

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

7/93

وزارة التربية الوطنية
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Génie de l'environnement

المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

OPTIMISATION DE L'ULTRAFILTRATION

DU PLASMA SANGUIN D'ABATTOIRS

Proposé par :

M^r MAMERI N.

Etudié par :

M^{lle} NEGGAZ Yakout

Dirigé par

M^r MAMERI N.

PROMOTION
1993

E.N.P. 10, Avenue Hacem Badi El-Harrach - ALGER

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLICQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التربية الوطنية
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Génie de l'environnement

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

**OPTIMISATION DE L'ULTRAFILTRATION
DU PLASMA SANGUIN D'ABATTOIRS**

Proposé par :

M^r MAMERI N.

Etudié par :

M^{lle} NEGGAZ Yakout

Dirigé par

M^r MAMERI N.

PROMOTION
1993

E.N.P. 10, Avenue Hacén Badi El-Harrach - ALGER

DEDICACES



A mes grands-parents

A ma mère et à mon père

A mes soeurs Mounia et Sihem

A toute ma famille et à tous mes amis

Remerciements

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde reconnaissance envers mon promoteur le Dr Mameri N, enseignant et chef de laboratoire de biotechnologie à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger (E.N.P) que j'ai toujours trouvé disponible à m'expliquer, me conseiller et m'aider.

Mes plus vifs remerciements vont à Mr CHERIF, maître de conférence à l'U.S.T.H.B., pour avoir accepté de présider le jury de ce mémoire.

Je tiens également à remercier tous les membres du jury qui ont pris la peine d'examiner et de juger ce travail.

Je n'oublierai pas,

Mr ABDESSEMED pour sa présence au laboratoire et tous ses conseils avisés.

Mr CHERGUI pour ses critiques constructives et toute la documentation qu'il a mise à mon service.

Mr LOUNICI et Mr MAZIGHI pour leurs suggestions et leur aide.

Mr YEDDOU et Mr HALLET pour leurs recommandations.

Mrs BENHABILES Ali, BENACER Rachid, BOUNOUA Fouad, BARR Samir, pour leurs encouragements, leur bonne humeur et leur précieux secours lors de la récolte du sang.

Mrs MAHFOUD et NOUAR pour leurs connaissances pratiques au laboratoire.

Enfin, je remercie tous les enseignants qui ont contribué à ma formation, ainsi que toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE 1

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I: Le sang: Composition et Propriétés

I. Introduction	3
II. Composition du sang	3
II.1. Composition du Plasma	4
II.1.1. Les électrolytes plasmatiques	4
II.1.2. Les protéines plasmatiques	4
II.2. Composition du Cruor	5
III. Propriétés des protéines du sang	5
III.1. Propriétés nutritionnelles	5
III.1.1. Bref historique	5
III.1.2. Les protéines du sang	6
III.2. Propriétés fonctionnelles	7

CHAPITRE II: Le sang: rejet d'abattoirs

I. Introduction	8
II. Les abattoirs en Algérie	8
III. La récolte du sang	9
III.1. La saignée	9
III.2. risque de contamination bactérienne	10
III.2.1. La stabilisation du sang	11
a- La stabilisation biologique	11
b- Les conservateurs chimiques	11
III.3. Risque de coagulation	12
III.4. Risque d'hémolyse	13
III.5. Technologie de la récolte	13
IV. La valorisation du sang	14
IV.1. Les principales industries	14

IV.2. Etat actuel de la valorisation du plasma	15
IV.2.1. Séparation du plasma du sang entier	15
IV.2.2. Conditionnement du plasma pour l'alimentation humaine ou animale	16
a- Plasma en poudre ou congelé	16
b- Précipitation des protéines plasmatiques	16
V. Etudes antérieures sur l'ultrafiltration du plasma	16

CHAPITRE III: L'ultrafiltration

I. Introduction	19
II. Les techniques à membrane	19
III. Définition de l'ultrafiltration	19
IV. Intérêts et applications	21
V. Membranes d'ultrafiltration	22
V.1. Historique	22
V.2 structure	23
V.2.1. Les membranes homogènes	23
V.2.2. Les membranes asymétriques	23
V.2.3. Les membranes composites	23
VI Modules et systèmes d'ultrafiltration	23
VI.1. Modules d'ultrafiltration	23
VI.1.1. Module tubulaire	24
VI.1.2. Module Plan	24
VI.1.3. Module spirale	24
VI.1.4. Module à fibres creuses	24
VI.2. Systèmes d'ultrafiltration	24
VI.2.1. système en discontinu	26
VI.2.2. Système en continu avec recyclage partiel du rétentat	26
VI.2.3. Système en continu	27
VII. L'ultrafiltration et son mécanisme	27
VII.1. Modèle du tamis moléculaire	27
VII.2. Phénomène de polarisation de concentration	29
VII.2.1. Modèle de la pression osmotique	29
VII.2.2. Modèle du film	29
VII.2.3. Modèle du gel	31
VIII. Taux de rejet d'une membrane d'ultrafiltration	32

IX. Les promoteurs de turbulence	33
IX.1. Les promoteurs fixes	33
IX.2. Les promoteurs mobiles	34
IX.3. Les débits pulsés	34
IX.4. Les ultrasons	35
IX.5. Les modules tournants	35
IX.6. Champs électriques (électro-ultrafiltration)	35

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE IV: Matériels et Méthodes

I. Matériels	37
I.1. Dispositif d'ultrafiltration	37
I.1.1. Caractéristiques générales	37
I.1.2. Membrane d'ultrafiltration	40
a- Le support	40
b- La couche active	42
I.1.3. Module d'ultrafiltration	42
I.2. Centrifugeuse	42
II. Méthodes	42
II.1. Fonctionnement du dispositif d'ultrafiltration à concentration constante	42
II.2. Fonctionnement du dispositif d'ultrafiltration en discontinu	44

CHAPITRE V: Résultats et Interprétations

I. Récolte et prétraitement du sang	46
II. Procédé d'ultrafiltration	46
II.1. Calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane neuve	47
II.2. Etude de l'influence des paramètres hydrodynamiques sur les performances de l'ultrafiltration du plasma	50
II.2.1. Influence de la pression et de la vitesse de recirculation sur le flux de perméat	50
II.2.2. Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge	54
II.3. Bilan économique	55
II.4. Essai de concentration du plasma	61
II.5. Calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane après ultrafiltration du plasma	69

III. Régénération de la membrane	71
III.1. Préambule	71
III.2. Etudes antérieures sur la régénération des membranes minérales	73
III.3. Méthodes utilisées	74
IV. Impact du procédé d'ultrafiltration du plasma sur l'environnement	77
CONCLUSION GENERALE	78
ANNEXE	80
I. Dosage des protéines: Méthode au biuret	81
II. Mesure de la demande biochimique en oxygène (DBO5)	82
III. Mesure de la viscosité du plasma	82
GLOSSAIRE	83
NOMENCLATURE: liste des symboles	85
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	87

INTRODUCTION GENERALE

Le sang animal est un sous-produit d'abattage fortement polluant. Son rejet direct dans le réseau d'assainissement, sans épuration préalable des eaux qui le transportent, est déconseillé, voire interdit dans de nombreux pays industrialisés.

Pourtant, une analyse de sa composition révèle une teneur en protéines considérable soit 150 à 180 g/l, qui l'élève ainsi de simple rejet à un produit riche offrant de nombreuses possibilités de valorisation.

On lui connaît actuellement de nombreuses utilisations, dans des domaines très variés, allant de l'industrie des engrais à l'industrie pharmaceutique.

Cependant, la récolte du sang, qui est l'une des étapes les plus astreignantes, freine encore les investisseurs.

En effet, la récolte doit se faire dans des conditions d'hygiène très strictes, le sang étant un milieu parfaitement approprié à la prolifération microbienne; de plus, la coagulation du sang, qui se réalise juste après la saignée de l'animal, doit être évitée à temps.

Le sang ne fait l'objet en Algérie d'aucune valorisation, et ce pour des raisons techniques, économiques, voire peut-être rituelles.

De toutes les techniques de séparation permettant une concentration des protéines du sang pour une utilisation ultérieure, nous avons choisi une technique membranaire: l'ultrafiltration.

L'ultrafiltration assurant une séparation sélective des protéines à température ambiante à travers une membrane semi-perméable, les préserve de surcroît de tout risque de dénaturation par la chaleur.

L'ultrafiltration n'est pas méconnue du monde industriel, utilisée principalement pour le traitement d'effluents d'origines diverses, elle associe souvent une concentration à une dépollution du rejet.

Notre travail a porté sur l'ultrafiltration du plasma sanguin d'abattoirs à l'échelle pilote. Après une exploitation bibliographique, englobant des notions sur le sang, l'ultrafiltration ainsi qu'une présentation des études antérieures effectuées dans le domaine, nous sommes passés à la partie expérimentale où nous avons réalisé une étude des paramètres hydrodynamiques lors de l'ultrafiltration du plasma puis une optimisation économique du procédé. A suivi alors un essai de concentration. Nous avons également testé des méthodes de régénération de la membrane d'ultrafiltration.

CHAPITRE I

LE SANG: Composition et Propriétés

I. Introduction

II. Composition du sang

II.1. Composition du Plasma

II.1.1. Les électrolytes plasmatiques

II.1.2. Les protéines plasmatiques

II.2. Composition du Cruor

III Propriétés des protéines du sang

III.1. Propriétés nutritionnelles

III.1.1. Bref historique

III.1.2. Les protéines du sang

III.2. Propriétés fonctionnelles.

I. Introduction

Le sang est un tissu "liquide" présent uniquement chez les animaux supérieurs et chez plusieurs invertébrés. Il remplit grâce à la circulation de multiples fonctions nécessaires à la vie, telles que les échanges respiratoires et nutritifs, la régulation de la constance du milieu intérieur, la répartition et l'égalisation de la chaleur et la défense de l'organisme [1].

Hors de l'organisme, le sang perd le principal rôle qu'on lui connaît: son rôle vital. Il s'altère, il pollue et est longtemps frappé d'interdit et jugé comme impur [2][3].

Au niveau de l'abattoir, le sang rejeté à l'égout ira juste polluer d'autres milieux. Pour s'en débarrasser réellement et de manière bénéfique, il est préférable de penser à le valoriser.

Ses vertus connues aujourd'hui dépassent le cercle des besoins alimentaires et pour mieux cerner ses propriétés, commençons par analyser sa composition.

II Composition du sang:

Le sang est formé d'une suspension homogène de corpuscules dans du plasma. Ces corpuscules sont de trois types: globules rouges (appelés également hématies, ou érythrocytes), globules blancs (ou leucocytes), plaquettes (ou thrombocytes) [1].

Après sédimentation de sang traité avec un anticoagulant, on obtient sa séparation en deux phases: une phase lourde, riche en globules rouges appelée Cruor de densité 1,09 et qui représente 35 à 40 % du volume total et une phase légère appelée plasma de densité 1,03 et qui représente 60 à 65% du volume total. Si la sédimentation est réalisée sans traitement préalable du sang avec un anticoagulant, on obtient également 2 phases: le sérum, qui a la même composition que le plasma moins le fibrinogène - Ce dernier se transforme en fibrine lors de la coagulation,- et le caillot constitué d'hématies et de fibrine [3].

Le tableau N°1 résume la composition du sang, du plasma et du cruor bovin:

Dénomination	Sang	Plasma 60%	Cruor 40%
Eau	80 à 85	90 à 92	70 à 78
Protéines	15 à 18	6 à 8	25 à 29
Lipides	0,15	0,5 à 1	0,2
Glucides	0,1	0,08 à 0,12	traces
Sels minéraux	1	0,8 à 0,9	traces
Autres substances	0,55	0,2 à 0,3	traces
Matière sèche	15 à 20	8 à 10	22 à 30

Tableau N° 1: Composition du sang, plasma et cruor bovin (g/100ml) (d'après Delaitre, 1983 [3][4]).

Le tableau N°1 met en évidence la richesse du sang en eau, mais aussi, sa richesse en protéines, 150 à 180 g/l.

II.1. Composition du plasma:

Le plasma est une solution en milieu aqueux de divers électrolytes et de protéines.

II.1.1. Les électrolytes plasmatiques:

Les électrolytes plasmatiques régulent en partie la pression osmotique, l'équilibre acido-basique et la répartition de l'eau dans l'organisme.

Les principaux cations sont le sodium, le potassium, le calcium, le magnésium.

Les principaux anions sont les ions bicarbonate, chlore, phosphate, sulfate, les acides organiques et les protéines [1].

II.1.2. Les protéines plasmatiques:

Les protéines plasmatiques se divisent en 3 classes comme l'indique le tableau N°2:

Dénomination	Concentration en g/l
Sérum albumine	40 à 45
Les globulines:	
α_1 globulines	2 à 4
α_2 globulines	4,5 à 7
β globulines	7 à 13
γ globulines	10 à 16
Fibrinogène	2 à 4
Protéines totales	60 à 75

Tableau N°2: les principales protéines du plasma [1].

* La principale des protéines est la sérum albumine. Elle est constituée d'une chaîne peptidique de 582 acides aminés et a une masse moléculaire de 66 000 daltons. Son rôle biologique réside dans la fixation et le transport de petites molécules organiques endogènes ou exogènes (hormones, vitamines, antibiotiques...) ou de minéraux [3].

* Les globulines sont séparées selon leur mobilité électrophorétique.

On distinguera [3]:

_ Les α_1 globulines parmi lesquelles on citera l' α_1 antitrypsine, (54 000 daltons), inhibiteur de protéases.

_ Les α_2 globulines dont on citera la céruléoplasmine (150 000 daltons) qui transporte 95% du cuivre plasmatique.

_ Les β globulines, la transférase (80 000 daltons) en est la plus importante, elle assure le transport du fer.

_ Les γ globulines: ce sont des anticorps indispensables à la défense immunitaire de l'organisme.

* Le fibrinogène (341 000 daltons) a un rôle important lors de la coagulation du sang. En effet, lors du processus de coagulation, à partir de prothrombine, il y a formation de thrombine dont l'action sur le fibrinogène plasmatique entraîne l'élaboration de la fibrine, véritable charpente du caillot sanguin [5].

Remarque: Des techniques complexes d'électrophorèse et de chromatographie ont permis d'identifier plus de vingt protéines plasmatiques différentes [1].

II.2. Composition du cruor:

Le cruor est constitué des hématies, de leucocytes et de plaquettes sanguines. Il contient 30% de matières sèches dont une fraction de protéines: l'hémoglobine, protéine respiratoire riche en fer, en est la principale [3].

III. Propriétés des protéines du sang:

III.1. Propriétés nutritionnelles:

III.1.1. Bref historique [6]:

Les protéines suscitent l'intérêt des chercheurs depuis très longtemps. Au début du siècle dernier, plus précisément en 1816, **Magendie** reconnaît que les composés azotés sont indispensables à l'alimentation.

En 1846, **Liebig** pense encore que les protéines ont toutes la même valeur nutritive. A ce stade là des connaissances, seul le domaine quantitatif est considéré.

En 1872, **Voit** découvre que des protéines de différentes origines ne peuvent se substituer entre elles; **Rubner** en conclut en 1897 que différentes sortes de protéines ont différentes valeurs biologiques donc différentes qualités. Mais, les raisons de ces différences ne sont toujours pas comprises.

Ce sont **Willcock** et **Hopkins** en 1906 qui trouvent que l'absence de certains acides aminés dévalorise, en terme de valeur nutritive, certaines protéines.

La découverte des acides aminés a commencé par l'identification de la glycine en 1890 et s'est achevée par l'isolation de la méthionine en 1922 et de la thréonine en 1935 (**Mitchell**, 1952).

De nombreuses expériences ont montré que la valeur nutritive des protéines dépend de leur teneur en acides aminés.

Certains acides aminés se sont révélés indispensables à la croissance (lysine, méthionine, tryptophane, thréonine, phénylalanine, valine, leucine et isoleucine) alors que d'autres non.

Aujourd'hui, les protéines sont connues comme étant des macromolécules constituées par l'association d'au plus 21 acides aminés reliés par des liaisons peptidiques. Parmi ces 21 acides aminés, 8 (cités précédemment) sont reconnus comme étant essentiels et doivent donc être inclus dans l'alimentation car non synthétisés par l'organisme en quantités convenables. L'histidine, l'arginine et la glycine sont considérés comme "semi-essentiels", ils peuvent être synthétisés par l'organisme, mais ne permettent pas une croissance maximale de ce dernier.

III.1.2. Les protéines du sang:

La sang animal est une véritable "mine" de protéines. Un litre de sang contient près de 180g de protéines dont environ 18g de lysine. 2,5l de sang équivalent au point de vue azote à 1kg de tourteau de soja. [7].

Les protéines du sang sont caractérisées par leur richesse en lysine et en tryptophane et par leur pauvreté en isoleucine et en acides aminés soufrés: méthionine et cystéine.

On peut néanmoins affirmer que la composition moyenne en acides aminés des protéines du sang est pratiquement semblable à celle des protéines considérées comme bien équilibrées: les protéines du lait et celles de l'oeuf [3][8]. On retrouve tous les acides aminés essentiels en quantités convenables, exception faite pour la méthionine et l'isoleucine qui restent des acides aminés limitants [3][4].

III.2. Propriétés fonctionnelles:

Le sang possède des propriétés fonctionnelles qui résident principalement dans le pouvoir liant du plasma. Ce dernier, sous l'action de la chaleur (à partir de 60°C) forme un gel, par coagulation des protéines, qui incorporé à certains mélanges, en améliore la cohésion et la stabilité.

Le sang présente également des propriétés émulsifiantes intéressantes qui sont dues en fait au pouvoir émulsifiant des protéines du plasma (sérum albumine, globulines) et des protéines du cruor (globine, hémoglobine) [3]. Ces protéines permettent d'abaisser la tension interfaciale entre deux phases non miscibles telles que le gras et l'eau. Elles favorisent donc la formation et la conservation d'une émulsion.

CHAPITRE II

LE SANG: Rejet d'abattoirs

- I. Introduction
- II. Les abattoirs en Algérie
- III. La récolte du sang
 - III.1. La saignée.
 - III.2. risque de contamination bactérienne.
 - III.2.1. La stabilisation du sang.
 - a- La stabilisation biologique.
 - b- Les conservateurs chimiques.
 - III.3. Risque de coagulation
 - III.4. Risque d'hémolyse.
 - III.5. Technologie de la récolte
- IV. La valorisation du sang
 - IV.1. Les principales industries
 - IV.2. Etat actuel de la valorisation du plasma
 - IV.2.1. Séparation du plasma du sang entier
 - IV.2.2. Conditionnement du plasma pour l'alimentation humaine ou animale.
 - a- Plasma en poudre ou congelé.
 - b- Précipitation des protéines plasmatiques.
- V. Etudes antérieures sur l'ultrafiltration du plasma.

I. Introduction:

Les abattoirs sont actuellement la source d'une pollution organique très importante (environ 7% de la pollution organique d'origine industrielle). 1 litre de sang représente une DBO₅ de l'ordre de 150g [9], soit l'équivalent d'une charge polluante de 2 à 3 hommes par jour [3]. Les effets de ce rejet sur l'environnement ne sont pas des moindres. Comme toute matière organique, sa décomposition consommera l'oxygène dissous dans l'eau au détriment des besoins de la faune et de la flore aquatiques.

Polluant, mais également source de protéines (150 à 180g/l), le sang offre la possibilité d'une valorisation difficile et contraignante certes, mais combien bénéfique.

II Les abattoirs en Algérie:

Un abattoir est comme son nom l'indique un établissement dans lequel on abat des animaux pour les transformer en produits consommables (viande et abats) et en sous produits (triperie, boyauderie, cuir...) appelés issues [10].

On compte en Algérie, 350 abattoirs répartis sur tout le territoire national. Ce sont en fait des enceintes où à lieu l'abattage et l'équarrissage des animaux d'une manière encore très traditionnelle.

Excepté un suivi vétérinaire assez bien organisé, on ne signale aucun moyen, aucun projet d'épuration des eaux résiduaires qui transportent annuellement des tonnes de sang à l'égout, mais encore plus grave, l'impact de ce polluant sur l'environnement ne suscite aucune préoccupation, ni prise de conscience. La valorisation du sang qui est pourtant une opération lucrative, comparée à une simple dépollution, est toujours inexistante.

Le tableau N°3 regroupe les principales caractéristiques des 2 principaux abattoirs d'Alger: l'abattoir d'Hussein Dey et l'abattoir d'El Harrach.

Caractéristiques	Abattoir d'Hussein Dey	Abattoir d'El Harrach
Capacité d'abattage par jour (têtes)	8 000 à 10 000	2 000 à 5 000
Nombre de bêtes abattues par jour	1 000 à 4 000	500 à 1 200
Nombre de salles d'abattage	2	1
Possibilité d'expansion	Absente	Existante
Horaire de travail	20h à 5h du matin	20h à 5h du matin
Jours de plus grande activité	Toute la semaine	Mercredi et Jeudi
Technique d'abattage	Méthode traditionnelle	Méthode Traditionnelle
Elimination des matières stercorales et sang	Voie hydraulique	voie hydraulique
Sites récepteurs des déchets liquides	Réseau d'égout	Oued El Harrach
Salles frigorifiques	Présentes	Présentes
Traitement avant rejet	Absent	Absent
Norme d'hygiène	Absentes	Absentes
Laboratoire d'analyse	Absent	Absent

Tableau N°3: Caractéristiques des abattoirs d'Hussein Dey et d'El Harrach [11][12]

III La récolte du sang.

III.1. La saignée.

La récolte du sang est une opération très délicate. Après saignée de l'animal, le sang est éjecté des gros vaisseaux au rythme des derniers battements cardiaques.

Comme le précise le tableau N°4, la quantité de sang récupérée dépend de l'espèce de l'animal, et pour chaque espèce, du poids de la carcasse:

Animal	Poids carcasse	Sang par animal	Sang par tonne de carcasse
Gros bovins	300 kg	15 l	50 l
Veaux	110 kg	4 l	30 l
Ovins	18 kg	1,5 l	83 l
Equins	240 kg	25 l	104 l

Tableau N°4: quantités de sang récupérables (d'après Poma, 1981 [3]).

Poma et coll. [3] ont montré que la quantité de sang recueillie augmentait linéairement avec le poids de la carcasse.

90% du volume total de sang recueilli est émis par l'animal avant que le coeur n'ait cessé de battre.

Le tableau N°5 indique la quantité de sang en fonction du temps:

Espèce/Temps	Quantité de sang (l) / 100 kg de carcasse		
	30 secondes	1 minute	2 minutes
Vache	3,95	4,80	5,32
Boeuf	3,71	4,80	5,70
Taurillon	2,85	3,43	3,91

Tableau N°5: Quantité de sang recueilli en fonction du temps (d'après Poma, 1981 [3]).

Les quantités de sang recueillies dépendent également de la position de l'animal. La position horizontale (pratiquée dans nos abattoirs) assure une saignée plus complète. En effet, la position suspendue, classique en Europe, empêche un écoulement complet en provoquant une compression du coeur par les masses abdominales.

Hors de l'organisme, le sang est soumis à plusieurs risques:

- risque de contamination bactérienne.
- risque de coagulation.
- risque d'hémolyse.

III.2. Risque de contamination bactérienne:

La récolte du sang doit être effectuée dans des conditions d'hygiène particulière. Il ne doit y avoir en aucun cas contact du sang avec les matières fécales, l'urine, les régurgitations des animaux et toutes les impuretés accrochées à leur pelage. Une contamination importante par une microflore variée accélère la décomposition et la putréfaction du sang abandonné à une température ambiante. Ceci constitue actuellement la source de pollution majeure de l'environnement par les abattoirs.

le tableau N°6 montre la qualité bactériologique d'un sang d'abattoir contaminé en couloir de saignée:

Clostridium sulfitoréducteurs	Flore aérobie Mésophile	Coliformes à 30 °C	Coliformes à 44°C	Flore anaérobie sporulée
$10^3 - 10^5$	$10^6 - 10^8$	$10^4 - 10^5$	$10^3 - 7.10^4$	$10^3 - 10^5$

Tableau N° 6: Qualité bactériologique de sang d'abattoir contaminé (récolté en couloir de saignée): nbre de germes/ml [14].

III.2.1. La stabilisation du sang:

Le sang peut être stabilisé de différentes façons. Après une récolte aussi hygiénique que possible, on le conservera soit:

- par le froid (entre 0 et 3 °C). Cette méthode est néanmoins limitée.
- par un traitement thermique. Cette méthode détruit les bactéries, mais altère les protéines.
- par stabilisation biologique.
- par l'emploi de conservateurs chimiques.

a- La stabilisation biologique.

On induit une fermentation lactique par ensemencement de bactéries lactiques homofermentaires associées à des supports riches en glucides. Le PH du sang s'abaisse à 4,5 en 48 heures et à 20°C. Le sang ainsi stabilisé se conserve plusieurs mois à température ambiante (Morgan et Labie 1986, [14]).

Une autre méthode décrite par Marland (1984)[3] est basée sur la compétition biologique. Des bactéries lactiques ensemencées vont se développer au détriment des autres micro-organismes.

b- Les conservateurs chimiques:

Les conservateurs chimiques du sang sont nombreux; ils seront néanmoins choisis minutieusement suivant qu'ils soient destinés à la stabilisation d'un sang alimentaire ou industriel.

Ils ne doivent en général présenter aucune toxicité et si possible être destructibles ou volatilisables au cours des divers processus de traitement [15]. On citera [3][12][13][15]:

- le formol qui utilisé à 0,2% permet une conservation d'une semaine.
- le sulfite de soude utilisé à 2% permet une conservation d'un mois.
- l'ammoniac à 0,2% agit par élévation de PH et permet une conservation de deux à trois semaines.
- le sel d'acide éthylène diamine tétracétique (E.D.T.A.) à 1g/l qui agit comme conservateur et anticoagulant.
- l'azoture de sodium.
- les acidifiants qui agissent par abaissement du PH.

