

2/94
الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التربية الوطنية
MINISTRE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE - المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT Genie de l'Environnement

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CONCEPTION D'UNE INSTALLATION
D'ULTRAFILTRATION ET APPLICATION
SUR UNE PROTEINE MODELE DE B.S.A.
EN PRESENCE DE PROMOTEUR DE
TURBULENCE

Proposé par :

Mr. N. MAMERI

Etudié par :

Melle BENTAYEB OUAHIBA

Dirigé par :

Mr. N. MAMERI
Mme. D. MAMERI

PROMOTION

Juillet 94

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

Promotion: Juillet 94

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

DEDICACES

Je Dédie ce modeste travail

A mes parents

A la mémoire de ma soeur Nadia

A mes soeurs et frères

A tous mes amis(es)

UN MOT DE REMERCIEMENT

Je voudrais exprimer mes plus vifs remerciements au Dr. N. MAMERI pour avoir proposé ce sujet, de m'avoir accueilli dans son laboratoire et accordé sa confiance. Je lui suis reconnaissante pour ses nombreux conseils et encouragements.

A Mme MAMERI, qu'il me soit permis de lui exprimer ma profonde gratitude pour sa gentillesse, ses conseils et critiques constructives et je lui suis reconnaissante d'avoir accepté d'être ma co-promotrice.

Que Mr. LOUNICI soit remercié de l'intérêt qu'il a porté à mon travail et de l'honneur qu'il me fait de presider le Jury de cette thèse.

Je remercie également Melle HADOUD, Mr. GRIB, et Mr. ABDESMED de m'avoir fait l'honneur d'examiner ce travail et participer à ce Jury.

Je tiens à remercier également Mr. CHERGUI pour sa disponibilité, ses conseils, ses critiques constructives et encouragements, qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je ne saurais oublier, Mr. YEDDOU, Mr. MAZIGHI, Mr. SADAT, Mr. Mahfoud, Mr. CHALLA, Mr. CHELGHOU, Mr. BENACER et Melle BOUCHAFA où leurs soutien moral et leur amitié m'ont été du plus grand secours pendant la réalisation de ce travail.

Je Remercie vivement les départements qui ont participé à l'élaboration de ce travail entre autre le département hydraulique en tête Mr. BENZINDA, le département de Genie Chimique en tête Mr. AHMED ZAID, le département de métallurgie ainsi que le département mécanique.

Je tiens enfin à remercier toute les personnes qui ont participer de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

NOMENCLATURE

- A: Surface de la membrane [m^2]
- C: Concentration de la solution [g/l]
- C₀: Concentration initiale de la solution [g/l]
- C_p: Concentration de perméat [g/l]
- C_g: Concentration de gélification [g/l]
- C_m: Concentration à la membrane [g/l]
- D: Coefficient de diffusion [m^2/s]
- d_h: Diamètre hydraulique [m]
- e: Distance entre deux électrodes [m]
- E: Intensité de champ électrique [V/m]
- E_{cr}: Intensité de champ électrique critique [V/m]
- J_v: Flux de perméation limite [$m^3/m^2.S$]
- J_{vlim}: Flux de perméation limite [$M^3/M^2.S$]
- I: Intensité de courant [A]
- K: Coefficients de transfert de masse [m²/s]
- K: Coût opératoire total par unité de temps [\$/s]
- K_p: Coefficient de coût énergétique. [\$/Joule]
- K_c: Coefficient de coût en capital [\$/m²·s]
- L: longueur de canal de recirculation [m]
- L_p: Perméabilité de la membrane [m / h · bar]
- ΔP: Pression appliquée [bar]

ΔP_g : Pertes de charge [bar]

Q_v : Débit de recirculation [M^3/S]

Re: Nombre de Reynolds

R_t : Résistance totale [M^{-1}]

R_m : Résistance de la membrane [M^{-1}]

R_c : Résistance du gateau [M^{-1}]

R_g : Resistance du film [M^{-1}]

Sh: Nombre de Sherwood

SC: Nombre Schmidt

t: temps de filtration [S]

T: temperature [$^{\circ}C$]

U : Coefficient de mobilité électrophorétique

v: vitesse de recirculation [M/S]

V: volume pulsé [M^3]

μ : viscosité dynamique [bar.s]

ρ : masse volumique [Kg/M^3]

δ_m : épaisseur du dépôt de gel [M]

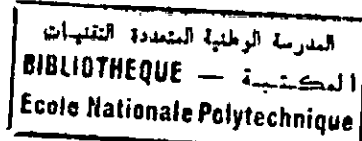
δ : epaisseur de la couche de polarisation [M]

π : Pression osmotique d'une solution [Bar]

$TR_{réel}$: Taux de rejet réel

TR_{obs} : taux de rejet apparent

Sommaire



Introduction

Chapitre I: Étude Bibliographique	1
I-1 Définition de l'ultrafiltration.....	2
I-2 Domaine d'application.....	2
I-3 Polarisation et colmatage.....	4
I-3-1 Phénomène polarisation de concentration.....	4
I-3-2 Phénomène de colmatage.....	5
I-4 Mécanisme de transfert de matière.....	5
I-4-1 Définition du taux de rejet.....	7
I-4-2 Modèle du film.....	8
I-4-3 Évaluation du coefficient de transfert K	10
I-4-4 Modèle de la pression osmotique.....	12
I-5 Définition de l'électro-ultrafiltration.....	14
I-5-1 Définition et principe de l'électrophorèse.....	14
I-5-2 Définition de l'électro-osmose.....	16
I-6 Principe de l'UF.....	16
I-7 Influence des différents paramètres sur EUF.....	18
I-7-1 Tension appliquée et vitesse d'écoulement.....	18
I-7-2 Pression appliquée.....	19
I-7-3 Influence de la concentration.....	20
I-7-4 Conductivité de la solution.....	20
I-8 Modèles de l'électro-ultrafiltration.....	21
I-8-1 Modèle du film.....	21
I-8-2 Modèle Henry.....	22
I-8-2-1 Détermination de résistance du film R_f	23
I-8-2-2 Détermination de la résistance de la membrane R_m	24
I-8-2-3 Détermination de résistance du gâteau R_c	25
Chapitre II Dispositif et Matériels.....	26
II-1 Dispositif expérimental.....	27
II-2 Généralité de la cellule.....	27
II-2-1 Description de la cellule.....	29
II-3 Généralité sur les membranes	29
II-3-1 Les membranes organiques IRIS 3038.....	31
II-4 Promoteur de turbulence.....	32
II-5 Alimentation électrique.....	32
II-6 Les solutions.....	32

II-6-1 Solution de Kcl.....	34
II-6-2 Solution tampon.....	34
II-6-3 La BSA.....	34
II-7 Suivre des expériences.....	35
Chapitre III Résultats et interprétations.....	36
III- 1 Ultrafiltration.....	37
III- 1- 1 Essai de perméabilité.....	37
III- 1- 2 Ultrafiltration des solutions modèles de BSA	
III- 1- 3 Étude de l'influence des paramètres hydrodynamiques sur les performances de l'ultrafiltration de la BSA	39
<u>III- 1- 3- 1 Influence de la pression et de la vitesse de recirculation sur le flux de perméat.....</u>	39
III- 1- 4 Influence du débit de recirculation sur les pertes de charges.....	45
III- 1- 5 Étude des mécanismes de transfert au niveau de la membrane.....	48
<u>III- 1- 5- 1 Détermination du coefficient de transfert de masse.....</u>	48
III- 2 Ultrafiltration avec promoteur de turbulence.....	52
III- 2- 1 Variation du flux de perméat en fonction du temps.....	52
III- 2- 2 Étude de l'influence des paramètres hydrodynamique sur les performances de l'ultrafiltration avec promoteur de turbulence de la BSA.....	54
<u>III- 2- 2- 1 Influence de la pression et de la vitesse de recirculation sur le flux de perméat.....</u>	54
III- 2- 3 Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge.....	59
III- 2- 4 Étude des mécanismes de transfert au niveau de la membrane.....	59
<u>III- 2- 4- 1 Détermination de la concentration du gel.....</u>	61
<u>III- 2- 4- 2 Détermination du coefficient de transfert de masse.....</u>	63
III- 3 Électro-ultrafiltration.....	65
III- 3- 1 Variation du flux de perméat en fonction du champ électrique	65
Chapitre IV Étude économique.....	67
IV- 1 Critère d'optimisation.....	68
IV- 2 Influence de conditions opératoires sur K / Q_p	69
Conclusion générale.....	75
Référence bibliographiques.....	77
Annexes.....	83

INTRODUCTION

Au cours des dernières années, les technologies des membranes connaissent un succès grandissant dans la plupart des secteurs (agro-alimentaire, médicale et pharmaceutique,...) car elles assurent la filtration de produits solides, liquides et gazeux dans des conditions souvent moins coûteuses, plus économiques en énergie, non destructrices, non polluantes et plus hygiéniques, si l'on fait le tour des principales applications industrielles, on s'aperçoit que les procédés à membrane les plus utilisées concernent essentiellement l'ultrafiltration.

Bien que ce procédé présente les avantages déjà cités, il se heurte à une limitation importante le colmatage et de polarisation au niveau de la membrane.

De nombreux chercheurs ont essayé de minimiser ces deux phénomènes pour avoir une amélioration du flux de perméat tel que MONTLAHUC et Coll. Qui ont travaillé avec des promoteurs mobiles type billes de verres. POYEN et Coll. ont utilisé des promoteurs fixes type grille déployée, et MIL ISIC et BERSILLON ont utilisé des débits pulvés. [9]

Notre travail a été conçu dans le même but pour cela nous avons envisagé la construction d'une nouvelle installation et l'amélioration des performances de l'ultrafiltration en faisant appel à un promoteur de turbulence type grille déployée doublé par l'application d'un champ électrique.

Dans la première partie de ce mémoire, nous présenterons une revue bibliographique des travaux consacrés à l'ultrafiltration, des modèles concernant les mécanismes de transfert, ainsi que le principe de l'électro-ultrafiltration.

La description de l'installation d'essai, de la cellule d'ultrafiltration et des conditions opératoires constitue le chapitre II.

Le chapitre III, décrit l'étude de l'ultrafiltration de Bovin Serum albumine avec et sans promoteur de turbulence, ainsi que l'électro-ultrafiltration.

Le chapitre IV traite de l'ultrafiltration dans son aspect économique.

La chapitre V présente la conclusion générale de cette étude.

Chapitre I:

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I-1 Définition de l'ultrafiltration

L'ultrafiltration est un procédé physique de séparation sur membrane en phase liquide.

La force agissante est une différence de pression appliquée de part et d'autre d'une membrane susceptible de retenir les espèces selon leurs dimension ou poids moléculaires.

Nommée douce, cette technique se fait à une température ambiante et ne s'accompagne d'aucun changement d'état ce qui minimise les risques de dégradation des produits.

L'opération se pratique souvent par voie tangentielle où la suspension à filtrer circule parallèlement au média filtrant. Il en résulte deux sortes de liquides: (figure1)

- L'eau traversant la membrane et chargée d'éléments dissous ayant un diamètre moléculaire inférieur au diamètre des pores de la membrane est appelé Perméat ou Ultrafiltrat.
- L'autre, retenue par la membrane, est le rétentat qui est enrichi par rapport au liquide initial en constituant ayant un diamètre moléculaire supérieur au diamètre des pores de la membrane.

Le fonctionnement d'un tel procédé dépend d'un ensemble de paramètres tel que les caractéristiques de la membrane (matériaux, porosité), les propriétés du fluide à traiter (composition, physico-chimie), et les conditions de fonctionnement (pression, hydrodynamique du système, température, durée).

I-2 Domaine d'application de l'ultrafiltration

Vu les avantages spécifiques de l'U.F (conditions douces de traitement des produits, faible dépense en énergie), cette technique attire de plus en plus les industries principalement les secteurs agro-alimentaires et médicales.

Dés les années 1970, l'UF s'est appliquée à l'industrie laitière qui est la plus grosse consommatrice des membranes (En 1987, plus de 240.000m² ont été mis en oeuvre, dont 180.000m² en UF, 60 000 en OI et guère plus de 1000 en MF).

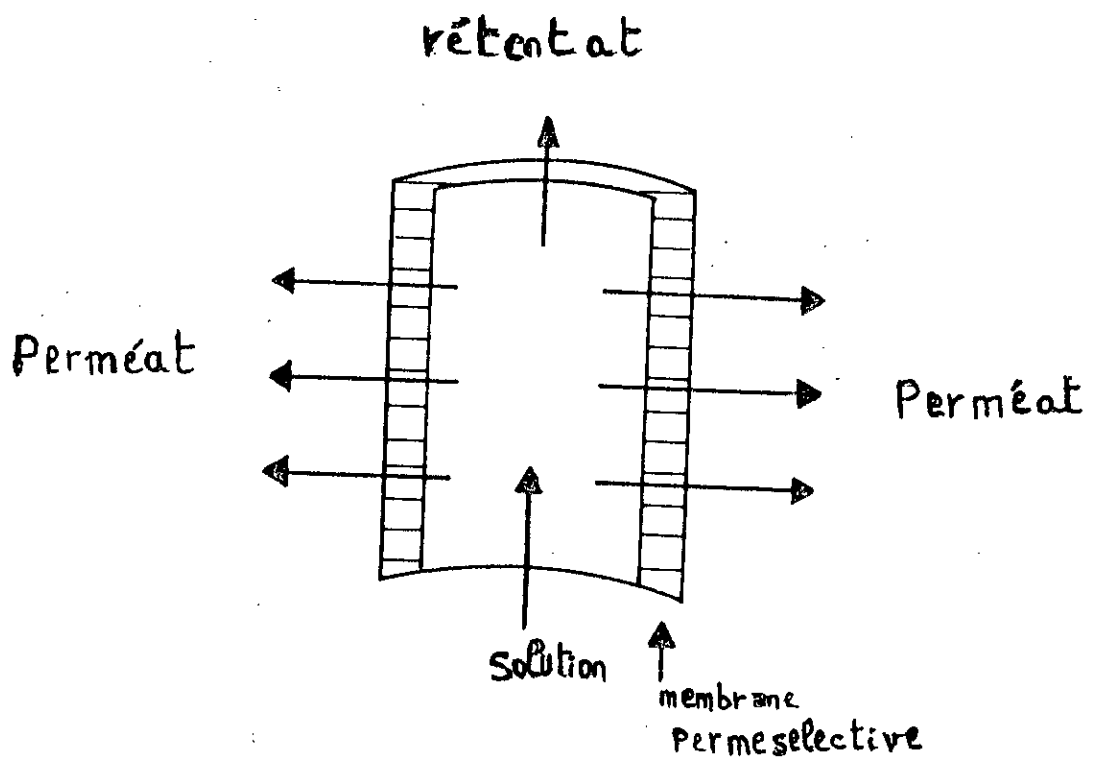


Figure n° 1: Présentation macroscopique de l'ultrafiltration. [6]

Le lait est un véritable miracle de la nature qui contient plus de mille molécules différentes et l'intervention de l'UF a permis son traitement afin d'aboutir à la préparation de poudres de préfromages pour les pays sans production laitière ou à production laitière insuffisante, et la standardisation du lait en protéines au niveau de la production.

Le sang est, comme le lactosérum, un produit nutritionnel intéressant. Depuis plusieurs années, en particulier en Belgique, aux Pays-Bas et en Allemagne, on entend parler d'une industrie de valorisation des produits du sang animal où on récolte deux types de concentrat de protéine à partir du plasma et l'hémoglobine qui sont utilisés dans l'industrie de la charcuterie et les plats cuisinés.

Dans la filière de boisson, l'UF est utilisée couramment elle permet un travail en continu avec augmentation des rendements de près de 10% et baisse des coûts de production de près de 30%. Actuellement, on traite les jus de pommes, de poivre, de petits fruits rouges.

L'UF présente des potentialités très intéressantes dans le domaine de la lutte contre la pollution des eaux, notamment du fait des possibilités de récupération de sous-produits valorisables.

L'UF a même franchi le seuil de l'industrie automobile électronique, cosmétique, etc, et elle a encore de beaux jours devant elle. [1], [2], [3], [4]

I-3 Polarisation et colmatage

Comme toute technique, l'UF a des avantages et des inconvénients qui se résument en présence de deux phénomènes qui limitent son efficacité: c'est la polarisation de concentration et /ou de colmatage.

I-3-1 Le phénomène de polarisation de concentration

Ce phénomène est en principe réversible, il s'établit rapidement, en quelques minutes et il disparaît quand la filtration cesse. C'est le profil de concentration qui s'établit devant la membrane. A cet effet, le soluté diffuse de cette couche vers le cœur de la solution.

Cette polarisation de concentration dépend des paramètres hydrodynamiques (pression appliquée, vitesse linéaire, cisaillement à la paroi.....) et des paramètres

réversible des protéines, le pH et la force ionique qui mettent en jeu des interactions ioniques; (figure 2) [2], [3], [5]

I-3-2 Le phénomène de colmatage

Le colmatage est un phénomène irréversible qui ne peut s'éliminer que par un lavage chimique de la membrane. Il s'établit progressivement au cours de temps en mettant en jeu une interaction de la membrane et des solutés. Il se traduit par une augmentation de la résistance hydraulique dans le temps ou par une diminution de la surface non colmatée.

Ce phénomène dépend de l'ensemble des conditions opératoires et il est d'autant plus important que la perméabilité de la membrane est élevée.

Notons que, le phénomène de polarisation de concentration favorise l'adsorption des solutés à la surface de la membrane et le colmatage interne de l'élément filtrant, ce qui donne naissance à un véritable dépôt de matière ou gel.

Les moyens proposés en UF pour réduire en fonctionnement continue la polarisation et ses effets sont:

- l'augmentation de la vitesse de recirculation de la solution le long de la membrane;
- L'élaboration de géométries filtrantes mieux adaptées sachant que des recherches sont actuellement conduites qui visent à la mise au point de surfaces ne présentant que de faibles interactions avec les produits traités;
- L'utilisation de promoteurs de turbulence (mobiles, fixes, modules tournants, ultrasons, débits pulsés...);
- Couplage de l'UF à l'électrophorèse.

[2], [5].

I-4 Mécanismes de transfert de matière

Pour bien comprendre les mécanismes qui gouvernent les flux de matière en UF, il est nécessaire de prendre en compte non seulement le transport dans la membrane mais

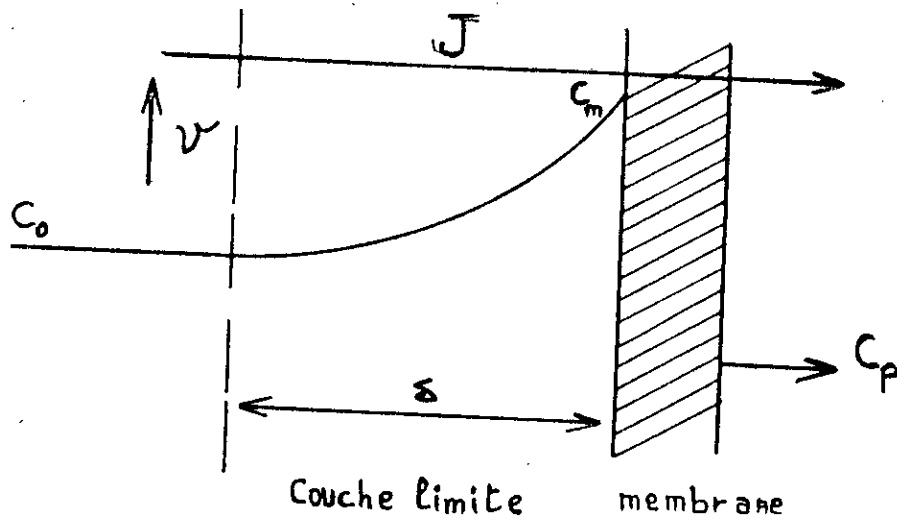


Figure n° 2: Phénomène de polarisation de concentration

également le transport dans la phase adjacente en amont. En effet, il est acquis que la concentration à la surface interne de la membrane (C_m) est plus élevée que celle de l'alimentation (C_o) à cause du phénomène de polarisation.

En pratique, une membrane est caractérisée par son seuil de coupure qui est le poids moléculaire de l'espèce de plus petite taille totalement arrêtée par la membrane.

Pour les produits de plus bas poids moléculaire, on parle de taux de rejet ou pourcentage de produit qui est arrêté par la membrane. [6], [7]

I-4-1 Définition du taux de rejet

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

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

$$TR_{obs} = 1 - \frac{C_p}{C_o}$$

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

$$TR_{réel} = 1 - \frac{C_p}{C_m}$$

Où:

C_o = concentration massique du soluté dans la solution de départ ($Kg \cdot m^{-3}$).

C_p = concentration massique du soluté dans le permeat ($Kg \cdot m^{-3}$).

C_m = concentration massique du soluté à la membrane ($\text{Kg} \cdot \text{m}^{-3}$).

Le taux de rejet observé ou "apparent" ne caractérise pas la membrane car il englobe la couche de polarisation, par contre le taux de rejet "réel" caractérise la membrane seule.

