

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



École Nationale Polytechnique
Département du Génie de l'Environnement

PROJET DE FIN D'ETUDES

Présenté par :

ALI RACHEDI Mohamed Lotfi

BOUAKRIF Zahir

POUR L'OBTENTION DU DIPLOME D'INGENIEUR D'ETAT EN
GENIE DE L'ENVIRONNEMENT

THÈME

Traitement d'un rejet de laiterie

Soutenu le : 22/06/2015 devant le jury suivant :

Président :

M. N. MAMERI

Professeur à l'ENP

Promoteurs :

M. M.DROUCHE

Professeur à l'ENP

M. F.BOUAMRA

Doctorant à l'ENP

Examinatrice:

Mme. N. ABDI

Professeur à l'ENP

Remerciements

Nous commençons par remercier DIEU d'avoir eu la bonté de nous entourer de personnes formidables qui ont, chacune à leur façon, et ce, à différentes étapes de notre cheminement, contribué, d'une manière ou d'une autre, à la réalisation de ce mémoire.

En second lieu, nous tenons à remercier nos promoteurs M^{me} Fariza BOUAMRA et Mr Madani DROUCHE pour leur présence et leur aide inestimable durant toute la période du travail. Ainsi que Mr Hakim LOUNICI pour ses précieux conseils qui nous ont permis de mener à bien notre projet.

Des remerciements s'imposent aussi pour M^{lle} Leila BENSADALLAH qui nous a supporté et guidé, pour sa disponibilité et sa gentillesse tout au long de ce travail.

Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury Mr Nabil MAMERI et M^{me} Nadia ABDI pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail Et de l'enrichir par leurs propositions. Enfin, nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

A nos parents

A nos frères et sœurs

A nos amis

Et à tous ceux qui nous sont chers

Merci

الملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تقييم فعالية ثلاثة تقنيات لمعالجة النفايات السائلة المحاكاة للملبنة التي تتميز بمحتوى عضوي عالي. عامل التخثر Al^{3+} المتحصل عليه بالإنحلال الأنودي في عملية التخثر الكهربائي، أو بالإضافة المباشرة في التخثر الكيميائي، مكنتنا من الحصول على معدلات القضاء على DCO 100% و 70 % على التوالي، و القضاء التام على الفوسفات. دراسة تكلفة الترشيح الفائق تشير إلى أنه من الأفضل العمل تحت معدل إعادة التدوير 2.49 م³/سا و الضغط على الغشاء 4.4 بار. تحت هته العوامل، وصلنا إلى تركيز يقدر ب 94% للبروتينات.

الكلمات المفتاحية: النفايات السائلة للملبنة، التخثر الكهربائي، التخثر الكيميائي، الترشيح الفائق.

Résumé

Le but de cette étude est d'évaluer l'efficacité de trois procédés pour le traitement d'un effluent simulé de laiterie qui se caractérise par une forte teneur en matière organique. L'agent coagulant Al^{3+} obtenue soit par dissolution anodique en électrocoagulation ou par ajout direct dans la solution en coagulation chimique a permis de réduire la DCO de 100 % pour le premier et 70 % pour le second, et d'éliminer totalement les phosphates pour les deux procédés. Une étude du coût de l'ultrafiltration indique qu'il est préférable de travailler avec un débit de recirculation de 2.49 m³.h⁻¹ et une pression transmembranaire de 4.4 bar. Sous ces conditions, nous arrivons à concentrer les protéines à 94 %.

Mots clés : effluent laitier, coagulation-floculation, électrocoagulation, ultrafiltration

Abstract

The purpose of this study is to evaluate the efficiency of three processes for the treatment of a simulated dairy wastewater that have a high concentration in organic matters. Coagulating agent Al^{3+} obtained by anodic dissolution in electrocoagulation or by direct injection in chemical coagulation reduced the COD by 100 and 70 % respectively, and totally eliminated the phosphorus. The cost of ultrafiltration was studied and showed that it is best to work with a recycling flow of 2.49 m³.h⁻¹ and an average transmembrane pressure of 4.4 bar. Under these conditions, we concentrated the proteins with a 94 % rate.

Keywords : dairy wastewater, coagulation-flocculation, electrocoagulation, ultrafiltration

Sommaire

Liste des tableaux.....	- 10 -
Liste des figures	- 11 -
Liste des abréviations.....	- 13 -
Introduction.....	- 1 -
Chapitre I : Synthèse Bibliographique	- 4 -
1. L'industrie Laitière	- 4 -
1.1. Définition du Lait	- 4 -
1.2. Composition du lait	- 4 -
1.3. L'industrie Laitière en Algérie	- 5 -
1.4. Origine des rejets Laitiers.....	- 6 -
1.5. Paramètres caractérisant les effluents laitiers	- 7 -
1.6. Caractéristiques des rejets Laitiers	- 7 -
1.6.1. Caractéristiques des effluents produits par l'industrie laitière.....	- 8 -
1.6.2. Caractéristiques des effluents produits par les fermes d'élevage	- 8 -
1.7. Impact des effluents laitiers	- 9 -
1.8. Normes et réglementation des effluents laitiers	- 9 -
1.8.1. Rejets urbains.....	- 9 -
1.8.2. Rejets en milieu rural	- 10 -
1.9. Techniques de traitement des effluents laitiers.....	- 10 -
1.9.1. Techniques biologiques	- 10 -
1.9.2. Techniques physico-chimiques	- 10 -
2. La Coagulation-Floculation	- 11 -
2.1. Définitions	- 11 -
2.1.1. Particules présentes dans l'eau.....	- 11 -
2.1.2. Théorie de la double couche	- 13 -
2.2. La coagulation	- 15 -

2.2.1.	Principe de la coagulation	- 15 -
2.2.2.	Facteurs influençant la coagulation.....	- 16 -
2.2.2.1.	Influence du pH.....	- 16 -
2.2.2.2.	Influence des sels dissous	- 16 -
2.2.2.3.	Influence de la température.....	- 16 -
2.2.2.4.	Influence du coagulant	- 16 -
2.2.2.5.	Influence de la turbidité	- 16 -
2.2.2.6.	Influence de la vitesse d'agitation.....	- 17 -
2.2.3.	Type de coagulants utilisés	- 17 -
2.2.3.1.	Les coagulants minéraux.....	- 17 -
2.2.3.2.	Les coagulants organiques	- 18 -
2.3.	La floculation.....	- 18 -
2.3.1.	Les floculants	- 18 -
3.	L'Electrocoagulation.....	- 19 -
3.1.	Applications de l'électrocoagulation	- 19 -
3.2.	Mécanisme réactionnels de l'électrocoagulation.....	- 21 -
3.3.	Modes de branchement des électrodes	- 22 -
3.3.1.	Electrocoagulation à courant continu.....	- 23 -
3.3.2.	Electrocoagulation à courant alternatif	- 23 -
3.4.	Théorie de l'électrocoagulation	- 24 -
3.5.	Avantages et inconvénients de l'électrocoagulation	- 25 -
4.	Les techniques membranaires	- 26 -
4.1.	Les membranes	- 27 -
4.1.1.	Définition	- 27 -
4.1.2.	Classification des membranes.....	- 27 -
4.1.2.1.	Classification selon le mécanisme de séparation	- 27 -
4.1.2.2.	Classification selon la structure	- 28 -

4.1.2.3.	Classification selon la nature chimique	- 28 -
4.1.3.	Caractéristiques des membranes	- 29 -
4.1.3.1.	Le diamètre du pore moyen	- 29 -
4.1.3.2.	Le taux de rétention ou sélectivité	- 29 -
4.1.3.3.	Le taux de conversion	- 30 -
4.1.3.4.	Le seuil de coupure	- 30 -
4.1.3.5.	Densité de flux de perméation membranaire	- 30 -
4.1.3.6.	Pression transmembranaire	- 31 -
4.1.3.7.	Perméabilité	- 31 -
4.1.3.8.	Résistance	- 31 -
4.1.4.	Principe de mise en œuvre	- 33 -
4.1.4.1.	La filtration frontale	- 33 -
4.1.4.2.	Ecoulement tangentiel.....	- 33 -
4.1.5.	Les modules	- 34 -
4.2.	Domaines d'application des procédé membranaires à gradient de pression	- 35 -
4.3.	Avantages des méthodes de séparation membranaires.....	- 35 -
4.4.	Limitations des procédés membranaires.....	- 36 -
4.4.1.	Le colmatage	- 36 -
4.4.2.	Prévention du colmatage.....	- 37 -
4.4.3.	Le lavage des membranes	- 37 -
4.4.3.1.	Nettoyage mécanique.....	- 38 -
4.4.3.2.	Nettoyage chimique	- 38 -
4.5.	L'ultrafiltration	- 39 -
4.5.1.	Intérêt de l'ultrafiltration.....	- 39 -
4.5.2.	Application de l'ultrafiltration	- 39 -
4.5.3.	Membranes d'ultrafiltration	- 39 -
4.5.4.	Systèmes d'ultrafiltration.....	- 40 -

4.5.4.1.	Système en discontinu.....	- 40 -
4.5.4.2.	Système en continu avec recyclage partiel du retentât	- 41 -
4.5.4.3.	Système en continu	- 42 -
4.5.5.	Mécanismes de transfert.....	- 42 -
4.5.5.1.	Modèle du tamis moléculaire.....	- 42 -
4.5.5.2.	Modèle du film.....	- 43 -
4.5.5.3.	Modèle du gel	- 44 -
4.5.5.4.	Modèle de la pression osmotique.....	- 44 -
Chapitre II : Matériels et Méthodes		- 45 -
1.	Produits utilisés.....	- 45 -
2.	Méthodes d'analyse	- 45 -
2.1.	Spectroscopie d'absorption UV	- 45 -
2.2.	pH	- 46 -
2.3.	DCO.....	- 46 -
2.4.	Protéines	- 46 -
2.5.	Phosphates	- 46 -
2.6.	Nitrates.....	- 47 -
2.7.	Conductivité.....	- 47 -
3.	Dispositif expérimental.....	- 47 -
3.1.	Coagulation-floculation	- 47 -
3.2.	Electrocoagulation	- 48 -
3.3.	Ultrafiltration	- 48 -
4.	Procédure expérimentale.....	- 49 -
4.1.	Coagulation-floculation	- 49 -
4.2.	Electrocoagulation	- 50 -
4.3.	Ultrafiltration	- 51 -
4.3.1.	Etude de perméabilité.....	- 51 -

4.3.2.	Etude de l'optimisation économique de la cellule d'ultrafiltration.....	- 52 -
4.3.3.	Essai de concentration.....	- 53 -
Chapitre III : Résultats et Discussions		- 54 -
1.	Coagulation – floculation	- 54 -
2.	Electrocoagulation.....	- 57 -
2.1.	Influence du courant	- 57 -
2.2.	Suivi du pH.....	- 58 -
2.3.	Suivi du potentiel.....	- 59 -
3.	Ultrafiltration.....	- 60 -
3.1.	Etude de perméabilité	- 60 -
3.2.	Etude de l'optimisation économique de la cellule d'ultrafiltration	- 61 -
3.3.	Essai de concentration	- 62 -
Conclusion		- 66 -
Références bibliographiques		- 67 -
Annexes		- 70 -
Annexe 1 : Dosage de la DCO		- 70 -
Annexe 2 : Dosage des protéines :.....		- 71 -
Annexe 3 : Dosage des phosphates (ISO N° 6878)		- 72 -
Annexe 4 : Dosage des nitrates (AFNOR NFT 90 102).....		- 73 -
Annexe 5 : Diagramme de prédominance des espèces		- 74 -
Annexe 6 : Lavage des membranes		- 74 -

Liste des tableaux

Tableau 1 : La composition moyenne du lait de vache

Tableau 2 : Comparaison des flux des effluents pour les trois types de production laitière

Tableau 3 : Valeurs limites des rejets en milieu urbain

Tableau 4 : Application à pleine échelle de l'électrocoagulation pour le traitement des rejets

Tableau 5 : Définition de quelques paramètres utilisés en filtration membranaire

Tableau 6 : Caractéristiques du rejet laitier

Tableau 7 : Paramètres significatifs pour la coagulation d'un rejet laitier

Liste des figures

Figure 1 : Temps de décantation des particules

Figure 2 : Représentation du colloïde hydrophile

Figure 3 : Potentiel électrique de particules colloïdales

Figure 4 : Energie d'interaction entre deux particules en fonction de la distance depuis la surface de la particule

Figure 5 : Schéma de principe de l'électrocoagulation

Figure 6 : Configuration des branchements. (a) monopolaire simple, (b) monopolaire en série, (c) monopolaire en parallèle, (d) bipolaire.

Figure 7 : Mécanisme de filtration membranaire

Figure 8 : Détermination du seuil de coupure d'une membrane.

Figure 9 : Mise en œuvre de la filtration

Figure 10 : Mécanisme du colmatage

Figure 11 : Représentation schématique du rétrolavage.

Figure 12 : Système en discontinu

Figure 13 : Système en continu avec recyclage partiel du retentât

Figure 14 : Système en continu

Figure 15 : Variation du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire

Figure 16 : Jar test

Figure 17 : Dispositif expérimental de l'électrocoagulation

Figure 18 : Pourcentage d'abattement des MES en fonction de la concentration en sulfate d'aluminium

Figure 19 : Pourcentage d'abattement des DCO en fonction de la concentration en sulfate d'aluminium

Figure 20 : Pourcentage d'abattement des phosphates en fonction de la concentration en sulfate d'aluminium

Figure 21 : Pourcentage d'abattement des nitrates en fonction de la concentration en sulfate d'aluminium

Figure 22 : Variation du pH en fonction de la concentration en sulfate d'aluminium

Figure 23 : Variation des MES en fonction du temps pour deux valeurs du courant

Figure 24 : Abattement de la DCO en fonction du temps pour deux valeurs du courant

Figure 25 : Abattement des phosphates en fonction du temps pour deux valeurs du courant

Figure 26 : Variation du pH au cours du temps pour deux valeurs de courant

Figure 27 : Evolution du potentiel du milieu au cours du temps

Figure 28 : Variation de la température au cours du temps pour deux valeurs du courant

Figure 29 : Courbe solvant $J_v=f(\Delta P)$

Figure 30 : Variation du prix de revient du mètre cube en fonction de la vitesse de recirculation pour différentes pressions transmembranaires

Figure 31 : Variation du flux de perméat en fonction du temps

Figure 32 : Variation du taux de rétention des protéines en fonction du temps

Figure 33 : Variation de la DCO en fonction du temps pour le perméat et le retentât

Figure 34 : Variation des MES en fonction du temps pour le perméat et le retentât

Figure 35 : Evolution de la concentration en protéines dans le retentât au cours du temps

Figure 36 : Courbe d'étalonnage de la DCO

Figure 37 : Courbe d'étalonnage des protéines

Figure 38 : Courbe d'étalonnage des phosphates

Figure 39 : Courbe d'étalonnage des nitrates

Figure 40 : Diagrammes de prédominance des espèces d'aluminium et effet du pH

Liste des abréviations

% : pourcent

(aq) : aqueux

(g) : gaz

(l) : liquide

$(\text{PO}_4)_2\text{Ca}_3$:

(s) : solide

°C : degrés Celsius

μ : viscosité dynamique du solvant

μm : micromètre

A : ampère

A : surface de la membrane

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$: sulfate d'aluminium

AlCl_3 : chlorure d'aluminium

C : concentration du soluté dans la couche limite à l'abscisse x

C_0 : Concentration de l'espèce à retenir dans la solution

C_0 : concentration initial du soluté dans la charge

$\text{Ca}(\text{OH})_2$: la chaux

C_g : concentration du gel

C_i : Concentration de l'ion i.

cm : centimètre

C_m : concentration du soluté à la surface de la membrane

cm^2 : centimètre carré

C_P : Concentration de la même espèce dans le perméat

C_R : concentration dans le retentât

D : coefficient de diffusion

D.O : absorbance ou densité optique

D: Constante diélectrique du milieu.

Da : Dalton

DA.joules⁻¹ : dinar algérien par joule

DA.m⁻².s⁻¹ : dinar algérien par seconde et mètre carré

DA.s⁻¹ : dinar algérien par seconde

DBO : Demande Biologique en Oxygène

DBO₅ : Demande Biologique en Oxygène au bout de 5 jours

DCO : Demande Chimique en Oxygène

e: Epaisseur effective de la couche diffuse.

E_A : énergie d'attraction de la particule colloïdale B

E_R : énergie de répulsion de la particule colloïdale A

ERIAD : les Entreprises Régionales des Industries Alimentaires et Dérivées.

F : constante de Faraday

FCV : facteur de concentration volumique

Fe₂(SO₄)₃ : sulfate de fer

FeCl₃ : chlorure de fer

g : gramme

g.L⁻¹ : gramme par litre

g.mol⁻¹ : gramme par mole

h: heure

I : Intensité imposée aux bornes des électrodes

I : intensité de la lumière à la sortie de la cellule du spectroscope

I₀ : intensité de la lumière à l'entrée de la cellule du spectroscope

J_V : Flux du perméat ()

K : coefficient de transfert de matière à l'interface fluide-membrane

K : coût global par unité de temps

K_C : coefficient du coût en capital

kg.m⁻³ : kilogramme par mètre cube

K_P : coefficient du coût de l'énergie de pompage

L : épaisseur de la membrane

L : litre

L. s⁻¹.m⁻² : litre par seconde mètre carré

L.h⁻¹ : litre par heure

L.mol⁻¹.m⁻¹ : litre par mol et par mètre

L.Pa⁻¹s⁻¹.m⁻² : Litre par pascal, seconde et mètre carré

l: épaisseur de la cellule

L_P : Perméabilité de la membrane au solvant

M : masse molaire de l'ion considéré

m : mètre

$m.s^{-1}$: mètre par seconde

m: masse théoriquement dissoute

m^2 : mètre au carré

$m^2.s^{-1}$: mètre carré par seconde

$m^3.j^{-1}$: mètre cube par jour

$m^3.s^{-1}$: mètre cube par seconde

M_B : masse molaire de l'espèce formée

m_B : masse de l'espèce formée

MES : Matières En Suspension

MF : microfiltration

$mg\ d'O_2.L^{-1}$: milligramme d'oxygène par litre

$mg.L^{-1}$: milligramme par litre

min : minute

mm : millimètre

$mol.L^{-1}$: mole par litre

MVS : Matières Volatiles en Suspension

n : Nombre d'électrons mis en jeu dans la réaction considérée

N : nombre de pores

NF : nanofiltration

nm : nanomètre

NO_2^- : nitrite

NO_3^- : nitrate

OAIC : l'Office Algérien Interprofessionnel des Céréales

ONAB : l'Office National des Aliments du Bétail.

ONIL : l'Office National Interprofessionnel du Lait

P_1 : pression à l'entrée

P_2 : pression à la sortie

P_3 : contre pression

Pa : Pascal

$Pa.s$: pascalle seconde

pH : potentiel Hydrogène

pZ : potentiel zêta

q: Charge de l'entité mobile par unité de surface.

Q_0 : débit de la solution à l'entrée
 Q_P : débit du perméat
 Q_V : débit de recirculation
 r : rayon des canaux
 R : taux de rejet
 R_m : résistance hydraulique
 r_p : rayon moyen des pores
rpm : rotation par minute
s : seconde
S : surface des canaux de la membrane
 SiO_2 : silice activée
t : temps
 t_{emp} : temps d'empotage
TR : Taux de rétention
tr/min : tour par minute
U : Vitesse de recirculation
UF : ultrafiltration
UV : Ultra Violet
 V_{emp} : volume d'empotage
x : distance limite
y : taux de conversion
 z_i : Valence de l'ion i.
 δ : épaisseur de la couche de soluté
 ΔP : pression transmembranaire
 ΔP_f : pertes de charges
 $\Delta \Pi$: différence de pression osmotique de part et d'autre de la membrane
 ε : coefficient d'extinction spécifique du soluté
 λ : longueur d'onde
 σ : coefficient de réflexion de Staverman
 Φ : Potentiel total à l'interface
 Φ : rendement faradique
 Φ_0 : Potentiel différentiel dans la couche adsorbée
 Ω : Force ionique.

INTRODUCTION

Introduction

Les industries agroalimentaires, de par la nature de leurs productions, sont grandes consommatrices d'eau de très bonne qualité. A l'autre bout de la chaîne, leurs rejets représentent 20 % des eaux résiduaires de l'industrie nationale. La totale implication de l'agroalimentaire dans la chaîne de l'eau conduit donc à ce que la préservation de la ressource constitue une de ses priorités. 10 % des investissements des industries agroalimentaires sont réalisés pour la protection de l'environnement. Parmi les principaux investisseurs, on retrouve les sucreries, les industries du grain, le secteur de la viande et, enfin, les laiteries et les conserveries (**C.MATHIEU-ANDRE, 2010**).

Dans la filière laitière, le principal problème se situe au niveau de l'eau. Elle doit être dépolluée avant rejet dans le milieu naturel car elle a une forte teneur en DBO et DCO, en solides dissous ou en suspension qui contiennent principalement des huiles et des graisses, et des nutriments tel que les phosphates et les nitrates ; induits par les différents processus de fabrication mis en jeu et les processus de nettoyage, c'est pour cela qu'il faut d'abord réaliser un bilan pollution pour étudier les sources de pollution, caractériser le rejet et essayer de minimiser cette pollution. Ce traitement génère des boues dont il faut aussi tenir compte (**R.MOLETTA, 1999**).

La première étape du traitement des eaux usées porte sur la séparation des formes de pollution facilement récupérables (particules par exemple). Le but est de minimiser la quantité de pollution à traiter dans la suite de la filière de dépollution. Ainsi, les effluents de l'industrie laitière peuvent subir différents prétraitements : dégrillage ou tamisage, dégraissage, dessablage dans le but d'éliminer la pollution particulaire.

Par la suite, les effluents laitiers qui contiennent une pollution essentiellement organique et sous forme soluble peuvent subir un épandage sur des terres agricoles ou un traitement biologique. Dans le premier cas, la pollution est éliminée par les micro-organismes du sol et les végétaux. Dans le second cas, on confie à des populations microbiennes présentes dans des réacteurs biologiques le soin d'éliminer la pollution.

On peut aussi traiter les effluents laitiers par des procédés physico-chimiques tels que la coagulation floculation. Ce procédé étant largement utilisé pour la clarification des eaux et

l'élimination de composés organiques et inorganiques (**Massè et Mass, 2000**). Généralement ces procédés utilisent des concentrations importantes de réactifs entraînant ainsi une augmentation de la salinité des effluents et du volume de solides générés (**Baltpurvins et al. 1997**).

A fin de palier a ces inconviens.une nouvelle catégorie de traitement physico-chimiques a vu le jour et ce dès le 19eme siècle : les électrotechnologie ,en effet le développement de l'électricité comme nouvelle source d'énergie l'aspect non polluant et les facilités d'automatisation qu'elle apporte ont permis, ces dernières années, un développement important des technique électrochimiques dans le domaine du traitement des eaux . L'électrocoagulation est une technique électrolytique dérivée de la coagulation chimique classique. Elle permet d'éliminer la pollution dissoute et les particules colloïdales grâce à la production *in situ* de floes d'hydroxydes obtenus par dissolution anodique d'électrodes solubles d'aluminium ou de fer (**Shen et al. 2000**). L'électrocoagulation requiert moins de réactifs et permet de réduire le volume de boues générées comparativement a la coagulation chimique conventionnelle (**Mollah et al. 2001**), plusieurs études font état de l'utilisation du procédé d'électrocoagulation pour l'élimination des composés organique issus des eaux usées d'industrie laitière.

Les procédés basés sur la séparation par membrane permettant de coupler, la dépollution et la valorisation (**Pontalier et al. 1995**) et de travailler dans des conditions particulièrement douces (**Aimar et al. 1998**).

Par ailleurs, les membranes permettent de réduire voir même supprimer la consommation de produits chimiques (floculants, coagulants) pour le traitement d'effluents (**Cartwright et al. 1992**). Ceci est un avantage non négligeable dans l'objectif d'élaborer des systèmes plus propres.

A l'heure actuelle, les procédés à membrane sont présents dans de nombreux secteurs industriels, pour clarifier, concentrer, fractionner divers composants à partir d'un fluide. Elles sont largement utilisées dans l'industrie laitière pour la standardisation du lait en protéines ainsi que pour la valorisation des protéines du lactosérum (**Maubois, 2000**) et du lactose à partir du perméat de lactosérum (**Thomet, 2005**).

L'objectif de notre étude est d'évaluer l'efficacité des trois procédés : la coagulation-floculation, l'électrocoagulation et l'ultrafiltration, sur un effluent synthétique.

Le présent travail s'articule principalement sur les points suivant :

- Un premier chapitre consacré à l'étude bibliographique dans laquelle nous présentons l'état de l'art des trois procédés étudiés.