III.3. Risque de coagulation:

Le phénomène de la coagulation fait intervenir une cascade de réactions biologiques, dont les substances agissent parfois à plusieurs niveaux et dont les actions s'imbriquent dans la plupart des cas [16].

Ce sont les dernières phases de la coagulation qui sont en fait le mieux connues:

Le fibrinogène se transforme, sous l'action de thrombine, en fibrine qui formera le caillot de sang en emprisonnant les éléments figurés.

La thrombine est le résultat de l'activation de la prothrombine (protéine synthétisée, comme le fibrinogène, par le foie) sous l'effet de thromboplastines en milieu calcique ionisé. L'origine des thromboplastines reste encore très complexe.

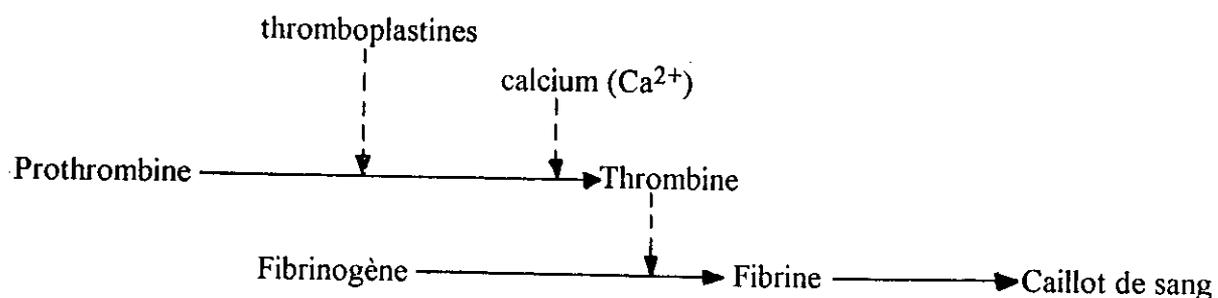


fig.1: Dernières étapes de la coagulation du sang [16].

La coagulation du sang peut-être évitée de deux manières:

- Par défibrination mécanique:

Le réseau de fibrine en formation est brisé par un système de pales tournant à faible vitesse. Un filtre prévu à la sortie du défibrineur séparera la fibrine divisée des éléments figurés du sang [15].

- Par méthode chimique:

Comme nous l'avons vu précédemment, la coagulation a lieu en milieu calcique ionisé. Les anticoagulants seront en général des substances chimiques qui agiront par blocage de l'ion calcium.

Le tableau N°7 présente un résumé des principaux anticoagulants utilisés, de leur mode d'action et de leur utilisation.

Anticoagulants	Concentration utile en g/l de sang	Mode d'action	Utilisation
Oxalates de sodium ou de potassium	1	Précipite l'ion calcium	Usage pharmaceutique (toxique)
Citrate de sodium	3	Convertit l'ion calcium en forme neutre	Alimentation humaine et animale
E.D.T.A. (sel d'acide éthylène diamine tétracétique)	1	forme un chélate avec l'ion calcium	Alimentation et Pharmacie.
Héparine	0,2	Inhibe la formation de thrombine	Alimentation et pharmacie (Prix élevé)

Tableau N°7: Les principaux anticoagulants et leur action [12][15].

III.4. Risque d'hémolyse:

On appelle hémolyse, la lyse des hématies avec diffusion du pigment respiratoire (hémoglobine) [1]. Afin d'échapper à ce phénomène, il est indispensable d'éviter toute agitation vigoureuse du sang et tout mouvement brusque. Cette précédente condition est nécessaire mais non suffisante. En effet, lorsque des globules rouges sont placés in vitro dans de l'eau distillée ou dans une solution hypotonique (pauvre en sels), l'eau pénètre dans les cellules et les fait gonfler jusqu'à un point critique où la membrane libère l'hémoglobine et ce sans aucune agitation.

Pour cela, **Houlier B.** (1988) [15] précise que les anticoagulants doivent être employés en association avec le chlorure de sodium afin que le milieu dans lequel baigne les globules rouges soit nettement hypertonique.

III.5. Technologie de la récolte:

La technologie de la récolte a énormément évolué dans les pays industrialisés. De l'aire de saignée au trocart, les techniques se sont succédées, oeuvrant pour obtenir une récolte plus hygiénique, plus rapide mais aussi plus coûteuse.

- L'aire de saignée: c'est la méthode classique (adoptée dans l'abattoir d'Hussein Dey). Le sang s'écoule le long de pente bétonnée directement vers l'égout.

- L'auge de saignée. Le sang est recueilli dans une auge. Il reste néanmoins contaminé par les régurgitations des animaux.

- Le collecteur de saignée. Un bac qui s'applique sous la gorge de l'animal recueillera le sang en évitant aux régurgitations de le souiller [3].

- Le trocart. C'est le moyen de prélèvement le plus hygiénique, mais le plus difficile à réaliser. Le sang est prélevé directement dans les vaisseaux. La ponction du vaisseau se fait à l'aide d'un trocart, lequel est constitué d'une lame de couteau à double tranchant et d'un écarteur de plaie [15].

Ces trois méthodes de collecte pré-citées ne sont pas réalisables chez nous pour des raisons rituelles. Elles nécessitent, en effet, un maintien vertical de l'animal après insensibilisation parfaite.

Le tableau N°8 décrit la quantité de sang récupéré pour chaque procédé:

Procédé	Aire de saignée (l)	Auge de saignée (l)	Collecteur (l)	Trocart (l)
Gros bovin	20	15	12	10 (Max)
Veau	6,5	4	3	2
Ovin	2 à 3	-	1,5	1

Tableau N°8: Quantité de sang récupéré pour chaque procédé [12][13].

IV. La valorisation du sang:

IV.1. Les principales industries:

Les principales industries valorisant le sang sont:

*** L'industrie des engrais:**

Le sang constitue une source organique très riche en azote. Il est à ce titre utilisé par l'industrie des engrais sous forme de farine de sang entier ou de cruor [17]. Néanmoins, son coût élevé le défavorise par rapport aux autres engrais.

* L'industrie du bois:

Le sang entre dans la composition de colles destinées à l'industrie du bois. Mais en raison de problèmes d'odeurs et de prix, il est de plus en plus délaissé. [3][17].

* L'industrie de l'oenologie:

Cette industrie est spécialisée dans la fabrication et la conservation des vins. Le sang y est utilisé sous forme de poudre de sang entier ou de cruor pour le collage des vins [3][17] (l'étape de collage sert à éliminer les protéines).

* L'industrie de l'alimentation animale:

Cette industrie représente en Europe le principal débouché du sang des abattoirs, essentiellement sous forme de farine [17]. Ces farines sont obtenues par déshydratation du sang, après séchage en cuiseur.

* L'industrie de l'alimentation humaine:

Le sang est alors dit: sang alimentaire. En plus d'un apport important en protéines, le sang est valorisé pour ses qualités technologiques [17]:

- pouvoir colorant.
- pouvoir liant et émulsifiant du plasma.

* L'industrie pharmaceutique et cosmétologique:

Le sang y est valorisé après transformation en tant que sérum, protéines ou acides aminés.

IV.2. Etat actuel de la valorisation du plasma:

IV.2.1. Séparation du plasma du sang entier:

La valorisation du plasma doit être impérativement précédée d'une bonne séparation plasma-cruor. Celle-ci se fait habituellement par centrifugation.

M.Y. Jaffrin et coll. (1989) [18] ont étudié les performances de nouveaux procédés permettant la séparation du plasma du sang entier. L'un des procédés met en oeuvre un débit pulsé à travers des fibres creuses en polypropylène de $0,1 \text{ m}^2$ de surface. Pour des fréquences de 2 à 4 Hertz, le flux de plasma atteint 45% du flux initial de sang, alors que sans pulsation, il n'est que de 20 à 25%. Un autre procédé sépare le plasma des éléments figurés du sang par combinaison d'une centrifugation et d'une filtration. Le sang traverse tangentiellement une membrane cylindrique rotative (3 000 tr/mn) en polycarbonate, placée à l'intérieur d'un tube cylindrique fixe, (surface de la membrane: 50 cm^2 , taille des pores: 0,8 micromètre). Le flux de plasma augmente avec la vitesse de rotation et avec la pression du sang à l'entrée, jusqu'à atteindre un plateau correspondant à la formation d'une couche de polarisation. Ces techniques

à membrane sont néanmoins limitées par le phénomène d'hémolyse qui selon Solomon et coll. (1978) [19] se réalise lorsque la pression transmembranaire dépasse un certain seuil, et augmente avec la taille des pores.

IV.2.2. Conditionnement du plasma pour l'alimentation humaine ou animale:

a- Plasma en poudre ou congelé:

Après avoir subi une préconcentration par ultrafiltration, osmose inverse ou cryoconcentration, le plasma est soit congelé en pains ou en paillettes, soit transformé en poudre, par atomisation [3]. L'atomisation du plasma concentré est pratiquée à des températures d'entrée de 160°C et de sortie de 75°C [12]. Il conserve ainsi ses propriétés fonctionnelles, alors qu'un séchage en cuiseur aurait provoqué la dénaturation et l'agrégation des protéines.

La poudre obtenue par atomisation est d'un blanc crémeux, presque inodore contenant en général plus de 75% de protéines et entre 5 à 7% d'eau [3]. le plasma ainsi conditionné, de par sa composition et en tant qu'excellent liant et émulsifiant, peut être mêlé aux viandes ou servir à la confection de yaourts, fromages et flans. Il pourrait également être utilisé en pâtisserie comme substitut du blanc d'oeuf [17].

b- Précipitations des protéines plasmatiques:

Goncalves et Bourgeois [3] proposent un procédé de récupération des protéines par précipitation à l'aide de différents polyosides anioniques (λ -carraghénane, alginate de sodium, xanthane). Pour des PH compris entre 3,5 et 4,5, la récupération atteint 95% pour le λ -carraghénane et l'alginate de sodium et 60% pour le xanthane.

Les produits obtenus peuvent être incorporés dans des viandes reconstituées et dans l'alimentation des animaux domestiques.

V. Etudes antérieures sur l'ultrafiltration du plasma:

L'ultrafiltration du plasma sanguin a suscité ces dernières années l'intérêt de nombreux chercheurs.

Erikson et coll. (1975) [13] ont mis en évidence l'influence des pompes utilisées dans les installations d'ultrafiltration sur la solubilité des protéines. Ils constatent que la solubilité des protéines du plasma est de 99,9% après une heure de travail avec une pompe à piston, alors qu'une pompe centrifuge augmente le risque de coagulation en diminuant sensiblement la solubilité.

Delaunay, Tessier et Louveau (1979) [20] comparent trois procédés physiques: la cryoconcentration, l'ultrafiltration et l'osmose inverse, utilisés pour la préconcentration du plasma bovin avant sa congélation en paillettes.

Les membranes d'ultrafiltration sont en copolymère d'acrylonitrile ayant une surface utile de $0,9 \text{ m}^2$ et un seuil de coupure de 20 000 Daltons. Celles d'osmose inverse sont en acétate de cellulose ayant une surface utile de $0,36 \text{ m}^2$ et un seuil de coupure de 200 Daltons. La cryoconcentration dont le seul avantage est la possibilité de travailler à très basse température, est au moins quatre fois plus polluante que l'ultrafiltration et reste le procédé le plus onéreux.

L'ultrafiltration et l'osmose inverse sont simples dans leur fonctionnement et permettent une séparation sélective. Ces techniques assurent de surcroît une dépollution importante. Le taux de réduction de la DBO_5 est de 94% pour l'ultrafiltration et de 99,6% pour l'osmose inverse:

Goldberg et Chevrier (1979) [9] réalisent la concentration du plasma bovin sur un module semi-industriel Rhône-Poulenc, module plan pléiade type UFP20, équipé de 5 m^2 de membranes IRIS 30-38 en polyacrylonitrile. leurs expériences montrent qu'une élévation de température de 15°C a multiplié le flux de perméat par 2,6. Ils trouvent un optimum de fonctionnement pour une pression transmembranaire de 3 bars et une température de 35°C . Sous ces conditions, ils obtiennent un facteur de concentration en protéines de 1,7 après 60 mn; temps au bout duquel le flux de perméat passe de 22 l/hm^2 à 10 l/hm^2 .

Ils estiment également à 18 m^2 la surface nécessaire au traitement de 10 m^3 d'effluent par jour.

Fernando (1981) [13] constate lors d'une étude de comparaison du coût de concentration du plasma avec le procédé d'évaporation sous vide, que ce dernier est 1,5 fois plus cher que le procédé d'ultrafiltration.

Bressolier, Petit et Julien (1988) [12] ont réalisé une hydrolyse enzymatique de protéines plasmatiques dans un réacteur à ultrafiltration CSTR. Ils ont étudié les performances de l'appareil qu'ils ont ensuite modélisé.

Halet et Yeddou (1991) [13] procèdent à l'ultrafiltration du plasma sanguin d'abattoirs sur membrane IRIS 30-38 de surface active $41,83 \text{ cm}^2$ et de seuil de coupure 20 000 Daltons dans une cellule statique. Sous une pression optimale de 0,4 bar et une vitesse d'agitation de 200 tours/mn, ils atteignent un facteur de concentration de 1,2 après 2h30mn, le flux de perméat passant alors de 8,5 à $4,5 \text{ l/hm}^2$.

Chennit et Ichallamène (1992) [12] réalisent l'ultrafiltration du plasma d'abattoirs sur pilote mixte de microfiltration et d'ultrafiltration : le Microlab 130S de la firme GAMMA FILTRATION. Ils utilisent une membrane PCI de surface active $0,86 \text{ m}^2$ et de seuil de coupure 20 000 Daltons. Leur étude économique aboutit aux conditions optimales suivantes: Pression

transmembranaire 4,1 bars, débit de recirculation $9,6 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$. Le facteur de concentration est de 1,95 après 45 mn. le taux de rejet est de 99% pendant tout l'essai de concentration. La régénération de la membrane est effectuée à l'aide d'un détergent: l'ultrasil 10 à raison de 15g/l pendant 1h30mn.

CHAPITRE III

L'ULTRAFILTRATION

- I Introduction
- II Les techniques à membrane
- III Définition de l'ultrafiltration
- IV Intérêts et applications
- V Membranes d'ultrafiltration
 - V.1. Historique
 - V.2 structure
 - V.2.1. Les membranes homogènes
 - V.2.2. Les membranes asymétriques
 - V.2.3. Les membranes composites
- VI Modules et systèmes d'ultrafiltration
 - VI.1. Modules d'ultrafiltration
 - VI.1.1. Module tubulaire
 - VI.1.2. Module Plan
 - VI.1.3. Module spirale
 - VI.1.4. Module à fibres creuses
 - VI.2. Systèmes d'ultrafiltration
 - VI.2.1. système en discontinu
 - VI.2.2. Système en continu avec recyclage partiel du rétentat
 - VI.2.3. Système en continu
- VII. L'ultrafiltration et son mécanisme
 - VII.1. Modèle du tamis moléculaire
 - VII.2. Phénomène de polarisation de concentration
 - VII.2.1. Modèle de la pression osmotique
 - VII.2.2. Modèle du film
 - VII.2.3. Modèle du gel
- VIII. Taux de rejet d'une membrane d'ultrafiltration
- IX. Les promoteurs de turbulence
 - IX.1 Les promoteurs fixes
 - IX.2. Les promoteurs mobiles
 - IX.3. Les débits pulsés
 - IX.4. Les ultrasons
 - IX.5. Les modules tournants
 - IX.6. Champs électriques (électro-ultrafiltration).

I. Introduction

La concentration, la séparation, la purification réalisées par distillation, cristallisation, filtration ou extraction par solvant sont des opérations de base communes à de nombreux domaines industriels. Ce sont des procédés qui nécessitent souvent une importante consommation d'énergie, mais également un traitement thermique qui peut s'avérer destructif. La mise sur le marché de membranes sélectives, capables de filtration moléculaire, travaillant à température ambiante et sans changement de phase concurrence sérieusement les techniques classiques de séparation, notamment dans le domaine des industries agro-alimentaires.

II. Les techniques à membranes.

La classification des divers procédés de séparation par membrane se fait généralement par rapport à deux critères: le type de force agissante utilisée pour effectuer la séparation, ainsi que la taille ou la nature des espèces susceptibles d'être traitées par ces procédés [22].

On distingue principalement l'électrodialyse, l'osmose inverse, la nanofiltration, l'ultrafiltration et la microfiltration. La force motrice qui provoque le transfert de matière à travers la paroi semi-perméable est un champ électrique pour l'électrodialyse; une pression pour l'osmose inverse, la nanofiltration, l'ultrafiltration et la microfiltration.

Généralement, on applique des pressions de 0,2 à 2 bars en amont de la membrane pour la microfiltration, de 1 à 8 bars pour l'ultrafiltration, de 8 à 20 bars pour la nanofiltration et de 20 à 100 bars pour l'osmose inverse.

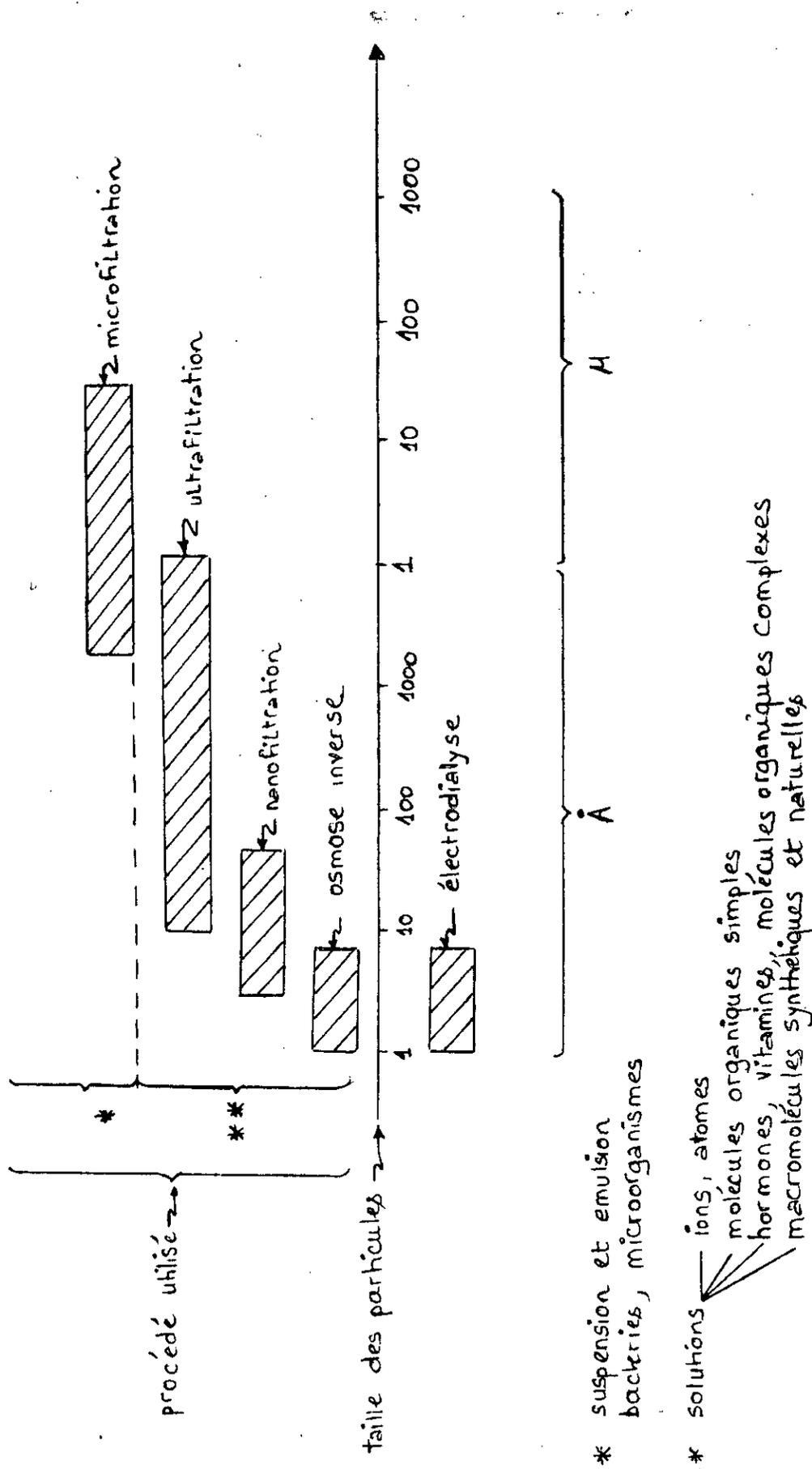
La figure 2 représente ces différents procédés à membrane selon la taille des particules qu'ils sont capables de séparer.

III. Définition de l'ultrafiltration:

L'ultrafiltration est une séparation mécanique des molécules selon leur taille et leur masse [24].

Cette séparation est réalisée par l'action d'un gradient de pression qui va permettre la concentration d'un ou plusieurs solutés macromoléculaires par filtration du solvant à travers la membrane [23]. Le liquide à traiter circule tangentiellement à la membrane. Cette dernière est caractérisée par son seuil de coupure, défini comme étant la plus petite masse moléculaire au delà de laquelle, les constituants sont totalement arrêtés. Actuellement, les seuils de coupure des membranes commerciales varient entre 1 000 et 100 000 Daltons [24].

Le diamètre des pores des membranes d'ultrafiltration est généralement compris entre 1 et 20 nanomètres [23], mais peut atteindre la limite de 100 nanomètres.



* suspension et emulsion
bactéries, microorganismes

** solutions
ions, atomes
molécules organiques simples
hormones, vitamines, molécules organiques complexes
macromolécules synthétiques et naturelles

Fig 2 : Différents procédés de séparation à membranes selon la taille des particules [5]

IV. Intérêts et applications

L'ultrafiltration en industrie présente un triple intérêt:

- la possibilité de valorisation des concentrats obtenus.
- un abattement remarquable de la charge polluante organique
- la possibilité de recyclage des eaux ultrafiltrées.

Les principales applications de l'ultrafiltration sont:

* Industries agro-alimentaires.

- traitement du plasma bovin pour l'obtention de concentrés de protéines [3][9][15][20].
- ultrafiltration du lait : avant d'être caillé, le lait est séparé par une membrane d'ultrafiltration en un perméat riche en eau, en lactose, en sels minéraux et en un rétentat riche en protéines auquel on fera agir ultérieurement de la présure pour l'obtention de fromage [24][25][26].
- ultrafiltration du lactosérum pour l'obtention de concentrés de protéines destinés à l'alimentation des jeunes animaux ou à la diététique infantile [21][24][25][26].
- clarification des jus de fruit, le jus de pomme notamment [21][24][26].
- en oenologie, l'ultrafiltration remplace l'étape de collage du vin qui sert à éliminer les protéines [24].

* Industries biologiques et pharmaceutiques.

- Certains réacteurs enzymatiques sont munis d'une membrane ultrafiltrante qui éliminera au fur et à mesure de leur production les produits d'hydrolyse et permettra la récupération des enzymes [21][26].
- L'industrie pharmaceutique utilise l'ultrafiltration pour la préparation d'eau stérile et apyrogène, qualités indispensables à la préparation de solutions injectables [21][24].

* Traitement des eaux résiduaires urbaines.

Le traitement secondaire des eaux résiduaires urbaines peut-être remplacé par l'ultrafiltration qui assure de surcroît, par rétention des bactéries et des virus une solution filtrée presque stérile [25][26].

* Industries automobiles.

- L'ultrafiltration des effluents de peinture par électrophorèse permet de récupérer la peinture et d'éviter la pollution [5][26].

- L'ultrafiltration des huiles de coupe sépare les fines gouttelettes d'huile en émulsion dans l'eau, dont les dimensions se situent entre 0,1 et 5 micromètres et qui peuvent être assimilées à des macromolécules en solution. De plus l'ultrafiltrat obtenu peut être déversé directement dans le réseau d'assainissement sans risque de pollution [27].

* Industries textiles.

Traitement des effluents provenant du lavage de la laine servant au tissage [5]. Récupération de produits non biodégradables et coûteux tel que l'alcool polyvinylique [23].

* Industries électroniques.

Dans les puces électroniques, l'espace entre deux composants est de l'ordre du micromètre. L'eau indispensable aux lavages lors des opérations de gravure des puces doit être exempte de toute particule de taille supérieure à 0,1 μ m, cela est réalisé actuellement par ultrafiltration. [24].

* Applications médicales et biomédicales.

L'ultrafiltration est utilisée en hémothérapie, pour la préparation de différentes protéines plasmatiques et de facteurs de coagulation à partir du plasma humain [12].

V. Membranes d'ultrafiltration:

V.1. Historique:

L'ultrafiltration sur membrane date d'il y a environ deux siècles (Nollet, 1784) [21]. Mais ce n'est qu'au début de notre siècle que les études et les résultats se précisèrent.

Les premières membranes commercialisées étaient en acétate de cellulose. elles connurent néanmoins des échecs dûs à leur sensibilité au PH (3 à 8), à la température (50°C au maximum) et aux attaques bactériennes.

Pour cela, on leur a vite préféré les polymères de synthèse dont on citera les polyamides, les polyacrylonitriles et plus récemment les polysulfones et les polymères fluorés. Ces polymères, qui supportent des températures de 75 à 80°C et des PH de 2 à 12 présentent cependant une mauvaise résistance aux désinfectants chlorés, au compactage mécanique, ainsi qu'une certaine réactivité électrochimique.

La troisième génération de membranes regroupe les membranes minérales, dotées d'une grande stabilité thermique (400°C), mécanique (40 bars) et physico-chimique (toute l'échelle de PH) [21].

V.2. Structures

Selon la structure, on distinguera:

V.2.1. Les membranes homogènes.