Au plan des principes, la seconde notion paraît préférable à la première. Toute fois l'évaluation de T_R réel est difficile car on ne peut pas accéder expérimentalement à C_m ce qui nécessite l'utilisation d'un modèle d'estimation de C_m .

Différents modèles ont été établis afin de comprendre le mécanisme de transfert.

[5], [6], [7]

I-4-2 Modèle du film

Ce modèle simple a été proposé à l'origine par Michaels (1968). Sous l'effet du transfert de solvant à travers la membrane, il ya convection des macromolécules vers la paroi. La densité de flux de soluté correspondant s'écrit simplement: $J_v \cdot C$, avec C : la concentration locale du soluté (au niveau de la couche limité) (figure 3)

Par ailleurs du gradient de concentration existant dans la couche limité naît un transfert par diffusion de la membrane vers la solution qui s'écrit au moyen de la loi de FICK:

$$-D \cdot \frac{dc}{dx}$$

D = coefficient de diffusion ($\text{m}^2 \cdot \text{S}^{-1}$).

X = ordonnée sur un axe normal à la paroi.

$\frac{dc}{dx}$ = gradient de concentration du soluté dans la couche de diffusion ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{m}^{-1}$).

A l'état stationnaire, l'égalité des flux entrants et sortants dans la portion de la couche limité comprise entre la membrane et la côte X amène à écrire en cas de

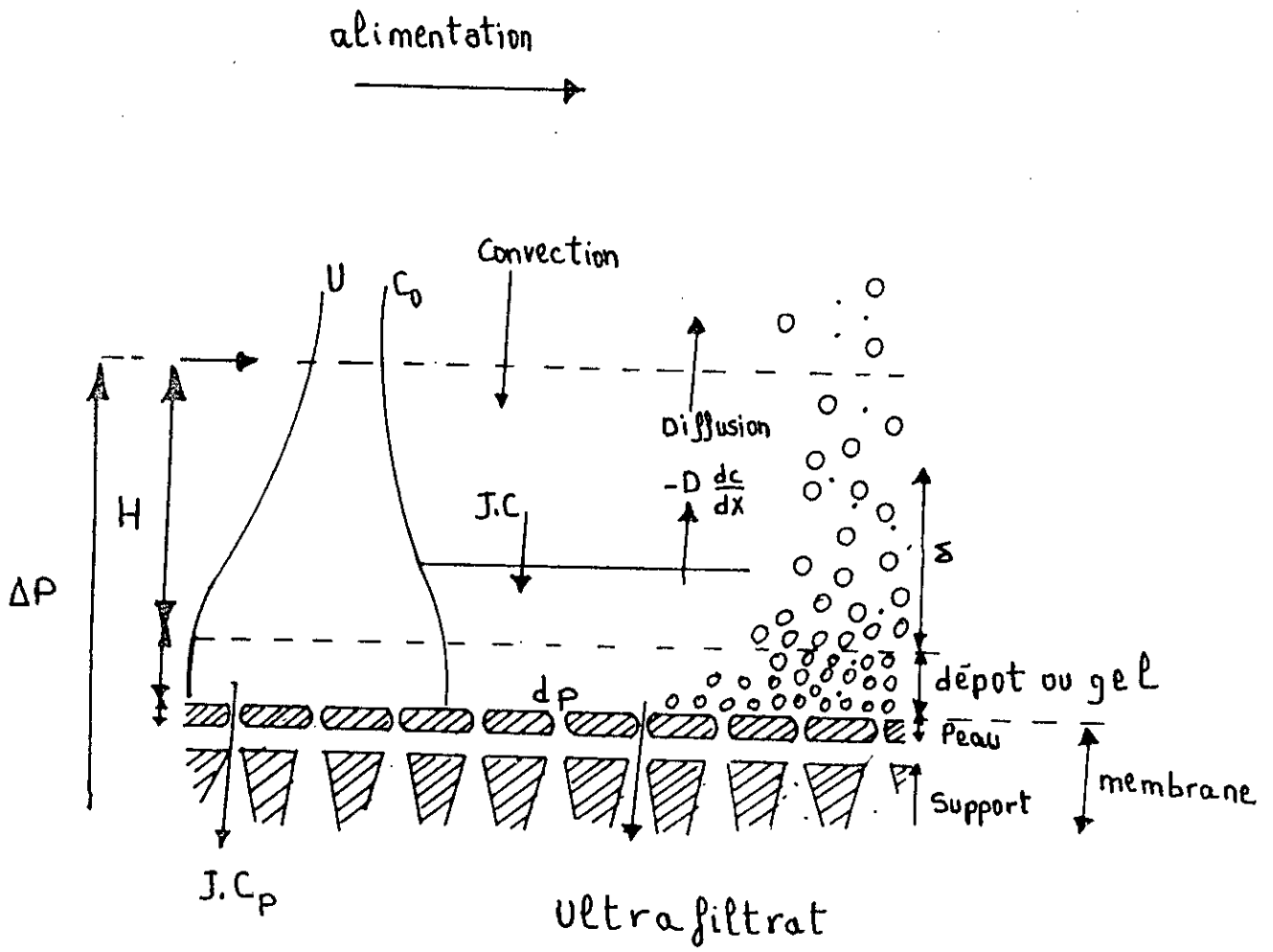


Figure n° 3: Schéma de principe de l'ultrafiltration - [6]

rétenction partielle:

$$J_v (C - C_p) = -D \frac{dc}{dx} \quad (1)$$

En considerant le coefficient de diffusion D comme indépendant de x , on obtient par integration de cette relation sur toute la couche limité la relation suivante:

$$J_v = \frac{D}{\delta} \ln \frac{C_m - C_p}{C_0 - C_p} = K \ln \frac{C_m - C_p}{C_0 - C_p} \quad (2)$$

où K est le coefficient de transfert de matière et δ est l'apaisseur de la couche de polarisation dans laquelle existe le gradient de concentration.

Certains auteurs (Blatt et al, 1970) affirment que la valeur de C_m ne peut pas croitre indéfiniment et qu'à partir d'une valeur notée C_g , la solution à l'interface se comporte comme un véritable gel. Le flux J_v atteint alors une valeur limite.

$$J_{v \text{ lim}} = K \ln \left(\frac{C_g - C_p}{C_0 - C_p} \right) \quad (3)$$

Selon cette théorie (théorie de gel), toute augmentation de pression se traduit par un apport supplémentaire de macromolécule à l'interface, c'est à dire un épaissement de la couche déposée sans variation du débit de filtrat. [5], [6], [8], [10], [11]

I-4-3 Evaluation du coefficient de transfert

Dans la littérature, il existe un certain nombre de relation qui permettent de relier le coefficient de transfert de matière à la géométrie du système (dimension et forme du canal d'écoulement notamment), et aux valeurs des paramètres opératoires (vitesse, température).

On dispose suivant le régime d'écoulement les corrélations suivantes:

En régime turbulent:

$$Sh = a Re^n Sc^m \quad (4)$$

En régime laminaire:

$$Sh = a (Re dh/L)^n Sc^m \quad (5)$$

avec comme nombres adimensionnels:

$$Sh = \text{nombre de Sherwood} = \frac{K \cdot dh}{D} = \frac{dh}{\delta} \quad (6)$$

$$Re = \text{nombre de Reynolds} = \frac{dh \cdot U \cdot \rho}{\mu} \quad (7)$$

$$Sc = \text{nombre de Schmidt} = \frac{\mu}{\rho \cdot D} \quad (8)$$

Sh fixe le rapport de l'intensité du transfert de matière par convection (K) au coefficient de diffusion moléculaire (D). il est égal aussi au rapport des dimensions du canal (diamètre hydraulique équivalent à dh) à l'épaisseur de la couche de polarisation (δ).

Le nombre de Reynolds (Re) établit un rapport entre effet d'inertie (dh .U. P) et effet volumique (μ). Il indique l'état de turbulence au sein du système.

le nombre de Schmidt (Sc) met en relation les propriétés diffusionnelles du milieu fluide pour la matière et la quantité de mouvement. Tous ces nombres sont sans dimension, sachant que:

$$U = \text{Vitesse tangentielle du fluide (m} \cdot \text{s}^{-1}\text{)}$$

$$\rho = \text{masse volumique du fluide (Kg} \cdot \text{m}^{-3}\text{)}$$

a, n, m sont des coefficients déterminés semi empiriquement. Le tableau (I . 1) regroupe quelques exemples sur ces coefficients donnés par différents auteurs. [5], [9]

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

Tableau I - 1. Corrélation du coefficient de transfert K.

I- 4 -4 Modèle de la pression osmotique:

Un autre modèle est établi pour pouvoir déterminer la composition à la paroi où on prend en compte l'influence de la pression osmotique sur la vitesse de perméation. Lorsqu'on ultrafiltre un solvant pur, le débit de filtration varie linéairement en fonction de la pression appliquée; on assimile dans ce cas, la membrane à un milieu poreux et d'après la loi de Darcy on obtient:

$$J_v = \Delta P / \mu \cdot R_h = L_p \cdot \Delta P \quad (9)$$

Où:

R_h = résistance hydraulique de la membrane (m^{-1})

L_p = perméabilité de la membrane ($m/Pa.s$)

μ = viscosité dynamique du solvant (Pa, s)

Lorsque le liquide filtré est une solution de macromolécules, la pression transmembranaire ΔP provoque une filtration du solvant et une accumulation du soluté dans la couche stagnante. La concentration du soluté à la membrane entraîne une différence de pression osmotique $\Delta \Pi$ qui s'oppose à ΔP .

$$\Delta \Pi = \Pi (C_m) - \Pi (C_p).$$

où $\Pi (C)$: pression osmotique.

La relation (10) devient:

$$J_v = (\Delta P - \Delta \Pi) / \mu_p R_h = L_p (\Delta P - \Delta \Pi). \quad (10)$$

La pression osmotique d'une solution est fonction de la concentration C. On l'exprime souvent par l'équation de VIRIEL.

$$\Pi = A_1 C + A_2 C^2 + A_3 C^3 + \dots$$

Où plus simplement au moyen d'une relation puissance du type: $\Pi = A C^n$

Où: A_i = constantes et $n \gg 1$.

μ_p = viscosité dynamique du perméat ($Pa . S$).

En présence d'un colmatage, une augmentation de la résistance apparente de la membrane a lieu; la relation (10) devient:

$$J_v = (\Delta P - \Delta \Pi) / \mu_p (R_h + R_{gel}). \quad (1A)$$

où:

$$\Delta \Pi = \Pi (C_g) - \Pi (C_p). \quad (Pa).$$

$$R_g = \text{Résistance du gel (m}^{-2}\text{)}.$$

[5] , [6] , [8] , [9] , [10] , [11]

I-5 Définition de l'électro-ultrafiltration

C'est un couplage entre l'électrophorèse et l'ultrafiltration, dans le cas où les molécules de la suspension à filtrer présentent une charge globale non nulle, et qui a comme but d'améliorer les performances de l'UF.

I-5-1 Définition et principe de l'électrophorèse

L'électrophorèse est un procédé qui permet de séparer des macromolécules chargées ou des cellules biologiques en fonction de leur vitesse de migration sous l'influence d'un champ électrique continu.

Ainsi toute molécule P, contenue dans l'échantillon, de mobilité U_p , se déplace avec une vitesse électrophorétique V_p telle que: (figure 4).

$$V_p = U_p \cdot E \quad (1c)$$

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

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

En effet , lors de l'application du champ électrique, les espèces contenues dans l'échantillon sont soumise à une troisième composante de vitesse, dite vitesse électroosmotique. [12], [13], [14]

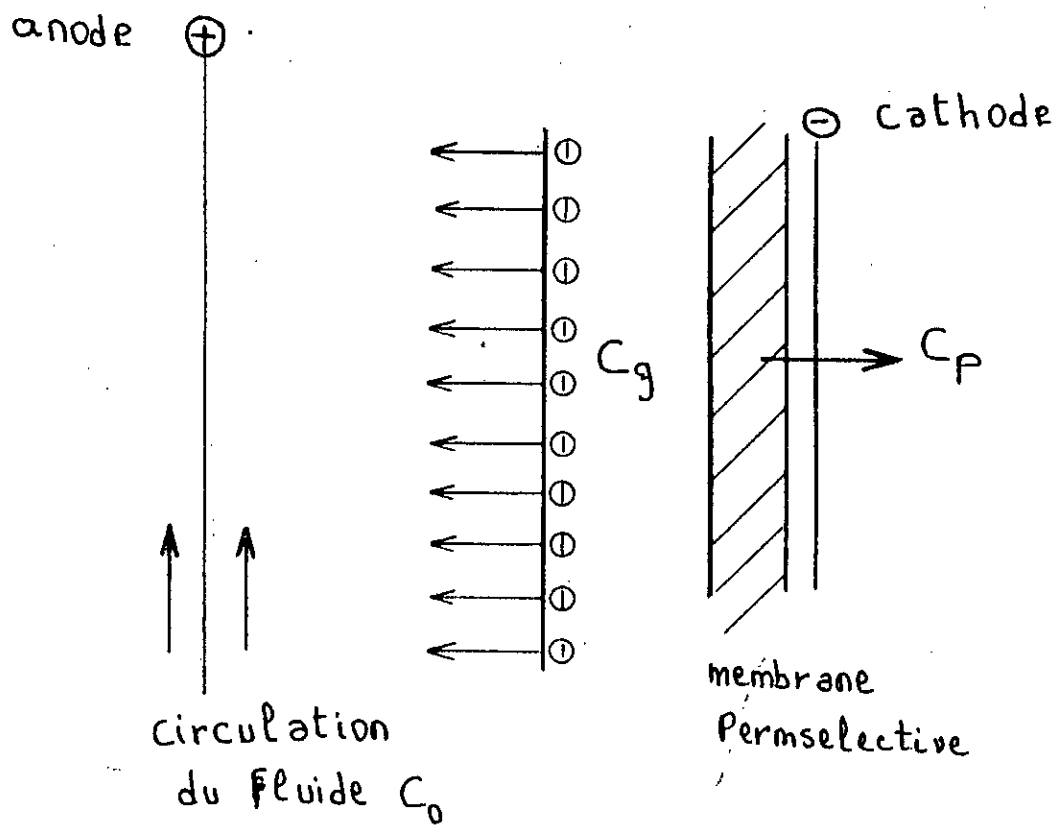


Figure n° 4: Schéma de principe de l'EUF

I-5-2 Définition de l'électroosmose

C'est l'écoulement d'un liquide à travers un média poreux et stable, mais chargé. Sa direction est vers l'électrode qui a la même charge que le média (membrane). (figure 5)

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

$$V_{eo} = \left[\frac{\zeta \cdot P \cdot \epsilon}{4 \cdot \pi \cdot \mu} \right] \cdot \frac{\Phi}{L} = K_M \cdot E \quad (13)$$

où:

P = Porosité de média (membrane);

μ = Viscosité de la suspension;

K_M = Constante électro-osmotique du média;

ζ = Potentiel Zeta de média;

Φ = Différence de potentiel;

L = Longueur (épaisseur du média);

ϵ = Constante diélectrique.

I-6 Principe de l'EUF

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

Le principe de l'électro-ultrafiltration consiste à perturber cet équilibre en superposant un flux de migration électrophoretique à ceux déjà cités.

Si ce flux est dirigé dans le même sens que la convection, il y'a aggravation de la polarisation de concentration, avec des effets néfastes sur le flux de transfert de matière.

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

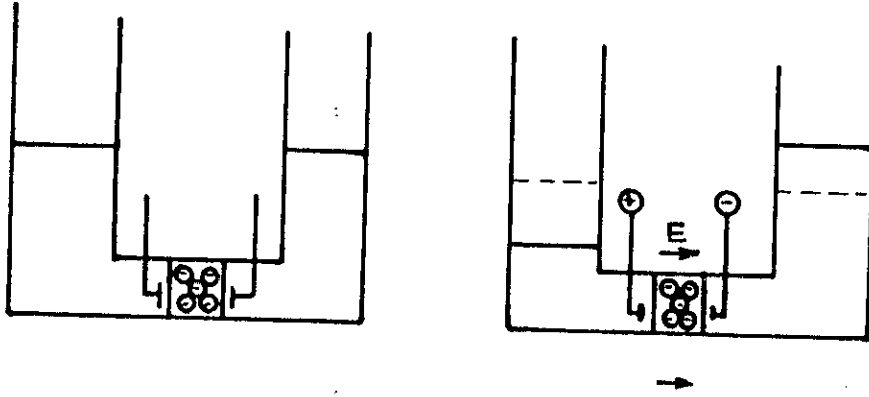


Figure n° 5: Phénomène d'électro-osmose

I-7 Influence des différents paramètres sur E U F

le procédé d'EUF consiste à créer un champ électrique entre deux électrodes placées de telle façon qu'apparaisse une force de nature électrique qui s'oppose à la force dû à l'écoulement transmembranaire (figure 4)

I-7-1 Tension appliquée et vitesse d'écoulement

Avant d'entamer le sujet, on doit définir la notion de la tension critique E_c .

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

La figure 6 montre les différents régimes d'opération pour une EUF en fonction de la valeur de la tension appliquée (E) par rapport à la tension critique (E_c) et aux différentes forces qui agissent sur une molécule dans chaque régime.

Régime 1: $E < E_c$

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

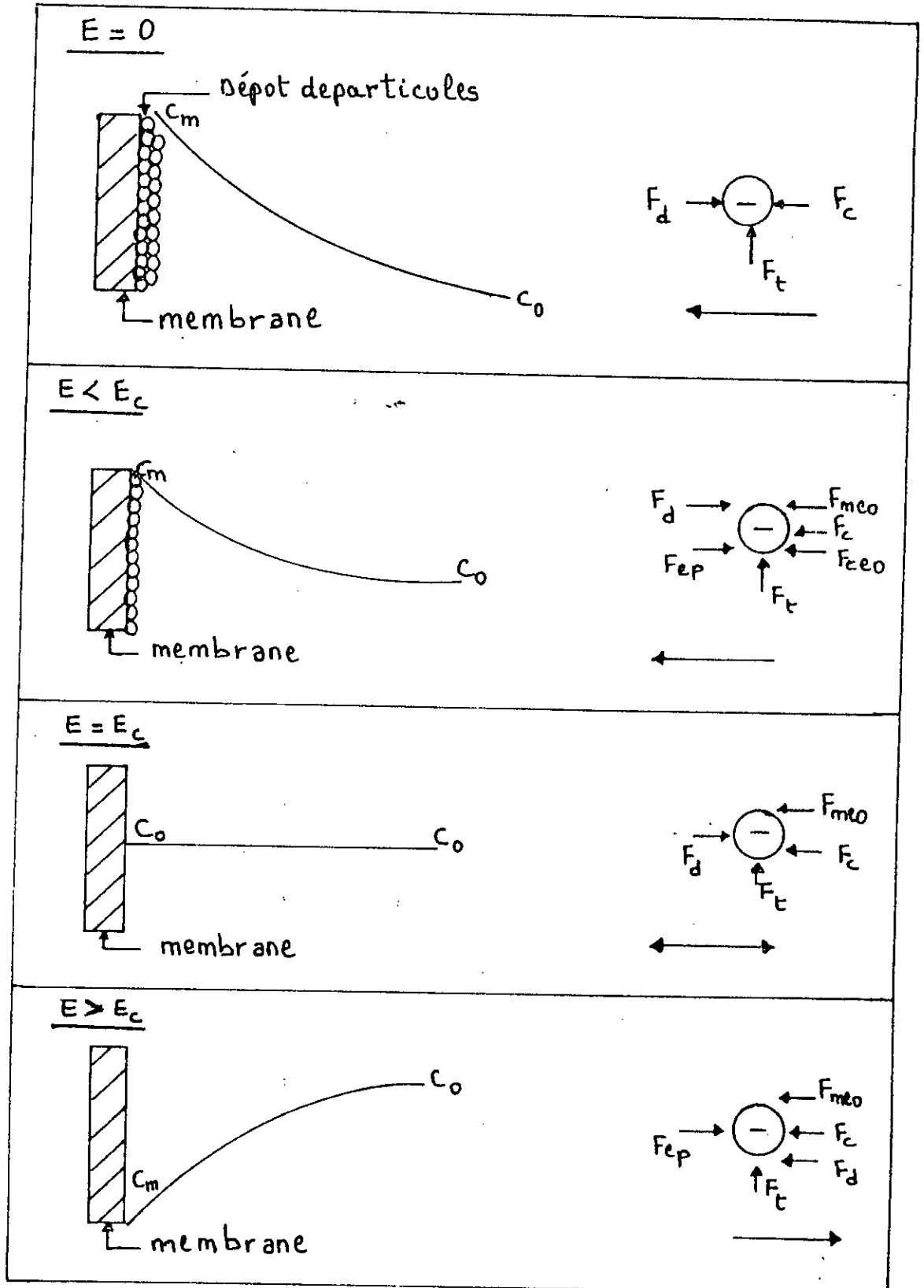
Régime 2: $E = E_c$.

C'est le cas où la migration globale des molécules est absente. donc il n'ya pas de gradient de concentration à l'interface membrane-macromolécules ainsi, l'augmentation de la vitesse tangentielle n'a aucune influence sur la vitesse de filtration.

