits pulsés.....	28
II.8.5- Le champ électrique.....	28
II.9- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	29

CHAPITRE II : L'ULTRAFILTRATION

II.1- PRINCIPE DE L'ULTRAFILTRATION : [1]

L'ultrafiltration permet d'extraire le solvant et les solutés ioniques ou moléculaires d'une solution contenant en outre des macro-solutés, qui eux sont préférentiellement retenus.

Le mécanisme séparatif est analogue à une filtration à travers des pores ultrafins, il n'exclut pas qu'interviennent des interactions physico-chimiques entre les espèces et la membrane, dans sa partie deux ou à la surface des pores.

Compte tenu de leur taille, les macro-solutés n'exercent qu'une pression osmotique, et la pression nécessaire à l'ultrafiltration est nettement inférieure à celle requise en osmose inverse.

L'ultrafiltration permet d'atteindre trois objectifs :

- Concentration de solutions macro-moléculaires (enzymes, protéines, virus, polymères variés, polysaccharides); les industries pharmaceutiques et alimentaires en fournissent les exemples les plus courants.

- Rétention de macro-solutés plus ou moins nocifs, présents notamment dans les effluents industriels, ou simplement dans l'eau destinée à un usage médical.

- Fractionnement par élimination des petits solutés :

recupération des protéines à partir du lactosérum, de l'alcool polyvinylique dans les eaux mères de l'industrie textile, de pigments présents dans les bains d'électrophorèses, de substances huileuses en émulsion dans l'eau, ou par transport sélectif des macro-solutés : séparation albumine/globuline.

II.2- CARACTERISTIQUES DES MEMBRANES D'U.F :

La caractérisation d'une membrane d'ultrafiltration par sa loi de distribution des pores en diamètre permet d'avoir une idée sur ses propriétés de transfert.

II.2.1- Seuil de coupure : fig (II-1) [2]

Le seuil de coupure représente la masse molaire au delà de laquelle toutes les molécules ou particules sont arrêtées.

Cette notion est spécifique à l'ultrafiltration, elle n'a pas de sens en osmose inverse et en microfiltration.

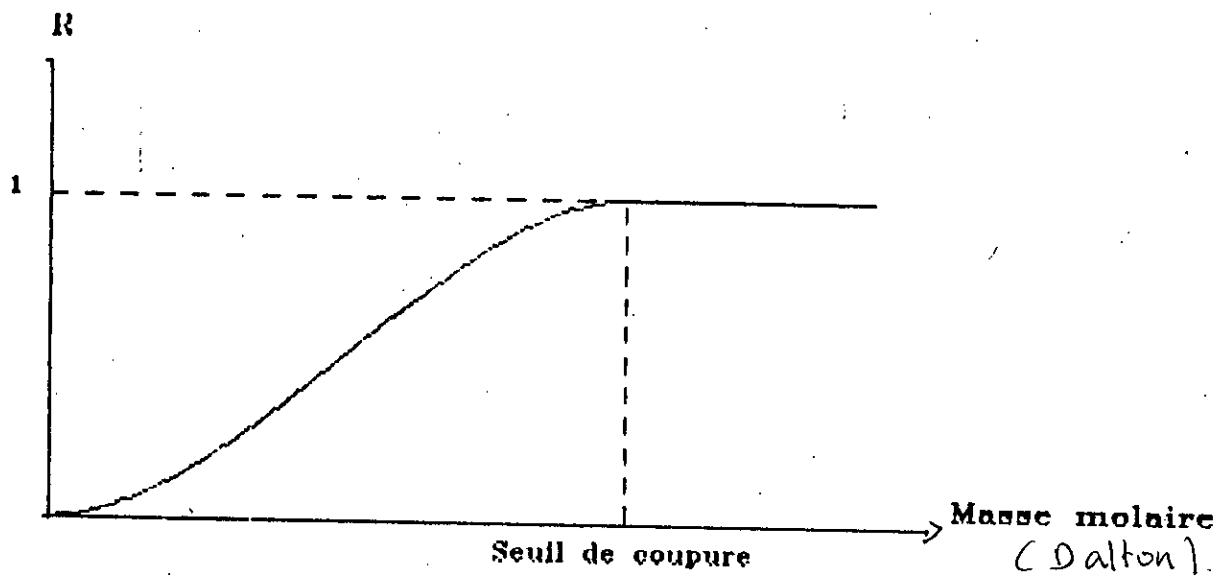


Figure II. 1 : Variation du taux de rejet d'une membrane en fonction de la masse molaire du soluté.

II.2.2- Le taux de rejet : [3]

Le taux de rejet vise à caractériser la sélectivité d'un procédé d'ultrafiltration en ne se limitant pas seulement à la prise en compte du rapport existant entre la taille des espèces en solutions et diamètre des pores, mais en intégrant les divers phénomènes qui modifient les performances de l'élément filtrant en fonctionnement normal.

Le taux de rejet observé de la membrane est défini par l'équation :

$$R_{\text{obs}} = 1 - \frac{C_p}{C_0} \quad (\text{II-1})$$

Le taux de rejet réel de la membrane est égal à :

$$R_{\text{reel}} = 1 - \frac{C_p}{C_m} \quad (\text{II-2})$$

Où C_0 = Concentration massique du soluté dans la solution de départ (Kg.m^{-3}).

C_p = Concentration massique du soluté dans le perméat (Kg.m^{-3}).

C_m = Concentration massique du soluté à la membrane (Kg.m^{-3}).

II.2.3- Perméabilité de la membrane : [4]

Elle est définie comme étant le flux d'eau pure qui traverse la membrane. D'après la loi de Darcy, la perméabilité de la membrane est donnée par la relation :

$$J_V = L_p \cdot \Delta P \quad (\text{II-3})$$

J_V : Flux d'eau pure qui traverse la membrane [l/h.m^2].

L_p : Perméabilité de la membrane à l'eau pure [$\text{l/h.m}^2.\text{bar}$].

ΔP : Pression transmembranaire [bar].

Par ailleurs, la perméabilité dépend de la température et croît linéairement avec cette dernière. Voir fig (II-2).

II.3- LES MODELES MATHEMATIQUES DE L'U.F :

En ultrafiltration, seul le solvant, en absence de soluté, suit la loi de Darcy. En présence de soluté, plusieurs phénomènes prennent naissance à la membrane, causant ainsi une diminution du flux de perméat par rapport au flux de solvant seul. [5].

Plusieurs modèles mathématiques ont été élaborés pour estimer les paramètres intervenant.

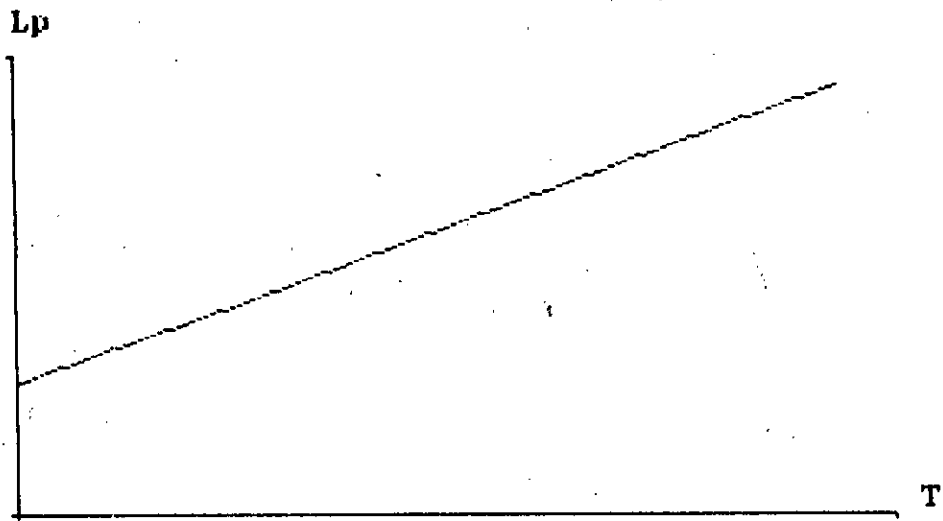


Figure II. 2 : Influence de la température sur la perméabilité.

II.3.1- Modèle du tamis moléculaire : [6] [7] [8]

On admet que la membrane fonctionne comme des filtres dans lesquels le solvant s'écoule en régime visqueux au sein de micropores, les molécules de solutés sont entraînées par convection dans les seules pores suffisamment larges pour les laisser passer.

On utilise la loi classique de POISEUILLE pour décrire le passage du perméat dans les pores :

Soit l'expression du flux de perméation selon la loi de POISEUILLE :

$$J_V = \frac{N_A \cdot \pi \cdot r_p^4}{8 \cdot \mu} \cdot \frac{\Delta P}{\Delta X} \quad (II-4)$$

Si pour un solvant pur, le flux de perméat J_V varie linéairement avec la pression transmembranaire ΔP , il n'en est pas de même pour une solution de protéines ou une solution synthétique excepté dans la zone des faibles pressions, où la linéarité reste maintenue. [9].

En effet LAFAILLE et COL, GOLDSMITH, PORTER, CHUDACEK et FANE révèlent qu'il existe une valeur de la pression au-dessus de laquelle le flux reste constant.

Cette valeur est appelée « Flux limite », elle dépend des conditions opératoires (température, vitesse, concentration,...), des caractéristiques de la membrane et de la solution à traiter.

De plus, lors de l'ultrafiltration de solutés macromoléculaires, il se produit des adsorptions en surface et à l'intérieur de la membrane, ce qui implique un rétrécissement des pores et donc d'après l'expression (II-3) un abaissement du flux de perméat.

Les molécules de soluté s'accumulent à l'interface membrane - solution pour former une couche plus concentrée appelée couche de polarisation, qui contribuera à la diminution progressive du flux de perméat.

II.3.2- Polarisation de concentration : [10]

Mis à part les phénomènes intrinsèques de la membranaire tels que, densité et répartition des pores, l'épaisseur, la résistance, d'autres phénomènes extrinsèques surgissent en fonction des conditions opératoires et du temps, parmi eux, la modification de la perméabilité, de la permselectivité, du taux de gonflement, voir même de la nature de la membrane due à l'accumulation du soluté à sa surface.

La quasi responsabilité de ces phénomènes et sans contexte l'oeuvre des molécules de solutés qui se sont accumulées à l'interface : membrane - solution, jusqu'à former une couche de fluide beaucoup plus concentrée que la solution initiale.

Ce phénomène est appelé la polarisation de concentration et on a deux types de polarisation :

II.3.2.1- Polarisation primaire : Modèle du film [11]

Il faut tenir compte du profil de concentration créée, lorsqu'un fluide s'écoule parallèlement à une paroi poreuse et lorsqu'à haute pression le transfert de masse contrôle le flux de perméat.

Ce modèle suppose la formation au voisinage de la membrane d'une couche de soluté d'épaisseur (δ) faible dans laquelle la concentration du soluté passe de C_0 à C_m , concentration près de la membrane.

Cette couche agit comme une résistance en série avec celle de la membrane. Celle-ci varie jusqu'à ce que l'équilibre entre le transfert convectif des macro-solutés à travers la membrane (assuré par un gradient de pression) et la diffusion vers le coeur de la solution. Sous cette condition, l'égalité des flux par convection et diffusion est assurée : Figure II-3

$$J_V (C - C_p) = -D \frac{dC}{dX} \quad (II-5)$$

- $D \cdot dC/dX$: Le flux diffusionnel.

D : Coefficient de diffusion moyen des solutés.

$J_V \cdot C_p$: Flux convectif des solutés vers la membrane.

dX : Distance selon la direction normale à la membrane.

Considérant que D est constant dans toute la couche limite δ .

En intégrant l'équation (II-5) de C_0 à C_m on aura :

$$J_V = \frac{D}{\delta} \cdot \text{Ln} \left(\frac{C_m - C_p}{C_0 - C_p} \right) \quad (II-6)$$

Posons $K = D/\delta$ représentant le coefficient de transfert de masse.

$$J_V = K \cdot \text{Ln} \left(\frac{C_m - C_p}{C_0 - C_p} \right) \quad (II-7)$$

Le coefficient K peut être calculé à partir des relations empiriques entre les nombres adimensionnels. (Voir tableau (II-1))

$$* \text{Sh} = \frac{K \cdot d}{D}$$

$$* \text{Re} = \frac{dV\rho}{\mu}$$

$$* \text{Sc} = \frac{\mu}{PD}$$

En régime turbulent : $\text{Sh} = a \cdot R_e^n \cdot \text{Sc}^m$

En régime laminaire : $\text{Sh} = a (R_e \cdot d/L)^n \cdot \text{Sc}^m$

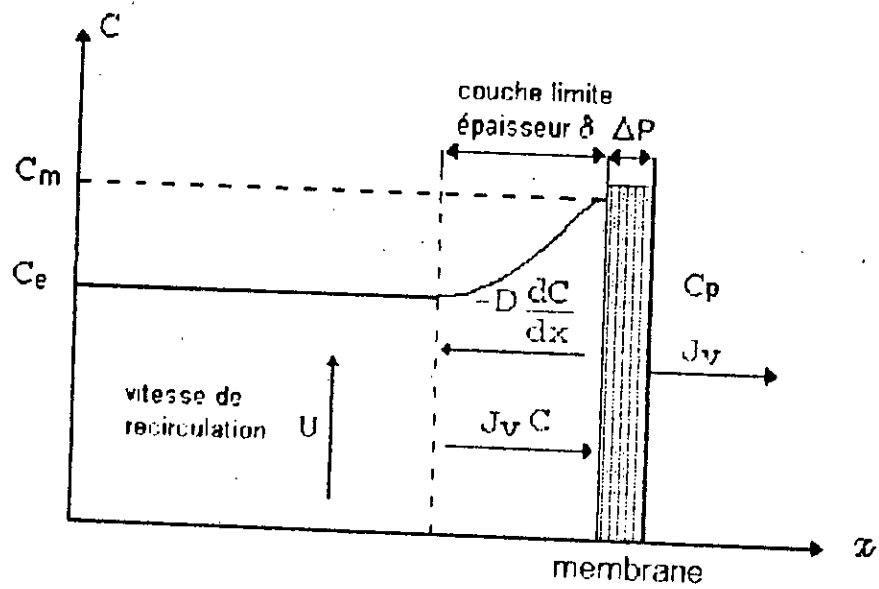


Figure II. 3 : Phénomène de polarisation de concentration primaire.

Régime laminaire	Equation générale $Sh = a (Re dh / L)^n Sc^m$			
Geométrie du canal	a	n	m	Origine
Tubulaire	0,664	0,5	0,33	Grober et Col. (1961)
Tubulaire	1,62	0,33	0,33	Levéque et Col. (1928)
Rectangulaire	1,48	0,39	0,33	Levéque et Col.
Régime turbulent	Equation générale $Sh = a Re^n Sc^m$			
Géométrie du Canal	a	n	m	Origine
Turbulent	0,023	0,800	0,300	Dittus et Boelter
	0,023	0,875	0,250	Chilton et Colburn Deissler
	0,0096	0,913	0,346	Harriot et Hamilton

Tableau II. 1 : Corrélation du coefficient de transfert K.

a, n, et m sont des constantes déterminées expérimentalement.

Corrélations du coefficient de transfert K (voir tableau II-1).

Dans le cas où le taux de rejet est égal à 1, c'est-à-dire que le soluté est totalement retenu alors :

$$J_v = K \ln (C_m/C_0) \quad (\text{II-8})$$

II.3.2.2- Polarisation secondaire : Modèle du gel [12]

Lorsque sous l'action d'une forte pression, par exemple quand la concentration du soluté retenu par la membrane atteint sa valeur limite de solubilité dans la couche de polarisation le flux de perméat atteint à son tour une valeur limite.

La solution à la surface de la membrane peut devenir si concentrée en macro-molécule qu'il peut y avoir un phénomène de précipitation et formation d'un gel de concentration qui s'oppose au passage du fluide et provoque une résistance supplémentaire à celle de la membrane et de la couche de polarisation primaire :

C'est la polarisation secondaire de concentration de molécules ou gel. Ce modèle correspond à un cas particulier du modèle du film où $C_p = C_{gel}$, d'où le flux de perméat qui s'écoule à travers la membrane s'écrit : Figure II-4

$$J = K \cdot \ln (C_{gel}/C_0) \quad (\text{II-9})$$

Si le soluté est entièrement retenu par la membrane.

Où :
$$K \cdot \ln (C_{gel} - C_p) / (C_0 - C_p) \quad (\text{II-10})$$

Si le soluté traverse en partie la membrane.

II.3.3- Modèle des résistances en série : [12]

Afin de tenir compte des phénomènes de polarisation et de colmatage qui augmentent la résistance du système d'ultrafiltration des termes correctifs ont été rajoutés à la loi de HAGEN - POISEUILLE.

La loi de HAGEN - POISEUILLE est modifiée pour donner une loi empirique de DARCY :

J_v est proportionnel à $\Delta P / R_t$.

Avec $R_t = R_1 + R_2$.

Où $R_1 = R_m + R_{col}$ et $R_2 = R_{gel} + R_{pol}$.

La résistance R_2 due à la polarisation ($R_{gel} + R_{pol}$) est fonction de la pression appliquée (ΔP_T) et des variables qui influencent les propriétés de transfert de masse du système.

La résistance R_1 due à la membrane et à son colmatage dépend des caractéristiques de la membrane représentées par la perméabilité.

$$A = (\epsilon \cdot r^2) / (8 \Delta x) \quad (\text{II-11})$$

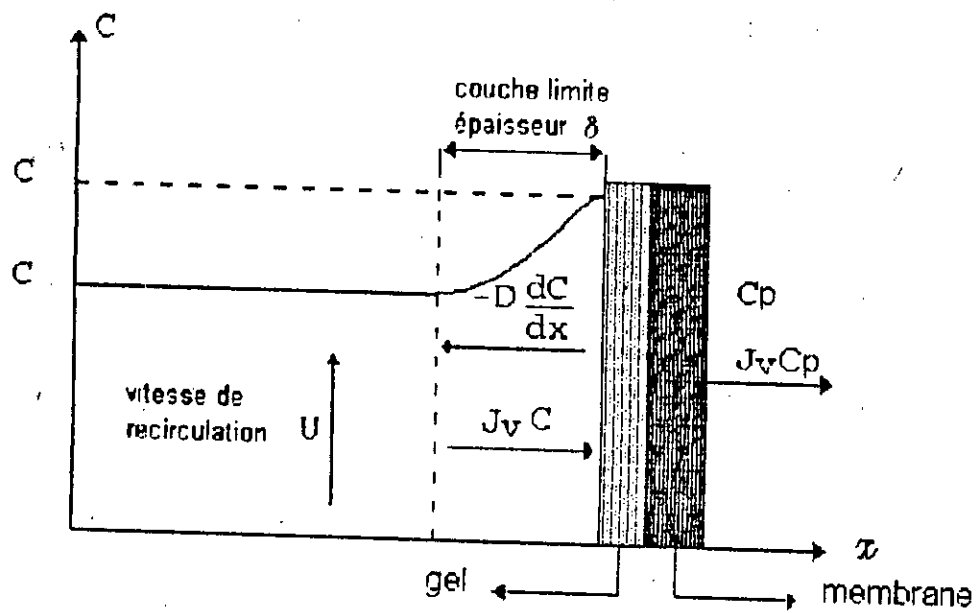


Figure II. 4 : Phénomène du polarisation de concentration secondaire.

A : Surface de la membrane [m²].

ε : Porosité de la surface de la membrane.

Mais ce modèle est limité du fait que certaines données doivent être déterminées expérimentalement, de plus il néglige l'effet de la pression osmotique du soluté retenu par la membrane.

II.3.4- Modèle osmotique : [13] [14]

La membrane d'U.F ne laisse passer que le solvant d'où l'existence de deux compartiments de concentration différentes : le compartiment solvant est très dilué (perméat) de concentration C_p et l'autre au contraire concentré, par suite du phénomène de polarisation (retentat).

Il existe donc une différence de pression osmotique transmembranaire Δπ opposée au gradient de pression ΔP appliquée à la membrane.

GOLDSMITH a proposé le modèle osmotique qui l'a interprété par l'équation suivante :

$$J_v = \frac{\Delta P - \Delta \pi}{\mu \cdot R_m} \quad (\text{II-12})$$

La pression osmotique est reliée à la concentration du soluté à la surface de la membrane par la relation suivante :

$$\pi = f(c) = aC + bC^2 + cC^3 + \dots$$

Ou bien $\pi = \sum a_i C^i$ (II-13)

II.4- CONDITIONS OPERATOIRES EN U.F :

* Régime d'écoulement : [1]

En industrie, la vitesse de circulation élevée est le meilleur moyen de diminuer la polarisation de concentration, des vitesses de 0,5 à 2 m.s⁻¹ sont généralement adoptées pour les modules fonctionnant en régime laminaire, de 2 à 6 m.s⁻¹ pour ceux fonctionnant en régime turbulent.

* La pression : [1]

La pression opératoire correspond généralement aux deux tiers du flux limite, de manière à trouver un compromis entre une polarisation de concentration trop importante et un flux trop faible; on évite ainsi que la perte de pression - et par voie de conséquence l'effet thermique - ne prennent trop d'ampleur.

Elle est comprise entre 2 et 5 bar selon la membrane et le type de solution à ultrafiltration.

Le flux de perméat est en général compris entre 1 et 100 l/h.m².

* La température : [1]

La température est limitée par la stabilité des macro-solutés (protéines, enzymes, colloïdes) et de la membrane, dont elle affecte la durée de vie, elle est comprise entre 20 et 60 °C, selon les cas, les membranes minérales supportent quant à elles des températures beaucoup plus élevées.

* La concentration : [15]

La concentration et le flux de perméat varient en sens inverse, ceci est dû à l'augmentation de la pression osmotique, par ailleurs, l'influence de la concentration sur le flux de perméat est caractéristique à chaque soluté auquel correspond aussi une pression osmotique bien déterminée.

II.5- COLMATAGE : [15]

Le colmatage d'une membrane qui est un phénomène généralement irréversible, correspond directement à la baisse de flux observé au cours d'ultrafiltration.

Il résulte de l'obstruction mécanique des pores de la membrane.

Cette obstruction peut être superficielle ou en profondeur voir figure (II-5) et (II-6).

Le colmatage est dû au phénomène d'adsorption, la couche de gel et à la formation de bloc ou de précipité, il augmente avec la concentration et avec la pression.

Le décolmatage de la membrane nécessite un lavage chimique, mécanique, enzymatique ou de combinaison entre les trois.

* Phénomène d'adsorption :

Il consiste en une fixation de la matière en surface ou à l'intérieur des pores de la membrane sous l'action de forces physico-chimique.

Selon PALMER et COLL l'adsorption peut être importante dans le cas de solution protéiques.

II.6- DIFFERENTS PROCEDES D'U.F : [1]

Une charge peut être ultrafiltrée de manière continue ou discontinue. Les opérations en continu conviennent mieux aux grandes unités et évitent des stockages importants. Les temps de séjour sont également plus courts qu'en mode discontinu.

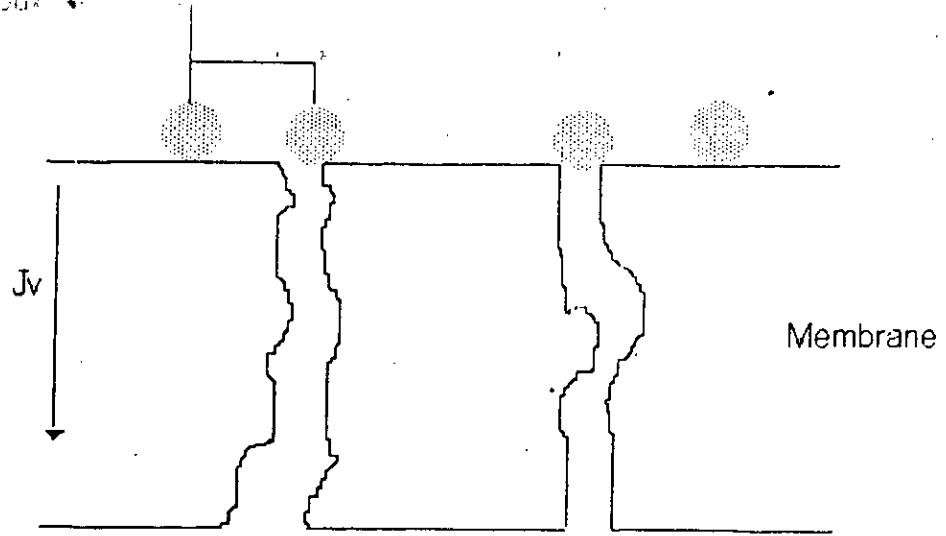


Figure II. 5 : Colmatage en surface.

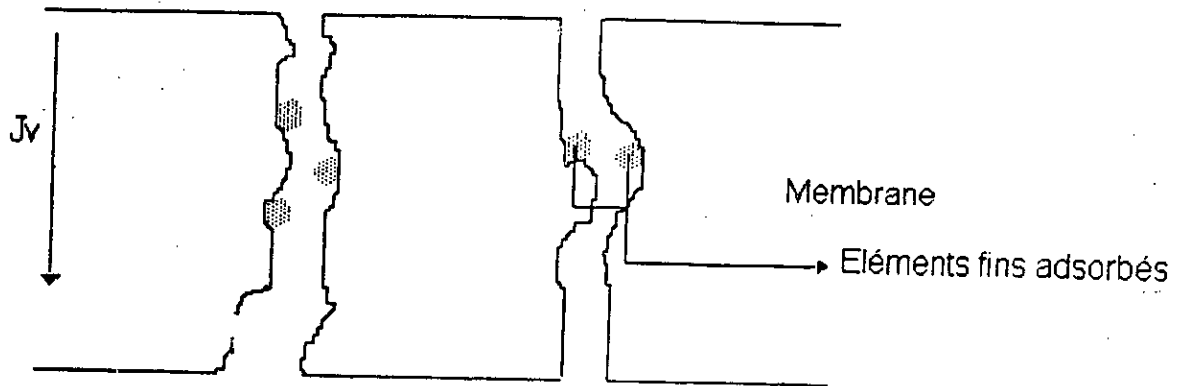


Figure II. 6 : Colmatage en profondeur.

II.6.1- Ultrafiltration en mode discontinu :

Les opérations discontinues fig (II-7) conviennent aux petites unités, ayant à traiter des solutions diluées ou concentrées; dans ce dernier cas, un module tubulaire est souvent plus approprié autorisant des vitesses d'écoulement élevées en amont de membrane, ce qui résoud en partie le problème de la couche limite.

Une amélioration du dispositif de base (boucle ouverte fig (II-7.a)) consiste en un circuit double fig (II-7.b) : Une première pompe (pompe de charge PC) amène la charge à la pression désirée, et une seconde (pompe de recirculation : PR) fonctionnant sous faible perte de pression mais à fort débit, assure une vitesse d'écoulement élevée, sans entraîner de dépense énergétique notable, ce qui limite par ailleurs les effets thermiques.

II.6.2- Ultrafiltration en mode continu :

Le dispositif correspondant est celui de la figure (II-8) qui diffère du mode discontinu essentiellement par le fait que le retentat n'est pas recyclé, mais au contraire extrait d'une manière continue; la charge doit donc être introduite dans la boucle de recirculation à un débit égal à la somme des débits du retentat et du perméat. La concentration étant constante dans la boucle.