Une membrane homogène est tout simplement un film dense qui assurera la séparation d'un mélange d'espèces chimiques sous l'action d'un gradient de pression [5]. La perméabilité de telles membranes est trop faible pour présenter un intérêt industriel [23][28].

V.2.2. Les membranes asymétriques ou anisotropes.

Cette structure a été mise au point, pour la première fois, par Loeb et Sourirajan [5][28] à partir d'acétate de cellulose. Ces membranes sont constituées de deux couches superposées:

- une couche de 100 à 200 μm d'épaisseur, de texture relativement poreuse et jouant le rôle de support.
- une peau très fine de 0,1 à 1,5 μm d'épaisseur jouant le rôle de pellicule semi-perméable. L'intérêt de la structure asymétrique réside dans le fait que les particules à séparer ne sont pas retenues à l'intérieur des pores de la membrane mais uniquement en surface. Cette dernière présente l'avantage d'être isotrope [5][23].

V.2.3. Les membranes composites:

Elles sont conçues dans le but d'augmenter la perméabilité des membranes asymétriques classiques. Ceci est réalisable par la réduction de l'épaisseur de la couche active, obtenue en déposant sur un support préalablement formé (polysulfone et autres polymères) une mince pellicule semi-perméable de 10 à 100 nm. Le support poreux et la peau active sont constitués de polymères différents [23].

VI. Modules et systèmes d'ultrafiltration.

VI.1. Modules d'ultrafiltration.

La conception d'une membrane sous une forme modulaire permet de réaliser un système compact et commercialisable à un prix compétitif. Le module d'ultrafiltration doit assurer un encombrement minimal, une accessibilité et un démontage facile [5]. Actuellement, il existe quatre types de module [5][23][28]:

VI.1.1. Module tubulaire:

Ce type de module est constitué de tubes creux poreux de 10 à 25 mm de diamètre sur lesquels est fixée la membrane semi-perméable. La couche active de la membrane peut être à l'intérieur ou à l'extérieur du tube. Ce module tubulaire est facile à démonter et à nettoyer. Il est cependant peu compact et relativement cher.

VI.1.2. Module plan.

Ce type de module est le plus simple et aussi le plus ancien. Sa technologie s'est inspirée directement de celle des filtres presses. Il fût au départ utilisé en osmose inverse mais pour des problèmes de résistance mécanique, il se limite aujourd'hui à l'ultrafiltration.

VI.1.3. Module spirale.

Les membranes planes semi-perméables sont enroulées en spirale autour d'un tube perforé et creux qui sert de collecteur à l'ultrafiltrat.

Entre deux membranes planes, on interpose un matériau poreux sous forme de feuille possédant de bonnes propriétés mécaniques. On recouvre les membranes d'un tissu intercalaire. L'avantage de ce système est d'être très compact et d'un prix de revient assez faible. L'inconvénient est que le nettoyage est difficile voire impossible.

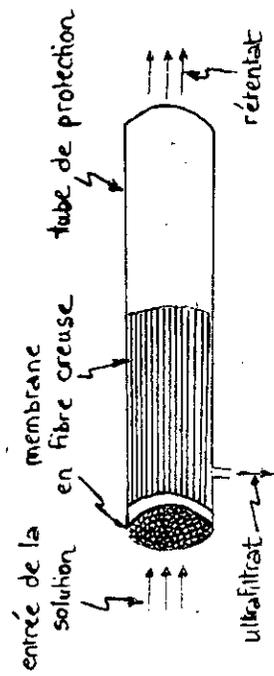
VI.1.4. Module à fibres creuses.

Ce module utilise des membranes qui se présentent sous forme de capillaires de diamètre compris entre quelques μm et quelques mm. Les fibres creuses jouent à la fois le rôle de membrane et de support. Ce système présente l'avantage d'être excessivement compact et l'inconvénient d'être assez difficile à nettoyer ce qui pose des problèmes pour son utilisation dans l'industrie alimentaire.

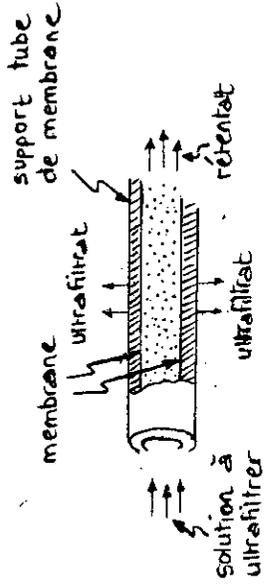
La figure 3 détaille plus amplement la conception des quatre précédents modules d'ultrafiltration.

VI.2. Systèmes d'ultrafiltration [23][26].

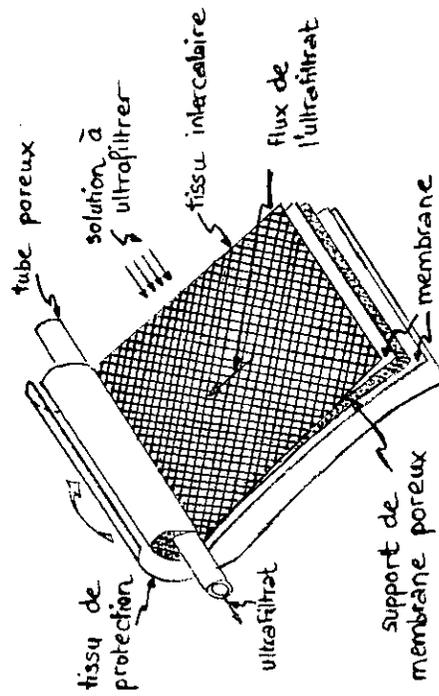
L'insertion des modules d'ultrafiltration s'effectue dans des systèmes pouvant fonctionner en discontinu, en continu avec recyclage ou en continu.



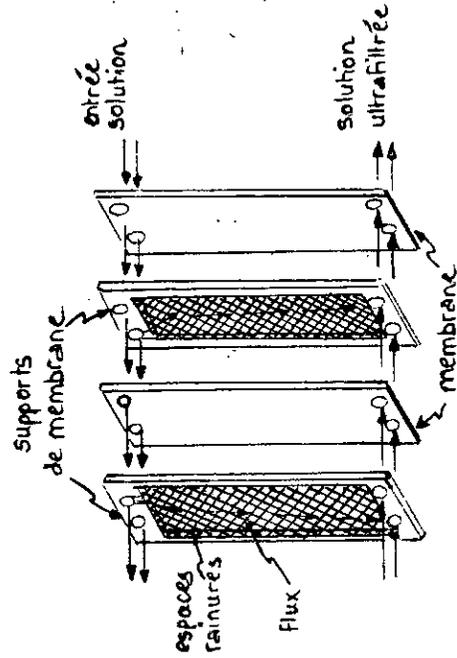
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig 3 : Types de modules d'UF [5]

- (a) fibres creuses
- (b) tubulaire
- (c) spirale
- (d) plan

VI.2.1. Système en discontinu.

Le liquide à traiter est pompé vers le module d'ultrafiltration. Le rétentat est renvoyé dans la cuve jusqu'à l'obtention de la concentration désirée. Le perméat est recueilli à part. ce système est surtout utilisé pour les unités ayant à traiter de faibles volumes de solutions diluées ou concentrées.

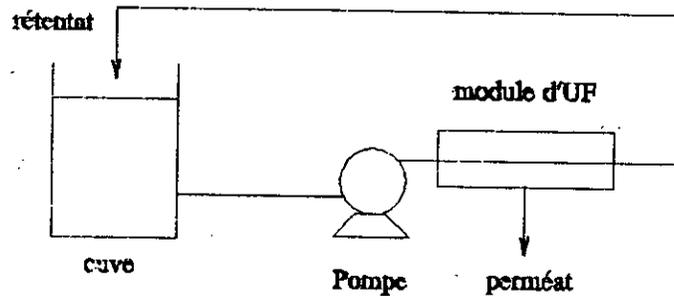


Fig. 4: Système en discontinu

VI.2.2. Système continu avec recyclage partiel du rétentat.

Une partie du rétentat tourne sur le module d'ultrafiltration en circuit fermé grâce à une pompe de recirculation. une pompe d'alimentation alimente cette boucle en solution à traiter. Une vanne de détente et de réglage permet de rejeter le rétentat en excès. Ce système consomme moins d'énergie que le système en discontinu. Il convient pour de grandes unités.

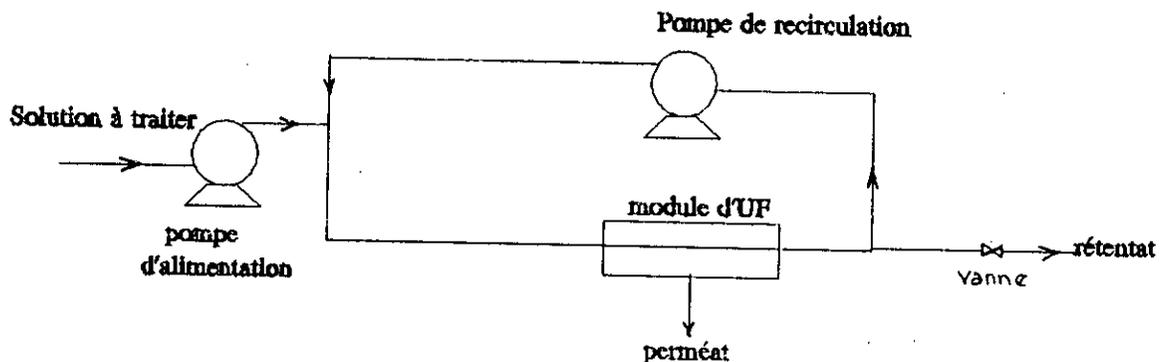


Fig. 5: Système en continu avec recyclage partiel du rétentat.

VI.2.3. Système en continu:

Le rétentat n'est pas recyclé, mais extrait en continu.

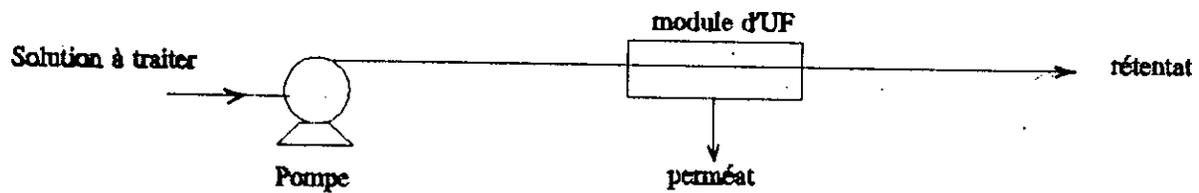


Fig. 6: Système en continu.

VII. L'ultrafiltration et son mécanisme:

Les phénomènes de transport à travers les parois poreuses sont très complexes. Plusieurs modèles mathématiques tentent de les expliquer.

VII.1. Modèle du tamis moléculaire:

Ce modèle est le plus ancien et le plus simple. Il suppose que la membrane est un milieu poreux constitué d'une multitude de capillaires. Il utilise la loi classique de **Poiseuille** pour décrire le passage du perméat dans les pores considérés cylindriques. [5][23][29].

L'expression du flux de perméation selon la loi de **Poiseuille** sera :

$$J_v = \frac{N_p \cdot \pi \cdot r_p^4}{8 \mu} \cdot \frac{\Delta P}{e} \quad (3.1)$$

J_v : flux de perméat.

N_p : nombre de pores par unité de surface.

r_p : rayon de pore moyen.

ΔP : pression transmembranaire appliquée.

μ : viscosité dynamique.

e : épaisseur de la membrane (couche active).

La relation (3.1) précise l'importance du rayon de pore moyen r_p , celui-ci étant à la puissance quatre; ainsi que l'influence de la température, puisque tout changement de celle-ci entraîne une variation de la viscosité et donc du flux de perméat J_v .

Lors de l'ultrafiltration d'un solvant pur [22], la loi de Darcy est plus commode à utiliser, elle ne nécessite pas d'hypothèse sur la géométrie des pores. elle est donnée par l'expression suivante:

$$J_v = \frac{\Delta P}{\mu R_m} = L_p \Delta P \quad (3.2)$$

R_m : résistance hydraulique de la membrane.

L_p : perméabilité hydraulique de la membrane.

Si pour un solvant pur, le flux de perméat J_v varie linéairement avec la pression transmembranaire ΔP , il n'en est pas de même pour une solution de protéines ou une solution synthétique excepté dans la zone des faibles pressions où la linéarité reste maintenue. En effet, **Lafaille et coll., Goldsmith, Porter, Chudacek et Fane** [23] révèlent qu'il existe une valeur de la pression au dessus de laquelle le flux reste constant. cette valeur du flux est appelée "flux limite", elle dépend des conditions opératoires (température, vitesse, concentration...), des caractéristiques de la membrane et de solution à traiter.

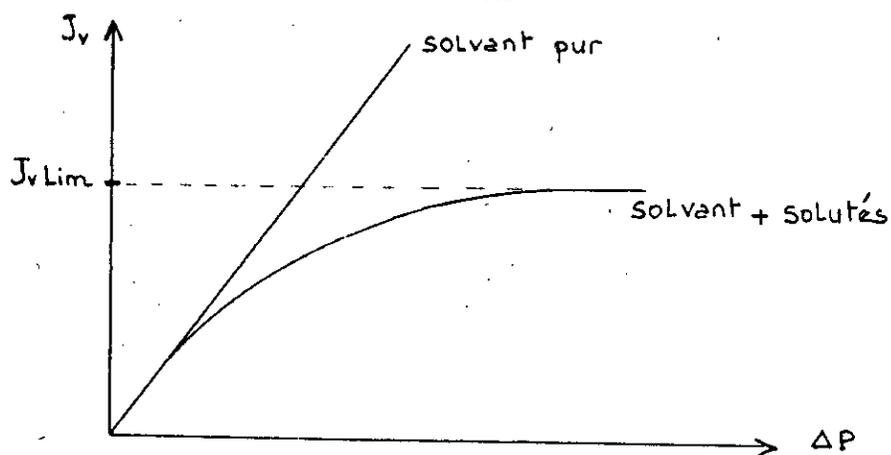


Fig.7 : Variation du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire.

De plus, lors de l'ultrafiltration de solutés macromoléculaires, il se réalise des adsorptions en surface et à l'intérieur de la membrane, ce qui implique un rétrécissement des pores et donc d'après l'expression (3.1), un abaissement du flux de perméat.

A la longue, les molécules de solutés s'accunissent à l'interface membrane-solution pour former une couche plus concentrée appelée couche de polarisation, qui oeuvrera également à la diminution progressive du flux de perméat.

VII.2. Phénomène de polarisation de concentration:

Le phénomène de polarisation de concentration traduit l'accumulation des molécules de solutés à la surface de la membrane jusqu'à formation d'une couche de fluide plus concentrée.

VII.2.1. modèle de la pression osmotique [5][23]:

Goldsmith soutient que la couche de polarisation peut devenir suffisamment importante pour induire une élévation de la pression osmotique non négligeable devant la pression appliquée. le flux de perméat s'écrit alors:

$$J_v = \frac{\Delta P - \delta \Delta \pi}{\mu \cdot R_m} \quad (3.3)$$

δ : coefficient de **Keddem** et coll.

$\Delta \pi$: variation de la pression osmotique de la solution entre l'amont et l'aval de la membrane.

VII.2.2. Modèle du film [5][23]:

Ce modèle suppose qu'à la surface de la membrane existe une couche de polarisation de concentration d'épaisseur δ faible, dans laquelle la concentration en macromolécules passe de C_0 à C_m .

Ce modèle décrit la polarisation de concentration primaire que la figure 8 permet d'illustrer:

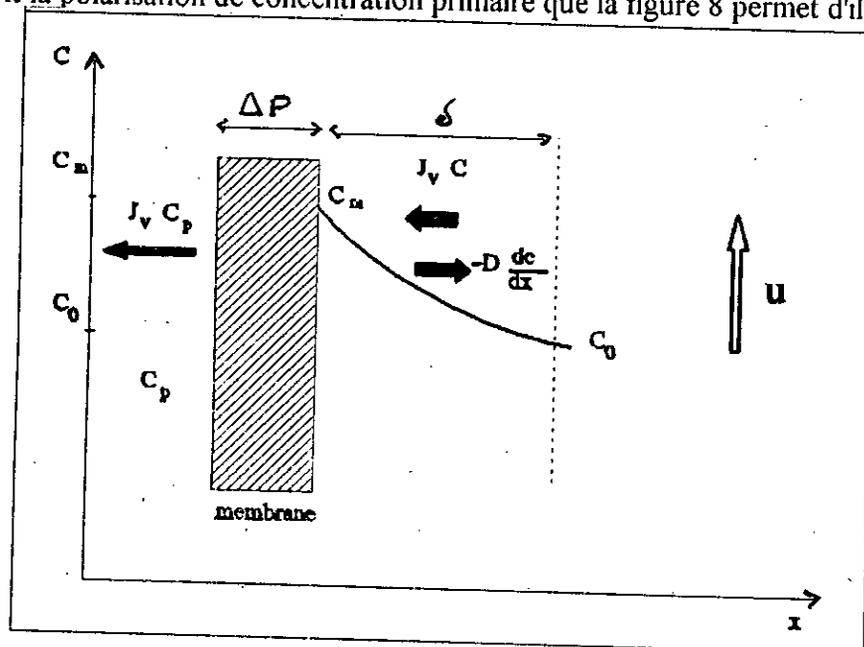


Fig 8: Phénomène de polarisation de concentration primaire

Le transfert de soluté est régi par deux phénomènes:

- la diffusion selon la première loi de Fick.
- la convection due au flux transmembranaire.

A l'état stationnaire, le bilan de matière global est exprimé par la relation suivante:

$$J_v (C - C_p) = -D \frac{dc}{dx} \quad (3.4)$$

C_p : concentration du soluté dans le perméat.

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

D : coefficient de diffusion.

En considérant la diffusion unidimensionnelle (suivant l'axe des x) et le coefficient de diffusion D constant dans l'épaisseur δ , l'intégration de l'équation (3.4) conduit à :

$$J_v = \frac{D}{\delta} \ln \frac{C_m - C_p}{C_0 - C_p} \quad (3.5)$$

C_0 : concentration initiale du soluté dans la charge

C_m : concentration du soluté à la surface en amont de la membrane.

$$J_v = K \ln \frac{C_m - C_p}{C_0 - C_p} \quad (3.6)$$

$K = \frac{D}{\delta}$: coefficient de transfert de matière à l'interface fluide - membrane.

L'introduction du coefficient de transfert de matière K permet de remplacer l'épaisseur de la couche de polarisation de concentration " δ " qui est en général difficile à mesurer. K dépend des conditions hydrodynamiques du milieu et des propriétés physico-chimiques de la solution.

Il peut-être calculé à partir des équations utilisées pour les transferts de matière classiques:

$$Sh = a Re^n S_c^m \quad (3.7) \text{ régime turbulent}$$

$$Sh = a Re (d/e)^n S_c^m \quad (3.8) \text{ régime laminaire}$$

a, n, m sont des constantes déterminées empiriquement.

d : diamètre hydraulique.

e : épaisseur de la couche active.

$$Re = \frac{U \cdot d}{\nu} : \text{nombre de Reynolds}$$

$$Sc = \frac{\nu}{D} : \text{nombre de Schmidt}$$

$$Sh = \frac{K \cdot d}{D} : \text{nombre de Sherwood}$$

U : vitesse moyenne du fluide à ultrafiltrer.

ν : viscosité cinématique.

VII.2.3. Modèle du gel .[5][23]

Le modèle du gel décrit la polarisation de concentration secondaire qui correspond à la formation d'une couche de gel de quelques microns d'épaisseur, à la surface de la membrane. Cette hypothèse avancée par Michaelis suppose que l'élévation du flux conduit C_m à atteindre une valeur C_g relative à la gélification de la solution.

Le flux maximum que l'on peut atteindre est obtenu en remplaçant C_m par C_g (concentration du gel) :

$$J_{v \text{ lim}} = K \text{Ln} (C_g/C_0) \quad (3.9)$$

La figure 9 illustre le phénomène de polarisation de concentration secondaire.

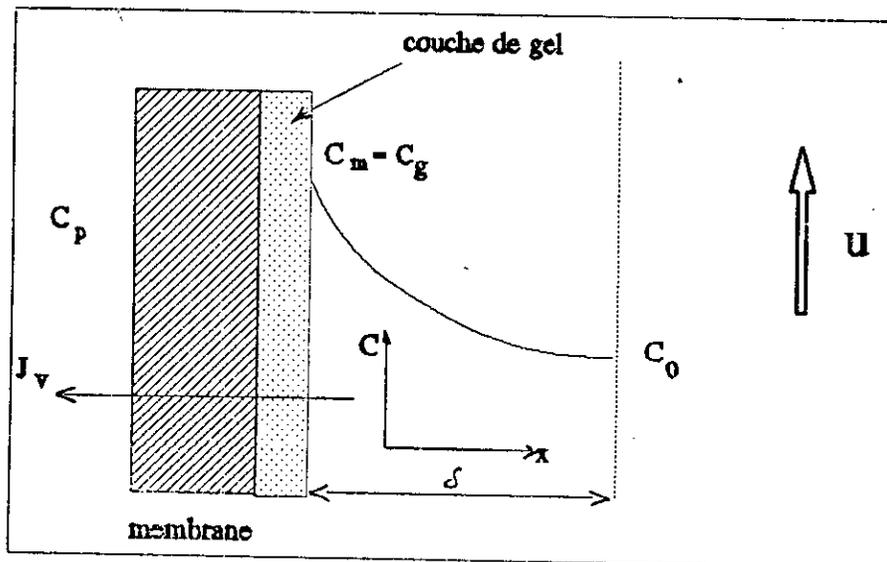


fig. 9: Phénomène de polarisation de concentration secondaire

VIII. Taux de rejet d'une membrane d'ultrafiltration:

Le taux de rejet est défini par la fraction de soluté qui est retenue par la membrane. C'est un paramètre important qui permet de caractériser la séparation et la sélectivité de la membrane [23][29].

Mameri [30] établit une distinction entre le taux de rejet réel: $R_{\text{réel}}$ qui considère la concentration à la membrane C_m et le taux de rejet observé: R_{obs} , qui se contente de la mesure de la concentration initiale C_0 .

$$R_{\text{réel}} = 1 - \frac{C_p}{C_m} \quad (3.10)$$

$$R_{\text{obs}} = 1 - \frac{C_p}{C_0} \quad (3.11)$$

Le seuil de coupure d'une membrane d'ultrafiltration est donné par la courbe de rétention où l'on porte le taux de rejet observé en fonction du poids moléculaire de soluté retenu (figure 10).

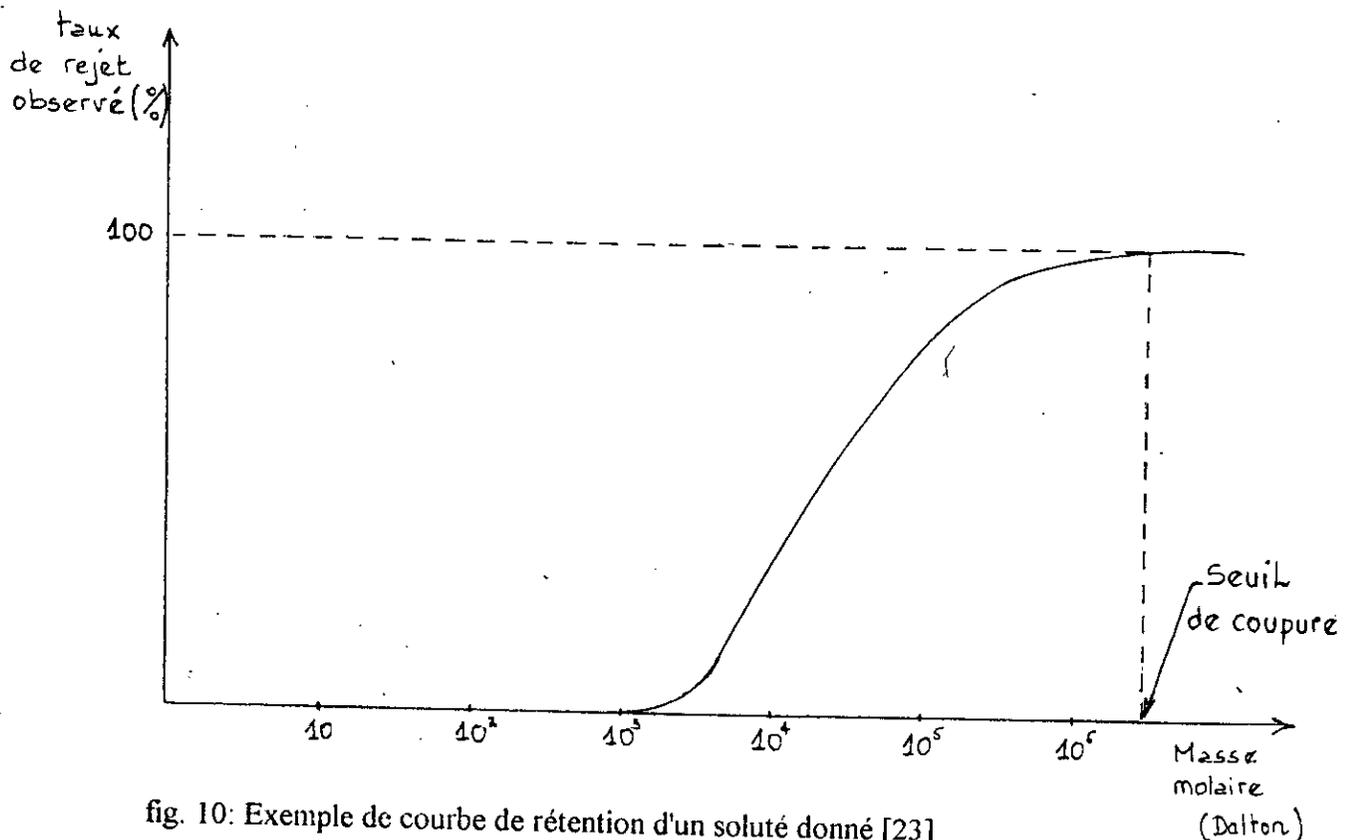


fig. 10: Exemple de courbe de rétention d'un soluté donné [23]

Le calcul du taux de rejet d'un soluté à travers une membrane est un problème très complexe faisant appel à de nombreuses modélisations (rayon de pores et distribution, rayon de soluté, couche de polarisation, traversée de la membrane, adsorption) au point qu'il n'existe pas actuellement d'études s'appuyant sur l'ensemble des modélisations, ceci est dû surtout à une mauvaise connaissance des diamètres et de la distribution en taille des pores des membranes testées [30].