Régime 3: $E > E_c$

Dans cette étape, la vitesse de migration électrophorétique est supérieure à la vitesse de transfert convectif à travers la membrane. Dans ce cas, les molécules se concentrent loin de la membrane et la concentration des molécules est minimale à sa proximité. Donc le gradient de concentration à l'interface membrane/suspension est l'opposé de celui observé en régime 1. L'augmentation de la vitesse tangentielle provoquera la migration des molécules vers la surface de la membrane, d'où la réduction de la vitesse de filtration; le dernier cas n'est pas intéressant en EUF. [5], [15].

Figure n° 6: Les différents régimes de fonctionnement pour une EUF en fonction de la valeur de la tension appliquée (E) par rapport la tension critique (E_c), et aux différentes forces qui agissent sur une particule dans chaque régime (F_t - force de cisaillement, F_d - force de diffusion, F_c - force de convection, F_{ep} - force électrophrétique, F_{mco} - force électro-osmotique due à la membrane, F_{ceo} - force électro-osmotique due au gâteau).



I-7-2 pression appliquée

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

Dans ce cas, toute élévation de pression augmentera l'épaisseur du gâteau formé, ce qui n'aura plus d'influence sur le débit de filtrat.

Cette valeur critique dépend du potentiel électrique appliqué et de la vitesse tangentielle et elle varie dans le même sens qu'eux. [8]

I-7-3 Influence de la concentration

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

Dans le régime $E = 0$ ou $E < E_c$, une augmentation de concentration induit une diminution assez importante de la vitesse de filtration et cela est due à la présence d'une couche de polarisation. [4]

II-7-4 pH de la solution à traiter

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

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

En conséquence, le changement du pH de la solution protéique influence sur la vitesse de filtration. [8]; [16].

II-7-5 Conductivite de la solution

Ce paramètre joue un rôle important en EUF. La conductivité dépend de la concentration et de la température de la suspension.(4)

I-8 Modèles de l'électro-ultrafiltration

Nous présentons lors de cette étude les deux modèles les plus couramment utilisés à savoir:

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

I-8-1 Modèle du film

Lors de l'application d'un champ électrique, la vitesse de perméation est due à deux mécanisme de transfert, l'un tient compte du transfert dans le film de l'UF et l'autre de la migration électrophoretique des particules sachant que la vitesse serait le produit de la mobilité U par le champ électrique E .

$$J_v (C - C_p) = -D \cdot \frac{dC}{dx} \pm UE (C - C_p) \quad (14)$$

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

$$J_v = \frac{D}{\delta} \ln \left(\frac{C_m - C_p}{C_0 - C_p} \right) \pm UE$$

$$J_v = K \ln \left(\frac{C_m - C_p}{C_0 - C_p} \right) \pm UE \quad (15)$$

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

$$J_v = K \ln \left(\frac{C_m}{C_0} \right) \pm UE \quad (16)$$

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

1er Cas:

La direction du champ est dans le sens d'une aggravation de la polarisation de concentration, c'est à dire, dans le sens de la convection. On conviendra ici de qualifier l'orientation de ce champ de "négative".

Le flux de perméat devient:

$$J_v = K \ln \frac{C_m}{C_0} - U.E \quad (17)$$

2ème Cas:

Dans ce cas, la direction du champ provoquera le déplacement des molécules dans la direction de la diffusion et il est "positif".

le flux de perméat s'écrit:

$$J_v = K \ln \frac{C_m}{C_0} + U.E \quad (18)$$

I-8-2 Modèle HENRY

D'après la théorie d'HENRY, le flux de filtration peut être exprimé par l'équation suivante:

$$J_v = \frac{\Delta P}{\mu.R_t}$$

Sachant que R_t est la résistance totale.

$$R_t = R_f + R_m + R_c$$

Où:

R_f = résistance du film due à la couche de polarisation. $[m^{-1}]$

R_m = résistance de la membrane. $[m^{-1}]$

R_c = résistance du gâteau. $[m^{-1}]$

Et l'équation du flux devient:

$$J_v = \Delta P / \mu (R_f + R_m + R_c) \quad (19)$$

I-8-2-1 Détermination de R_f

Lorsque le phénomène de polarisation de concentration intervient seule, la résistance du gâteau devient nulle et R_m est négligeable devant R_f . Le flux s'écrit:

$$J_v = \Delta P / \mu \cdot R_f \quad (20)$$

En combinant les deux équations (18) et (20) on aboutit à l'expression de la résistance de la couche de polarisation

$$R_f = \frac{\Delta P}{\mu \left(K \ln \frac{C_m}{C_0} + U.E \right)} \quad (21)$$

I-8-2-2 Détermination de la résistance de la membrane R_m

En absence d'un champ électrique, le flux de perméat est donné sous la forme suivant:

$$J_v = \Delta P / \mu \cdot R_m$$

En présence d'un champ électrique et en gardant les mêmes conditions opératoires, le flux de perméat sera plus important et cela est dû à l'effet d'électro-osmose.

$$J_{eo} = J_v + K_{\pi} \cdot E = \frac{\Delta P}{\mu \cdot R_m} + K_{\pi} \cdot E \quad (22)$$

Où :

K_m = coefficient électroosmotique de la membrane indépendant de la pression.

Le flux électro-osmotique peut s'écrire de la manière suivante:

$$J_{eo} = \Delta P / \mu \cdot R_m^* \quad (22')$$

Sachant que R_m^* est la résistance hydraulique apparente.

A partir des équations (22) et (22') on peut obtenir l'expression de R_m^* :

$$R_m^* = \frac{R_m}{1 + \mu \left(\frac{K_{\pi} \cdot E \cdot R_m}{\Delta P} \right)} \quad (23)$$

I-8-2-3 Détermination de la résistance du gâteau R_c

L'expression de R_c est obtenu lors de la filtration d'une macromolécule chargée en présence d'un champ électrique E ($E < E_c$) de la même manière et dans les mêmes conditions.

$$R_c^* = \frac{R_c}{1 + \mu \left(\frac{K_c \cdot E \cdot R_c}{\Delta P} \right)}$$

Dans le cas présent, R_c n'est pas constante, elle est fonction de l'épaisseur du gâteau qui peut être influencée par l'intensité du champ électrique.

Notons que K_c est le coefficient électro - osmétique du gâteau.

A $E = 1$ V/cm, R_c^* est la résistance du gâteau.

En conséquence, le flux de filtrat peut être obtenue en combinant les équations (19), (21), (23) et (24).

$$J_v = \frac{\Delta P}{\mu \left[\frac{\Delta P}{\mu \left(K \ln \frac{C_m}{C_0} + U \cdot E \right)} + \left[\frac{R_m}{1 + \mu \left(\frac{K_m \cdot E \cdot R_m}{\Delta P} \right)} \right] + \left[\frac{R_c}{1 + \mu \left(\frac{K_c \cdot E \cdot R_c}{\Delta P} \right)} \right] \right]} \quad (24)$$

Chapitre II :
DISPOSITIFS ET MATERIELS

II-1 Dispositif expérimental

Dans le but de réaliser cette étude, on a constitué une nouvelle installation composée des éléments suivants: (figure II-1)

- Un bac d'alimentation (1) (volume de 4 litre) contenant la solution à filtrer.
- Une pompe (2) qui permet de véhiculer le fluide à la vitesse désirée.
- Un débitmètre (4) placé au dessus d'une vanne (3), permettant le contrôle de la vitesse de recirculation et la pression transmembranaire.
- Une cellule d'ultrafiltration (6) où la pression est imposée par la vanne (3) et la vanne (7) placée à la sortie; les pressions en amont et en aval sont mesurées avec des manomètres à mercure (5,5), (II)
- Le retour de la solution rétentat (9) dans le bac se fait au moyen d'un tube plongeur.
- Le perméat (8) est recueilli dans un recipient au moyen d'un tube.

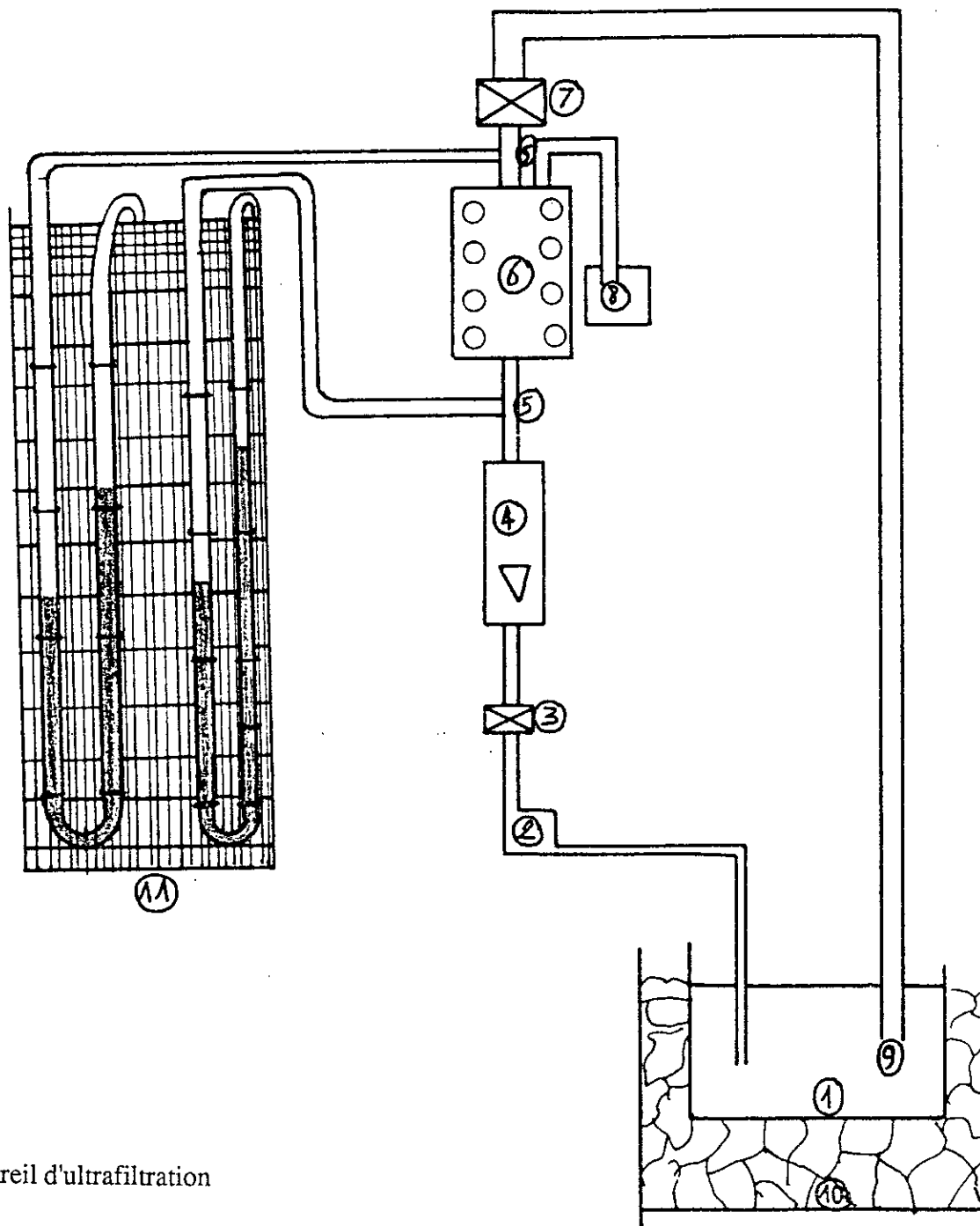
Dans le but de refroidir la solution, on met le bac dans un chréostat plein de glace (10).

La liaison entre ces différents éléments, se fait à l'aide de tubes en PVC.

II-2 Généralité sur le module plan

Dans ce module, la cellule a une forme plane constituée par un empilement de plaques portes membrane et de plaques séparatrices, le liquide y circule comme entre les pages d'un livre.

Ce type de module demande peu d'énergie (0,5 à 0,7kilowatt par mètre carré), un espace minimal, et s'applique parfaitement aux liquides visqueux. Leur nettoyage est relativement aisé, mais leur remplacement nécessite un démontage complet.[1], [2]



- ① Bac d'alimentation
- ② pompe
- ③ vanne
- ④ Débitmètre
- ⑤ manomètre à mercure
- ⑥ cellule d'Ultrafiltration
- ⑦ vanne
- ⑧ Circuit permeat
- ⑨ Circuit rétentat
- ⑩ chreostat plen de glace
- ⑪ plaque couverte de papier millimétré, portante de tubes remplis de mercure

Figure II-1: Appareil d'ultrafiltration

II- 2-1 Description de la cellule: (figure II.2)

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

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

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

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

La cellule est délimitée par une pièce terminale en plexiglas (9).

Afin de minimiser le risque de fuite, on utilise des vis de serrage traversant la cellule d'un côté à l'autre en repartissant uniformément la pression sur la surface portante.

II- 3 Généralité sur les membranes

La membrane constitue l'élément essentiel de la technique d'ultrafiltration. Ses qualités de stabilité chimique, physique et physico-chimique, mécanique voir microbiologique, conditionnent l'efficacité et les rendements technologiques et économiques des procédés.

Le constituant essentiel des premières membranes commercialisées était l'acetate de cellulose. Ce type de membrane est maintenant pratiquement abandonné en raison de ses limitations de tenue en température (50°C maximum), en pH (3 à 8) et aux agents oxydants.

La seconde génération est constituée à partir de polymères de synthèse tels que celles associant deux poly-électrolytes de charge opposée et qui présentent un domaine de pH allant de 1 à 10, ou celles à base de polysulfones modifiés ou polyamides (Iris 3022 de Rhône Poulenc) qui possèdent une bonne tenue à la température (jusqu'à 75°C), une excellente résistance chimique pouvant supporter des pH de 0 à 14. Pour ces membranes, la peau et le support sont préparées séparément puis assemblées par collage.

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

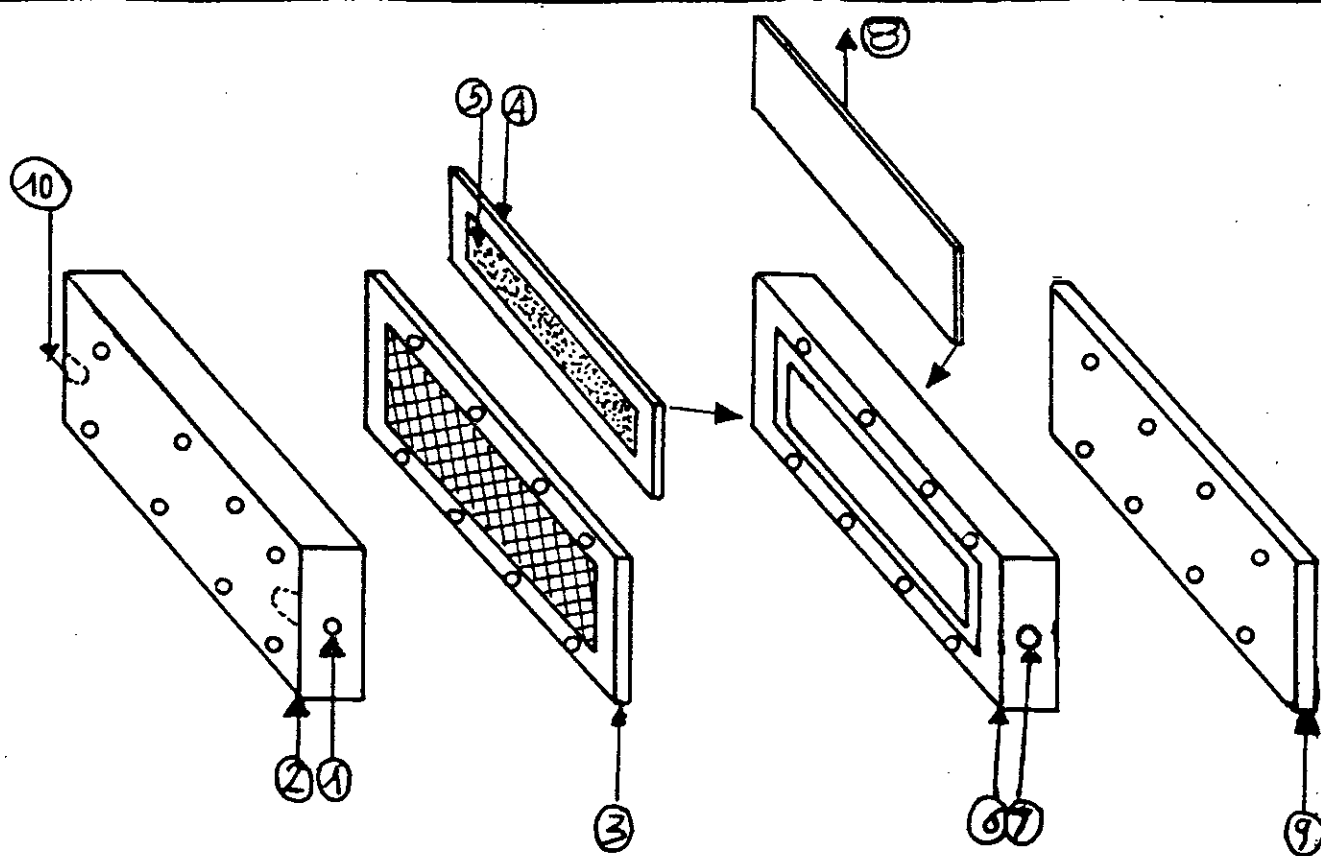


Figure II-2 : Montage de la cellule en UF et EUF

La troisième génération des membranes a été introduite sur le marché à la fin des années 1970.

Sa nature minérale (Zircone supportée par du carbone graphite) lui confère une grande stabilité thermique (400°C), mécanique (40 bars) et physico-chimique (toute l'échelle de pH) très élevée qui trouve tout son intérêt lors du traitement de produits à très haute viscosité.

Ce sont des membranes composite constituées d'un support poreux et d'une peau déposée par filtrage ou par un procédé sel-gel, citons l'exemple des membranes CARBOSE P (support carbone peau en oxyde de Zirconium). [1], [6], [9]

II- 3 Les membranes organiques IRIS 3038

Tout au long de notre étude, nous avons travaillé avec un seul type de membrane: l'Iris 3038.

Ce sont des membranes commercialisées par Rhône Poulenc, préparées à base d'une solution de deux polyélectrolytes de charge opposée dans un solvant de diméthylformamide en faisant appel à une évaporation-coagulation. Les caractéristiques de ces membranes sont données dans le tableau 2.

Ces membranes doivent être conservées dans une solution glycinée pour éviter la déshydratation et précédée d'un lavage prolongé à l'eau avant toute utilisation. [9]

Tableau N° 2: Caractéristique de la membrane IRIS 3038 d'après Nguyen Quang Trowg

Membrane	Nature physique	Composition chimique % d'équivalent ionique	permeabilité (l. m ⁻² .h ⁻¹ .bar ⁻¹)	Seuil de coupure (relatif aux pteines en solution aqueuse)
IRIS 3038	Composite trame nylon	50% Pa2 50% Pc2	8 000 - 85 000	20 000

PA_e : Copolymère acrylonitrile-méthylsulfonate de sodium

PC_e : Polyacrylonitrile-méthyle-vinyl-5 pyridine quaternisée à l'aide de sulfate de méthyle.

✶ II- 4 Promoteur de turbulence

C'est une grille en métal déployée obtenue par découpage et étriage d'une tôle d'acier inoxydable placée selon la configuration CD. (figure II- 3).

Cette grille est entourée d'un joint en silicone et elle joue le rôle d'électrode en EUF.

✶ II- 5 Alimentation électrique

Une alimentation continue (0 - 15⁵v et 0 - 16¹⁰A) est utilisée pour appliquer un champ électrique. Un multimètre permet de contrôler la différence de potentiel et l'intensité du courant circulant dans la cellule.

Le champ responsable de la migration des protéines sera déterminé grâce aux deux électrodes placées à l'intérieur de la cellule dont la distance entre eux est de 0,7cm.

La valeur du champ est calculée de la façon suivante:

$$E = \frac{\text{différence de potentiel électrique}}{\text{distance entre les deux électrodes}}$$

II- 6 Les solutions

Dans cette étude, nous avons utilisé comme fluide biologique une solution "modél" d'albumine du serum de bovin (BSA) commercialisée sous forme de poudre par INTERCHIM.

Les solutions sont obtenues par dissolution de la poudre dans du KCl (0,15M), en rajoutant une pincée d'azoture de sodium pour empêcher le développement d'une flore bactérienne.

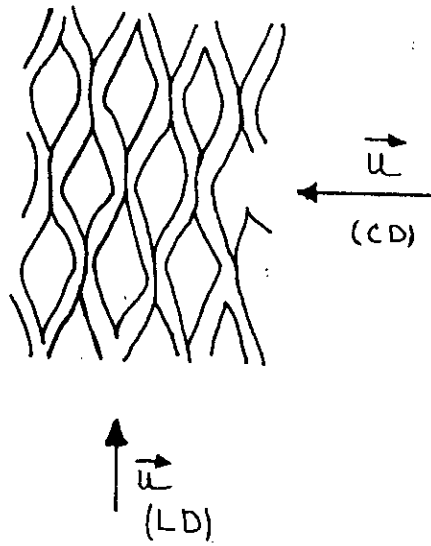


Figure n° II- 3: Schema représentant le promoteur de turbulence selon le sens de l'écoulement

II- 6- 1 Solution de KCl

Elle est obtenue par dissolution du KCl dans de l'eau distillée.