- Le deuxième chapitre englobe la description du matériel et des méthodes analytiques utilisées ainsi que le protocole expérimental suivi.
- Enfin le dernier chapitre présente les résultats obtenus par les différents procédés

CHAPITRE I :
SYNTHESE
BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I : Synthèse Bibliographique

1. L'industrie Laitière

1.1. Définition du Lait

Selon le codex (norme 206-1999), le lait est la sécrétion mammaire normale d'animaux de traite obtenue à partir d'une ou plusieurs traites, sans rien y ajouter ou en soustraire, destiné à la consommation comme lait liquide ou à un traitement ultérieur [1].

Selon le Congrès international de la répression des fraudes en 1909, le lait est le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée [1].

Il doit être recueilli proprement et ne pas contenir de colostrum. Le décret du 25 mars 1924 indique la définition « lait » que sans indication de l'espèce animale de provenance, est réservée au lait de vache. Tout lait provenant d'une femelle laitière autre que la vache devra être clairement caractérisé [1].

1.2. Composition du lait

Le lait est un milieu aqueux caractérisé par différentes phases en équilibre instable :

- **La phase aqueuse:** phase dispersante continue contenant des molécules (exemple : lactose) ou des ions (exemple : calcium) à l'état dissout. Cette phase est stable [1].
- **Une suspension colloïdale de caséines:** associées à des minéraux ($(\text{PO}_4)_2\text{Ca}_3$), ce sont les micelles phosphocalciques ou micelles de caséines. Ces agrégats macro-moléculaires de forme et de masses variées sont chargés négativement dans le lait frais. Il en résulte une répulsion électrostatique des micelles, ce qui assure la stabilité en évitant l'agglomération. Il faut noter que les micelles de caséines peuvent être déstabilisées sous l'action de facteurs extérieurs qui neutralisent les charges négatives ou désagrègent leur intégrité. Il en résulte alors l'agglutination des micelles de caséines puis la séparation du liquide aqueux dispersant. C'est la coagulation du lait [1].

- **Une émulsion lipidique:** les globules gras sont constitués d'une goutte lipidique entourée d'une membrane lipoprotéique assurant l'intégrité et l'individualité du globule. Ces globules gras sont en émulsion grâce à la charge négative de l'enveloppe assurant la répulsion électrostatique [1].
- **Les micro-organismes du lait:** ce sont essentiellement des bactéries sous forme végétative ou sporulée, en suspension stable. C'est leur développement éventuel qui est générateur d'instabilité le plus souvent par acidification (cas des bactéries lactiques) [1].

La composition moyenne des principaux constituants du lait de vache est indiquée dans le tableau 1[2].

Tableau 1 : La composition moyenne du lait de vache

	Les teneurs du lait en ses différents constituants (g.L ⁻¹)
Constituants minéraux	
Eau	902
Sels minéraux	6.2
Gaz dissous	0.1
Constituants organiques	
Sels organiques	1.7
Lactose	49
Matière grasse	38
Protéines ou constituants azotés	32
protéiques	26
- Caséine	6
- Protéines solubles	1.5

1.3.L'industrie Laitière en Algérie

L'**amont** de la filière lait se compose des producteurs et importateurs d'aliments du bétail, à savoir [3]:

- l'Office Algérien Interprofessionnel des Céréales (OAIC).
- les Entreprises Régionales des Industries Alimentaires et Dérivées (ERIAD).
- l'Office National des Aliments du Bétail (ONAB).

L'**aval** de la filière est représenté par [3]:

- les éleveurs bovins laitiers.
- les transformateurs : le Groupe Giplait, le privé.
- les importateurs : l'importation des matières premières était confiée à une filiale spécialisée dénommée la Milk Tarde. A présent, cette mission est confiée à l'Office National Interprofessionnel du Lait ONIL.

1.4.Origine des rejets Laitiers

La composition des effluents laitiers dépend de la nature du produit formé et donc des procédés mis en œuvre dans la laiterie. Les produits retrouvés dans les effluents proviennent principalement de la matière première (lactose, protéines, lipides, sels minéraux...) et des composés ajoutés pour le lavage (soude, acide phosphorique et nitrique...). Le comportement de l'homme est aussi un facteur à prendre en compte par rapport à la rigueur avec laquelle les sous produits sont utilisés [4].

On distingue alors les sources suivantes:

- Les ateliers de pasteurisation du lait ne déversent que des eaux de lavage, correspondant à un lait très dilué.
- L'industrie des produits frais (yaourts et fromages frais) rejettent des eaux qui peuvent être assez concentrées.
- Les fromageries et caséineries produisent du sérum riche en lactose et pauvre en protéines, les beurreries du babeurre riche en lactose et en protéine mais pauvre en matière grasse. Le babeurre et le sérum correspondent à une pollution considérable [5].

Mais il ne faut pas oublier les fermes et les salles de traites qui produisent aussi de la pollution sous les deux formes suivantes :

- Les eaux vertes : proviennent des rejets de l'animal pendant le séjour du bétail dans l'étable et du lavage du sol.
- Les eaux blanches : qui sont issues des lavages et de l'hygiénisation du matériel utilisé dans la traite. Elles sont en général peu chargées mais nécessitent quand même un traitement [4].
- Les eaux brunes : ce sont les déjections des animaux qui ont été diluées par les pluies dans les endroits non couverts [6].
- Le lactosérum : c'est un sous produit de la transformation du lait en fromage et constitue la plus grande majorité de la pollution [6].

1.5. Paramètres caractérisant les effluents laitiers

De par la nature des effluents de leurs compositions il est impossible de quantifier tout les éléments présents. C'est pour cela que l'on utilise des grandeurs qui caractérisent le niveau de pollution de manière globale et qui sont [4]:

- Demande biologique en oxygène (DBO) : C'est la quantité d'oxygène consommée dans l'obscurité à 20°C pendant un temps donné par des microorganismes pour oxyder la matière organique. La plupart des temps, l'incubation dure 5 jours et on écrit DBO₅. Elle est exprimée en gramme d'oxygène par litre d'effluent.
- Demande chimique en oxygène (DCO) : C'est la quantité d'oxydant chimique nécessaire pour oxyder la matière organique et est exprimée de la même manière que la DBO.
- Matière en suspension (MES) et matières volatiles en suspension (MVS) : Les MES correspondent à la quantité de matière particulaire exprimée en gramme de matière sèche par litre d'effluent par litre d'effluent après filtration tandis que les MVS sont les résidus de la calcination des MES à 600°C pendant 2h. La différence entre ces deux valeurs donne la quantité de matière organique en suspension.
- Azote : Il est présent sous forme organique, ammoniacale ou oxydée sous forme de nitrite NO₂⁻ et nitrate NO₃⁻ exprimé en milligramme d'azote élémentaire par litre d'effluent.
- Phosphore : sous forme de phosphate organique ou minéral, il est donné en milligramme de phosphore élémentaire par litre d'effluent.
- pH : C'est la concentration en ion H⁺ et elle exprime l'acidité du milieu qui est importante car les microorganismes utilisés ne fonctionnent que pour un certain intervalle de pH.

1.6. Caractéristiques des rejets Laitiers

Bien que la source des pollutions soit toujours le lait, les caractéristiques des effluents sont très variables [6].

Nous distinguons les rejets produits par l'industrie laitière et (transformation du lait) et ceux issus de la production du lait (fermes d'élevage) [5]:

1.6.1. Caractéristiques des effluents produits par l'industrie laitière

Dans l'industrie laitière, la grande majorité des effluents sont composés d'eaux de rinçage et des pertes en produits laitiers. Ces rejets sont très variables en relation avec les caractéristiques du lait, la transformation réalisée et la technologie de nettoyage utilisée [6].

La comparaison entre trois produits différents est donnée dans le tableau 2 [5].

Tableau 2 : Comparaison des flux des effluents pour les trois types de production laitière

Paramètre	Fromage	Lait frais	Lait en poudre
pH	5.22	6.92	5.80
Concentration en DCO (mg d'O ₂ .L ⁻¹)	5 340	4 656	1 908
Eau utilisée (m ³ .j ⁻¹)	495	682	390
Lait traité (m ³ .j ⁻¹)	168	223	86
Rapport des volumes $\frac{\text{eau utilisée}}{\text{lait traité}}$	2.94	3.06	4.54

1.6.2. Caractéristiques des effluents produits par les fermes d'élevage

Ces effluents sont constitués d'un mélange d'eaux usées provenant des différentes activités du site citées précédemment.

Etant donné que les différentes fermes sont éloignées les unes des autres, il n'est pas envisageable de regrouper tout les effluents dans une station d'épuration, et il est préférable de mélanger les eaux vertes aux eaux brunes qui seront ensuite utilisées en épandage.

Les eaux blanches continent essentiellement de la matière organique avec une DCO variant entre 0.5 et 6 g d'O₂.L⁻¹ et des MES de l'ordre de 1.9 g.L⁻¹ mais ces valeurs varient d'un élevage à un autre mais le rapport DCO/DBO₅ est dans un intervalle allant de 1.2 à 2.4 avec une valeur moyenne de 2.3 ce qui montre que les eaux blanches sont biodégradable.

Le lactosérum quand à lui est traité conjointement aux eaux blanches malgré sa forte charge en DBO et en DCO [6].

La variabilité des caractéristiques des effluents peut être attribuée à la méthodologie mise en œuvre lors du nettoyage en place, à la technologie des machines à traite et les produits de lessivage en l'occurrence l'acide phosphorique qui en très grandes concentrations peut être très dangereux. Ces produits de nettoyage peuvent aussi être corrosifs.

On peut aussi trouver des oligo-éléments comme l'aluminium, le cadmium et des pesticides qui vont avoir une influence sur ces rejets [6].

1.7. Impact des effluents laitiers

Les effluents laitiers ont une charge organique extrêmement élevée. C'est cette matière qui, concentrée dans les eaux ou les sols, provoque une pollution par asphyxie du milieu récepteur: pollution des petits cours d'eau, colmatage des sols autour des points de rejets, génération d'odeurs indésirables dues à la fermentation, graves perturbations des cycles biologiques et du milieu naturel lorsqu'elles sont en trop grande quantité (l'eutrophisation) [4].

Un litre de lait transformé induit 60 g de DCO dont 50 g issus du lactosérum ce qui implique que les eaux de lavage d'une fromagerie de la salle de traite constituent une pollution 15 fois plus grande que les eaux usées ménagères [4].

1.8. Normes et réglementation des effluents laitiers

On rencontre deux situations lors du rejet des effluents en industrie laitière [6]:

- La production d'eaux résiduares qui vont rejoindre le réseau de traitement des eaux usées en station d'épuration
- Les rejets d'eaux blanches en milieu rural où des solutions spécifiques doivent être envisagées.

La réglementation est différente pour ces deux cas :

1.8.1. Rejets urbains

Les normes algériennes applicables aux rejets industriels ont été imposées par le décret exécutif n° 93-160 du 10/07/1993, et sont données par les seuils de valeurs représentés dans le tableau 3 [6].

Tableau 3 : Valeurs limites des rejets en milieu urbain

Paramètre	Concentration maximale (mg.L ⁻¹)
MES	30
DBO ₅	40
DCO	120
Azote globale	40
Phosphore total	2

Ces normes indiquent aussi que les effluents ne doivent pas contenir de composés susceptibles d'occasionner des mauvaises odeurs que le pH est compris entre 5.5 et 8.5 et que la température est inférieure à 30 °C [6].

1.8.2. Rejets en milieu rural

La réglementation interdit le rejet direct dans le milieu naturel en particulier à cause de la pollution par les nitrates, mais il n'y a pas de normes fixes pour ce genre de milieu car chaque région a sa spécificité [7].

1.9. Techniques de traitement des effluents laitiers

Les eaux usées de l'industrie laitière sont essentiellement composées de matière organique carbonée présente sous forme soluble (concentrations élevées en lactose, acides aminés, petits peptides...). Le traitement de ce type d'effluents est donc axé en priorité sur l'élimination du carbone [7].

1.9.1. Techniques biologiques

Compte tenu de leur excellente biodégradabilité, les procédés de dépollution par voie biologique occupent une place prédominante dans le traitement des eaux usées issues de l'industrie laitière [7].

1.9.2. Techniques physico-chimiques

Les procédés physico-chimiques en traitement complet des eaux usées laitières ne permettent qu'une épuration très médiocre car ils n'assurent essentiellement que l'élimination des matières en suspension et très peu celle des composés solubles. En conséquence, ils sont généralement utilisés comme prétraitement des effluents en tête d'un dispositif d'épandage ou d'une station d'épuration biologique.

En fonction du procédé de dépollution retenu, les prétraitements peuvent inclure : un dégrillage, un dessablage, un dégraissage et un bassin tampon avec régulation du pH. La mise en place d'une décantation primaire n'est pas recommandée compte tenu de la faible concentration en MES des effluents laitiers et du risque de départ en fermentation [7].

2. La Coagulation-Floculation

Le mot coagulation vient du Latin "coagulare" qui signifie "agglomérer". La couleur et la turbidité d'une eau de surface sont dues à la présence de particules de très faible diamètre appelées les colloïdes. Leur élimination ne peut se baser sur la simple décantation car leur vitesse de sédimentation est extrêmement faible (figure 1). Le temps nécessaire pour parcourir 1 m en chute libre peut être de plusieurs années [8].

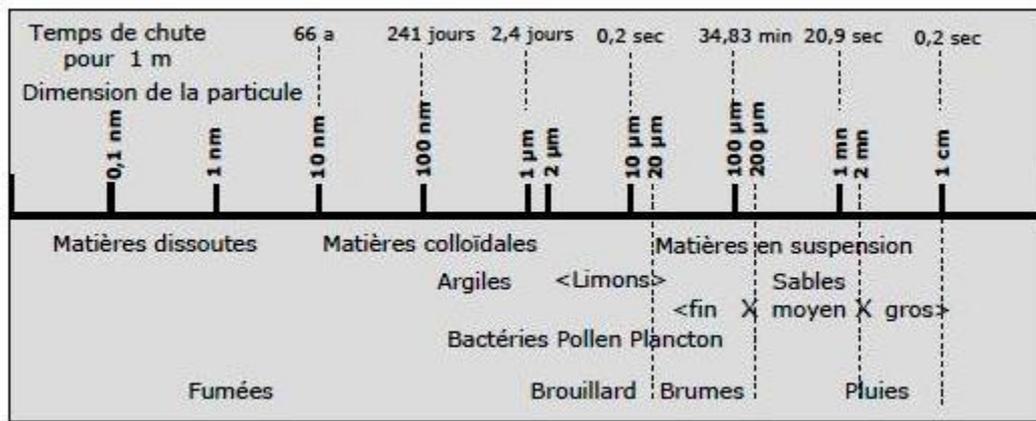


Figure 1 : Temps de décantation des particules

La coagulation et la floculation sont les processus qui permettent l'élimination des colloïdes. La coagulation va les déstabiliser en neutralisant leurs charges électrostatiques de répulsion pour permettre leur rencontre tandis que la floculation rend compte de leur agglomération en agrégats éliminés par décantation et/ou filtration [8].

2.1. Définitions

2.1.1. Particules présentes dans l'eau

- Particules en suspension : Elles sont généralement visibles à l'œil nu et déterminent la turbidité.
- Particules organiques dissoutes : Elles proviennent des rejets industriels et urbains et de la dissolution des végétaux décomposés présents dans les couches

superficielles des terrains, et sont pour la plus part du temps à l'origine de la coloration et/ou du mauvais goût de l'eau.

- Particules colloïdales : Elles sont dans un état intermédiaire entre l'état dissous et l'état solide. Elles sont invisibles à l'œil nu et ont des charges électriques à leur surfaces qui se repoussent les unes les autres [9]. Il existe deux types de colloïdes :
 - Les colloïdes hydrophiles : Les particules hydrophiles déshydratées se dispersent spontanément dans l'eau et sont entourées de molécules d'eau qui préviennent tout contact ultérieur entre ces particules. Ce sont en général des matières organiques [10] par ex : la gélatine, l'amidon ou les savons [9]. La figure 2 décrit les colloïdes hydrophiles

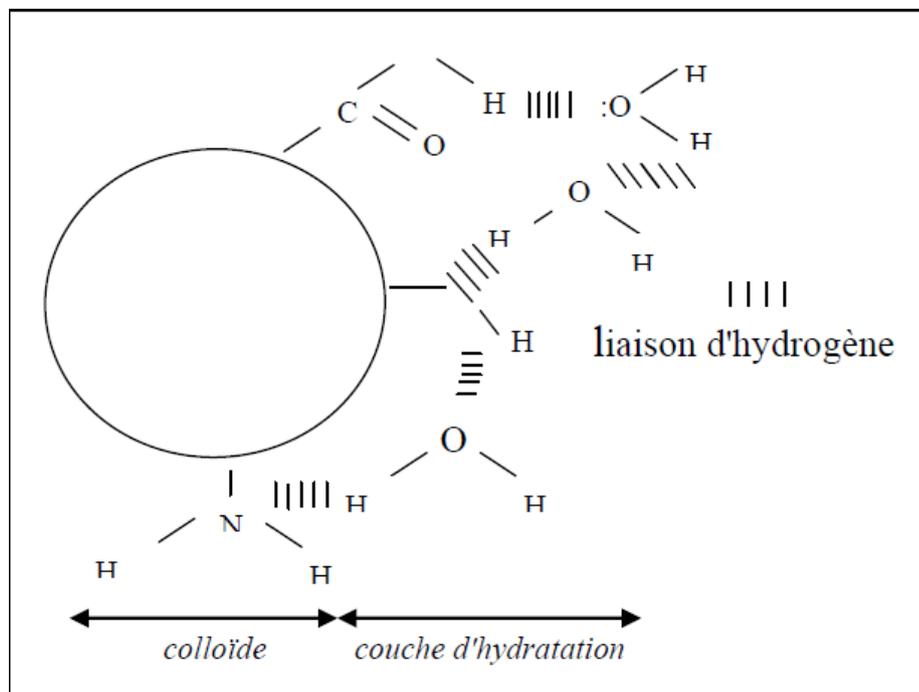


Figure 2 : Représentation du colloïde hydrophile

- Les colloïdes hydrophobes : Les particules hydrophobes ne sont pas entourées de molécules d'eau ; leur dispersion dans l'eau n'étant pas spontanée, on doit la faciliter à l'aide de moyens chimiques ou physiques [10] et sont des composés inorganiques tel que la silice. Les colloïdes hydrophobes sont plus difficiles à déstabiliser car il faut d'abord agir sur l'eau qui les entoure [9].

En fait, peu de particules sont exclusivement hydrophobes ou hydrophiles ; on retrouve des particules hydratées à différents degrés [9,10].

2.1.2. Théorie de la double couche

Les colloïdes sont généralement chargés négativement. Afin de neutraliser cette charge négative de surface, des ions positifs présents dans l'eau brute ou ajoutés sont attirés et forment une couche autour du colloïde. Diverses théories expliquent le phénomène :

- **Helmholtz**: Selon cette théorie, la totalité de la surface du colloïde est recouverte par les ions positifs assurant ainsi une électro-neutralité.
- **Guy-Chapman**: La couche d'ions positifs est inégalement répartie autour du colloïde; la neutralité s'obtient à plus grande distance.
- **Stern** combine les deux et arrive à la neutralisation des colloïdes par une double couche [11,12].

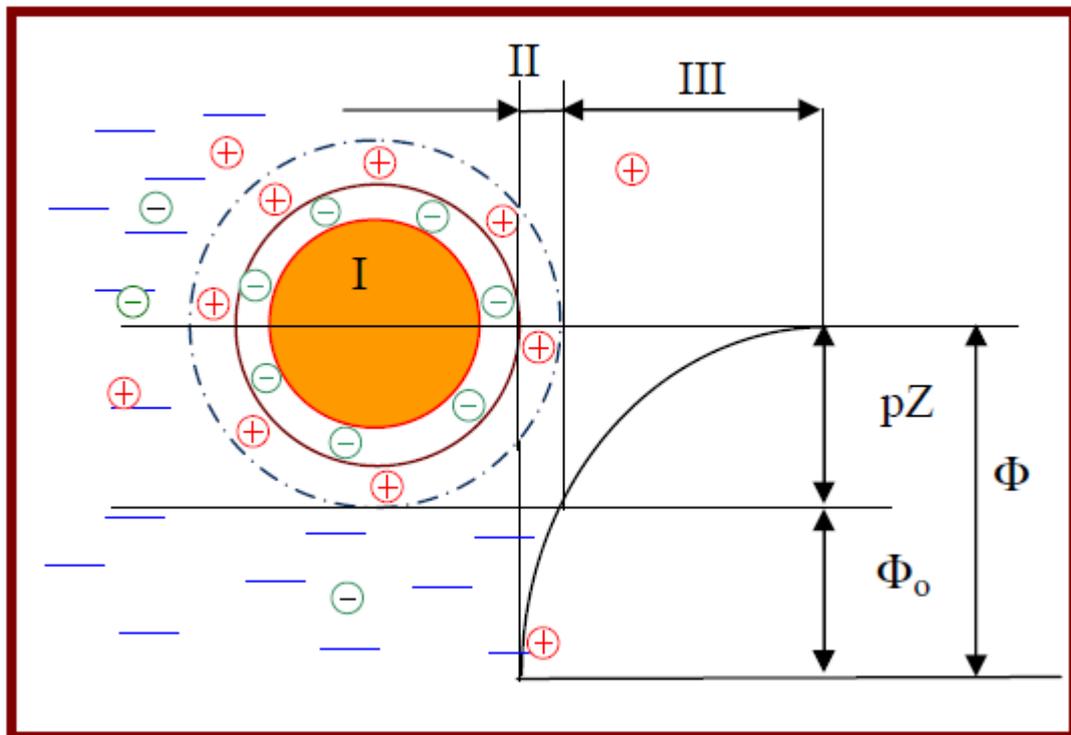


Figure 3 : Potentiel électrique de particules colloïdales

I : Particule colloïdale

II : Couche adhérente de Stern

III : Couche diffuse de Guy-Chapman

Φ : Potentiel total à l'interface

Φ_0 : Potentiel différentiel dans la couche adsorbée

pZ : Potentiel zêta

Le colloïde s'entoure donc d'une couche fixe ou couche de Stern de signe contraire à celui de la particule, et une couche diffuse ou couche de Guy-Chapman composée de contre ions se raréfiant avec la distance déformable et mobile [13].

Le colloïde se déplace dans le milieu avec tout ou une partie de sa double couche. Il est caractérisé par l'existence de deux potentiels:

- Potentiel thermodynamique ou potentiel de Nernst à la surface du colloïde [14] mais il n'est pas mesurable par des méthodes simples [12]. Il varie à peu près linéairement à l'intérieur de la gaine que constitue la couche fixe [9].
- Potentiel zêta ou potentiel électrocinétique qui est la limite entre la partie de la solution qui se déplace avec la particule et la partie qui se déplace indépendamment de la particule. Pour une particule hydrophobe, il est situé à la limite extérieure de la couche d'eau liée au colloïde [9]. Il est considéré comme un caractère de stabilité de la suspension, cette stabilité résulte principalement des caractéristiques électriques des particules qui composent ces solutions [10]. Le potentiel Zêta reste négatif comme la charge générale des colloïdes. Il donne le niveau de l'interaction mutuelle des colloïdes et se mesure par électrophorèse [15]. Il est donné par la formule suivante [9] :

$$pZ = \frac{4\pi e q}{D}$$

pZ: Potentiel Zêta.

e: Epaisseur effective de la couche diffuse.

q: Charge de l'entité mobile par unité de surface.

D: Constante diélectrique du milieu.

Le potentiel électrostatique est influencé par la force ionique Ω de l'eau.

$$\Omega = \frac{1}{2} \sum C_i (z_i)^2$$

Ω : Force ionique (mole/l).

C_i : Concentration de l'ion i (mole/l).

z_i : Valence de l'ion i.

Une augmentation de la force comprime la couche diffuse vers la particule ce qui réduit le potentiel Zêta des particules hydrophobes. Pour les particules hydrophiles il faut plutôt agir sur la couche d'eau liée lorsqu'on veut favoriser leur agglomération [8,9]. L'annulation du potentiel Zêta est l'objectif de la coagulation. Cela permet de déstabiliser les particules et de favoriser leur agglomération [8].

2.2. La coagulation

La coagulation constitue la première partie de la déstabilisation des particules à caractère colloïdal, elle consiste essentiellement à neutraliser ou diminuer la charge électrique (potentiel zêta) de la particule et à favoriser le rapprochement entre les particules pour former des floccs qui atteignent ainsi un état et une taille qui les rendent décantables [13]. La floculation est alors déjà amorcée [9].