Barnier [23] observe lors de l'ultrafiltration du Dextran (solution macromoléculaire synthétique) avec une membrane carbosep que le taux de rejet subit des variations importantes avec la vitesse tangentielle et la pression transmembranaire. Il constate que le taux de rejet décroît quand la pression augmente.

Nguyen et Neel [23] remarquent que le taux de rejet d'une membrane organique IRIS 3042 (Rhône Poulenc) avec des solutions de PEG (polyéthylène glycol) est pratiquement constant pour des concentrations inférieures à 2 g/l et diminue au delà de cette valeur.

Maurel [29] explique que si le taux de rejet d'une membrane d'ultrafiltration diminue lorsque la pression augmente, ceci peut-être dû à une déformation élastique de la membrane avec augmentation du rayon de pore ou bien à une déformation des molécules de soluté qui peuvent alors passer à travers des pores plus petits.

IX. Les promoteurs de turbulence:

La couche de polarisation de concentration qui se forme au niveau de la membrane est indésirable; elle limite la densité de flux de perméat et par conséquent l'efficacité de la séparation.

La création d'une turbulence à l'interface membrane - fluide aura pour effet d'accroître les forces de cisaillement, de réduire l'épaisseur de la couche limite et donc d'augmenter le coefficient de transfert K .

Actuellement, en dehors de l'application de phénomènes physiques (champs électriques, ultrasons, débits pulsés, modules tournants), deux types de promoteurs sont utilisés:

- les promoteurs fixes.
- les promoteurs mobiles.

IX.1 les promoteurs fixes:

Ils sont constitués en général de grilles en métal déployé placées parallèlement à la membrane et obtenues par découpage et étirage d'une tôle en inox.

Poyen et coll. [23] ont utilisé des grilles de métal déployé comme promoteur de l'ultrafiltration d'un alkylsulfonate de calcium en solution huile heptane dans une cellule plane. Ils précisèrent l'influence du maillage, de la distance grille membrane et du sens de la disposition des grilles. Ils constatèrent que ces grilles permettent d'améliorer le flux de perméat, en ayant un coût économique moins important.

Schlumpf [31] confirme l'intérêt de l'utilisation de ce promoteur de turbulence dans le cas de l'ultrafiltration d'émulsion huileuse.

Chergui [32] atteste que le promoteur de turbulence "grilles en métal déployé" améliore le flux de perméat et contribue à la diminution du coût global de l'opération.

Maméri [30] a utilisé deux types de promoteurs, l'un constitué d'une tige filetée en acier inoxydable, l'autre constitué par un tube creux fermé à une extrémité et dont la paroi est percée de trous. Les deux promoteurs testés ont permis une amélioration sensible des flux de perméat et une diminution intéressante du coût du procédé.

IX.2. Les promoteurs mobiles:

Ces promoteurs sont libres de se déplacer avec le fluide. Ce sont principalement des particules sphériques en verre, graphite, latex..., qui présentent contrairement aux promoteurs fixes, le risque de détériorer plus ou moins rapidement les membranes [30].

Montlahuc et coll. [23][31] ont fluidisé des billes de verre de 3 mm de diamètre dans une membrane minérale tubulaire placée verticalement. Ils obtiennent sur du lait écrémé, un débit de filtrat dix à vingt fois supérieur à celui observé en absence de billes.

IX.3. Les débits pulsés:

L'utilisation de débits pulsés permet d'augmenter le flux de perméat et de diminuer la vitesse moyenne de circulation.

Blanpain (P.) et Jaffrin (M.Y.) [32] ont appliqué un débit pulsé à la microfiltration tangentielle de jus de pomme sur membranes minérales. Ils ont constaté que pour un volume pulsé égal au volume interne des membranes et une fréquence de 1 Hz, le débit pulsé permet d'atteindre pour des vitesses de circulation plus faibles, un flux de perméat identique, voire supérieur au flux du régime stationnaire.

Spiazzi (E.), Boileau (H.), Lenoir (J.) [33] ont testé l'application d'un débit pulsé, lors de l'ultrafiltration sur membrane minérale (Carbosep M2) d'une suspension aqueuse de bentonite. Ils ont observé une augmentation de flux de perméat de 100%, pour un accroissement de la consommation d'énergie de 50% et pour une même vitesse moyenne.

IX.4. Les ultrasons:

Les ondes ultrasoniques sont utilisées pour réduire le phénomène de polarisation de concentration dans les procédés d'ultrafiltration. leur utilisation procure une efficacité remarquable, en effet, pour une pression transmembranaire donnée, le flux augmente de 1700% par rapport à un flux déterminé dans des conditions normales [23][31].

IX.5. Les modules tournants:

Ils permettent l'augmentation du flux de perméat. En effet, la formation de tourbillons de Taylor dans l'espace annulaire induit une augmentation du coefficient de transfert de matière [31].

IX.6. Champs électriques (électro-ultrafiltration).

Le procédé d'électro-ultrafiltration est tenu de réduire l'ampleur de la couche de polarisation et donc la résistance au transfert de matière, en agissant sur le mouvement des macromolécules chargées électriquement. Le sens du champ électrique appliqué en continu dans la solution est choisi de telle sorte à éloigner de la membrane les macromolécules par migration électrique. Le mécanisme de l'électro-ultrafiltration peut-être résumé comme suit:

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

$$J_m = u.E.C \quad (3.12)$$

u : mobilité électrophorétique de l'espèce considérée.

C : Concentration du macrosoluté.

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

$$J_v C = -D \frac{dc}{dx} + J_v C_p + u.E.C \quad (3.13)$$

En supposant que E , D , u sont constants et que $C_p = 0$, l'intégration de l'équation (3.13) sur l'épaisseur δ de la couche limite conduit à :

$$J_v = K L n \frac{C_m}{C_0} + u.E \quad (3.14)$$

Radovitch et Belman [31] ont montré que les performances du procédé d'ultrafiltration pour la concentration des solutions d'albumine de sérum bovin sont améliorées par l'application d'un champ électrique.

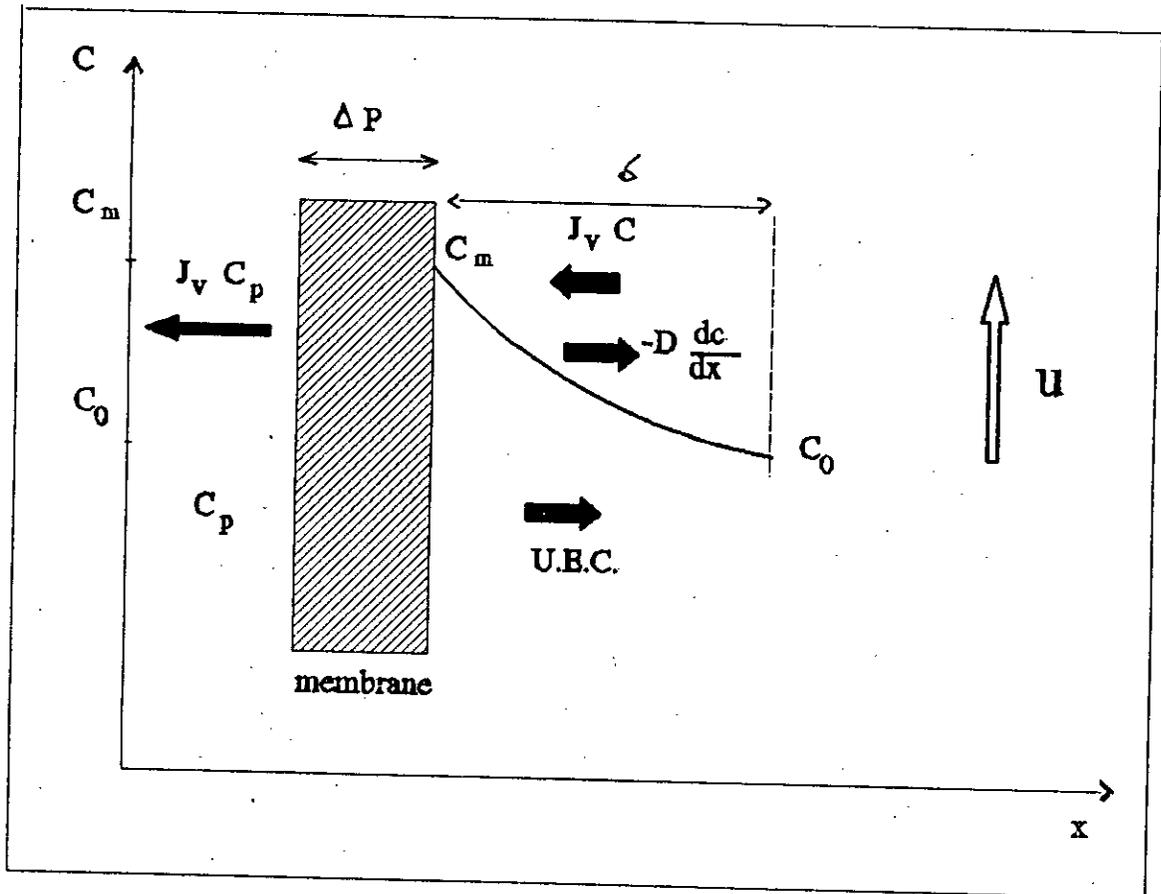


fig. 11: Phénomène d'électro-ultrafiltration

Remarque générale:

Sur le plan économique, le fait d'augmenter les coefficients de transfert de matière (par application de promoteurs de turbulence) se traduit par une réduction de surface de membrane, mais les pertes de charge augmentent elles aussi et avec elles les dépenses d'énergie. Seul un bilan économique permet donc de juger de la rentabilité de tels procédés [30].

CHAPITRE IV

MATERIELS ET METHODES

I. Matériels

I.1. Dispositif d'ultrafiltration

I.1.1. Caractéristiques générales

I.1.2. Membrane d'ultrafiltration

a- Le support

b- La couche active

I.1.3. Module d'ultrafiltration

I.2. Centrifugeuse

II. Méthodes

II.1. Fonctionnement du dispositif d'ultrafiltration à concentration constante

II.2. Fonctionnement du dispositif d'ultrafiltration en discontinu

I. Matériels:

I.1. Dispositif d'ultrafiltration:

I.1.1. Caractéristiques générales:

Le dispositif utilisé est un pilote mixte de microfiltration et d'ultrafiltration, le MICROLAB 130 S de la firme GAMMA FILTRATION.

Le MICROLAB 130 S est le résultat miniaturisé d'installations industrielles conçues pour le traitement des milieux biologiques, ses conditions de fonctionnement sont analogues aux installations de taille plus importante.

Les pièces maîtresses de l'installation sont:

- Une pompe volumétrique d'alimentation à débit réglable suivant la plage de 200 à 800 l/h.
- Une pompe de recirculation.
- Un module d'ultrafiltration.
- Une membrane d'ultrafiltration
- Un débitmètre électromagnétique à débit réglable s'échelonnant entre 0 et 7 m³/h.
- Un échangeur de chaleur.
- Un bac d'alimentation.

Ces différents éléments sont montés et rassemblés comme l'indique la figure 12 qui détaille plus amplement le dispositif.

Sur la façade de l'armoire électrique se trouvent:

- Deux indicateurs de pression, l'un correspondant à la pression d'entrée du module, l'autre à la pression de sortie. Les pressions indiquées sont transmises par deux capteurs de pression situés respectivement à l'entrée et à la sortie du module. Chaque indicateur comprend un point de mesure et deux points de consigne réglable.

Le premier point de consigne donne la valeur de la pression minimale; le second, celui de la pression maximale.

Si l'une ou l'autre de ces valeurs est dépassée, le dispositif d'ultrafiltration s'arrête automatiquement.

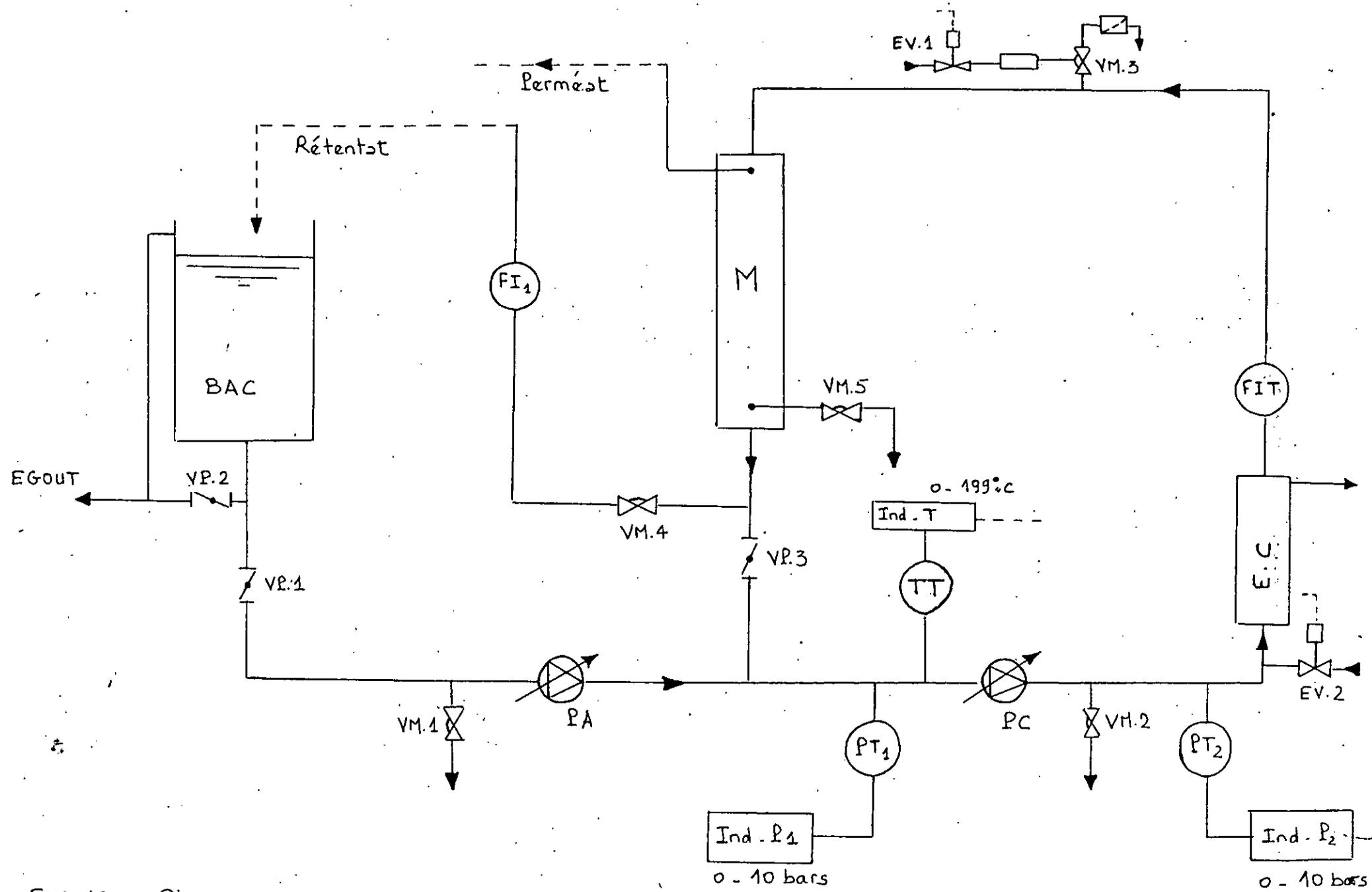


FIG 12 : Pilote mixte de microfiltration et d'ultrafiltration : MICROLAB 130 S [34]

- Un indicateur de température qui comprend également un point de mesure et deux points de consigne réglable.

Le premier point de consigne de température permet la régulation de la température et le déclenchement de l'électrovanne EV₃ où se fait la liaison sur le circuit de refroidissement.

Le deuxième point de consigne fixe l'alarme maximale de température.

Le point de mesure affiche la température du fluide au voisinage de la membrane qu'une sonde de température permet de déterminer.

- Deux touches de mise en marche des pompes d'alimentation et de circulation.

- Deux touches d'arrêt des pompes d'alimentation et de circulation.

- Deux touches de variation de la vitesse de circulation; l'une permettant de l'augmenter, l'autre de la diminuer.

Repère	Désignation
VP ₁	Vanne d'alimentation
VP ₂	Vanne de vidange de cuve
VM ₁	Vanne de purge de la pompe d'alimentation
PA	Pompe d'alimentation
PT ₁ -PT ₂	Capteurs de pression d'entrée et de sortie du module
P ₁ -P ₂	Indicateurs numériques de pression
TT	Sonde de température
T	Indicateur numérique de température
PC	Pompe de circulation
VM ₂	Vanne de purge de la pompe de circulation
EV ₁ -EV ₂	Electrovannes
EC	Echangeur de chaleur
FIT	Débitmètre électromagnétique de boucle
VM ₃	Vanne de purge d'air de la boucle
M	Module porte membranes
VM ₄	Vanne de réglage de pression
VM ₅	Vanne de vidange du perméat
FI ₁	Débitmètre rétentat
VP ₃	Vanne d'ouverture de boucle

Tableau N°9: Désignation des repères de la figure 12

Le tableau N°10 présente les caractéristiques générales du pilote d'ultrafiltration:

Température maximale du système	95 °C
Viscosité maximale	900 Cps
Pression maximale du système	8 bars
Volume de la cuve	25 litres
Surface membrane ceraver 0,05 µm minérale	0,2 m ²
Puissance installée	4,1 KW

Tableau N°10: Caractéristiques générales de l'unité MICROLAB 130 S [34]

I.1.2. Membrane d'ultrafiltration:

La membrane utilisée lors de notre étude est une membrane minérale CERAVÉR de diamètre de pores 500 Angströms.

Elle est constituée d'un support et d'une membrane proprement dite ou couche active. (voir figure 13)

a- Le support:

Le support de structure macroporeuse très perméable et très solide est constitué d'alumine α . Il comporte un bloc poreux tubulaire percé de 19 canaux parallèles dont la surface intérieure est revêtue de la membrane.

Le diamètre des pores du support est d'environ 15 µm. Le diamètre d'un canal est de 4 mm.

Comme l'indique la figure 14, le liquide à filtrer circule dans chacun des canaux; le perméat s'écoule à travers la membrane, traverse le support entre les canaux et sort par la surface latérale extérieure.

Cette géométrie multicanal présente l'avantage d'une très grande robustesse. De plus, la réalisation de canaux de petits diamètres permet un faible débit de recirculation dans la boucle de filtration, une faible consommation d'énergie et un faible volume mort.

Caractéristiques du support:

Composition: α .Al₂O₃.

Diamètre moyen des pores: 15 µm.

Diamètre du canal: 4 mm.

Nombre de canaux: 19.

Longueur: 850 mm.

Surface utile de membrane: 0,2 m².

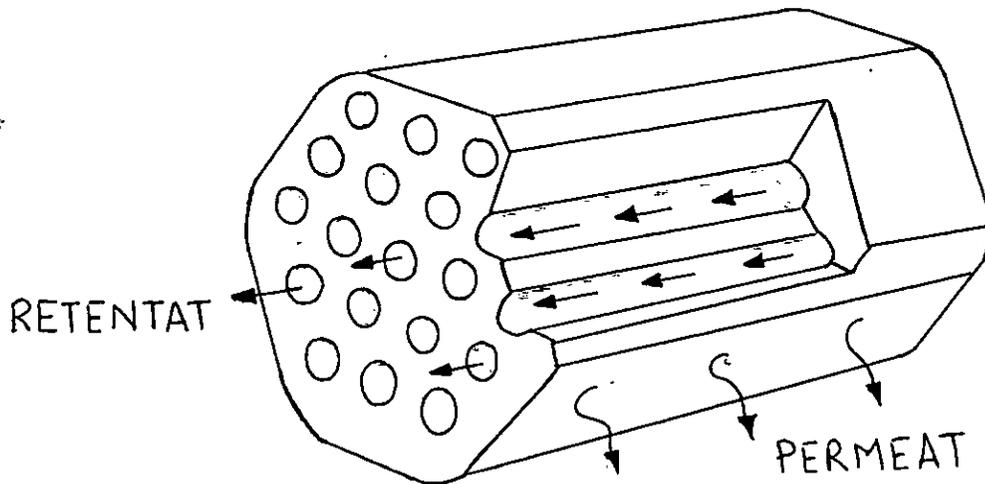
Pression d'éclatement: >100 bars.

Une membrane mince en céramique.

Un support céramique à porosité grossière.



— FIG 13 : Photographie au microscope électronique
...d'une coupe du support et de la membrane



. FIG 14 : Principe de la filtration tangentielle
dans un multicanal [34]

b- La couche active:

La couche active est liée au support de façon monolithique par frittage. Le diamètre des pores moyen de cette couche est de 500 Å.

Caractéristiques de la couche active:

Composition: oxydes métalliques à base de zircone.

Diamètre moyen de pores: 500 Å.

Résistance chimique: très bonne.

Gamme de pH supportée: 0,5 - 13,5.

I.1.3. Module d'ultrafiltration:

Le module d'ultrafiltration est un carter cylindrique en acier inoxydable 316L dans lequel est glissée la membrane.

Il permet la collecte du perméat par deux sorties latérales. Son montage dans le circuit hydraulique est facilité par des colliers de serrage.

I.2. Centrifugeuse:

La séparation du sang en plasma et cruor a été réalisée dans une centrifugeuse BECKMAN Model J2.21 Centrifuge.

D'une contenance moyenne de 320 ml, elle atteint une vitesse maximale de 20000 tours/minute. Elle est dotée d'un variateur de vitesse, d'une minuterie, d'un système de freinage et de refroidissement.

II. Méthodes:

II.1. Fonctionnement du dispositif d'ultrafiltration à concentration constante:

Le calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane, ainsi que le tracé des courbes de polarisation se réaliseront suivant ce type de procédé (voir figure 15)

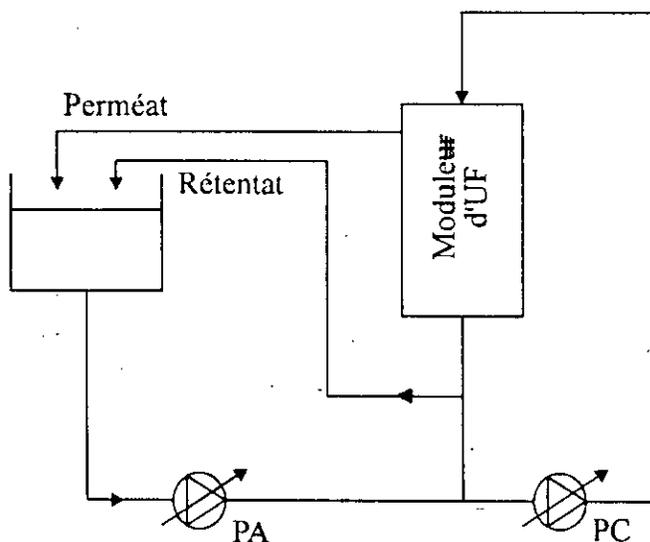


Figure 15: Fonctionnement du dispositif d'ultrafiltration à concentration constante.

* Calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane:

Pour réaliser ce calcul, nous avons le choix entre travailler en statique (seule la pompe d'alimentation fonctionne) ou en circulation (les deux pompes fonctionnent).

Nous avons préféré le mode statique et suivi les directives ci-dessous:

- 1) remplir la cuve d'alimentation d'eau froide en dirigeant les sorties concentrat et perméat sur la cuve.
- 2) Ouvrir la vanne d'alimentation VP₁ et la vanne de réglage de pression VM₄.
- 3) Mettre en marche la pompe d'alimentation.
- 4) Régler la vanne de réglage de pression VM₄.
- 5) Pour chaque pression ΔP fixée, effectuer un empotage, c'est à dire noter le temps t nécessaire pour remplir un volume V de perméat.

* Tracé des courbes de polarisation:

Le tracé des courbes de polarisation se fait également à concentration constante. Le protocole à suivre est le suivant:

- 1) Mettre en marche le cryostat et l'échangeur de chaleur.
- 2) Remplir la cuve d'alimentation avec 5 l de plasma, en dirigeant les sorties concentrat et perméat sur la cuve.
- 3) Ouvrir la vanne d'alimentation VP_1 et la vanne de réglage de pression VM_4 .
- 4) Régler les consignes de température.
- 5) Régler les alarmes de pression mini et maxi.
- 6) Fermer la vanne d'ouverture de la boucle VP_3 .
- 7) Démarrer la pompe d'alimentation.
- 8) Attendre l'obtention du débit de rétentat (500 l/h).
- 9) Ouvrir la vanne d'ouverture de la boucle VP_3 .
- 10) Démarrer la pompe de circulation et fixer le débit de recirculation désiré.
- 11) Faire varier la pression transmembranaire ΔP , à l'aide de la vanne de réglage de pression VM_4 , pour chaque débit de recirculation fixé.
- 12) Effectuer un empotage pour chaque pression fixée.

II.2. Fonctionnement du dispositif d'ultrafiltration en discontinu:

L'essai de concentration du plasma se déroulera selon cette méthode, illustrée par la figure 16.