II- 6- 2 Solution tampon

Le tampon utilisé est: $\text{K H}_2 \text{PO}_4 / \text{Na}_2 \text{HPO}_4$, préparé dans les proportions suivantes:

- $\text{KH}_2 \text{PO}_4 = 0,025 \text{ mole/kg.}$
- $\text{Na}_2 \text{HPO}_4 = 0,025 \text{ mole/kg.}$

Ce tampon permet de maintenir le pH à une valeur de 6,7 tout le long des expériences.

II- 6- 3 La BSA

C'est une protéine constituée d'un enchainement d'acides aminés liés entre eux par des liaisons peptidiques. Elle est caractérisée par sa conformation c'est à dire par son organisme tridimensionnelle qui détermine sa propriété. Cette conformation peut être modifiée en présence de bases, acides (hydrolyse) , de solutions oxydantes, de solvants et de solutions salines.

Le pH du milieu influence sur la solubilité de la BSA, cette dernière passe par un minimum pour un pH correspondant au pH isoélectrique noté pHi.

La solubilité de la BSA augmente lorsque la solution contient des ions en faible quantité (0,5 à 1M), par contre, une concentration ionique importante enjendre l'abaissement de cette dernière où il en résulte une précipitation.

L'élévation de la concentration peut mener à la limite de solubilité où il ya formation d'un précipité contenant peu de solvant et assimilable à un gel, ce qui fait augmenter la viscosité de la solution et diminuer le coefficient de diffusion.

Il faut noter que l'abaissement de la constante diélectrique, obtenue par addition de solvants organiques peut entrainer une diminution de la solubilité de BSA.

Dans un domaine de température variant de 0 à 40°C, la solubilité de la BSA augmente légèrement, au delà de 40°C, il ya un risque de dénaturation qui rend la BSA

de plus en plus insoluble suivi en général de précipitation. [9], [17]

II-7 Suivie des expériences

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

Avant et après chaque expérience, on calcule la perméabilité de la membrane. On procède à un changement de membrane après trois séries de manipulation et entre ces trois series, On lave tout le système par un détergent (voir annexe B).

On vérifie chaque fois que la concentration initiale est constante par dosage à l'aide d'un spectro -photomètre UV à une longueur d'onde de 280nm;

Remarque:

Toutes les expériences ont été effectuées à une température moyenne de 26°C. Il faut signaler qu'à la fin de chaque expérience, la température atteignait les 30°C et cela en utilisant un chéostat rempli de glace.

Chap III:
RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS

III-1 Ultrafiltration sans pompe.

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

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

III.1.1. Essai de la perméabilité:

Pour une vitesse de recirculation de 0,019 m/s, on prélève le débit de perméat de l'eau par empotage en fonction de la pression transmembranaire.

cette dernière est donnée par la formule suivante:

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

où:

P_e = pression d'entrée du module d'ultrafiltration.

P_s = pression de sortie du module d'ultrafiltration.

Le tableau N° 1 résume les résultats obtenus.

Tableau N° 1: Evolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire

J_v (m/h) 10^3	26,483	206,890	281,379	554,483	608,891	640,359
ΔP (bar)	0,105	0,441	0,533	0,950	1,05	1,10
ΔP_f (bar)	0,105	0,118	0,092	0,092	0,118	0,105

En portant sur la figure(III.1), le flux de perméat J_v en fonction de Δp , on aboutit à une droite qui passe par l'origine.

Théoriquement la perméabilité est donnée par la loi de DARCY.

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

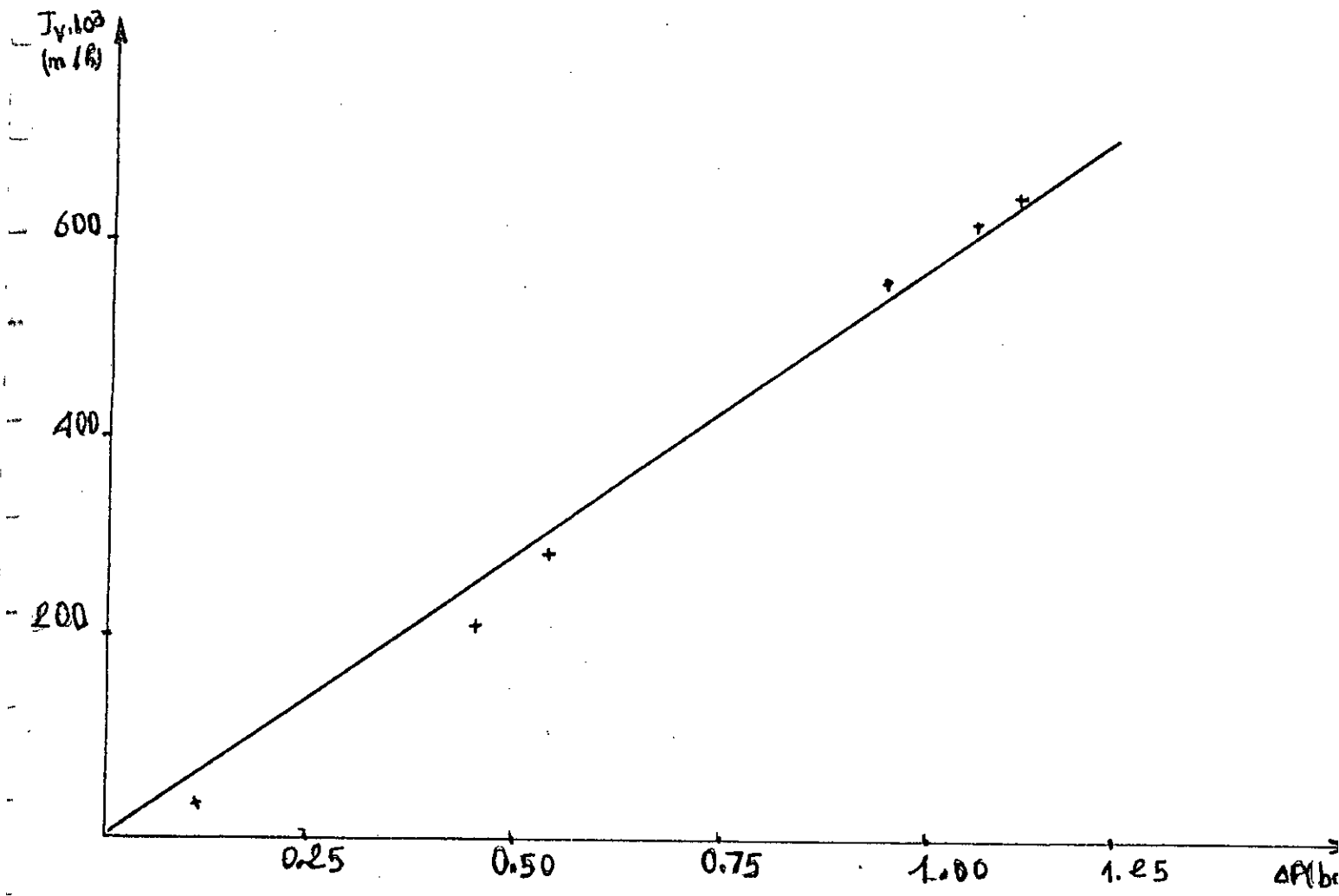


Figure n° III- 1: Influence de la pression transmembranaire sur le flux de solvant avant adsorption

Par analogie, on dira que la pente de la droite tracée correspond à la perméabilité.
On trouve $L_p=0.626 \text{ m/h.bar}$.

III-1-2 Ultrafiltration des solutions modèles de BSA

Dans le but de connaître le comportement de la membrane en présence d'une solution de BSA, durant une certaine période, on étudie l'évolution du flux de perméat J_v en fonction du temps, pour une concentration de 19 g/l , un $\text{pH} = 6.8$, un débit de recirculation de 400 l/h ($v = 0.025 \text{ m/s}$), une pression transmembranaire de 0.63 bar et $L_{p_0}=0.626 \text{ m/h.bar}$.

Les résultats sont représentés sur le tableau N° 2.

Tableau N° 2: Evolution du flux de perméat en fonction du temps

$J_v \text{ (m/h)} 10^3$	75,8	68,96	64,96	63,45	63,17	62,48	62,21	62,07
$t \text{ (m)}$	1	5	7	10	15	20	25	30

En traçant $J_v=f(t)$, on remarque qu'en un premier temps il ya diminution du débit de perméation, ce qui correspond à la mise en place de la polarisation, pour qu'ensuite elle se stabilise ceci qui est dû au colmatage.

En calculant la nouvelle perméabilité de la membrane après l' avoir rincé donc supprimé la polarisation on trouve une valeur de 0.138 m/h.bar , ce qui nous informe sur l'importance de la couche protéique réstant liée à la membrane.

III-1-3 Etude de l'influence des parametres hydrodynamiques sur les performances de l'ultrafiltration de la BSA:

III-1-3-1 Influence de la pression et de la vitesse de recirculation sur le flux de perméat

On a ultrafiltré diverses solutions de BSA (concentrations égales à 1g/l et 11g/l) à des pressions variables.

On a tracé $J_v = f(\Delta p)$ pour chaque concentration et vitesse.

$Q_v = 400 \text{ l/h}$, $\Delta P = 0,63 \text{ bar}$, $C_o = 19 \text{ g/l}$
 $\text{pH} = 6,8$, $L_{p0} = 0,458 \text{ n/h bar}$

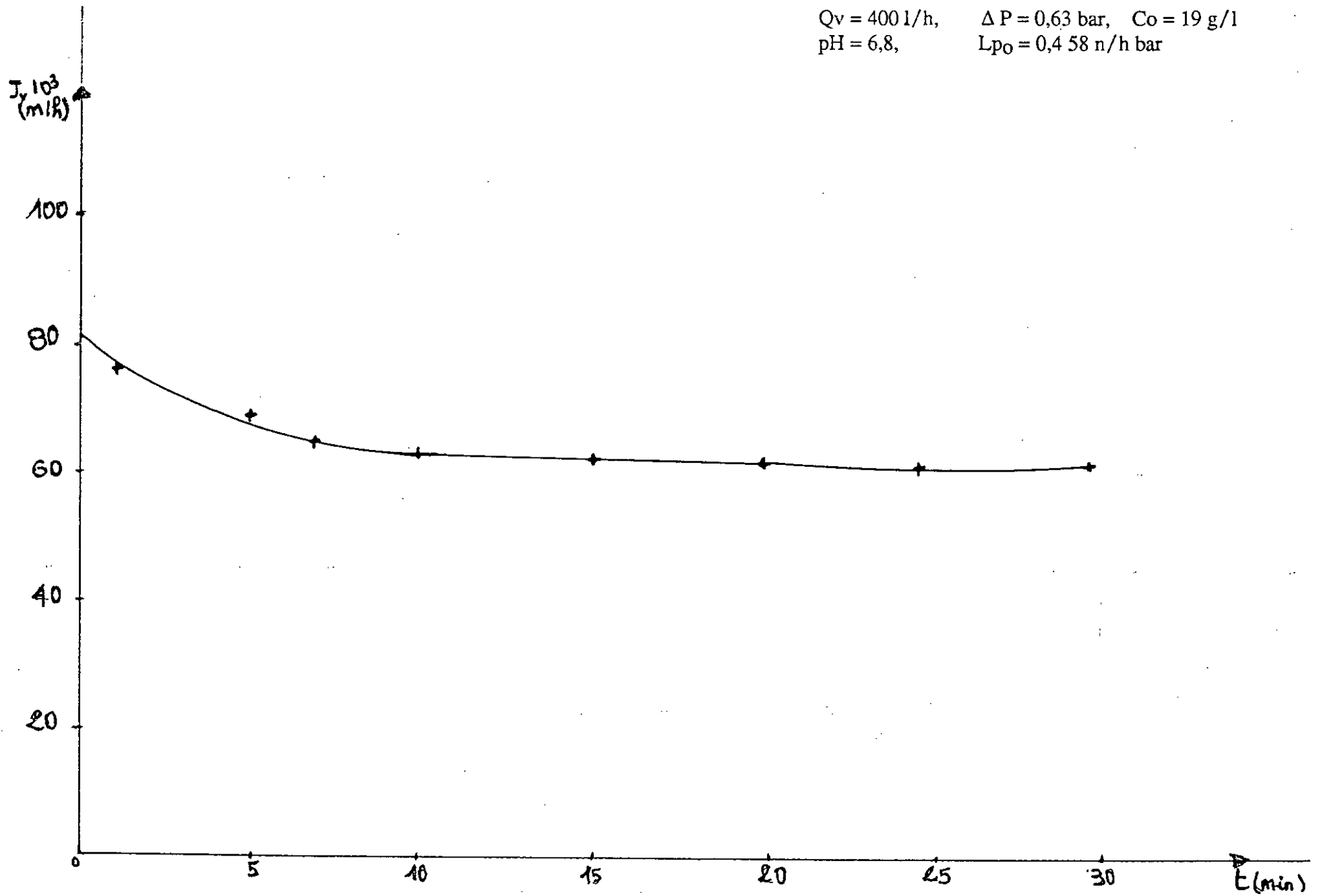


Figure III-2 : Évolution du flux de perméat en fonction du temps (sans promoteur de turbulence).

- 40 -

Les tableaux N°3, N°4, N°5, N°6, N°7, N°8 représentent les résultats trouvés.

Évolution de $J_v = f(\Delta P)$ pour $C_o = 1\text{g/l}$, $\text{pH} = 6,8$

Pour:

$$Q_v = 500 \text{ l/h} \longrightarrow v = 0,032 \text{ m/s}$$

Tableau N°3: Évolution du flux de permeat en/ fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation $v = 0,032 \text{ m/s}$.

$J_v \text{ (m/h)} 10^3$	72,827	108,413	117,517	159,724	165,417
$\Delta P \text{ (bar)}$	0,276	0,533	0,566	0,934	1,006
$\Delta P_f \text{ (bar)}$	0,316	0,303	0,289	0,092	0,276

pour:

$$Q_v = 400 \text{ l/h} \longrightarrow v = 0,026 \text{ m/s}$$

Tableau N°4: Évolution du flux de permeat en/ fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation $v = 0,026 \text{ m/s}$.

$J_v \text{ (m/h)} 10^3$	22,345	87,724	112,552	134,068	136,5
$\Delta P \text{ (bar)}$	0,191	0,526	0,665	0,013	1,092
$\Delta P_f \text{ (bar)}$	0,276	0,263	0,197	0,210	0,184

Pour:

$$Q_v = 300\text{l/h} \text{ -----} \rightarrow v = 0,019\text{m/s.}$$

Tableau N°5: Évolution du flux de permeat en/ fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation $\vartheta = 0,019 \text{ m / s}$.

Jv (m /h) 10 ³	40,552	48,827	79,448	94,345	95,2
ΔP (bar)	0,335	0,439	0,559	1,092	1,131
ΔPf (bar)	0,171	0,197	0,171	0,131	1,131

Evolution de Jv = f(Δp) pour Co = 11g/l, pH = 6,8:

pour

$$Q_v = 500\text{l/h} \text{ -----} \rightarrow v = 0.039 \text{ m/s.}$$

Tableau N°6: Évolution du flux de permeat en/ fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation $\vartheta = 0,032 \text{ m / s}$.

Jv (m /h) 10 ³	38,89	57,93	61,24	93,52	99,74
ΔP (bar)	0,224	0,348	0,434	0,605	0,921
ΔPf (bar)	0,289	0,303	0,316	0,263	0,263

pour:

$$Q_v = 400\text{l/h} \text{ -----} \rightarrow v = 0.026 \text{ m/s.}$$

Tableau N°7: Évolution du flux de permeat en/ fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation $\vartheta = 0,026 \text{ m / s}$.

Jv (m /h) 10 ³	16,386	50,483	59,586	93,500	94,071
ΔP (bar)	0,177	0,990	0,506	0,981	1,046
ΔPf (bar)	0,250	0,263	0,250	0,171	0,197

$C_0 = 1 \text{ g/l}$ $\text{pH} = 6,8$

+ $Q_v = 500 \text{ l/h}$ ———> $v = 0,039 \text{ m/s}$
• $Q_v = 400 \text{ l/h}$ ———> $v = 0,026 \text{ m/s}$
◻ $Q_v = 300 \text{ l/h}$ ———> $v = 0,019 \text{ m/s}$

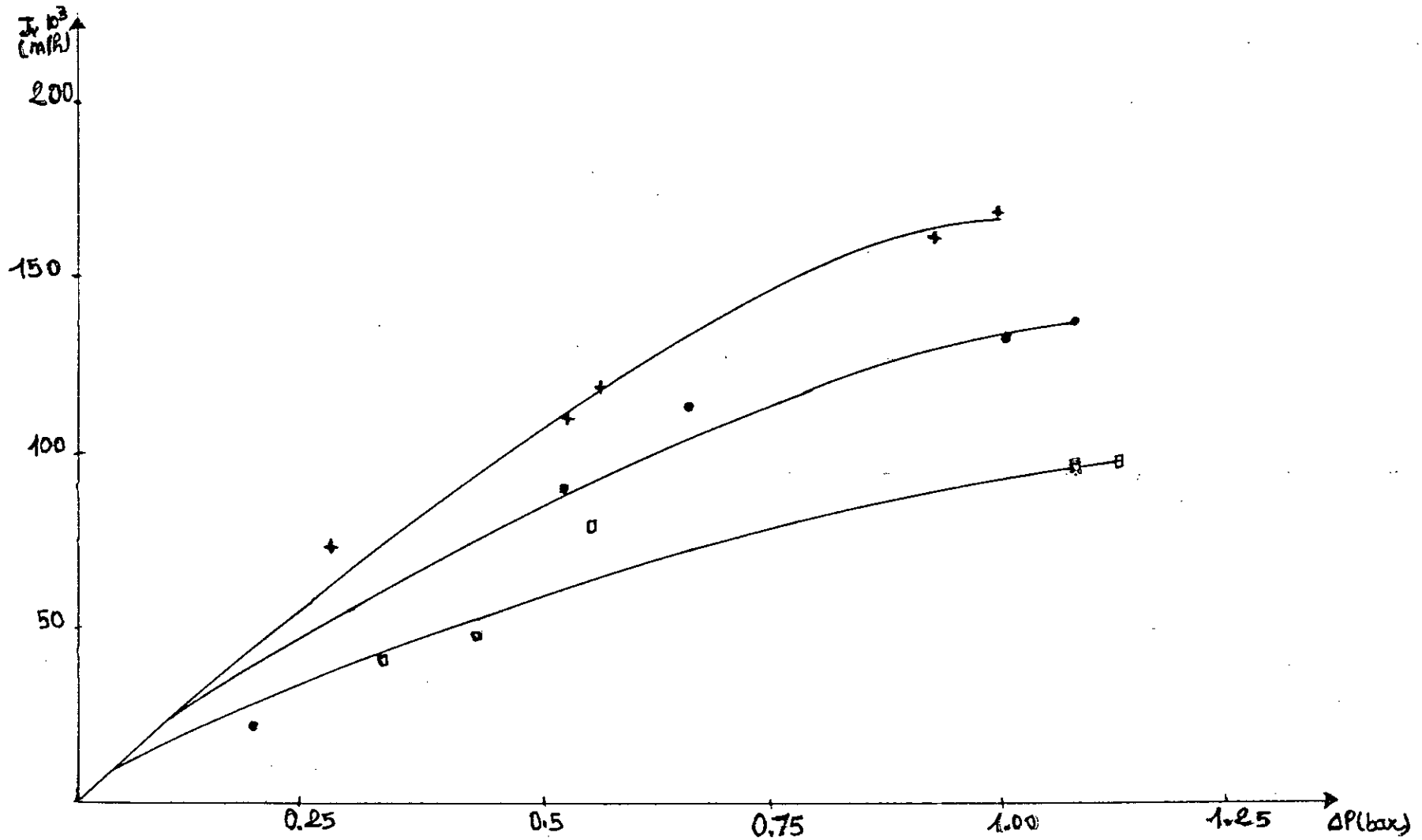


Figure III-3: Influence de la pression trans membranaire sur le flux de perméat pour différentes vitesses de recirculation (sans promoteur de turbulence)