2.2.1. Principe de la coagulation

Considérons deux particules colloïdales A et B. Entre ces deux particules, il existe des forces de répulsion électrostatiques, dues à la charge de surface, et des forces d'attraction intermoléculaires, dues aux interactions de Van der Walls. L'énergie potentielle de A (E_R) et B (E_A) varie donc en fonction de la distance les séparant [8].

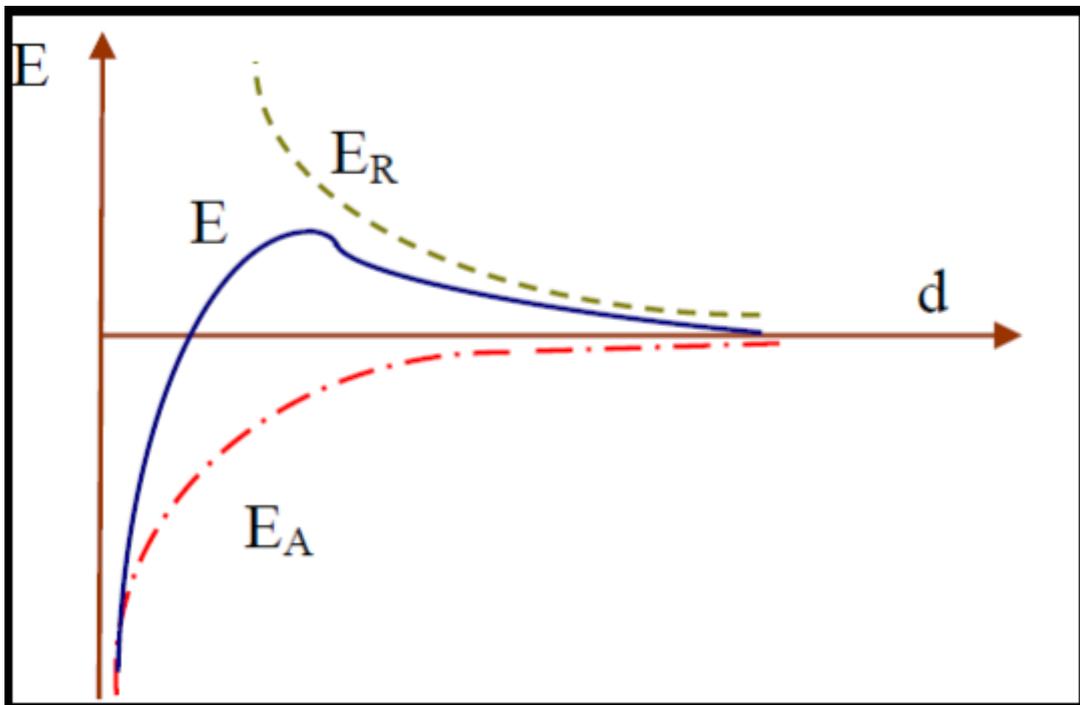


Figure 4 : Energie d'interaction entre deux particules en fonction de la distance depuis la surface de la particule

Si, le potentiel de répulsion est plus élevé que le potentiel d'attraction, la particule est dite électro-statiquement stabilisée, et doit subir un traitement pour être déstabilisée [15].

A une certaine distance limite x , la force de répulsion est plus grande que la force d'attraction, ce qui fait que les particules sont tout le temps en mouvement. Pour agglomérer ces colloïdes en augmentant la force ionique de la solution en ajoutant des ions qu'ils soient positifs ou négatifs mais il est préférable qu'ils soient doublement ou triplement valent. De cette façon on

comprime la couche diffuse vers la particule et les forces d'attractions seront alors suffisamment grandes pour neutraliser la force de répulsion [9].

2.2.2. Facteurs influençant la coagulation

Afin d'optimiser la coagulation, il faut tenir compte de plusieurs variables en inter relation, comme le pH, les sels dissous, la température de l'eau, le coagulant utilisé, les conditions de mélange, la turbidité et la couleur [16].

2.2.2.1. Influence du pH

Le paramètre le plus important à prendre en compte lors de la coagulation est le pH. Pour chaque eau, il existe un intervalle de pH pour lequel la coagulation a lieu rapidement, qui est fonction du coagulant utilisé, de sa concentration et de la composition de l'eau à traiter. Pour les sels de fer et d'aluminium, les plages de pH optimales s'étendent respectivement de 4 à 6 et de 5 à 7, pour certaines eaux, il faut parfois corriger le pH à l'aide de divers produits (acides, chaux ou soude) [16].

2.2.2.2. Influence des sels dissous

Les sels dissous modifient l'intervalle de pH optimal, la durée de la floculation, la quantité de coagulant utilisée, mais aussi la quantité résiduelle de coagulant [16].

2.2.2.3. Influence de la température

L'influence de la température du milieu sur la coagulation a été peu étudiée, néanmoins il a été établi que lorsque la température est proche de 0°C, les floccules décantent difficilement. Une diminution de la température entraîne une augmentation de sa viscosité ; c'est ce qui explique les difficultés de décantation du floc [16].

2.2.2.4. Influence du coagulant

Le choix du coagulant peut influencer les caractéristiques de la coagulation, c'est pour ça qu'il faut d'abord déterminer faire des essais en laboratoire pour pouvoir déterminer quel coagulant utiliser et sa concentration optimale, pour une eau donnée [16].

2.2.2.5. Influence de la turbidité

Si en règle générale, la dose des sels de métaux augmente avec la turbidité, il est bien connu que les eaux très turbides flocculent rapidement, on peut par ailleurs faire les constatations suivantes :

- Il faut ajouter une concentration minimale de coagulant pour obtenir une quantité de boues minimale.

- Lorsque la turbidité augmente, il faut augmenter la concentration du coagulant. Cette dernière ne varie toute fois pas de façon linéaire en fonction de l'augmentation de la turbidité.
- La coagulation des eaux très chargées, telles que les lixiviats de décharges, est toujours difficile car elles exigent des concentrations de coagulant plus importantes que des eaux moins chargées telles que les eaux usées urbaines.
- La coagulation d'une faible concentration de particules de glaise dépend principalement du coagulant et de la composition chimique de l'eau [16].

2.2.2.6. Influence de la vitesse d'agitation

L'injection du coagulant doit être extrêmement énergique pour qu'il se disperse rapidement et uniformément, une fois la solution homogène, la vitesse d'agitation doit être diminuée pour obtenir de bons floccs décantables, soit des conditions optimales d'agitation rapide d'environ 300 tr/min pendant 2 min qui sera suivie d'une agitation lente à une vitesse de l'ordre de 50 tr/min pendant 20 min [16].

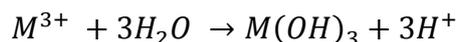
2.2.3. Type de coagulants utilisés

2.2.3.1. Les coagulants minéraux

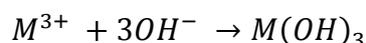
Ce sont généralement des cations de métaux trivalents tels que l'aluminium ou le fer ou des produits mixtes des deux éléments. Ils nécessitent une utilisation à des pH bien déterminés [14]. Les plus courants sont :

- Les sulfates d'aluminium et de fer III : $Al_2(SO_4)_3$ et $Fe_2(SO_4)_3$.
- Les chlorures d'aluminium et de fer III : $AlCl_3$ et $FeCl_3$.
- Les mélanges de sulfates et de chaux : $M_2(SO_4)_3 + Ca(OH)_2$.
- Les produits mixtes Al^{3+}/Fe^{3+} .

La réaction de base lors de la mise en solution des coagulants minéraux est une hydrolyse qui modifie les caractéristiques physico-chimiques de l'eau à traiter (pH, conductivité) [8].



L'acidité développée dans le milieu (libération de H^+) peut être compensée par l'ajout d'un produit alcalin (soude, chaux, carbonate de sodium...) selon la réaction [14]:



Le problème posé par les coagulants minéraux vient de la formation d'hydroxydes précipités qui entraîne la production d'un volume de boue important [8].

2.2.3.2. Les coagulants organiques

Ce sont des molécules organiques de synthèse à caractère cationique. Ces produits neutralisent les colloïdes négatifs et sont utilisables directement, en remplacement total ou partiel d'un coagulant minéral [8].

A l'inverse des coagulants minéraux, ils ne contribuent pas à une production supplémentaire de boues ; ils ne modifient pas le pH des effluents et sont utilisables à pH alcalin [14]. Mais, dans certains cas, ils sont moins efficaces. Donc, l'utilisation conjointe des deux types de coagulant permet une très nette diminution de la quantité de coagulant minéral nécessaire (40 à 80 %) tout en assurant un moindre volume de boue produite [8].

2.3. La floculation

Lors du processus de floculation, les fines particules dispersées sont combinées en agglomérats plus gros qui peuvent être éliminés par un processus subséquent tel la décantation ou la filtration [10]. Le taux d'agglomération des particules dépend de la probabilité de contact et de l'efficacité de ces derniers [9].

Donc la floculation a justement pour but d'augmenter la probabilité des contacts entre les particules, qui sont provoqués par la différence de vitesse entre ces particules. Cette différence de vitesse peut être imputable :

- Au mouvement brownien des particules (floculation péricinétique) ;
- Au déplacement d'une partie du fluide (floculation orthocinétique) ;
- Floculation macroscopique. [10]

2.3.1. Les floculants

Le floc qui se forme par l'agglomération de plusieurs colloïdes peut ne pas être suffisamment large pour se décanter ou pour se déshydrater à la vitesse souhaitée. L'utilisation d'un floculant est alors nécessaire. Il rassemble toutes les particules de floc dans un filet, construisant un pont d'une surface à l'autre et liant chaque particule pour former de vastes agglomérats [8]. De nombreuses substances ont été proposées comme adjuvant de floculation [10]:

- Des polymères minéraux comme la silice activée (SiO_2) qui est particulièrement utilisée dans des eaux froides, étant en suspension instable d'acide silicique polymérisé [10], généralement associé au sulfate d'aluminium [8].
- Des polymères organiques extraits de substances minérales ou végétales tel l'amidon et les alginates [8] (polysaccharides obtenus à partir d'algues marines [10]).

- Des polymères de synthèse apparus plus récemment qui ont fait évoluer considérablement les performances de la floculation en ayant un volume de boue très inférieur [8]. On les appelle polyélectrolytes du fait que leurs macromolécules portent de multiples fonctions ioniques. Le principe de leur action est celui de l'adsorption par pontage. On les divise en trois groupes [10]:
 - **Les polyélectrolytes cationiques** : dans leur cas, la macromolécule porte des charges positives, attribuables généralement à des fonctions amines ou ammonium quaternaire.
 - **Les polyélectrolytes anioniques** : ceux-ci se distinguent par la charge négative du polymère généralement attribuable à des fonctions acides.
 - **Les polyélectrolytes non-ioniques** : la macromolécule, dans leur cas, ne porte pas de charge aux pH usuels bien qu'elle puisse s'ioniser à certain pH extrême.

3. L'Electrocoagulation

Tel que son nom l'indique, l'électrocoagulation est la fusion des sciences de l'électrochimie et de la coagulation [16]. Il utilise des électrodes consommables en fer ou en aluminium pour générer des ions dans l'eau à traiter [14]. Les anodes métalliques vont subir une électro-dissolution *in situ* suite au passage du courant. Il s'en suit une concentration des espèces colloïdales dans la région proche de l'anode. Les cations coagulants et les hydroxydes métalliques vont alors « interagir » avec les particules colloïdales chargées négativement et permettent la neutralisation de leur charge et leur coagulation [15].

3.1.Applications de l'électrocoagulation

Les applications de l'électrocoagulation sont présentent dans le tableau 4 [17].

Tableau 4 : Application à pleine échelle de l'électrocoagulation pour le traitement des rejets

Domaine	Industries	Objectifs
Industriel	<ul style="list-style-type: none"> • Centrales thermiques • Industries de transformation • Mines • Transformation des métaux • Fabrication de teintures 	<ul style="list-style-type: none"> • Métaux • Huiles et hydrocarbures • Détergents et autres composés organiques • MES • DCO
Transport	<ul style="list-style-type: none"> • Transport naval • Transport routier • Entreposage 	<ul style="list-style-type: none"> • Huiles et hydrocarbures • DCO • MES
Agroalimentaire	<ul style="list-style-type: none"> • Transformation de nourriture • Restauration 	<ul style="list-style-type: none"> • MES • DCO • Huiles et graisses
	<ul style="list-style-type: none"> • Porcheries 	<ul style="list-style-type: none"> • Phosphore • MES • DCO
Municipal	<ul style="list-style-type: none"> • Eau potable 	<ul style="list-style-type: none"> • Enlèvement de fluorures
		<ul style="list-style-type: none"> • Couleur • Turbidité • Désinfection
	<ul style="list-style-type: none"> • Eaux usées 	<ul style="list-style-type: none"> • MES • DCO • Phosphore
	<ul style="list-style-type: none"> • Lixiviats de sites d'enfouissement ou de sites contaminés 	<ul style="list-style-type: none"> • DCO • Métaux lourds

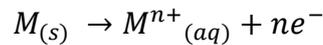
3.2.Mécanisme réactionnels de l'électrocoagulation

L'électrocoagulation consiste en des réactions chimiques et physico-chimiques qui sont occasionnées par un courant électrique. Elle se déroule en trois étapes successives [17] :

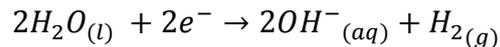
- Formation des coagulants par l'oxydation électrolytique de l'électrode consommable
- Déstabilisation des colloïdes
- Agrégation des particules déstabilisées

Quand un courant est appliqué à partir d'une source externe, le matériel anodique subira une oxydation, pendant que la cathode fera l'objet d'une réduction [16], et les réactions aux électrodes dont les suivantes [15] :

- A l'anode : on a une oxydation



- A la cathode



Dans le cas de l'aluminium on trouve une multitude de complexes anioniques et cationiques [12,15] :

- Les monocomplexes : $Al(OH)^{2+}$, $Al(OH)_2^{+}$, $Al(OH)^{4-}$
- Les polycomplexes : $Al_2(OH)_2^{4+}$, $Al_2(OH)^{5+}$, $Al_6(OH)_{15}^{3+}$, $Al_{13}(OH)_{34}^{5+}$
- Les espèces amorphes et très peu solubles : $Al(OH)_3$, Al_2O_3

Dans le cas du fer on les complexes : $FeOH^{2+}$, $Fe(OH)_2^{+}$, $Fe(OH)_2$, $Fe(OH)_3$, $Fe(OH)_4^{-}$, $FeO(OH)$, $Fe_2(OH)_2^{4+}$, $Fe_2(OH)_4^{2+}$ [12,15].

Les complexes s'adsorbent sur les particules et annulent leurs charges colloïdales, ce qui conduit à déstabiliser l'émulsion, comme pour la coagulation chimique, les seules différences sont la forme et la source du coagulant, et la présence de courant électrique dans le cas de l'électrocoagulation qui va faciliter la migration des espèces [12].

Les gaz produits aux électrodes peuvent entraîner la flottation des matières colloïdales coagulées [16]. La taille de la microbulle est suffisamment faible et a un diamètre qui se trouve entre 20 et 30 μm . Ces bulles vont aider à réduire ou même empêcher la formation de dépôt sur la cathode et augmentent donc le rendement de l'électrocoagulation pour tout type d'électrode [17].

Le schéma de principe de l'électrocoagulation est représenté dans la figure 5 [15].

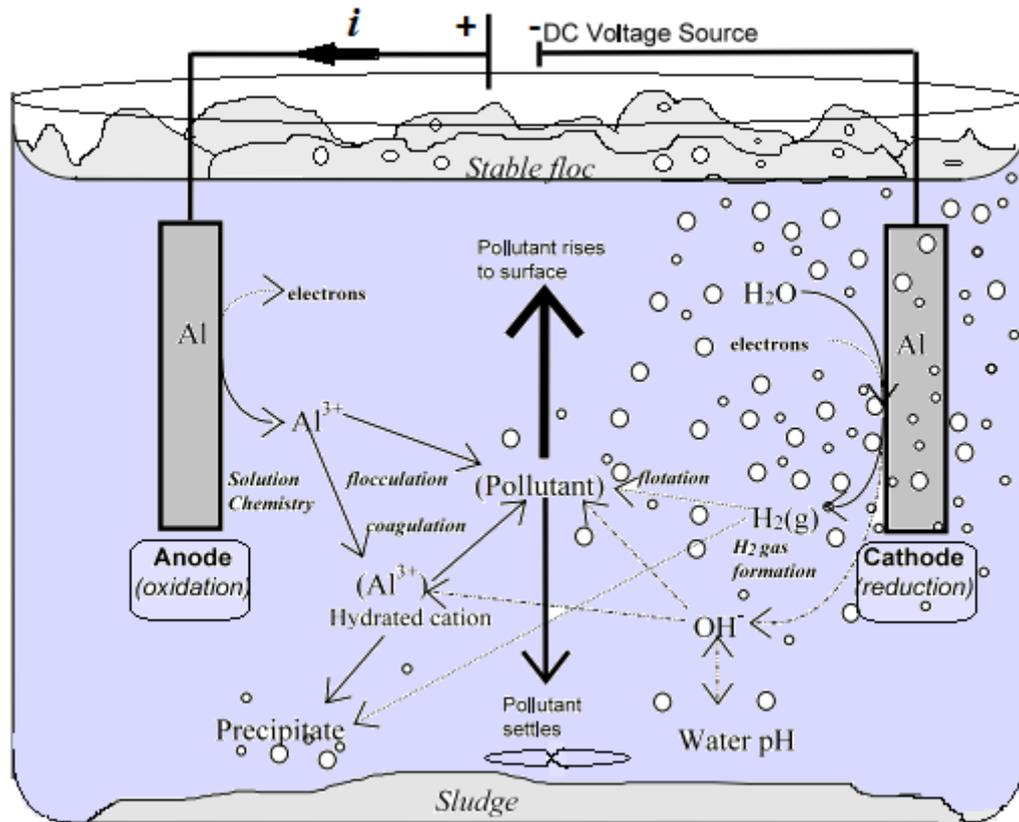


Figure 5 : Schéma de principe de l'électrocoagulation

Les anodes et les cathodes utilisées peuvent avoir différentes configurations. Elles peuvent se présenter sous forme de plaques, de boules, de sphères à lit fluidisé, de fil, de tige ou de tube.

Ces électrodes peuvent être constituées de divers métaux qui sont choisis de manière à optimiser le procédé de traitement. Les deux métaux communément utilisés sont le fer et l'aluminium [15].

3.3. Modes de branchement des électrodes

On distingue trois modes de connexion électrique [12,15]:

- Le mode monopolaire en série
- Le mode monopolaire en parallèle
- Le mode bipolaire

Les schémas des différents modes sont représentés sur la figure 6 [17].

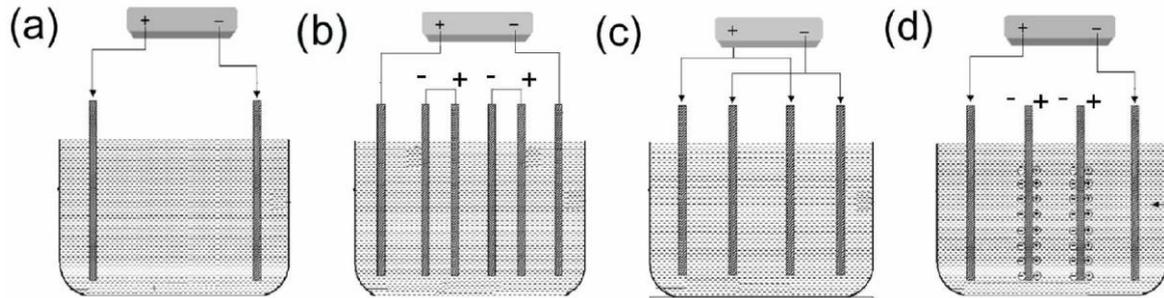


Figure 6 : Configuration des branchements. (a) monopolaire simple, (b) monopolaire en série, (c) monopolaire en parallèle, (d) bipolaire.

Si l'on compare les circuits électriques associés aux divers modes de connexions, on constate que, pour une intensité donnée, la tension nécessaire sera plus importante pour le mode en série que pour le mode en parallèle puisque les résistances s'additionnent. En mode en série, l'intensité qui parcourt chacune des électrodes est identique alors qu'en mode parallèle, elle dépend de la résistance de chaque cellule individuelle (composée de deux électrodes). Pour travailler en mode parallèle, il faudrait disposer d'un générateur permettant de délivrer un courant élevé, sous une faible tension alors qu'en mode en série, il faudrait un générateur permettant d'imposer des intensités relativement faibles et des tensions plus élevées [15].

A l'opposé, dans un réacteur bipolaire les cellules extérieures sont les seules à être connectées de telle sorte que les autres électrodes acquièrent une double polarité, chaque face étant opposée électriquement à l'électrode adjacente. Cette configuration offre l'avantage de nécessiter moins de puissance électrique et moins de connexions physiques [17].

Le branchement peut se faire soit à courant continu soit à courant alternatif [14].

3.3.1. Electrocoagulation à courant continu

La technologie de l'électrocoagulation à courant continu est inhérente avec la formation d'une couche imperméable d'oxyde sur la cathode et une oxydation de l'anode ; ce qui conduit à une perte dans l'efficacité du procédé. On peut minimiser ces pertes par l'addition d'électrodes consommables placées en parallèle dans la cellule [14].

3.3.2. Electrocoagulation à courant alternatif

Le système se compose d'électrodes en parallèle entre lesquelles sont placées verticalement une série d'électrodes formant ainsi une série de cellules électrolytiques monopolaire dans lesquelles passe l'effluent à traiter, ou d'une unité à lit fluidisé dans

laquelle des cylindres non conducteurs équipés d'électrodes en métal non consommable entre lesquelles un lit fluidise granulaire en régime turbulent est maintenu.

De l'air comprimé est introduit dans la cellule pour maintenir un régime turbulent et pour améliorer l'efficacité de la dissolution de l'aluminium par l'augmentation de la surface anodique. Le diagramme basique de l'écoulement pour le système d'électrocoagulation à courant alternatif avec un lit fluidise en aluminium permet l'entraînement des granules entre une série d'électrodes métalliques non consommables [14].

3.4. Théorie de l'électrocoagulation

La théorie de l'électrocoagulation a été discutée par bon nombre d'auteurs et elle peut être récapitulée comme suit [14]:

- La compression de la double couche diffuse autour des espèces chargées, celle-ci est réalisée par l'interaction des ions générés par la dissolution des électrodes consommables et du au passage du courant électrique à travers la solution.
- La charge de neutralisation des espèces ioniques présentes dans l'effluent est provoquée par la dissolution électrochimique des électrodes consommables. Ces contre ions réduisent suffisamment la répulsion électrostatique inter particulaire de sorte que l'attraction de Van der Waals prédomine causant ainsi la coagulation. Une charge nulle résulte de ce processus.
- La formation de flocs et les flocs formés par la coagulation génèrent une couche de boue qui séquestre et enveloppe les particules colloïdales qui n'ont pas été complexées.

Une des principales lois explicitant les réactions d'électrocoagulation est la seconde loi de Faraday. Elle montre que la quantité d'ions métalliques dissous par oxydation anodique est proportionnelle à l'intensité imposée et à la durée d'électrolyse mais inversement proportionnelle à la valence de l'ion formé expriment la seconde loi de Faraday relative à une électrode comme [15]:

$$m = \frac{ItM}{nF}$$

m: masse théoriquement dissoute (g)

M : masse molaire de l'ion considéré (g/mol)

n : Nombre d'électrons mis en jeu dans la réaction considérée

I : Intensité imposée aux bornes des électrodes (A)

t : temps (s)

F : constante de Faraday = 96485,3≈96500 C/mol

Une partie de l'énergie imposée peut être utilisée par des réactions secondaires d'où la notion de rendement faradique. Il se détermine comme étant le rapport de la quantité théorique d'électricité nécessaire pour produire une mole du produit B ou consommer une mole du réactif A, sur la quantité d'électricité réellement produite ou consommée.

$$\Phi = \frac{nFm_B}{QM_B}$$

Φ : rendement faradique (%)

m_B : masse de l'espèce formée (g)

M_B : masse molaire de l'espèce formée (g/mol)

3.5. Avantages et inconvénients de l'électrocoagulation

Parmi les principaux avantages du procédé on distingue :

- L'électrocoagulation nécessite un équipement simple, facile à utiliser avec suffisamment de latitude opérationnelle et permet de résoudre la plupart des problèmes rencontrés pendant la manipulation.
- Le traitement d'une eau usée par électrocoagulation donne une eau agréable au goût, claire, sans couleur et inodore [14].
- Les boues produites par électrocoagulation se décantent aisément et sont faciles à assécher parce qu'elles sont principalement composées d'oxydes ou d'hydroxydes métalliques. C'est aussi une technique qui produit peu de boues.
- Les floccs formés par électrocoagulation sont similaires à ceux obtenus par coagulation chimique sauf que ceux obtenus par électrocoagulation sont plus grands, contiennent moins d'eau, leur résistance à l'acide est plus stable et sont séparés plus rapidement par filtration.
- Le procédé d'électrocoagulation a l'avantage d'éliminer les petites particules colloïdales car le champ électrique appliqué génère un mouvement rapide facilitant de ce fait la coagulation.
- Le procédé d'électrocoagulation ne nécessite pas l'utilisation de produits chimiques et évite de ce fait la neutralisation des produits chimiques en excès utilisés lors de la coagulation chimique et qui génèrent une pollution secondaire.