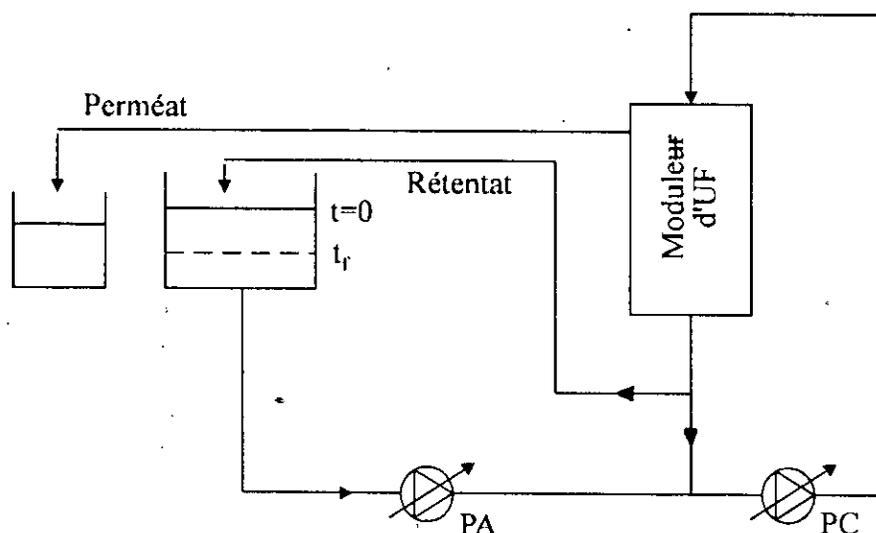


Figure 16: Fonctionnement du dispositif d'ultrafiltration en discontinu

Les divers points suivants sont alors réalisés dans l'ordre:

- 1) Mettre en marche le cryostat et l'échangeur de chaleur.
- 2) Remplir la cuve d'alimentation de plasma (dans notre cas 11,5 l y ont été introduits)
- 3) Ouvrir la vanne d'alimentation VP₁ et la vanne de réglage de pression VM₄.
- 4) Régler les consignes de température.
- 5) Régler les alarmes de pression mini et maxi.
- 6) Fermer la vanne d'ouverture de la boucle VP₃.
- 7) Démarrer la pompe d'alimentation.
- 8) Attendre l'obtention du débit de rétentat (500 l/h)
- 9) Ouvrir la vanne d'ouverture de la boucle VP₃.
- 10) Démarrer la pompe de circulation et fixer le débit de recirculation optimal.
- 11) Régler la vanne de réglage de pression VM₄ pour l'obtention de la pression transmembranaire optimale.
- 12) Recycler le perméat et le concentrat sur le bac pendant 15 mn.
- 13) Retirer la sortie du perméat afin d'éviter son recyclage dans le bac d'alimentation (t=0 mn).
- 14) Effectuer des empotages à différents instants pour la détermination du flux de perméat. Recueillir simultanément des échantillons de perméat et de concentrat pour connaître le taux de rejet et le facteur de concentration.

CHAPITRE V

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

I. Récolte et prétraitement du sang

II. Procédé d'ultrafiltration

II.1. Calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane neuve

II.2. Etude de l'influence des paramètres hydrodynamiques sur les performances de l'ultrafiltration du plasma

II.2.1. Influence de la pression et de la vitesse de recirculation sur le flux de perméat

II.2.2. Influence de débit de recirculation sur les pertes de charge

II.3. Bilan économique

II.4. Essai de concentration du plasma

II.5. Calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane après ultrafiltration du plasma

III. Régénération de la membrane

III.1. Préambule

III.2. Etudes antérieures sur la régénération des membranes minérales

III.3. Méthodes utilisées

IV. Impact du procédé d'ultrafiltration du plasma sur l'environnement

I. Récolte et prétraitement du sang:

Nous avons effectué la récolte du sang au niveau de l'abattoir d'Hussein Dey.

A la saignée de l'animal (mouton), le sang (environ 1 l par mouton), sortant par jets saccadés, était recueilli directement dans un bidon en plastique gradué où étaient mis préalablement 1 g d'EDTA (anticoagulant) et une pincée d'azoture de sodium (antibactérien).

En évitant tout mouvement brusque risquant de favoriser l'hémolyse, le sang encore chaud (37 °C) était transféré dans des jerricans en plastique de 5 l placés dans une glacière le temps du transport. Il était alors conservé dans un réfrigérateur à 4 °C pendant quelques jours.

Nous avons récolté de cette manière, après plusieurs déplacements à l'abattoir, 50 l de sang.

Le sang, ainsi additionné d'un anticoagulant, est prêt à subir une séparation en plasma et cruor. Cette séparation possible grâce à la différence de densité du plasma (1,03) et du cruor (1,09) est réalisée dans une centrifugeuse à 10000 tours/minute pendant 10 mn.

Le plasma recueilli, soit 2/3 du volume initial de sang, présente les caractéristiques que résume le tableau N°11:

Couleur	Rougeâtre au lieu de jaune (Hémolyse)
pH	7,5
Viscosité à 25 °C (Cps)	1,152
DBO ₅ (mg d'O ₂ /l)	85000
Concentration en protéines (g/l)	70

Tableau N°11: Principales caractéristiques du plasma recueilli

II. Procédé d'ultrafiltration:

Avant d'effectuer la concentration du plasma par ultrafiltration il est nécessaire de déterminer les conditions opératoires optimales des différents paramètres mis en jeu.

Préalablement, nous débiterons nos expériences par le calcul de la perméabilité au solvant de la membrane neuve. Cette perméabilité jouera le rôle de référence tout le long de notre étude.

Nous analyserons l'influence des paramètres hydrodynamiques sur le flux de perméat puis nous procéderons à l'optimisation, d'un point de vue économique, du procédé d'ultrafiltration.

Une fois ces travaux réalisés et les conditions optimales déterminées, nous réaliserons l'essai de concentration.

II.1. Calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane neuve:

Le calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane neuve CERAVER 500 Å revient à établir la variation du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire appliquée.

Le mode opératoire est indiqué au chapitre précédent, paragraphe: Méthodes.

Si A est la surface active de la membrane (0,2 m²); t et V sont respectivement le temps et le volume d'empotage. Le flux de perméat J_V sera déduit de la formule:

$$J_V = \frac{V}{A t} \quad (5-1) \quad (\text{en l/h.m}^2)$$

La perméabilité L_p est donnée par:

$$L_p = \frac{J_V}{\Delta P} \quad (5-2) \quad (\text{en l/h.m}^2 \cdot \text{bar})$$

Seulement la perméabilité est une valeur fixe, caractéristique de la membrane que si elle est associée à une température.

Afin de mieux situer l'influence de la température, nous avons déterminé la perméabilité à T=24 °C et T=28 °C.

Les tableaux N°12 et N°13 résument les résultats obtenus:

T=24 °C

ΔP (bar)	0,5	0,59	0,81	0,935
t(s)	13	10,5	7,5	5,9
J _V (l/hm ²)	346,15	428,57	600	762,71

Tableau N°12: Variation du flux de solvant en fonction de la pression transmembranaire à T=24 °C

T=28 °C

ΔP (bar)	0,78	0,865	1,085	1,335
t(s)	7,7	6,7	5,2	4,3
J_V (l/hm ²)	584,41	671,64	865,38	1046,51

Tableau N°13: Variation du flux de solvant en fonction de la pression transmembranaire à T=28 °C

Le temps t noté précédemment correspond à un volume d'empotage V de 250 ml.

$$\Delta P \text{ est donnée par: } \Delta P = \frac{P_{T_1} + P_{T_2}}{2} \quad (5-3)$$

P_{T_1} et P_{T_2} étant respectivement les pressions d'entrée et de sortie du module d'ultrafiltration.

En traçant $J_V = f(\Delta P)$ pour chaque température, on obtient 2 droites passant par l'origine, représentées sur la figure 17.

La détermination de la pente d'une droite donne la perméabilité à l'eau de la membrane neuve, à la température correspondante.

Les résultats sont les suivants:

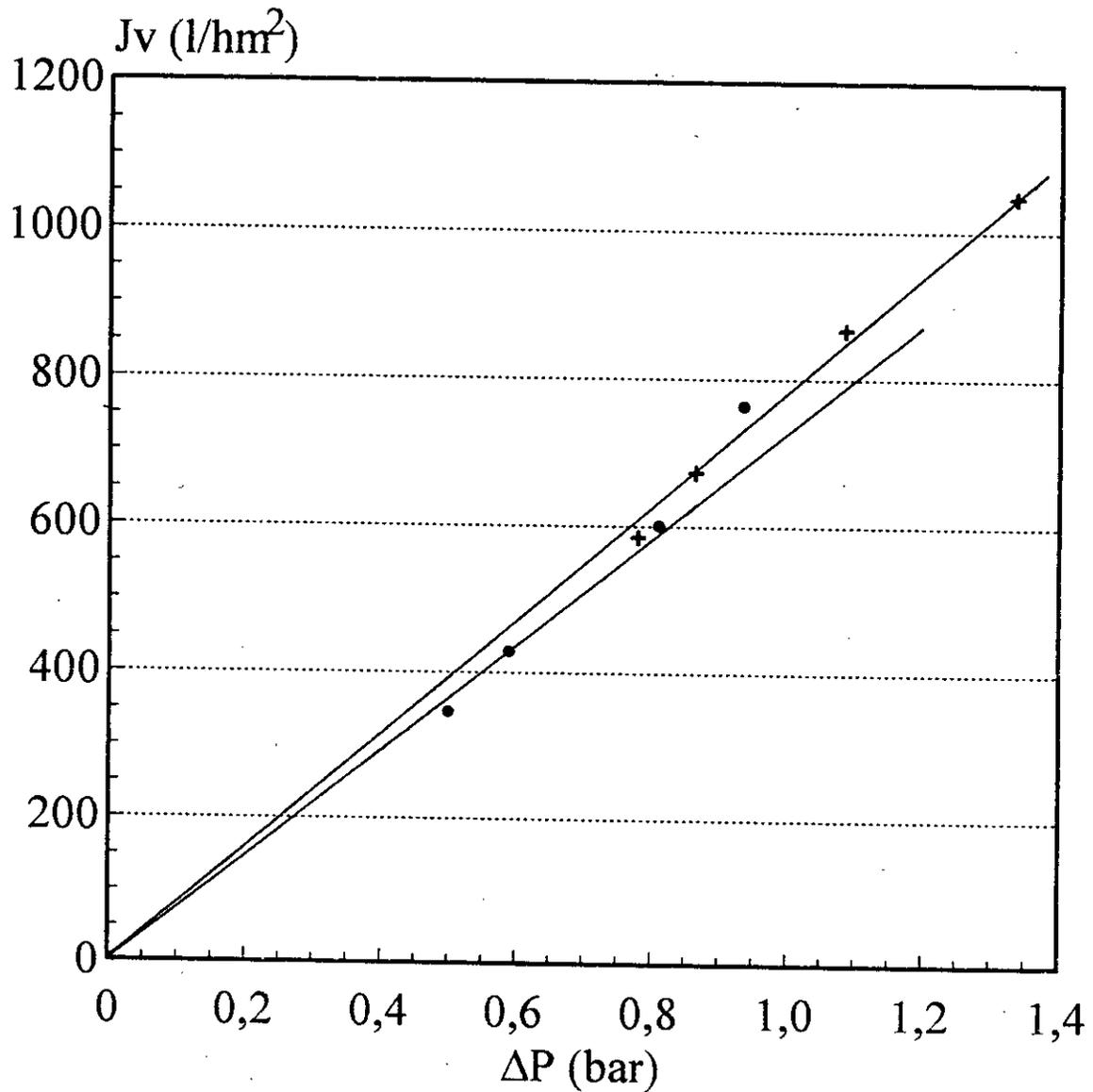
$$L_P = 740 \quad 1/h.m^2.bar \quad \text{à } T = 24 \text{ °C}$$

$$L_P = 775 \quad 1/h.m^2.bar \quad \text{à } T = 28 \text{ °C}$$

Nous signalons donc, une augmentation de la perméabilité de l'ordre de 5% pour une augmentation de la température de 4 °C.

Etant donné qu'une élévation de température conduit à une diminution de la viscosité, les résultats obtenus sont donc conformes à la loi de POISEUILLE (3-1) où il est prédit qu'une plus faible viscosité induit un flux de perméat plus important.

Figure 17 : Evolution du flux de solvant en fonction de la pression transmembranaire pour la membrane neuve à 2 températures



• T=24 °C + T=28 °C

Membrane CERAVÉR 500 Å

II.2 Etude de l'influence des paramètres hydrodynamiques sur les performances de l'ultrafiltration du plasma:

II.2.1 Influence de la pression et de la vitesse de recirculation sur le flux de perméat:

La réalisation de cette étape nécessite un fonctionnement du dispositif à concentration constante. En effet seuls les paramètres hydrodynamiques (pression transmembranaire, vitesse de recirculation) doivent varier.

Un changement de la concentration de la charge au cours de l'expérience fausserait nos interprétations.

La concentration constante est maintenue en dirigeant les sorties de perméat et concentrat vers le bac d'alimentation, comme l'indique la figure 15. De la même façon, le pH et la température doivent demeurer constants.

Le but de l'expérience est le tracé des courbes de polarisation $J_V = f(\Delta P)$ pour chaque vitesse de recirculation U . La marche à suivre est détaillée au chapitre IV, paragraphe: Méthodes.

En bref, pour chaque débit de recirculation fixé, nous faisons varier la pression transmembranaire (dans l'ordre croissant) et nous réalisons au fur et à mesure des empotages. Nous traçons alors $J_V = f(\Delta P)$.

Après chaque tracé de courbe, le passage à un nouveau débit de recirculation doit être impérativement précédé d'une régénération de la membrane, sans quoi les résultats ne seraient plus représentatifs.

Les tableaux N°14, N°15, N°16 et N°17 reprennent en détails les résultats obtenus.

Le temps d'empotage t correspond à un volume V de 250 ml. La température moyenne des expériences est de 25 °C.

La concentration du plasma est de 70 g/l et son pH de 7,5.

Pour $Q_V = 5,1 \text{ m}^3 / \text{h} \rightarrow U = 6 \text{ m/s}$

P_{T_1} (bar)	1,87	2,19	2,45	2,75	3,07	3,77	4,43	4,79
P_{T_2} (bar)	0,25	0,56	0,9	1,23	1,59	2,33	3,03	3,41
ΔP (bar)	1,06	1,375	1,675	1,99	2,33	3,05	3,73	4,1
t(s)	137,4	126,3	114,7	106,3	97,9	93	92,5	94
J_V (l/h.m ²)	32,75	35,63	39,23	42,33	45,96	48,39	48,65	47,87

Tableau N°14: Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation U de 6 m/s.

Pour $Q_V = 4,3 \text{ m}^3 / \text{h} \rightarrow U = 5 \text{ m/s}$

P_{T_1} (bar)	1,63	1,99	2,28	2,56	2,86	3,35	3,56	4,06	4,63
P_{T_2} (bar)	0,45	0,83	1,13	1,44	1,74	2,26	2,44	3	3,52
ΔP (bar)	1,04	1,41	1,705	2	2,3	2,805	3	3,53	4,075
t(s)	220,1	193,3	147,5	137,1	113,1	100	97,4	83,3	100,7
J_V (l/h.m ²)	20,44	23,28	30,51	32,83	39,79	45	46,2	54,02	44,69

Tableau N°15: Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation U de 5 m/s.

Pour $Q_V = 2,6 \text{ m}^3 / \text{h} \rightarrow U = 3 \text{ m/s}$

P_{T_1} (bar)	1,67	2	2,26	2,53	3,2	3,81
P_{T_2} (bar)	1,18	1,53	1,79	2,06	2,74	3,37
ΔP (bar)	1,425	1,765	2,025	2,295	2,97	3,59
t(s)	272,7	235	172,5	140	147,5	150
J_V (l/h.m ²)	16,5	19,15	26,09	32,14	30,51	30

Tableau N°16: Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation U de 3 m/s.

Pour $Q_V = 1,29 \text{ m}^3 / \text{h} \rightarrow U = 1,5 \text{ m/s}$

P_{T_1} (bar)	1,88	2,08	2,57	4,11	4,22
P_{T_2} (bar)	1,72	1,93	2,43	3,98	4,09
ΔP (bar)	1,8	2,005	2,5	4,045	4,155
t(s)	319,3	337,5	323,8	211,5	346,4
J_V (l/h.m ²)	14,09	13,33	13,9	21,28	12,99

Tableau N°17: Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation U de 1,5 m/s.

La relation entre le débit et la vitesse de recirculation est donnée par l'équation:

$$U = \frac{Q_V}{S N} \quad (5-4)$$

N: nombre de canaux de la membrane d'ultrafiltration (N=19)

S: section d'un canal (m²); $S = \pi R^2$ avec $R = 2 \text{ mm}$

Q_V : débit de recirculation (m³ / s)

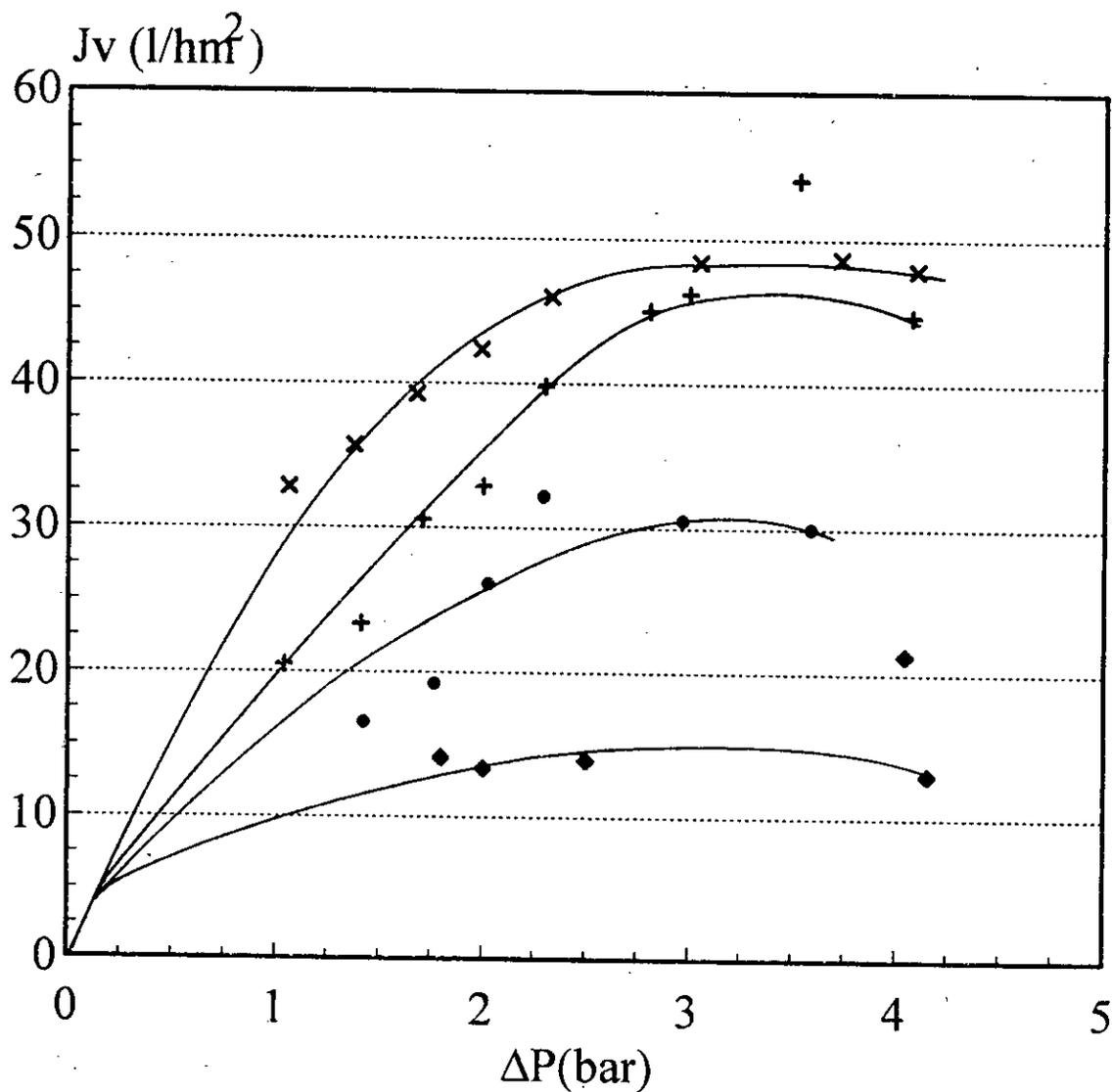
U: vitesse de recirculation (m / s)

L'analyse de la figure 18 qui représente les courbes de polarisation conduit aux déductions suivantes:

Pour une pression opératoire faible (inférieure à 0,2 bar) le flux de perméat croît linéairement avec la pression et est indépendant de la vitesse de recirculation. Cette première phase observée est très courte. Elle devance apparemment l'apparition des phénomènes d'adsorption et de polarisation de concentration primaire. A partir de 0,2 bar, le flux croît moins vite et devient fortement influencé par la vitesse de recirculation.

Cette seconde phase correspond à la réalisation de l'adsorption et à la constitution au niveau de la membrane d'une couche de polarisation primaire. Suit alors une troisième phase relative à la formation d'une couche de gel sur la membrane. La pression à partir de laquelle cette couche de gel ou couche de polarisation secondaire s'établit est plus difficile à visualiser. Au cours de cette dernière étape, l'augmentation de pression n'a plus d'incidence sur le flux de perméat qui reste constant.

Figure 18: Influence de la vitesse de recirculation et de la pression transmembranaire sur le flux de perméat



×	U=6 m/s	•	U=3 m/s
+	U=5 m/s	♦	U=1,5 m/s

Membrane CERAVER 500 Å
 T=25°C Co=70g/l pH=7,5

En règle générale:

- L'augmentation de la vitesse de recirculation a une influence bénéfique sur le flux d'ultrafiltrat.
- Au delà, de la zone de polarisation primaire, l'influence de l'élévation de la pression devient négligeable et n'est plus rentable d'un point de vue économique.

Remarque:

La température avait tendance à augmenter rapidement, en particulier pour les grandes vitesses de recirculation. L'échangeur de chaleur était parfois incapable de la maintenir constante; et ce n'était qu'un apport supplémentaire de glace dans le cryostat qui permettait de l'abaisser.

La température de 25 °C est une température moyenne.

Les écarts de température signalés sont vraisemblablement à l'origine des points aberrants sur les courbes.

II.2.2. Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge:

Les pertes de charge ΔP_F représentent l'énergie qui est perdue par le fluide au moment où il traverse la membrane.

$$\Delta P_F = P_{T_1} - P_{T_2} \quad (5-5)$$

Pour un débit de recirculation donné, les pertes de charge sont pratiquement invariables et ce, pour quelque soit la pression transmembranaire appliquée.

Le tableau N°18 associe à chaque débit de recirculation, la perte de charge correspondante. Deux types de fluide ont été testés: l'eau et le plasma ($C_0=70$ g/l et $pH=7,5$)

EAU	Q_V (m ³ / h)	1,7	2,6	3,4	4,3	5,1
	ΔP_F (bar)	0,2	0,4	0,65	1	1,34
PLASMA	Q_V (m ³ / h)	1,29	2,6	4,28	5,1	-
	ΔP_F (bar)	0,14	0,47	1,12	1,5	-

Tableau N°18: Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge lors de l'ultrafiltration de l'eau et du plasma à $T=25$ °C

Nous constatons lors du tracé de $\Delta P_F = f(Q_V)$ (figure 19) que les pertes de charge augmentent d'une manière exponentielle avec les débits de recirculation. Donc, que ce soit pour l'eau ou le plasma, plus le débit de recirculation est important plus la perte de charge et donc d'énergie l'est aussi. En effet, la turbulence croît avec le débit. Cependant, pour un même débit de recirculation, la perte de charge est plus importante pour le plasma que pour l'eau. Ceci est certainement dû à la différence de viscosité entre le plasma et l'eau.

Il est possible de trouver une relation linéaire entre les pertes de charge et le débit de recirculation en traçant:

$$\text{Ln } \Delta P_F = f(-\text{Ln } Q_V) \quad (\text{figure 20})$$

Que ce soit pour l'eau ou pour le plasma, nous obtenons une droite qui ne passe pas par l'origine, d'équation générale:

$$\text{Ln } \Delta P_F = \text{Ln } \alpha + n \text{Ln } Q_V \quad (5-6)$$

ou

$$\Delta P_F = \alpha Q_V^n \quad (5-7)$$

Ce qui donne:

$$\text{Pour l'eau: } \Delta P_F = 1,045 \cdot 10^{10} Q_V^{1,72} \quad (5-8)$$

$$\text{Pour le plasma: } \Delta P_F = 0,846 \cdot 10^{10} Q_V^{1,67} \quad (5-9)$$

avec ΔP_F en Pascal et Q_V en m^3/s

Nous avons vu lors de l'étude de l'influence de la vitesse de recirculation sur le flux de perméat que l'élévation de la vitesse augmentait avantageusement le flux.