II.7- INTERETS ET APPLICATIONS DE L'U.F :

Les procédés à membranes sont relativement anciens. Ils sont pour fonction de concentrer, séparer, stériliser et purifier et ont remplacé, dans certains domaines, certains procédés classiques tels que les distillateurs, les évaporateurs, les décanteuses, les centrifugeuses, etc... qui nécessitent un apport d'énergie important et des moyens techniques coûteux. [10]

L'ultrafiltration a été utilisée au début de ce siècle pour séparer les colloïdes (albumines, hémoglobines), les cristalloïdes (sucres, urée, sels minéraux). Plus tard, lors de l'apparition des membranes de collodion, elle a été utilisée pour purifier les enzymes, les toxines, isoler les virus ou pour déterminer approximativement la taille des molécules biologiques. [11] [12] [16] [17] Avec la commercialisation des membranes de très haut débit et plus résistantes aux attaques chimiques, l'ultrafiltration intervient maintenant dans l'épuration de certains effluents polluants [12] [18] et dans la récupération de matières valorisables entraînées dans les rejets industriels [12] [17].

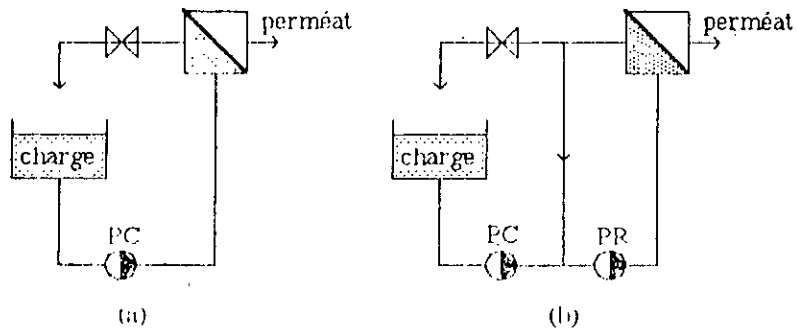


Figure II. 7 : Ultrafiltration en mode discontinu -
a) Boucle ouverte; b) avec recirculation de la pompe;
PC : pompe de charge; PR : pompe de recirculation

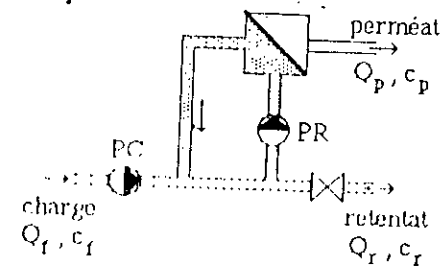


Figure II. 8 : Ultrafiltration en mode continu

Nous citerons à titre d'exemple le traitement des eaux de rinçage des cabines de peinture par électrophorèse (recyclage des pigments et résines des peintures) [12] [19] et le traitement des huiles solubles usagées en vue de leur destruction ou de leur recyclage [12] [16] [17] [20] [21].

II.8- AMELIORATION DES PERFORMANCES DE L'U.F :

II.8.1- Introduction : [10]

Le problème le plus important en U.F est la diminution du flux de perméat, qui peut être dû à l'existence d'une couche de polarisation et (ou) colmatage. Dans le cas où cette diminution ne provient pas d'un colmatage irréversible, des moyens sont utilisés pour augmenter le flux de perméation en réduisant simultanément l'importance des effets de la couche de polarisation et du colmatage réversible. Parmi les moyens les plus utilisées, nous distinguons :

II.8.2- Promoteurs de turbulence :

Actuellement trois (03) types de promoteurs sont utilisés :

II.8.2.1- Les promoteurs fixes : [22]

Ce sont généralement des grilles de métal déployée placées parallèlement à la membrane.

Ces promoteurs dites statiques ont reçu davantage d'attention, par exemple N. MAMERI a utilisé deux types de promoteurs : tige torsadée et un tube creux fermé à une extrémité dont la paroi est percée de trous, avec des membranes tubulaires à parois lisses ou torsadées, il est arrivé à la conclusion suivante : Il est possible d'améliorer sensiblement le flux de perméat et de diminuer de façon notable le coût du procédé en utilisant la relation établie par SHEN et PROBSTEIN.

II.8.2.2- Les promoteurs mobiles :

Ces promoteurs se déplacent librement avec le fluide, ce sont principalement des particules sphériques en verre, graphite, latex... et qui permettent une amélioration notable du coefficient de transfert de matière fluide-paroi par réduction de l'épaisseur de la couche limite diffusionnelle.

II.8.2.3- Modules tournants : [23]

L'utilisation des modules tournants permet d'augmenter le flux de perméat. Cette augmentation dépend de la formation des tourbillons de TAYLOR dans l'espace annulaire qui augmente le coefficient de transfert de masse.

II.8.3- Ultrasons : [23] [24]

L'utilisation des ondes ultrasoniques dans des opérations d'ultrafiltration a montré son efficacité puisque pour une pression transmembranaire donnée, le flux augmente de 1700% par rapport à un flux déterminé dans des conditions normales. Les ondes ultrasoniques ne modifient pas et ne détruisent pas la membrane d'ultrafiltration.

II.8.4- Débits pulsés : [25]

L'utilisation d'un débit pulsé dans un circuit de filtration permet d'augmenter le flux de perméat et de diminuer la vitesse moyenne de circulation et donc la taille des pompes à débit continu.

II.8.5- Le champ électrique : [26]

Des travaux réalisés par plusieurs auteurs, il a été montré que la superposition d'un champ électrique sur le procédé de filtration permet de réduire l'ampleur de la couche de polarisation et donc de la résistance au transfert de matière en agissant sur le mouvement des macromolécules chargées qui se dirigent de la membrane vers la solution YUKWA, SHIMURA SUDA et MANIVA ont montré que lors de l'ultrafiltration à différentes concentrations, le flux de perméat varie linéairement avec le champ électrique appliqué.

RADOVITCH et BERHMAN [27] ont montré que les performances des procédés d'ultrafiltration et diafiltration pour la concentration des solutions d'albumine de sérum bovin sont améliorées par l'application d'un champ électrique.

RAROTOARISOA et COLL ont montré que le champ électrique améliore la rétention et la vitesse de perméation en réduisant l'épaisseur et/ou la compacité du dépôt formé.

A. CHERGUI [10] a montré que le champ électrique apporte une amélioration du flux de perméat, le prix optimum est atteint avec une pression de 1 bar et un nombre de Reynolds compris entre 3000 et 4000 (régime turbulent).

M. DAHIM [3] a pu constater que sous l'effet d'un champ électrique, on peut éliminer ou modifier la couche de polarisation au niveau de la membrane avec un champ moyen.

La présence d'un champ électrique E normal à la membrane induit un flux de migration J_m tel que :

$$J_m = U.E.C \quad (II-14)$$

A l'état stationnaire, suivant la direction normale à la membrane on a :

$$J_v C = -D \frac{dC}{dX} + J_v C_p + U.E.C \quad (II-15)$$

En supposant que, E , D , U sont constants et que $C_p = 0$, l'intégration de l'équation (II-15) sur l'épaisseur de la couche limite conduit à :

$$J_v = K.Ln \frac{C}{C_0} + U.E \quad (II-16)$$

II.9- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES :

- [1] J.P BRUN, procédés de séparation par membrane MASSON Editions. Paris (1987).
- [2] Séparation des membranes toujours parfumantes A. SARI science et technologie N° 6 - Juin 1988.
- [3] M. DAHIM, physico-chimie de bio-produits interactions soluté - membrane en U.F, influence du champ électrique DEA.
- [4] « Mass transfer in the membrane concentration polarisation layer under turbulent cross flow », V. GEKS et BENGTHALLSTRÖM, « journal of membrane science », N° 30, Page 153, 1987.
- [5] DENDENE Kamel, optimisation du procédé d'ultrafiltration pour la récupération des protéines des eaux de lavage des poissons.
- [6] MAUVEL (A), osmose inverse et U.F installation technique de l'ingénieur J 2793, 1984.
- [7] MENDJEL (H) contribution à l'étude de la valorisation du sang bovin propriétés fonctionnelles des protéines pharmaceutique et du cruor. Thèse 3^{ème} cycle ENSBANA, DIJON, (CDI OPA N° 1944 95).
- [8] ABDESSEMED. D valorisation et traitement des eaux de lavage de poissonnerie par U.F. Thèse de Magister E.N.P 1992.
- [9] BL an pain. P et TAFFRUI M.Y application de débit pulsé à la microfiltration tangentielle d'une boucle de recirculation, Université de technologie de compigne 1991.
- [10] A. CHERGUI. Amélioration des performances de l'U.F par utilisation de promoteur de turbulence. Thèse de Magister. ENP. Alger (1992).

- [11] ANPEWL ZYDNEY and CLARCK COLTON « a concentration polarisation model for the filtrate flux in cross - flow micro-filtration of particulate suspensions » Char. Eng Commar 1985.
- [12] N. Ali SAHRAOUI et N. DJEHICHE. Amélioration des performances de l'U.F par application d'un champ électrique. U.S.T.H.B. 1995.
- [13] K. AIT MOHAMED. Etude des performances de l'U.F lors de la concentration des eaux de lavage de poissonnerie - P.F.E. (1991).
- [14] M.C. PORTER what when and why of membranes microfiltration, U.F and osmoses inverse. AICHE symposium series N° 171. Vol 73 PP 83.103 (1974).
- [15] M. CHERYAN. « Ultrafiltration hand book » technomic. 1986.
- [16] LYNNE. APPLGATE. Membrane séparation processes chemical engineering, June 11. PP 64-89. 1984.
- [17] M. H. LAURENT. Enquête auprès de 250 utilisateurs Français d'osmose inverse et d'U.F : quelques applications des techniques à membranes. Filtra. PP 287-294. 1986.
- [18] C. GUYARD. Industries et techniques 01/06/1985. PP 46-65.
- [19] R. GLIMENIUS. Membrane processes for water, pulp and paper. food state of the art. Dealination 35.259-72. (1980).
- [20] F. QUEMENEUR et J.P. SCHLUMPF. Traitement des huiles solubles par U.F. Entropie N° 93 PP 22-29. 1980.
- [21] F. FALLETI. RTHEIN C. GEEALSTHOM. M. RUMEAU. Traitement et régénération des huiles de coupe aqueux dans l'industrie automobile par microfiltration tangentielle sur membrane minérale filtrat. PP 506-516. (1988).
- [22] N. MAMERI. Contribution à l'étude de l'U.F : caractérisation des membranes. Etude de la couche de polarisation. Thèse UER ENSC Rennes 1, 1987.
- [23] O. SEBBANE. Etude de l'utilisation de promoteurs de turbulence en U.F d'huiles solubles. Thèse ENSM de Nantes. 1989.
- [24] E.S. TARLETON. How electric and ultrasonic fields assist membrane filtration. Filtration and separation. November/December PP 402-406. 1988.
- [25] M.Y. TAFFRIM, A.K. BOUZAZA, R. BENAMARA, B.B. GUPTA, filtration tangentielle par débit pulsé. Bilan énergétique, filtra, PP 492-505, 1988.
- [26] CAMP BELL. W. ROBINSOM, MARK. H. SIEGEL, AGNES, CONDEMINE, CONANFEE, THOMAS 2, FAHIDAY and BERNARD, R. GLICK.
Departement of chemical engineering, University of waterloo. Water Looont, N2 L3GI CANADA
1993 El Sevier science publishers B. V.

[27] MARK, R WIESNER et MARK, M. CLARK « Membrane U.F of
coagulated suspensions »
Journal of environmental engineering, Vol 145 N° 1, 1989.

CHAPITRE III

L'ELECTRO-ULTRAFILTRATION

III.1- INTRODUCTION : [1]

Le phénomène de polarisation limite les performances de l'U.F et constitue parfois un « frein » au développement de cette technique de séparation. De nombreux travaux ont été entrepris [2], [3], [4] pour tenter d'en diminuer les effets en cherchant en particulier à améliorer les conditions d'écoulement à travers la membrane à l'aide de promoteurs de turbulence placés loin ou près de cette dernière. Pour tenter d'éviter la diminution du flux de filtrat, il existe plusieurs techniques telle que l'agitation, l'augmentation de la vitesse tangentielle, emploi de profiltres, emploi de filtres rotatifs... etc;

Cependant ces techniques n'ont pas généralement une efficacité absolue, c'est pourquoi nous avons porté notre intérêt sur le rôle du champ électrique en U.F. [5].

L'électro-ultrafiltration est un procédé qui a pour but d'améliorer les performances de l'U.F. [6].

III.2- DEFINITION DE L'E.U.F :

L'application d'un champ électrique à l'U.F est appelée ; Electro-ultrafiltration.

L'E.U.F est un couplage entre l'électrophorèse et l'ultrafiltration, dans le cas où les molécules de la suspension à filtrer présentent une charge globale non nulle, et qui peut être influencé par le phénomène d'électro-osmose.

III.2.1- Définition de l'électrophorèse :

L'électrophorèse est un procédé qui permet de séparer les macromolécules chargées en fonction de leur vitesse de migration sous l'influence d'un champ électrique continu suivant la relation : (voir figure III-1).

$$V_p = U_p \cdot E \quad (III-1)$$

Tel que : V_p : Vitesse électrophorétique de la molécule p.

U_p : Mobilité de la molécule p.

E : Champ électrique appliqué.

D'une manière simplifiée, on peut considérer que la vitesse de la molécule p a deux composantes :

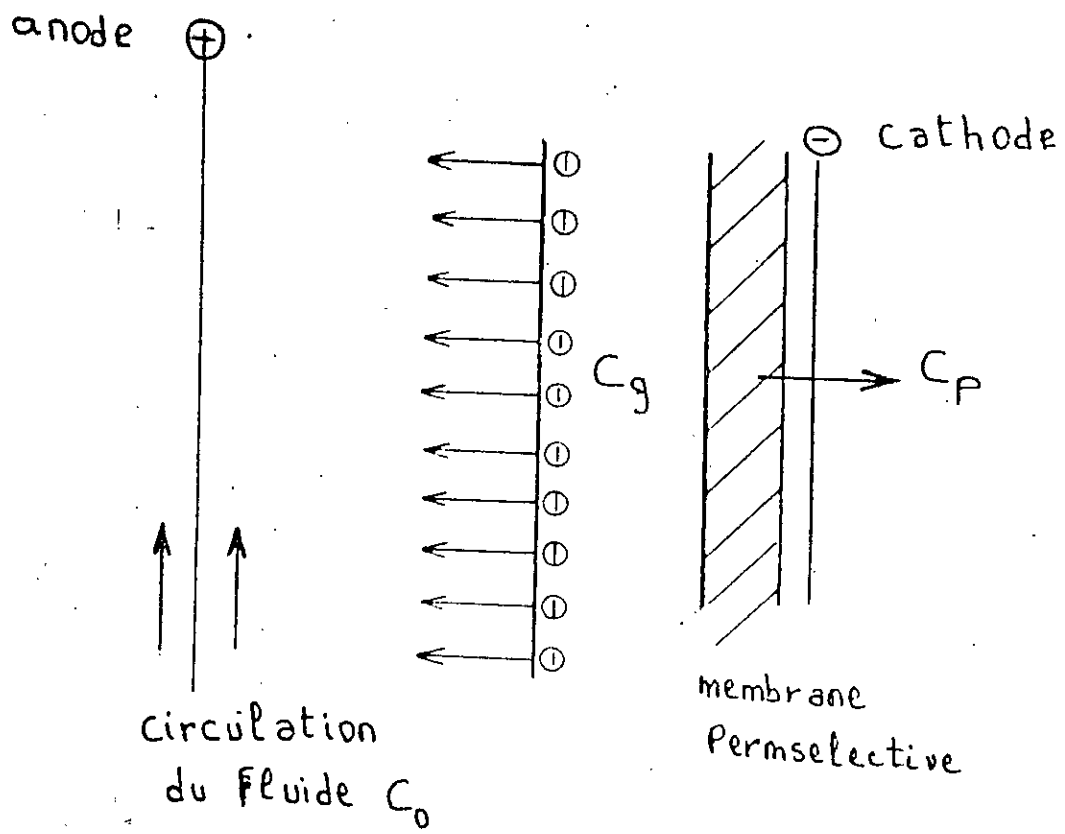


Figure III. 1 : Schéma de principe de l'EUF.

- * La vitesse de migration électrophorétique.
- * La vitesse d'écoulement du fluide vecteur.

En effet, lors de l'application du champ électrique, les espèces contenues dans l'échantillon sont soumises à une troisième composante de vitesse, dite vitesse électro-osmotique. [7], [8], [9].

III.2.2- Définition de l'électro-osmose :

L'électro-osmose est l'écoulement d'un liquide à travers un média poreux et stable, mais chargé. Sa direction est vers l'électrode qui a la même charge que le média. (figure III-2).

La vitesse de passage du liquide est définie par la relation suivante :

$$V = \left[\frac{\tau \cdot P \cdot \varepsilon}{4 \cdot \pi \cdot \mu} \right] \cdot \frac{\Phi}{L} = K_M \cdot E \quad (\text{III-2})$$

Avec :

- V : Vitesse de passage du liquide.
- τ : Potentiel téta du média.
- P : Porosité du média.
- ε : Constante diélectrique.
- μ : Viscosité de la suspension.
- Φ : Différence de potentiel.
- L : Longueur (épaisseur du média).
- K_M : Constante électro-osmotique du média.
- E : Champ électrique appliqué.

III.3- HISTORIQUE DE L'E.U.F : [10]

De nombreuses recherches ont été effectuées dans le but d'améliorer le procédé d'ultrafiltration en utilisant un champ électrique. MANEGOLD (1937) fut le premier à évaluer l'importance de la combinaison du procédé d'U.F sous pression et du procédé d'électrophorèse. BEECHOLD (1926) a combiné l'électrophorèse et l'électro-osmose dans le but d'épurer des suspensions colloïdales dans un système qu'il a appelé : Electro-ultrafiltre.

Bien après, BIER (1959) a développé une technique membranaire utilisant un champ électrique pour éliminer l'eau des suspensions colloïdales.

GIDDINS (1966) a fait des recherches poussées sur un procédé qu'il a appelé : fragmentation dans un champ en écoulement qui est similaire au procédé d'E.U.F. GRUSHKA et COL. (1973) ont étudié le cas où on applique un champ électrique à la fragmentation.

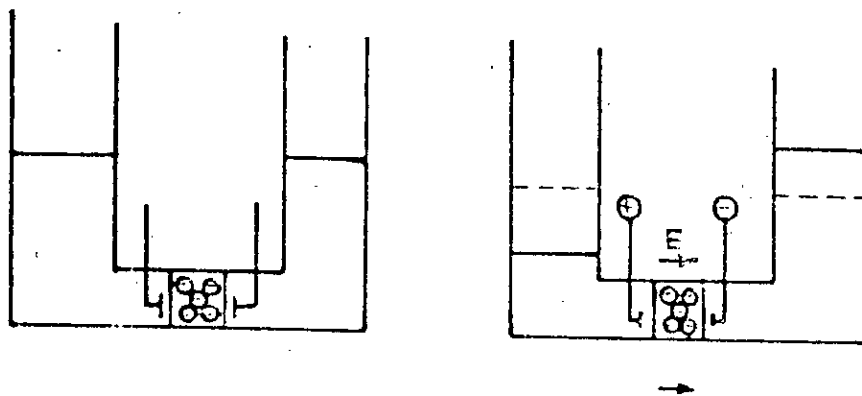


Figure III. 2 : Phénomène d'électro-osmose.

Si on considère ce cas comme exemple, le concept de fragmentation dans un champ en écoulement présentera un écoulement laminaire entre deux plaques parallèles et on imposera un champ électrique normal à la direction de l'écoulement. Le champ électrique causera la dissolution des solutés et/ou des particules chargées qui vont se concentrer près de la surface de la membrane. La différence entre le procédé de fragmentation dans un champ en écoulement et le procédé d'E.U.F est que l'E.U.F n'utilise pas seulement un champ électrique, mais en plus, il y a le flux de transfert de masse près de la membrane.

REIS et COL. (1976) ont décrits un procédé qu'ils ont appelé : Electropolarisation chromatographique. Ils ont remarqué qu'une fibre creuse est très efficace pour la fragmentation de protéines dissoutes.

III.4- PRINCIPE ET CONCEPT DE L'E.U.F :

Le phénomène de polarisation se traduit par un dépôt de particules sur la membrane qui est dû à la force hydrodynamique. A l'état stationnaire, l'apport de matière par convection vers la membrane est composé par un départ vers le coeur de la solution dû à la diffusion des molécules.

Le principe de l'E.U.F consiste à perturber cet équilibre en superposant un flux de migration électrophorétique à ceux déjà cités. Si ce flux est dirigé dans le même sens que la convection, il y a aggravation de la polarisation de concentration avec des effets néfastes sur le flux de transfert de matière.

Par contre, si le flux est dans le même sens que la diffusion, on aboutit à une amélioration du flux de transfert de matière. [6].

III.5- PARAMETRES INFLUANCANT L'E.U.F :

Le procédé d'E.U.F consiste à créer un champ électrique entre deux électrodes placées de telle façon qu'apparaisse une force de nature électrique qui s'oppose à la force due à l'écoulement transmembranaire. (Voir figure III.1).

III.5.1- Tension appliquée et vitesse d'écoulement :

Avant de parler de l'influence de la tension appliquée, on définira la notion de tension critique notée E_C .

La tension critique est définie comme étant la tension pour laquelle la vitesse nette de migration vers la membrane est nulle. A cette tension, le flux de transfert des molécules vers la membrane par convection est égal au flux de transfert des molécules en sens inverse par diffusion et migration électrophorétique.

La figure III-3 montre les différents régimes d'opération pour une E.U.F en fonction de la valeur de la tension appliquée (E) par rapport à la tension critique (E_c) et aux différentes forces qui agissent sur une molécule dans chaque régime.

Régime 1 : $E < E_c$

Dans ce régime, la migration principale des molécules s'effectue vers la membrane engendrant la formation d'un dépôt sur une surface, ce qui explique l'augmentation de la concentration en molécules à proximité de la membrane par rapport à la suspension. Dans cette phase toute augmentation de la vitesse tangentielle provoquera un accroissement de la vitesse de filtration.

Régime 2 : $E = E_c$

C'est le cas où la migration globale des molécules est absente. Donc il n'y a pas de gradient de concentration à l'interface membrane / macromolécules. Ainsi l'augmentation de la vitesse tangentielle n'a aucune influence sur la vitesse de filtration.

Régime 3 : $E > E_c$

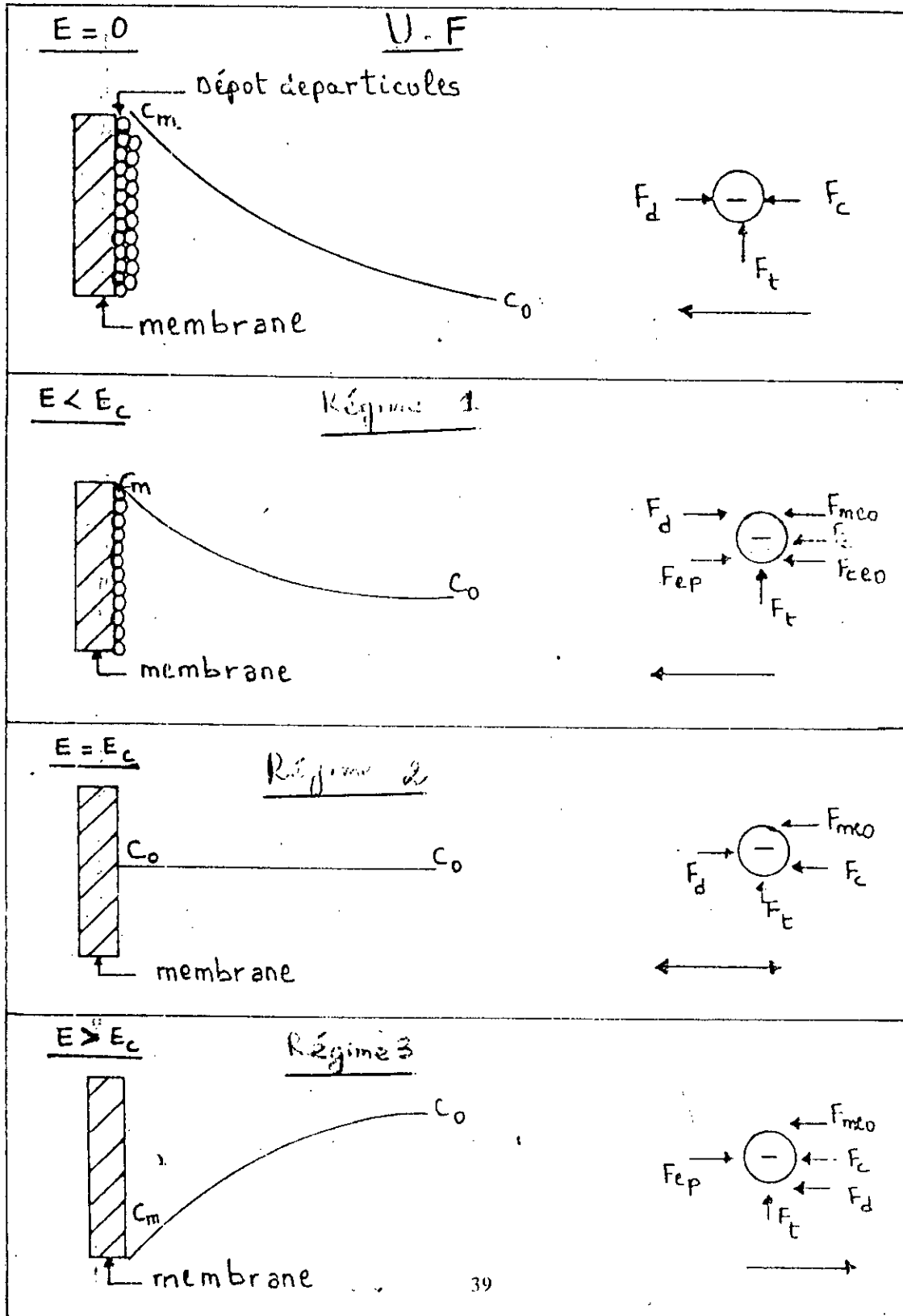
Dans cette étape, la vitesse de migration électrophorétique est supérieure à la vitesse de transfert convectif à travers la membrane. Dans ce cas les molécules se concentrent loin de la membrane et la concentration des molécules est minimale à sa proximité. Donc le gradient de concentration à l'interface membrane/suspension est l'opposé de celui observé en régime 1. L'augmentation de la vitesse tangentielle provoquera la migration des molécules vers la surface de la membrane, d'où la réduction de la vitesse de filtration. Le dernier cas n'est pas intéressant en E.U.F. [11], [12].

III.5.2- Pression appliquée : [13]

En E.U.F, le débit de filtrat augmente proportionnellement à la pression jusqu'à une valeur limite. A partir de cette dernière, le débit de filtrat est contrôlé par la résistance due à la concentration de polarisation des molécules.

Dans ce cas toute élévation de la pression augmentera l'épaisseur du gâteau formé, ce qui n'aura plus d'influence sur le débit de filtrat. Cette valeur critique dépend du potentiel appliqué et de la vitesse tangentielle et elle varie dans le même sens qu'eux.

Figure III. 3 : Les différents régimes de fonctionnement pour une EUF en fonction de la valeur de la tension appliquée (E) par rapport à la tension critique (E_c), et aux différentes forces qui agissent sur une particule dans chaque régime (F_T - force de cisaillement, F_d - force de diffusion, F_C - force de convection, F_{cp} - force électrophorétique, F_{meo} - force électro-osmotique due à la membrane, F_{ceo} - force électro-osmotique due au gâteau).