- Les bulles d'air produites peuvent entrainer les polluants à la surface de la solution à traiter ou ils peuvent être facilement concentrés, rassemblés et éliminés.
- Le processus électrolytique dans le procédé d'électrocoagulation est commandé électriquement et nécessite peu d'entretien.
- L'électrocoagulation peu être utilisée dans les zones rurales ou l'électricité n'est pas disponible par simple raccordement à un panneau solaire qui génère assez d'électricité pour le processus [14].

Mais comme tout procédé, on observe aussi des inconvénients qui sont :

- Les électrodes consommables sont dissoutes dans l'eau usée par effet d'oxydation, elles nécessitent aussi un remplacement.
- L'électricité utilisée peut être onéreuse dans certains pays.
- Une pellicule d'oxyde imperméable peut se former sur la cathode menant à une perte d'efficacité du procédé d'électrocoagulation.
- Une conductivité élevée de l'eau usée à traiter est requise.
- Dans certains cas, une couche gélatineuse d'hydroxyde se forme [14].

4. Les techniques membranaires

La purification des eaux par distillation, cristallisation ou extraction par solvant sont très souvent utilisées dans l'industrie, mais ils nécessitent une grande consommation en énergie, et des traitements thermiques qui risquent d'être destructifs.

La venue des membranes sélectives a remplacé ces procédés car elles opèrent à température ambiante et sans changement de phase [18].

Le mécanisme de la filtration membranaire est donné sur la figure 8.

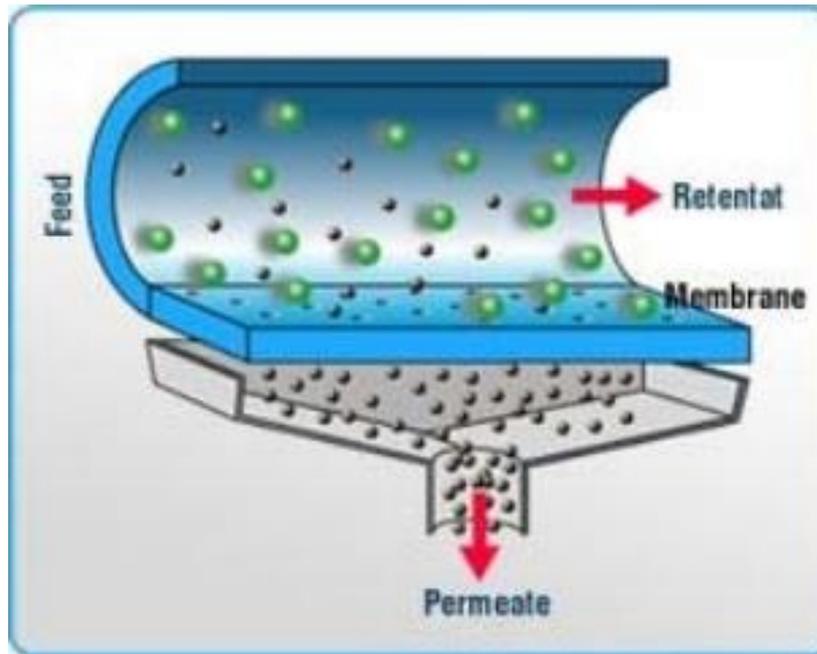


Figure 7 : mécanisme de filtration membranaire

4.1. Les membranes

4.1.1. Définition

C'est une barrière matérielle qui permet le passage sélectif de certains composés du fluide à traiter, sous l'action d'une force agissante [19].

4.1.2. Classification des membranes

4.1.2.1. Classification selon le mécanisme de séparation

Les mécanismes de séparation dans les membranes sont complexes, et les principaux processus intervenant dans la séparation membranaire sont : le tamisage, la friction sur les parois ou sur les pores, la diffusion dans le matériau ou dans les pores, les forces de surfaces attractives ou répulsives notamment la répulsion électrostatique. La classification la plus courante est la suivante [20]:

- Membranes poreuses (MF, UF, NF), où les effets de tamisage et de friction ont des rôles importants mais les forces de surfaces peuvent aussi avoir une grande importance comme en NF. Les pores peuvent être divisés selon leur taille :
 - Macropores : dont le rayon est supérieur à 50 nm ;
 - Mésopores : dont le rayon est entre 2 et 50 nm ;
 - Micropores : dont le rayon est inférieur à 2 nm [20,21].

- Membranes denses (perméation de gaz, pervaporation, osmose inverse) : elles ne contiennent pas de pores et le transfert se fait par solubilisation et diffusion à travers les volumes libres situés entre les chaînes moléculaires du matériau [20,21].
- Membranes échangeuses d'ions qui fonctionnent sur le principe du rejet d'ions grâce à leur charge. Elles possèdent des groupements ioniques fixés à leur surfaces, la membrane est alors dite anionique si elle contient une charge positive, et cationique si elle contient une charge négative [21].

4.1.2.2. Classification selon la structure

Elle ne tient compte que de la structure physique et on distingue :

- Membranes isotropes : elles ont des propriétés structurelles constantes sur toute leur épaisseur [20,21].
- Membranes anisotropes : leur structure varie de la surface vers l'intérieur [20,21]. Elles sont constituées d'une sous couche ayant une épaisseur entre 100 à 200 μm qui confère une résistance mécanique à la membrane, et qui est recouverte d'une peau de 0.1 à 1.5 μm d'épaisseur qui selon sa structure va influencer les propriétés de séparation [21].
- Membranes composites : elles sont constituées de deux couches de polymères différents [21].
- Membranes à fibres creuses : constituées de tubes creux ayant un diamètre externe allant de 50 à 1000 μm et un diamètre interne entre 25 et 8000 μm et sont obtenues par frittage avec une couche active située soit à l'intérieur soit à l'extérieur [21].

4.1.2.3. Classification selon la nature chimique

On les classe comme suit :

- Membranes organiques : fabriquées à partir de polymères organiques. La qualité de ces matériaux permet d'avoir un grand champ d'application. Environ 90% des membranes utilisées en MF et UF sont de nature organique [20]. Les polymères utilisés pour la fabrication de membrane sont :
 - Les dérivés de la cellulose : peu coûteux, faible tendance à l'adsorption et plus hydrophiles [20].

- Les polyamides : ils ont des propriétés thermiques et chimiques supérieurs à celle en dérivés de cellulose [20].
- Les polysulfones et les polyethersulfones : ils ont une plus grande tendance à l'adsorption que les deux précédentes mais plus stables chimiquement, thermiquement et mécaniquement [20].
- Membranes inorganiques : composées de corps entièrement minéraux comme le verre, les matières céramiques. Elles peuvent fonctionner sous des conditions extrêmes de température et d'agression chimique [21].

4.1.3. Caractéristiques des membranes

Les caractéristiques des pores sont les suivants :

4.1.3.1. Le diamètre du pore moyen

Il donne un équivalent de la taille de pore de la membrane, permettant ainsi d'estimer si les molécules visées vont être retenues ou non. Cette valeur est utilisée essentiellement en microfiltration [22].

4.1.3.2. Le taux de rétention ou sélectivité

L'eau en passant par la membrane va se diviser en deux parties, une partie épurée (qui passe par la membrane) appelée le perméat et une partie concentrée (qui ne passe pas à travers de la membrane) appelée retentât [20].

Le taux de rétention donne la proportion de molécules retenues par la membrane par rapport à la concentration de ces molécules dans la solution d'alimentation [22,23].

Il est donné par l'expression suivante [20,21] :

$$TR = \left(1 - \frac{C_P}{C_0}\right) 100$$

TR : Taux de rétention (%)

C_0 : Concentration de l'espèce à retenir dans la solution (mol.L^{-1})

C_P : Concentration de la même espèce dans le perméat (mol.L^{-1})

Il existe deux valeurs du R qui sont importantes [20,21] :

- R= 0 % qui signifie que le soluté n'est pas du tout retenu par la membrane.
- R= 100 % qui signifie que le soluté est complètement retenu par la membrane.

4.1.3.3. Le taux de conversion

La solution à traiter entre avec un débit Q_0 , et le perméat qui en sort aura un débit Q_P . Le taux de rétention est défini comme étant la fraction du débit du liquide qui traverse la membrane et il est donné par l'expression suivante [20] :

$$y = \frac{Q_P}{Q_0}$$

Q_0 : débit de la solution à l'entrée ($L.h^{-1}$)

Q_P : débit du perméat ($L.h^{-1}$)

4.1.3.4. Le seuil de coupure

Le seuil de coupure est la masse molaire du plus petit composé retenu à 90 % par la membrane. Il est exprimé en Dalton ($Da=g.mol^{-1}$) [20-24]. Il permet d'estimer si les molécules visées vont être retenues ou non [22,23] et donc plus il est faible plus la membrane peut retenir de faibles molécules ou colloïdes [20,21].

La figure 9 montre la méthode graphique de détermination du seuil de coupure.

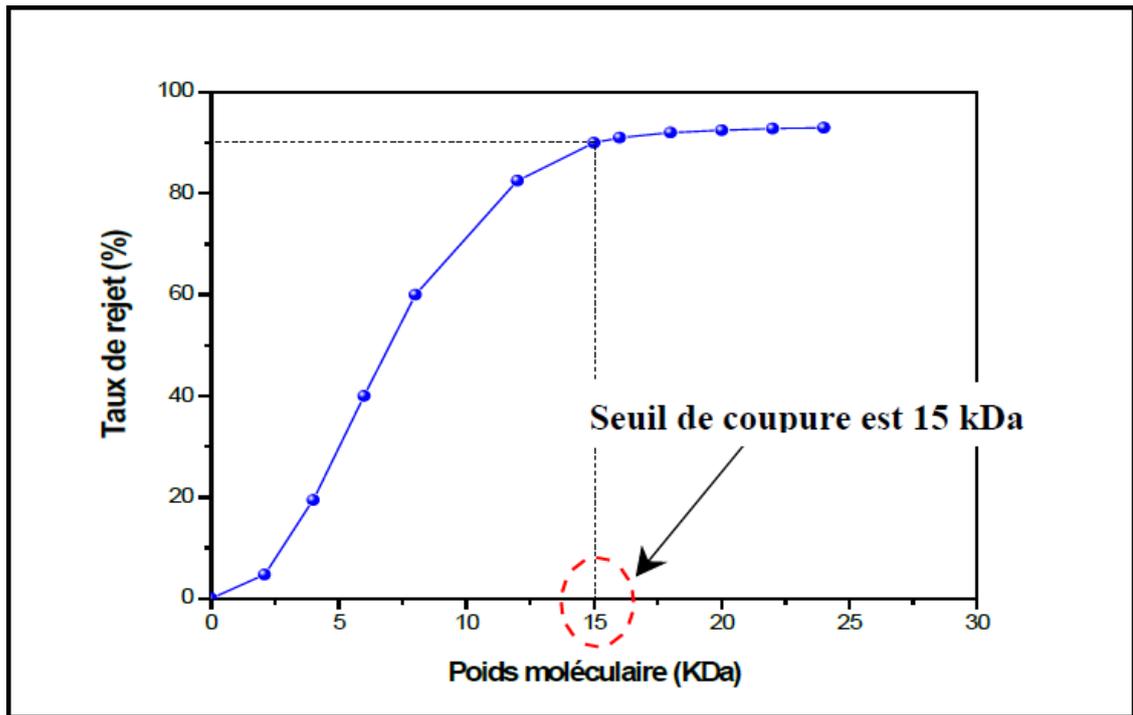


Figure 8 : Détermination du seuil de coupure d'une membrane.

4.1.3.5. Densité de flux de perméation membranaire

Il donne le flux volumique ou massique traversant la membrane pour $1 m^2$ de surface membranaire [22,23].

4.1.3.6. Pression transmembranaire

C'est la différence entre la pression coté alimentation (retentât) et coté filtrat de la membrane [22,23].

4.1.3.7. Perméabilité

Elle représente la vitesse à laquelle un solvant pur traverse une membrane sous l'action d'un gradient de pression. En pratique, elle se traduit par le volume qui s'écoule à travers la membrane par unité de temps et de surface. C'est une propriété intrinsèque de la membrane [20,21] qui permet de comparer les matériaux entre eux. Il est nécessaire de préciser la température à laquelle sont réalisées les mesures en raison de l'influence de celle-ci sur la viscosité [21].

La loi de Darcy nous donne l'expression de la perméabilité [21]:

$$J_V = L_P \Delta P$$

L_P : Perméabilité de la membrane au solvant ($L \cdot Pa^{-1} \cdot s^{-1} \cdot m^{-2}$)

J_V : Flux du perméat ($L \cdot s^{-1} \cdot m^{-2}$)

ΔP : Pression transmembranaire (Pa)

Le flux de perméat est donné par l'expression [20]:

$$J_V = \frac{Q_P}{A}$$

Q_P : Débit du perméat ($m^3 \cdot s^{-1}$)

A : surface de la membrane (m^2)

En remplaçant l'équation de Darcy dans la seconde on obtient [20]:

$$L_P = \frac{Q_P}{A \Delta P}$$

4.1.3.8. Résistance

La résistance hydraulique d'une membrane est définie comme étant sa résistance à l'écoulement du fluide à travers la membrane. Elle est exprimée par l'expression [20,21] :

$$R_m = \frac{1}{\mu L_P} = \frac{A \Delta P}{Q_P}$$

μ : viscosité dynamique du solvant (Pa.s)

Cette relation permet de calculer de façon pratique la résistance d'une membrane à partir des mesures du flux et de la pression transmembranaire [20,21].

Les caractéristiques qui sont utilisées pratiquement sont données dans le tableau 5.

Tableau 5 : Définition de quelques paramètres utilisés en filtration membranaire

Descripteur	Paramètre	Définition
Caractéristique hydraulique	Pression transmembranaire (ΔP)	Pression moyenne tenant compte de la perte de charge due à l'écoulement transmembranaire. $\Delta P = \frac{P_1 + P_2}{2} - P_3$ Avec P_1 et P_2 sont respectivement les pressions à l'entrée et à la sortie, et P_3 est la contre pression.
Performances hydrodynamiques	Flux de perméat (J_v)	Exprime le débit du perméat par unité de surface membranaire ($L \cdot h^{-1} \cdot m^{-2}$)
	Vitesse de recirculation (U)	Permet d'estimer la vitesse de balayage ($m \cdot s^{-1}$) de la membrane. C'est le rapport entre le débit du retentât par l'air de la veine liquide.
Sélectivité des membranes	Seuil de coupure	Valeur nominale correspondant à la masse molaire des espèces retenues à 90 % par la membrane (Da). Il est déterminé par le fabricant.
	Taux de rejet (R)	Exprime la rétention de la membrane pour un soluté donné. $R = 1 - \frac{C_P}{C_R}$

		CP et CR sont respectivement les concentrations du perméat et du retentât.
Bilan de matière	Facteur de concentration volumique (FCV)	Exprime la réduction volumique obtenue à la sortie de la membrane. C'est le rapport entre le volume initial et le volume final.
	Rendement	Relié au FCV, il correspond au volume du perméat obtenu divisé par le volume initial.

4.1.4. Principe de mise en œuvre

Les deux types de mise en œuvre des membranes sont [20]:

- La filtration frontale
- La filtration tangentielle

4.1.4.1. La filtration frontale

Dans cette configuration, la pompe de circulation ne fonctionne pas et toute l'eau de l'alimentation traverse la membrane. Il n'y a qu'une seule sortie qui sera le perméat et son débit sera donc égal au débit d'entrée, et les particules sont retenues à la surface de la membrane. L'écoulement se fait perpendiculairement à la surface de la membrane [20].

4.1.4.2. Ecoulement tangentiel

On peut observer deux écoulements différents :

- Un écoulement à travers la membrane qui est perpendiculaire à cette dernière ;
- Un écoulement tangentiel à la membrane.

Il y a donc une entrée et deux sorties, et il en résultera deux pompes, l'une pour la circulation et l'autre pour la mise sous pression [20].

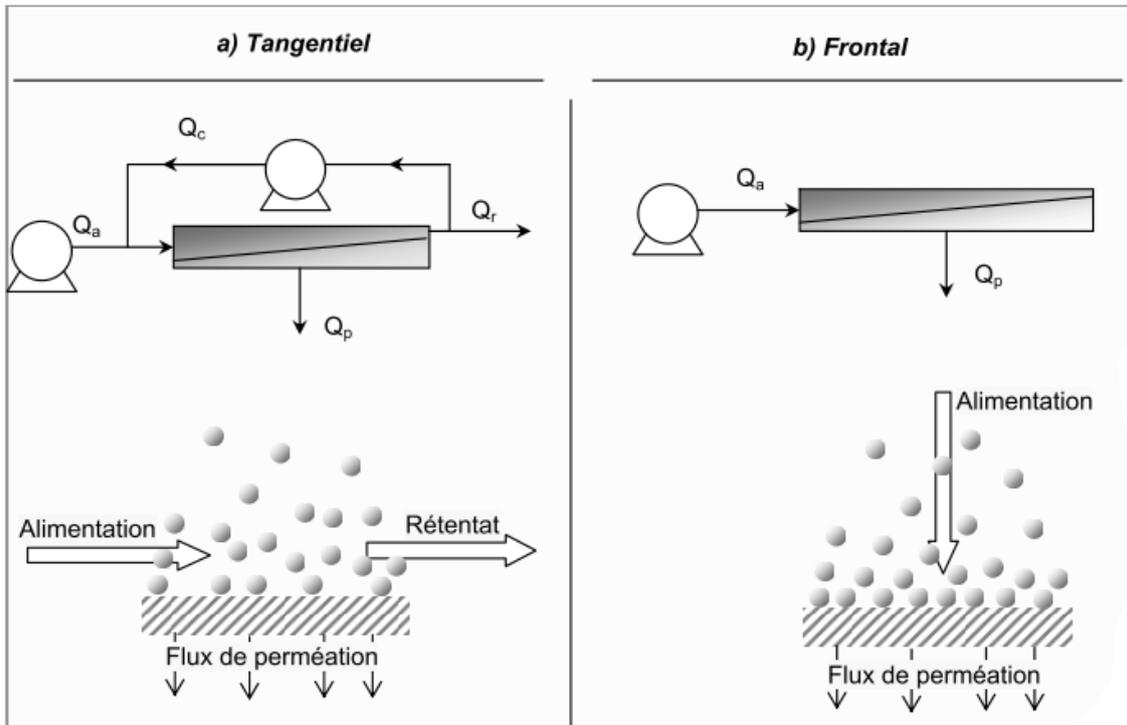


Figure 9 : Mise en œuvre de la filtration

4.1.5. Les modules

La séparation se fait dans un module de filtration pouvant prendre plusieurs formes :

- Module plan : ce type de module est le plus simple et le plus ancien, et est inspiré des filtres presses [18]. Les membranes sont sous forme de feuilles mais malgré sa simplicité, l'encombrement engendré est plus important que la surface filtrante [21].
- Module tubulaire : Il est constitué de plusieurs tubes creux poreux de 10 à 25 mm de diamètre sur lesquels est fixée la membrane [18]. Le fluide traverse les canaux et le retentât est récupéré à l'autre extrémité des canaux alors que le perméat traverse la membrane le long de son épaisseur [21]. Ce tube est facilement démontable et nettoyable mais il est peu compact et relativement cher [18].
- Module à fibre creuse : Il se présente sous forme de tubes capillaires ayant un diamètre compris entre quelques μm jusqu'à quelques mm. Ces fibres jouent à la fois le rôle de membrane et de support [18]. Elles sont alignées parallèlement dans une cartouche soit en mode peau interne (récupérateur de perméat) soit en

mode peau externe (récupérateur de retentât) [21]. Ce modèle est excessivement compact mais il est difficile à nettoyer [18].

- **Module spiralé :** Les membranes planes sont enroulées en spirales au tour d'un tube perforé et creux qui sert de collecteur de perméat [18,21]. Entre deux membranes planes, on met un matériau poreux sous forme de feuille possédant de bonnes propriétés mécaniques et on recouvre les membranes par un tissu intercalaire [18]. L'avantage de ce module est qu'on peut obtenir de grandes surfaces filtrantes pour un faible encombrement et un coût peu élevé [21].

4.2.Domainses d'application des procédé membranaires à gradient de pression

Les membranes sont utilisées dans des domaines de production, potabilisation et traitement des eaux mais cela ne se limite pas à cela, et on peut citer aussi [22]:

- **Biotechnologie et industrie pharmaceutique :** on peut voir trois types d'applications dans ses domaines :
 - Le traitement des moûts de fermentation
 - La concentration et la purification de principes actifs de vaccins et d'antibiotiques
 - La production d'eau hautement purifiée
- **Industrie automobile :** on distingue deux applications
 - Dégraissage et traitement des huiles
 - Dépôts de peintures par électrophorèse
- **Recyclage des saucés de couchage dans l'industrie papetière**

4.3.Avantages des méthodes de séparation membranaires

Les méthodes de séparation membranaire permettent de travailler dans les conditions favorables suivantes :

- Une température modérée favorable à la séparation de composés thermosensibles.
- Un caractère compact et modulaire des installations et donc une construction sur mesure par ajout d'éléments standards et une maintenance relativement souple.
- Une extraction de produits en continu de milieux entièrement isolés de l'extérieur par le film séparateur et donc l'élimination de toute contamination croisée entre l'amont et l'aval

- Un coût d'exploitation modéré.
- Un temps de séparation relativement court.
- Le fractionnement se fait sans changement de phase, ce qui est très avantageux au niveau énergétique comparé à la distillation ou à l'évaporation;
- Il n'y a pas d'utilisation d'adjuvants ou de tiers corps;
- Les installations sont modulables et peuvent fonctionner en continu [22,23].

4.4.Limitations des procédés membranaires

Les procédés membranaires se voient attribuer les limitations suivantes :

- La durée de vie limitée des membranes
- Le coût de vie limitée des membranes
- Sélectivité insuffisante
- Colmatage

4.4.1. Le colmatage

C'est l'un des problèmes les plus importants que l'on rencontre en filtration membranaire à différence de pression. Il est dû à des interactions entre la membrane et les composés de la solution [24]. Cela a pour effet de diminuer le flux de perméat en fonction du temps [20-24]. On observe aussi d'autres conséquences comme la diminution de la vie de la membrane, une augmentation du nombre de lavages, et donc des consommations en produits chimiques et en énergie plus importantes [20]. Le phénomène suit le mécanisme suivant :

- La polarisation de concentration : avec le temps, les particules vont s'accumuler au voisinage de la membrane et une couche concentrée se forme [22-24]. Cela provoque une augmentation de la viscosité et donc une diminution du flux [24]. Ce phénomène peut être inversé en diminuant la pression ce qui va entraîner les matières retenues vers la solution [23,24].
- L'adsorption : elle résulte de l'affinité entre les particules et la membrane [20,24]. Les particules vont alors s'adsorber soit à la surface de la membrane soit à l'intérieur des pores [20].
- Le dépôt ou le gel : la matière accumulée sur la membrane va se condenser et créer un gel [24]. Il va s'en suivre un blocage partiel ou total des pores. Ce phénomène dépend de la forme des pores, et celle des particules [20].

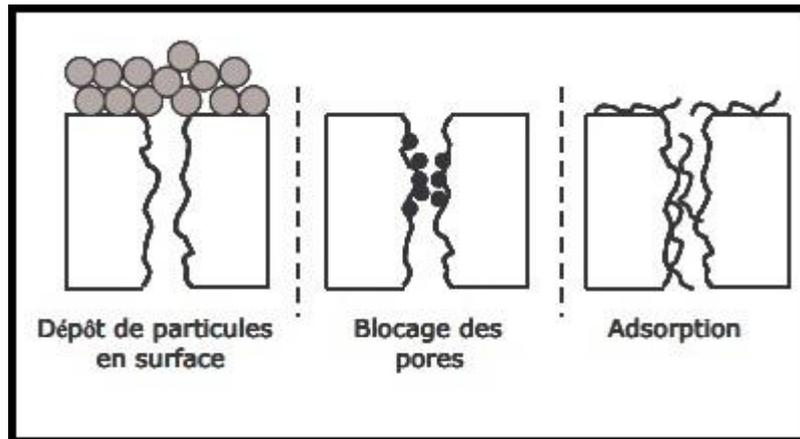


Figure 10 : Mécanisme du colmatage [24]

4.4.2. Prévention du colmatage

La stratégie générale de prévention du colmatage peut prendre les formes suivantes :

- Pré-filtration
- Enlèvement plus poussé des particules et des colloïdes par un autre procédé membranaire ou par un traitement conventionnel.
- Ajustement de pH (acidification) pour déplacer les équilibres de solubilité des sels susceptibles de précipiter (sel de fer, du manganèse, de calcium, de baryum...)
- Ajout d'un agent antitartre pour empêcher le dépôt de sels à la surface des membranes.
- Coagulation de la matière organique naturelle.
- Enlèvement du fer (Fe^{2+}) qui pourrait précipiter.
- La réduction de la vitesse de filtration (ou vitesse de perméation) mène les systèmes membranaires à opérer à plus faible pression transmembranaires. Cela implique d'augmenter la surface de la membrane utilisée.
- La désinfection pour limiter le colmatage biologique [23].