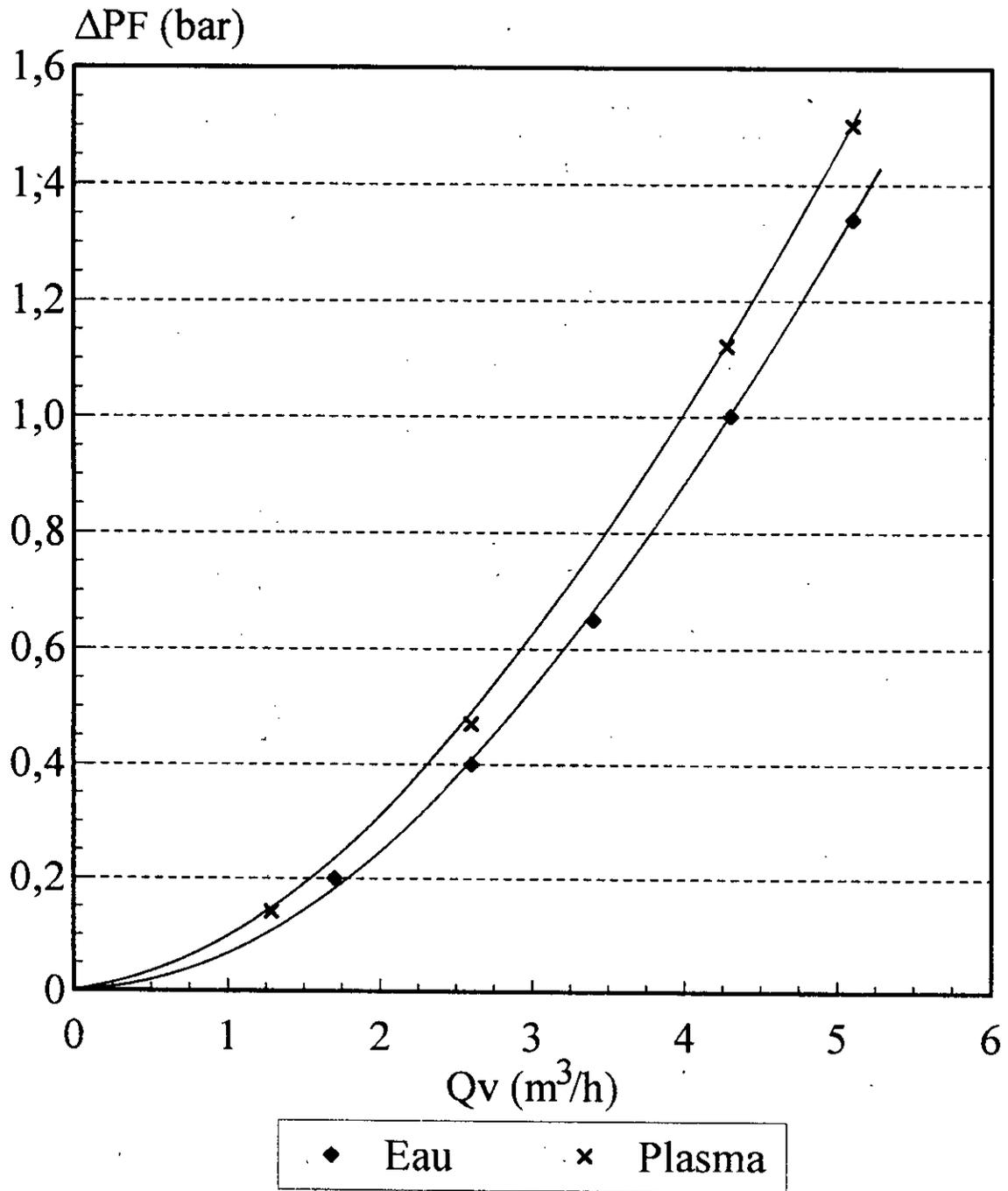
Il s'avère maintenant que la vitesse élève également les pertes de charge et donc les dépenses d'énergie. La nécessité d'effectuer un bilan économique devient incontestable.

II.3. Bilan économique:

Soit K le coût global de l'opération d'ultrafiltration par unité de temps. SHEN et PROBSTEIN [23] le définissent comme étant la somme de trois termes:

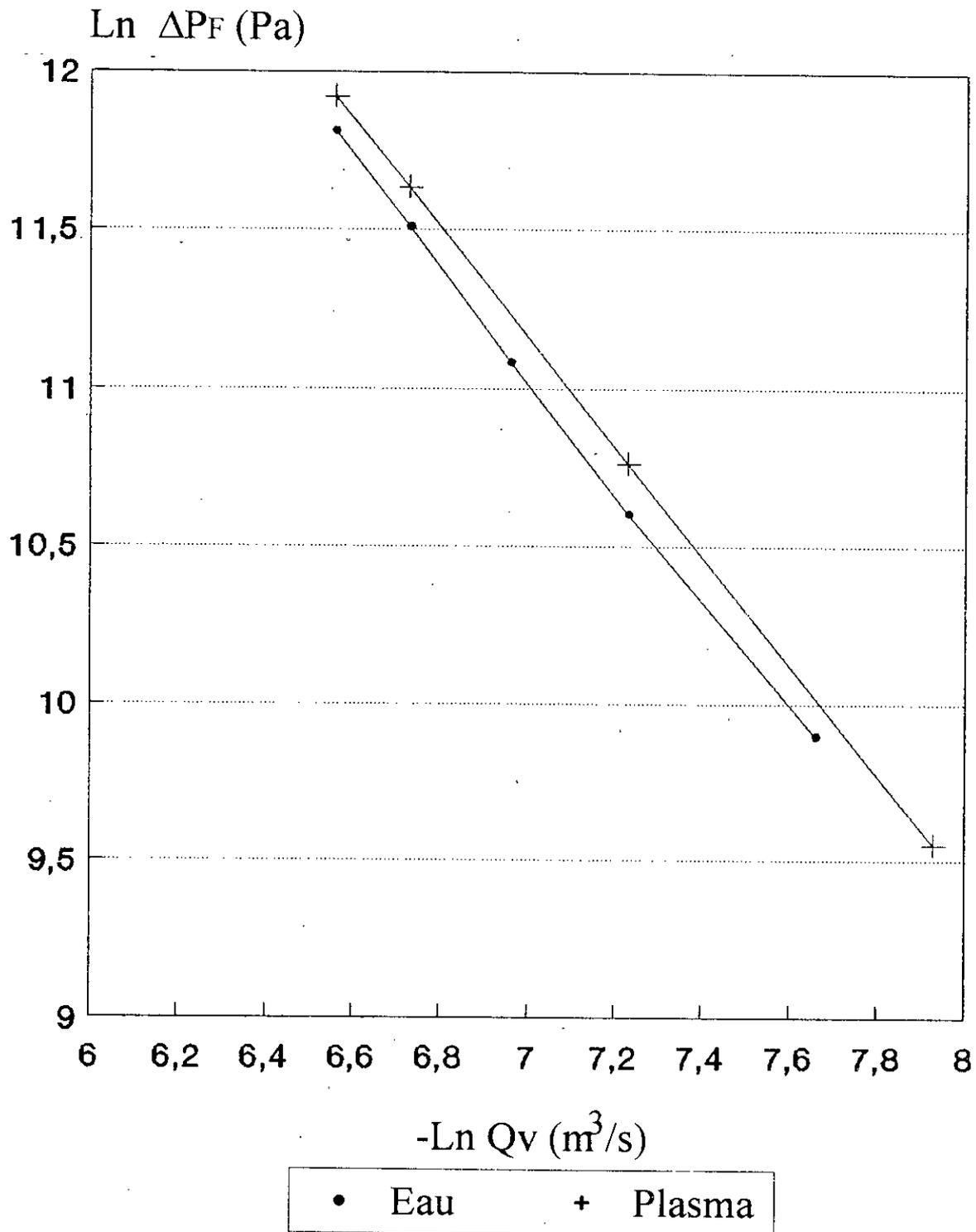
- Le coût de l'investissement que l'on suppose en première approximation proportionnel à la surface A de la membrane ($K_c A$)
- Le coût de l'énergie de pompage dû aux pertes de charge ($K_p Q_V \Delta P_F$)
- Le coût de l'énergie de pompage dû à la chute de pression ΔP que subit le perméat à travers la membrane ($K_p Q_p \Delta P$)

Figure 19: Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge



Membrane CERAVER 500 Å (T=25 °C)

Figure 20: Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge



Membrane CERAVER 500 Å (T=25 °C)

L'étude de SHEN et PROBSTEIN n'inclut pas le coût du fluide utilisé, le coût d'enlèvement de l'effluent concentré, le coût de régénération de la membrane etc...

$$\text{Donc } K = K_c A + K_p Q_v \Delta P_F + K_p Q_p \Delta P \quad (5-10)$$

K : coût global de l'opération (Da/s)

K_c : coût en investissement par unité de temps et de surface (Da/m²s)

K_p : coût de l'énergie (Da/Joule)

Q_v : débit de recirculation (m³/s)

Q_p : débit de perméat (m³/s) ; $Q_p = J_v A$ (5-11) J_v : flux de perméat (m³/m².s)

ΔP : pression transmembranaire (Pa)

ΔP_F : perte de charge (Pa)

A : surface active de la membrane (m²)

D'après les équations (5-10) et (5-11) on obtient:

$$\frac{K}{Q_p} = K_p \Delta P + \frac{K_c}{J_v} \left(\frac{K_p Q_v \Delta P_F}{K_c A} + 1 \right) \quad (5-12)$$

Le but de notre travail, à ce niveau sera de déterminer les paramètres hydrodynamiques permettant un coût de l'opération K/Q_p (Da/m³) minimum.

Nous aurons donc à étudier l'influence de la pression transmembranaire ΔP et la vitesse de recirculation U sur le coût opératoire.

Les valeurs de K_c et de K_p adoptées sont celles déterminées par ABDESSEMED [23] pour une membrane CERAVER.

Le calcul de K_c est basé sur le prix de la membrane CERAVER et sa durée de vie (quatre ans):

$$K_c = 3,36 \cdot 10^{-4} \text{ Da / m}^2\text{s}$$

Le calcul de K_p est fondé sur le prix du kilowattheure électrique:

$$K_p = 8,61 \cdot 10^{-8} \text{ Da / Joule}$$

A partir des résultats déjà obtenus, évaluons pour chacune des pressions transmembranaires utilisées, l'influence de la vitesse de recirculation sur le coût K/Q_p et cela, à l'aide de la relation (5-12). Les résultats ainsi calculés sont mentionnés sur le tableau N°19.

vitesse de recirculation U (m/s)	1,5	3	5	6
Débit de recirculation Q_V (m ³ /s) 10^4	3,58	7,22	11,9	14,2
Pertes de charge ΔP_F (Pa) 10^{-5}	0,14	0,47	1,12	1,5
$\Delta P = 2 \cdot 10^5$ Pa				
flux de perméat J_V (m ³ /m ² s) 10^6	3,75	6,81	10	12,2
K/Q_p (Da/m ³)	90,19	51,50	39,35	35,07
$\Delta P = 2,5 \cdot 10^5$ Pa				
flux de perméat J_V (m ³ /m ² s) 10^6	4,03	8,19	11,7	13,2
K/Q_p (Da/m ³)	83,93	42,83	33,64	32,42
$\Delta P = 3 \cdot 10^5$ Pa				
flux de perméat J_V (m ³ /m ² s) 10^6	4,03	8,61	12,5	13,5
K/Q_p (Da/m ³)	83,94	40,75	31,5	31,71
$\Delta P = 3,5 \cdot 10^5$ Pa				
flux de perméat J_V (m ³ /m ² s) 10^6	3,89	8,33	12,5	13,5
K/Q_p (Da/m ³)	86,96	42,12	31,5	31,71

Tableau N°19: Variation du coût d'ultrafiltration K/Q_p selon la vitesse de recirculation U , pour différentes pressions transmembranaires

Traçons les courbes $K/Q_p = f(U)$ pour chaque pression transmembranaire (figure 21).

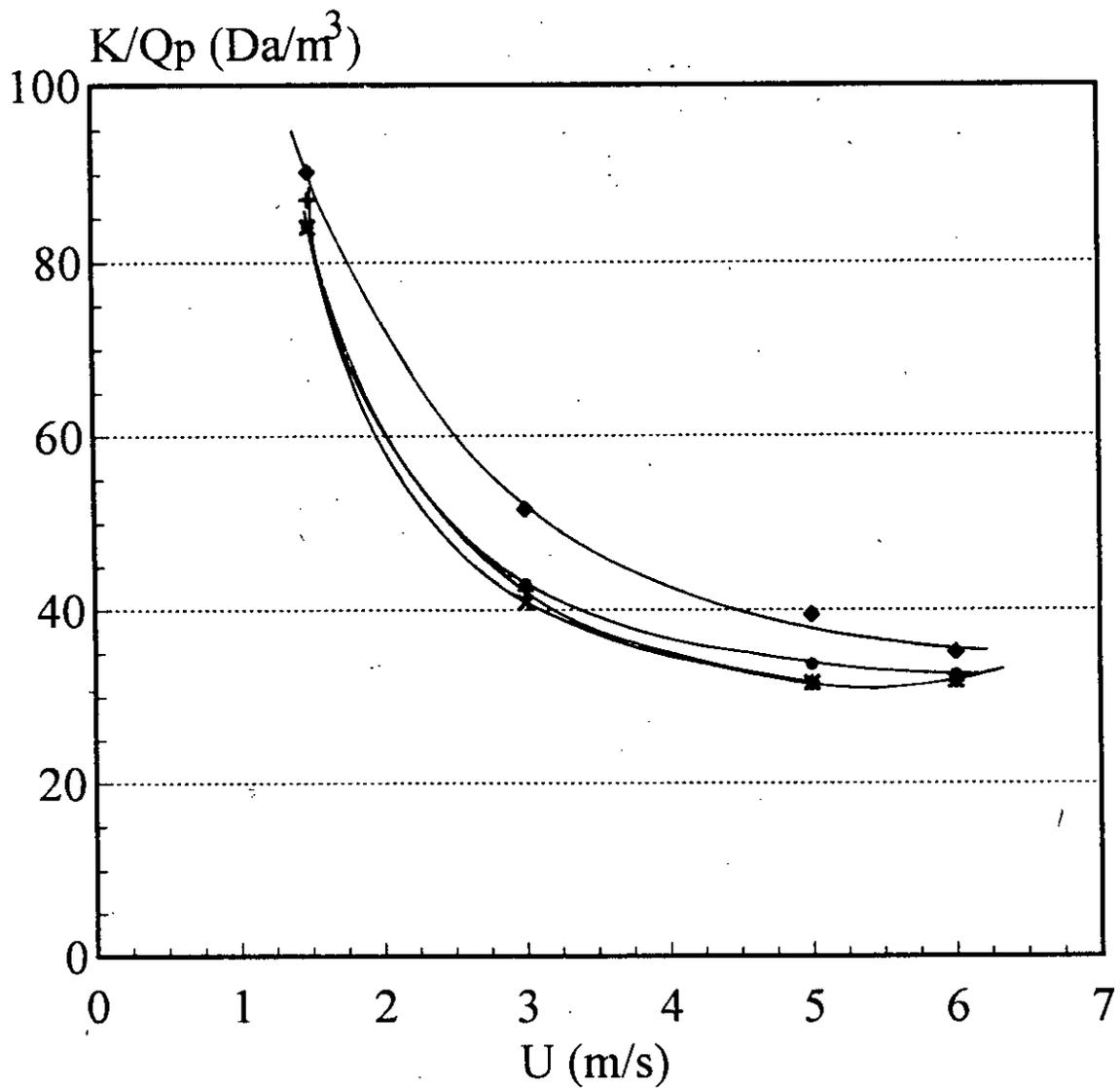
Les quatre courbes ont pratiquement la même allure.

Les coûts opératoires diminuent avec l'augmentation de la pression transmembranaire jusqu'à $\Delta P=3$ bars.

Le fonctionnement du dispositif pour une pression $\Delta P=3,5$ bars s'avère sensiblement plus coûteux que celui à une pression $\Delta P=3$ bars et ce pour quelque soit la vitesse de recirculation.

Ceci nous amène à penser qu'au delà de 3 bars, l'élévation de pression est inutile car plus onéreuse.

Figure 21: Influence de la vitesse de recirculation et de la pression transmembranaire sur le coût opératoire



\blacklozenge $\Delta P = 2$ bar	\times $\Delta P = 3$ bar
\bullet $\Delta P = 2,5$ bar	$+$ $\Delta P = 3,5$ bar

Membrane CERAVER 500 Å
 T=25°C Co=70g/l pH=7,5

On en déduit, ainsi, la pression optimale: $\Delta P=3$ bars.

Une élévation de la vitesse jusqu'à 6 m/s a conduit à une diminution du coût pour les pressions $\Delta P=2$ bars et $\Delta P=2,5$ bars, alors que pour les deux autres pressions testées $\Delta P=3$ bars et $\Delta P=3,5$ bars, un minimum est à signaler, à partir duquel le coût réaugmente progressivement. Ce minimum se situe à 5,4 m/s et représentera notre vitesse de recirculation optimale.

L'interprétation de la figure 21 mène aux déductions suivantes:

$(K/Q_p)_{\min} = 30,4 \text{ Da/m}^3$
$U_{\text{opt}} = 5,4 \text{ m/s}$
$\Delta P_{\text{opt}} = 3 \text{ bars}$

II.4. Essai de concentration du plasma:

Après avoir établi les conditions opératoires optimales de fonctionnement soient $\Delta P=3$ bars et $U=5,4$ m/s, pour une concentration initiale en protéines dans la charge de 70 g/l et une température de 25 °C, l'essai de concentration peut-être entamé.

Contrairement aux expériences précédentes qui s'effectuaient à concentration constante, la concentration des protéines plasmatiques nécessite un fonctionnement du dispositif d'ultrafiltration en discontinu (figure 16). La sortie rétentat est dirigée de nouveau vers la cuve d'alimentation alors que celle du perméat est recueillie à part.

La réalisation de l'expérience est précisée au chapitre précédent, au paragraphe: Méthodes.

Les résultats obtenus sont regroupés sur les tableaux N°20 et N°21.

temps d'ultrafiltration (mn)	0	5	8	12	17	22	27	37	48	50
temps d'empotage (s)	142	14,7	16,3	17,5	21,9	28,7	33,5	33,5	33,4	33,3
J_V (l/h m ²)	63,38	61,22	55,21	51,43	41,1	31,36	26,87	26,87	26,94	27,03
volume de perméat (ml)	0	900	1400	2100	3350	3850	4450	4850	5850	6100
FCV	1	1,08	1,14	1,22	1,41	1,5	1,63	1,73	2,03	2,13

Tableau N°20: Evolution du flux de perméat et du facteur de concentration volumique (FCV) au cours du temps d'ultrafiltration.

Remarque:

Le temps d'empotage noté correspond à un volume V de 50 ml.

temps d'ultrafiltration (mn)	0	5	8	12	17	22	27	37	48	50
concentration en protéines du rétentat (g/l)	70	72,37	74,10	78,95	90	98,68	101	107,89	119,3	139,91
concentration en protéines du perméat (g/l)	47,37	47	45,61	42,50	34,03	16,49	6,52	3,51	3,63	4,16
facteur de concentration FC	1	1,03	1,06	1,13	1,29	1,41	1,44	1,54	1,7	2
taux de rejet observé: R_{obs} (%)	32,33	35,06	38,45	46,17	62,19	83,29	93,54	96,75	96,96	97,03

Tableau N°21: Evolution du facteur de concentration (FC) et du taux de rejet observé au cours du temps d'ultrafiltration.

L'essai de concentration a duré 50 mn. le volume de plasma dans la cuve d'alimentation est passé de 11,5 l à 5,4 l d'où un facteur de concentration volumique final de 2,13. Le facteur de concentration volumique FCV est donné par la relation:

$$FCV = \frac{\text{Volume initial de plasma}}{\text{Volume final de plasma restant dans la cuve}}$$

L'évolution du flux de perméat en fonction du temps est représentée par la figure 22.

Dés le début de l'essai, on observe une diminution progressive du flux de perméat, ce dernier va passer en 50 mn de 63,38 l/hm² à 27,03 l/hm² d'où un abaissement d'environ 57%.

La décroissance du flux de perméat se fait simultanément au phénomène d'adsorption et à la formation d'une couche de polarisation de concentration au niveau de la membrane. Après 27 mn de concentration, la décroissance ralentit, le flux reste alors pratiquement constant.

Afin de mieux situer l'emprise de l'accroissement de la concentration au cours du temps, sur le flux de perméat, nous avons tracé $J_V = f(FC)$ (figure 23)

FC: facteur de concentration

$$FC = \frac{\text{Concentration en protéines du rétentat}}{\text{Concentration initiale en protéines de la charge}}$$

La figure 23 montre une décroissance rapide du flux de perméat lorsque le facteur de concentration passe de 1 à 1,45. Au delà de cette valeur, le flux de perméat demeure invariable. (A signaler que FC=1,45 est obtenu après environ 27 mn)

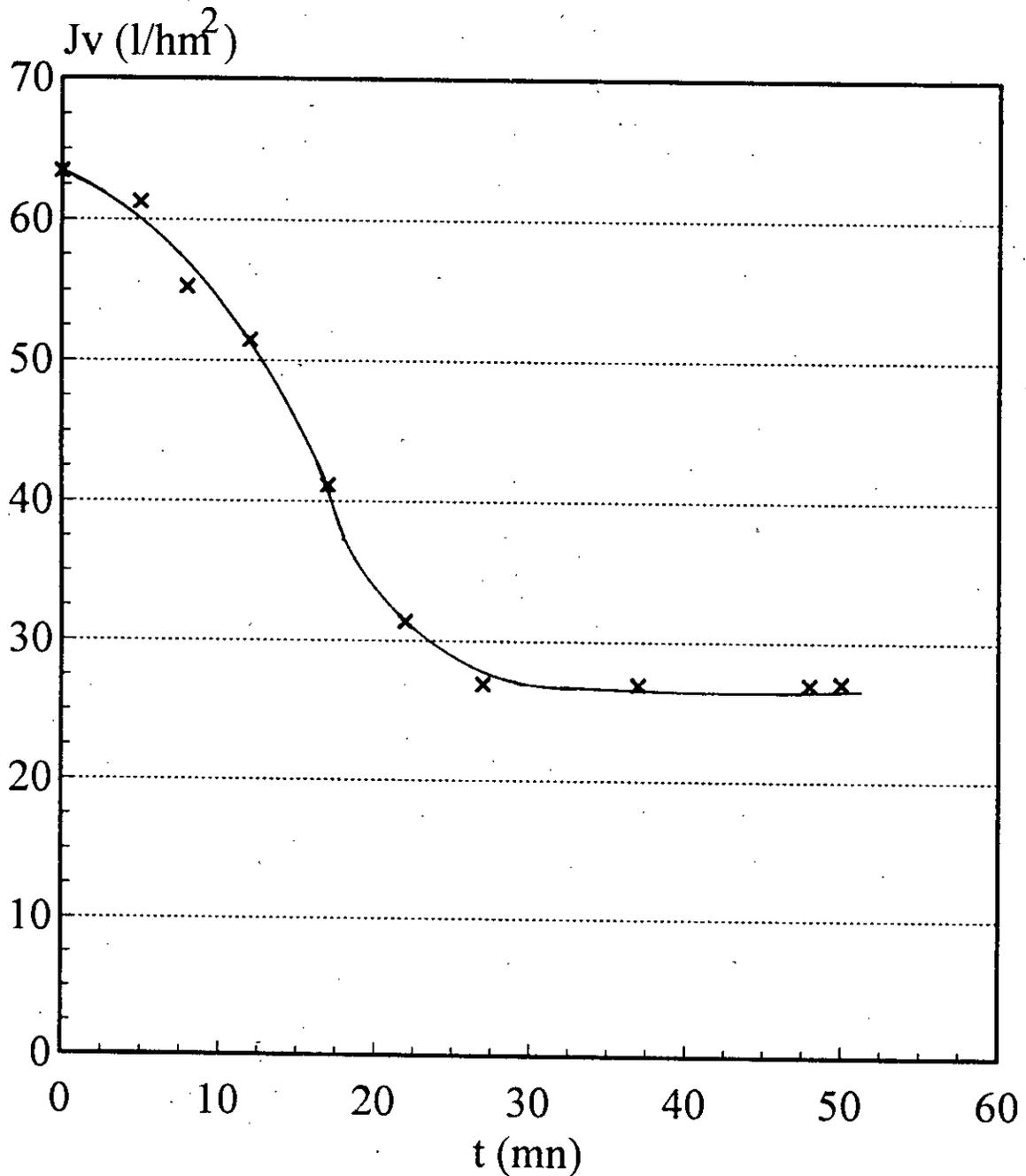
La décroissance du flux de perméat est une conséquence principale du phénomène d'adsorption et tout ce qu'il induit de réduction du diamètre des pores, d'effet stérique ...

La viscosité a également une influence non négligeable sur la décroissance du flux (loi de POISEUILLE (3.1)).

En effet, du début de l'essai à la fin, la viscosité dynamique du plasma est passée de 1,152 Cps à 2,222 Cps à 25 °C.