$C_0 = 11 \text{ g/l}$ $\text{pH} = 6,8$

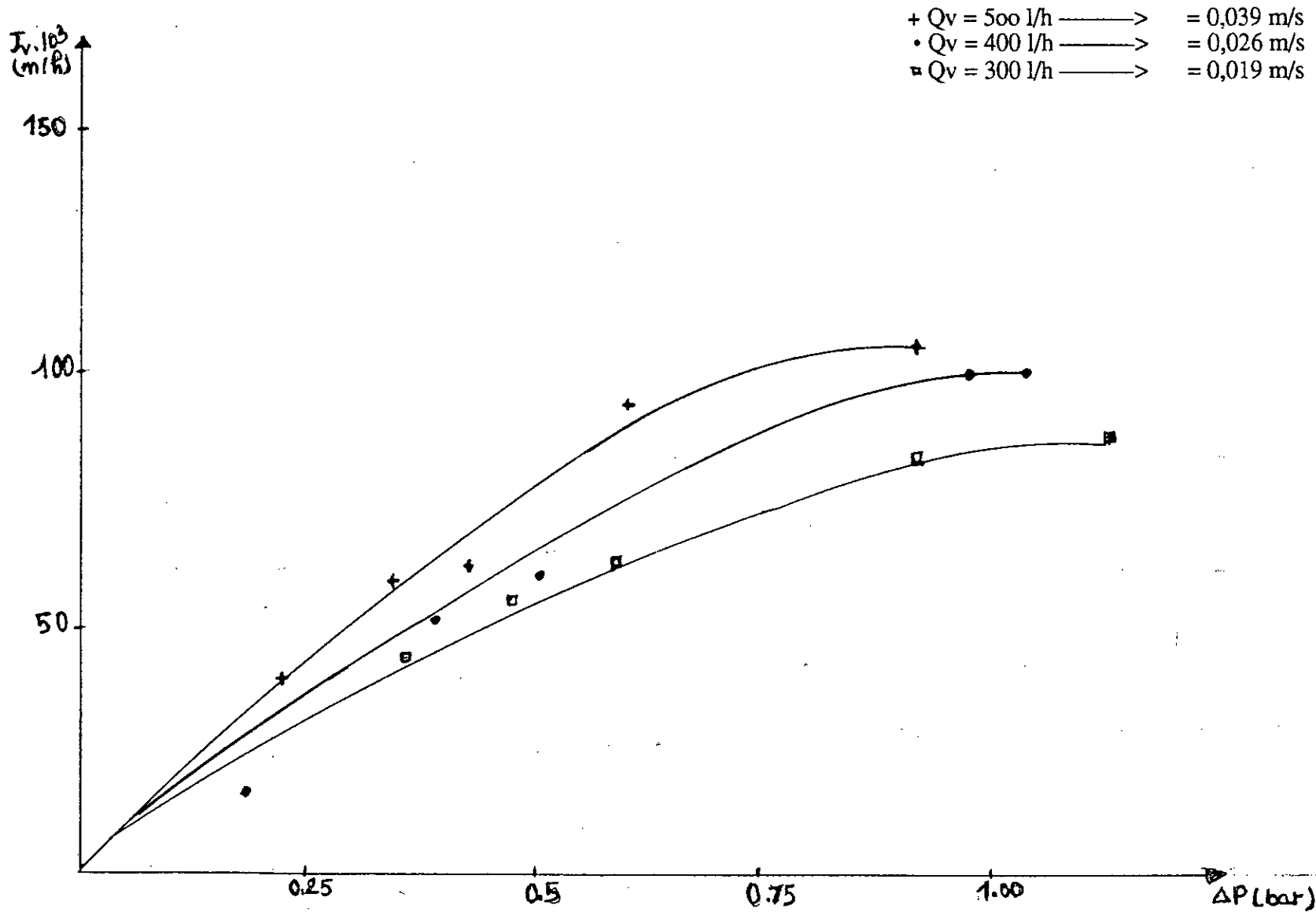


Figure III-4: Influence de la pression trans membranaire sur le flux de perméat pour différentes vitesses de recirculation (sans promoteur de turbulence)

Pour:

$$Q_v = 3001/h \text{ -----} \rightarrow v = 0.019m/s.$$

Tableau N°8: Évolution du flux de perméat en/ fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation $\vartheta = 0,019 \text{ m / s}$.

$J_v \text{ (m /h) } 10^3$	42,207	53,793	67,241	81,931	82,7001
$\Delta P \text{ (bar)}$	0,355	0,474	0,592	0,921	1,138
$\Delta P_f \text{ (bar)}$	0,210	0,184	0,184	0,131	0,145

On constate sur la figure (III.3), que le flux de filtration augmente rapidement avec la pression transmembranaire avec des valeurs faibles et indépendamment de la vitesse de recirculation, pour atteindre un palier à une pression de l'ordre de 1,006 à 1,131 bars.

Ce palier est obtenu à une pression d'autant plus élevée que la vitesse est plus grande.

Comme le flux de perméat n'augmente plus au delà d'un certain seuil de pression transmembranaire, cela indique en régime de polarisation de concentration que l'on a atteint la concentration limite de molécules rejetées.

Lorsqu'on augmente la concentration (figure III.4) de la solution, il y a diminution du flux de perméat. La polarisation et colmatage de la membrane s'intensifient. On sait déjà que la concentration au niveau de la membrane C_m est supérieure à la concentration initiale C_0 , alors toute augmentation de C_0 , mène à une augmentation de C_m .

En conclusion, on peut dire que l'augmentation de la vitesse a une influence bénéfique sur le flux de perméat, mais cette dernière n'aura aucun effet à un certain seuil de pression transmembranaire ou la couche de polarisation de concentration se tasse et entraîne un colmatage irréversible. Toute augmentation de concentration de la solution engendre un apport supplémentaire de soluté à la paroi filtrante qui modifie les équilibres d'adsorption dans le sens d'une fixation plus importante des macromolécules.

III-1-4 Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge

Les pertes de charge ΔP_f représentent l'énergie du fluide perdue au moment de son passage à travers la membrane.

ΔP_f est donnée par la formule suivante:

$$\Delta P_f = P_e - P_s$$

d'autre part:

$$\Delta P_f = \alpha Q_v^n$$

pour une vitesse de recirculation donnée, les pertes de charges sont approximativement constantes, quelque soit la pression transmembranaire appliquée.

On a :

$$\Delta P_f = \left\{ \frac{v^2}{2g} \right.$$

$\left\{ \right.$: représente: coefficient de perte de charge caractérisant la singularité.

g : la pesanteur. ($m \cdot s^{-2}$)

Dans le tableau N°9, on associe à chaque débit de recirculation, la perte de charge correspondante.

Tableau N° 9: Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge

Q_v (m^3/h)	0,12	0,3	0,4	0,5	0,6
ΔP_f (bar)	0,171	0,179	0,263	0,369	0,408
$-\ln Q_v$	0,161	1,21	0,92	0,69	0,51
$-\ln \Delta P_f$	1,73	1,63	1,34	1,12	0,89

Par définition :

$$\Delta P_f = \alpha Q_v^n$$

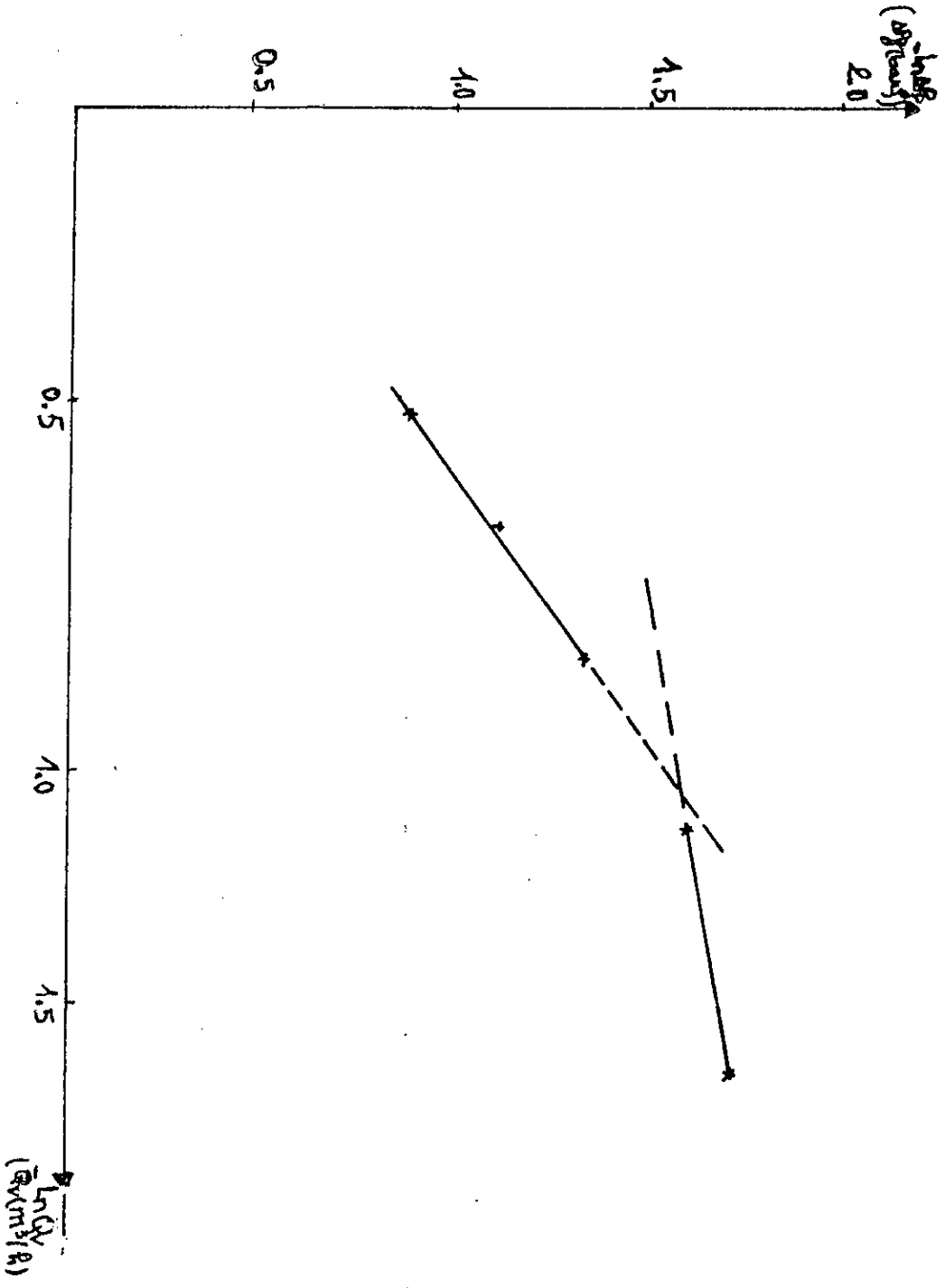
donc:

$$\ln \Delta P_f = \ln \alpha + n \ln Q_v$$

En traçant $\ln \Delta P_f$ en fonction de $\ln Q_v$, on obtient une intersection de deux droites. Ce changement de pente est dû à un changement de régime d'écoulement. (figure III.5).

L'augmentation de la vitesse de recirculation représente un promoteur de

Figure 5 : Influence du débit de recirculation sur les pertes de charges (sans promotion de turbulence).



turbulente et ce dernier engendre une augmentation de perte de charge donc des dépenses d'énergie, pour cela une étude économique est nécessaire.

III- 1- 5 Étude des mécanismes de transfert au niveau de la membrane

Dans le but de vérifier la validité du modèle de polarisation présenté au chapitre I, on va utiliser les résultats expérimentaux trouvés.

III- 1- 5- 1 Détermination de la concentration de gel

Comme on l'a déjà montré au chapitre I, le flux de perméat atteint une valeur limite $J_v \text{ lim}$ à des pressions transmembranaires Δp élevée ce qui s'explique par la formation d'une couche de gel à la surface de la membrane de concentration C_g . On a l'équation suivante:

$$J_v \text{ lim} = K \ln \frac{C_g}{C_o}$$

La valeur de la concentration C_g à la membrane est déterminée à partir des résultats expérimentaux. (figure III- 6)

En portant $J_v \text{ lim}$ en fonction de $\ln C_o$ (figure III- 6) à vitesse de recirculation constante, on aboutit à une droite de pente $-K$.

Quand C_o tend vers C_g , $J_v \text{ lim}$ tend vers zéro de sorte que la valeur de C_g est obtenue par extrapolation.

On trouve $C_g = 772,78 \text{ g /l}$.

De nombreux auteurs ont mesuré la concentration de gel dans le cas de BSA et les résultats trouvés divergent beaucoup. Ces derniers sont donnés sur le tableau suivant:

Cette divergence est due aux variations des propriétés des protéines en fonction

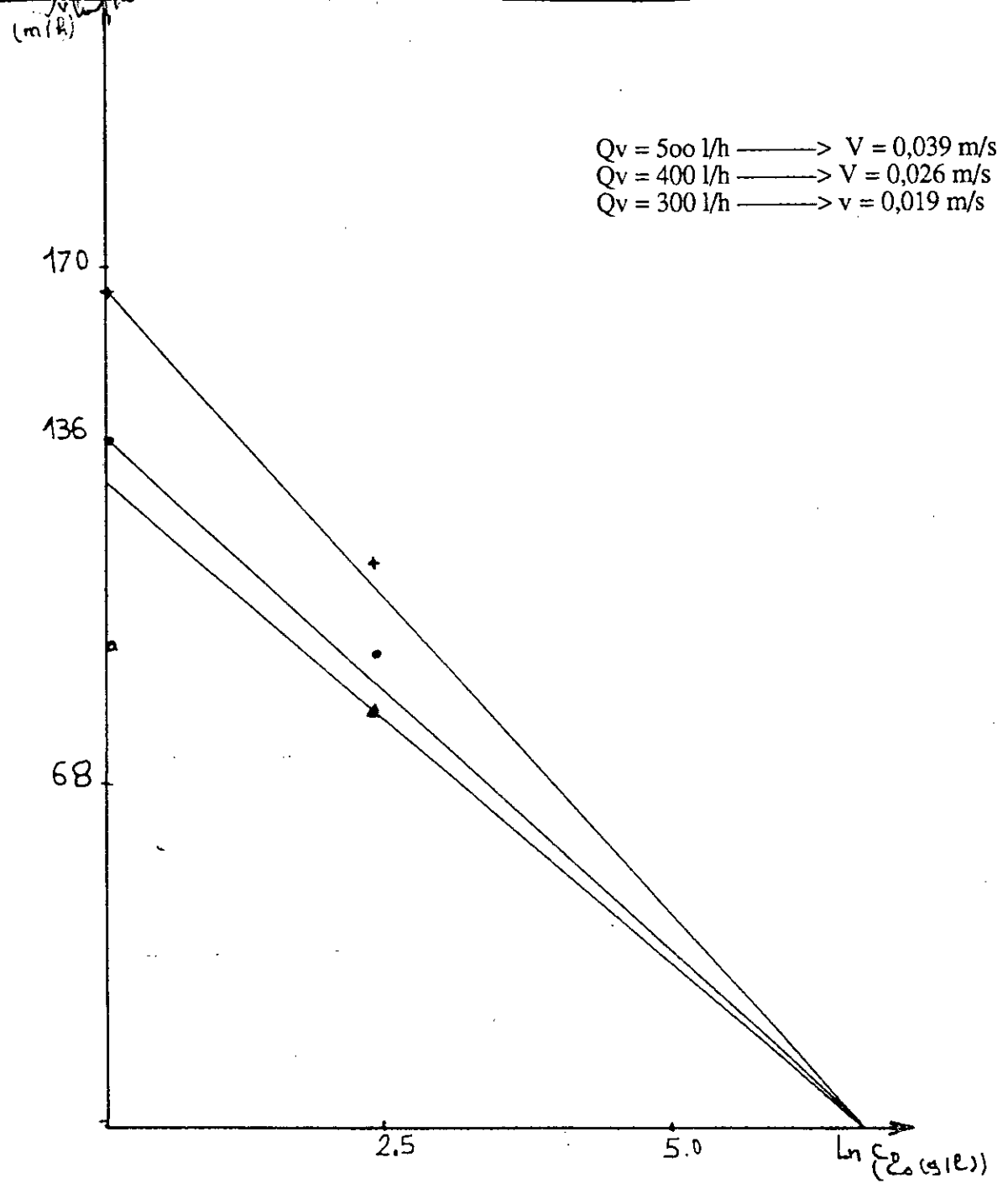


Figure III-6 : Variation du flux de permeat avec la concentration C_0 (sans promoteur de turbulence)

des conditions opératoires (pH, salinité concentration à la membrane). [9]

Auteur	Cgel
Bakloutl	200g/l
Kozinski	50% en poids
Backer et Col	10 à 14% en poids
Batt et Col	> 100% en poids

III- 1- 5- 2 Détermination du coefficient de transfert de masse

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

Le tableau n° 10 Rresume les résultats trouvés

Qv (l/h)	500	400	300
ϑ (m/s)	0,032	0,025	0,019
K. 10 ³ (m/s)	25,11	20,32	19,17

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

Le coefficient de transfert de masse est relié à la vitesse de recirculation par la relation suivante:

$$K = \propto V^n$$

En portant $\ln K = f(\ln V)$, on obtient une droite de pente n (figure III- 7) égale

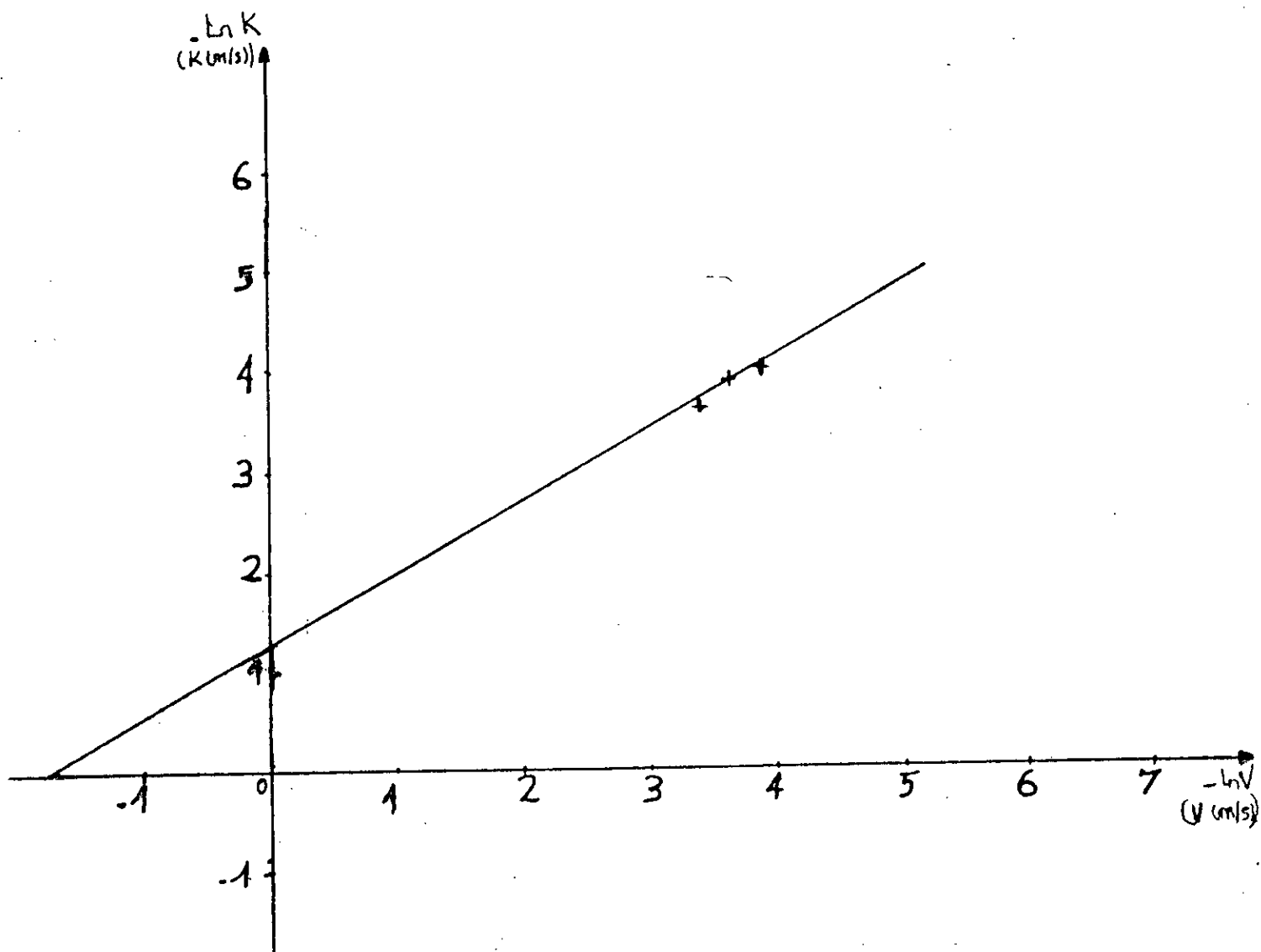


Figure n° III-7: Influence de la vitesse de recirculation sur le coefficient de transfert de masse K

à 0,54.

Cette valeur de n est voisine à celle trouvée par Grober et Col pour des écoulements des canaux tubulaires en régime laminaire. (Tableau I- 1)

III- 2 Ultrafiltration avec promoteur de turbulence

Afin de réduire le phénomène de polarisation et de colmatage, donc augmenter le flux de perméat, on doit éliminer le régime laminaire qui règne au niveau de la membrane et créer une certaine turbulence. Pour cela, on fait appel à un promoteur de turbulence fixe: c'est la grille déployée.

Le but de notre étude est de vérifier cette théorie en gardant les conditions opératoires utilisées en ultrafiltration simple fixe.

III- 2- 1 Variation du flux de perméat en fonction du temps

Pour une concentration de 19 g/l, un pH de 6,8, un débit de recirculation de 400 l/h ($\varnothing = 0,026$ m/s) et une pression transmembranaire de 0,36 bar.