4.4.3. Le lavage des membranes

Après que la membrane soit colmatée, il est possible de retrouver les caractéristiques initiales de la membrane de façon partielle et ce grâce au nettoyage et on distingue deux types de nettoyage [24] :

4.4.3.1. Nettoyage mécanique

Etant donné que le moteur même de la filtration est une énergie mécanique, on utilise un nettoyage mécanique pour décolmater la membrane. Plusieurs mécanismes ont été proposés [24] :

- Le rétrolavage : cela consiste à renvoyer une petite partie du perméat en sens inverse de l'écoulement en appliquant une pression opposée à la pression membranaire [21, 23, 24].

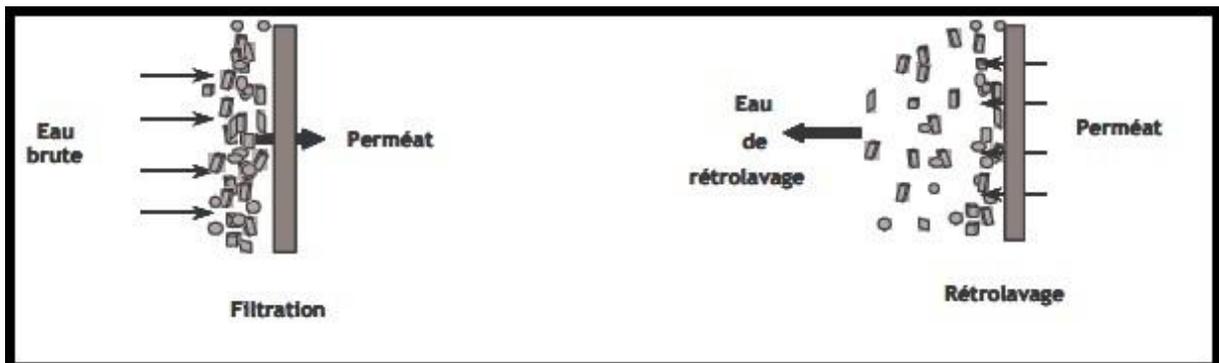


Figure 11 : Représentation schématique du rétrolavage [24] .

- Les écoulements pulsés : l'écoulement tangentiel est maintenu instationnaire par l'injection de jets ou par une pompe pulsée.
- Les écoulements diphasiques : on injecte du gaz dans le retentât ce qui va permettre d'appliquer des contraintes de cisaillement très élevées à la surface de la membrane [24].

4.4.3.2. Nettoyage chimique

Les colmatages qui ne partent pas après un lavage mécanique sont dit irréversibles et sont dus la plupart du temps à l'adsorption. Pour pouvoir rétablir la perméabilité de la membrane, il faut passer par un lavage chimique [23]. On procède à des cycles de régénération comportant une phase acide et une phase basique, séparés par des rinçages soit à l'eau distillée soit l'eau du robinet. Les lavages acides vont éliminer les cations, et éviter la formation d'hydroxydes insolubles qui forment des dépôts très difficiles à enlever. Les lavages basiques vont quand à eux hydrolyser la matière organique et biologique. On les utilise souvent en combinaison avec des formulations chlorés et des tensioactifs, afin d'enlever les agents colmatant en cours de dégradation, et pour désinfecter le module [24].

4.5.L'ultrafiltration

C'est une technique de filtration membranaire travaillant sous un gradient de pression comme force motrice, qui va permettre de concentrer les molécules selon leur taille [18, 25, 26, 27]. La technique est douce et minimise les risques de dégradation car elle ne change pas l'état du produit à traiter [27]. Le diamètre des pores des membranes varie entre 1 et 20 nm [18,26] mais peut arriver jusqu'à 100 nm [18]. Généralement on applique des pressions allant de 1 à 10 bars [26]. Les membranes commercialisées ont un seuil de coupure compris entre 1 000 et 100 000 Da [18].

4.5.1. Intérêt de l'ultrafiltration

Elle présente les intérêts suivants :

- Consommation d'énergie minime car la pression est faible.
- Une élimination de la charge organique conséquente.
- La possibilité de réutilisation de l'eau après ultrafiltration.
- La valorisation des concentrât obtenus [18].

4.5.2. Application de l'ultrafiltration

- Industrie agroalimentaire :
 - Clarification et concentration du lait.
 - Concentration des protéines [26].
 - Clarification des jus de fruits.
 - Elimination des protéines du vin en œnologie [18].
- Industrie biologique et pharmaceutique
 - Production d'une eau stérile
 - Purification des vaccins [18,26]
- Traitement des eaux
 - Industrie textile
 - Industrie automobile
 - Traitement des eaux usagées urbaines

4.5.3. Membranes d'ultrafiltration

Les membranes utilisées en ultrafiltration sont classées selon différents critères :

- Selon la structure :
 - Isotropes,
 - Anisotropes

- Composites
- A fibre creuse
- Selon la nature chimique :
 - Organique
 - Minérale

Les modules peuvent être :

- Plan
- Tubulaire
- A fibre creuse
- Spirale [18, 25, 26, 27].

Lors du choix de la membrane, on prend en considération plusieurs critères :

- Le régime d'écoulement
- La compacité : c'est le rapport entre la surface filtrante et le volume de l'appareil
- La facilité de démontage et de remplacement des membranes
- La facilité du nettoyage
- Le volume mort de l'appareil
- L'adaptation au produit à traiter [26]

4.5.4. Systèmes d'ultrafiltration

L'insertion des modules d'ultrafiltration se fait dans des systèmes en continu ou en discontinu :

4.5.4.1. Système en discontinu

Après que le liquide à traiter soit pompé vers le module d'ultrafiltration, le retentat est recirculé en entier, jusqu'à l'obtention de la concentration voulue [18,26], et le perméat est recueilli à part [18]. Ce système est utilisé pour de faibles volumes qu'ils soient concentrées ou diluées [18,26].

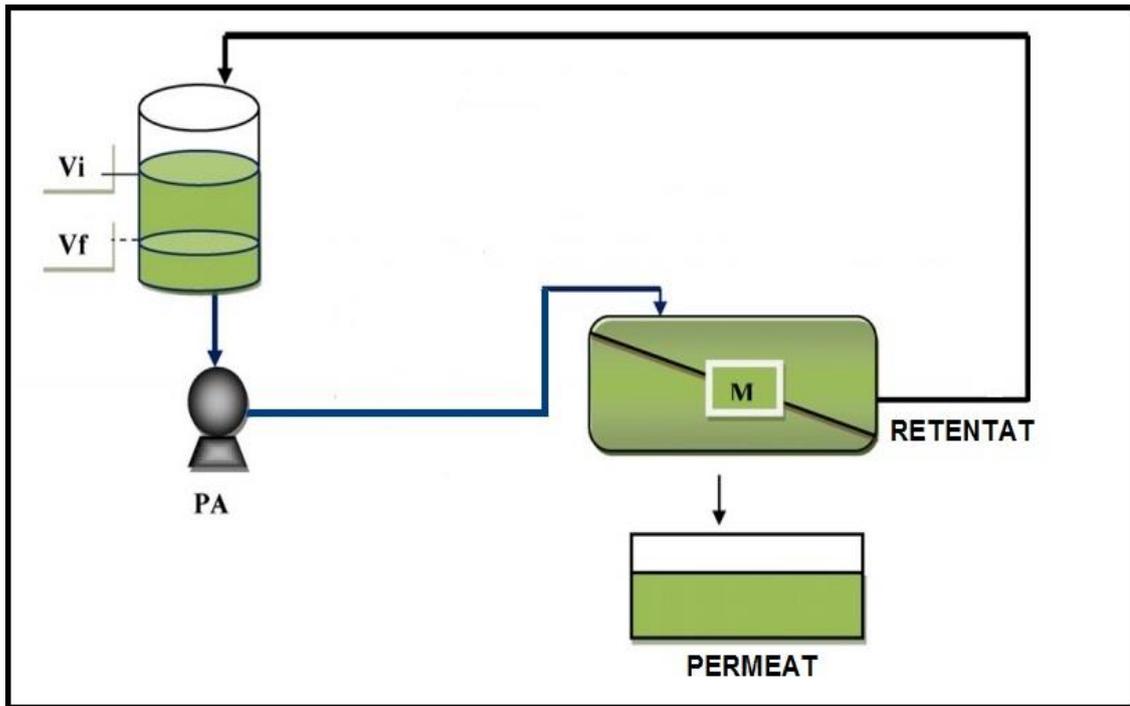


Figure 12 : système en discontinu

4.5.4.2. Système en continu avec recyclage partiel du retentât

Une pompe de recirculation va permettre à une partie du retentât de tourner en boucle fermée dans le circuit [18,26]. Une vanne de réglage permet de rejeter le retentât en excès [18]. Ce type de fonctionnement convient pour de grandes unités [18,26].

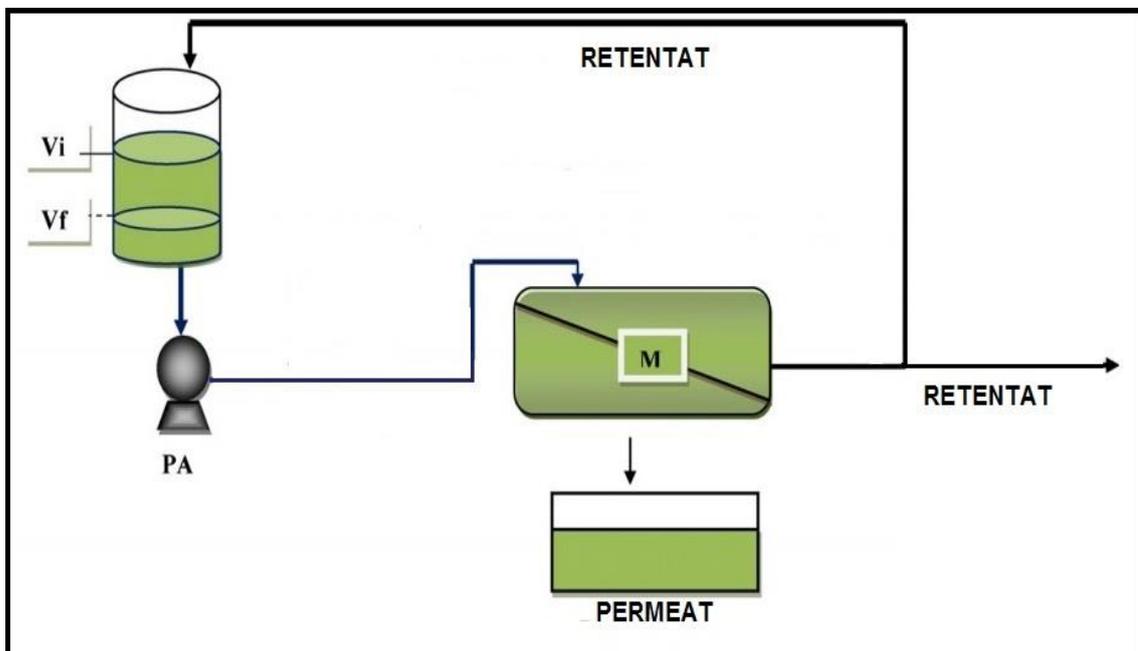


Figure 13 : Système en continu avec recyclage partiel du retentât

4.5.4.3. Système en continu

Le retentât est extrait à la sortie du module [18]

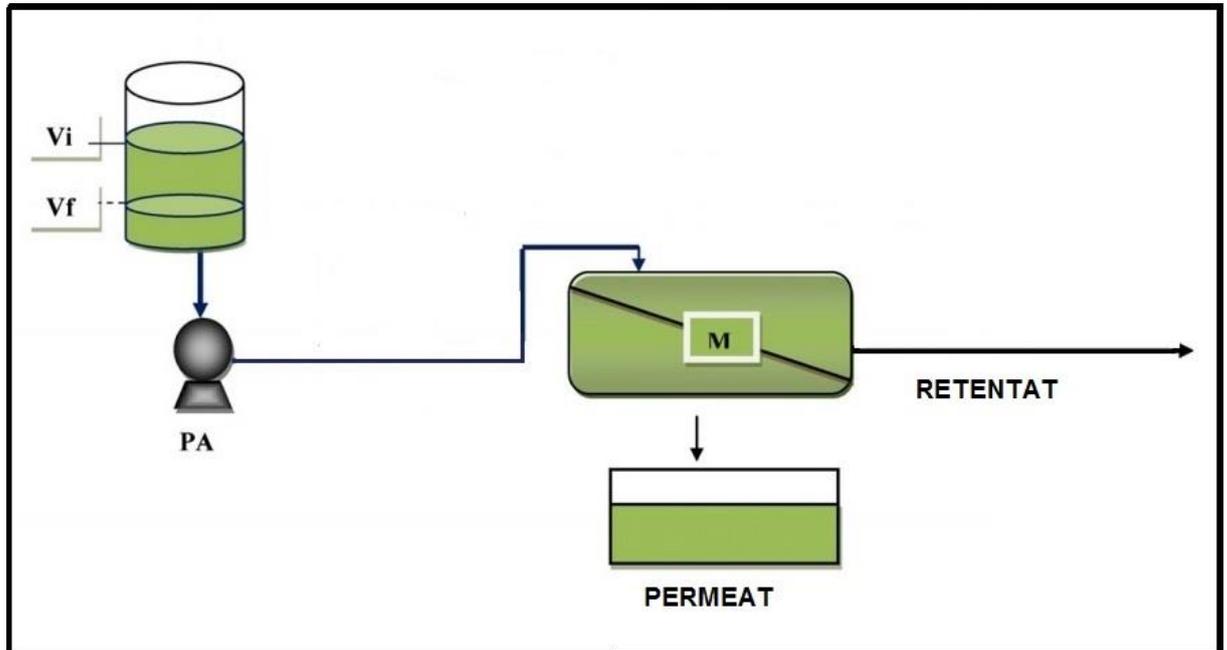


Figure 14 : Système en continu

4.5.5. Mécanismes de transfert

Plusieurs modèles mathématiques sont donnés pour expliquer les différents mécanismes de transfert

4.5.5.1. Modèle du tamis moléculaire

En prenant en considération que la membrane est un milieu poreux constitué de N pores identiques, supposés cylindriques de rayon r_p et de longueur L (épaisseur de la membrane), on peut écrire l'expression du flux de perméat donnée par la loi de Poiseuille :

$$J_V = \frac{N\pi r_p^4}{8\mu L} \Delta P$$

J_V : flux du perméat ($L \cdot s^{-1} \cdot m^{-2}$)

N : nombre de pores

r_p : rayon moyen des pores (m)

μ : viscosité dynamique du solvant (Pa.s)

L : épaisseur de la membrane (m)

ΔP : pression transmembranaire (Pa)

Le flux pour un solvant pur va varier linéairement par rapport à la pression transmembranaire, mais pour une solution contenant un soluté quelconque, elle va avoir une

allure linéaires pour les faibles pressions et tend à être indépendante de la pression [18, 25, 26, 27].

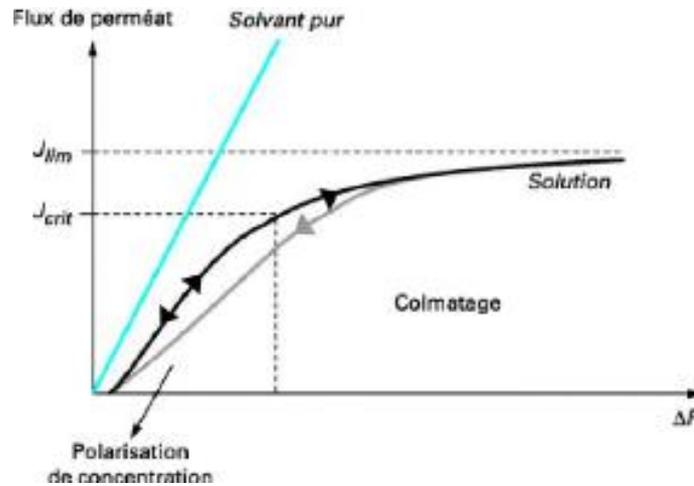


Figure 15 : variation du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire

Cette diminution du flux est expliquée par :

- La polarisation de concentration
- Les phénomènes de surface
- Le colmatage [25, 27].

Du point de vue macroscopique, la loi de Darcy est plus pratique à utiliser [26].

4.5.5.2. Modèle du film

Lors du colmatage, on a la formation d'une couche de soluté d'épaisseur δ dans laquelle la concentration varie entre C_0 et C_m [18,26].

Deux phénomènes interviennent :

- La diffusion selon la première loi de Fick
- La convection due au flux transmembranaire [18]

En régime permanent, le flux est donné par :

$$J_V(C - C_p) = -D \frac{dC}{dx}$$

C_p : concentration du soluté dans le perméat (kg.m^{-3})

C : concentration du soluté dans la couche limite à l'abscisse x (kg.m^{-3})

D : coefficient de diffusion ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$)

En supposant que la diffusion est unidirectionnelle et que le coefficient de diffusion est constant dans toute l'épaisseur, l'intégration de l'équation précédente donne :

$$J_V = -\frac{D}{\delta} \ln \frac{(C_m - C_p)}{(C_0 - C_p)}$$

C_0 : concentration initiale du soluté dans la charge (kg.m^{-3})

C_m : concentration du soluté à la surface de la membrane (kg.m^{-3})

Lorsque le soluté est parfaitement retenu par la membrane, la relation devient :

$$J_V = -K \ln \frac{C_m}{C_0}$$

$K=D/\delta$: coefficient de transfert de matière à l'interface fluide-membrane

Ce coefficient permet de remplacer δ qui est difficile à calculer. Il dépend des conditions hydrodynamiques du milieu et des propriétés physicochimiques de la solution, et il est calculé à partir des équations de transfert de matière classiques [18, 25, 26, 27].

4.5.5.3. Modèle du gel

Avec le temps, la couche formée sur la membrane va donner un gel de quelques microns d'épaisseur. Michaelis a supposé que la concentration à la surface de la membrane va atteindre une valeur C_g correspondant à la gélification du soluté et la valeur du flux maximum ou limite est donnée par [18,26]:

$$J_V = -K \ln \frac{C_g}{C_0}$$

4.5.5.4. Modèle de la pression osmotique

Comme conséquence de la couche de polarisation, on a l'hypothèse de l'effet de la pression osmotique des solutions. Elle suppose que le gradient de concentration des deux côtés de la membrane devient suffisamment important quand pression augmente, pour induire une différence de pression osmotique non négligeable devant la pression transmembranaire [26].

$$J_V = L_p(\Delta P - \sigma \Delta \Pi)$$

$\Delta \Pi$: différence de pression osmotique de part et d'autre de la membrane

σ : coefficient de réflexion de Staverman

CHAPITRE II :
MATERIELS ET METHODES

Chapitre II : Matériels et Méthodes

Cette section abordera les différents produits et les dispositifs utilisés (montage expérimental), les méthodes analytiques adoptées pour la mise en marche de ces derniers, ainsi que les protocoles normés de dosages des paramètres caractérisant notre rejet.

1. Produits utilisés

- Sulfate d'aluminium $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3, 18\text{H}_2\text{O}$ (5 g.L^{-1})
- Acide sulfurique H_2SO_4 (pH=2)
- Hydroxyde de sodium NaOH (pH=12)

2. Méthodes d'analyse

2.1.Spectroscopie d'absorption UV

La spectroscopie permet d'identifier la concentration d'un soluté dans une solution, par l'interaction des électrons des molécules du soluté avec la lumière. Lorsqu'un faisceau de lumière blanche traverse la solution, le soluté contenu dans cette dernière absorbe la lumière dans une longueur d'onde bien précise et restitue une intensité plus faible que le faisceau initial. La détermination de la concentration est effectuée par dosage spectroscopique dans le domaine du visible (400-750 nm), en utilisant la loi de Beer-Lambert [22]:

$$D.O = \log\left(\frac{I_0}{I}\right) = \varepsilon.C.L$$

D.O : absorbance ou densité optique

I_0 : intensité du courant à l'entrée de la cellule du spectroscope

I : intensité du courant à la sortie de la cellule du spectroscope

ε : coefficient d'extinction spécifique du soluté ($\text{L.mol}^{-1}.\text{m}^{-1}$)

C : concentration du soluté (mol.L^{-1})

l : épaisseur de la cellule (m)

Le spectromètre utilisé dans notre analyse est PRIMLIGHT, SECOMAM® avec une gamme spectrale allant de 330 à 900 nm.

2.2.pH

Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre de marque HANNA instruments, équipé d'une électrode en verre combinée Ag/AgCl/KCl 4M et d'une sonde de température. L'étalonnage est effectué à l'aide de solutions tampons de pH 4 et 7 à température ambiante et la précision sur la mesure donnée par le constructeur est de $\pm 0,1$ unité pH.

2.3.DCO

La demande chimique en oxygène (DCO) est la quantité d'oxygène consommé par les matières organiques dissoutes exprimée en $\text{mg O}_2\cdot\text{L}^{-1}$ [13].

Le protocole de dosage est donné selon la norme Canadienne MA.315 DCO 1.0. Elle est déterminée par l'oxydation de la matière organique par un oxydant puissant ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

L'échantillon est porté à reflux à une température de 148°C pendant 2 heures dans un bloc chauffant à plusieurs postes en milieu sulfurique concentré (96%) et en présence de sulfate d'argent jouant le rôle de catalyseur d'oxydation, de sulfate de mercure comme un agent complexant des chlorures et d'une quantité connue en excès de bichromate de potassium à une concentration de $8,33 \times 10^{-3} \text{ mol/l}$.

À chaque dosage on a réalisé un essai à blanc par l'ajout des réactifs de l'oxydation à l'eau distillée.

On dose à une longueur d'onde $\lambda = 600 \text{ nm}$ [11].

Le protocole détaillé est donné en annexe 1.

2.4.Protéines

Les protéines sont dosées selon la méthode de BRADFORD (1976), c'est une méthode colorimétrique.

Elle est basée sur la variation de la coloration du bleu brillant de coomassie G250. Le degré de coloration est proportionnel à la quantité de protéines et la densité optique est déterminée à une longueur d'onde de 597 nm [24].

Le protocole détaillé est donné en annexe 2.

2.5.Phosphates

En milieu acide et en présence d'heptamolybdate d'ammonium, les orthophosphates donnent un complexe phosphomolybdique qui, réduit par l'acide ascorbique, développent une coloration bleue pouvant être dosée colorimétriquement à une longueur d'onde de 880 nm selon la norme NF EN 1189.

Une courbe d'étalonnage a été tracée (annexe 3) afin de pouvoir déterminer sa concentration en solution.

Le pourcentage d'abattement des orthophosphates est calculé selon la relation suivante [16]:

$$\%E = \frac{(C_i - C_f)}{C_i} 100$$

%E : Pourcentage d'élimination d'orthophosphate.

C_i : concentration initial en orthophosphate (avant traitement)

C_f : concentration final en orthophosphate (après traitement)

2.6.Nitrates

Les nitrates présents dans l'échantillon sont transformé en dérivés nitro-phenol-sulfoniques colorés à l'aide d'acide sulfo-phenique. La coloration est proportionnelle à la concentration des nitrates et est mesurée par spectrophotométrie à 440nm.

Le protocole détaillé est donné en annexe 4.

2.7.Conductivité

Elle a été mesurée par un conductimètre type HANNA instruments.

3. Dispositif expérimental

3.1.Coagulation-floculation

Lors de la coagulation floculation, on a utilisé un jar test à l'aide d'un flocculateur *WiseStir* équipé de pales en acier inoxydable de dimensions 7,5 cm×2,5 cm avec une vitesse de rotation variant entre 0 et 300 rpm, muni de 6 béchers de 1L.