III.5.3- Influence de la concentration : [14]

Dans le régime $E > E_C$, il n'y a pas de formation d'une couche de polarisation des molécules à la surface de la membrane, c'est-à-dire que la concentration des molécules à l'interface membrane/macro-molécules est faible donc l'effet de la concentration de la solution est négligeable.

Dans le régime $E = 0$ ou $E < E_C$, une augmentation de concentration induit une diminution assez importante de la vitesse de filtration et cela est dû à la présence d'une couche de polarisation.

III.5.4- pH de la solution à traiter :

Le pH de la solution à traiter affecte la charge de surface de la molécule et donc modifie sa mobilité. Cette charge électrostatique est due principalement aux amino-acides qui portent des groupes acides ou basiques sur des chaînes latérales, en effet, les groupes carboxyles ou aminés terminaux sont impliqués dans la liaison peptidique et ne contribuent pas à la charge, à l'exception de ceux qui se trouvent à l'extrémité des chaînes.

Dans une solution fortement acide, la protéine porte sa charge positive maximale. Si elle contient N groupes acides cationiques, cette charge vaut $+n$, si N protons sont retirés par ajout de base, la charge nette (différence entre le nombre de charges positives et négatives) s'annule. Le pH alors atteint est défini comme le point iso-ionique qui correspond au point isoélectrique à condition que la protéine ne fixe pas d'autres ions que le proton. En conséquence, le changement de pH de la solution protéique influe sur la vitesse de filtration. [13], [15].

III.5.5- Conductivité de la solution : [14]

Ce paramètre joue un rôle important en E.U.F.

La conductivité dépend de la concentration et de la température de la solution.

III.6- MODELES MATHEMATIQUES DE L'E.U.F :

Nous présenterons dans cette partie les deux modèles les plus utilisés à savoir :

- * Modèle du film.
- * Modèle de HENRY.

III.6.1- Modèle du film : [6]

Lors de l'application d'un champ électrique, la vitesse de perméation est due à deux mécanismes de transfert : Le premier tient compte du transfert dans le film de l'U.F et le second de la migration électrophorétique des particules sachant que la vitesse serait le produit de la mobilité U par le champ électrique E .

$$J_V (C - C_p) = -D \frac{dC}{dX} \pm U \cdot E \cdot (C - C_p) \quad (\text{III-3})$$

En considérant le coefficient de diffusion D comme indépendant de X (c'est-à-dire indépendant de la concentration), on obtient par intégration de cette relation sur toute la couche limite :

$$J_V = \frac{D}{\delta} \cdot \text{Ln} \left(\frac{C_m - C_p}{C_0 - C_p} \right) \pm U \cdot E \quad (\text{III-4})$$

$$J_V = K \cdot \text{Ln} \left(\frac{C_m - C_p}{C_0 - C_p} \right) \pm U \cdot E \quad (\text{III-5})$$

Soit pour une membrane très sélective ($C_p = 0$) :

$$J_V = K \cdot \text{Ln} \left(\frac{C_m}{C_0} \right) \pm U \cdot E \quad (\text{III-6})$$

Suivant le sens du champ appliqué, on peut avoir deux cas :

1^{er} cas :

La direction du champ est dans le sens d'une aggravation de la polarisation de concentration. C'est-à-dire, dans le sens de la convection, on conviendra ici de qualifier l'orientation de ce champ de « négative ».

Le flux de perméat devient :

$$J_V = K \cdot \text{Ln} \left(\frac{C_m}{C_0} \right) - U \cdot E \quad (\text{III-7})$$

2^{ème} cas :

Dans ce cas, la direction du champ provoquera le déplacement des molécules de la direction de la diffusion et il est « positif ». Le flux de perméat s'écrit :

$$J_V = K \cdot \text{Ln} \left(\frac{C_m}{C_0} \right) + U \cdot E \quad (\text{III-8})$$

III.6.1.1- Application du modèle osmotique au modèle du film : [16], [17]

On représente convenablement la pression osmotique des solutions macro-moléculaires dans un large domaine de concentration par un polynôme du troisième degré, tel que :

$$\Delta\pi = a_1.C_m + a_2.C_m^2 + a_3.C_m^3 \quad (\text{III-9})$$

VILKER a déterminé les valeurs des coefficients a_i pour des solutions d'albumine à différents pH.

SANCHEZ a pu simplifier l'expression précédente en l'écrivant sous forme :

$$\Delta P = a.C_m^n \quad (\text{III-10})$$

En présence d'un champ électrique E , normal à la membrane, un flux de migration est induit :

$$J_s^m = U.E.C \quad (\text{III-11})$$

U : Mobilité électrophorétique de l'espèce considérée.

A l'état stationnaire, suivant la direction normale à la membrane, on a :

$$J_v.C = -D.\frac{dC}{dX} + U.E.C + J_v.C_p \quad (\text{III-12})$$

L'intégration de cette équation sur l'épaisseur δ du film diffusionnel, en supposant que E , D et U sont constants et pour un taux de rejet total ($C_p=0$), conduit à :

$$J_v = U.E + K.Ln\left(\frac{C_m}{C_0}\right)$$

En utilisant le modèle osmotique :

$$\Delta P = R.J_v + \sum_{i=1}^n a_i.C_m^i \quad (\text{III-13})$$

$$\Delta P = R.J_v + \sum_{i=1}^n a_i.C_0^i \cdot \exp[i(J_v - U.E) / K] \quad (\text{III-14})$$

Où plus simplement :

$$\Delta P = R.J_v + a.C_0^n \cdot \exp[n(J_v - U.E) / K] \quad (\text{III-15})$$

L'influence d'une variation du champ électrique sur la densité de flux est donné par le terme $\frac{dJ_v}{dE}$.

En différenciant l'équation en tenant compte du fait que la pression et le champ sont indépendants et que K est indépendant de J_v et de E .

$$\frac{dP}{dE} = 0 \Rightarrow \frac{dJ_v}{dE} = \frac{4}{1 + \frac{K.R}{n.a.C_0^n \cdot \exp[n(J_v - U.E) / K]}} \quad (\text{III-16})$$

L'influence du champ électrique sera d'autant plus marquée que le terme :

$$\frac{K.R}{n.a.C_0^n \cdot \exp[n(J_V - U.E)/K]}$$

sera faible devant l'unité.

Une meilleure efficacité du champ électrique sur la densité de flux sera obtenue pour des valeurs de K faibles et C₀ importantes et donc pour de fortes polarisations.

Aux faibles valeurs du champ, le terme $\exp[n(J_V - U.E)/K]$ est grand et $\frac{dJ_V}{dE}$ tend vers la mobilité U.

Aux fortes valeurs du champ électrique, $\exp[n(J_V - U.E)/K]$ tend vers zéro. La polarisation osmotique devient nulle et la concentration à la surface de la membrane tend vers zéro.

III.6.2- Modèle de HENRY :

D'après la théorie de HENRY, le flux de filtration peut être exprimé par l'équation suivante : $J_V = \frac{\Delta P}{\mu \cdot R_T}$ (III-17)

La résistance totale est exprimée en fonction des résistances du film, de la membrane et du gâteau, tel que :

$$R_T = R_f \cdot \Delta P + R_M + R_C \quad (III-18)$$

et l'équation du flux devient :

$$J_V = \frac{\Delta P}{\mu \cdot (R_f \cdot \Delta P + R_M + R_C)} \quad (III-19)$$

On obtient les résistances du film, de la membrane et du gâteau en utilisant plusieurs hypothèses et des données expérimentales :

$$R_f = \frac{1}{\mu \left[K \cdot \ln \left(\frac{C_m}{C_0} \right) + U \cdot E \right]} \quad (III-20)$$

$$R_M = \frac{R_{0M}}{1 + \frac{K_M \cdot E \cdot R_{0M}}{\Delta P}} \quad (III-21)$$

$$R_C = \frac{R_{0C}}{1 + \frac{K_C \cdot E \cdot R_{0C}}{\Delta P}} \quad (III-22)$$

En introduisant (III-20); (III-21) et (III-22) dans (III-19), on obtient :

$$J_v = \frac{\Delta P}{\frac{\Delta P}{K \cdot \ln\left(\frac{C_m}{C_0}\right) + U \cdot E} + 1 + \frac{R_{0M}}{K_M \cdot E \cdot R_{0M} \cdot \Delta P} + 1 + \frac{R_{oc}}{K_C \cdot E \cdot R_{oc} \cdot \Delta P}}$$

III.7- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES :

- [1] Y. LEMOUSSEKH, S. BOULAHCHICHE, Amélioration du procédé d'ultrafiltration par application d'un champ électrique. Thèse PFE. ENP Alger (1989).
- [2] P. AIMAR, S. BAKLOUTI, V. SANCHEZ, Membrane/soluté interaction, influence ou pure solvant transfert during U.F. Journal of membrans sciences. N° 29. PP 207-224. (1986).
- [3] A.L. COPAS, S. MIDDLEMAN. Use of convection promotion in U.F. of a gel-forming soluté. Ind. Eng. Chem. Process. Des. Develop. N° 13. V2. (1974).
- [4] C.M. GOODING. Chemical engineering : Reverse osmosis and U.F. solve separation problems. PP 56-62. (1985).
- [5] EJI. TRITANT, KATSWHISEHASHI, TOSHIRO MURASE. Analysis of filtration mechanism of dead-end electro U.F for proteinaceous solution. Journal of chemical engineering of JAPAN.
- [6] O. BENTAYEB, Conception d'une installation d'U.F et application sur une protéine modèle de BSA en présence de promoteur de turbulence. Thèse PFE. ENP Alger. (1994).
- [7] H. DEBALMANN, M.J. CLIFTON, V. SANCHEZ, Electrophorèse en veine liquide - Formation d'un signal de protéines sous l'effet d'un champ électrique. R.P.G.D.T. (1989).
- [8] M. CLIFTON, E. CASA DEMONT, F. ESCALE, V. SANCHEZ, Electrophorèse de zones à écoulement continu. Recherche d'une résolution maximale. R.P.T.S.M. Nancy. Vol 02. N° 02. (1987).
- [9] M. POUX, B. BISCANS, J. BERTRAND. Séparation de protéines dans une cellule d'électrophorèse préparative. Modélisation des phénomènes hydrodynamiques et les transferts thermiques et massiques. R.P.T.S.M. Nancy. Vol 01. N° 02. (1987).
- [10] J.D. HENRY, L.F. LAWLER, C.H. ALEX KUO, A solid liquid separation process based on crossflow and electrofiltration. AIChE Journal. Vol 23. N° 6. PP 851-859. (1977).

- [11] P. FREUND, Etude des phénomènes de transfert en U.F. et E.U.F. sur membranes minérales de solutions protéiques modèles.
Thèse docteur UST MONTPELIER. (1989).
- [12] F. SILEM, B. ZEBOUDJI, optimisation du procédé de microfiltration par application d'un champ électrique. Thèse PFE. ENP. Alger. (1992).
- [13] C. VISVANATHAN, Rôle de la fraction colloïdale et influence d'un champ électrique sur les phénomènes de colmatage en microfiltration tangentielle. Thèse Docteur INP Toulouse. (1988).
- [14] Ultrafiltration et microfiltration tangentielles : Une croissance exponentielle. BIOFUTUR. (1989).
- [15] C. VISVANATHAN, R. BENAÏM, S. VIGENSWARAN, Rôle d'un champ électrique dans l'augmentation des performances de la microfiltration tangentielle. R.P.G.D.T. (1989).
- [16] D. VIVONI, P. AIMAR, V. SANCHEZ. Modification de la polarisation de concentration par action d'un champ électrique. Congrès filtre. Paris (Novembre 1986).
- [17] A. CHERGUI. Amélioration des performances de l'ultrafiltration par utilisation de promoteurs de turbulence.
Thèse de Magister. ENP Alger. (1992).

CHAPITRE IV

CARACTERISATION DES PROTEINES

	Page
IV.1- INTRODUCTION.....	47
IV.2- LA BOVINE SERUM-ALBUMINE.....	47
IV.3- CRITERES DE SOLUBILITE D'UNE PROTEINE.....	48
IV.3.1- Influence du pH.....	48
IV.3.2- Influence de la force ionique.....	49
IV.3.3- Influence des solvants organiques.....	49
IV.3.4- Influence de la température.....	49
IV.4- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	50

CHAPITRE IV

CARACTERISATION DES PROTEINES

IV.1- INTRODUCTION :

Notre travail visant essentiellement le contrôle et la réduction de la couche de polarisation lors des séparations par ultrafiltration des solutions protéinées, pour cela, il y a lieu de donner un bref aperçu sur ces solutions biologiques, ainsi que sur leurs propriétés.

IV.2- LA BOVINE SERUM-ALBUMINE (B.S.A) :

Le sang est un élément vivant, liquide, irrigant tous les tissus de l'organisme.

Le sang se compose de deux parties : le plasma et les cellules (éléments figurés) qui peuvent être séparés par centrifugation du sang préalablement rendu incoagulant par addition d'un réactif anti-coagulant (l'héparine). [1].

Le sang animal contient 150 g de protéines par litre [2], [3]; il peut être utilisé directement comme source de protéines.

Son fractionnement en cruor et en plasma est un bon moyen pour utiliser chaque fraction [4]. Le tableau IV-1 indique la composition du sang animal et ses deux dérivés.

Pour la détermination des concentrations des éléments chimiques dans le sang, le cruor et le plasma, deux techniques peuvent être utilisées :

- La spectrophotométrie d'adsorption atomique.
- La photométrie de flamme.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau IV-2.

Le plasma, étant une fraction du sang, contient 75,5 g de protéines par litre. Ce chiffre représente une quantité considérable de protéines. Parmi ces protéines, la serum-albumine est la plus abondante puisqu'elle représente environ 60% de la masse totale des protéines plasmiques. C'est aussi la protéine sérique la plus mobile, sa molécule est ellipsoïdale (150 x 38 Å), sans doute constituée d'une chaîne polypeptidique, son point isoélectrique $pH_i = 4,8$. Elle a une masse de 69000 DALTON.

Dans le plasma, cette protéine intervient dans l'équilibre osmotique. [5], [6].

	Sang	Plasma	Cruor
Eau	80-85	90-92	70-78
Protéines	15-18	6-8	25-29
Lipides	0,15	0,5-1	0,2
Glucides	0,1	0,08-0,12	-
Sels minéraux	1	0,8-0,9	Traces
Autres substances	0,55	0,2-0,3	-
Matières sèches	15-20	8-10	20-30

Tableau (IV-1) : Composition chimique du sang, plasma, cruor bovin en g/100 ml [9]

Composition chimique en %	Matière sèche	Matière brute
Humidité	-	9
Matière sèche	-	91
Protéines	81	-
Calcium	0,29	-
Phosphore	0,25	-
Sodium	0,32	-
Magnésium	0,22	-
Potassium	0,09	-

Tableau (IV-2) : Concentration d'éléments chimiques dans le sang [9]

IV.3- CRITERES DE SOLUBILITE D'UNE PROTEINE : [7], [8]

Les protéines en solution sont des électrolytes, et donc leur solubilité est fonction de quatre variables qui sont :

- Le pH.
- La force ionique.
- Les propriétés électriques du solvant.
- La température.

IV.3.1- Influence du pH :

Toutes les protéines globulaires ont une solubilité minimale pour un pH qui diffère d'une protéine à l'autre. C'est le pH iso-électrique de la protéine.

A son pH iso-électrique, la protéine ne porte pas de charge électrique nette et ne migre pas dans un champ électrique. N'étant plus chargée, il n'y aura plus de répulsion entre les molécules, elles vont former des agrégats et précipiter.

Pour des pH supérieurs ou inférieurs au pH_i , toutes les molécules protéiques ont une charge nette du même signe, elles se repoussent, empêchant la formation d'agrégats insolubles.

Le pH iso-électrique est fonction du contenu en acides aminés à radicaux ionisables. Quand le pH d'un mélange protéique est ajusté au pH isoélectrique de l'une des protéines d'un mélange, cette protéine précipite, alors que les autres restent en solution. Les protéines précipitées par cette méthode conservent leur conformation native.

Les protéines peuvent fixer des cations ou des anions sur leur structure, ce qui fera varier le pH_i . Quand la protéine purifiée est dissoute dans de l'eau. Le pH de la solution obtenue est le pH iso-ionique qui est une constante pour une protéine donnée.

IV.3.2- Influence de la force ionique :

A faible concentration, les sels augmentent la solubilité de nombreuses protéines (les sels d'ions divalents tq Mg^{2+} et NH_4^+ sont plus efficaces que les sels d'ions monovalents).

La force ionique des solutions de sels d'ions neutres est responsable de cette action.

Quand la force ionique augmente, la solubilité d'une protéine diminue. A une force ionique suffisamment élevée la protéine devient insoluble et précipité : c'est le relargage par les sels.

Les protéines isolées par relargage conservent leur conformation native. En général, on utilise comme sel le $SO_4 (NH_4)_2$ car il est très soluble dans H_2O et a une force ionique très élevée.

IV.3.3- Influence des solvants organiques :

Les solvants organiques neutres, miscibles à l'eau (tel que l'éthanol, l'acétone) diminuent la solubilité dans l'eau de la plupart des protéines globulaires.

IV.3.4- Influence de la température :

La solubilité des protéines augmente pour des températures variant entre 0 et 40°C.

IV.4- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES :

- [1] J.C. CHEFTEL, J.L. CUO, D. LORIENT, protéines alimentaires. PP 20-194. (1985).
- [2] Revue technologique des industries de la viande et des denrées d'origine animale. R.T.V.A. N° 159. (Juin 1980).
- [3] Laboratoires EUROBIO, 7 avenue de Scandinavie 91953 les ULIS CEDEX 13, France.
- [4] Thèse 205. Ecole Nationale de Médecine Vétérinaire. SIDI THABET.
- [5] C. AUDIGIE, Biochimie structurale, Editions Doin. Paris. P 69. (1976).
- [6] Y. HIROSHI, M. TERUMIKO, K. TOSHIYUKI, M. MASSARU, Continuous separation of proteins from colloidal solution containing kinds of proteins with isoelectric focusing. Journal of chemical engineering, N° 021, PP 262-266. JAPAN. (1988).
- [7] POLONOVSKI, Biochimie : Les peptides, OPU, Réimpression. (1987).
- [8] C. KESSOUS, Biochimie structurale, OPU, Réimpression. (1993).
- [9] S. MOHSNI, M.A. RIAHI, Analyse et valorisation des rejets sanguins des abattoirs, Ecole supérieure des sciences et techniques de Tunis, TUNISIE. (1995).

PARTIE EXPERIMENTALE

	Page
CHAPITRE I : DISPOSITIF ET MATERIEL.....	52
CHAPITRE II : RESULTATS ET INTERPRETATIONS.....	60

CHAPITRE I

DISPOSITIF ET MATERIEL

	Page
I.1- DISPOSITIF EXPERIMENTAL.....	53
I.2- DESCRIPTION DE LA CELLULE.....	55
I.3- LA MEMBRANE D'ULTRAFILTRATION.....	55
I.4- LE PROMOTEUR DE TURBULENCE.....	55
I.5- ALIMENTATION ELECTRIQUE.....	55
I.6- LES SOLUTIONS.....	58
* Solution d'électrolyte.....	58
* Solution tampon.....	58
* Solution de BSA.....	58
I.7- SUIVIE DES EXPERIENCES.....	58

CHAPITRE I

DISPOSITIF ET MATERIEL

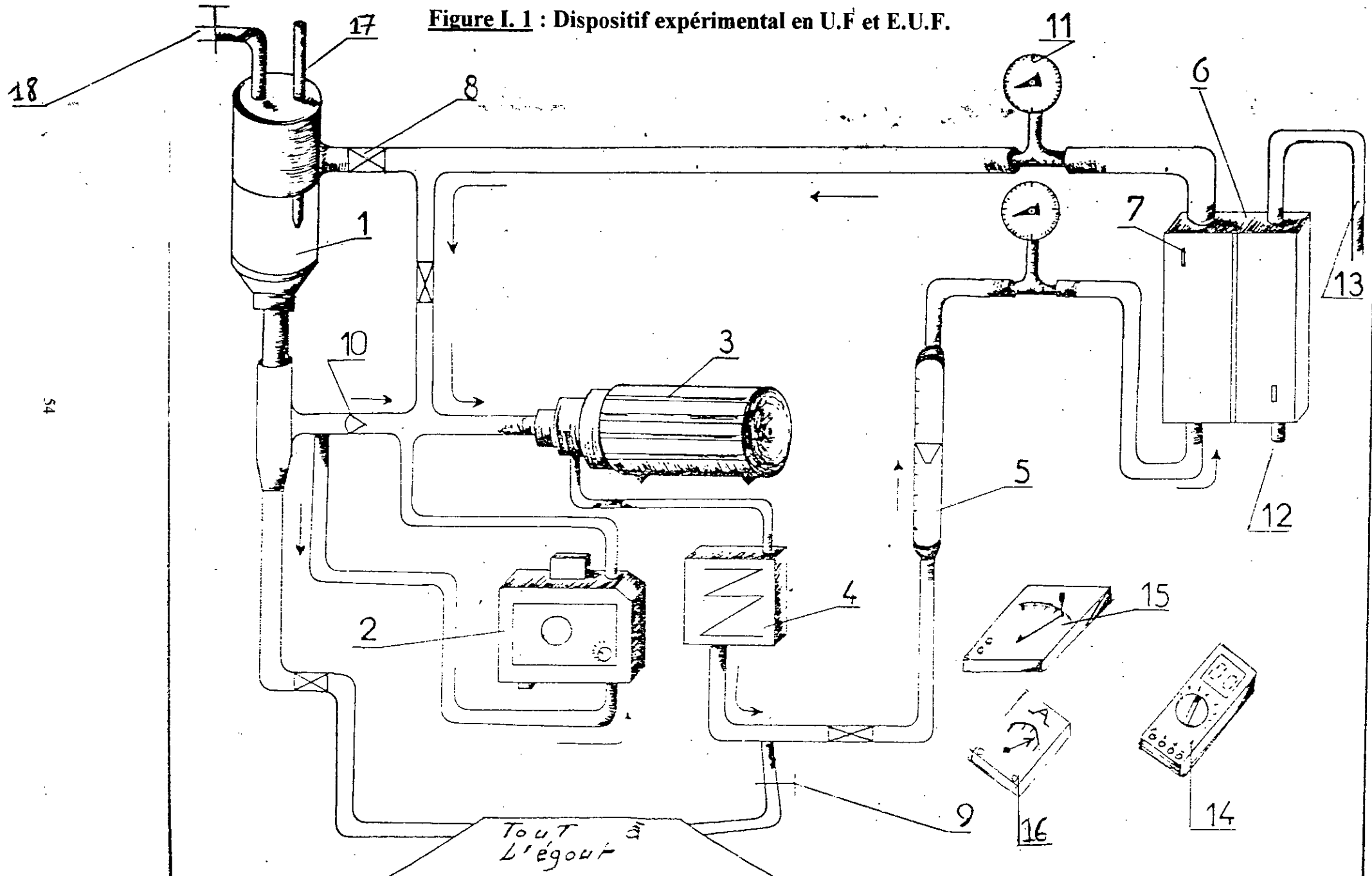
I.1- DISPOSITIF EXPERIMENTAL : (figure I-1)

Dans le but de réaliser cette étude, on a utilisé l'installation composée des éléments suivants :

- . Un bac de charge (1) alimentant le dispositif expérimental (volume de 3 litres).
- . Une pompe volumétrique (2) permettant de varier la pression par période de pulsations (environ 0,1 bar par pulsation), celle-ci est mise hors-circuit dès l'obtention de la pression désirée.
Cette pompe est aussi utilisée avec pulsation continue lors du lavage à l'eau courante, nous créons ainsi un débit pulsé qui améliore considérablement le décolmatage de la membrane.
- . Une pompe centrifuge (3) nécessaire à la recirculation dans le dispositif de la solution à ultrafiltrer.
- . Un cryostat (4) permet de travailler à température constante et il permet aussi de refroidir la solution.
- . Un débitmètre (5) placé au dessus d'une vanne (10) permettant le contrôle de la vitesse de recirculation et la pression transmembranaire.
- . Une cellule d'ultrafiltration (6).
- . Des électrodes (7) servant à l'alimentation électrique.
- . Des vannes (8).
- . Des robinets (9).
- . Deux manomètres (11), l'un placé à l'aval, l'autre à l'amont de la cellule d'ultrafiltration. Ils permettent la lecture des pressions à l'entrée et à la sortie de la cellule.
- . Bouchon de vidange compartiment filtrat (12).
- . Sortie du perméat (13).
- . Un multimètre (14) permettant la lecture du potentiel imposé.
- . Un potentiostat (15) permettant l'alimentation électrique dans la cellule.
- . Un ampèremètre (16) permettant la lecture de l'intensité de courant.
- . Un thermomètre à mercure (17) permettant d'indiquer la température de la solution. On le place dans le bac de charge.
- . Un robinet d'alimentation en eau courante (18).

La liaison entre ces différents éléments se fait à l'aide de tubes en P.V.C.

Figure I. 1 : Dispositif expérimental en U.F et E.U.F.



I.2- DESCRIPTION DE LA CELLULE : (figure I-2)

La cellule est composée de deux compartiments en plexiglas, l'un destiné à recueillir la solution à filtrer (2) et l'autre à recueillir le perméat (6).

Ces deux compartiments sont séparés par une grille déployée en métal (3) jouant le rôle de promoteur de turbulence et d'anode en E.U.F. suivie d'une membrane (5) placée sur un support poreux (4).

De l'autre côté du compartiment perméat est placée une plaque en inox (8) : c'est la cathode.

L'écoulement se fait de façon tangentielle. Le retentat est recueilli grâce à une sortie (10) prévue juste au niveau du compartiment (2) et le perméat au niveau du compartiment (6) à travers la sortie (7).

Afin de minimiser le risque de fuite, on utilise des vis de serrage traversant la cellule d'un côté à l'autre, ainsi qu'un joint en silicone souple (9) en répartissant uniformément la pression sur la surface.

I.3- LA MEMBRANE D'ULTRAFILTRATION :

La membrane utilisée tout au long de nos expériences, est une membrane DDS en polysulfone ayant un seuil de coupure de 20.000 DALTON.

I.4- LE PROMOTEUR DE TURBULENCE :

C'est une grille en métal déployée obtenue par découpage et étriage d'une tôle d'acier inoxydable placée selon la configuration L D. (figure I-3). Cette grille est entourée d'un joint en silicone et elle joue le rôle d'électrode en E.U.F.

I.5- ALIMENTATION ELECTRIQUE :

Une alimentation continue (0 - 15V et 0 - 30V) est utilisée pour appliquer un champ électrique. Un multimètre permet de contrôler la différence de potentiel et l'intensité du courant circulant dans la cellule.