On fait évaluer le flux de perméat J_v en fonction du temps.

Les résultats sont représentés sur le tableau N° 11.

Tableau N° 11: Evolution du flux de perméat en fonction du temps

$J_v 10^3$ (m /h)	89,65	82,76	81,38	78,76	76,27	75,31	74,20	73,65	73,103
t (mn)	1	4	5	7	10	15	20	25	30

$Q_v = 400 \text{ l/h}$ $\Delta P = 0,63 \text{ bar}$
 $C_o = 19 \text{ g/l}$ $\text{pH} = 6,8$. $L_{p0} = 0,458 \text{ n/h bar}$

+ Avec promoteur
• Sans promoteur

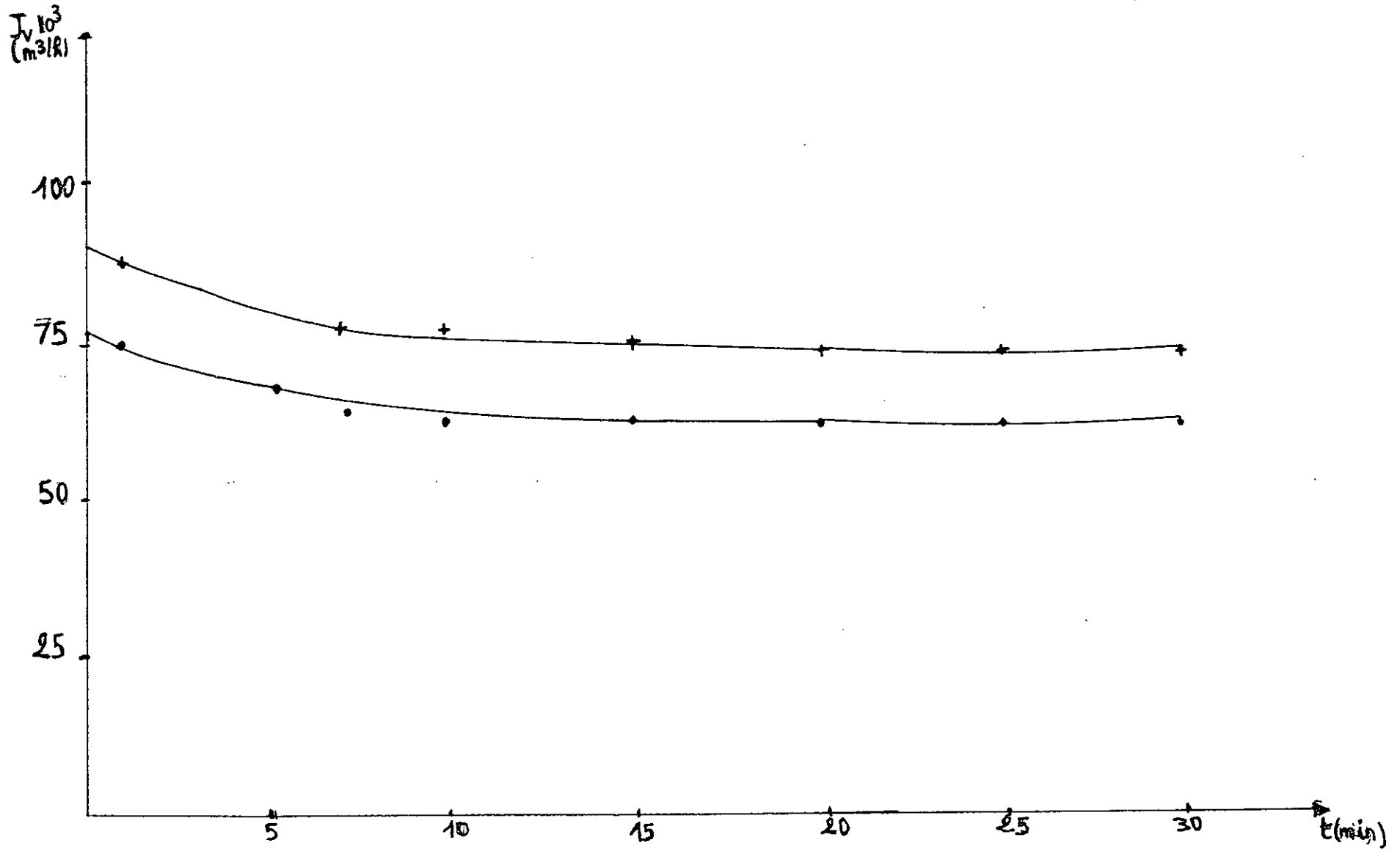


Figure III-8: Variation du flux de perméat en fonction du temps (avec et sans promoteur de turbulence).

La figure (III- 8) représente l'évolution de $J_v = f(t)$, en présence et absence de promoteur de turbulence.

On remarque qu'il ya un écart entre les deux courbes et que la présence de promoteur de turbulence influence sur la valeur du flux de perméat.

Si on compare les deux paliers, on remarque que le palier est atteint a une valeur de $73,65 \cdot 10^3 \text{ m}^3/\text{h}$ supérieure à celle obtenue en absence de promoteur.

III- 2- 2 Étude de l'influence des paramètres hydrodynamique sur les performances de la BSA :

III- 2- 2- 1 Influence de la pression et de la vitesse de recirculation sur le flux de perméat

En gardant les mêmes conditions opératoire (C_0 , Q_v , pH , T), on à tracé $J_v = f(\Delta p)$, pour chaque concentration et vitesse.

III-2-2-1-1 Evolution de $J_v = (\Delta P)$ pour $C_0 = 1\text{g/l}$, $\text{pH} = 6,8$:

Les tableaux N° 12, N° 13, N° 14, N° 15, N° 16, N° 17, représentent les résultats trouvés:

Pour $Q_v = 500 \text{ l/h}$ ———> $\vartheta = 0,032 \text{ m/s}$

$J_v \cdot 10^3 \text{ (m}^3/\text{h)}$	114,27	160,55	240,00	250,68	269,79
$\Delta P \text{ (bar)}$	0,23	0,42	0,66	0,82	0,93
$\Delta P f \text{ (bar)}$	0,368	0,303	0,342	0,355	0,316

Tableau N° 12: Évolution du flux de perméat en/ fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation $\vartheta = 0,032 \text{ m/s}$.

Pour $Q_v = 400 \text{ l/h}$ $\longrightarrow \vartheta = 0,026 \text{ m / s}$.

$J_v \cdot 10^3 \text{ (m / h)}$	72,83	111,72	132,41	173,79	190,34
$\Delta P \text{ (bar)}$	0,191	0,375	0,710	0,776	1,03
$\Delta Pf \text{ (bar)}$	0,224	0,315	0,263	0,276	0,303

Tableau N° 13 Évolution du flux de permeat en fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse de recirculation $\vartheta = 0,026 \text{ m / s}$.

Pour $Q_v = 300 \text{ l/h}$ $\longrightarrow \vartheta = 0,019 \text{ m / s}$.

$J_v \cdot 10^3 \text{ (m / h)}$	57,103	82,760	93,520	96,000	116,680
$\Delta P \text{ (bar)}$	0,204	0,450	0,570	0,720	1,140
$\Delta Pf \text{ (bar)}$	0,237	0,210	0,224	0,171	0,197

Tableau N° 14 Évolution du flux de permeat en fonction de la pression transmembranaire pour : $\vartheta = 0,019 \text{ m / s}$

III-2-2-1-2 Évolution de $J_v = f(\Delta P)$ pour $Co = 11\text{g/l}$.

Pour $Q_v = 500 \text{ l/h}$ $\longrightarrow \vartheta = 0,032 \text{ m / s}$

$J_v \cdot 10^3 \text{ (m / h)}$	78,62	96,83	109,24	131,58	133,24
$\Delta P \text{ (bar)}$	0,237	0,407	0,526	0,612	0,684
$\Delta Pf \text{ (bar)}$	0,368	0,316	0,263	0,328	0,316

Tableau N° 15: Évolution du flux de permeat en fonction de la pression transmembranaire pour un vitesse de recirculation: $\vartheta = 0,032 \text{ m / s}$.

$C_0 = 1 \text{ g/l}$ $\text{pH} = 6,8$

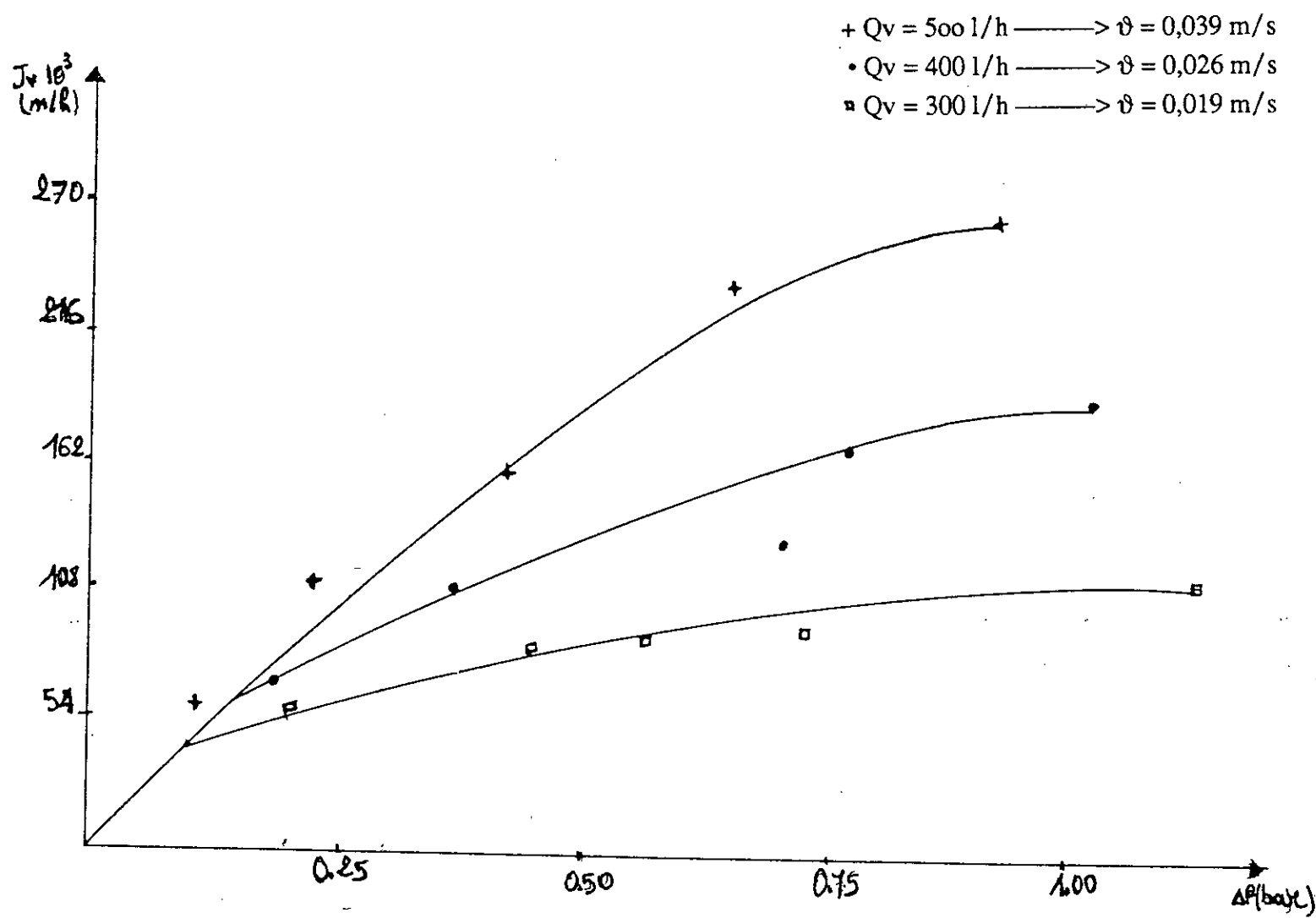


Figure III-9: Influence de la pression transmembranaire sur le flux de perméat pour différentes vitesses de recirculation (avec promoteur de turbulence)

$C_0 = 11 \text{ g/l}$ $\text{pH} = 6,8$

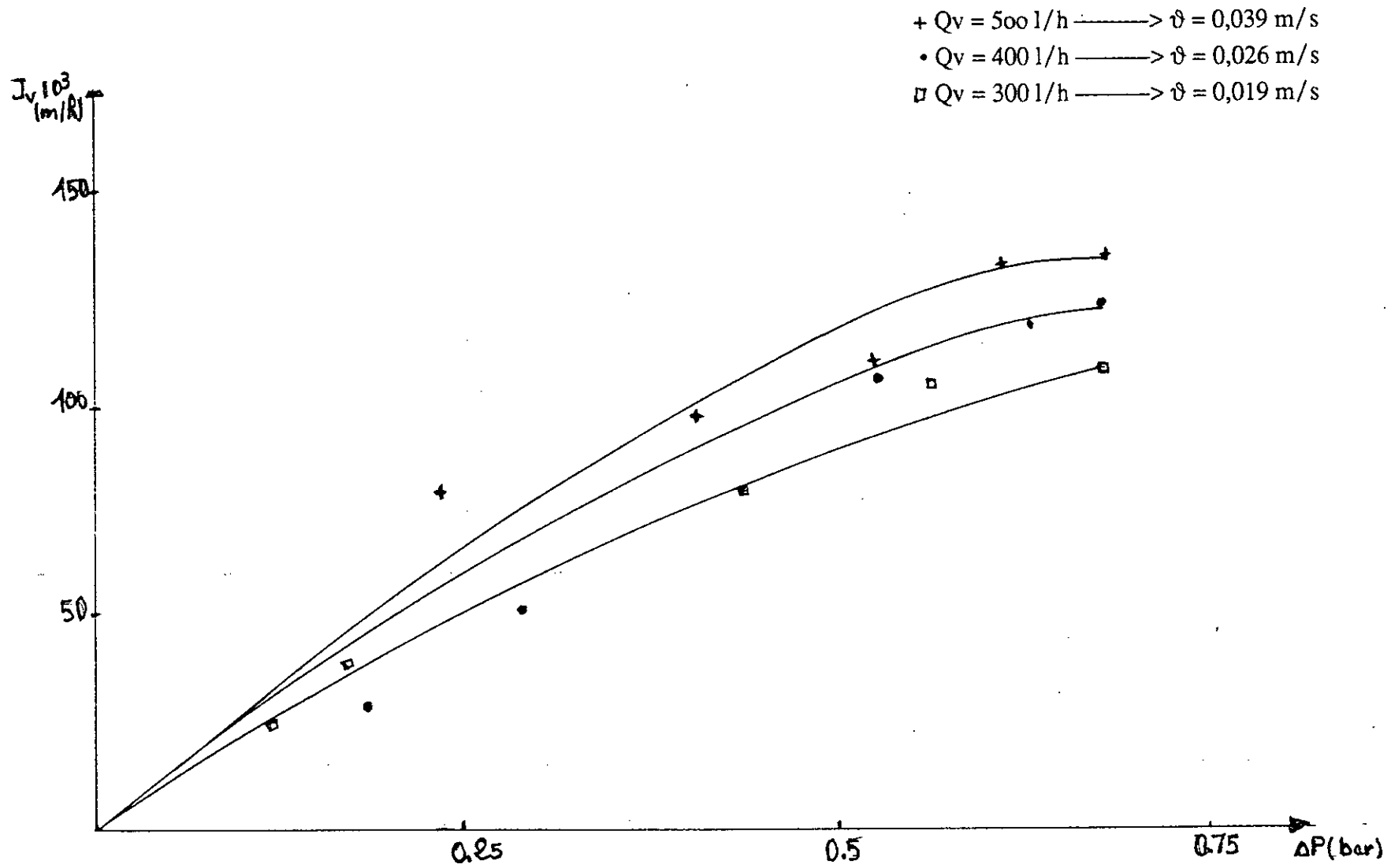


Figure III-10: Influence de la pression transmembranaire sur le flux de perméat pour différentes vitesses de recirculation (avec promoteur de turbulence)

Pour $Q_v = 400 \text{ l/h} \longrightarrow \vartheta = 0,026 \text{ m / s}$

$J_v \cdot 10^3 \text{ (m / h)}$	29,790	52,9600	107,580	117,520	124,140
$\Delta P \text{ (bar)}$	0,191	0,289	0,526	0,631	680
$\Delta P_f \text{ (bar)}$	0,211	0,315	0,263	0,289	0,303

Tableau N° 16 Évolution du flux de permeat en fonction de la pression transmembranaire pour un vitesse de recirculation: $\vartheta = 0,026 \text{ m / s}$.

Pour $Q_v = 300 \text{ l/h} \longrightarrow \vartheta = 0,019 \text{ m / s}$

$J_v \cdot 10^3 \text{ (m / h)}$	23,8	36,4	78,40	103,6	109,2
$\Delta P \text{ (bar)}$	0,118	0,171	0,467	0,650	0,620
$\Delta P_f \text{ (bar)}$	0,184	0,210	0,197	0,184	0,211

Tableau N° 17 Évolution du flux de permeat en fonction de la pression transmembranaire pour: $\vartheta = 0,019 \text{ m / s}$.

Les résultats sont représentés sur les figures (III- 9) et (III- 10).

En comparant les valeurs trouvées en UF avec et sans promoteurs, on remarque l'influence de la grille déployée sur le flux de permeat pour une concentration de 19g/l, une faible vitesse de recirculation et une forte pression, le flux de permeat est de $95,2 \cdot 10^{-3} \text{ m/h}$. Dans les cas d'une ultrafiltration sans promoteur. Par contre, ce flux est de $116,68 \cdot 10^{-3} \text{ m/h}$ pour une ultrafiltration avec promoteur. Dans ces conditions optimales et pour une concentration de 11g/l, le flux est de $82,7 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{h}$, en UF sans promoteur et de $109,2 \cdot 10^{-3} \text{ m/h}$, en Uf avec promoteur.

III- 2- 3 Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge

Pour une certaine concentration et de la même manière, on fait évaluer le débit de recirculation en fonction des pertes de charge.

Les résultats sont donnés sur le tableau N° 18.

$Q_v 10^3$ (m/h)	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6
ΔP_f (bar)	0,196	0,237	0,303	0,368	0,434
$-\ln Q_v$	0,161	1,21	0,92	0,184	0,51
$-\ln \Delta P_f$	1,63	1,44	1,19	0,99	0,83

Tableau N° 18: Influence du débit de recirculation sur les pertes de charge.

Sur la figure (III-11), on remarque une droite qui ne passe pas par l'origine et qui représente le régime turbulent.

Si on compare les résultats trouvés en ultrafiltration avec et sans promoteur, on constate que les pertes de charge augmentent en présence du promoteur.

III- 2- 4 Étude des mécanismes de transfert au niveau de la membrane

Le but de cette étude est de vérifier que la concentration du gel ne change pas en présence et absence du promoteur de turbulence et le coefficient de transfert augmente en présence de promoteur de turbulence.

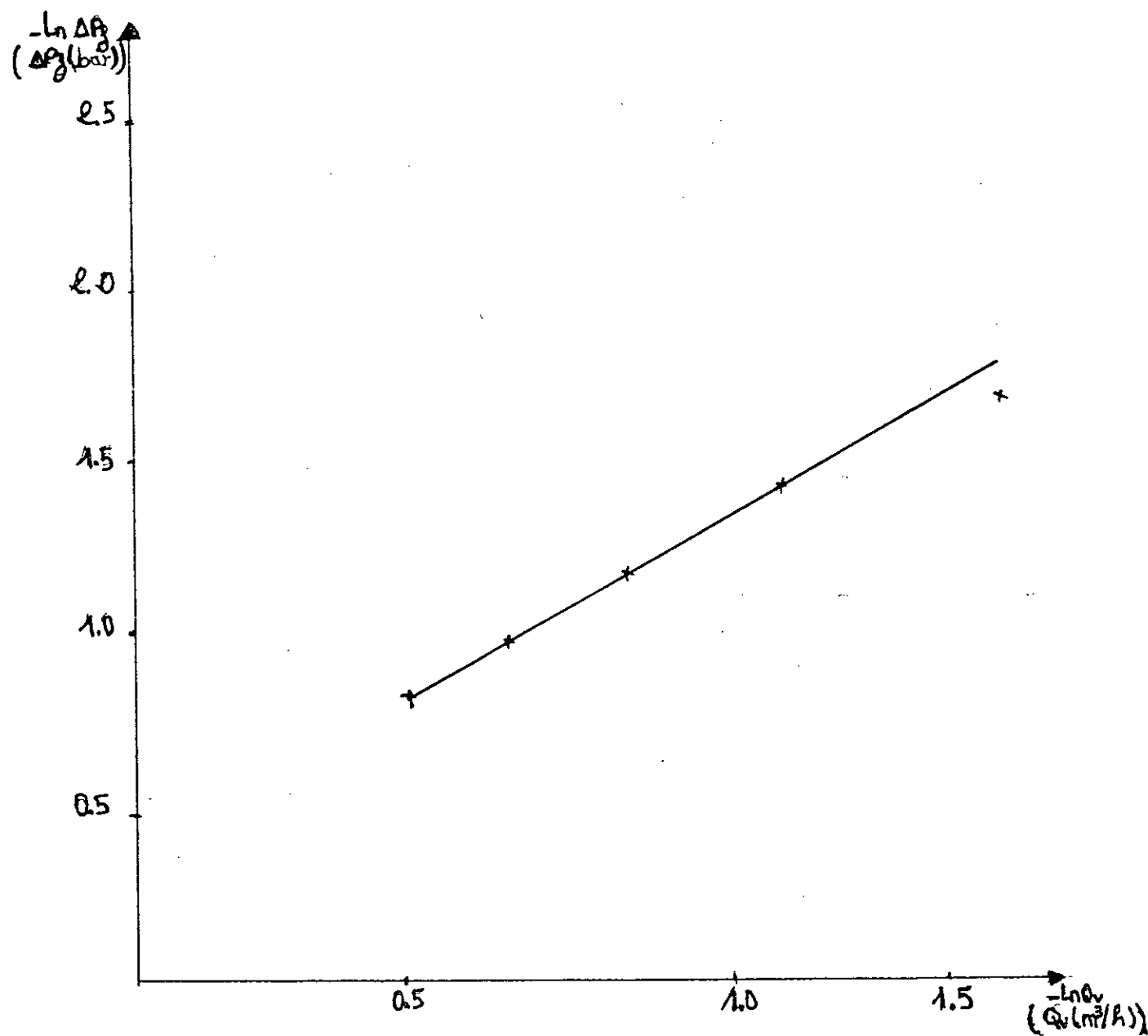


Figure III-11: Influence du débit de recirculation sur les pertes de charges (avec promoteur de turbulence).