Figure 16 : Jar test

3.2. Electrocoagulation

Le dispositif de l'électrocoagulation est constitué de :

- Un bécher de 500 ml avec une section de 10 cm.
- Un générateur de courant électrique type « MCP Lab electronics »
- Un agitateur
- Un barreau magnétique
- Quatre (04) plaques rectangulaires en aluminium (7.5 cm x 4 cm x 1 mm)
- Fils de connexion

3.3. Ultrafiltration

Le dispositif expérimental utilisé est le MICROLAB 130S de la firme GAMMA FILTRATION-France.

L'installation comporte une pompe volumétrique à débit réglable 200-800 l h⁻¹, un débitmètre réglable entre 0 et 5 m³ h⁻¹ et un échangeur de chaleur.

La membrane utilisée est de type CERAVER minérale avec un seuil de coupure de l'ordre de 10000Da.

Trois manomètres sont utilisés, le premier pour régler la contre pression, le deuxième ainsi que le troisième sont utilisés pour régler la pression d'entrée et de sortie de la membrane.

Le débit de retour du concentrât est réglé à 350 L.h⁻¹. Le support du module est composé de $\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$, le diamètre moyen des pores est de 15 μm , le diamètre du canal est de 4mm et le nombre de canaux est de 19 [15].

La surface utile de la membrane est de 0,2 m².

Le support et la membrane sont liés de façon monolithique par frittage [22].

4. Procédure expérimentale

Afin d'obtenir un effluent ayant une composition constante au cours de nos manipulations, nous avons dissous 5 g de poudre de lait (Loya) dans 1 L d'eau de robinet. Le choix de cette concentration a été inspiré de plusieurs études sur les rejets laitiers (**Ramasamy et al. 2004 ; Balannec et al., 2005 ; Leal et al., 2006 ; Kushwaha et al., 2010**), l'objectif étant d'obtenir une DCO allant de 5500 et 7000 mg d'O₂.L⁻¹ [28].

Les caractéristiques du rejet obtenu sont données dans le tableau 6.

Tableau 6 : Caractéristiques du rejet laitier

Paramètres	Valeurs
DCO (mg d'O ₂ .L ⁻¹)	5500 – 7000
Phosphates (mg. L ⁻¹)	22 – 28
Nitrates (mg. L ⁻¹)	40 – 45
MES (g. L ⁻¹)	4 – 4.5
pH	6.5 – 7.5
Protéines (g. L ⁻¹)	2.4 – 2.6
Conductivité (mS.cm ⁻¹)	0.8

4.1.Coagulation-floculation

Lors des essais, nous avons travaillé avec le sulfate d'aluminium comme coagulant.

Le coagulant a montré une grande efficacité pour les rejets laitiers ayant une DCO initiale de l'ordre de 6000 mg.L⁻¹ [29].

Dans chaque bécher, nous avons mis un volume de 500 mL de l'effluent synthétique. Un bécher sera laissé en tant que solution témoin pour observer l'effet du coagulant. Les cinq béchers restants vont être utilisés pour deux manipulations successives, en ajoutant des quantités différentes de coagulants afin d'obtenir des concentrations de l'ordre de 10, 20, 30, 40, 50, 60, 80, 100, 120 et 140 mg.L⁻¹ pour le sulfate d'aluminium.

Les conditions de travail sont les suivantes :

- Agitation rapide : 200 tr/min pendant 45 s
- Agitation lente : 50 tr/min pendant 20 min
- Décantation : entre 30 et 45 min.

Après décantation, nous prélevons le surnageant et nous procédons au dosage de ceux-ci après filtration si nécessaire.

4.2. Electrocoagulation

Le dispositif expérimental fonctionnant en discontinu est illustré dans la figure 17.

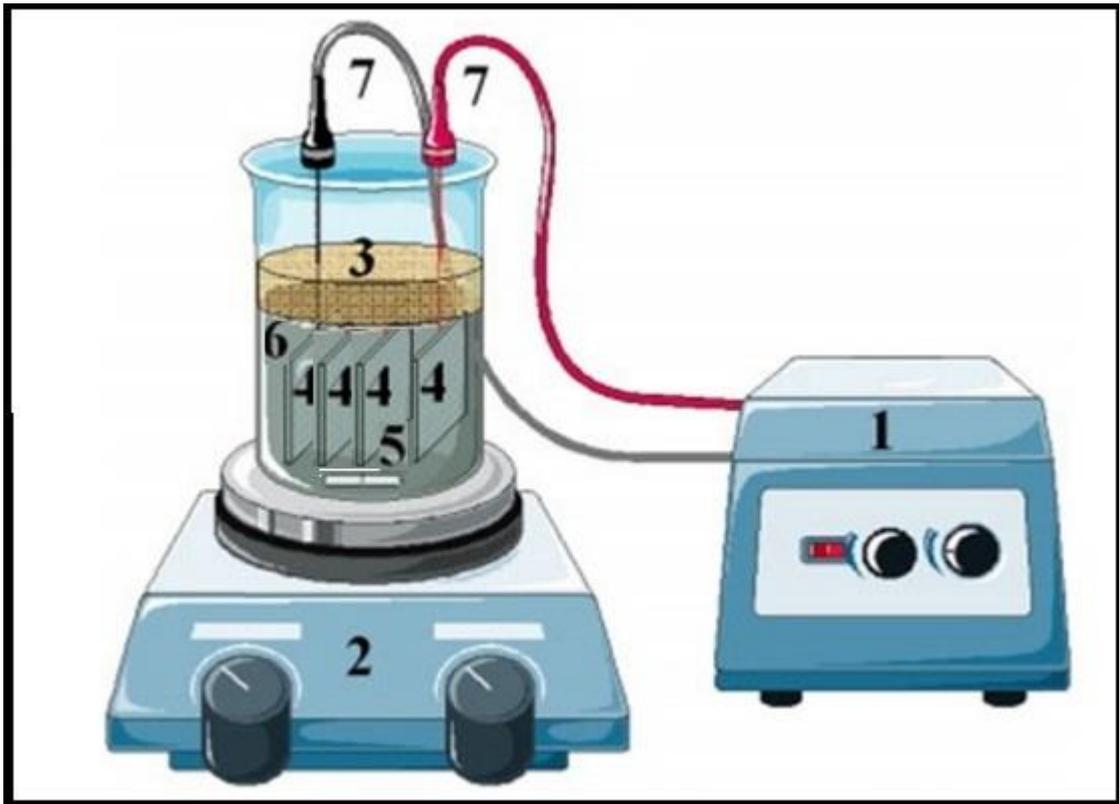


Figure 17 : Dispositif expérimental de l'électrocoagulation

- (1) Générateur de courant continu
- (2) Agitateur
- (3) Couvercle
- (4) Plaques en aluminium
- (5) Barreau magnétique
- (6) Effluent laitier
- (7) Câbles de connexion

L'unité d'électrocoagulation en mode bipolaire, est branchée à un générateur qui délivre un courant continu qui induit la dissolution du métal à l'anode, et un dégagement régulier de

gaz à la cathode. Les électrodes en aluminium sont espacées de 1 cm avec une surface globale utile de 120 cm². Les essais ont été faits dans un bécher de 500 mL, agité continuellement pour homogénéiser la solution.

Nous avons procédé à une cinétique, pour deux intensités de courant (0.1, 0.15 A [15]), et ce pour suivre l'abattement des différents paramètres à température ambiante.

En premier lieu, nous effectuons des prélèvements du milieu réactionnel toutes les 5 minutes pendant 20 minutes, puis toutes les 10 minutes pour le reste de la manipulation.

Une filtration peut être nécessaire avant le dosage des échantillons.

4.3.Ultrafiltration

Avant d'effectuer la concentration des protéines contenues dans le rejet, il est nécessaire de déterminer les conditions opératoires optimales des différents paramètres mis en jeu.

Nous débuterons par le calcul de perméabilité au solvant de la membrane neuve, puis nous procéderons à l'optimisation d'un point de vue économique et enfin, nous réaliserons l'essai de concentration.

4.3.1. Etude de perméabilité

La perméabilité est une des caractéristiques les plus importantes de la membrane. L'essai sera fait sur le solvant sans soluté, qui dans notre cas est l'eau du robinet. Pratiquement, on détermine d'abord le flux de perméat comme suit :

$$J_V = \frac{V_{emp}}{t_{emp}A}$$

V_{emp} : volume d'empotage = 150 mL

A : surface active de la membrane = 0.2 m²

t_{emp} : temps nécessaire pour remplir un volume de perméat fixé (temps d'empotage)

En suite, on utilise la loi de Darcy pour relier le flux à la pression transmembranaire :

$$J_V = L_P \Delta P$$

Cela revient à dire qu'il faut faire varier le ΔP , puis mesurer le temps d'empotage et calculer J_V .

Le tracé du graphe $J_V = f(\Delta P)$ va nous permettre de déterminer la perméabilité.

4.3.2. Etude de l'optimisation économique de la cellule d'ultrafiltration

Pour optimiser les conditions de l'opération, il faut déterminer les valeurs optimales de la pression transmembranaire, et de la vitesse de recirculation tout en prenant compte du coup de l'ultrafiltration.

Nous prenons en considération les coûts liés à [30]:

- La perte de charge
- La surface de la membrane
- Le flux de perméat

L'expression du coût global est donnée par [31]:

$$K = K_C A + K_P Q_V \Delta P_f + K_P Q_P \Delta P$$

K : coût global par unité de temps (DA.s⁻¹)

K_C : coefficient du coût en capital = 1.99×10^{-4} DA.m⁻².s⁻¹

K_P : coefficient du coût de l'énergie de pompage = 4.47×10^{-7} DA.joules⁻¹

A : surface de la membrane (m²)

ΔP : pression transmembranaire (Pa)

ΔP_f : pertes de charges (Pa)

Q_V : débit de recirculation (m³.s⁻¹)

Q_P : débit du perméat (m³.s⁻¹)

On peut réarranger l'expression précédente comme suit :

$$\frac{K}{Q_P} = K_P \Delta P + \frac{K_C}{J_V} \left(1 + \frac{K_P}{K_C A} \Delta P_f Q_V\right)$$

Avec :

$$J_V = \frac{Q_P}{A}$$

$$\Delta P_f = P_1 - P_2$$

$$\Delta P = \frac{P_1 + P_2}{2} - P_3$$

P_1 : pression à l'entrée (Pa)

P_2 : pression à la sortie (Pa)

P_3 : contre pression (Pa)

On donne la vitesse de recirculation U comme étant :

$$U = \frac{Q_V}{S}$$

S : surface des canaux de la membrane (m²)

Sachant que l'on a 19 canaux circulaires, l'expression de S est donnée par :

$$S = 19\pi r^2$$

r : rayon des canaux = 2 mm

$$S=238.64 \text{ mm}^2$$

En faisant varier ΔP pour différentes valeurs de U, on trac $K/Q_P=f(U)$, grâce auquel on détermine les conditions optimales de travail.

4.3.3. Essai de concentration

Une fois les valeurs optimales de ΔP et de Q_V fixées, nous procédons à l'essai de concentration.

Des prélèvements au niveau du perméat et du retentât ont été effectués à des intervalles de temps bien déterminés

Les échantillons seront alors dosés pour connaître la concentration en MES, en DCO et en protéines.

Les graphes du taux de rétention des protéines et du flux de perméat en fonction du temps sont tracés.

CHAPITRE III :
RESULTATS ET DISCUSSIONS

Chapitre III : Résultats et Discussions

1. Coagulation – floculation

L'effet de la concentration en sulfate d'aluminium, sur le pH et l'efficacité de la coagulation a été étudié, les résultats obtenus sont représentés dans les figures 18, 19, 20 et 21.

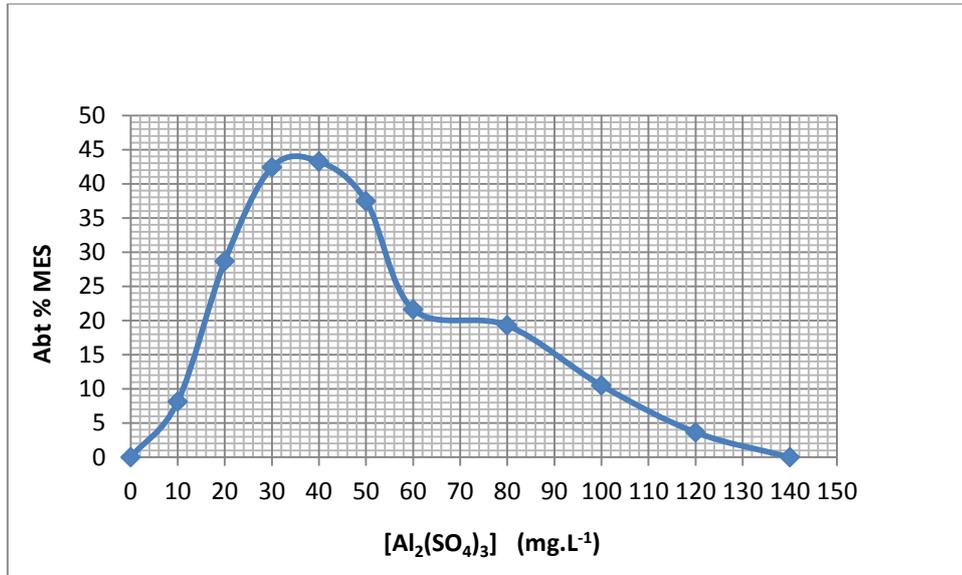


Figure 18 : Pourcentage d'abattement des MES en fonction de la concentration en sulfate d'aluminium

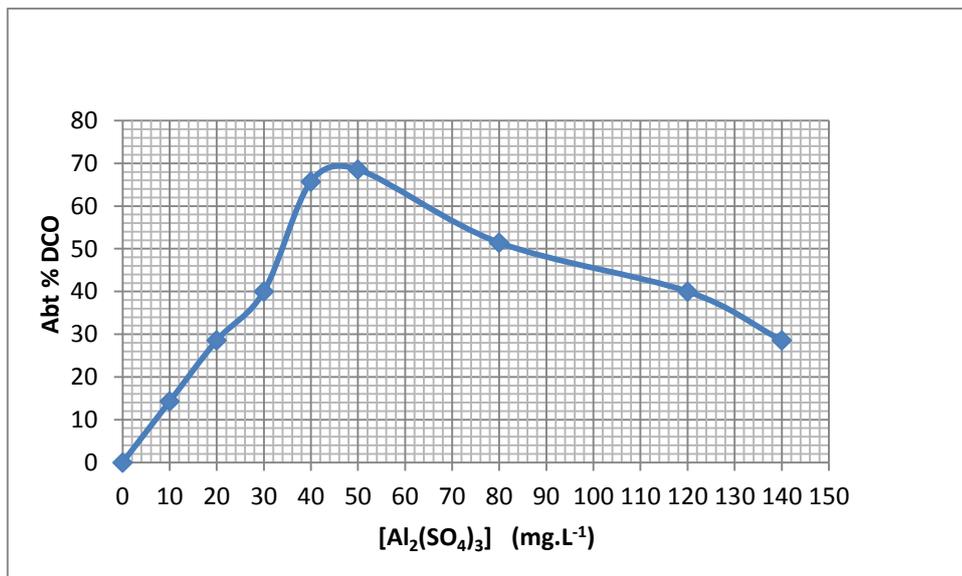


Figure 19 : Pourcentage d'abattement des DCO en fonction de la concentration en sulfate d'aluminium

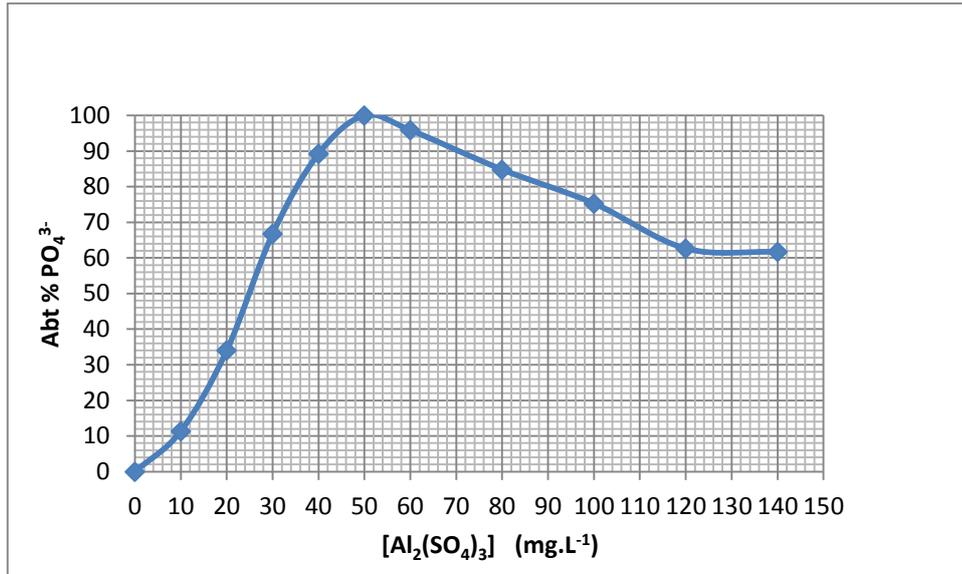


Figure 20 : Pourcentage d'abattement des phosphates en fonction de la concentration en sulfate d'aluminium

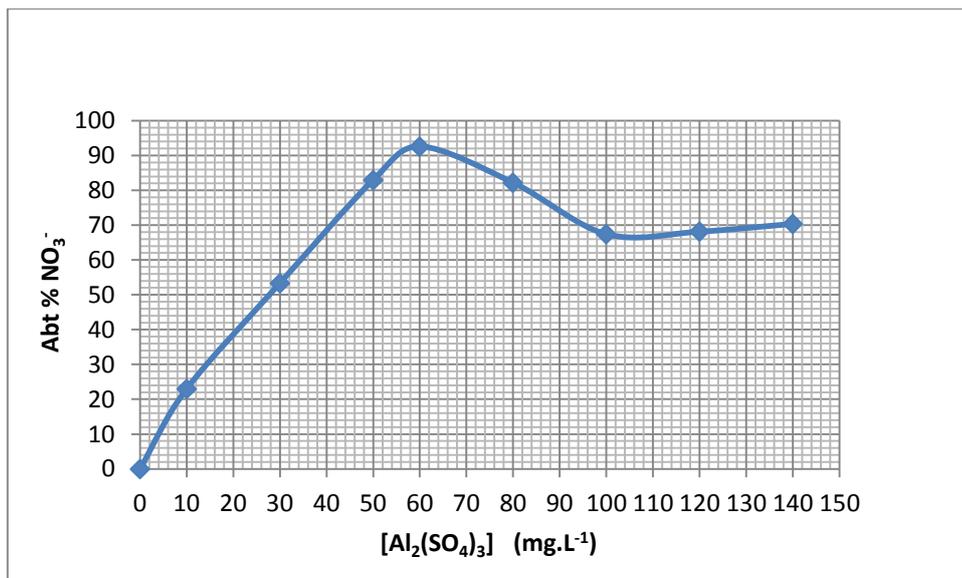


Figure 21 : Pourcentage d'abattement des nitrates en fonction de la concentration en sulfate d'aluminium

Pour les MES, on remarque un faible taux d'abattement qui est de l'ordre de 45% pour une concentration en coagulation de 35 mg.L⁻¹. En ce qui concerne la DCO, l'optimum est observé pour une concentration de 45 mg.L⁻¹ avec un abattement de près de 70 %. Les phosphates quand à eux sont totalement éliminés pour une concentration de 50 mg.L⁻¹. Enfin, les nitrates ont été éliminés à 92 % pour une dose en sulfate d'alumine de 60 mg.L⁻¹. Au delà

de ces valeurs, le taux d'abattement diminue progressivement ce qui est expliqué par la figure 22.

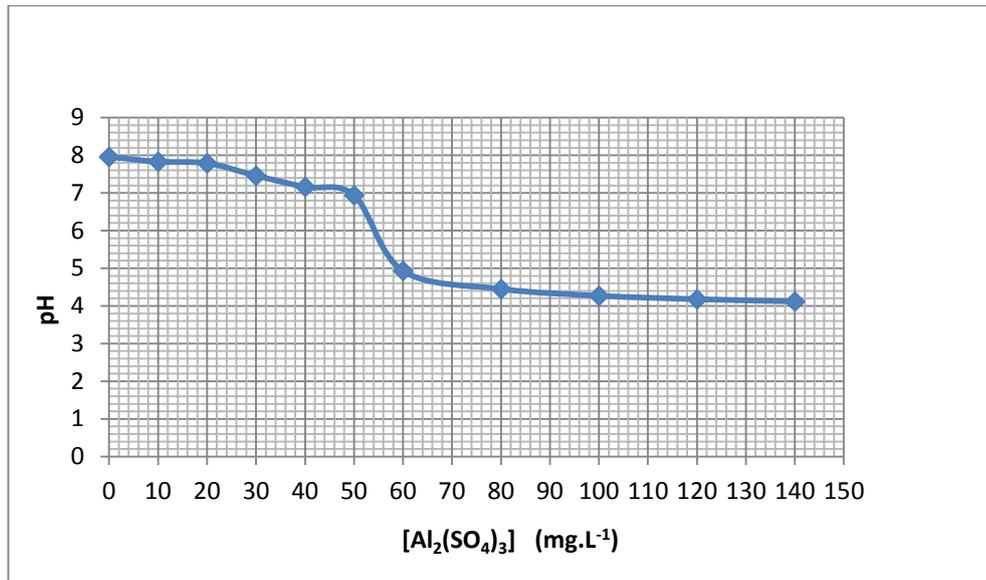
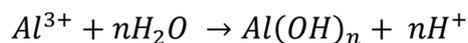


Figure 22 : variation du pH en fonction de la concentration en sulfate d'aluminium

Il est reconnu que le pH influence les taux d'abattement de la pollution contenu dans les eaux usées. Pour chaque eau, il existe une plage de pH pour laquelle la coagulation a lieu rapidement. Lorsque le pH est optimal les produits solubles d'aluminium sont pratiquement inexistant [32].

Pour notre étude la plage de pH optimal de l'élimination des indicateurs de pollutions représentés dans les figures 17, 18, 19, 20 est entre 5 et 7. Ces valeurs de pH corroborent les résultats trouvés par Taha et al. (2000) qui ont travaillé sur l'optimisation de la coagulation-floculation des eaux blanches de laiteries et ont trouvé un pH optimal de 6.

Ce tracé montre que lorsqu'on augmente la dose du coagulant, le pH a tendance à diminuer de 8 à 4. Cette baisse du pH peut être expliquée par le fait que l'ajout de sels d'aluminium dans l'eau entraîne une libération d'ions H^+ , et rend le milieu plus acide, selon la réaction successive d'hydrolyse suivante :



Néanmoins, cette valeur est toujours située dans la gamme de pH optimal de coagulation obtenue par le coagulant, ne nécessitant donc aucune correction du pH.

En allant vers des concentrations plus élevées de coagulants, on sort de la zone de pH optimale, qui favorise la formation du $Al(OH)_3$, ce qui va créer une légère solubilisation des particules et une déstabilisation des floccs, et donc un relargage [33]. (Annexe 5)

2. Electrocoagulation

2.1. Influence du courant

Les figures 23, 24 et 25 montrent la variation des concentrations respectivement en MES, DCO et phosphates au cours du temps, pour deux valeurs d'intensité de courant.

Un courant de 0.1 A ou plus est suffisant pour l'élimination de la pollution [15].