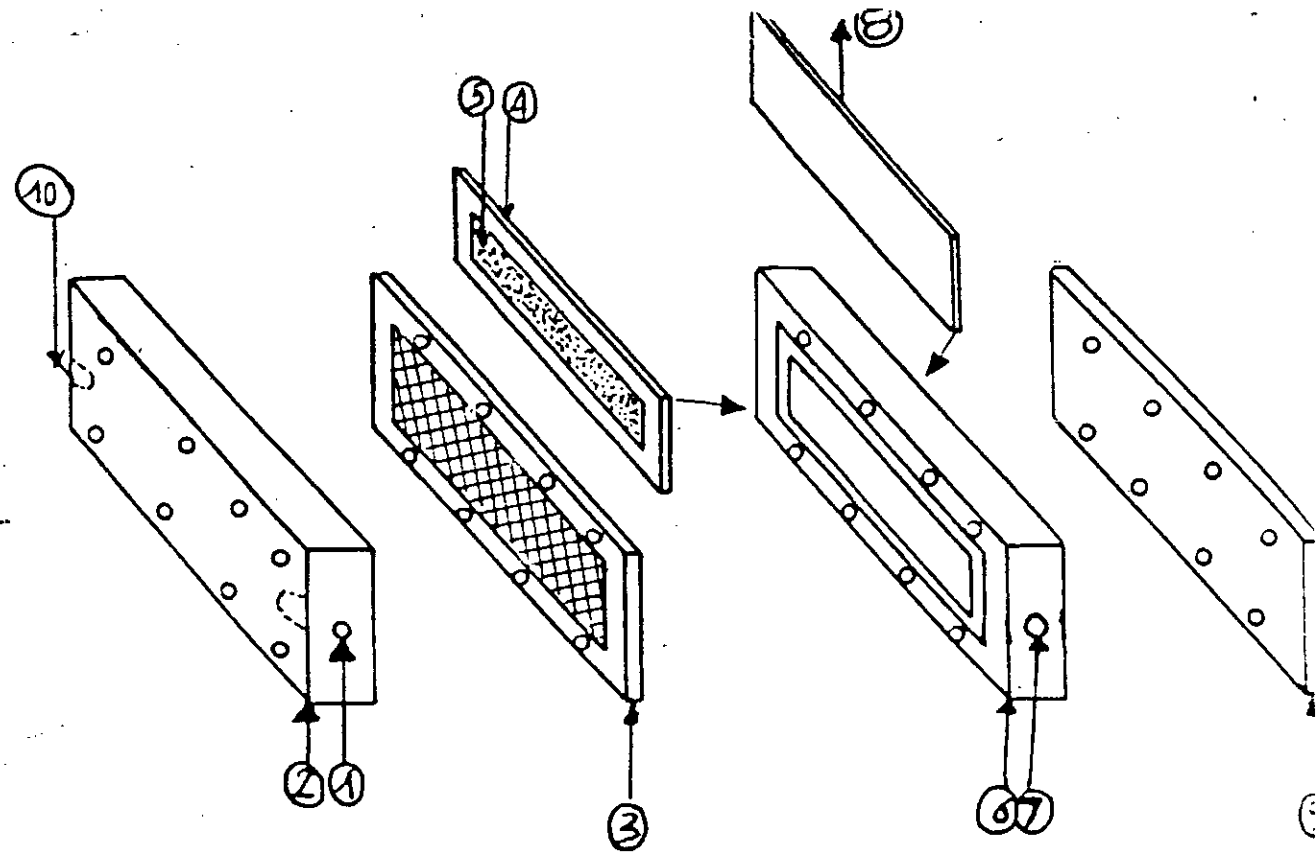
Le champ responsable de la migration des protéines sera déterminé grâce aux deux électrodes placées à l'intérieur de la cellule dont la distance entre eux est de 2,3 cm.

La valeur du champ est calculée de la façon suivante :

$$E = \frac{\text{Différence de potentiel électrique}}{\text{Distance entre les deux électrodes}}$$

Figure I. 2 : Montage de la cellule en U.F et E.U.F.

- ① l'entrée de la solution à filtrer
- ② canal d'écoulement
- ③ grille déployée entourée d'un joint
- ④ support
- ⑤ la membrane
- ⑥ collecteur de filtrat
- ⑦ sortie de perméat
- ⑧ grille en inox
- ⑨ pièce terminale
- ⑩ sortie du rétentat



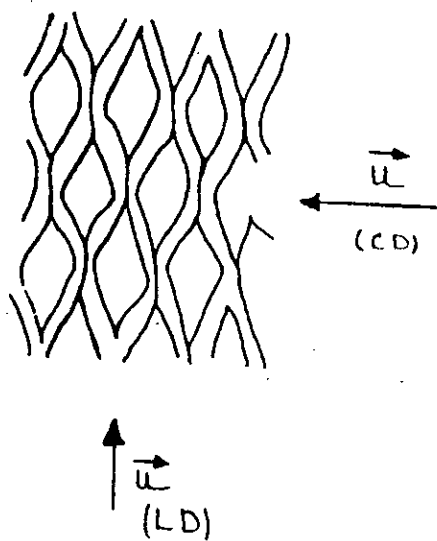


Figure I. 3 : Schéma représentant le promoteur de turbulence selon le sens d'écoulement.

I.6- LES SOLUTIONS :

Dans notre étude, la solution biologique utilisée est une solution d'albumine du serum de bovin (B.S.A).

I.6.1- Solution d'électrolyte :

La solution d'électrolyte utilisée est obtenue par dissolution de NaCl 0,2 M dans de l'eau distillée.

I.6.2- Solution tampon :

Le tampon utilisé est : KH_2PO_4 / Na_2HPO_4 , préparé dans les proportions suivantes :

- . KH_2PO_4 : 1/15 M.
- . Na_2HPO_4 : 1/15 M.

I.6.3- La B.S.A :

La solution protéinée utilisée, l'albumine du serum de bovin (BSA), est commercialisée sous forme de poudre par SIGMA CHEMICAL CO, sa pureté est de 96 - 99%, et elle contient 15,7% d'Azote et 3,1% d' H_2O (pourcentages massiques).

I.7- SUIVIE DES EXPERIENCES :

Tout au long de notre étude, on contrôle et on ajuste le débit de recirculation et la pression transmembranaire à l'aide des vannes de réglage. Avant et après chaque expérience, on calcule la perméabilité de la membrane. Si il y a un fort colmatage, on plonge la membrane dans une solution alcoolisée pendant 24 heures, ensuite, on fait passer la solution de lavage. (Voir Annexe B).

On vérifie à chaque fois que la concentration initiale de la solution protéinée est constante par dosage à l'aide d'un spectro-photomètre UV à une longueur d'onde de 278 nm (voir Annexe A).

On vérifie à chaque fois la température de la solution dans le système. La température moyenne est de 26°C.

Pour le maintien de cette température, on utilise un cryostat.

Le contrôle du pH du solvant et de la solution de BSA, s'effectue à l'aide d'un pH-mètre.

Remarques :

Tout au long de notre étude, on prélève le débit de perméat par empotage, c'est-à-dire, en mesurant le temps mis par le perméat pour remplir un volume donné.

Les tableaux donnant les résultats expérimentaux sont placés en Annexe (voir Annexe C).

CHAPITRE II

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

	Page
II.1- L'ULTRAFILTRATION	61
II.1.1- Introduction.....	61
II.1.2- Essai de perméabilité.....	61
II.1.3- Essai d'adsorption.....	63
II.1.4- Essai d'ultrafiltration à l'eau distillée et au solvant.....	63
II.1.5- Etude de l'évolution du flux de perméat en fonction du temps lors de l'U.F d'une solution de BSA.....	70
II.1.6- Etude de l'évolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire lors de l'U.F de solutions de BSA.....	74
II.1.7- Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge.....	74
II.1.8- Etude des mécanismes de transfert au niveau de la membrane.....	78
II.1.8.1- Détermination de la concentration de gel.....	78
II.1.8.2- Détermination du coefficient de transfert de masse.....	78
II.2- L'ELECTRO-ULTRAFILTRATION	80
II.2.1- Introduction.....	80
II.2.2- Variation du flux de perméat en fonction du temps.....	80
II.2.2.1- Cas de la variation discontinue du champ électrique.....	80
II.2.2.2- Cas de la variation continue du champ électrique.....	81
II.2.3- Variation du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire.....	81
II.2.4- Variation du champ électrique en fonction de l'intensité de courant.....	81

CHAPITRE II

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

II.1- L'ULTRAFILTRATION :

II.1.1- Introduction :

Avant d'entamer toute expérience, on doit tenir compte des conditions opératoires.

La plus importante de ces conditions est le maintien d'une perméabilité constante, car la diminution de cette dernière interprète les différents phénomènes qu'on peut rencontrer tels que : L'adsorption, le blocage stérique dans les pores... etc.

II.1.2- Essai de perméabilité :

Pour une vitesse de recirculation de 0,20 m/s, on prélève le débit de perméat du solvant par empotage en fonction de la pression transmembranaire.

Cette dernière est donnée par la formule suivante :

$$\Delta P = \frac{P_e + P_s}{2}$$

P_e : Pression d'entrée du module d'ultrafiltration.

P_s : Pression de sortie du module d'ultrafiltration.

Le tableau II-1 résume les résultats obtenus.

En portant graphiquement le flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire (figure II-1), on obtient une droite qui passe par l'origine.

On observe que le flux J_v croît avec la pression ΔP de façon linéaire.

Théoriquement, la perméabilité est donnée par la loi de DARCY.

$$L_p = \frac{J_v}{\Delta P}$$

Par analogie, on dira que la pente de la droite obtenue correspond à la perméabilité. On trouve $L_{p0} = 8,20 \text{ l/m}^2 \cdot \text{h} \cdot \text{bar}$.

Remarque : Ces essais ont été effectués pour une membrane neuve.

J_v (l/h.m²)

Ph=7, V=0,02 m/s

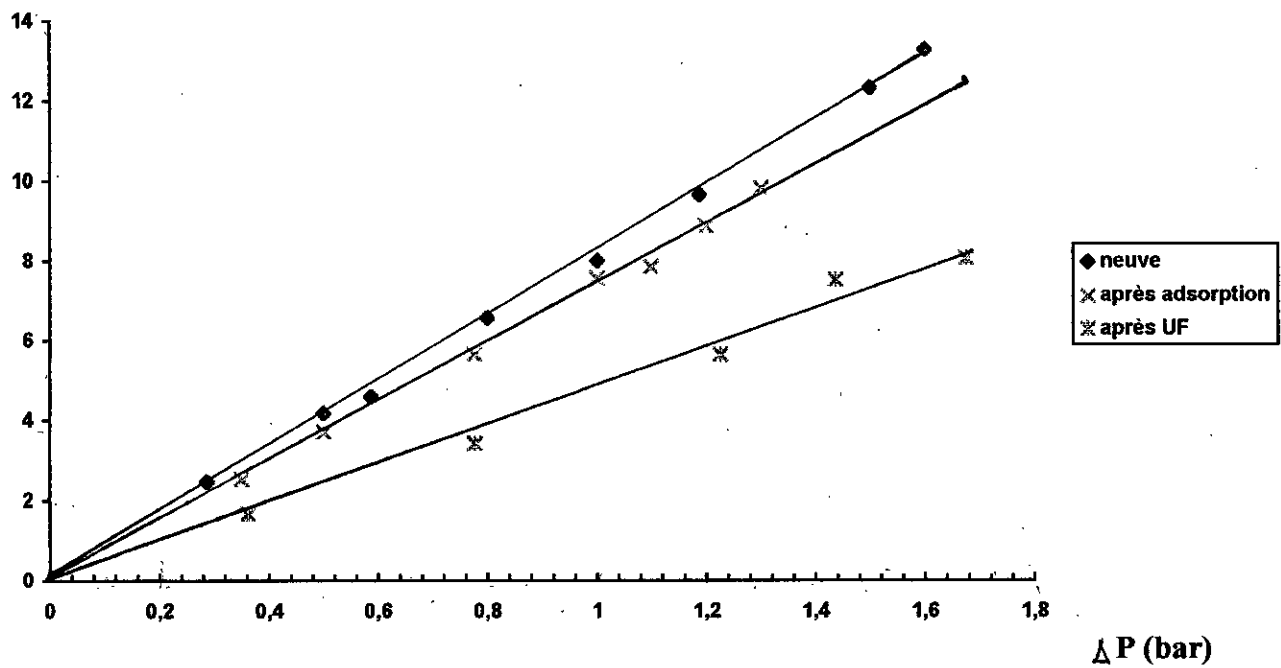


Figure II.1 : Evolution du flux de permeat en fonction de la pression transmembranaire avant et après adsorption.

II.1.3- Essai d'adsorption :

La qualification des phénomènes d'adsorption a été réalisé à une température moyenne de 20°C en plongeant la membrane d'U.F dans une solution de BSA à une concentration $C_0 = 6$ g/l.

Le temps de contact choisi est de 24 heures en milieu tamponné à pH 7 par une solution de phosphate, ce qui est suffisant pour atteindre une perméabilité indépendante du temps.

On effectue, ensuite, l'essai de la perméabilité de la membrane au solvant. Les résultats obtenus sont résumés sur le tableau II-2 et représentés sur la figure II-1.

La perméabilité obtenue est de $L_{p0} = 7,38$ l/h.m².bar et elle présente un taux d'abaissement de 10% par rapport à une membrane neuve.

Cette chute n'a pas d'incidences notables sur les résultats expérimentaux.

Ensuite, on effectue une ultrafiltration pendant 2 heures, et cette perméabilité devient : $L_{p0} = 4,78$ l/h.m².bar qui représente un taux d'abaissement par rapport à une membrane neuve de 41,7%. (Voir tableau II-3 et figure II-1).

Cette chute de perméabilité, qui est considérable, peut être expliquée par le phénomène de colmatage.

II.1.4- Essai d'ultrafiltration à l'eau distillée et au solvant :

Le but de ces essais est d'observer l'influence de la vitesse de recirculation et de la pression transmembranaire sur le flux de perméat, ce qui nous aidera à la régulation de ces deux paramètres pour les essais d'U.F des solutions de BSA.

Nous avons étudié, dans cet essai, l'évolution du flux de perméat de l'eau distillée et du solvant en fonction du temps pour des vitesses de recirculation variant de 0,050 m/s à 0,215 m/s et des pressions transmembranaires de 0,725 bar et 1,000 bar.

On résume les résultats obtenus sur les tableaux II-4 à II-19, et on les représente sur les figures II-2 à II-13.

Toutes les courbes tracées ont la même allure.

- Il y a une légère diminution du flux de perméat qui est suivie toute suite après par une stabilisation de ce flux qui atteint une valeur constante par rapport au temps. Ceci peut être expliquer par la transition du régime d'écoulement dans le système jusqu'à atteindre le régime stationnaire.
- On observe une légère augmentation du flux de perméat avec l'augmentation de la vitesse de recirculation.

J_v (l/h.m²)

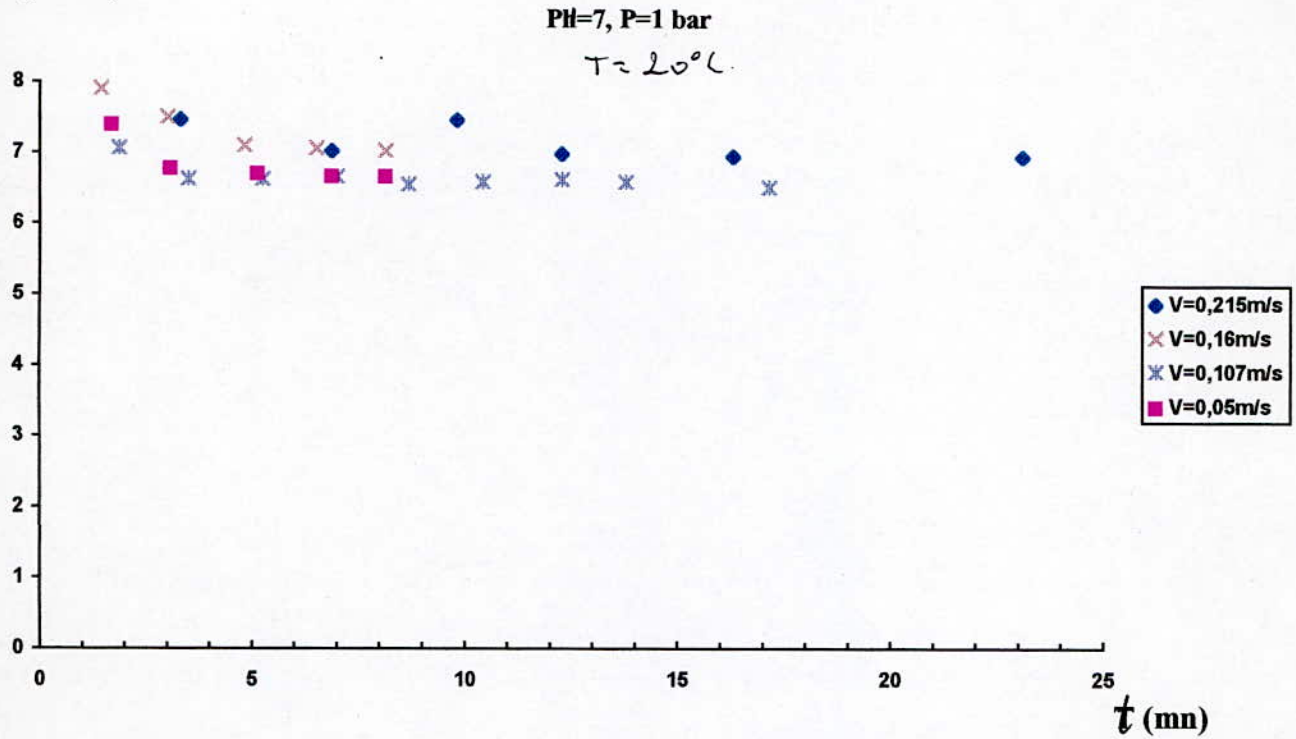


Figure II.2 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes vitesses (pour l'eau distillée).

J_v (l/h.m²)

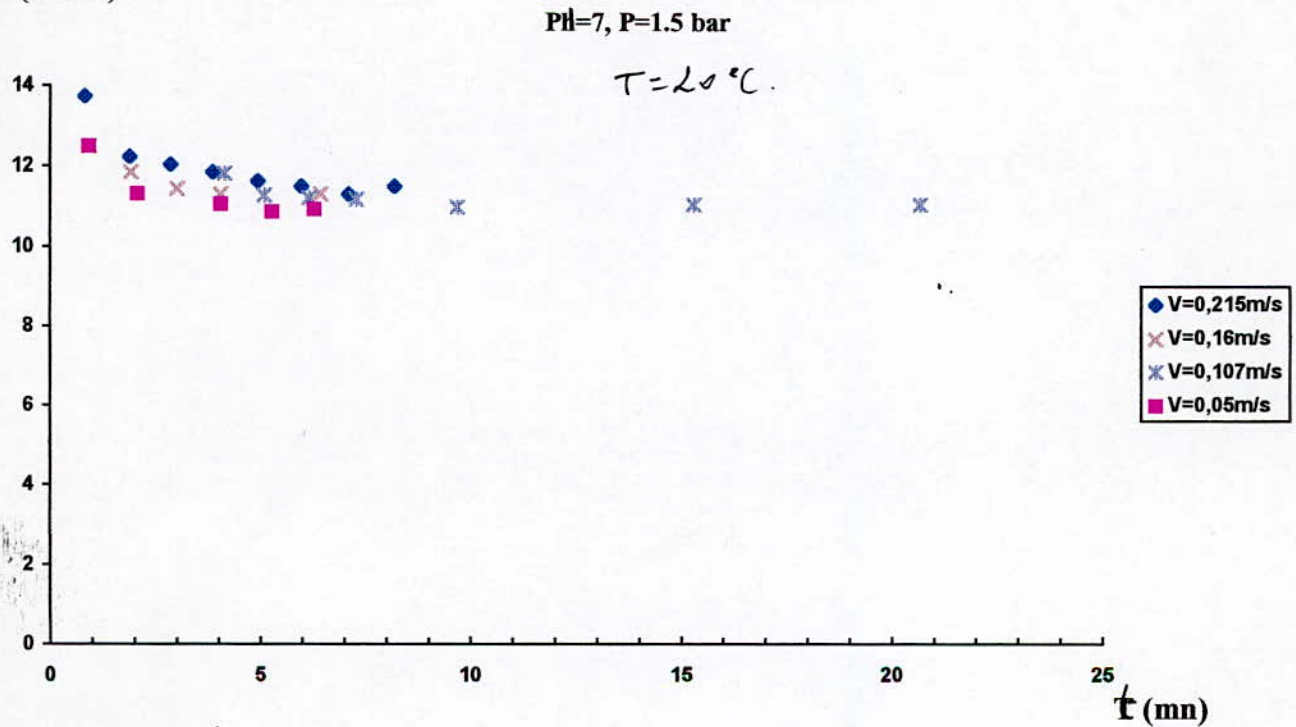


Figure II.3 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes vitesses (pour l'eau distillée).

J_v (l/h.m²)

$Ph=7$, $P=1$ bar

$T=20^\circ C$

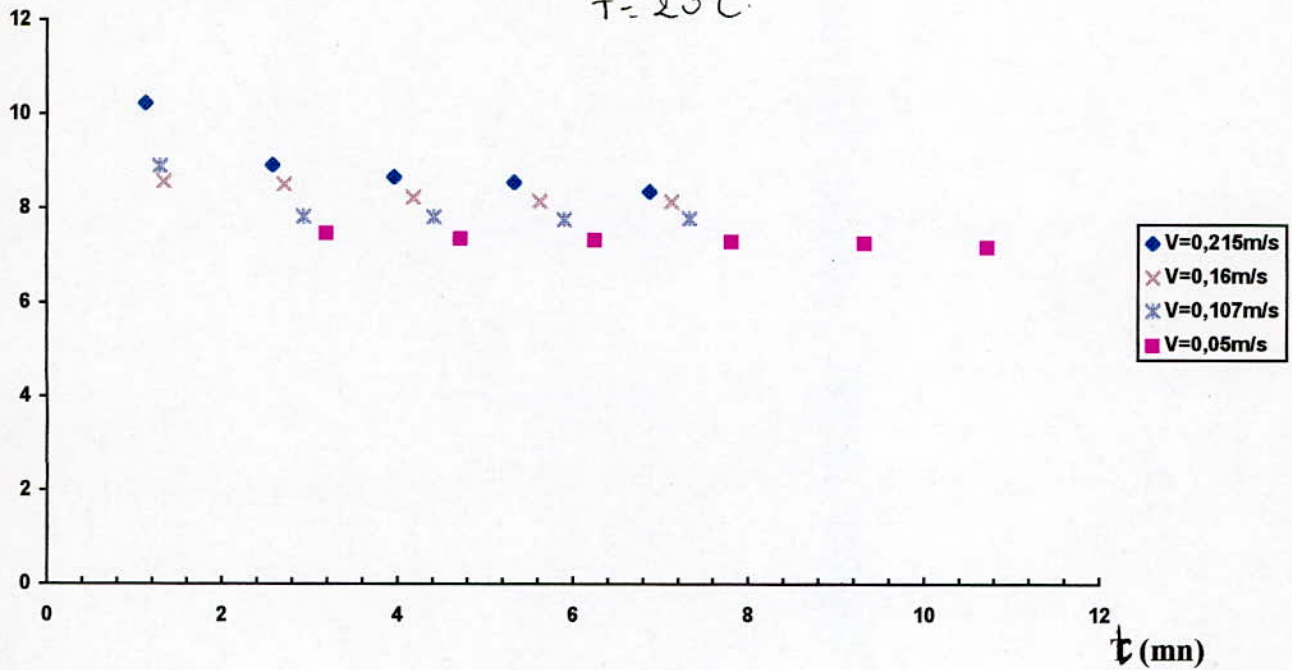


Figure II.4 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes vitesses (pour le solvant).

J_v (l/h.m²)

$Ph=7$, $P=1.5$ bar

$T=20^\circ C$

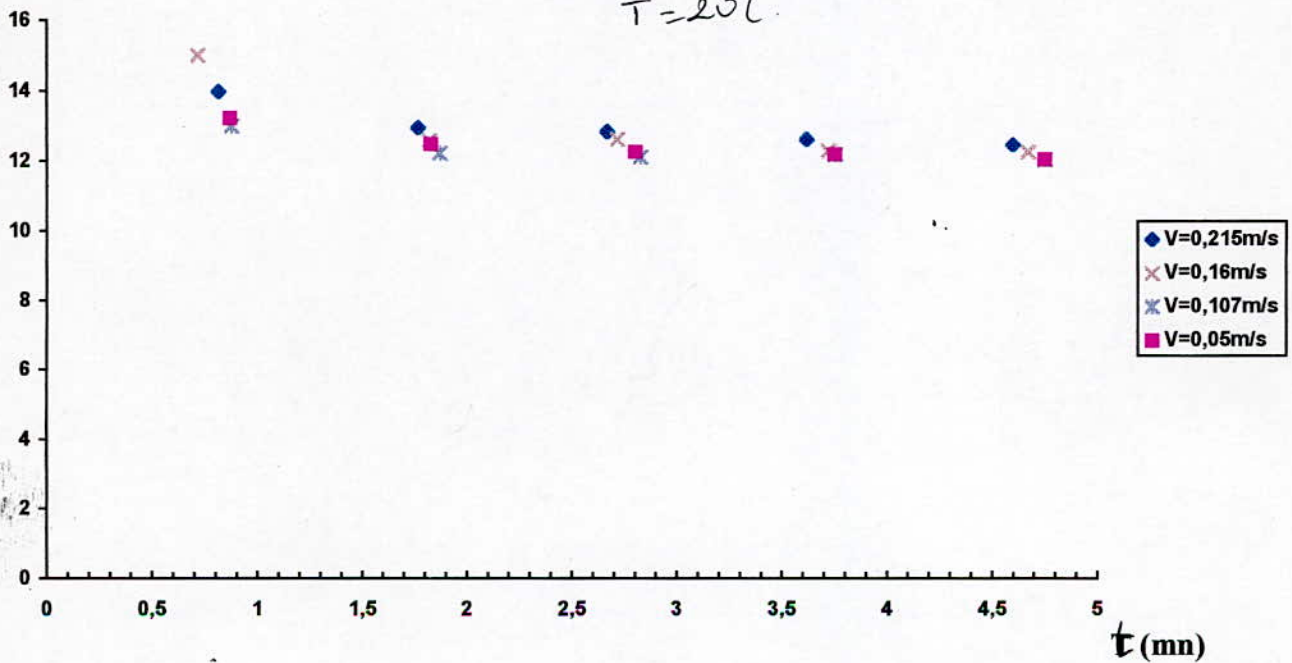


Figure II.5 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes vitesses (pour le solvant)._{6,5}

J_v (l/h.m²)

PH=7, V=0,05 m/s

T = 20°C

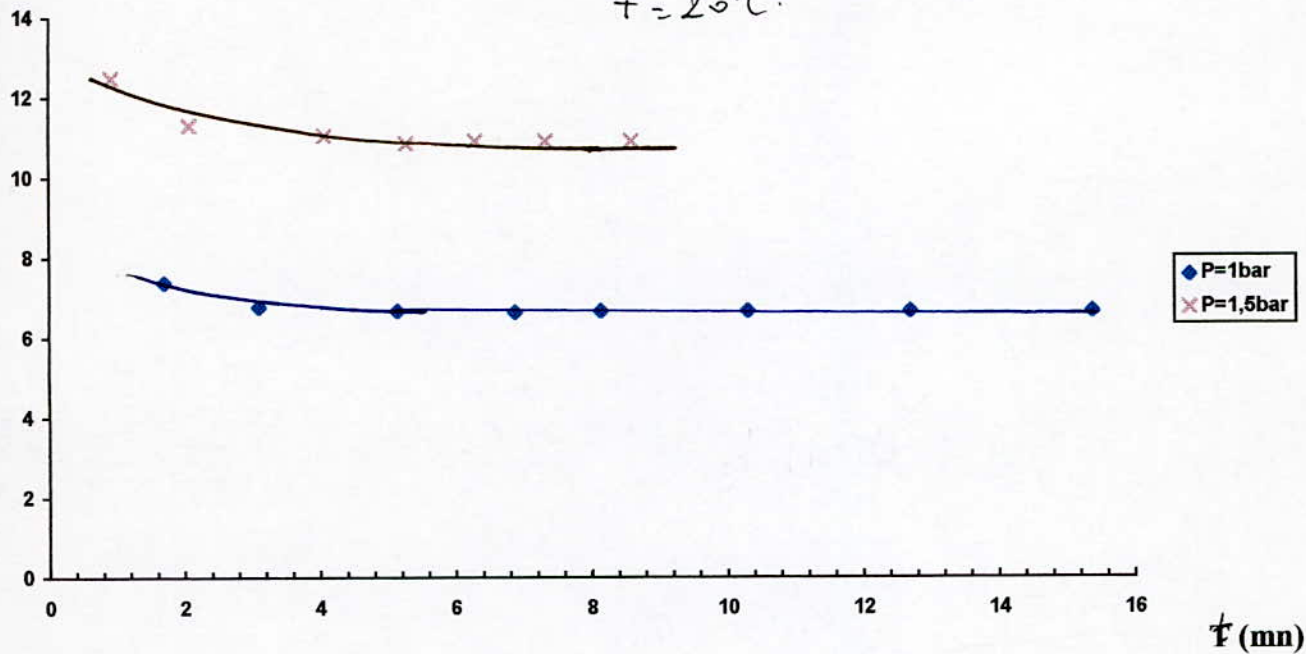


Figure II.6 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes Pressions (pour l'eau distillée).