III- 2- 4- 1 Détermination de la concentration de gel

La concentration du gel est déterminée à partir du flux limité selon la formule suivante:

$$J_{v \text{ lim}} = K L_n \frac{C_g}{C_o}$$

$$J_{v \text{ lim}} = K L_n C_g - K L_n C_o$$

Le tableau N° 19 représente les différentes valeurs de $J_{v \text{ lim}}$ pour des concentrations données et différents débits de recirculation.

Qv (l/h)	500	400	300
$J_{v \text{ lim}} (C_o = 1 \text{ g/l}) 10^3 \text{ (m/h)}$	269,79	190,34	116,68
$J_{v \text{ lim}} (C_o = 11 \text{ g/l}) 10^3 \text{ (m/h)}$	133,24	124,14	109,2

Tableau N° 19: Évolution du flux de perméat limite en fonction de la concentration pour différentes valeurs de débit de recirculation.

Quand $J_{v \text{ lim}}$ tend vers zéro, la concentration C_o tend vers une certaine valeur nommée concentration de gel C_g .

A partir de la figure III- 12, on trouve C_g égale à: $C_g = 735,09 \text{ g/l}$.

On remarque que la valeur de C_g n'est pas modifiée par la présence de promoteur de turbulence sachant que la concentration du gel dépend de la nature de la membrane [7].

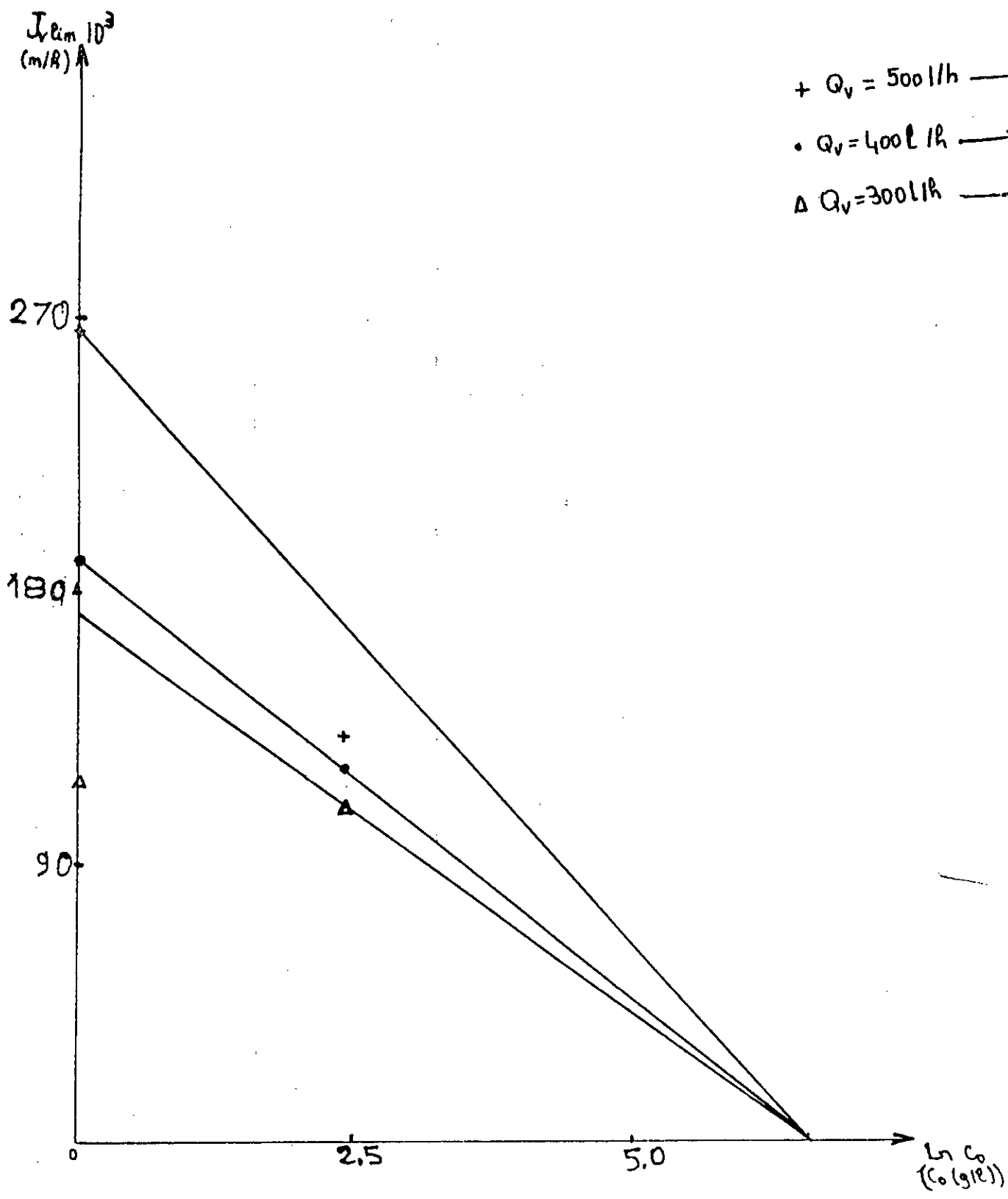


Figure III-12: Variation des flux de perméat limite avec la concentration C_0 (avec promoteur de turbulence).

III- 2- 4- 2 Détermination du coefficient de transfert de masse

Le coefficient de transfert de matière K est déduit à partir de la pente de la droite

$$J_v \text{ lim} = f (C_0).$$

Le tableau N° 20 donne les valeurs de K correspondant aux différentes valeurs de vitesses de recirculation.

$K10^3 (m/\Delta)$	40,69	29,79	26,61
$\vartheta (m/\Delta)$	0,032	0,026	0,019
$\cdot \text{Ln } K$	3,20	3,51	3,63
$\cdot \text{Ln } \vartheta$	3,44	3,65	3,96

Tableau N° 20: Evolution de LnK en fonction de $hn\vartheta$

On

a la formule suivante:

$$K = \infty \vartheta^n$$

$$\text{Ln } K = \text{Ln } \infty + n \text{Ln } \vartheta.$$

En représentant $\text{Ln } K$ en fonction de $\text{Ln } \vartheta$ (figure III- 13), on trouve une droite de pente :

$$n = 0,79$$

Par extrapolation on peut déterminer la valeur de ∞

$$\infty = 0,58$$

Cette valeur de n est voisine de celle trouvé par Dittus et Col [9] pour des écoulements dans des canaux tubulaire en régime turbulent.

La valeur de ∞ dépend du sens de la grille dans laquelle celle -ci est placée.

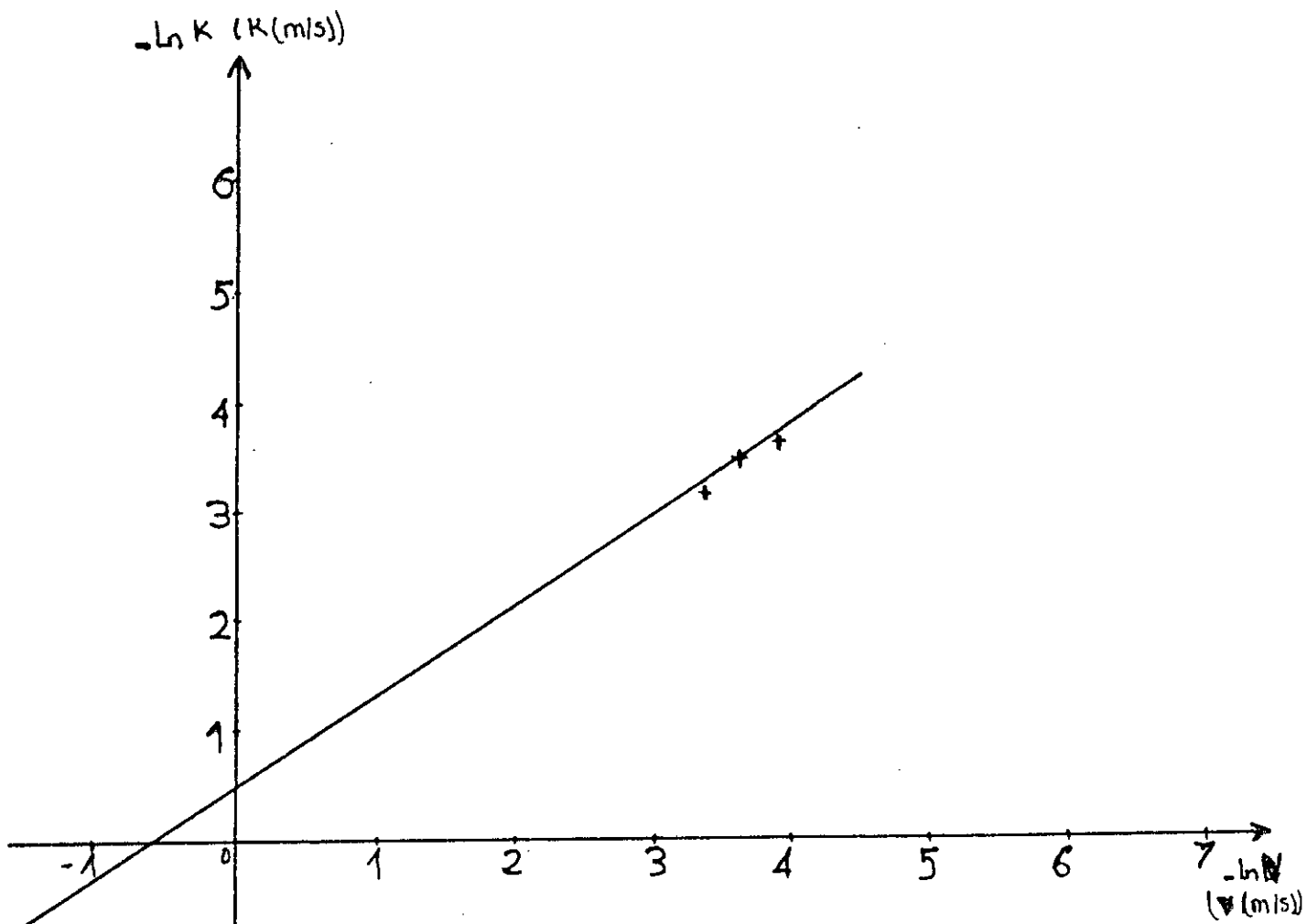


Figure III- 13: Influence de la vitesse de recirculation sur le coefficient de masse K (avec promoteur de turbulence)

III- 3- Électroultrafiltration

Pour améliorer le flux et la sélectivité du procédé d'ultrafiltration avec promoteur de turbulence du type grille déployée, on fait appel à une force électrophorétique pour éloigner encore plus les solutés de la paroi membranaire sachant que ces dernières sont électriquement, chargés négativement.

III- 3- 1 Variation du flux de permeat en fonction du champ électrique

Pour chaque valeur de champ électrique, on mesure le flux de permeat correspondant. Les valeurs trouvées sont représentées sur le tableau N° 21

Tableau N° 21: Evolution du flux de permeat en fonction du champ .

Jv 10 ³ (m / h)	153,93	138,21	129,21	124,96	122,48	114,21	123,21
E (v/ Cm)	1,2	2,4	4,27	7,12	9,97	20	22,86
I (m A)	0,009	0,02	0,024	0,041	0,520	2,76	907

En représentant Jv en fonction du champ électrique E (figure III- 14), on remarque que le flux diminue chaque fois qu'on augmente le champ électrique.

Ce résultat peut être interprété de la manière suivante:

Au début de l'expérience, on a remarqué au niveau du compartiment cathionique un dégagement de gaz d'hydrogène. Ensuite il ya une apparition d'un dépôt d'une couleur qui vire vers un marron, ce dépôt a pu atteindre la membrane.

Après avoir arrêté l'expérience et lavé la cellule, on remarque des piqûres au niveau de la cathode.

Vue la couleur du dépôt, on a soupçonné la présence de Fe Cl₂.

En conclusion, on peut dire que la présence d'un dépôt déminue le flux de perméat.

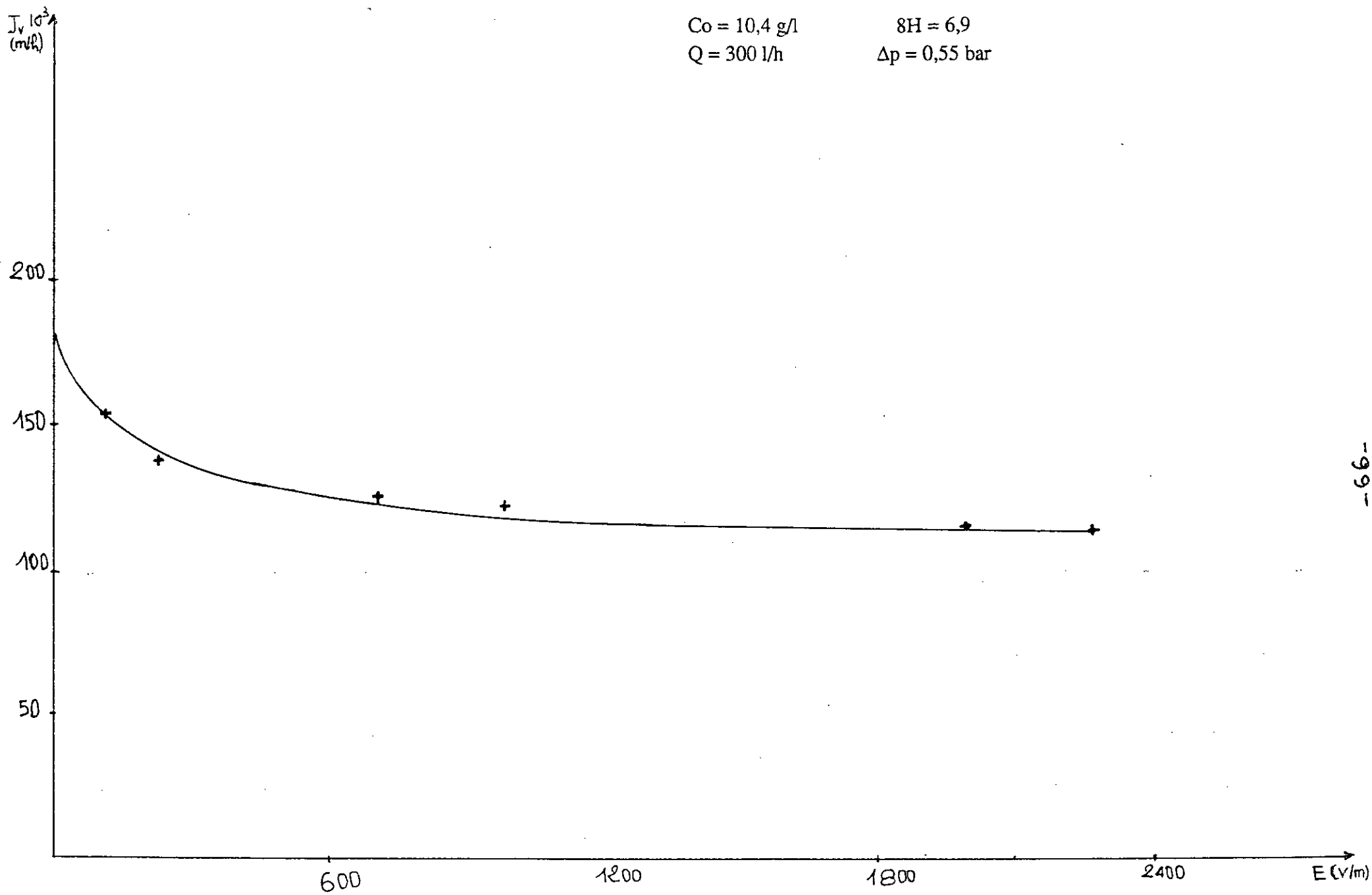


Figure III-14: Evolution du flux de perméat en fonction du champ électrique

Chapitr e

IV

ÉTUDE ÉCONOMIQUE

Ainsi: $K_c = 8,68 \cdot 10^{-6} \text{ } \$ / \text{m}^2 \text{ membrane} \cdot \text{seconde}.$

IV- 2 Influence des conditions opératoires sur K/Qp

Afin de déterminer les conditions optimales de fonctionnement et le coût minimum de l'opération d'ultrafiltration, on doit calculer les valeurs de K/Qp et pour cela on a développé un algorithme (annexe C) qui nous facilite le calcul.

Pour différentes valeurs de J_v et ΔP_f mesurées, pour des coefficients de K_c et K_p constants et pour une certaine valeur de ΔP , on fait évaluer K/Qp en fonction du débit de recirculation Q_v .

Les tableaux N° 22, 23, 24, 25, donnent les valeurs de K/Qp pour les différentes concentrations dans les deux cas: ultrafiltration avec et sans promoteur.

IV- 2- 1 Ultrafiltration sans promoteur de turbulence $C_o = 1\text{g/l}.$

Tableau N° 22: Evaluation de K/Qp en fonction de Q_v .

ΔP (bar)	0,2			0,3			0,5			0,65		
$Q_v 10^3 \text{ (m}^3/\text{s)}$	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084
$K/QP \text{ (\$/m}^2\text{)}$	0,68	0,76	1,08	0,47	0,56	0,79	0,29	0,36	0,54	0,24	0,31	0,45

IV- 2- 2 Ultrafiltration sans promoteur de turbulence $C_o = 1\text{g/l}$

Tableau N° 23: Evaluation de K/Qp en fonction de Q_v .