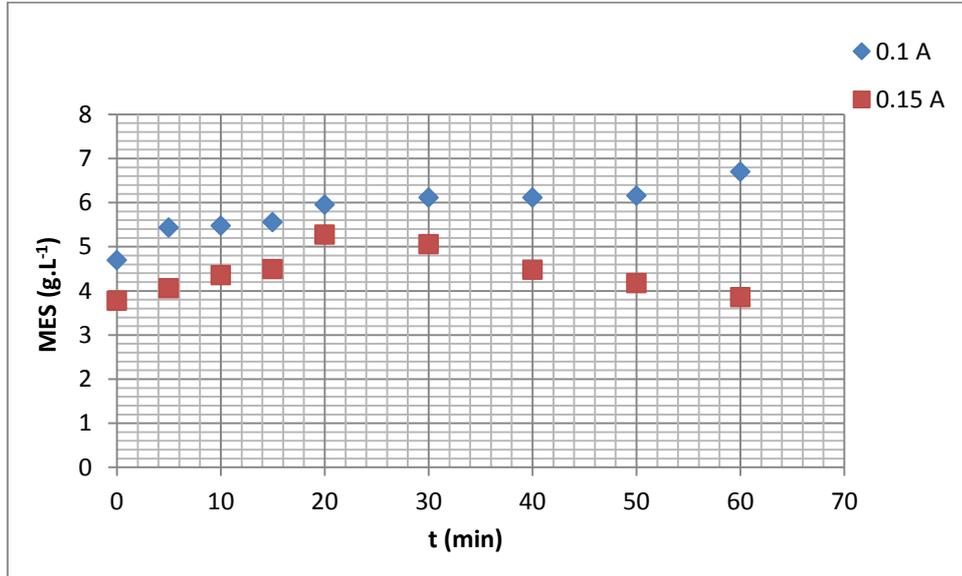


Figure 23 : Variation des MES en fonction du temps pour deux valeurs du courant

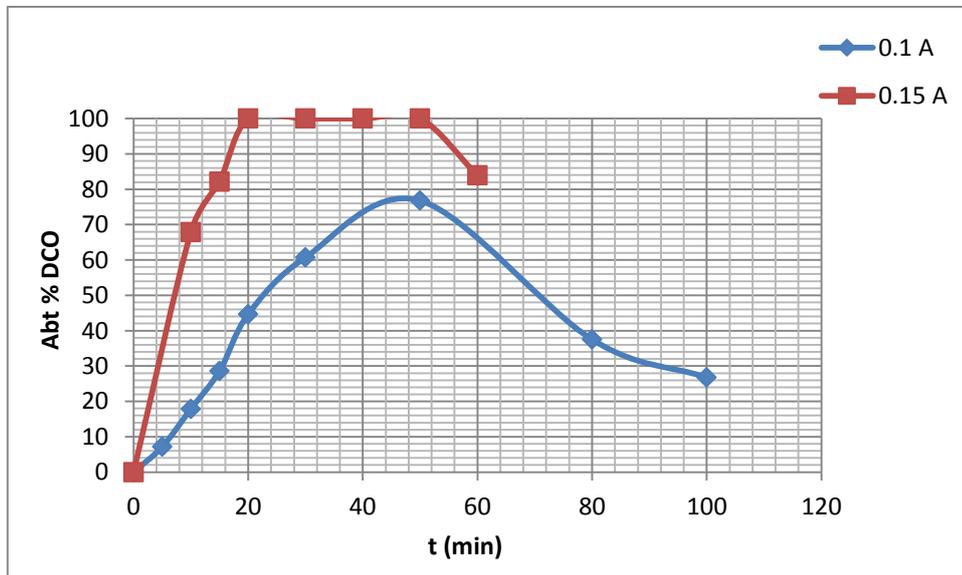


Figure 24 : Abattement de la DCO en fonction du temps pour deux valeurs du courant

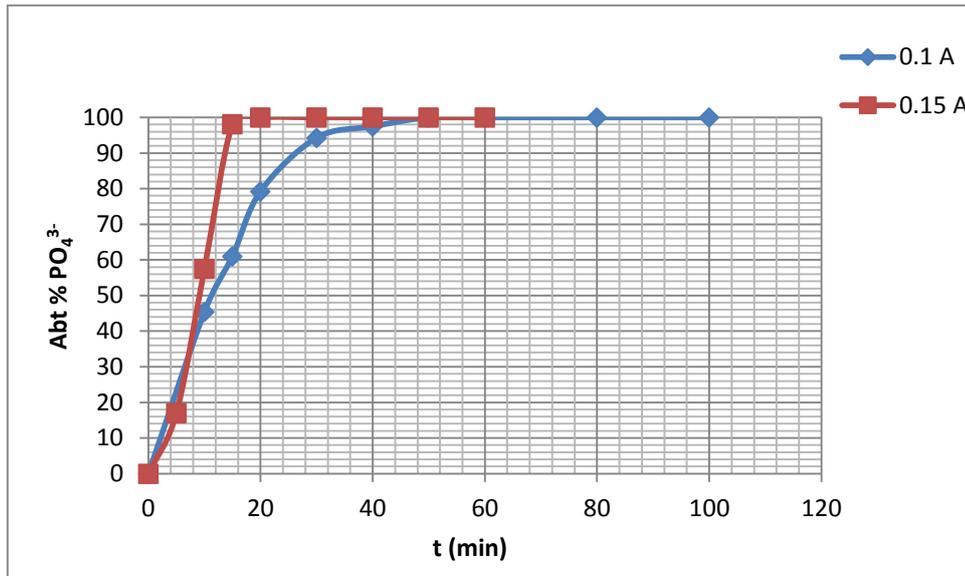


Figure 25 : Abattement des phosphates en fonction du temps pour deux valeurs du courant

Pour les deux valeurs du courant, les MES restent pratiquement constants à cause de l'agitation, et la formation de microbulles de gaz.

En ce qui concerne les orthophosphates, on atteint un abattement de 100 % dans les deux cas, mais on y arrive plus rapidement pour un courant de 0.15 A, ce qui est en accord avec la loi de Faraday qui montre que la quantité d'aluminium dissoute électrochimiquement de l'anode pour un temps d'électrolyse donné est proportionnelle à l'intensité de courant imposé (Picard, 2000 ; Khemis *et al.*, 2006 ; Adhoum *et al.*, 2004 ; Lung Chou *et al.*, 2009 ; Bekta *et al.*, 2004 ; Canizares *et al.*, 2006 ; Tchamango *et al.*, 2010).

Enfin, la DCO se voit atteindre un abattement total pour un courant de 0.15 A et un abattement de l'ordre de 78 % quand l'intensité du courant est de 0.1 A. L'optimum est atteint plus rapidement quand le courant est plus élevé.

2.2.Suivi du pH

La variation du pH pendant l'électrocoagulation est représentée dans la figure 26.

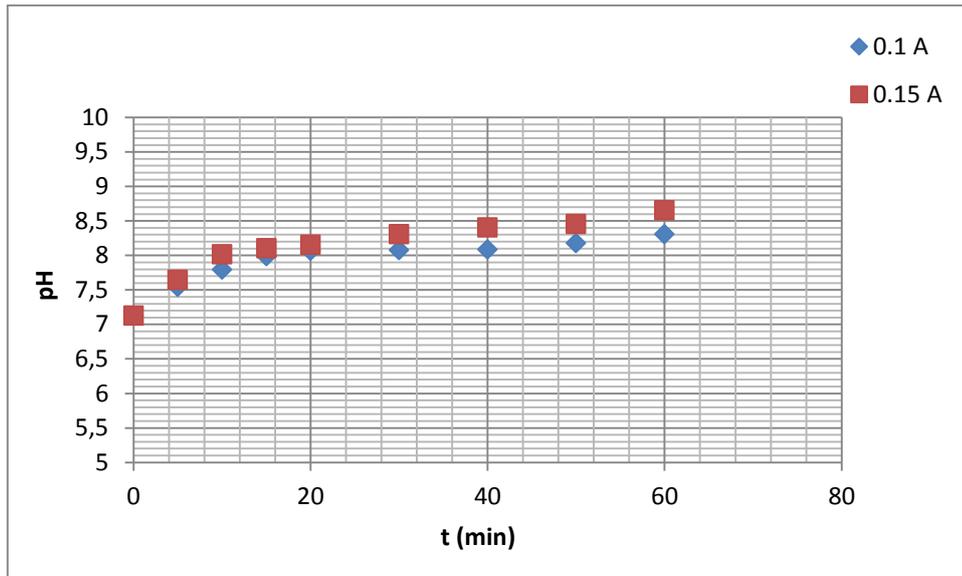


Figure 26 : Variation du pH au cours du temps pour deux valeurs de courant

On remarque une augmentation du pH pour les deux valeurs du courant. Cela s'explique par la production d'hydroxydes par la réduction de l'eau à la cathode (**Kumar et al., 2004 ; Parga et al., 2005**).

En allant vers des pH alcalins, on favorise la déstabilisation des floccs ce qui justifie l'abaissement de l'abattement de la DCO dans la figure 23.

2.3.Suivi du potentiel

Au cours de la manipulation, le potentiel évolue d'une manière progressive comme montré dans la figure 27.

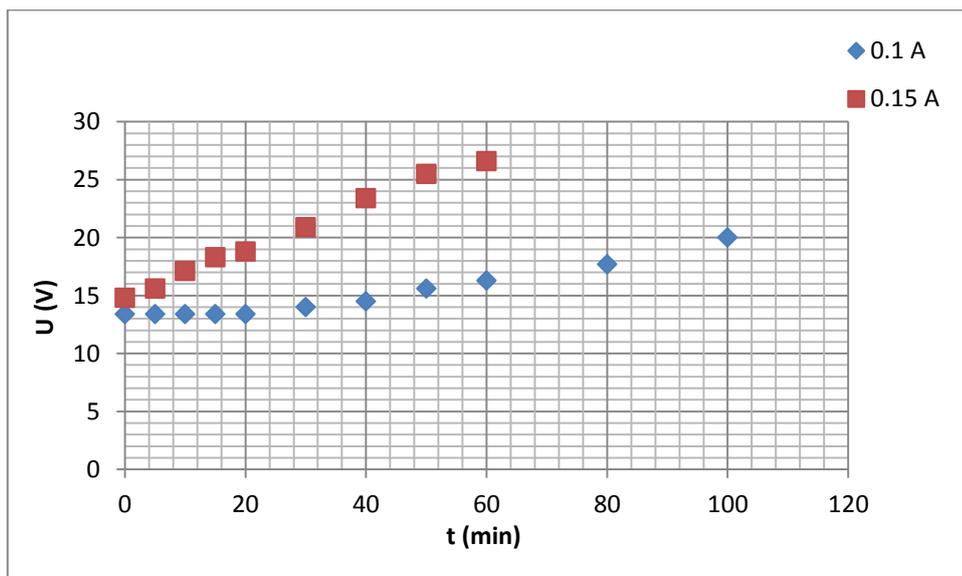


Figure 27 : Evolution du potentiel du milieu au cours du temps

Cette hausse est due à la résistance qui va croître au fur et à mesure car le courant doit être maintenu constant, selon la loi d'ohm :

$$U = R.I$$

U : potentiel (V)

I : courant (A)

R : Résistance (Ω)

Cela va induire une montée de la température du milieu au cours du temps sous effet de joule, qui est illustrée dans la figure 28.

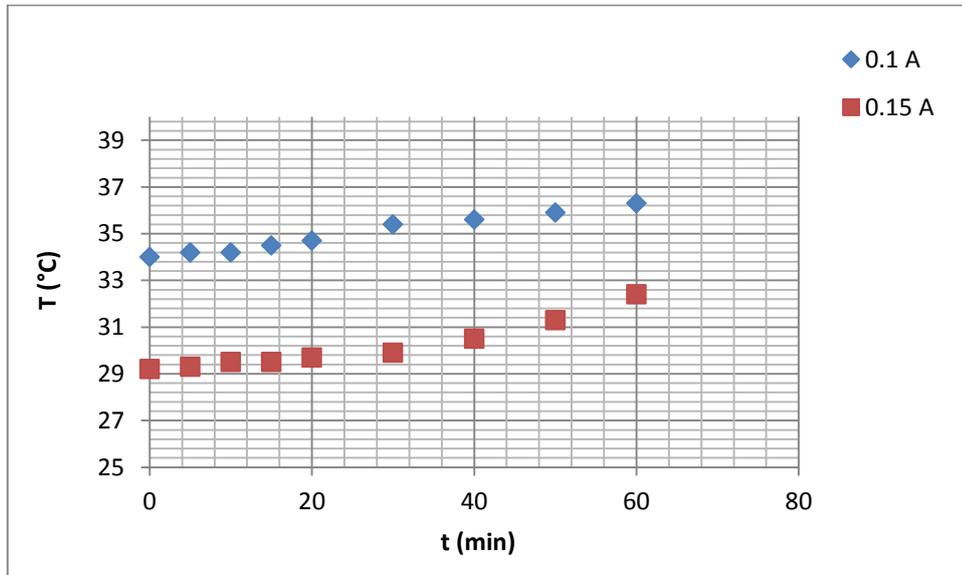


Figure 28 : Variation de la température au cours du temps pour deux valeurs du courant

Cette amplification de la température va générer une déstabilisation des floccs qui peut tout autant expliquer l'allure de l'abattement de la DCO.

3. Ultrafiltration

3.1. Etude de perméabilité

L'évolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour le solvant pur est donnée sur la figure 29.

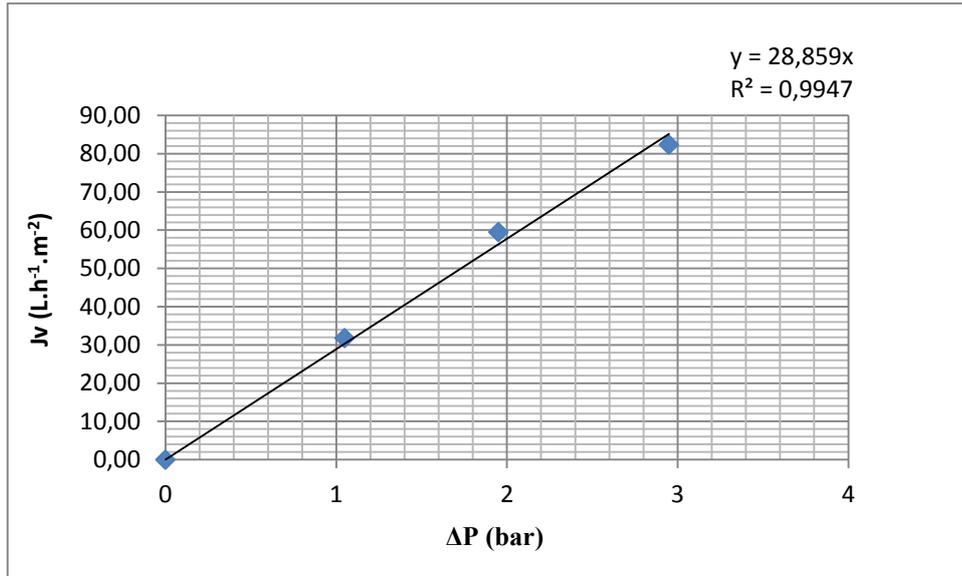


Figure 29 : Courbe solvant $J_v=f(\Delta P)$

La pente de la droite exprime la perméabilité au solvant de la membrane est on obtient donc :

$$L_p = 28.859 \text{ L. h}^{-1} . \text{ m}^{-2} . \text{ bar}^{-1}$$

3.2. Etude de l'optimisation économique de la cellule d'ultrafiltration

Le tracé du coût global par unité de volume est représenté sur la figure 30.

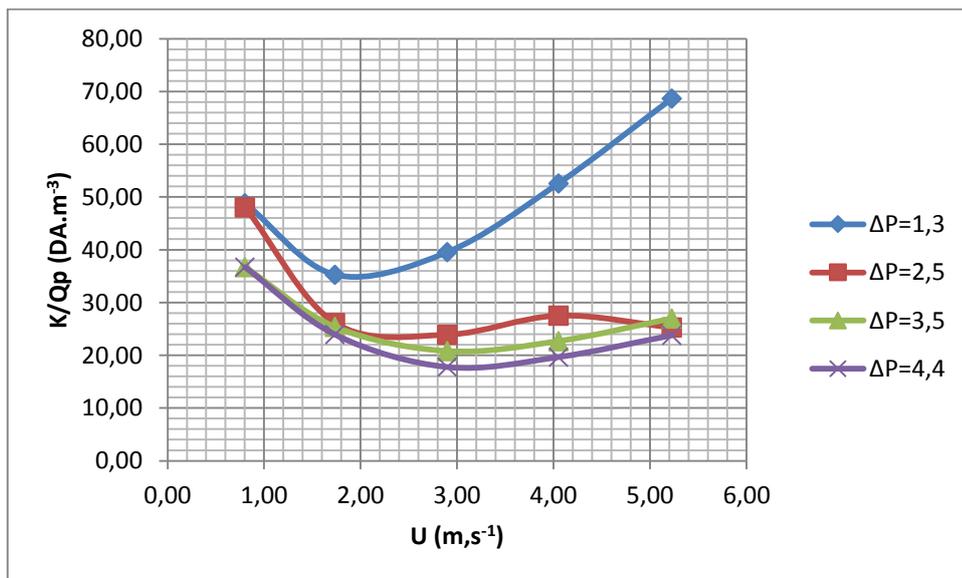


Figure 30 : Variation du prix de revient du mètre cube en fonction de la vitesse de recirculation pour différentes pressions transmembranaires

Nous remarquons le coût de l'opération diminue avec l'augmentation de la pression transmembranaire, ce qui induit un point optimal pour $\Delta P=4.4$ bar, et $U=2.90$ m.s-1 ce qui correspond à $K/Q_p=17.77$ DA.m⁻³.

Ceci va induire un débit de recirculation optimal de $Q_v=2.49$ m³.h⁻¹.

3.3.Essai de concentration

On procède à l'essai de concentration en fixant $\Delta P=4.4$ bar et $Q_v=2.49$ m³.h⁻¹.

Grace à la valeur de la perméabilité, déterminée par la courbe solvant avant ultrafiltration, on calcul le flux initial en utilisant la loi de Darcy et on obtient :

$$J_v=126.98 \text{ L.h}^{-1}.\text{m}^{-2}.$$

Le suivi du flux de perméat et du taux de rejet des protéines en fonction du temps sont reproduits respectivement sur les figures 31 et 32.

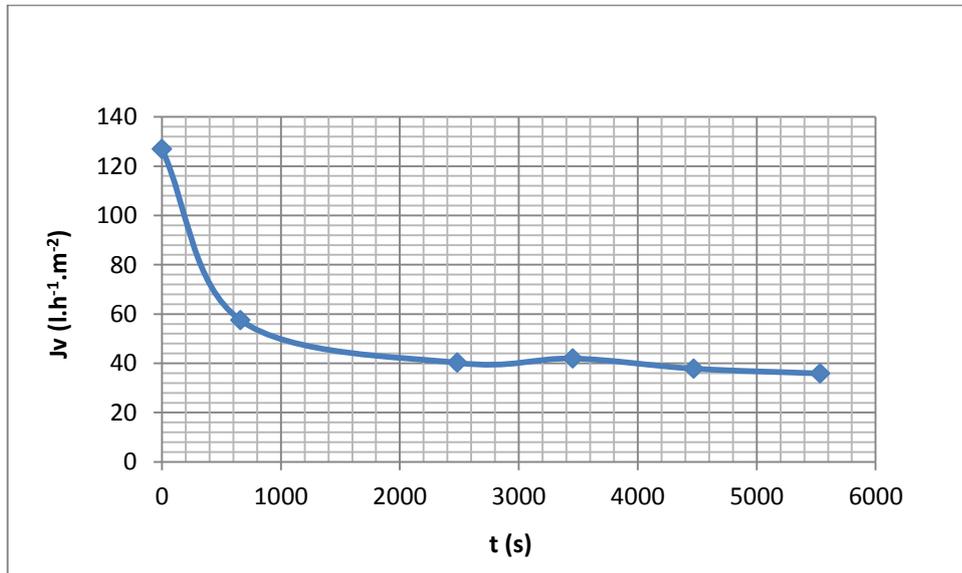


Figure 31 : Variation du flux de perméat en fonction du temps

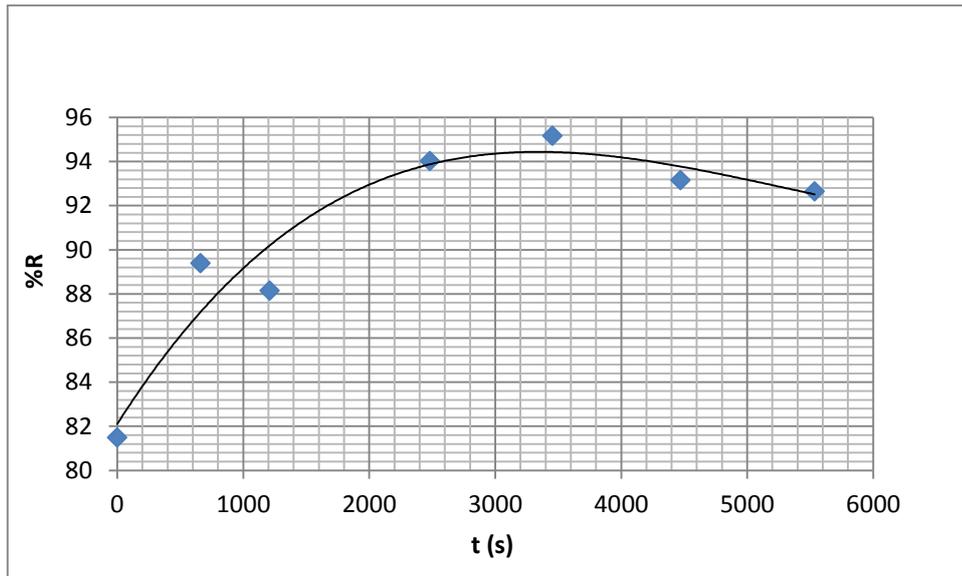


Figure 32 : Variation du taux de rétention des protéines en fonction du temps

Lors de l'essai de concentration, on remarque une diminution du flux de perméat jusqu'à arriver à un palier au bout de 2500 s approximativement. Cette baisse du flux peut être expliquée par, la formation de la couche de polarisation et l'adsorption sur la membrane, tandis que la stabilisation de ce flux est du à la formation d'une membrane dynamique [30]. Une réduction du flux de 68.5 % à été observée.

Ces résultats sont confirmés par l'allure de la courbe du taux de rejet des protéines qui va augmenter légèrement à partir de 82 % jusqu'à une valeur approchée de 94 % puis va se stabiliser et ce après 2500 s.

Les dosages des échantillons du retentât et du perméat, prélevés au cours de la manipulation, nous ont permis de tracer les graphes de la DCO et des MES représentés respectivement sur les figures 33 et 34.

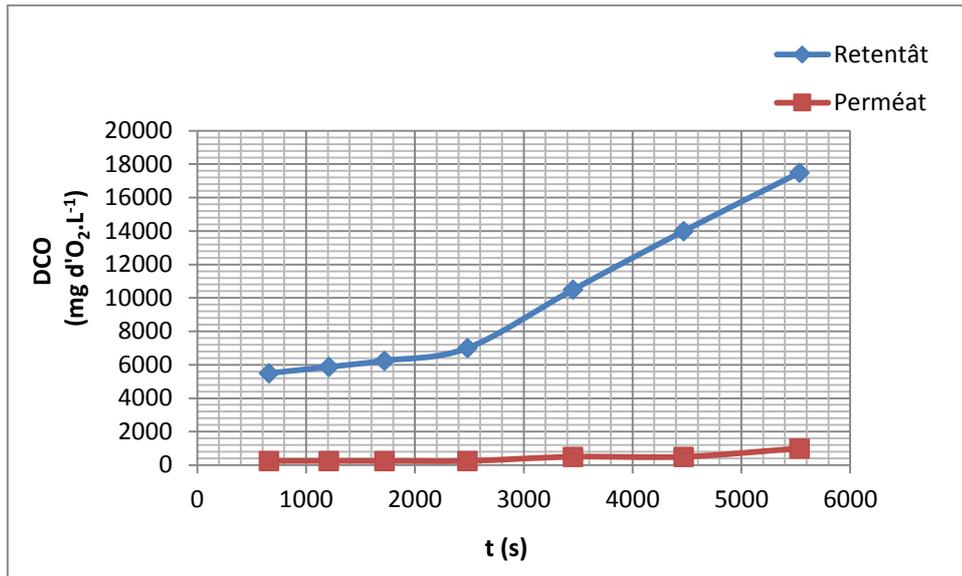


Figure 33 : Variation de la DCO en fonction du temps pour le perméat et le retentât

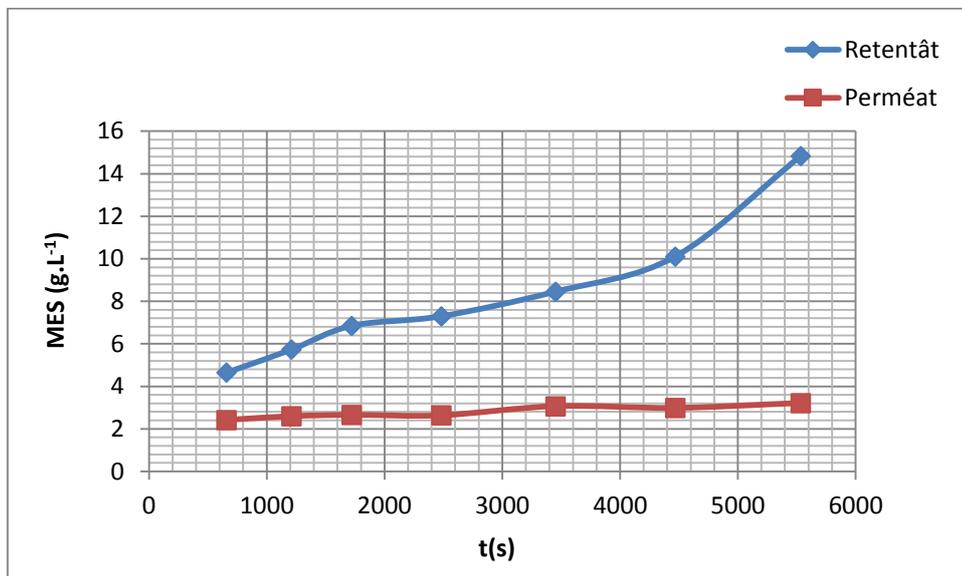


Figure 34 : Variation des MES en fonction du temps pour le perméat et le retentât

Les courbes nous montrent qu'il y'a accumulation des protéines dans le retentât de telle sorte que la concentration finale est trois fois plus élevée que la concentration initiale (figure 35).