J_v (l/h.m²)

PH=7, V=0,107 m/s

T = 20°C

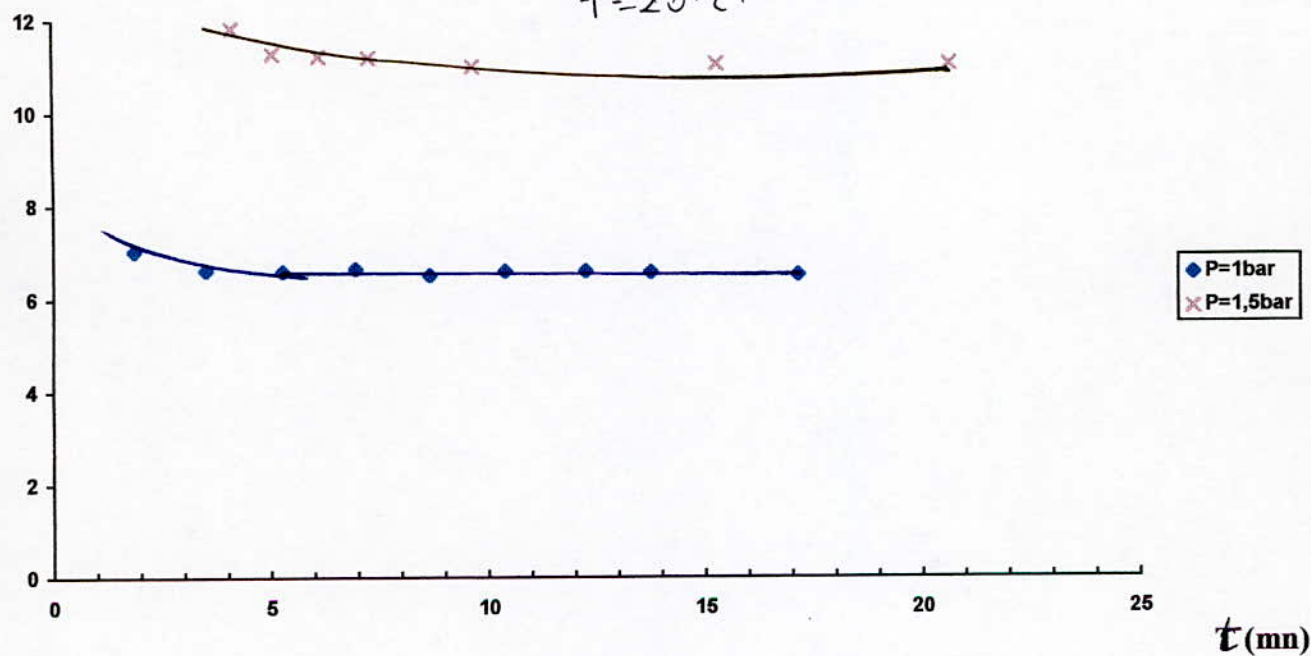


Figure II.7 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes Pressions (pour l'eau distillée).

Jv (l/h.m²)

PI=7, V=0,160 m/s

T=20°C.

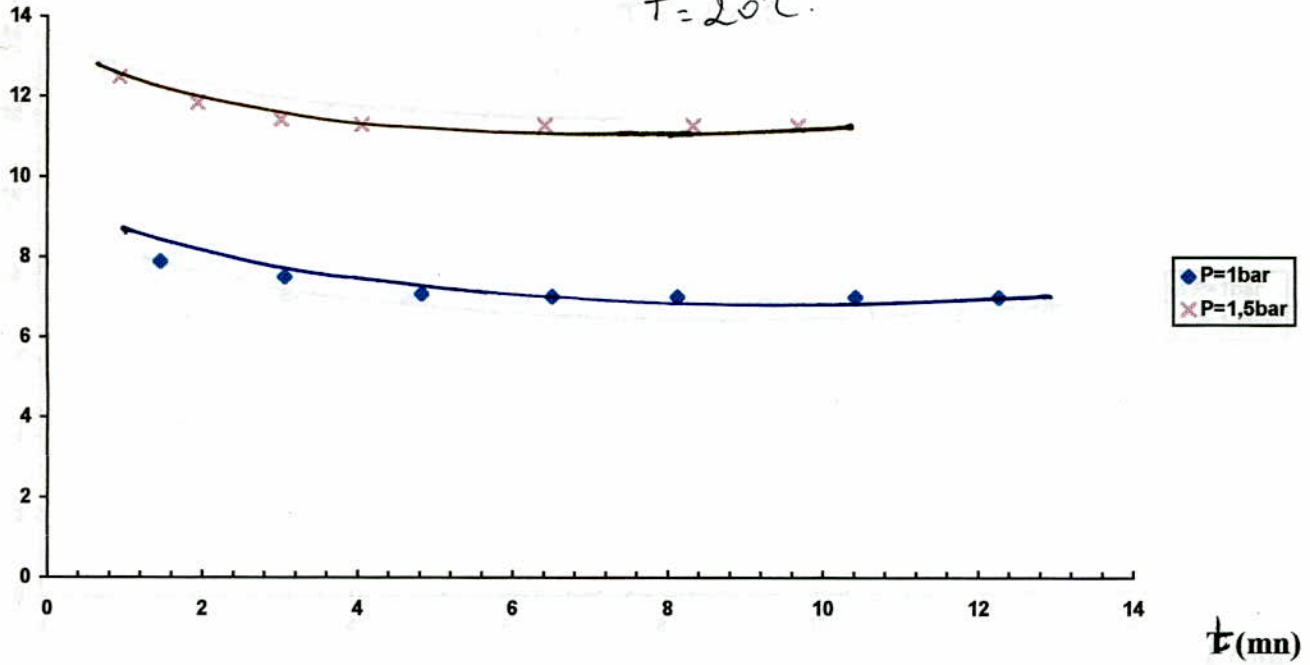


Figure II.8 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes Pressions (pour l'eau distillée).

Jv (l/h.m²)

PI=7, V=0,215 m/s

T=20°C.

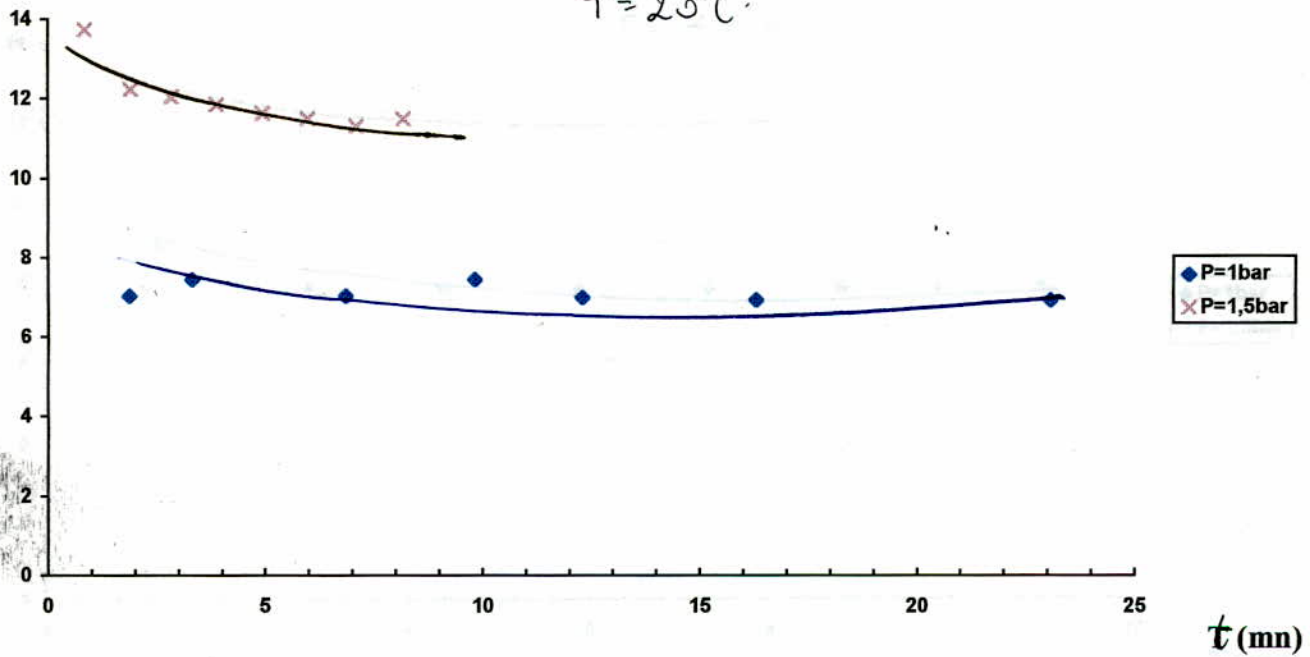


Figure II.9 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes Pressions (pour l'eau distillée).

J_v (l/h.m²)

PH=7, V=0,160 m/s

T=20°C.

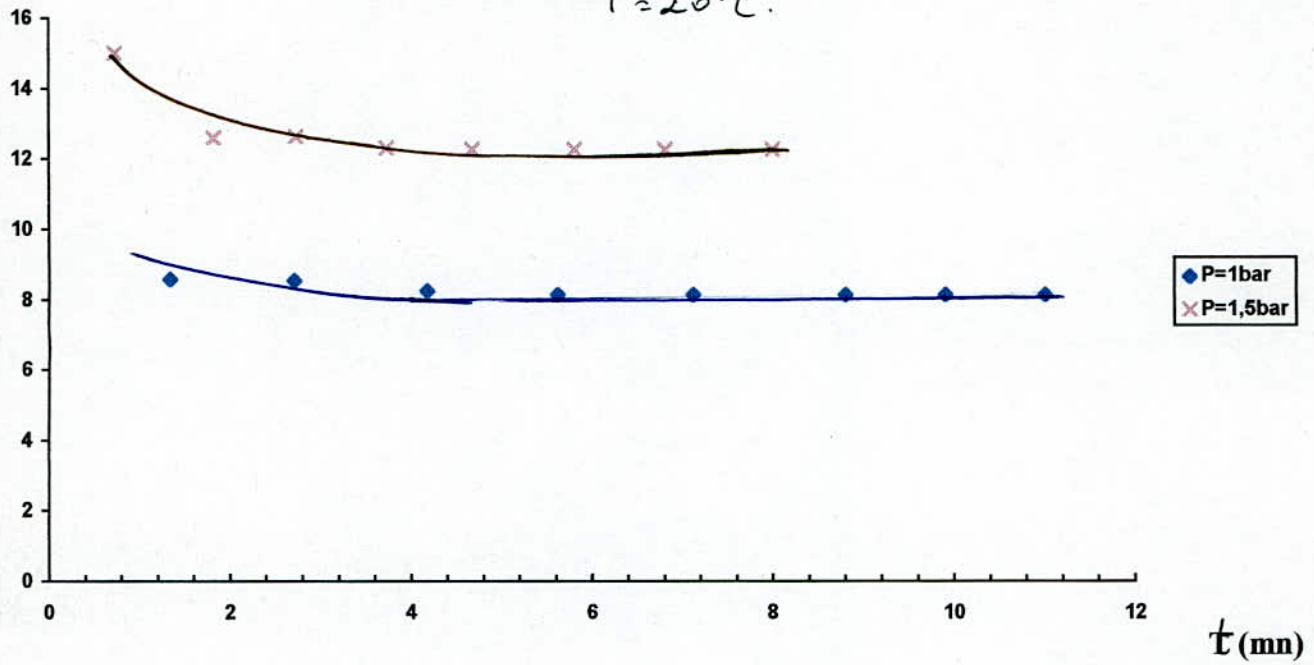


Figure II.12 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes Pressions (pour le solvant).

J_v (l/h.m²)

PH=7, V=0,215 m/s

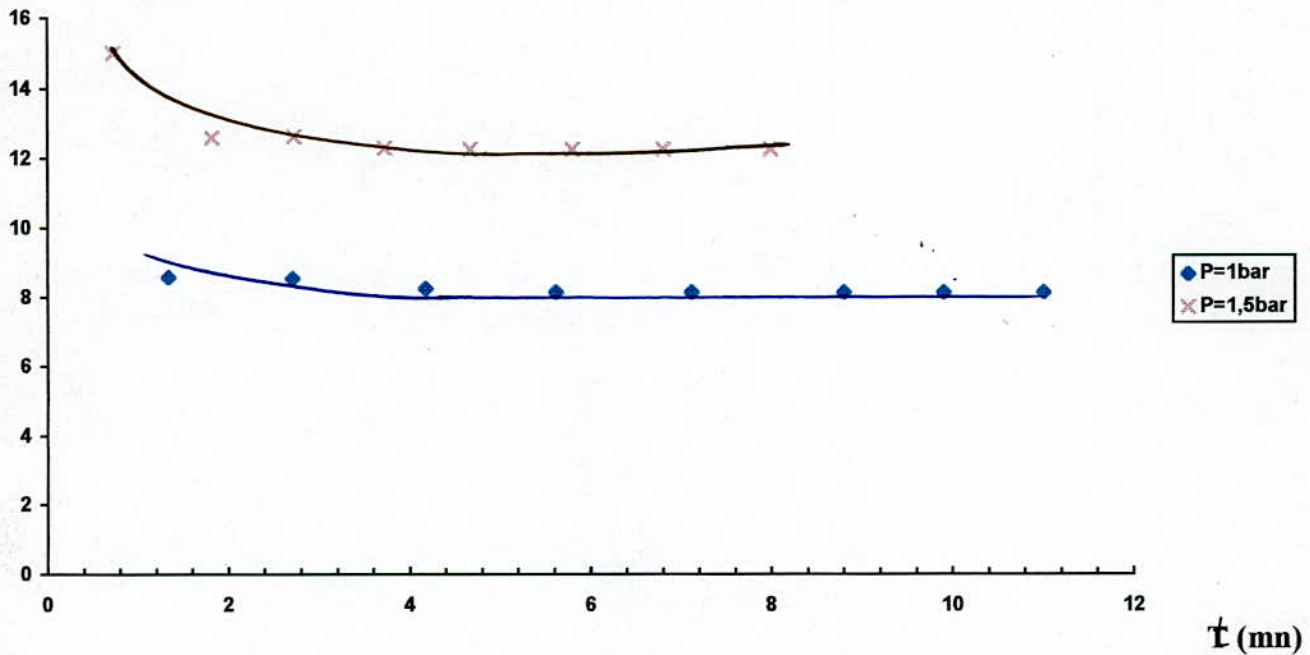


Figure II.13 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes Pressions (pour le solvant).

- On remarque aussi qu'en augmentant la pression transmembranaire, il y a une importante augmentation de ce flux, de sorte que les taux d'élévation du flux pour l'eau distillée varient entre 37,8% et 41,1% avec un pic à $v = 0,107$ m/s et pour le solvant, ces taux varient entre 32,8% et 40,2% avec un pic à $v = 0,050$ m/s.

Suite à ces résultats, nous constatons que l'influence de la pression transmembranaire est prépondérante par rapport à la vitesse de recirculation.

II.1.5- Etude de l'évolution du flux de perméat en fonction du temps lors de l'U.F d'une solution de BSA :

Dans le but de connaître le comportement de la membrane ainsi que l'influence de la pression transmembranaire et/ou de la vitesse de recirculation sur le flux de perméat en présence d'une solution de BSA à $C = 12$ g/l, nous avons étudié l'évolution de ce flux en fonction du temps pour des vitesses de recirculation variant de 0,020 m/s à 0,215 m/s et pour des pressions transmembranaires allant de 0,3 bar à 1,0 bar.

Les résultats obtenus sont résumés sur les tableaux II-20 à II-28 et sont représentés sur les figures II-14 à II-18.

Toutes les courbes tracées ont la même allure :

- On remarque qu'en un premier temps, il y a diminution du débit de perméation, ce qui correspond à la mise en place de la polarisation pour qu'ensuite elle se stabilise et ceci est dû au colmatage.

- En augmentant la vitesse de recirculation, il y a augmentation du débit de perméation.

On constate qu'aux faibles vitesses, il y a encouragement à la formation de la couche de polarisation ainsi que le colmatage.

On observe des taux d'élévation du flux de perméat allant de 7% à 36% avec un pic à $\Delta P = 1$ bar.

- En augmentant la pression transmembranaire, il y a augmentation du flux de perméat.

On observe des taux d'élévation allant de 26% à 67% avec un pic à $v = 0,215$ m/s.

L'augmentation de la pression transmembranaire a un effet très bénéfique sur le flux de perméat.

J_v (l/h.m²)

PH=7, P=0.725 bar

Co=12 g/l

T=20°C.

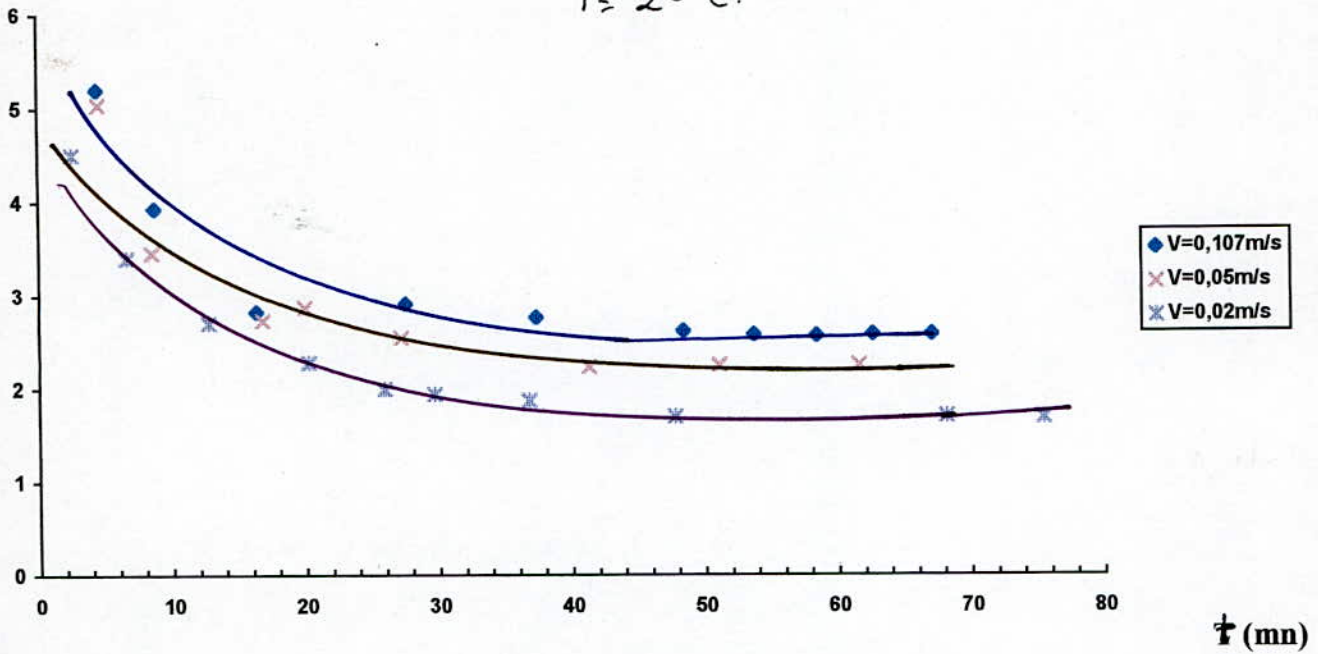


Figure II.14 : Evolution du flux de perméat en fonction du temps pour différentes vitesses.

J_v (l/h.m²)

PH=7, P=1 bar

Co=12 g/l

T=20°C.

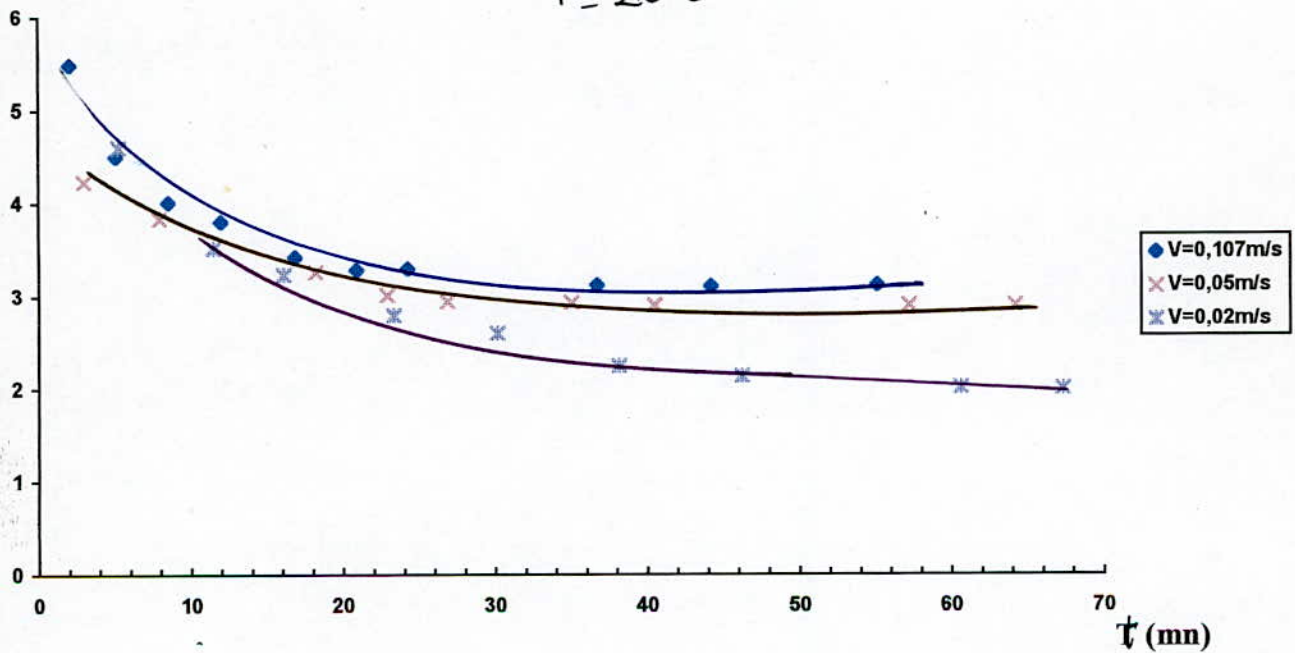


Figure II.15 : Evolution du flux de perméat en fonction du temps pour différentes vitesses.

J_v (l/h.m²)

PH=7, V=0,107 m/s

Co=12 g/l

T=20°C

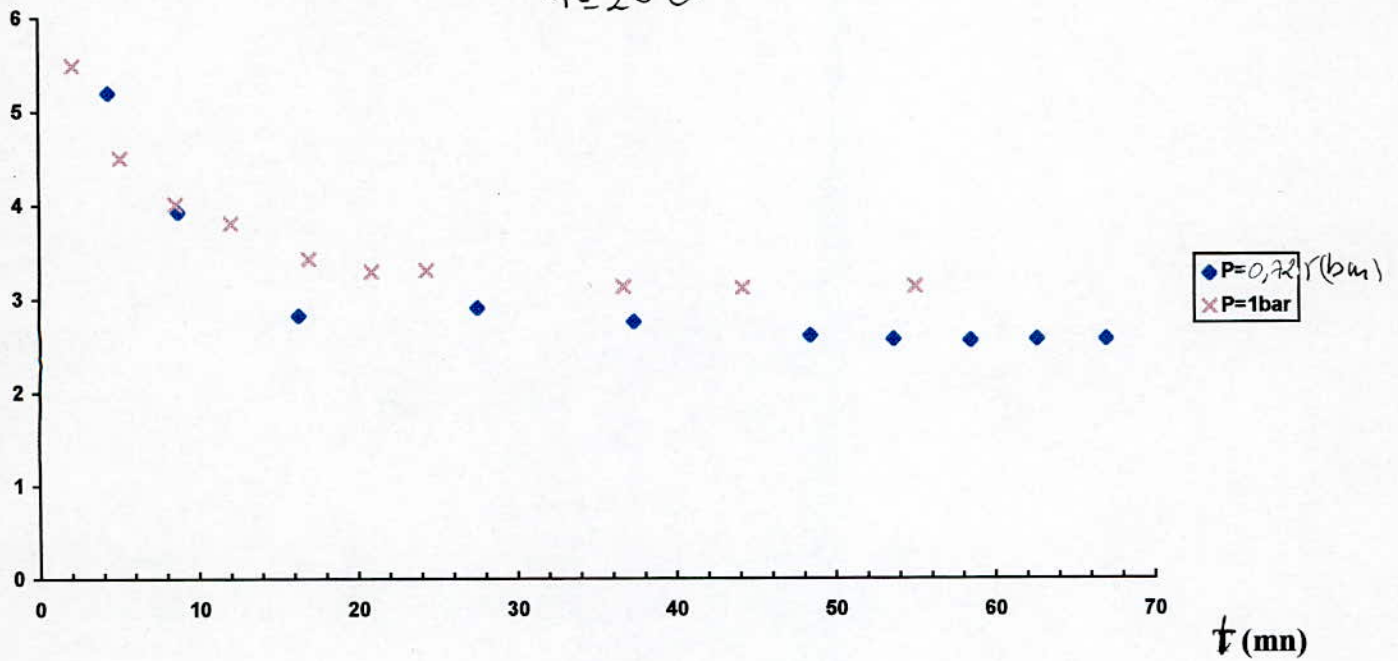


Figure II.16 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes Pressions.