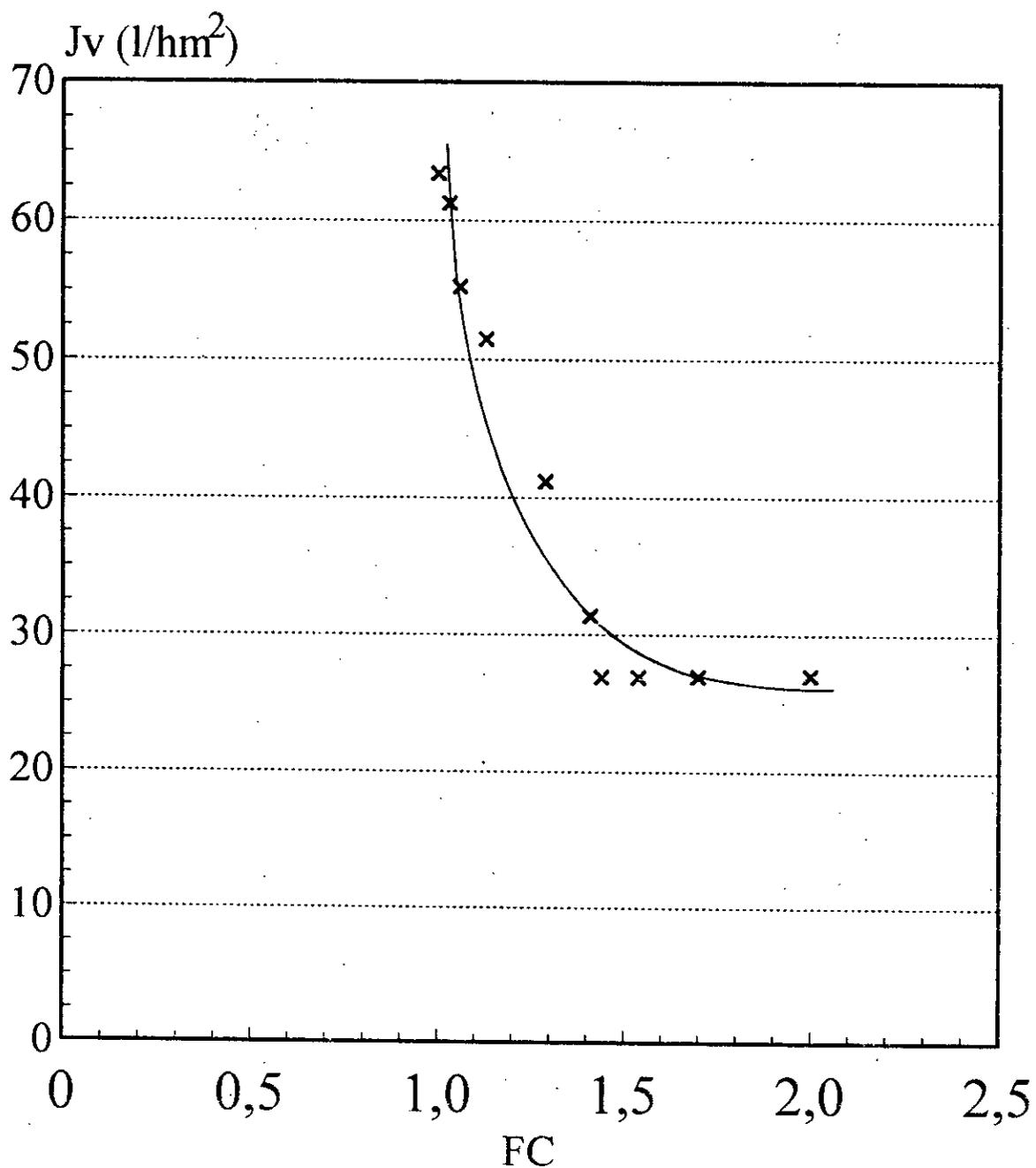
La figure 24 reproduit l'évolution du facteur de concentration en fonction du temps d'ultrafiltration.

Figure 22: Evolution du flux du perméat en fonction du temps d'ultrafiltration



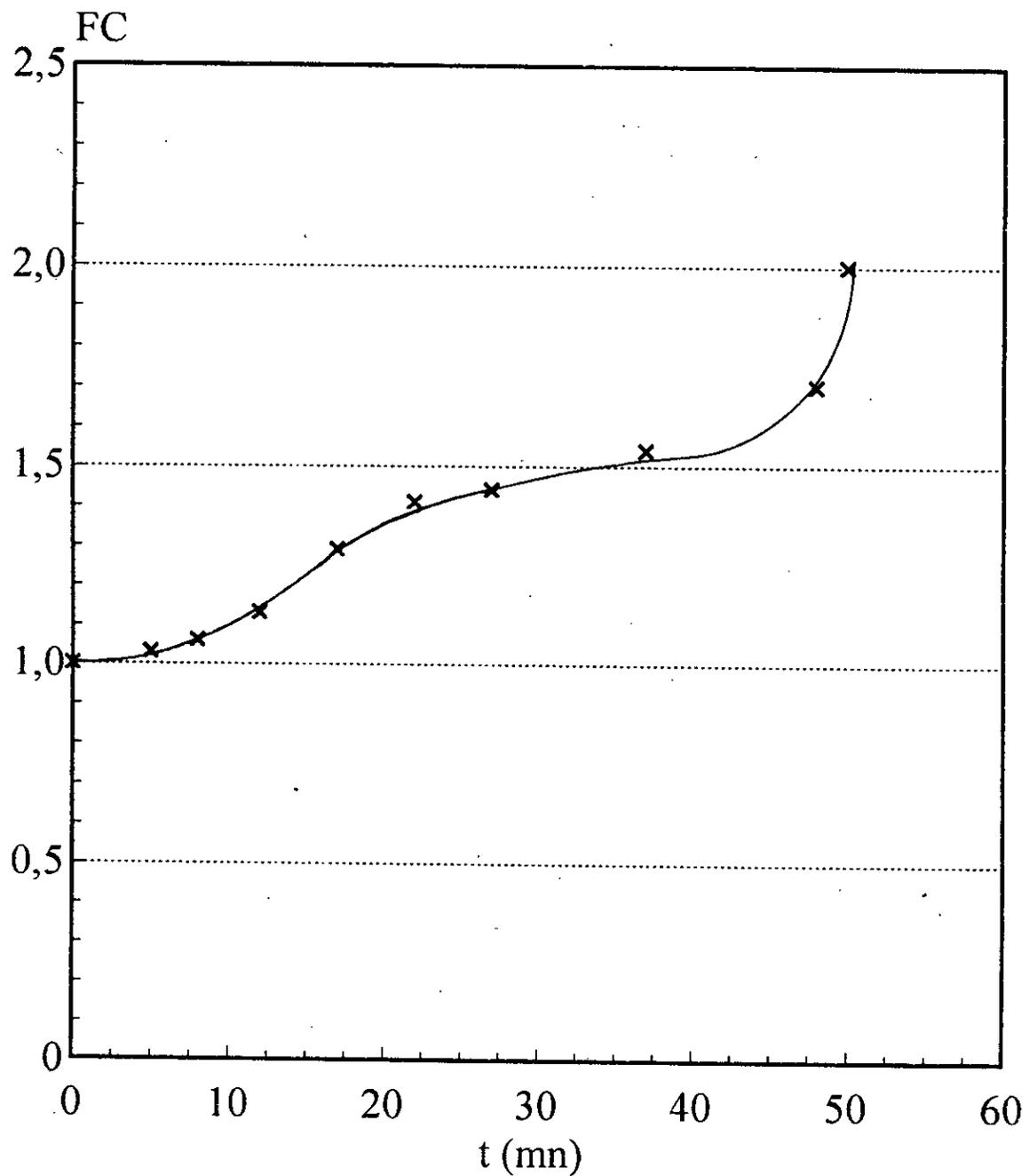
Membrane CERAVER 500 Å
T=25 °C Co=70 g/l pH=7,5 ΔP=3 bar U=5,4 m/s

Figure 23: Influence du facteur de concentration sur le flux de perméat



Membrane CERAVER 500 Å
 $C_o = 70\text{g/l}$ $\text{pH}=7,5$ $T=25\text{ °C}$ $\Delta P=3\text{ bar}$ $U=5,4\text{ m/s}$

Figure 24: Evolution du facteur de concentration en fonction du temps d'ultrafiltration



Membrane CERAVER 500 Å
Co = 70 g/l pH=7,5 T= 25°C ΔP=3 bar U=5,4 m/s

Nous sommes parvenus en 50 mn à doubler la concentration du plasma dans la cuve (FC=2).

Le volume mort (3,5 l) du système d'ultrafiltration nous permettait encore de continuer l'essai, seulement l'augmentation de température que l'échangeur de chaleur n'arrivait plus à maîtriser, nous a contraints à stopper l'expérience.

Pour ce qui concerne l'évolution du taux de rejet observé en fonction du temps, représentée par la figure 25, nous pouvons faire les interprétations suivantes:

Au début de l'essai la membrane n'est pas assez sélective, le taux de rejet observé est relativement faible. Ceci n'est pas incohérent, en effet, le diamètre moyen de pores de la membrane d'ultrafiltration est de 500 Å alors que le diamètre des protéines plasmatiques en l'occurrence celui de la sérum albumine (qui est la plus importante "40 à 45 g/l") est d'environ 75 Å [30].

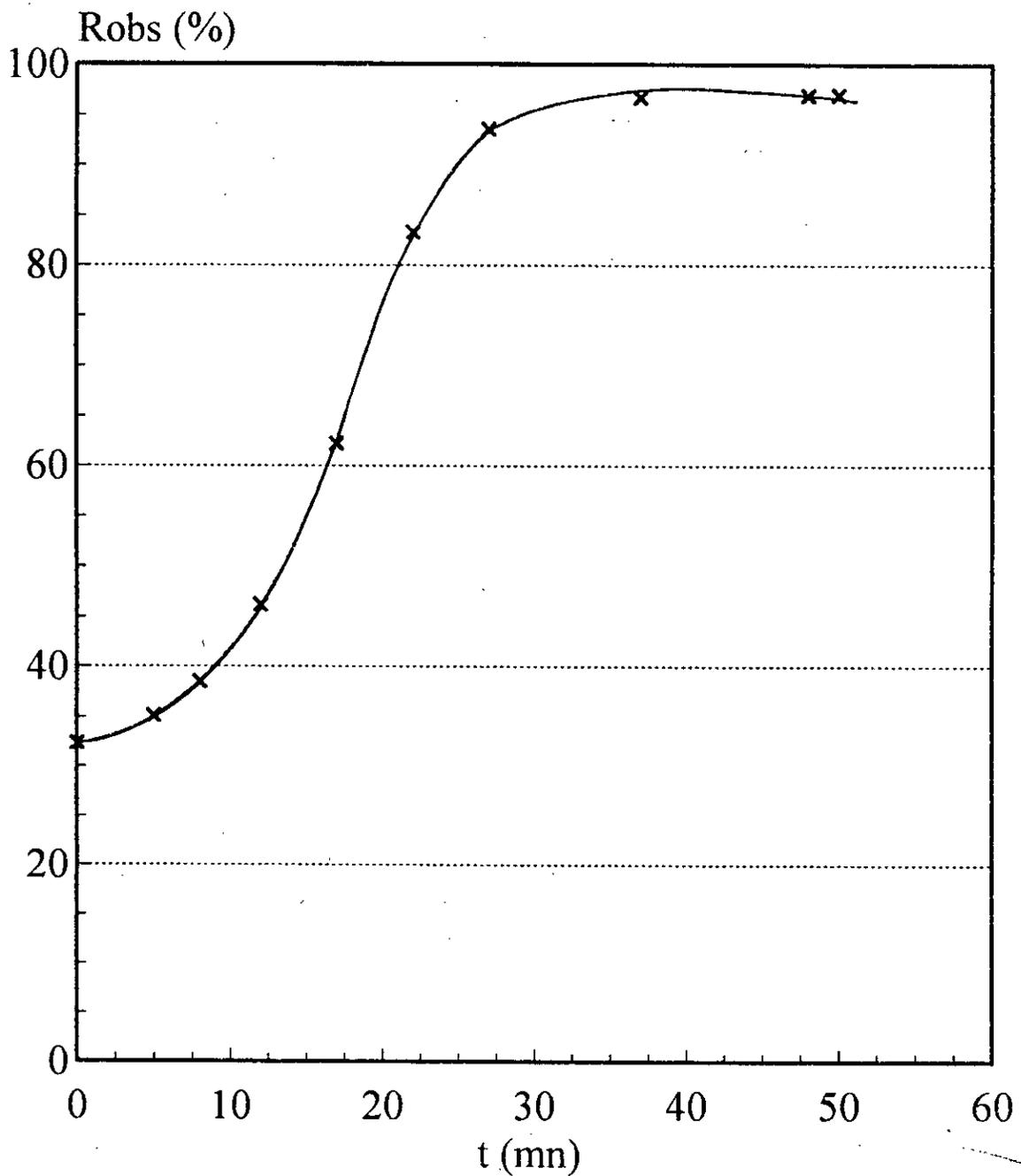
Le taux de rejet observé augmente au cours du temps jusqu'à atteindre après 27 mn une valeur de l'ordre de 94% ceci dérive vraisemblablement du phénomène d'adsorption qui réduit le diamètre de pores de la membrane. L'importance de la réduction du diamètre de pores peut être déduite du calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane après ultrafiltration (voir le paragraphe suivant).

A la fin de l'essai de concentration, le taux de rejet observé est de 97%, cela peut s'expliquer par la formation d'une couche de gel à l'interface membrane-fluide, créant un phénomène de membrane dynamique maintes fois observé, notamment par WATANABE [35] dans le cas de l'ultrafiltration de protéines solubles de poisson avec membranes en céramique à 500 Å.

Effectivement, à la porosité propre de la membrane se superpose celle de la couche déposée. C'est cette dernière qui assurera la séparation des protéines plasmatiques.

MEIRELES, AIMAR et SANCHEZ [36] ont montré que le rayon moyen des pores d'une membrane de seuil de coupure de 40000 daltons, initialement de 70 Å, atteint 36 Å après colmatage par de la sérum albumine.

Figure 25: Evolution du taux de rejet observé en fonction du temps d'ultrafiltration



Membrane CERAVER 500 A
Co = 70 g/l pH=7,5 T= 25°C ΔP=3 bar U=5,4 m/s

Il ressort des figures 22, 23, et 25 que le temps $t=27$ mn est un temps critique. Il représente apparemment la fin du régime transitoire pendant lequel ont lieu l'adsorption et le phénomène de polarisation de concentration primaire; et le début du régime permanent caractérisé par la formation d'une couche de gel ou couche de polarisation secondaire.

II.5. Calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane après ultrafiltration du plasma:

Après vidange de l'installation et évacuation du plasma qu'elle contenait, on procède au calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane après ultrafiltration. Le mode opératoire est identique à celui décrit lors de la détermination de la perméabilité à l'eau de la membrane neuve.

La figure 26 représente les résultats obtenus.
à $T=28$ °C

$$L_{p_0} = 775 \text{ l/h m}^2 \text{ bar} \rightarrow \text{avant ultrafiltration}$$

$$L_{p_1} = 17,2 \text{ l/h m}^2 \text{ bar} \rightarrow \text{après ultrafiltration}$$

La variation de la perméabilité, renseigne sur l'évolution du rayon de pores moyen de la membrane d'ultrafiltration. En effet, la loi de POISEUILLE (3-1) peut s'écrire:

$$L_p = \frac{N_p \pi r_p^4}{8 \mu e} \quad (5-13)$$

L_p : perméabilité

N_p : nombre de pores

r_p : rayon de pores moyen

μ : viscosité dynamique

e : épaisseur de la couche active

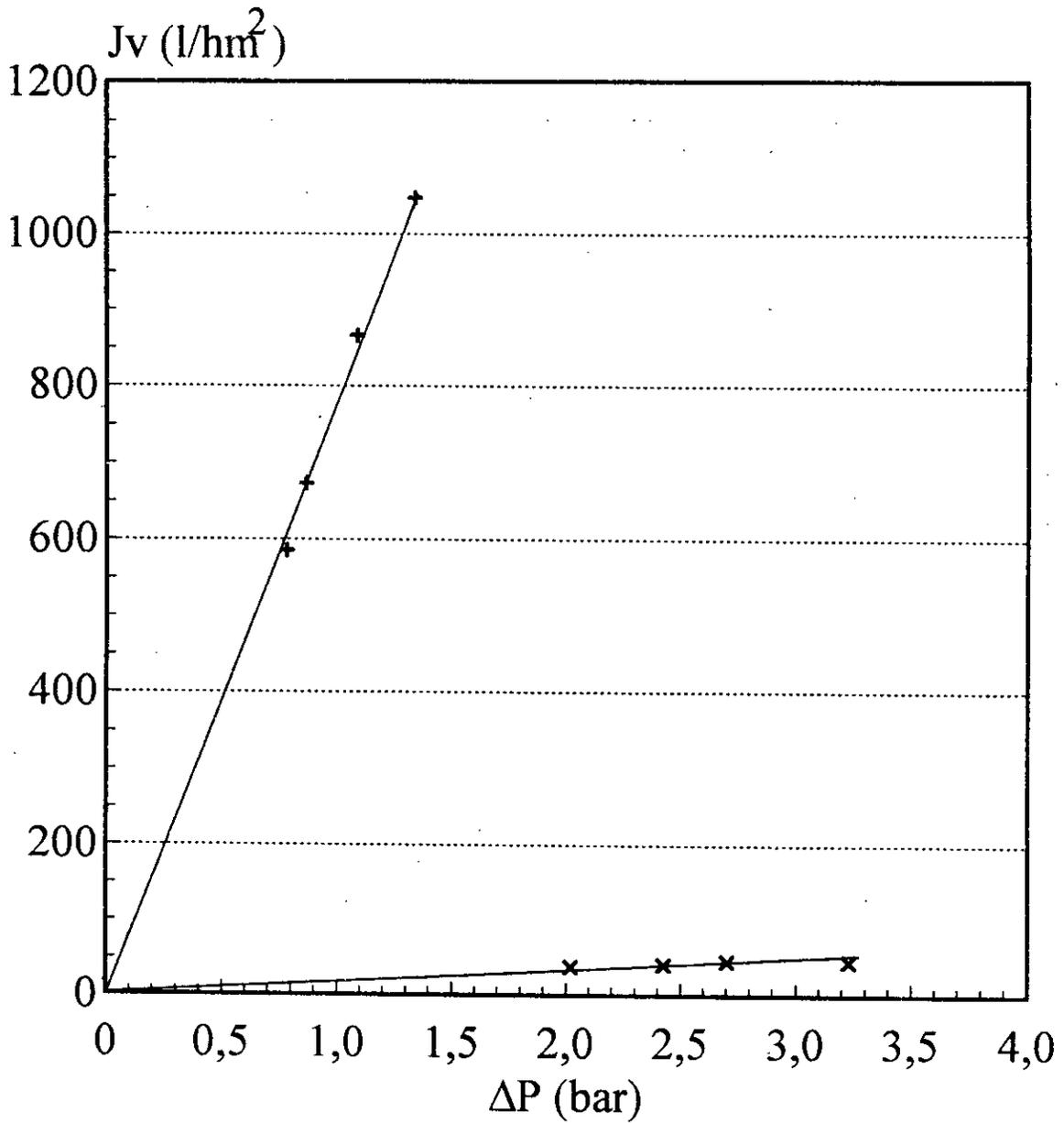
Si r_{p_0} est le rayon de pores moyen de la membrane neuve, soit 250 Å; et r_{p_1} le rayon de pores moyen de la membrane après ultrafiltration. On aura, d'après la relation (5-13):

$$\frac{L_{p_0}}{L_{p_1}} = \frac{r_{p_0}^4}{r_{p_1}^4} \quad (5-14)$$

d'où $r_{p_1} = 96$ Å

A la chute de la perméabilité de l'ordre de 98% correspond une diminution du rayon de pores de l'ordre de 62%.

**Figure 26: Courbes - Solvant -
Avant et Après ultrafiltration**



+ Avant UF x Après UF

Membrane CERAVER 500 Å
T= 28°C

Cette réduction du rayon de pores est la conséquence du phénomène d'adsorption des macromolécules à la surface de la membrane et à l'intérieur même des pores.

Cependant, cette réduction due à l'adsorption uniquement, n'explique toujours pas, le taux de rejet de 97% atteint à la fin de l'essai. En effet, un rayon de pores de 96 Å implique un diamètre de pores de 192 Å qui reste nettement supérieur au diamètre de 75 Å de la protéine dominante (la sérum Albumine).

On vérifie, donc, la présence d'un autre phénomène qui ne peut-être que la filtration sur gel. Un gel de porosité certainement plus fine que celle de la membrane neuve d'ultrafiltration, puisqu'il assure un accroissement des performances de la séparation.

Remarque:

le rayon de pores r_{p1} calculé précédemment ne donne qu'une approche de la réalité. Seule une distribution précise de taille des pores peut représenter efficacement une membrane d'ultrafiltration.

III. Régénération de la membrane:

III.1. Préambule

Le colmatage des membranes lors des opérations d'ultrafiltration est un phénomène indésirable qui réduit la perméabilité hydraulique, induisant une baisse du flux de perméat. Cet encrassement des membranes est la conséquence de trois causes:

- L'adsorption: qui dépend des propriétés de la solution et des caractéristiques de la membrane -nature chimique, état de surface, taille des pores-. Elle consiste en une fixation de molécules en surface ou à l'intérieur des pores de la membrane sous l'action de forces physico-chimiques.

Selon AIMAR et COLL (1986) [22] l'adsorption peut-être très importante dans le cas des solution de protéines.

ZEMAN [23] révèle que même à faible concentration l'effet de l'adsorption peut-être important, en supposant un mécanisme de rejet lié à l'encombrement stérique.

FANE ET COLL [23] montrent que le maximum d'adsorption pour les protéines se situe au point isoélectrique. Ce phénomène décroît en présence de calcium et de sodium.

- La polarisation de concentration: vue en détails au chapitre III paragraphe VII traitant du mécanisme de l'ultrafiltration.
- Le dépôt de particules: Les fluides à ultrafiltrer contiennent souvent des particules en suspension qui s'accumulent sur la membrane pour former une couche de matière solide. Cette dernière peut-être assimilée à un milieu poreux, caractérisé par une résistance hydraulique R_d , qui se superpose à la membrane de résistance hydraulique R_m [22].

La loi de DARCY s'écrira alors:

$$J_V = \frac{\Delta P}{\mu(R_m + R_d)} \quad (5-15)$$

Le colmatage des membranes, est donc la finalité de tout essai d'ultrafiltration.

Ceci met en évidence la nécessité et l'impératif de la régénération, sans qui, la réutilisation des membranes est impossible.

ABDESSEMED [23] a comparé l'importance des différents coûts que peut avoir une installation moyenne d'ultrafiltration. La figure 27 représente les résultats obtenus:

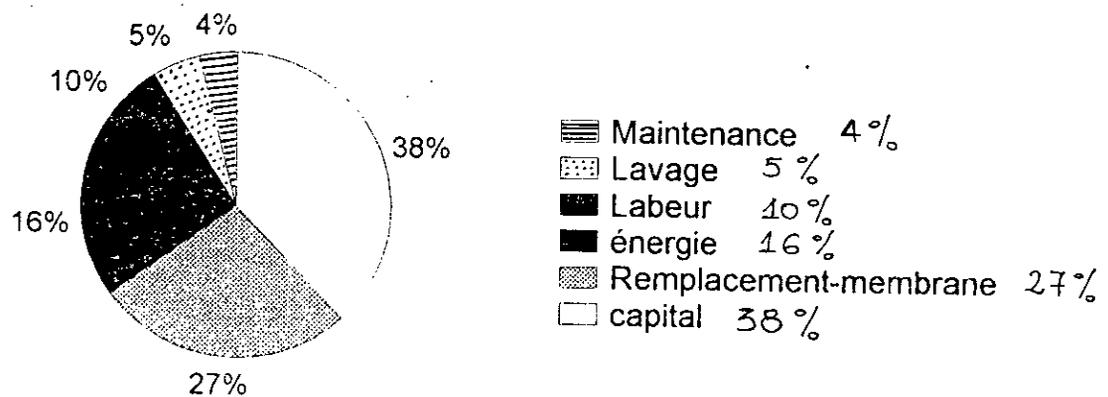


Figure 27: Importance relative des différents coûts de l'installation de l'ultrafiltration [23]

En admettant que le coût de lavage est lié uniquement à l'achat des réactifs, il représente un coût relativement faible (5%). Mais son importance se manifeste par la répercussion qu'aurait un mauvais nettoyage sur les autres postes budgétaires.

En effet, un agent trop agressif détériorerait la membrane et impliquerait une dépense de remplacement de membrane. A l'inverse, un agent peu efficace nécessiterait un temps d'action plus long et donc des frais d'énergie et de main d'oeuvre plus importants.

Pour ces différentes raisons, la régénération des membranes a suscité un vif intérêt de la part des industriels.

Parmi les techniques de régénération des membranes en compte:

- Le nettoyage par contre pression (ou back flushing) où un volume contrôlé de perméat traverse sous pression la membrane en sens inverse. L'efficacité de cette méthode dépend essentiellement de la nature du dépôt.

- Le nettoyage chimique qui consiste à utiliser, seuls ou en combinaison, les agents de nettoyage suivant:

- Les bases telles que l'ultrasil 10 ou 11 ou la soude.
- Les détergents tels que l'hypochlorite de sodium NaClO
- Les acides tels que l'acide nitrique.
- Les enzymes.

Le choix des agents de nettoyage dépend du produit colmatant et de la résistance des matériaux constituant les membranes, les modules, le pilote.

III.2. Etudes antérieures sur la régénération des membranes minérales:

WATANABE et Coll [23] ont procédé à la régénération d'une membrane minérale encrassée par les protéines de poisson. En utilisant comme agent de nettoyage de l'eau de javel, ils ont constaté que pour des concentrations de NaClO supérieures à 500 ppm et avec un lavage sous pression, les performances de l'ultrafiltration diminuaient.

NACEUR [23] a effectué des essais de régénération de membranes minérales en alumine CERAVÉR ayant subi des essais d'ultrafiltration sur une eau standard et une eau de réseau. Il a observé que l'immersion de la membrane dans une solution d'acide nitrique concentré suivi d'un rinçage abondant permettaient d'obtenir d'excellents résultats.

ABDESSEMED [23] propose une procédure de nettoyage de la membrane CERAVÉR (0,1 μm) encrassée par les protéines de poisson.

Il utilise l'ULTRASIL 10 de HENKEL à 10 g/l, à 70 °C, qu'il laisse tourner dans l'installation pendant 30 mn, il ajoute 400 ml d'eau de javel à 12 ° chlorométrique, il attend 15 mn, vidange puis rince à l'eau.

Suivant ce procédé, la restauration de la perméabilité de la membrane est de 98 à 100%.