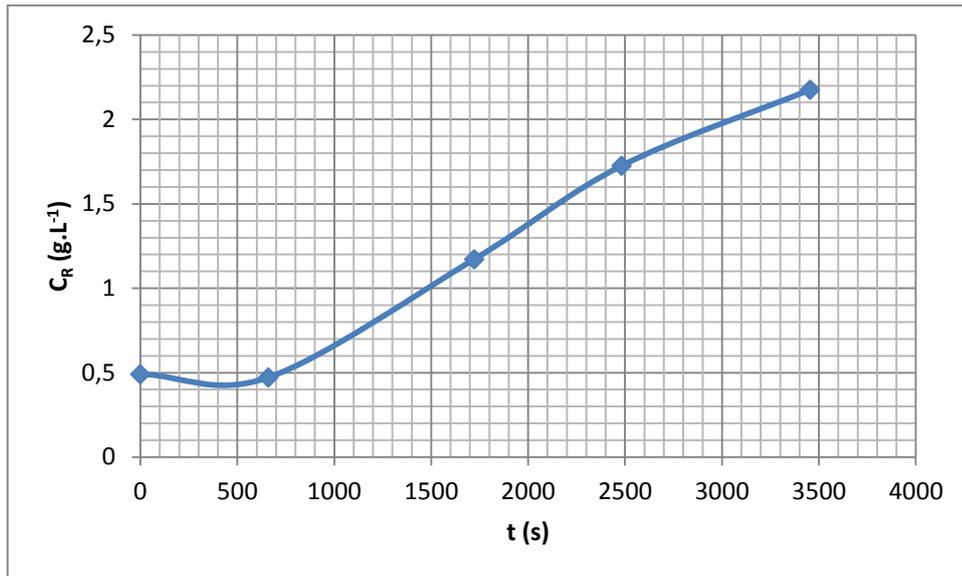


Figure 35 : Evolution de la concentration en protéines dans le retentât au cours du temps

L'ultrafiltration nous a permis de réduire la concentration en DCO de près de 96 % et celle des MES de l'ordre de 53 %.

CONCLUSION

Conclusion

L'objectif de ce travail, était l'étude de l'efficacité de dépollution des eaux issus de l'industrie laitière, et ce par trois procédés : la coagulation chimique, l'électrocoagulation et l'ultrafiltration.

La première partie était consacrée à la coagulation-floculation, en l'occurrence à l'optimisation de la dose de coagulant à base d'aluminium à ajouter. Nous avons constaté que pour une concentration allant de 45 à 60 mg.L⁻¹, le taux d'abattement des différents paramètres étudiés (orthophosphates, nitrates, et DCO) ont été optimaux.

Cependant, l'ajout de réactifs chimiques et la nécessité de dimensionner des bassins de contact de taille importante conduit à s'intéresser à une alternative à ce procédé : l'électrocoagulation, système compact qui consiste à générer *in situ* les cations à partir de l'électro-dissolution d'anodes métalliques.

Nous avons cherché à optimiser l'intensité du courant traversant la cellule, et avons conclu qu'un courant de 0.15 A, permet d'avoir de meilleurs rendements et de façon plus rapide que pour la coagulation chimique.

Enfin, l'ultrafiltration de ce rejet, nous a permis de déterminer les meilleures conditions de travail et ce en s'appuyant sur une étude de coût. De ce fait, nous préconisons de travailler avec $\Delta P=4.4$ bar et $Q_v=2.49$ m³.h⁻¹ car ces valeurs nous ont permis d'avoir un coût minime qui est de l'ordre de 17.77 DA.m⁻³.

A l'avenir il serait intéressant de faire un couplage de l'ultrafiltration en tant que traitement primaire, pour récupérer les protéines et songer à leur valorisation, puis l'électrocoagulation comme traitement secondaire, pour diminuer le taux de DCO, de phosphates et de nitrates, pour avoir un rejet conforme aux normes.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1] **SNAPPE Jean-Jacques, LEPOUDERE Anne, SREDZINSKI Natacha** « Protéines Laitières » (F4820, 2010).
- [2] **DOUAG-TIRICHINE Nassima** « Extraction et caractérisation de quelques plantes locales à pouvoir coagulant le lait » (Ecole Nationale Polytechnique, Magister, 2010).
- [3] **ZEMMOUR Nabila** « Contribution à la compensation de la subvention par une meilleure productivité et maîtrise des coûts dans l'industrie du lait : Application laiterie Trèfle et Giplait (unité des Arribs) » (Ecole Nationale Polytechnique, PFE, 2008).
- [4] **MOLETTE René, TORRIJOS Michel** « Impact environnemental de la filière laitière » (F1500, 1999).
- [5] **GACI Sakoura** « Evaluation de la pollution issue de l'industrie laitière et valorisation du lactosérum » (Ecole Nationale Polytechnique, PFE, 2011).
- [6] **CASTILLO de CAMPINS Soraya** « Etude d'un procédé compact de traitement biologique aérobie d'effluents laitiers » (Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, Doctorat, 2005).
- [7] **MOLETTA René, TORRIJOS Michel** Traitement des effluents de la filière laitière (Techniques de l'Ingénieur, 1999, F1501)
- [8] **MAKHLOUFI Noureddine** « Modélisation des paramètres physico-chimiques de la coagulation floculation pour les eaux potables » (Ecole Nationale Polytechnique, PFE, 2011).
- [9] **AROUA S** « Etude de la coagulation floculation par de nouveaux coagulants sur les eaux de surface » (Ecole nationale polytechnique, Magister, 1993).
- [10] **BALASKA Adel** « Traitement de l'eau usée de la laiterie Edough-Annaba par des procédés physicochimiques et biologiques » (Université Badji Mokhtar Annaba, Magister, 2005).
- [11] **YAHIA CHERIF Mohamed El Amine** « Traitement des colorant textiles par procédé floculation-coagulation » (Ecole Nationale Polytechnique, PFE, 2013).
- [12] **ZONGO Inoussa** « Etude expérimentale et théorique du procédé d'électrocoagulation : Application au traitement de deux effluents textiles et d'un effluent simulé de tannerie » (Institut National Polytechnique de Lorraine, Doctorat, 2009).
- [13] **SADEDDINE Mahdi** « Etude de la décoloration de l'eau par procédé coagulation-floculation » (Ecole Nationale Polytechnique, PFE, 1997).

[14] **DROUCHE Nadjib** « Traitement des effluents issus du traitement de surface des plaquettes de silicium par réacteurs électrochimiques » (Ecole Nationale Polytechnique, Doctorat, 2010).

[15] **BELHOUS SI AHMED Dihya** « Déphosphatation des eaux par procédés électrochimiques et chimique » (Ecole Nationale Polytechnique, Magister, 2012).

[16] **GHARSA Sabiha** « Caractérisation et traitement par coagulation-floculation et électrocoagulation des lixiviats du CET de Ouled Fayet » (Ecole Nationale Polytechnique, PFE, 2011).

[17] **BOUHEZILA Farouk** « Traitement des eaux polluées à l'aide d'un nouveau type de réacteurs électrochimiques » (Ecole Nationale Polytechnique, Magister, 2007).

[18] **NEGGAZ Yakout** « Optimisation de l'ultrafiltration du plasma sanguin d'abattoirs » (Ecole Nationale Polytechnique, PFE, 1993).

[19] **AIMAR Pierre, DAUFIN Georges** « Séparation par membrane dans l'industrie alimentaire » (F3250, 2004).

[20] **HAMADACHE Abderrazaq** « Modélisation de l'ultrafiltration des huiles de coupe dans une cellule agitée en batch » (Université des Sciences et Technologies Houari Boumediene, Magister, 2012).

[21] **ZERROUKI Djahida** « Traitement des effluents de textile par couplage de procédés : Electrocoagulation-Nanofiltration » (Université des Sciences et Technologies Houari Boumediene, Magister, 2014).

[22] **FEDDAOUI Farah** « Optimisation des paramètres opératoires d'ultrafiltration des protéines à partir d'un rejet » (Ecole Nationale Polytechnique, PFE, 2012).

[23] **OUDAH Mustapha** « Conception expérimentale appliquée pour la dépigmentation de l'huile d'olive par ultrafiltration » (Ecole Nationale Polytechnique, Magister, 2012).

[24] **LACHEBI Samia** « Valorisation des rejets de l'industrie laitière par techniques membranaires (ultrafiltration) » (Université M'hamed Bougara-Boumerdes, Magister, 2009).

[25] **CHERGUI Abdelmalek** « Amélioration des performances de l'ultrafiltration par utilisation des promoteurs de turbulence » (Ecole Nationale Polytechnique, Magister, 1991).

[26] **ABDESSEMED Djamel** « Valorisation et traitement des eaux de lavage de poissonnerie par ultrafiltration » (Ecole Nationale Polytechnique, Magister, 1992).

[27] **OUSSEDIK Salim Mebrouk** « Amélioration de l'ultrafiltration par promoteur de turbulence couplé à un champ électrique » (Ecole Nationale Polytechnique, Magister, 1998).

[28] **J.P.KUSHAWAHA et al.** « Treatment of dairy wastesawter by inorganic coagulants : Parametric and disposal studies ». *Water Reaserch* 44 (2010) 5867 – 5874.

[29] **HAMDANI Ahmed et al.** « Caractérisation et traitement par coagulation-floculation d'un effluent laitier ». *Le lait*, 2004, 84 (3), pp.317-328.

[30] **D.BELHOCINE et al.** « Optimazation of plasma proteins concentration by ultrafiltration » (*Journal of Membrane Science* 142, 1998, 159-171)

[31] **J.J.S.Shen, R.L.Probstein** « turbulence promotion and hydrodynamix in ultrafiltration process », *Ind. Eng. Chem. Process. Dev.* 18(3) (1979) 547.

[32] **J.S.ROBERT, J.B.D.SHELDON**, *Wat. Res.* 1996, 30, 1169

[33] **R.AYACHE, A.BALASKA** « Caractérisation et traitement par coagulation-floculation d'un effluent de laiterie » (*J.Soc.Alger.Chim*, 2010, 20(2), 83-93)

ANNEXES

Annexes

Annexe 1 : Dosage de la DCO

Principe

Cela repose sur l'oxydation chimique des matières réductrices par un excès de $K_2Cr_2O_7$. Cette oxydation se réalise en milieu sulfurique (H_2SO_4), en présence de sulfate d'argent (Ag_2SO_4) comme catalyseur et sulfate de mercure ($HgSO_4$), à ébullition à reflux pendant 2 heures dans un bloc chauffant.

Réactifs

- Réactif acide : dissolution de 23.4 g de sulfate d'argent dans 4.25 kg d'acide sulfurique
- Solution de digestion : 10.2 g de bichromates de potassium préalablement séchés sont introduit dans 500 mL d'eau distillée auquel on ajoute 167 mL d'acide sulfurique pur et 33.3g de sulfate de mercure.

Mode opératoire

- Introduire dans un tube de DCO 2,5 mL de l'échantillon à analyser.
- Ajouter 1,5 ml de solution de digestion.
- Ajouter lentement et avec précaution 3,5 mL de réactif acide.
- Agiter pendant quelques secondes à l'aide de l'agitateur vortex.
- Porter à l'ébullition dans un bloc chauffant pendant 2 h.
- Laisser refroidir jusqu'à température ambiante
- Lire la valeur de la densité optique au spectrophotomètre pour une longueur d'onde de 600nm.

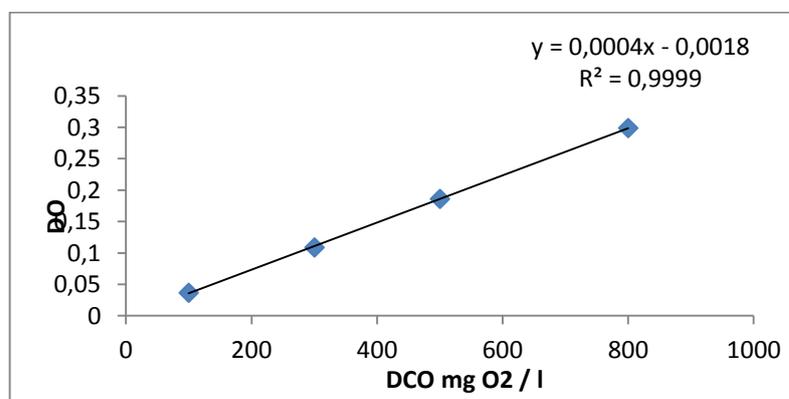


Figure 36 : Courbe d'étalonnage de la DCO

Annexe 2 : Dosage des protéines :

Le dosage des protéines se fait selon la méthode de Bradford

Principe

Elle est basée sur la variation de coloration du bleu brillant de coomassie G250 lorsqu'il se fixe aux protéines. L'intensité de la couleur est directement proportionnelle à la quantité de protéine présente dans le milieu. La lecture de la densité optique se fait au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 595 nm.

Réactifs

- 100 mg de bleu de coomassie G250
- 100 mL d'acide phosphorique à 85 %
- 50 ml d'éthanol à 95%

Cette solution est dissoute dans 1 L d'eau distillée, puis filtrée dans un flacon sombre. Elle peut être conservée pendant 1 mois à 4 °C à l'obscurité.

Mode opératoire

Verser 0.1 mL d'échantillon dans 5 mL de réactif de BRADFORD. Homogénéiser le mélange au vortex et laisser au repos à l'obscurité pendant 5 min. Lire l'absorbance au spectrophotomètre. Déduire la concentration à partir de la courbe d'étalonnage suivante :

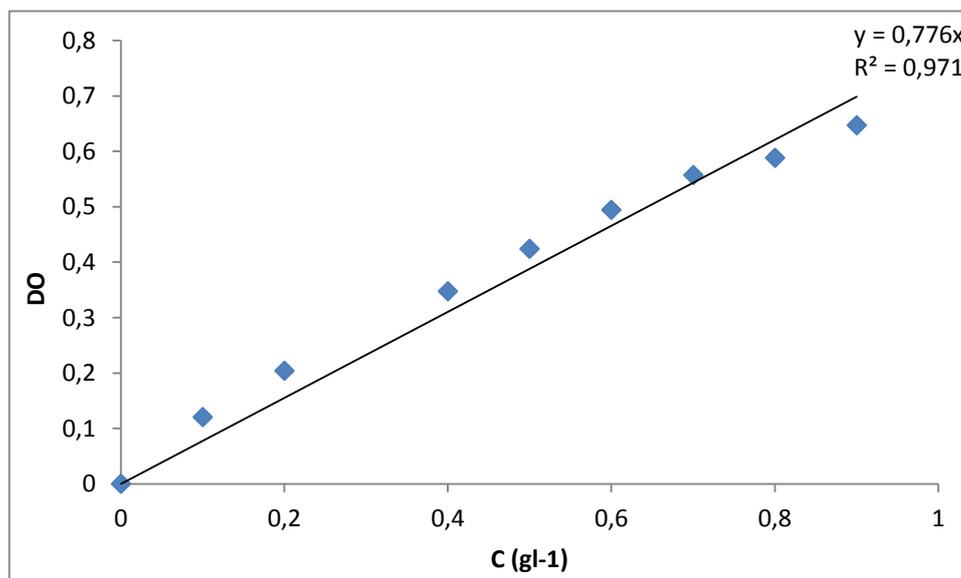


Figure 37 : Courbe d'étalonnage des protéines

Annexe 3 : Dosage des phosphates (ISO N° 6878)

Principe

Formation en milieu acide d'un complexe avec le molybdate d'ammonium et le tartrate double d'antimoine et de potassium. Réduction par l'acide ascorbique en un complexe coloré en bleu qui présente deux valeurs maximales d'absorption l'une vers 700 nm, l'autre plus importante à 880 nm.

Réactifs

- Réactif mixte :
 - 13 g de heptamolybdate d'ammonium dans 100 mL d'eau distillée.
 - 0.35 g de tartrate d'antimoine dans 100 mL d'eau distillée
 - 150 mL d'acide sulfurique pur dans 150 mL d'eau distilléeMélanger les trois solutions, conserver le réactif dans un flacon brun.
- Acide ascorbique à 10 %

Mode opératoire

- Prendre 40 ml d'eau à analyser.
- Ajouter 1 ml acide ascorbique
- Ajouter 2 ml du réactif mixte.
- Attendre 10 mn le développement de la couleur bleue.
- Effectuer la lecture à une longueur d'onde de 880 nm.
- La teneur en phosphates est déduite du graphe d'étalonnage

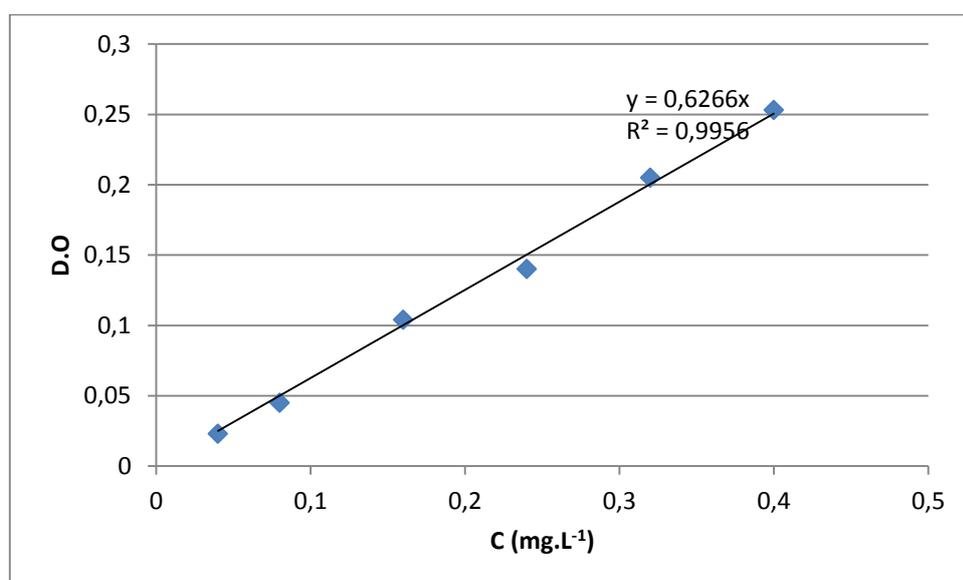


Figure 38 : Courbe d'étalonnage des phosphates

Annexe 4 : Dosage des nitrates (AFNOR NFT 90 102)**Principe**

Les nitrates présents dans l'échantillon sont transformé en dérivés nitro-phenol-sulfoniques colorés a l'aide d'acide sulfo-phenique. La coloration est proportionnelle à la concentration des nitrates et est mesurée par spectrophotométrie à 440nm.

Réactifs

- Réactif sulfophinique : dissoudre 12 g de phénol dans 144 mL d'acide sulfurique 36 N.
- Ammoniac

Mode opératoire

- Prendre 5 mL d'échantillon à analyser et le faire évaporer à sec
- Laisser refroidir puis rajouter 2 mL du réactif sulfophénique
- Attendre 10 min puis ajouter 15 mL d'eau déminéralisée et 10 à 15 mL d'ammoniac qui développe la couleur jaune
- Compléter à 50 mL avec de l'eau distillée
- Effectuer la lecture à 440 nm
- La teneur en nitrate est déduite à partir de la courbe d'étalonnage

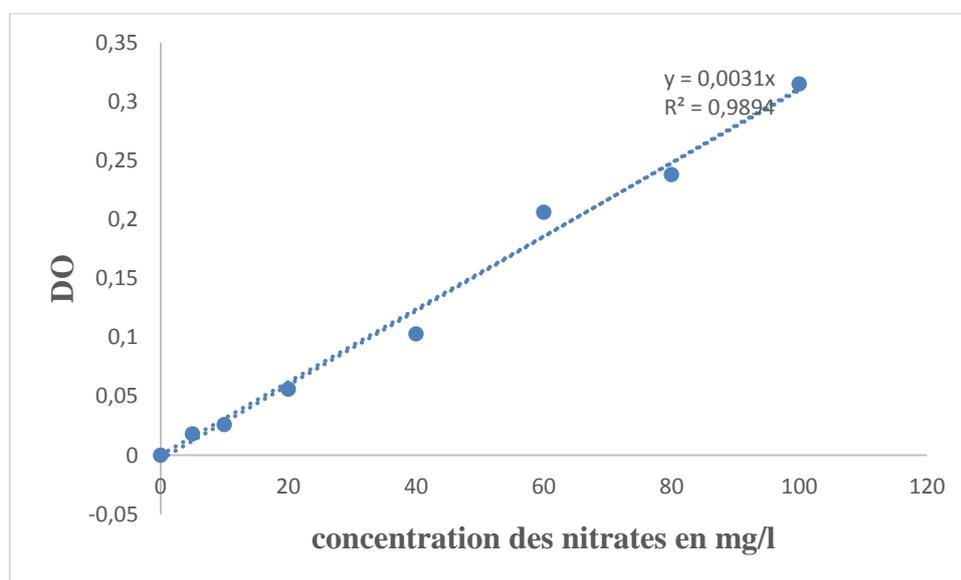


Figure 39 : Courbe d'étalonnage des nitrates

Annexe 5 : Diagramme de prédominance des espèces

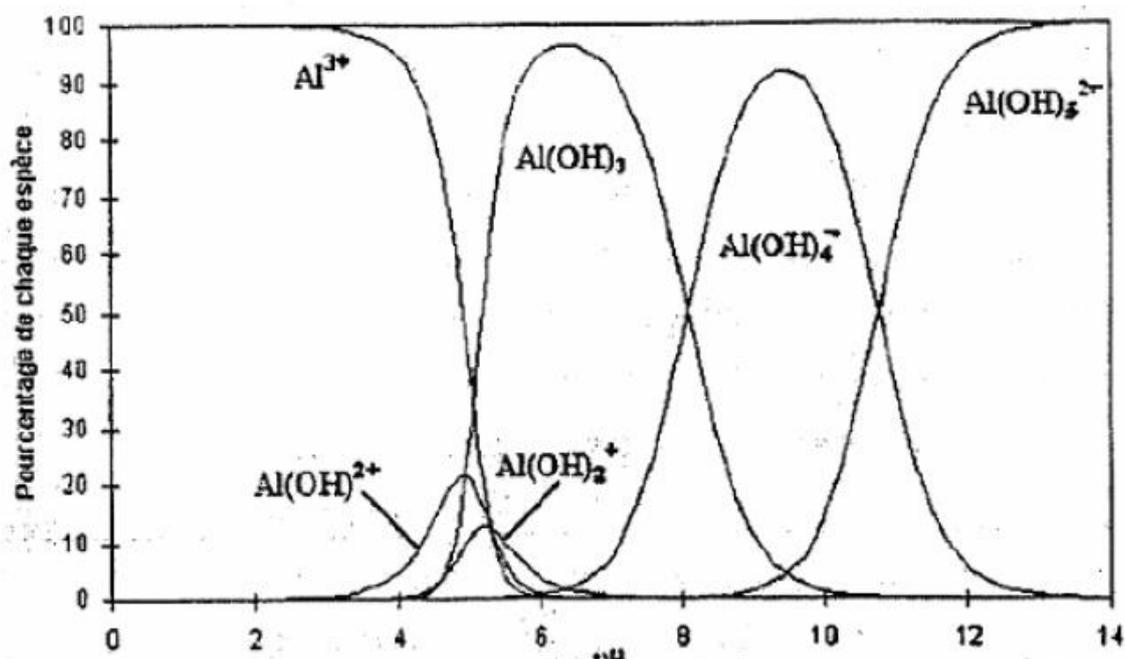


Figure 40 : Diagrammes de prédominance des espèces d'aluminium et effet du pH

Annexe 6 : Lavage des membranes

Après chaque application nous avons d'abord rincé l'appareil d'UF avec l'eau du robinet jusqu'à disparition de la mousse ensuite on a effectué des lavages chimiques qui consistent à préparer une solution de H_2SO_4 à un pH=2, puis on remplit le bac d'UF avec et on laisse l'appareil en marche, ensuite on répète la même opération mais avec de l'eau distillée puis avec une solution de NaOH à un pH=12 et pour finir on fait un rinçage à l'eau distillée. En effectuant ces étapes on arrive à une régénération de 90% de la membrane.