J_v (l/h.m²)

PH=7, V=0,05 m/s

Co=12 g/l

T=20°C

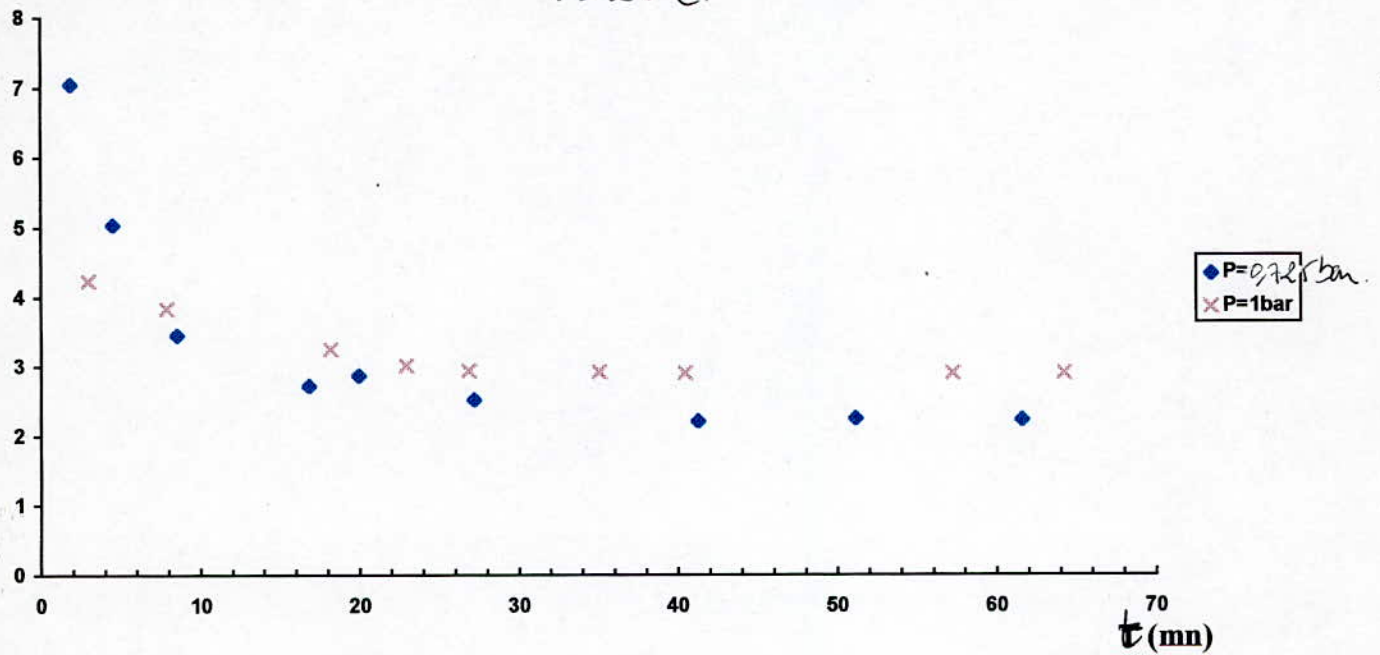


Figure II.17 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes Pressions.

J_v (l/h.m²)

$Ph=7$, $V=0,02$ m/s
 $C_0=12$ g/l
 $T=20^\circ\text{C}$.

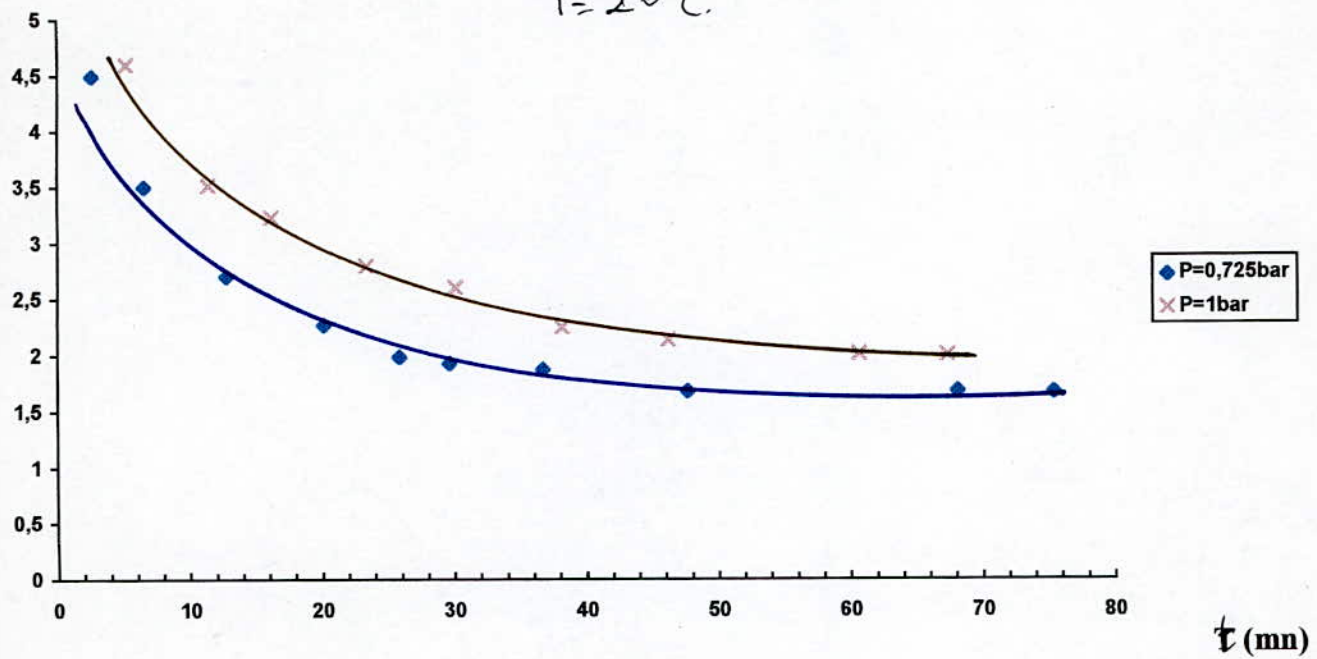


Figure II.18 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes Pressions.

J_v (l/h.m²)

$Ph=7$, $V=0,215$ m/s
 $C_0=12$ g/l
 $T=20^\circ\text{C}$.

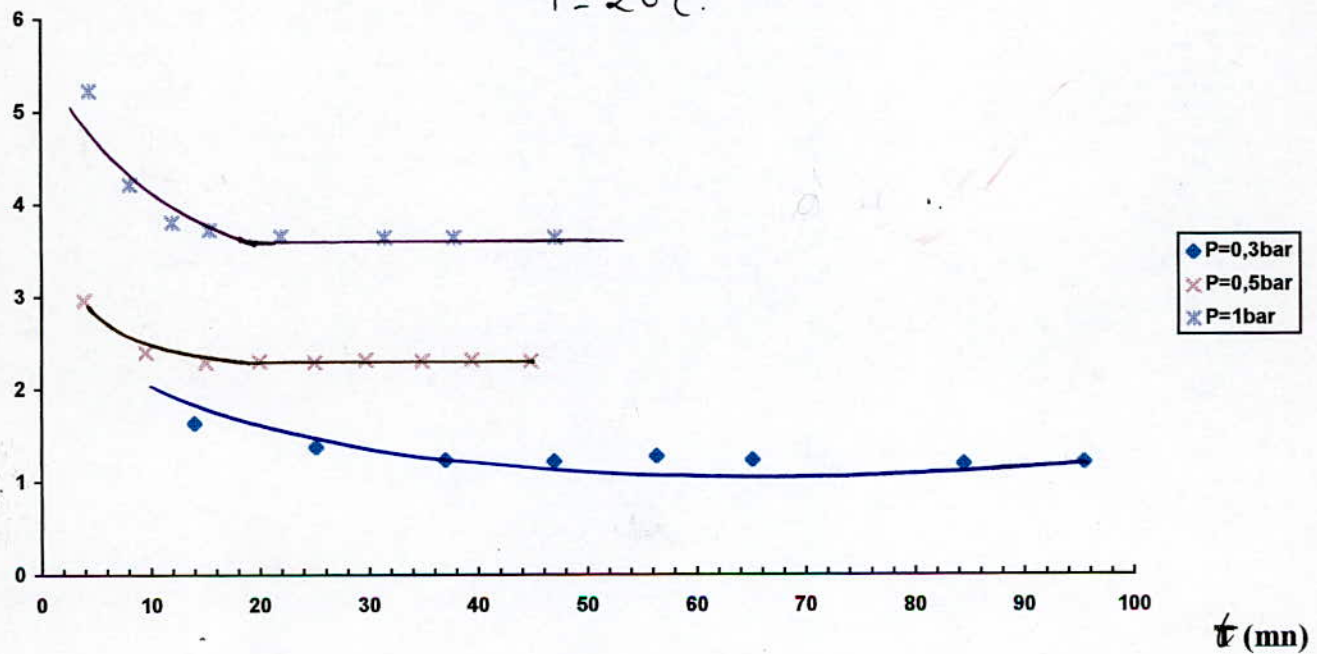


Figure II.19 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différentes Pressions.

II.1.6- Etude de l'évolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire lors de l'U.F de solutions de BSA :

On a ultrafiltré diverses solutions de BSA (concentrations égales à 6 g/l, 12 g/l et 24 g/l) à différentes vitesses de recirculation (0,020 m/s, 0,050 m/s et 0,107 m/s) et on a suivi l'évolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire. Les résultats obtenus sont résumés sur les tableaux II-29 à II-38 et représentés sur les figures II-19 à II-24.

Toutes les courbes obtenues ont la même allure. On remarque que :

- L'augmentation de la vitesse de recirculation a une influence bénéfique sur le flux de perméat, mais cette dernière n'aura aucun effet à un certain seuil de pression transmembranaire où la couche de polarisation se tasse et entraîne un colmatage irréversible.

Sur toutes les figures, on observe un palier qui est obtenu à une pression d'autant plus élevée que la vitesse est plus grande.

- Toute augmentation de concentration de la solution engendre une diminution du flux de perméat, la polarisation et le colmatage de la membrane s'intensifient.

Cette augmentation de concentration engendre aussi un apport supplémentaire de soluté à la paroi filtrante qui modifie les équilibres d'adsorption dans le sens d'une fixation plus importante des macromolécules.

II.1.7- Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge :

Les pertes de charge ΔP_f représentent l'énergie du fluide perdue au moment de son passage à travers la membrane. ΔP_f est donnée par la formule suivante : $\Delta P_f = P_c - P_s$.

D'autre part : $\Delta P_f = \alpha \cdot Q^n$.

Pour une vitesse de recirculation donnée, les pertes de charge sont approximativement constantes quel que soit la pression transmembranaire

appliquée, on a : $\Delta P_f = \xi \cdot \frac{V^2}{2g}$.

ξ : Coefficient de perte de charge caractérisant la singularité.

g : La pesanteur (m/s^2).

Durant nos essais, les pertes de charge n'ont pue être évaluées car la différence de pression étant plus faible que la graduation des manomètres.

J_v (l/h.m²)

Ph=7, Co= 6 g/l

T=20°C.

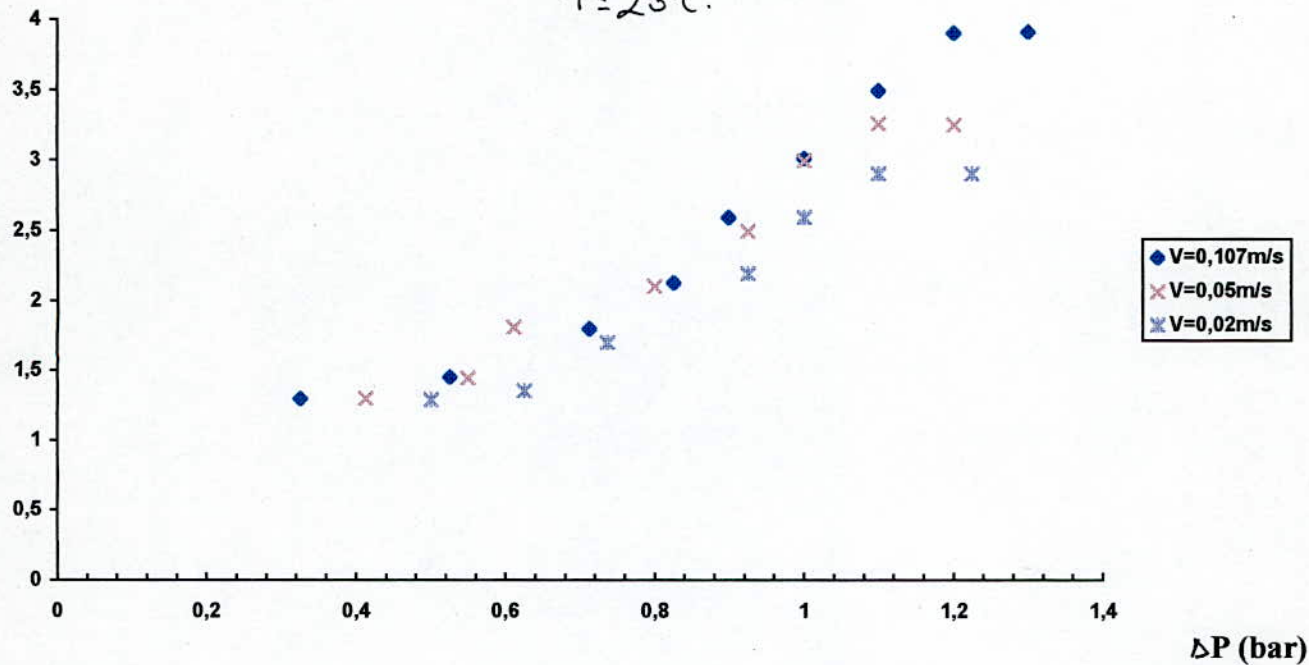


Figure II.20 : Evolution du flux de permeat en fonction de la pression pour différentes vitesses.

J_v (l/h.m²)

Ph=7, Co=12 g/l

T=20°C.

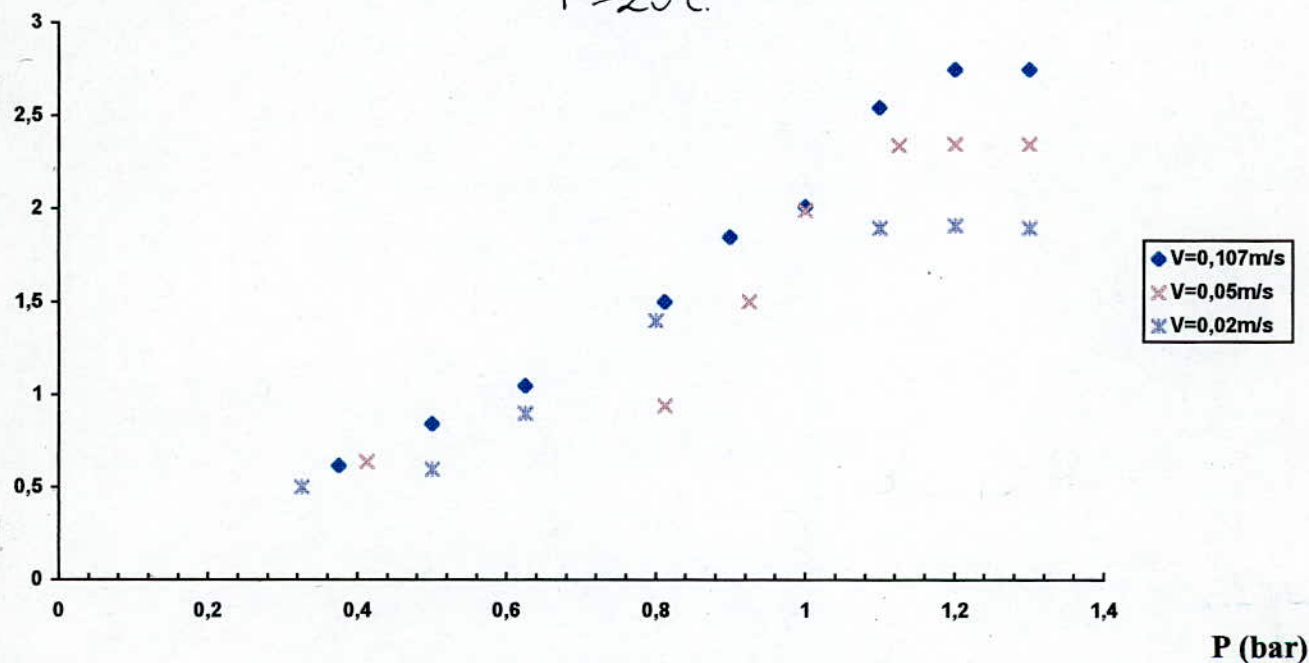


Figure II.21 : Evolution du flux de permeat en fonction de la pression pour différentes vitesses.

Jv (l/h.m²)

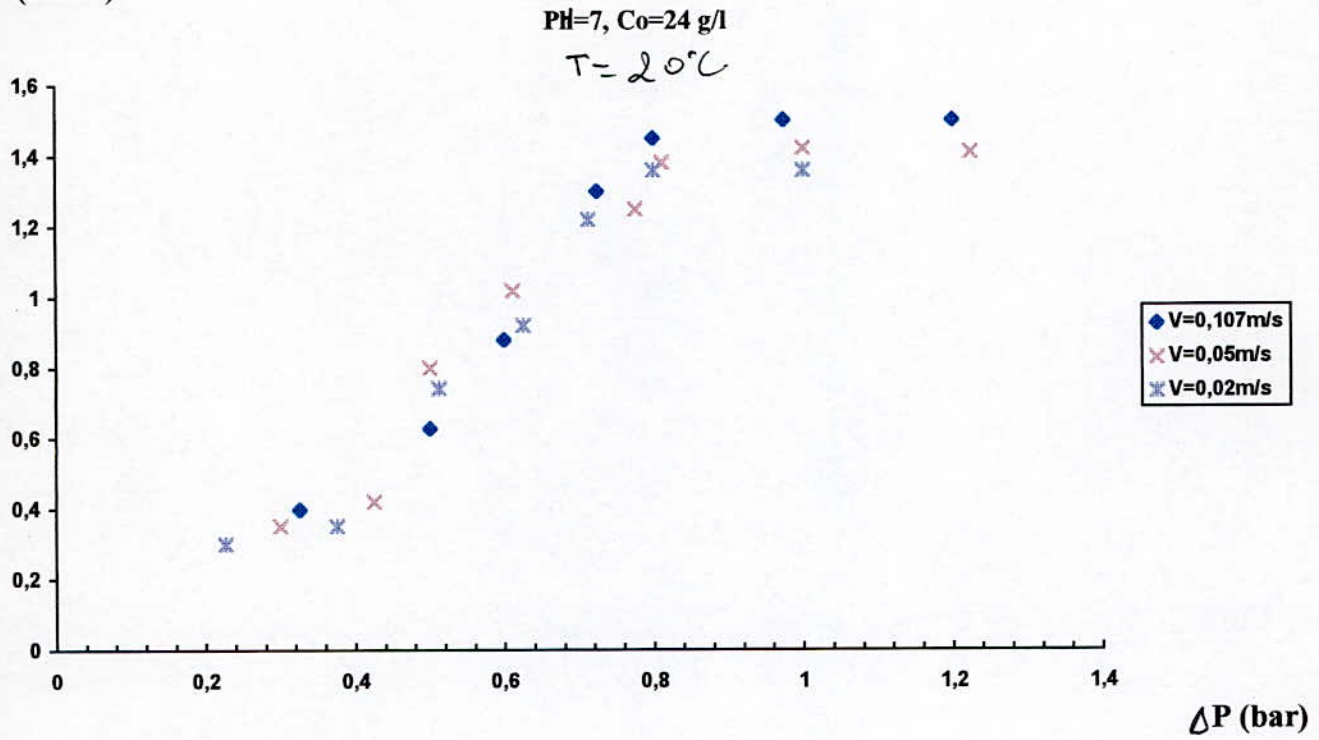


Figure II.22 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression pour différentes vitesses.

Jv (l/h.m²)

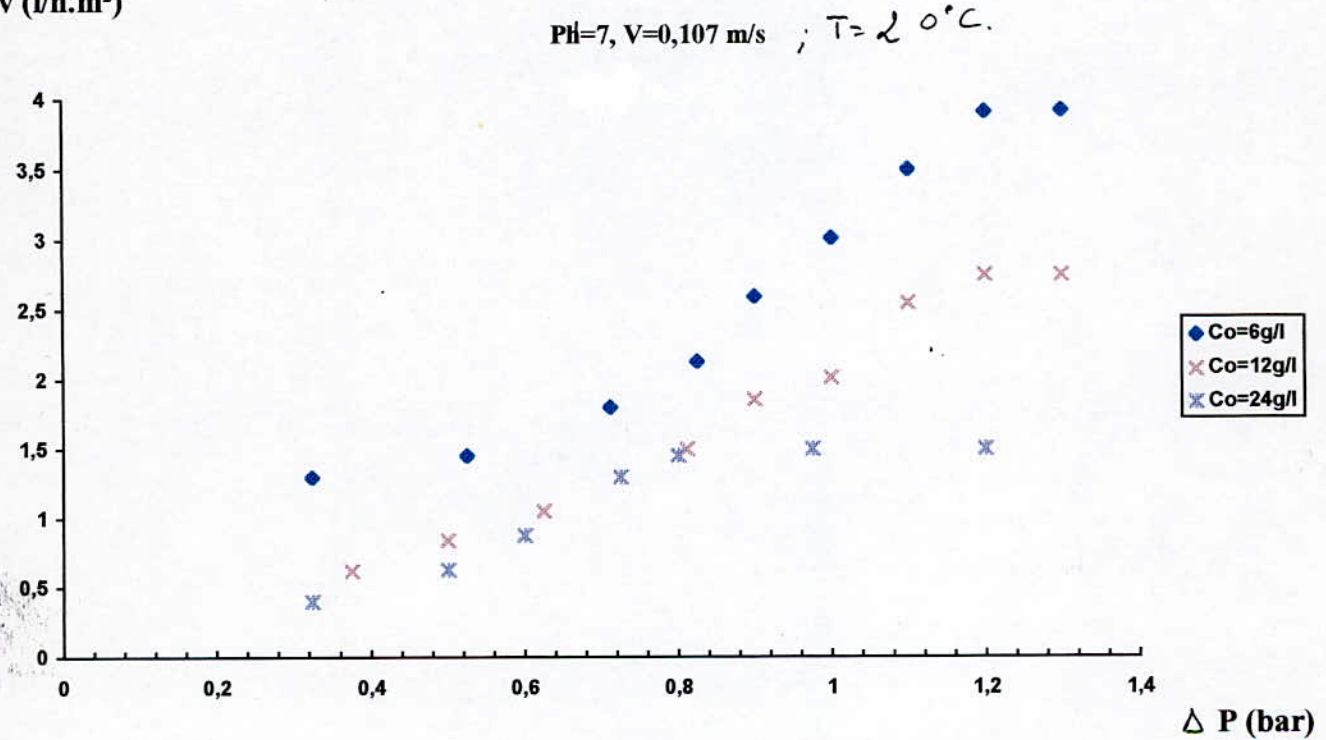


Figure II.23 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression pour différentes concentrations de BSA.

J_v (l/h.m²)

PH=7, V=0,05 m/s

T=20°C

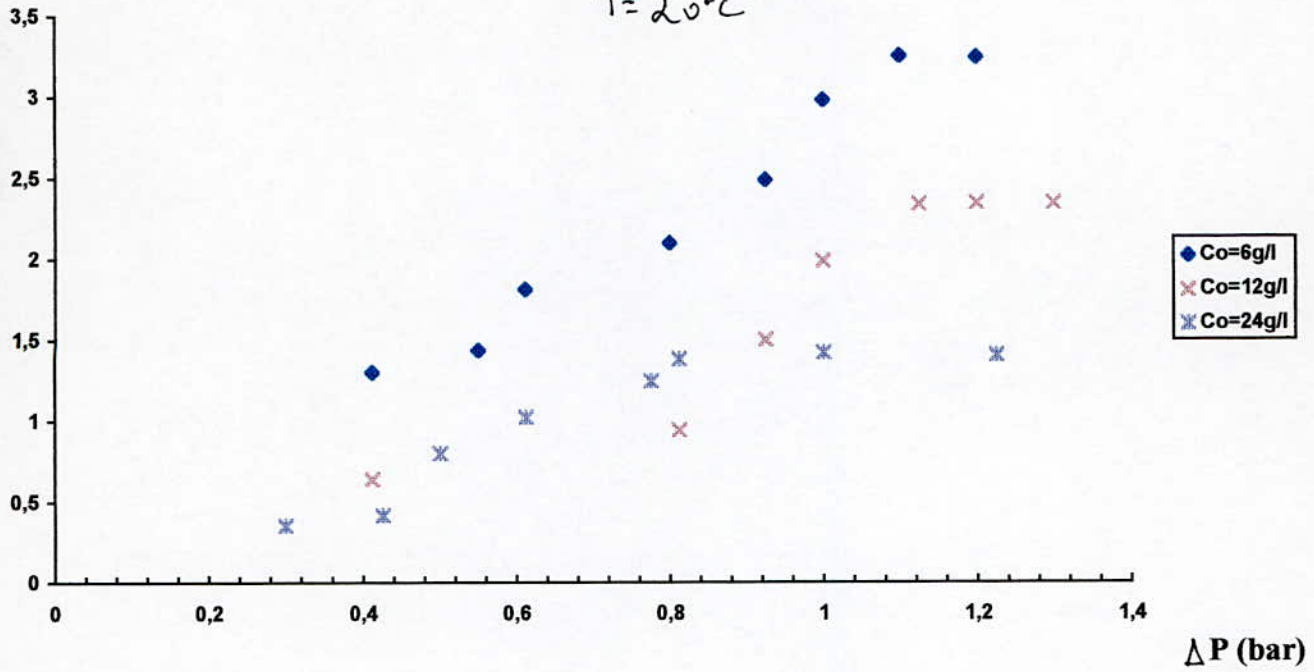


Figure II.24 : Evolution du flux de permeat en fonction de la pression pour différentes concentrations de BSA.

J_v (l/h.m²)

PH=7, V=0,02 m/s

T=20°C

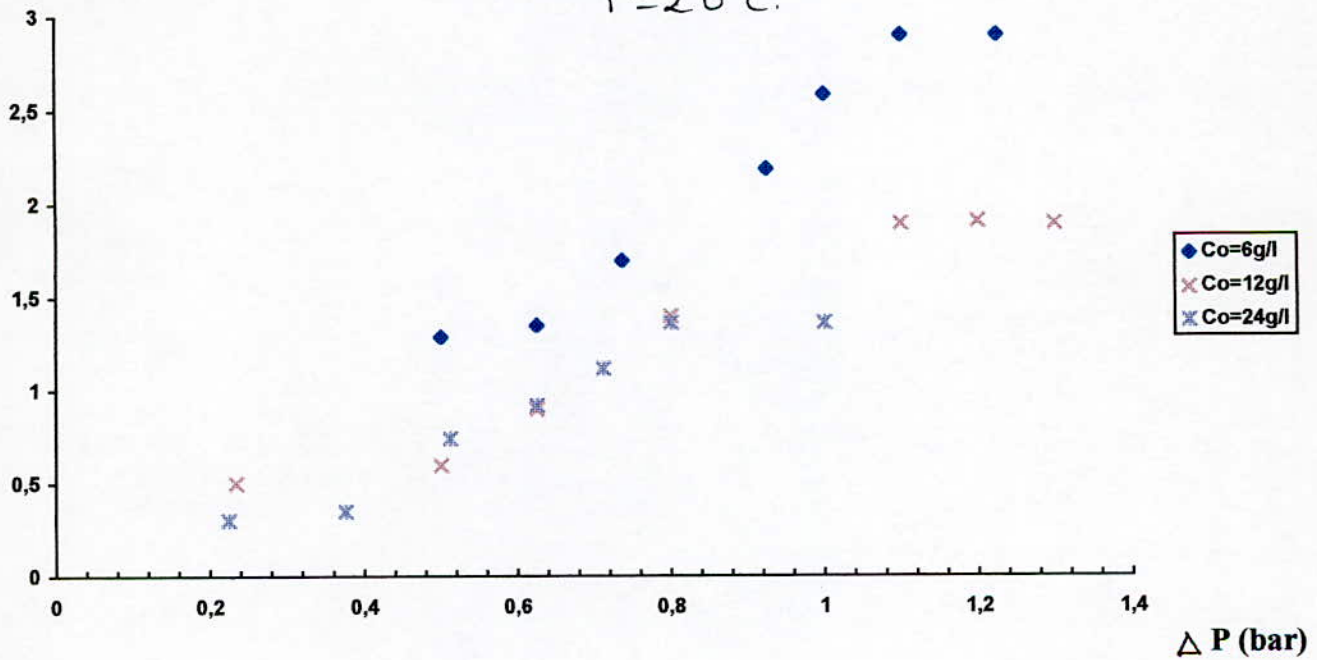


Figure II.25 : Evolution du flux de permeat en fonction de la pression pour différentes concentrations de BSA.