Pour ce qui concerne la membrane CARBOSEP-TECHSEP M4 (20000 daltons) encrassée également par les protéines de poisson, un nettoyage à l'eau de javel NaClO à 2° chlorométrique pendant 30 mn, à température ambiante, suivi d'un rinçage à l'eau a permis de rétablir la perméabilité à 92%.

III.3. Méthodes utilisées:

Les méthodes utilisées pour la régénération de la membrane CERAVÉR 500 Å, encrassée de protéines plasmatiques sont diverses, toutes n'ayant pas obligatoirement conduit à un résultat favorable.

Quelque soit l'agent chimique utilisé, la régénération débutera par un rinçage à l'eau de la membrane et s'achèvera de la même façon.

*** Régénération à l'aide de soude:**

La régénération de la membrane à des pH alcalins, a été recommandée par le constructeur du dispositif. A cet effet, nous avons testé la soude à pH 12. Le protocole de régénération est le suivant:

- Elever la consigne max de température de l'installation d'ultrafiltration.
- Introduire la solution de soude (10 l, pH 12, 85 °C) dans le bac d'alimentation.
- Laisser tourner la solution dans l'installation pendant 45 mn.
- Ajouter 400 ml d'eau de javel à 12° chlorométrique au dernier 1/4 d'heure, avant l'arrêt de l'opération.

La réalisation de cette méthode n'aboutit à aucune amélioration de la perméabilité. Pensant que le temps de contact (45 mn) était trop court, nous l'avons élevé à 2 h, sans toutefois signaler un quelconque progrès.

Nous avons réitéré l'opération de nombreuses fois, la soude s'avérait toujours incapable de régénérer la membrane

* Régénération à l'aide d'un détergent enzymatique (EXTRAN AP41 enzymatique):

En espérant provoquer l'hydrolyse des protéines plasmatiques encrassant la membrane d'ultrafiltration, nous avons utilisé un détergent enzymatique et procédé de la sorte:

- Régler la consigne max de température de l'installation d'ultrafiltration.
- Introduire la solution enzymatique (10 l à raison de 4g/l et à 60 °C) dans le bac d'alimentation.
- Laisser tourner la solution dans l'installation pendant 45 mn.
- Arrêter l'opération.

Le calcul de la perméabilité après régénération a montré une chute de celle-ci de 30%. Le détergent enzymatique a donc augmenté l'encrassement.

* Régénération à l'aide de l'acide sulfurique:

La conception du dispositif d'ultrafiltration en acier inoxydable et la résistance de la membrane à des pH de 0,5, n'excluent pas de prime abord les régénérations à pH acides. Cependant, le constructeur déconseille vivement des régénérations répétées à l'acide à cause de risques de corrosion à long terme.

Le mode opératoire est le suivant:

- Introduire la solution d'acide sulfurique (10 l, pH 2, à température ambiante) dans le bac d'alimentation.
- Laisser tourner la solution dans l'installation pendant 45 mn.
- Arrêter l'opération.

Cette méthode permet la restauration de la perméabilité de la membrane à 100%.

* Régénération à l'aide d'ULTRASIL 11 de Henkel.

L'ULTRASIL 11 de Henkel est un détergent alcalin. Son utilisation pour la régénération de la membrane s'est faite comme suit:

- Elever la consigne max de température.
- Introduire la solution d'ULTRASIL (10 l à raison de 15 g/l et à 85 °C)
- laisser tourner la solution dans l'installation pendant 3 h.
- Ajouter 400 ml d'eau de javel à 12° chlorométrique au dernier 1/4 d'heure, avant l'arrêt de l'opération.

Cette méthode rétablit la perméabilité à 100%.

Avant de trouver le protocole d'utilisation exacte, nous avons essayé l'ULTRASIL à 10 g/l et travaillé avec des temps de contact inférieurs (45 mn). Sous ces conditions, la perméabilité augmentait sans atteindre sa valeur initiale.

Le tableau n°22 résume les quatre méthodes testées:

Utilisation de	Concentration ou pH	Température	Durée de la régénération	Ajout le dernier 1/4 d'heure de:	Résultats
La soude	pH=12	85 °C	45 mn	NaCLO 12°	aucune amélioration de la perméabilité
Un détergent enzymatique	4 g/l	60 °C	45 mn	—	La perméabilité chute de 30%
L'acide sulfurique	pH=2	ambiante	45 mn	—	La perméabilité est restaurée à 100%
l'ULTRASIL	15 g/l	85 °C	3 h	NaCLO 12°	La perméabilité est rétablie à 100%

Tableau N°22: Résumé des différentes méthodes utilisées pour la régénération de la membrane CERAVER 500 Å

IV Impact du procédé d'ultrafiltration du plasma sur l'environnement:

L'évolution de la charge polluante organique peut-être suivie par la mesure de la DBO5.

Le tableau N°23 présente les valeurs de la DBO5 du perméat au cours de l'ultrafiltration.

temps d'ultrafiltration (mn)	2	27	50
DBO5 (mg d'O ₂ /l)	72500	36750	16250

Tableau N°23: Evolution de la DBO5 du perméat au cours du temps d'ultrafiltration

Le DBO5 du plasma, initialement de 85000 mg d'O₂/l, s'abat après 50 mn d'ultrafiltration de 81%. Cette réduction est remarquable mais ne permet toujours pas le rejet direct de l'ultrafiltrat dans le réseau d'assainissement. En effet, la limite maximale tolérable de la DBO5 d'un effluent industriel est fixée à 200 mg d'O₂/l [37]. D'où la nécessité d'affiner le traitement par une membrane de seuil de coupure plus bas ou alors de diriger le perméat vers un traitement classique d'épuration.

CONCLUSION GENERALE

L'ultrafiltration du plasma sanguin d'abattoirs sur pilote d'ultrafiltration: le MICROLAB 130 S de la firme GAMMA FILTRATION adapté particulièrement au traitement de milieux biologiques, a abouti à des résultats satisfaisants. La membrane utilisée est une membrane minérale CERAVER 500 Å. L'étude des paramètres hydrodynamiques révèle l'influence de la vitesse de recirculation et de la pression transmembranaire sur le flux de perméat et donc sur les performances du procédé, sans toutefois permettre de fixer les conditions idéales de fonctionnement.

En effet, ces dernières ressortent d'une optimisation économique et conduisent à un coût minimum de 30,4 Da/m³ pour une vitesse optimale de recirculation de 5,4 m/s et une pression optimale transmembranaire de 3 bars.

Sous ces conditions, la concentration du plasma par ultrafiltration a induit une diminution du flux de perméat de 57% après 50 mn, pour un facteur de concentration de 2 et avec atteinte en fin d'expérience d'un palier correspondant certainement à la formation d'une couche de gel à l'interface membrane-fluide.

La présence de cette couche de gel est vérifiée par l'analyse de l'évolution du taux de rejet observé. Ce dernier faible au début, augmente jusqu'à 97%.

La réduction du rayon de pores moyen par adsorption ne suffit pas à l'interprétation de ce phénomène que seule la superposition à la membrane, d'une nouvelle membrane dynamique de porosité plus fine permet d'expliquer.

Lors de nos essais, il nous a été très difficile de maintenir la température constante. L'augmentation de celle-ci créant un risque continu de dénaturation des protéines et de perturbation des résultats de l'ultrafiltration par diminution de la viscosité. Il serait intéressant d'utiliser un cryostat plus puissant, vue la taille du pilote d'ultrafiltration.

La centrifugation qui n'est pourtant qu'une opération secondaire a constitué un véritable obstacle à notre travail. Elle nécessitait plusieurs jours de manipulation, les quantités de sang récoltées étant très importantes comparées à la capacité trop faible (320 ml) des rotors de la centrifugeuse.

L'installation d'une centrifugeuse travaillant en continu avec le dispositif d'ultrafiltration serait indispensable.

La méthode assurant une régénération complète de la membrane encrassée de protéines plasmatiques consiste en l'utilisation de l'ULTRASIL 11 de HENKEL à 15 g/l pendant une durée de 3 h. Cependant, ce temps élevé de régénération implique des dépenses énergétiques supplémentaires qu'il serait intéressant d'éviter par l'utilisation d'un agent chimique plus performant.

En bref, l'ultrafiltration du plasma sur membrane minérale a permis d'atteindre le but principal, soit la concentration des protéines.

L'ultrafiltration pourrait constituer l'issue du sang dans nos abattoirs, elle nécessiterait néanmoins l'aménagement des salles d'abattage en équipements de collecte et surtout la formation d'une main d'oeuvre qualifiée.

ANNEXE

I. Dosage des protéines: Méthode au biuret.

La méthode au biuret est une méthode de dosage colorimétrique dont le principe est le suivant [38] :

En milieu alcalin, les composés contenant au moins deux groupements -CO-NH- ou -CO-NH₂- voisins forment avec les ions cuivriques (Cu²⁺) un complexe bleu-violet. L'intensité de la coloration est proportionnelle au nombre de liaisons peptidiques, donc pour une protéine, proportionnelle à sa concentration.

Toutefois cette concentration ne doit pas excéder 10 g/l.

La courbe d'étalonnage a été établie comme suit:

La solution étalon utilisée doit avoir une composition chimique qualitativement identique à celle de la solution à doser (dans notre cas il s'agit de plasma).

En pratique, on se limite au choix d'une solution étalon de composition voisine: la BSA (Bovine Sérum albumine).

A partir d'une solution de BSA de concentration connue (100 g/l) on réalise à l'aide d'eau physiologique les dilutions suivantes:

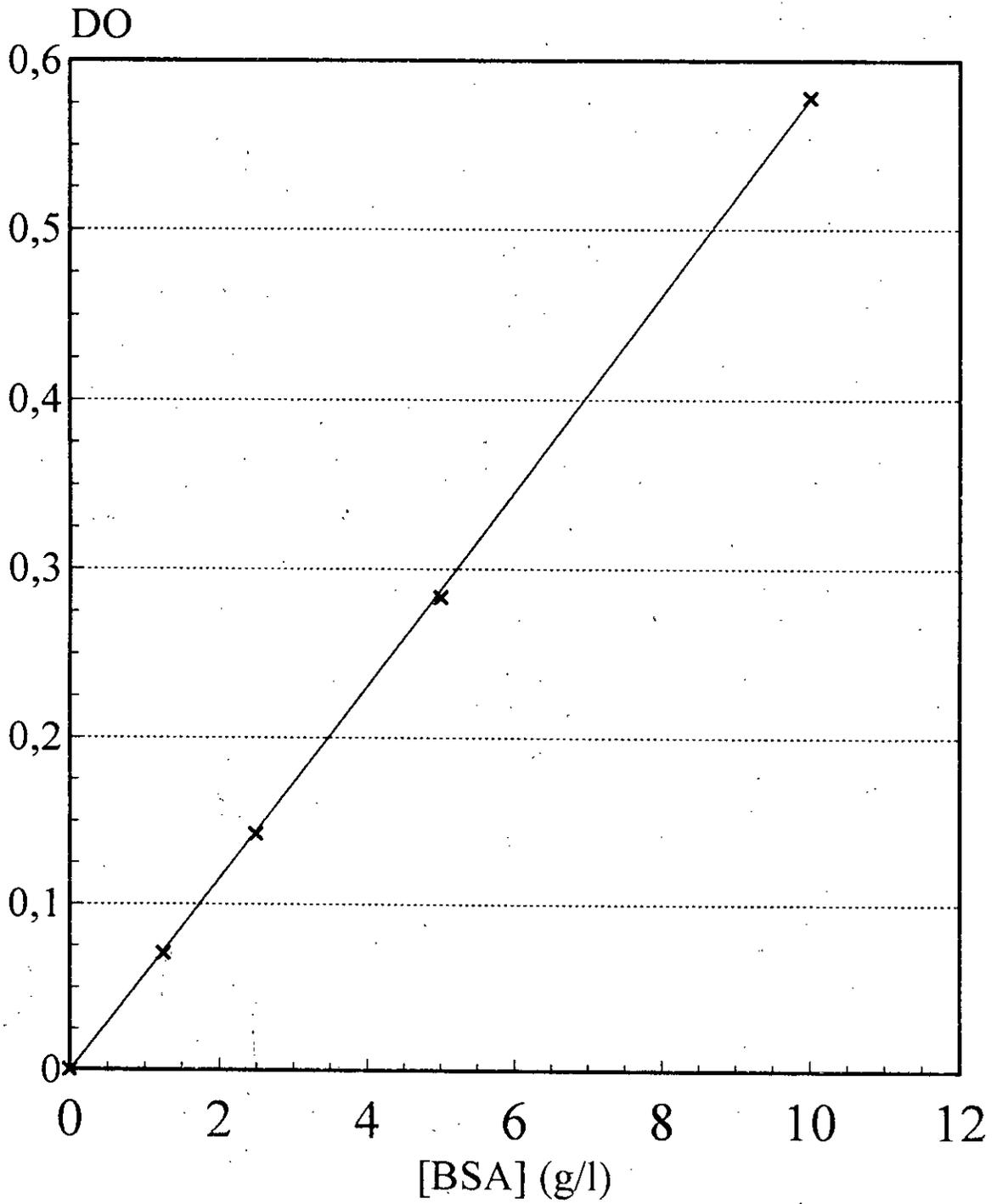
1/10^{ème}, 1/20^{ème}, 1/40^{ème} et 1/80^{ème}.

De chaque dilution on prélève 1 ml, auquel on rajoute 4 ml de réactif de Cornall. On obtient ainsi quatre tubes (1, 2, 3 et 4).

Le tube 0 représentera le témoin préparé à partir d'1 ml d'eau physiologique et de 4 ml de réactif de Cornall.

Les cinq tubes sont ensuite placés à l'obscurité, à température ambiante pendant 30 mn. On lit alors au spectrophotomètre la densité optique (DO) de chaque tube contre le blanc à 540 nm. La figure 28 illustre les résultats obtenus.

**Figure 28: Courbe d'étalonnage
Méthode au Biuret**



Le réactif de Cornall se conserve 6 mois à 1 an à l'obscurité en flacon soigneusement bouché; il est préparé de la façon suivante:

- Dissoudre 1,5 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ dans 250 ml d'eau distillée.
- Dissoudre 6 g de tartrate double de Na et K dans 250 ml.
- Dissoudre 30 g de NaOH dans 300 ml d'eau distillée.

Faire le mélange de ces trois solutions et compléter à 1 l avec de l'eau distillée.

II. Mesure de la demande biochimique en oxygène (DBO5):

La DBO5 est la quantité d'oxygène exprimée en mg d' O_2 /l qui est consommée en 5 jours par les micro-organismes lors de leur dégradation de la matière organique présente dans l'échantillon.

La mesure de la DBO5 se fait comme suit:

On introduit un volume V d'échantillon dans un flacon contenant un réservoir de soude ou de potasse, relié à un manomètre. Le mélange est mis en incubation à 20 °C dans une enceinte appropriée. L'absorption du CO_2 dégagé par la soude produit une dépression enregistrée par le manomètre. Cette variation corrigée par un facteur lié au volume d'échantillon permet de calculer la DBO5.

$$\text{DBO5} = h F$$

h: hauteur du mercure sur le manomètre.

F: facteur correspondant au volume de l'échantillon.

(pour $V=22,7 \text{ ml} \rightarrow F=100$)

III. Mesure de la viscosité du plasma:

La mesure de la viscosité a été réalisée à l'aide du viscosimètre Ubelhold, dont le principe consiste à faire passer le fluide à analyser à travers un capillaire normalisé et à noter le temps de passage t.

La viscosité cinématique ν en centistocks est donné par: $\nu = c t$

c: donné par le constructeur dépend de la température.

GLOSSAIRE

Chélate: Composé dans lequel un atome métallique est pris "en pince" entre des atomes électronégatifs liés à un radical organique.

Cryoconcentration: Congélation sélective du solvant suivie de la séparation physique de la glace obtenue. La phase liquide résiduelle est aussi concentrée au moyen d'un procédé thermomécanique. La glace peut-être identifiée au perméat [20].

Hémoglobine: Hétéroprotéine constituée d'une protéine ou globine et d'un groupement appelé hème contenant du fer. Constituant principal du globule rouge, elle assure le transport de l'oxygène des poumons vers les cellules des tissus [1].

Hémothérapie: Traitements extrêmement variés dont la base commune est le sang humain.

Hypotonique: Se dit d'une solution saline dont la concentration moléculaire est inférieure à celle du plasma sanguin.

Monolithique: Qui présente l'aspect d'un bloc homogène, rigide.

Osmose inverse: Procédé à membrane, encore plus sélectif que l'ultrafiltration. A l'inverse du phénomène d'osmose, le phénomène d'osmose inverse a lieu si l'on applique une pression supérieure à la pression osmotique du système, le solvant circule alors de la solution concentrée vers la solution diluée. Il en résulte une concentration du soluté et une purification du solvant.

Présure: Sécrétion (enzyme) de l'estomac des jeunes ruminants non sevrés (veau, agneau) utilisée dans l'industrie fromagère pour faire cailler le lait.

Produits pyrogènes: Ce sont les produits susceptibles de provoquer de la fièvre; ce sont essentiellement des lipopoly-saccharides provenant des débris membranaires de cellules, macromolécules organiques dont la masse moléculaire est de l'ordre de 10 à 20000 daltons [24].

Prothrombine: Protéine contenue dans le sang à une teneur de 0,1% et qui participe à sa coagulation.

Putréfaction: Dégradation des protéines s'accompagnant de la production d'une importante quantité d'ammoniac qui est le terme ultime de la dégradation des substances azotées.

Thrombine: Enzyme provoquant la coagulation du sang par transformation du fibrinogène en fibrine.

Thromboplastine: Enzyme sécrétée par les plaquettes sanguines qui transforme la prothrombine en thrombine.

NOMENCLATURE: LISTE DES SYMBOLES

- A: surface active de la membrane (m^2)
C: concentration de la solution (g/l)
 C_0 : concentration initiale de la solution (g/l)
 C_p : Concentration du perméat (g/l)
 C_m : concentration à l'interface membrane-solution (g/l)
 C_g : concentration de la couche de gel à la surface de la membrane (g/l)
D: coefficient de diffusion (m^2/s)
e: épaisseur de la couche active (m)
E: champ électrique (Volt/m)
FC: facteur de concentration
FCV: facteur de concentration volumique
 J_v : flux de perméat ($l/h m^2$)
k: coefficient de transfert de la matière (m/s)
K: coût opératoire total par unité de temps (Da/s)
 K_c : coût en investissement par unité de temps et de surface ($Da/m^2 s$)
 K_p : coût de l'énergie (Da/Joule)
 L_p : perméabilité hydraulique de la membrane ($l/h m^2 bar$)
N: nombre de canaux du support
 N_p : nombre de pores par unité de surface
 ΔP : pression transmembranaire (bar)
 ΔP_F : pertes de charge (bar)
 $\Delta \pi$: pression osmotique (bar)
 P_{T_1} : pression d'entrée du module d'ultrafiltration (bar)
 P_{T_2} : pression de sortie du module d'ultrafiltration (bar)
PA: pompe d'alimentation
PC: pompe de circulation
 Q_v : débit de recirculation (m^3/s)
 Q_p : débit de perméat (m^3/s)
 $R_{réel}$: taux de rejet réel (%)
 R_{obs} : taux de rejet observé (%)
 R_m : résistance hydraulique de la membrane (m^{-1})
 R_d : résistance due au dépôt des particules (m^{-1})
 r_p : rayon de pores moyen (m)
 Re : nombre de Reynolds

S_c : nombre de Schmidt
 S_h : nombre de Sherwood
 S : Section d'un canal (m^2)
 T : température ($^{\circ}C$)
 U : vitesse de recirculation (m/s)
 u : mobilité électrophorétique (m^2/s volt)
 μ : viscosité dynamique (Pa.s)
UF: ultrafiltration
 ν : viscosité cinématique (stock)
 σ : coefficient de Keddem et Coll
 δ : épaisseur de la couche limite (m)

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Encyclopédie universelle. Volume 14. FRANCE 1980
- [2] **Frentz (J.), Perron (P.)** - Le sang et ses utilisations en charcuterie. Euroviande, (C.D.I.U.P.A, n°31316), n°64, PP 31-38, 1971.
- [3] **Quebriac (O.), Bourgeois (C.)** - Valorisation du sang animal. Actualités scientifiques et techniques en industries agro-alimentaires, Edition APRIA, n°35, 1985.
- [4] **Delaitre (J.)** - Contribution à l'étude de la valorisation du sang bovin: propriétés fonctionnelles des protéines plasmatiques et du cruor. Thèse 3em cycle, ENSBANA Dijon, (C.D.I.U.P.A, n°194495), 160 P, 1983.
- [5] **Mendjel (H.)** - Synthèse et caractérisation de nouvelles membranes synthétiques asymétriques à propriétés hémocompatibles. Thèse de Doctorat. Montpellier, 1984.
- [6] **Hegedus (M.)** - Traditional and new concepts in protein evaluation of feeds: A review. Acta veterinaria Hungarica, 37 (1-2), PP 3-16, 1989.
- [7] **Marland** - Récupération du sang sur ferments lactiques, le point sur, RTVA, P 30, Novembre 1984.
- [8] **Bourgeois (C.)** - Les produits de transformation du sang. In: Bourgeois (C.), Leroux (P.) - Protéines humaines. Technique et documentation Lavoisier. Paris, APRIA, (C.D.I.U.P.A, n°83/4851), PP 256-273, 1982.
- [9] **Goldberg (M.) et Chevrier (D.)** - Traitement du plasma de bovins par ultrafiltration - Estimations des surfaces nécessaires. Ind Alim et Agric. 9-10. Association des chimistes. Edition PARIS 1979.
- [10] Larousse agricole, librairie Larousse, PARIS, 1981.
- [11] Services vétérinaires des abattoirs d'El Harrach et d'Hussein Dey.
- [12] **Chenit (Y.) et Ichallamène (N.)** - Optimisation de l'ultrafiltration du plasma sanguin d'abattoirs. Projet de fin d'études. USTHB, 1992.
- [13] **Halet (F.) et Yeddou (R.)** - Conception et réalisation d'une cellule d'ultrafiltration, application aux effluents d'abattoirs et de poissonneries. Projet de fin d'études. ENP, 1991.
- [14] **Morgan et Labie** - Le sang en alimentation animale. Toulouse. PP 125-135. 1986.
- [15] **Houiler (B.)** - Récolte et traitement du sang des abattoirs. Description des procédés. CEMAGREF. Clermont Ferrand. 1988.
- [16] La grande encyclopédie Larousse. Librairie Larousse. Volume 5. PARIS 1973.
- [17] **Chevery** - Le sang: Marchés actuels et perspectives. 1986.

- [18] **Jaffrin (M.Y.)** - Innovative processes for membrane plasma separation. Journal of membrane science, 44, P 115-129, 1989.
- [19] **Solomon (B.A.) et Coll** - Continuous flow membrane of plasma from whole blood, trans. Am. Soc. Artif. Intern organs, 24, 1978.
- [20] **Delauney (J.), Tessier (J.P), Louveau (V.)** - Etude comparative de trois procédés physiques de traitement par le froid du plasma bovin avant la congélation en paillettes: cryoconcentration, ultrafiltration, osmose inverse. Revue générale du froid n°11, Nov 1979
- [21] **Maubois (J.L)** - L'ultrafiltration sur membrane. Biofutur. Oct 1983.
- [22] **Balman (H.)** - Utilisation de l'ultrafiltration pour le traitement des eaux. Thèse de Doctorat. Université de Paul Sabatier, 1988.
- [23] **Abdessemed (D.)** - Valorisation et traitement des eaux de lavage de poissonnerie par ultrafiltration. Thèse de Magister. ENP, 1992.
- [24] **Guillot (G.)** - Membranes: Les trois procédés de l'avenir. Sciences et techniques, n°15, Mai 1985.
- [25] **Gregor (H.) et Gregor (C.)** - Les applications des membranes synthétiques. Pour la science. Sept 1978.
- [26] **Maurel (A.)** - Osmose inverse et ultrafiltration. Installations. Techniques de l'ingénieur. J2793, 1984.
- [27] **Quemeneur (F.), Schlumpf (J.P)** - Traitement des huiles solubles par ultrafiltration. Entropie n°93, 1980.
- [28] **Maurel (A.)** - Osmose inverse et ultrafiltration. Technologie et applications. Techniques de l'ingénieur. J2792, 1984.
- [29] **Maurel (A.)** - Osmose inverse et ultrafiltration. Considérations théoriques. Techniques de l'ingénieur. J2791, 1984.
- [30] **Mameri (N.)** - Contribution à l'étude de l'ultrafiltration: Caractérisation des membranes; Etude de la couche de polarisation. Thèse de Doctorat. Rennes, 1987.
- [31] **Silem (F.), Zeboudji (B.)** - Optimisation du procédé de microfiltration par application d'un champ électrique. Projet de fin d'études. ENP, 1992.
- [32] **Blanpain (P.), Jaffrin (M.Y.)** - Application du débit pulsé à la microfiltration tangentielle du jus de pomme sur membranes minérales sur un pilote muni d'une boucle de recirculation. Université de technologie de compiegne, 1991.
- [33] **Spiazzi (E.), Boileau (H.), Lenoir (J.)** - Set up of a new generator of pulsed flow regime in tubular membranes in order to avoid fouling. Université Claude Bernard Lyon I, 1992.
- [34] Dossier technique du bureau d'études de la firme GAMMA FILTRATION 1991.

- [35] **Jaouen (P.), Quemeneur (F.)** - Deux exemples d'application des membranes pour la valorisation des produits de la mer. FILTRA 1988.
- [36] **Meireles (M.), Aimar (P.), Sanchez (V.)** - les techniques à membranes: Micro et ultrafiltration. Le technoscope de biofutur. n°111. Avril 1992.
- [37] **Degrémont** - Mémento technique de l'eau. Huitième édition. 1978.
- [38] **Audigié (C.) et Coll** - Manipulations d'analyse biochimique. Doin éditeurs. PARIS, 1986.