Et donc la représentation de l'influence du débit de recirculation sur les pertes de charge n'a pu être réalisée. Mais on sait, d'après la bibliographie, que cette influence existe.

II.1.8- Etudes des mécanismes de transfert au niveau de la membrane :

Dans le but de vérifier la validité du modèle de polarisation présenté dans le chapitre II (partie bibliographique), on utilisera les résultats expérimentaux trouvés.

II.1.8.1- Détermination de la concentration de gel :

Comme on l'a déjà montré au chapitre II (partie bibliographique), le flux de perméat atteint une valeur limite J_{Vlim} à de pressions transmembranaires ΔP élevées, ce qui s'explique par la formation d'une couche de gel à la surface de la membrane de concentration C_g . On a

l'équation suivante :
$$J_{Vlim} = K \cdot \ln \frac{C_g}{C_0}$$

La valeur de la concentration C_g à la membrane est déterminée à partir des résultats expérimentaux (figure II-25).

En portant J_{Vlim} en fonction de $\ln C_0$ (figure II-25) à vitesse de recirculation constante, on aboutit à une droite de pente (-K). Quand C_0 tend vers C_g , J_{Vlim} tend vers zéro; de sorte que la valeur C_g est obtenue par extrapolation.

On trouve $C_g = 90$ g/l.

De nombreux auteurs ont mesuré la concentration de gel dans le cas de la B.S.A. Ces valeurs varient de 100 g/l à une valeur supérieure à 1000 gr/l.

Une étude effectuée sur le même type de membrane nous donne une $C_g = 544$ gr/l.

Notre résultat se rapproche de celui trouvé par BACKER et COL qui ont trouvé une $C_g = 100$ g/l.

Cette divergence est due aux variations des propriétés des protéines en fonction des conditions opératoires (pH, salinité, concentration à la membrane) [2] et le type de membrane.

II.1.8.2- Détermination du coefficient de transfert de masse :

Le coefficient de transfert de matière K est donné à partir de la pente de la droite représentant $J_{Vlim} = f(\ln C_0)$.

Le tableau II-39 résume les résultats trouvés.

J_v (l/h.m²)

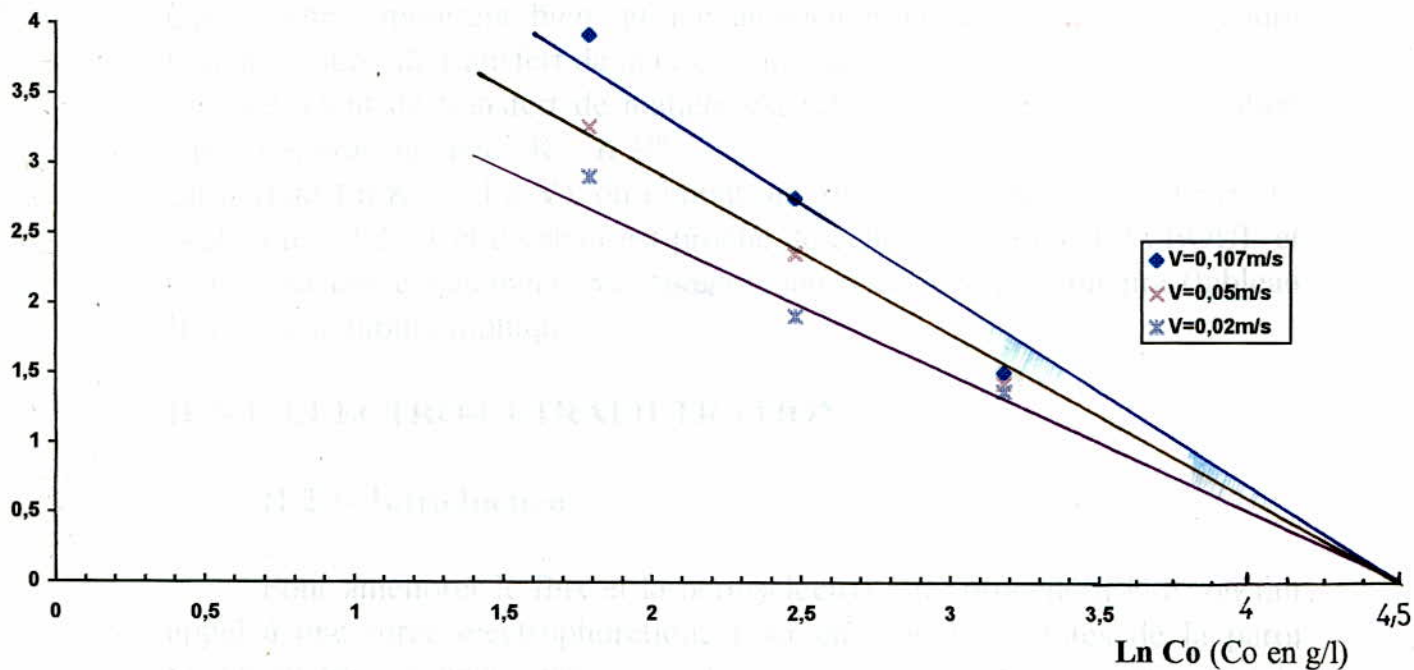


Figure II.26 : Evolution du flux de permeat avec la concentration C_o .

$-\ln K$ (K en m/s)

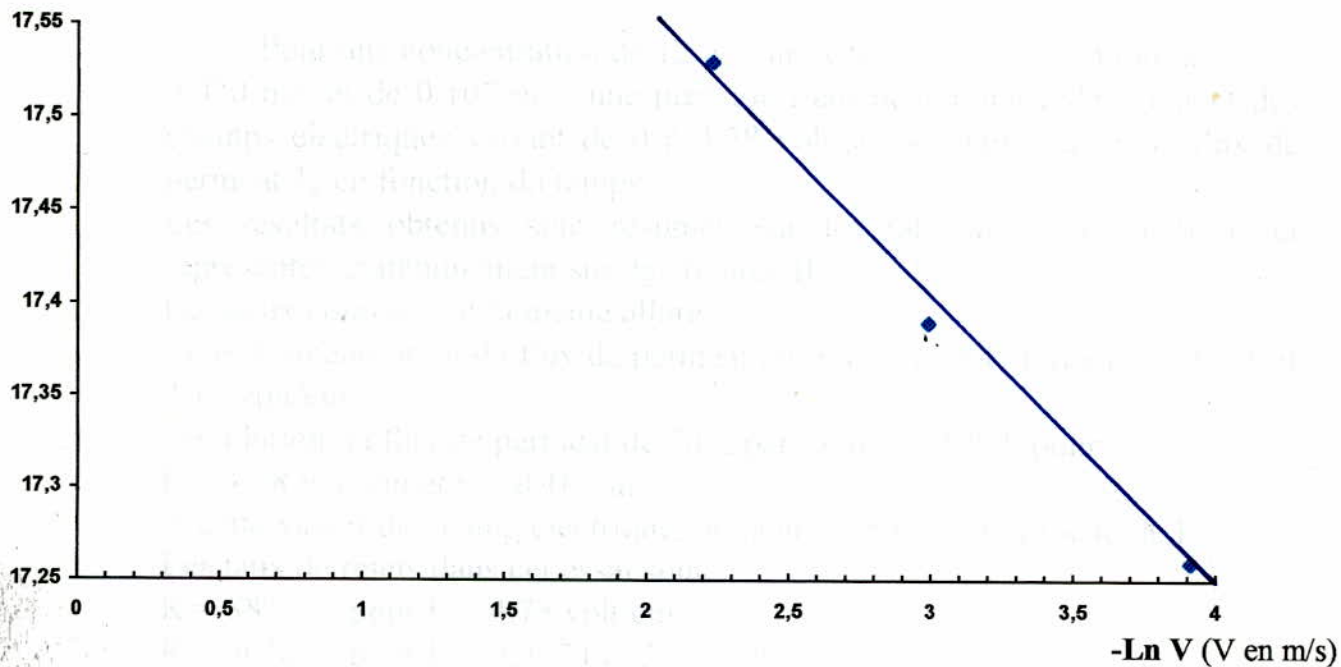


Figure II.27 : Influence de la vitesse de recirculation sur le coefficient de transfert de masse K.

Ces résultats montrent bien qu'une augmentation de la vitesse engendre l'augmentation du transfert de masse au niveau de la membrane.

Le coefficient de transfert de matière est relié à la vitesse de recirculation par la relation suivante : $K = \alpha \cdot V^n$.

En portant $\ln K = f(\ln V)$, on obtient une droite de pente n ; (figure II-26) égale à $n = 0,25$. Cette valeur est proche de celle trouvée par LEVEQUE et COL pour des écoulements dans des tubes en régime laminaire (tableau II-2 / Partie bibliographique).

II.2- L'ELECTRO-ULTRAFILTRATION :

II.2.1- Introduction :

Pour améliorer le flux et la permselectivité du procédé d'U.F, on fait appel à une force électrophorétique pour éloigner les solutés de la paroi membranaire sachant que ces derniers sont électriquement chargés négativement.

II.2.2- Variation du flux de perméat en fonction du temps :

II.2.2.1- Cas de la variation discontinue du champ électrique :

Pour une concentration de 12 g/l, une vitesse de recirculation de 0,020 m/s et de 0,107 m/s, une pression transmembranaire de 1 bar et des champs électriques variant de 0 à 4,78 volt/cm, on fait évaluer le flux de perméat J_v en fonction du temps.

Les résultats obtenus sont résumés sur les tableaux II-41 à II-46 et représentés graphiquement sur des figures II-27 et II-28.

Les deux courbes ont la même allure :

- Pas d'amélioration du flux de perméat par rapport à l'U.F pour $E = 0,74$ et $2,17$ volt/cm.

- Evolution du flux de perméat de 50% par rapport à l'U.F pour $E = 4,78$ volt/cm et $v = 0,107$ m/s.

A cette valeur du champ électrique, on peut supposer être proche de $E_{critique}$.

Les taux de rejets dans cet essai sont :

$R = 88\%$ pour $E = 4,78$ volt/cm.

$R = 96\%$ pour $E = 0; 0,74$ et $2,17$ volt/cm.

Cette différence peut s'expliquer par l'augmentation de la viscosité des protéines quand on augmente le champ électrique ou bien par leur fractionnement dû à l'augmentation de la température de la grille (électrode) par effet Joule.

J_v (l/h.m²)

Ph=7, V=0,02 m/s

Co=12 g/l, P=1 bar

T = 20°C

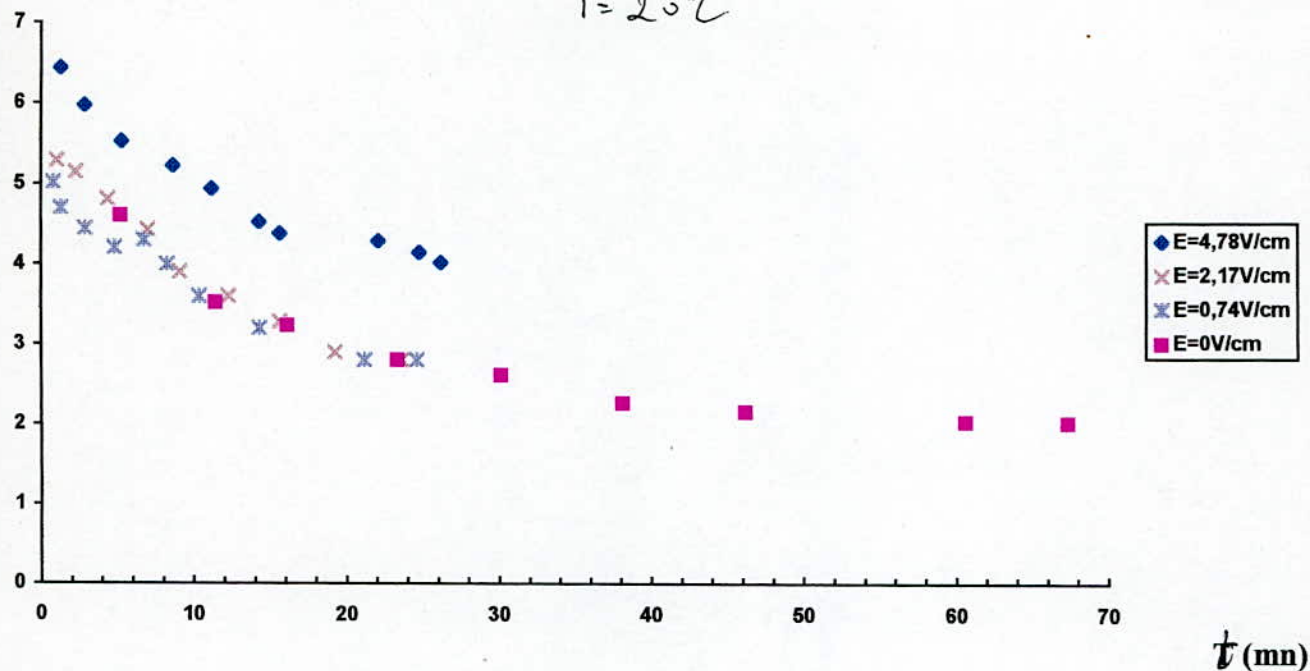


Figure II.28 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différents Champs électriques.

J_v (l/h.m²)

Ph=7, V=0,107 m/s

Co= 12 g/l, P= 1 bar

T = 20°C.

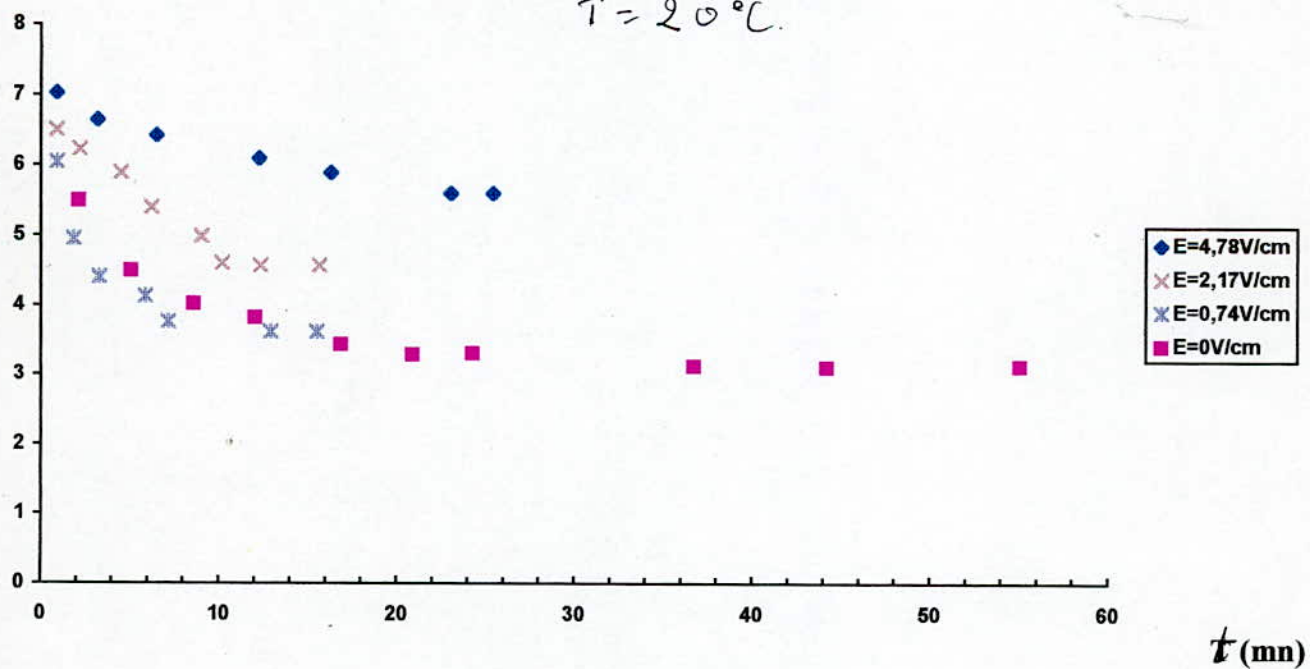


Figure II.29 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour différents champs électriques.

II.2.2.2- Cas de la variation continue du champ électrique :

Pour une concentration de 12 g/l, une vitesse de recirculation de 0,020 m/s, une pression transmembranaire de 1 bar, on fait varier en continu le champ électrique et on évalue le flux de perméat en fonction du temps. Les résultats obtenus sont résumés sur le tableau II-47 et représentés graphiquement sur la figure II-29.

On obtient une courbe en cascade sur laquelle on remarque :

- Pas d'influence du champ électrique sur le flux de perméat à $E = 2,17$ et $3,48$ volt/cm.
- Influence limitée à $E = 4,35$ volt/cm.
- Influence remarquable à $E = 5,22; 6,52$ et $7,83$ volt/cm.
- Retardement de l'effet de colmatage.
- Le palier atteint pour $E = 0$ volt/cm est supérieur au palier atteint en U.F pour les mêmes conditions opératoires.

On peut déduire de ces remarques que la valeur du champ critique se situe entre 4,35 et 5,22 volt/cm.

II.2.3- Variation du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire :

Pour une concentration de 24 g/l et une vitesse de recirculation de 0,326 m/s, on applique un champ électrique de 4,78 volt/cm et on évalue le flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire.

Le tableau II-48 résume les résultats obtenus et la figure II-30 représente graphiquement ces résultats.

On remarque qu'il y a un écart entre la courbe obtenue et celle de l'U.F. Cet écart est de 25%.

Donc il y a amélioration du flux de perméat et l'application d'un champ électrique influence sur la valeur de ce flux.

La valeur du champ appliquée se situe dans l'intervalle on se trouve la tension critique.

II.2.4- Variation du champ électrique en fonction de l'intensité de courant :

On fait passer la solution de solvant dans notre système et on fait varier la tension. Pour chaque valeur de celle-ci, on mesurera l'intensité correspondante.

Les résultats obtenus sont résumés sur le tableau II-40 et portés graphiquement sur la figure II-31.

J_v (l/h.m²)

Ph=7, V=0, m/s
Co= 12 g/l

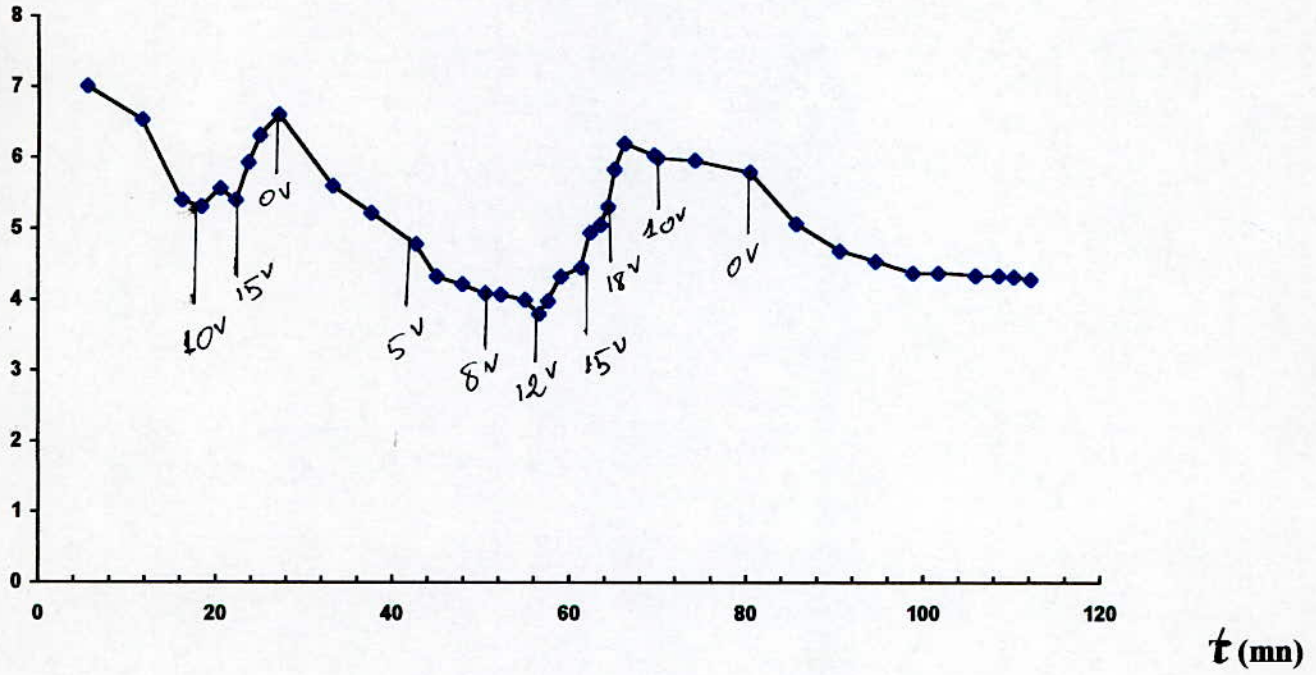


Figure II.30 : Evolution du flux de permeat en fonction du temps pour une variation en continu du champs électrique.

J_v (l/h.m²)

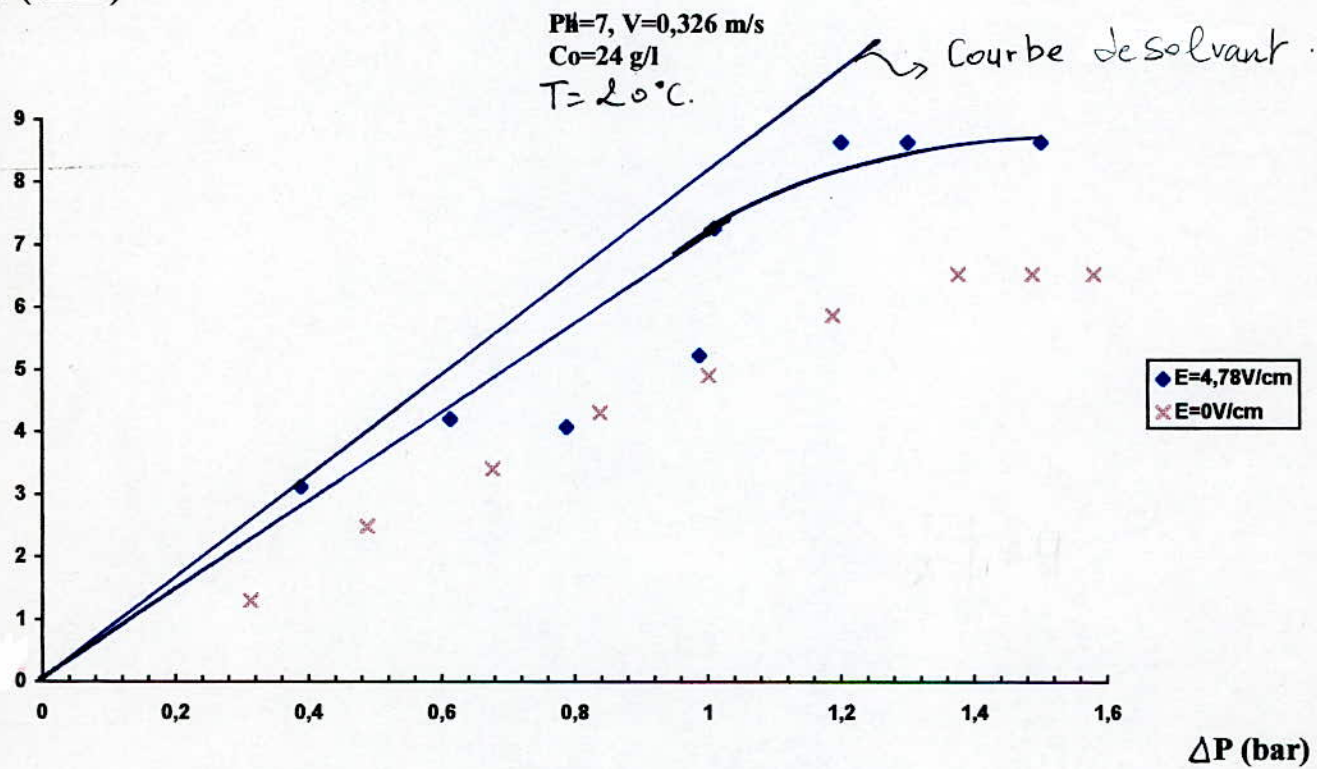


Figure II.31 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression (en présence et en absence de champs électrique).

A partir de la courbe obtenue, on remarque un point d'inflexion à $E = 5,25$ volt/cm. ($I = 320$ mA).

On peut déduire qu'à ce point, on est proche de la tension critique et d'après ce qui précède on sait que la tension critique se trouve dans l'intervalle entre 4,35 et 5,22 volt/cm.

Dans cet essai, on n'a pas pu obtenir des valeurs de champ électrique supérieures à 7,35 volt/cm et on a remarqué la formation de bulles d'air à la sortie du perméat qu'on suppose être un dégagement de gaz d'hydrogène provenant de l'électrolyse de l'eau.

E (V/cm)

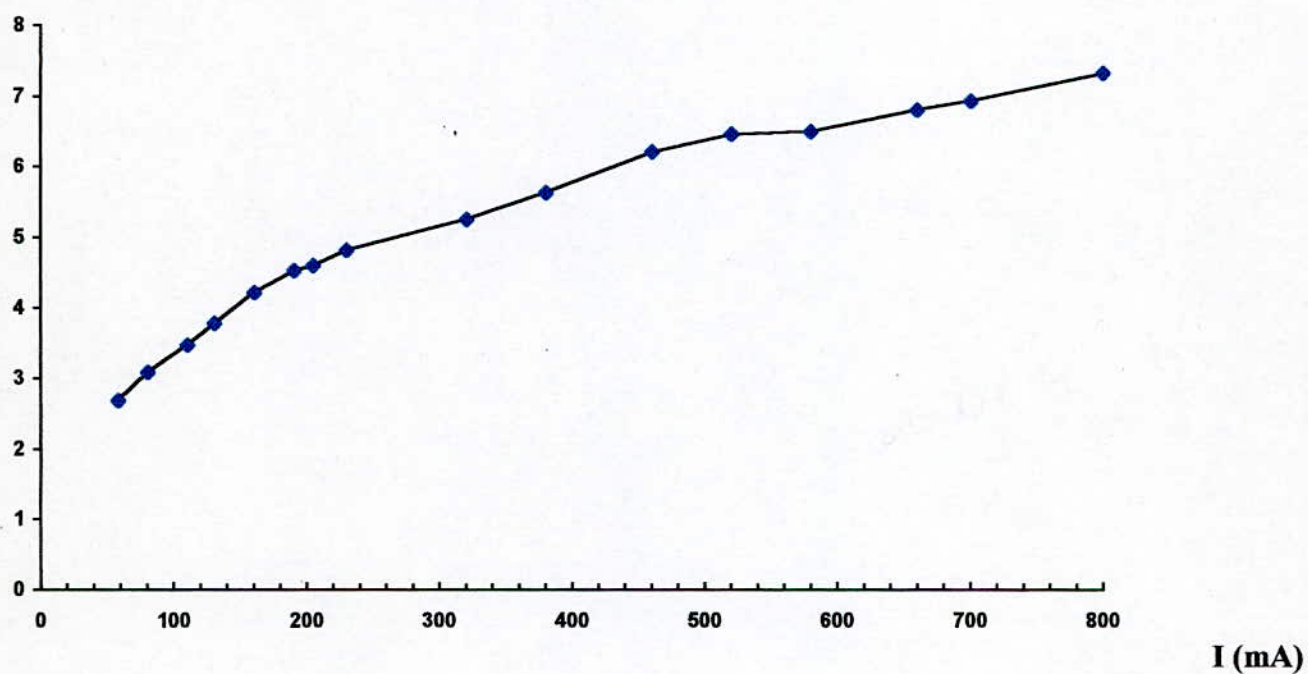


Figure II.32 : Variation du champ électrique en fonction de l'intensité de courant.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Au terme de ce travail, il ressort que l'application d'un champ électrique au procédé d'ultrafiltration donne des résultats satisfaisants.

L'optimisation des conditions opératoires ont permis de constater un net accroissement des performances de l'ultrafiltration et l'amélioration du transfert de matière au niveau de la couche de polarisation.

Néanmoins, l'application du champ électrique à ce procédé nécessite que des précautions soient prises pour que l'environnement cinétique et ionique soient correctement choisis surtout lors de l'application sur des solutions biologiques.

Enfin, suite à nos différentes expériences, l'utilisation du champ électrique est plus performante à faible vitesse et à grande pression.

ANNEXES

ANNEXE A :

Dosage des protéines

Pour la concentration initiale C_0 ainsi que la concentration du perméat, on doit procéder à une méthode de dosage par spectrophotométrie U.V. à une longueur d'onde de 278 nm.

Une fois la densité optique obtenue, on peut déterminer la concentration inconnue grâce à la courbe d'étalonnage. (graphe A-1).

Pour l'établissement de la courbe d'étalonnage, on prend comme point de départ une solution initiale (solution mère) dont la teneur est connue (dans notre cas 1 g/l), à partir de laquelle on effectue des dilutions successives pour l'obtention d'une série de solutions de concentrations bien déterminées. A partir de la, on trace la droite représentant la densité optique (D.O) en fonction de la concentration (C en g/l).

Les résultats expérimentaux obtenus sont dressés sur le tableau A-1.

Tableau A-1 : Evaluation de la densité optique en fonction de la concentration

C (g/l)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
D.O	0,065	0,142	0,176	0,231	0,304	0,360	0,420	0,500	0,514	0,594

ANNEXE B :

Regénération des membranes

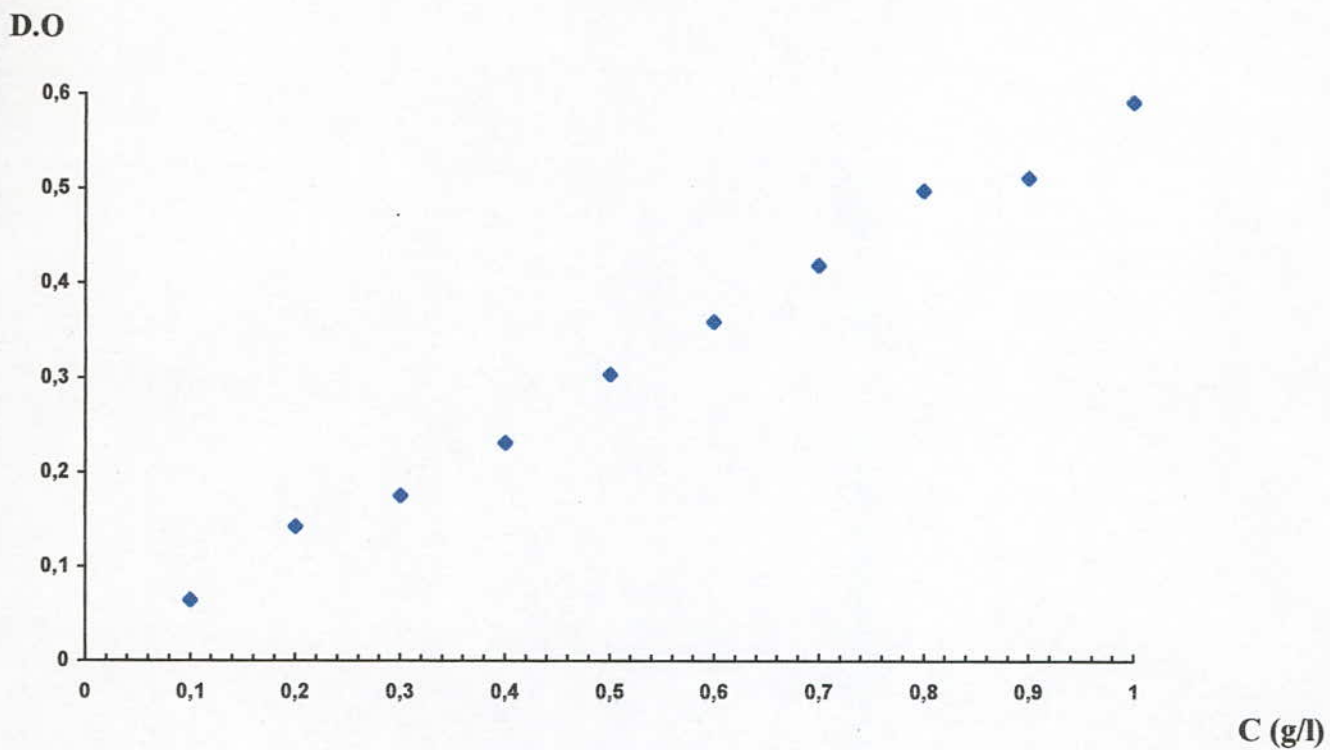
Le colmatage des membranes est le plus grand obstacle à l'écoulement du filtrat à travers la membrane de filtration, et pour cela il doit être pris en considération dans le développement de n'importe quel procédé qui utilise la filtration.

Dans le cas de l'ultrafiltration des protéines, la résistance totale au flux du filtrat (R_T) peut être estimée comme suit :

$$R_T = \frac{P_{TM}}{J} = R_M + R_G$$

Une portion de la résistance de la couche du gel peut être supprimée, quand la membrane est lavée entre les essais, c'est la résistance supprimée de la couche du gel appelée R_R , et une portion de cette résistance n'est pas supprimée par les procédures de lavage qui sont non destructeurs à la membrane et elle est appelée la résistance d'encrassement

$$R_F \cdot R_G = R_R + R_F$$



Evaluation de la densité optique en fonction de la concentration.

(Courbe d'étalonnage) .

Ceci est montré schématiquement sur la figure B-1.

Il a été montré par plusieurs chercheurs que le coût de lavage des membranes est relativement faible comparé à celui du remplacement des membranes.

Plusieurs équipes de recherches se sont intéressées au problème de l'encrassement des membranes de l'ultrafiltration, et différentes méthodes de régénération ont été proposées dans le but de conserver ces membranes.

En ce qui nous concerne, la procédure de lavage suivie tout au long de nos expériences est la suivante :

1- Rinçage du système avec de l'eau de robinet en circuit ouvert et à une température de 25°C.

La quantité d'eau utilisée est de 10 l au minimum.

2- Lavage du système avec une solution de détergent pendant une heure au moins, à une température d'environ 30°C et en circuit fermé.

La solution de détergent est obtenue en diluant 15 g de TELDJ (marque de détergent) dans 3 l d'eau du robinet.

3- Vidange du système et récupération de la solution de détergent pour sa réutilisation et rinçage du système à l'eau (environ 20 l) en circuit ouvert.

4- Lavage du système avec un solvant organique (dans notre cas, du méthanol et de l'éthanol à 10% dans 3 l d'eau distillée) en circuit fermé pendant 30 minutes et à 25°C.

5- Vidange du système en récupérant la solution alcoolisée et rinçage du système à l'eau (environ 10 l).

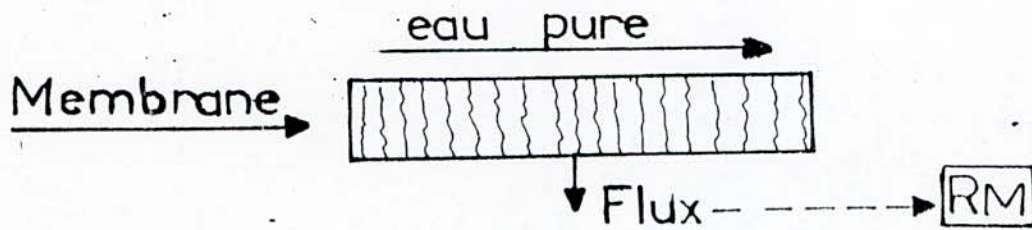
Remarque :

Lorsque le lavage ne suffit pas pour décolmater la membrane, on plonge la membrane dans la solution de détergent toute la nuit (environ 18 heures), ensuite on la rince et on la replonge dans la solution alcoolisée pendant une heure environ.

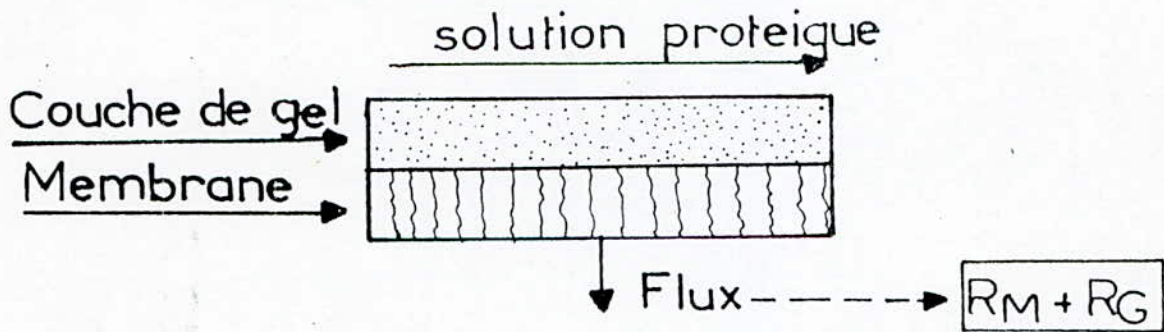
On obtient de très bon résultats. (à peu près la même perméabilité).

Representation schematique de l'encrassement
des membranes et des resistances
du flux de filtrat

A/ CONDITION INITIALE



B/ ULTRAFILTRATION



C/ MEMBRANE LAVEE

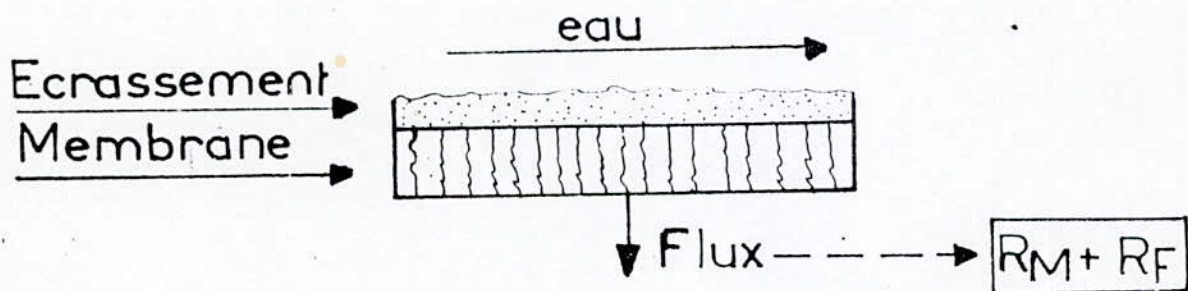


Figure B-1 :

- ANNEXE C :

Tableaux de valeurs des résultats expérimentaux

Tableau II.1 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une membrane neuve

Jv (l/h.m²)	2,470	4,200	4,600	6,600	8,030	9,670	12,370	13,330
Δp (bar)	0,287	0,500	0,587	0,800	1,000	1,187	1,500	1,600

Tableau II.2 : Evolution du perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une membrane après adsorption.

Jv (l/h.m²)	2,527	3,725	5,673	7,560	7,865	8,868	9,828
Δp (bar)	0,350	0,500	0,775	1,000	1,100	1,200	1,300

Tableau II.3 : Evolution du flux du perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une membrane après U.F.

Jv (l/h.m²)	1,659	3,430	5,650	7,547	8,080
Δp (bar)	0,362	0,775	1,225	1,437	1,675

Tableau II.4 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour de l'eau distillée Δp = 1,0 bar et v = 0,215 m/s

Jv (l/h.m²)	7,440	7,020	7,440	6,996	6,950	6,937
t (min)	3,30	6,85	9,82	12,30	16,30	23,07

Tableau II.5 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour de l'eau distillée Δp = 1,0 bar et v = 0,160 m/s

Jv (l/h.m²)	7,890	7,500	7,100	7,040	7,030
t(min)	1,45	3,05	4,83	6,50	8,13

Tableau II.6 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour de l'eau distillée $\Delta p = 1,0$ bar et $v = 0,107$ m/s

Jv (l/h.m²)	7,04	6,620	6,610	6,650	6,530	6,590	6,600	6,570	6,520
t(min)	1,87	3,52	5,27	6,97	8,67	10,42	12,27	13,77	17,17

Tableau II.7 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour de l'eau distillée $\Delta p = 1,0$ bar et $v = 0,050$ m/s

Jv (l/h.m²)	7,380	6,780	6,680	6,660	6,670
t(min)	1,70	3,10	5,13	6,86	8,13

Tableau II.8 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour de l'eau distillée $\Delta p = 1,5$ bar et $v = 0,215$ m/s

Jv (l/h.m²)	13,730	12,250	12,050	11,840	11,640	11,510	11,310	11,500
t (min)	0,83	1,90	2,85	3,87	4,92	5,97	7,08	8,17

Tableau II.9 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour de l'eau distillée $\Delta p = 1,5$ bar et $v = 0,160$ m/s

Jv (l/h.m²)	12,480	11,840	11,440	11,300	11,300
t(min)	0,93	1,93	3,00	4,05	6,41

Tableau II.10 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour de l'eau distillée $\Delta p = 1,5$ bar et $v = 0,107$ m/s

Jv (l/h.m²)	11,820	11,290	11,220	11,197	11,000	11,070	11,070
t (min)	4,13	5,07	6,13	7,28	9,68	15,30	20,67

Tableau II.11 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour de l'eau distillée $\Delta p = 1,5$ bar et $v = 0,050$ m/s

Jv (l/h.m²)	12,480	11,300	11,070	10,860	10,930
t(min)	0,92	2,07	4,05	5,27	6,28

Tableau II.12 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour le solvant $\Delta p = 1,0$ bar et $v = 0,215$ m/s

Jv (l/h.m²)	10,250	8,920	8,690	8,580	8,390
t(min)	1,12	2,57	3,95	5,33	6,87

Tableau II.13 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour le solvant $\Delta p = 1,0$ bar et $v = 0,160$ m/s

Jv (l/h.m²)	8,580	8,530	8,240	8,150	8,160
t(min)	1,33	2,70	4,17	5,62	7,12

Tableau II.14 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour le solvant $\Delta p = 1,0$ bar et $v = 0,107$ m/s

Jv (l/h.m²)	8,910	7,840	7,830	7,780	7,800
t(min)	1,28	2,92	4,40	5,90	7,33

Tableau II.15 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour le solvant $\Delta p = 1,0$ bar et $v = 0,050$ m/s

Jv (l/h.m²)	7,470	3,370	7,350	7,320	7,280	7,200
t (min)	3,18	4,72	6,25	7,80	9,32	10,72

Tableau II.16 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour le solvant $\Delta p = 1,5$ bar et $v = 0,215$ m/s

Jv (l/h.m²)	14,00	12,950	12,870	12,650	12,480
t(min)	0,82	1,77	2,67	3,62	4,60

Tableau II.17 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour le solvant $\Delta p = 1,5$ bar et $v = 0,160$ m/s

Jv (l/h.m²)	15,000	12,600	12,640	12,310	12,260
t(min)	0,72	1,82	2,72	3,72	4,67

Tableau II.18 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour le solvant $\Delta p = 1,5$ bar et $v = 0,107$ m/s

Jv (l/h.m²)	13,000	12,250	12,120	12,200	12,040
t(min)	0,88	1,87	2,83	3,75	4,75

Tableau II.19 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour le solvant $\Delta p = 1,5$ bar et $v = 0,050$ m/s

Jv (l/h.m²)	13,200	12,840	12,260	12,200	12,040
t(min)	0,87	1,83	2,80	3,75	4,75

Tableau II.20 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_0 = 12$ g/l. $\Delta p = 0,725$ bar et $v = 0,107$ m/s

Jv (l/h.m²)	5,200	3,390	2,820	2,910	2,760	2,600	2,560	2,550	2,560	2,560
t(min)	4,40	8,67	16,23	27,53	37,33	48,42	53,65	58,42	62,60	67,00

Tableau II.21 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_0 = 12$ g/l. $\Delta p = 0,725$ bar et $v = 0,050$ m/s

Jv (l/h.m²)	5,040	3,450	2,730	2,870	2,530	2,220	2,240	2,230
t(min)	4,53	8,53	16,80	19,93	27,15	41,25	51,10	61,60

Tableau II.22 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_0 = 12$ g/l. $\Delta p = 0,725$ bar et $v = 0,020$ m/s

Jv (l/h.m²)	4,500	3,500	2,700	2,270	1,990	1,930	1,870	1,680	1,680	1,670
t(min)	2,55	6,53	12,72	20,17	25,88	29,65	36,73	47,70	68,13	75,40

Tableau II.23 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_0 = 12$ g/l. $\Delta p = 1,000$ bar et $v = 0,107$ m/s

Jv (l/h.m²)	5,490	4,500	4,010	3,810	3,430	3,290	3,300	3,120	3,110	3,120
t(min)	2,08	5,08	8,56	12,01	16,86	20,87	24,28	36,68	44,16	55,03

Tableau II.24 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 12$ g/l. $\Delta p = 1,000$ bar et $v = 0,050$ m/s

Jv (l/h.m²)	4,230	3,840	3,260	3,010	2,950	2,930	2,900	2,910	2,900
t(min)	3,00	7,89	18,21	22,89	26,87	35,04	40,46	57,23	64,24

Tableau II.25 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 12$ g/l. $\Delta p = 1,000$ bar et $v = 0,020$ m/s

Jv (l/h.m²)	4,600	3,520	3,230	2,800	2,600	2,250	2,140	2,010	2,000
t(min)	5,25	11,44	16,12	23,36	30,12	38,15	46,18	60,60	67,33

Tableau II.26 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 12$ g/l. $\Delta p = 0,300$ bar et $v = 0,215$ m/s

Jv (l/h.m²)	1,630	1,370	1,240	1,220	1,280	1,230	1,200	1,210
t(min)	14,00	25,06	36,90	46,90	56,30	65,15	84,40	95,40

Tableau II.27 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 12$ g/l. $\Delta p = 0,500$ bar et $v = 0,215$ m/s

Jv (l/h.m²)	2,960	2,400	2,290	2,300	2,290	2,310	2,300	2,320	2,300
t(min)	3,87	9,53	15,00	20,00	24,98	29,73	34,83	39,46	44,78

Tableau II.28 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 12$ g/l. $\Delta p = 1,000$ bar et $v = 0,215$ m/s

Jv (l/h.m²)	5,230	4,220	3,810	3,730	3,660	3,640	3,640	3,640
t(min)	4,38	8,13	12,00	15,35	21,90	31,45	37,73	47,00

Tableau II .29 : Evolution du flux du perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 6\text{g/l}$ et $v = 0,107\text{ m/s}$

Jv (l/h.m²)	1,300	1,450	1,800	2,130	2,590	3,01	3,500	3,910	3,920
t(min)	0,325	0,525	0,712	0,825	0,900	1,000	1,100	1,200	1,300

Tableau II . 30: Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une solution de BSA à $C_o = 6\text{g/l}$ $v = 0,050\text{ m/s}$

Jv (l/h.m²)	1,300	1,440	1,810	2,100	2,490	2,990	3,260	3,250
Δp (bar)	0,412	0,550	0,612	0,800	0,925	1,000	1,100	1,200

Tableau II . 31 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une solution de BSA à $C_o = 6\text{g/l}$ $v = 0,020\text{ m/s}$

Jv (l/h.m²)	1,290	1,350	1,700	2,190	2,590	2,900	2,900
Δp (bar)	0,500	0,625	0,737	0,925	1,000	1,100	1,225

Tableau II . 32 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une solution de BSA à $C_o = 12\text{g/l}$ $v = 0,107\text{ m/s}$

Jv (l/h.m²)	0,620	0,840	1,050	1,500	1,850	2,105	2,550	2,750	2,750
Δp (bar)	0,375	0,500	0,625	0,812	0,900	1,000	1,100	1,200	1,300

Tableau II . 33 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une solution de BSA à $C_o = 12\text{g/l}$ $v = 0,050\text{ m/s}$

Jv (l/h.m²)	0,640	0,940	1,500	1,990	2,340	2,350	2,350
Δp (bar)	0,412	0,812	0,925	1,000	1,125	1,200	1,3000

Tableau II. 34 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une solution de BSA à $C_0 = 12\text{g/l}$
 $v = 0,020 \text{ m/s}$

Jv (l/h.m²)	0,500	0,600	0,900	1,400	1,900	1,910	1,900
Δp (bar)	0,325	0,500	0,625	0,800	1,100	1,200	1,300

Tableau II. 35 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une solution de BSA à $C_0 = 24\text{g/l}$
 $v = 0,107 \text{ m/s}$

Jv (l/h.m²)	0,400	0,630	0,880	1,300	1,450	1,500	1,500
Δp (bar)	0,325	0,500	0,600	0,725	1,800	1,975	1,200

Tableau II. 36 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une solution de BSA à $C_0 = 24\text{g/l}$
 $v = 0,050 \text{ m/s}$

Jv (l/h.m²)	0,350	0,420	0,800	1,020	1,250	1,380	1,420	1,410
Δp (bar)	0,300	0,425	0,500	0,612	0,775	0,812	1,000	1,225

Tableau II. 37 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une solution de BSA à $C_0 = 24\text{g/l}$
 $v = 0,020 \text{ m/s}$

Jv (l/h.m²)	0,300	0,350	0,740	0,920	1,120	1,360	1,360
Δp (bar)	0,225	0,375	0,512	0,625	0,712	0,800	1,000

Tableau II. 38 : Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une solution de BSA à $C_0 = 24\text{g/l}$
 $v = 0,323 \text{ m/s}$

Jv (l/h.m²)	1,308	2,479	3,407	4,319	4,905	5,870	6,540	6,540	6,540
Δp (bar)	0,312	0,487	0,675	0,837	1,000	1,187	1,375	1,487	1,580

Tableau II . 39 : Variation du coefficient de transfert de matière en fonction de la vitesse de recirculation.

K.10⁶ (m/s)	41,25	35,76	31,39
V(m/s)	0,107	0,050	0,020
Q (l/h)	100	50	20

Tableau II . 40 : Variation du champ électrique appliqué en fonction de l'intensité de courant

E (VOLT/CM)	2,69	3,09	3,48	3,78	34,22	4,52	4,61	4,83	5,26	5,65	6,22	6,48	6,52	6,83	6,96	7,35
I(mA)	58	80	110	130	160	190	205	230	320	380	460	520	580	660	700	800

Tableau II . 41: Evolution du flux de perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 12 \text{ g/l}$, $\dot{v} = 0,107 \text{ m/s}$, $\Delta p = 1 \text{ bar}$ et $E = 0,74 \text{ volt/cm}$

Jv (l/h.m²)	6,040	4,950	4,400	4,120	3,770	3,620	3,620
t (min)	0,90	1,80	3,25	5,87	7,17	12,90	15,48

Tableau II . 42: Evolution du flux de perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 12\text{g/l}$, $v = 0,020 \text{ m/s}$, $\Delta p = 1 \text{ bar}$ et $E = 0,74 \text{ volt/cm}$

Jv (l/h.m²)	5,01	4,70	4,44	4,20	4,30	4,00	3,60	3,20	2,80	2,80
t (min)	0,78	1,32	2,87	4,78	6,77	8,25	10,34	14,31	21,20	24,60

Tableau II . 43: Evolution du flux de perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 12\text{g/l}$, $v = 0,107 \text{ m/s}$, $\Delta p = 1 \text{ bar}$ et $E = 2,17 \text{ volt/cm}$

Jv (l/h.m²)	6,500	6,220	5,900	5,400	4,990	4,600	4,570	4,570
t (min)	988	2,20	4,50	6,25	8,89	10,17	12,34	15,65

Tableau II . 44: Evolution du flux de perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 12\text{g/l}$, $v = 0,020 \text{ m/s}$, $\Delta p = 1 \text{ bar}$ et $E = 2,17 \text{ volt/cm}$

Jv (l/h.m²)	5,280	5,140	4,810	4,420	3,900	3,600	3,270	2,900	2,800
t (min)	1,04	2,25	4,40	7,02	9,11	12,30	15,60	19,24	23,60

Tableau II. 45: Evolution du flux de perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 12\text{g/l}$, $v = 0,107\text{ m/s}$, $\Delta p = 1\text{ bar}$ et $E = 4,78\text{ volt/cm}$

Jv (l/h.m²)	7,020	6,650	6,430	6,090	5,890	5,600	5,610
t (min)	0,90	3,17	6,50	12,28	16,30	23,06	25,38

Tableau II. 46: Evolution du flux de perméat en fonction du temps pour une solution de BSA à $C_o = 12\text{g/l}$, $v = 0,020\text{ m/s}$, $\Delta p = 1\text{ bar}$ et $E = 4,78\text{ volt/cm}$

Jv (l/h.m²)	6,440	5,980	5,520	5,520	4,940	4,520	4,380	4,290	4,140	4,010
t (min)	1,25	2,85	5,35	8,70	11,20	14,25	15,60	22,08	24,78	26,17

Tableau II. 47: Evolution du flux de perméat en fonction du temps avec variation du champ électrique appliqué pour une solution de BSA à $C_o = 12\text{g/l}$, $v = 0,020\text{ m/s}$, $\Delta p = 1\text{ bar}$

Jv (l/h.m²)	7,010	6,450	5,40	5,310	5,560	5,400	5,950	6,320	6,670	5,600	5,230	4,780	4,320
t(min)	5,60	11,70	16,20	18,37	20,52	22,35	23,80	25,10	27,25	33,33	37,67	42,68	44,98
E(volt/cm)	0	0	0	4,35	4,35	4,35	6,52	6,52	6,52	0	0	0	2,17

4,210	4,090	4,080	4,000	3,860	3,990	4,320	4,460	4,590	5,060	5,310	5,850	6,210
47,85	50,47	52,25	54,97	56,58	57,55	59,02	61,33	62,35	63,52	64,41	65,20	66,27
2,17	2,17	3,48	3,48	5,22	5,22	5,22	6,52	6,52	6,52	7,83	7,83	7,83

6,050	6,000	5,970	5,800	5,080	4,760	4,550	4,380	4,390	4,350	4,340	4,320	4,300
69,58	70,08	74,27	80,52	85,67	90,60	94,68	98,85	101,80	105,93	108,60	110,30	112,10
4,35	4,35	4,35	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tableau II. 48: Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une solution de BSA à $C_o = 24\text{ g/l}$, $v = 0,323\text{ m/s}$ et $E = 4,78\text{ volt /Cm}$

Jv (l/h.m²)	3,121	4,210	4,090	5,240	7,280	8,650	8,650	8,650
t (min)	0,387	0,612	0,787	0,987	1,010	1,200	1,300	1,500