ΔP (bar)	0,2			0,3			0,5			0,65		
$Q_v 10^3 \text{ (m}^3/\text{s)}$	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084
$K/QP \text{ (\$/m}^2\text{)}$	0,96	1,08	1,30	0,63	0,76	0,89	0,41	0,49	0,59	0,33	0,39	0,48

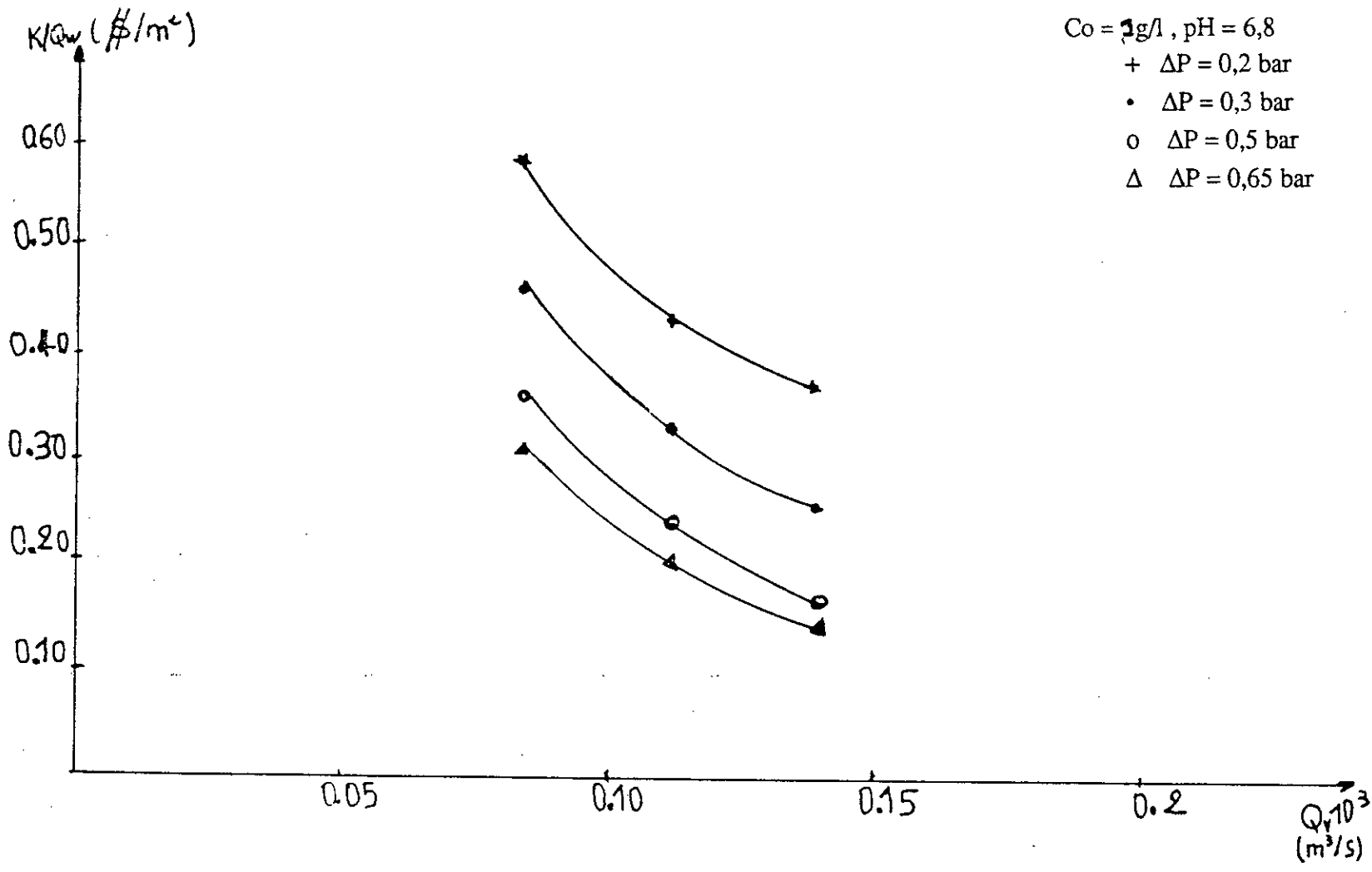


Figure IV.1 : Influence du débit de recirculation sur le coût global de l'opération pour différentes pressions transmembranaires (avec promoteur de turbulence)

K/Q_p (€/m³)

$C_0 = 11$ g/l, pH = 6,8
+ $\Delta P = 0,2$ bar
• $\Delta P = 0,3$ bar
o $\Delta P = 0,5$ bar
 Δ $\Delta P = 0,65$ bar

1.5

1.0

0.5

0

0.05

0.10

0.15

0.20

$Q_v \cdot 10^3$
(m³/s)

Figure IV-2 : Influence du débit de recirculation sur le coût globale de l'opération pour différentes pression transmembranaires (sans promoteur de turbulence)

- 7/2 -

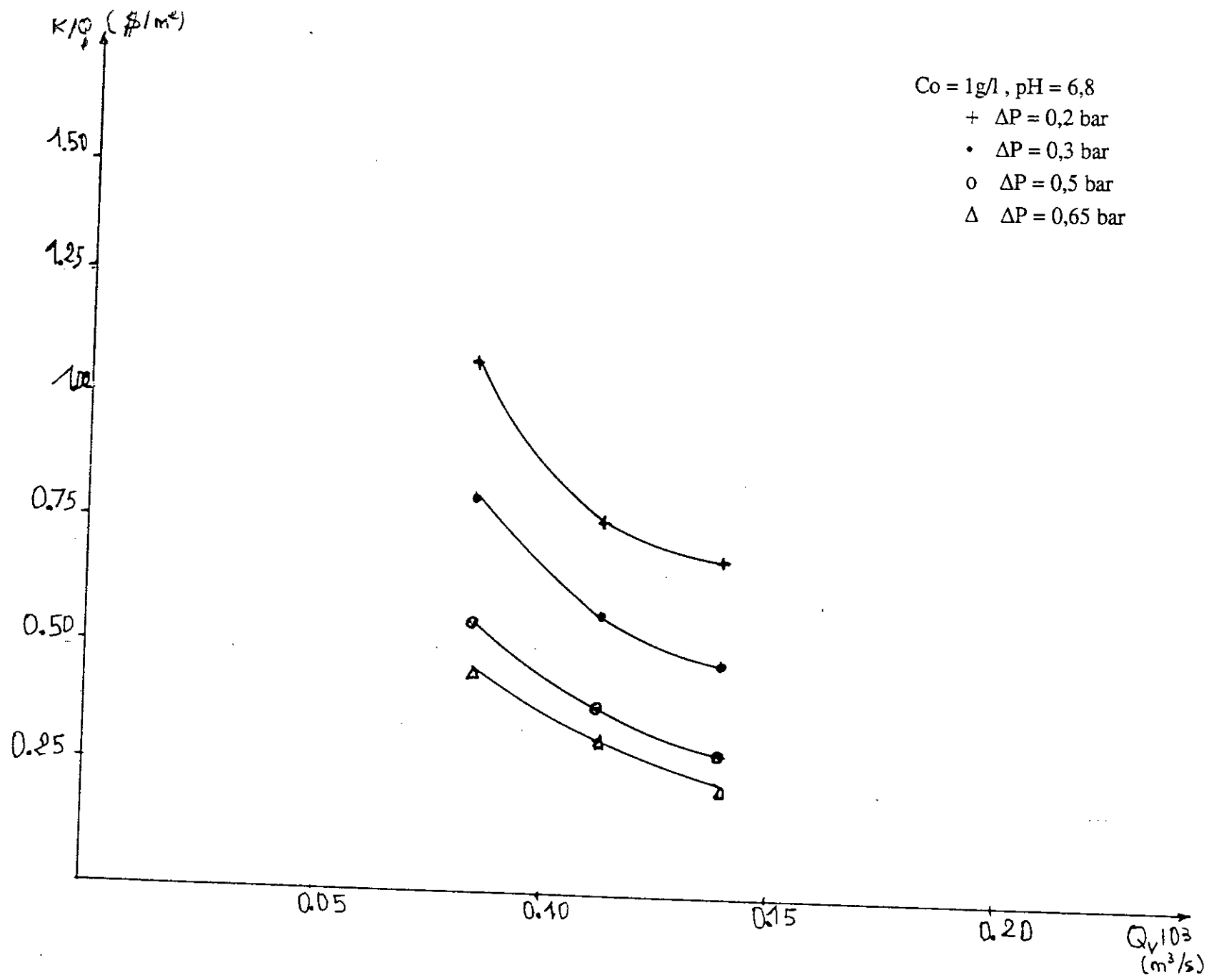
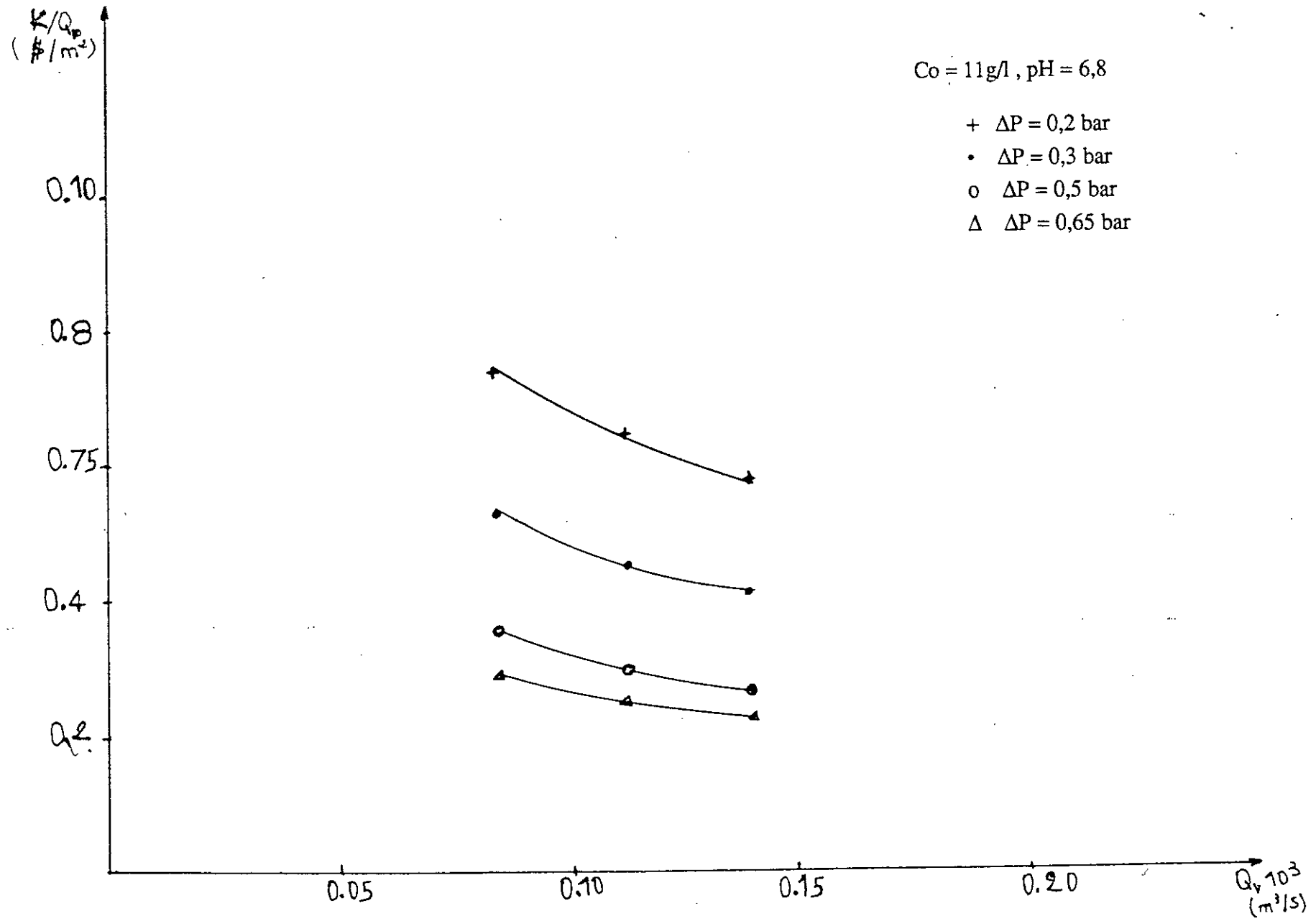


Figure IV-3 : Influence du débit de recirculation sur le coût global de l'opération pour différentes pressions transmembranaires (sans promoteur).



FigureIV-4: Influence du débit de recirculation sur le coût global de l'opération pour différentes pression transmembranaires (avec promoteur de turbulence)

IV- 2- 3 Ultrafiltration avec promoteur de turbulence $C_o = 1g/l$

Tableau N° 24: Evaluation de K/Q_p en fonction de Q_v .

ΔP (bar)	0,2			0,3			0,5			0,65		
$Q_v 10^3 (m^3/s)$	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084
$K/Q_p (\$/m^2)$	0,37	0,43	0,58	0,26	0,33	0,46	0,17	0,24	0,36	0,14	0,19	0,31

IV- 2- 4 Ultrafiltration avec promoteur de turbulence $C_o = 11g/l$

Tableau N° 25: Evaluation de K/Q_p en fonction de Q_v .

ΔP (bar)	0,2			0,3			0,5			0,65		
$Q_v 10^3 (m^3/s)$	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084	0,139	0,112	0,084
$K/Q_p (\$/m^2)$	0,58	0,64	0,74	0,41	0,45	0,53	0,27	0,30	0,35	0,23	0,26	0,29

En traçant K / Q_p en fonction de Q_v pour ΔP donné, on obtient des courbes passants par un minimum qui correspond aux conditions optimales.

Ces courbes sont représentées sur les figures (IV- 1), (IV- 2), (IV- 3) et (IV- 4).

A partir de ces quatre graphes, on remarque que les conditions optimales sont les mêmes:

la pression optimale est de 0,65 bar et le débit de recirculation optimal est de $0,139 \cdot 10^{-3} m^3/s$

En comparant les deux concentrations, on remarque que le coût est plus important pour une concentration élevée et cela dans les deux cas, c'est à dire ultrafiltration avec ou sans promoteur. Par contre on remarque un gain important lorsqu'on travaille avec des promoteurs et cela pour les deux concentrations.

En conclusion, on peut dire que l'utilisation de promoteur de turbulence de type grille déployée pourrait être intéressante dans la mesure où il est possibles de travailler avec de faibles vitesses de recirculation donc avec des pertes de charge peu élevées comme dans notre cas.

Conclusion générale

CONCLUSION GÉNÉRALE

L'étude réalisée a permis d'acquérir une meilleure connaissance des phénomènes qui contribuent à la décroissance du flux de perméat en ultrafiltration.

Ainsi, on a constaté que l'augmentation de la vitesse de recirculation engendre la croissance du flux de perméat et en parallèle une augmentation de la perte de charge

$$(J_v = 99,74 \cdot 10^{-3} \text{ m/h}, \Delta p = 0,316 \text{ bar}).$$

La pression par contre, à partir d'une certaine valeur n'a aucune influence sur le flux de perméat. A ce moment là, la couche de polarisation de concentration se tasse et entraîne un colmatage irréversible et une augmentation de la vitesse de recirculation reste sans effet.

La concentration de la solution a une immense influence sur le flux de perméat, ainsi toute augmentation de cette dernière, mène à une diminution du flux de perméat.

$$(J_v (C_0=1\text{g/l}) = 165,517 \cdot 10^{-3} \text{ m/h et } J_v (C_0=11\text{g/l}) = 99,74 \cdot 10^{-3} \text{ m/h}).$$

L'utilisation d'un promoteur de turbulence type grille déployé réduit l'épaisseur de la couche limite en créant une turbulence locale au voisinage de la membrane, ce qui permet une augmentation sensible des coefficients de transfert de masse et une réduction significative du coût de perméat produit, ($K/Q_p=0,48\$/\text{m}^2$ sans promoteur et $K/Q_p=0,29\$/\text{m}^2$ avec promoteur).

En appliquant un champ électrique, on constate que le flux diminue chaque fois que le champ augmente, ce qui nous permet de conclure que dans un module plan, l'utilisation d'une anode centrale plongé dans la solution à filtrer, en absence d'un séparateur tel qu'une feuille de cellophane et d'un compartiment électrolyte ne donne pas de bon résultats.

**REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES**

Références bibliographique

- 1- **Séparation:** des membranes toujours plus performantes . **A. SARI**
Science et technologie n° 6 - juin 1988
- 2- **J.L Maubois.** récents développements dans l'emploi des techniques d'utilisation en agro alimentaire. Filtra78 - 1987
- 3- **P.BLanpair, M, y. Jaffrin, B.B Gupta.** Application du débit pulsé à la microfiltration tangentielle de jus de pomme sur membrane minérales sur un pilote munie d'une boucle de recirculation. Récents progrès en genie des procédés vol 5- 15. 1991
- 4- **Vis vanathan.** Rôle de la fraction colloïdale et influence d'un champ électrique sur les phénomènes de colmatage en microfiltration tangentielle. Thèse Docteur INP. Toulouse. 1988.
- 16- **C. visvanathan, R. Ben Aim, S. Vignswaran.** rôle d'un champ électrique dans l'augmentation des performances de la microfiltration tangentielle, R.P.G.D.T 1989.
- 5- **P. Freund.** étude des phénomènes de transport en ultrafiltration et électroultrafiltration sur membranes minérales de solution proteiques modèles. Thèse docteur. U.S.T Montpellier. 1989.
- 9- **A. Chergui.** Amélioration des performances de l'ultrafiltration par utilisation des promoteurs de turbulence. Thèse de Magister. E.N.P Alger 1992.
- 4 - **Ultrafiltration et microfiltration trangentielles:** une croissance exponentielle. Biofutur - Juin 1989.
- 19- **M.Y.Jaffrin, J.P.Charrier, G. Beaudoin,**Optimisation of albumine production by ultrafiltration.Récents progrès en genie des procédés vol 6 - 22. 1992.

17. K. Dendene. Optimisation du procédé d'ultrafiltration pour la récupération des protéines des eaux de lavage de poissons. Thèse P.F.E E.N.P - Alger 1990.

18. G.M.RIOS, E.LAPEZE, J.L.CUQ. Essai de fonctionnement de mélange de protéines sur membrane minérale. Entropie n° 152. 1989.

19. D.Vvoni, P. Aimar, V. Sanchez. Modification de la polarisation de concentration en ultrafiltration par l'action d'un champ électrique. Filtra 86

20. J.P. LAFAILLE, V. Sanchez, J. Mahenc.

Transfert de matière dans les molécules d'ultrafiltration équipées de fibres creuses. Entropie n°118. 1984.

6. J.L. Maubois, G. BRULE. Utilisation des techniques à membranes pour la séparation, la purification et la fragmentation des protéines laitières. 1984.

7. S. Poyen, F. Que meneur, B. Bariou. Amélioration du flux de perméat en UF par promoteur de turbulence. Entropie n° 120. 1984.

10. Membranes: Les trois procédés de l'avenir.

Science et technique n° 15 - Mai 1985.

11. F.L Kerherve, G. Daufin, D. Molle, J. Leonie.

Séparation sélective de peptides par électro-ultrafiltration.

Récents progrès en génie de procédé. Lavoisier Vo.15-15. 1991.

42- **H. de BaLmann, M.J.Clifton, V, Sanchez.** électrophirése en veine liquide - De formation d'un signal de proteines sous l'effet d'un champ électrique. R.P.G.D.T. 1989

43- **M. Clifton, E. Casa demont,F. Escale, V. Sanchez.**

Électrophorése de zone à écoulemnt continue: recherche d'une résolution maximale. R.P.T.S M. Nancy. Vol2/ n°2. 1987.

44- **M.Poux; B. Biscans, J. Bertrand.** Séparation de proteines dans une cellule d'electrophorése préparative: modélisation des phénomènes hydrodynamique et les transferts thermique et massique. R PTSM; Nancy Vol 1 n° 2. 1987.

45- **F. Silem, B. Zeboudji.** Optimisation du procédé de microfiltration par application d'un champ électrique. Thése P.F.E. Alger 1992.

22- **F. Halet, A. R. Yeddou.** Conception et réalisation d'une cellule d'ultrafiltration. Application aux effluents d'abattoir et de poissonerie. Thése P.F.E. ENP. Alger. 1991

23- **D. Giorgi, P. Perrodeau.** Cractérisation d'une membrane d'ultrafiltration. ENSC. Rennes. 1986.

24- **C. Visvanathan,R.Benaim.**Application of an electric field for the reduction of particle and colloidal membrane fouling in crossflow microfiltration.Separation science and technologie 1989

25- **S.Poyen,N.Mameri,M.Portier,B.Bariou.**Les differentes modélisation pour la caractérisation. Des membranes d'ultrafiltration.Bull.Soc .Sc.Bretagne.n⁰1-4.1987-1988.

26- **Eji.Iritant.Katsuhisaohashi.Toshiro Murase.**Analysis of filtration mechanism of Dead-End Electroultrafiltration for proteinaceous solution.

Journal of chemical engineering of Japan

- 27- **A.G.Fane.C.J.D,Fell.A.Suki.**The effect of PH and ionic environment on the ultrafiltration of protein solution with rétentive membrane.Journal of membrane science.May 19-22.1982.
- 28- Mass transfer in the membrane concentration polarization layer under turbulent cross flow.Jornal of membrane science n⁰30 1987.
- 29- Application of cross-fow Electro-ultrafiltration in chromium wastewater treatment.Dessalination 71..1989 . **C.VISVANATHAN.**
- 30- **A.N. Cherkasov.** selective ultrafiltration .
Journal of meubrane science,50.1990.
- 31- **William, N.Gill.Diane E,Wiley.**Effet of vixosity on concentration polarization in ultrafiltration. Aiche Journal .Vol.34 n⁰9.1988.
- 32- **B.Auasbi and Munir Cheryan.**Optimizing process timefor ultrafiltration and Diafiltration .Desalination,86.1992.
- 33- **G.Jonson and P.L.Johanser.**Selectivity of ultrafiltration membrane . Filtration and separation 1991.
- 34- **ANN.SOF.Jonsson and Guntragardh .**Fundamentale principles of ultrafiltration chemi.Eng.Process,27.1990.
- 35- **Mon pei.Shirato,and Toshiro Murax,Eiji.Iritani,Shuji Nakatsuka .**Experimental analysis of fluxdecline Mechanism of Batch ultrafiltration.Filtration and separation .1991.

36- Joseph J.S. Shen and Ronald F. Probst. Turbulence promotion and hydrodynamic optimization in an ultrafiltration process. Ind. Eng. Chem. Process. 1979.

37- Uf d' 1 alcoylsulfonate de calcium en milieu organique Entropie n° 48. 1984.
S. POYEN et B. BARRIOL.

38- What, when, and why of membrane MF, UF and RO. H.C. Porter.

39- Demande de brevet d' invention (champ électrique), 1985. V. Sanchez, P. Aimar et J. Mahenc.

ANNEXES

Annexe - A

Dosage des proteines

Pour la concentration initiale C_0 ainsi que la concentration du perméat, on doit procéder à une méthode de dosage par spectrophotomètre UV à une longueur d'onde de 280nm.

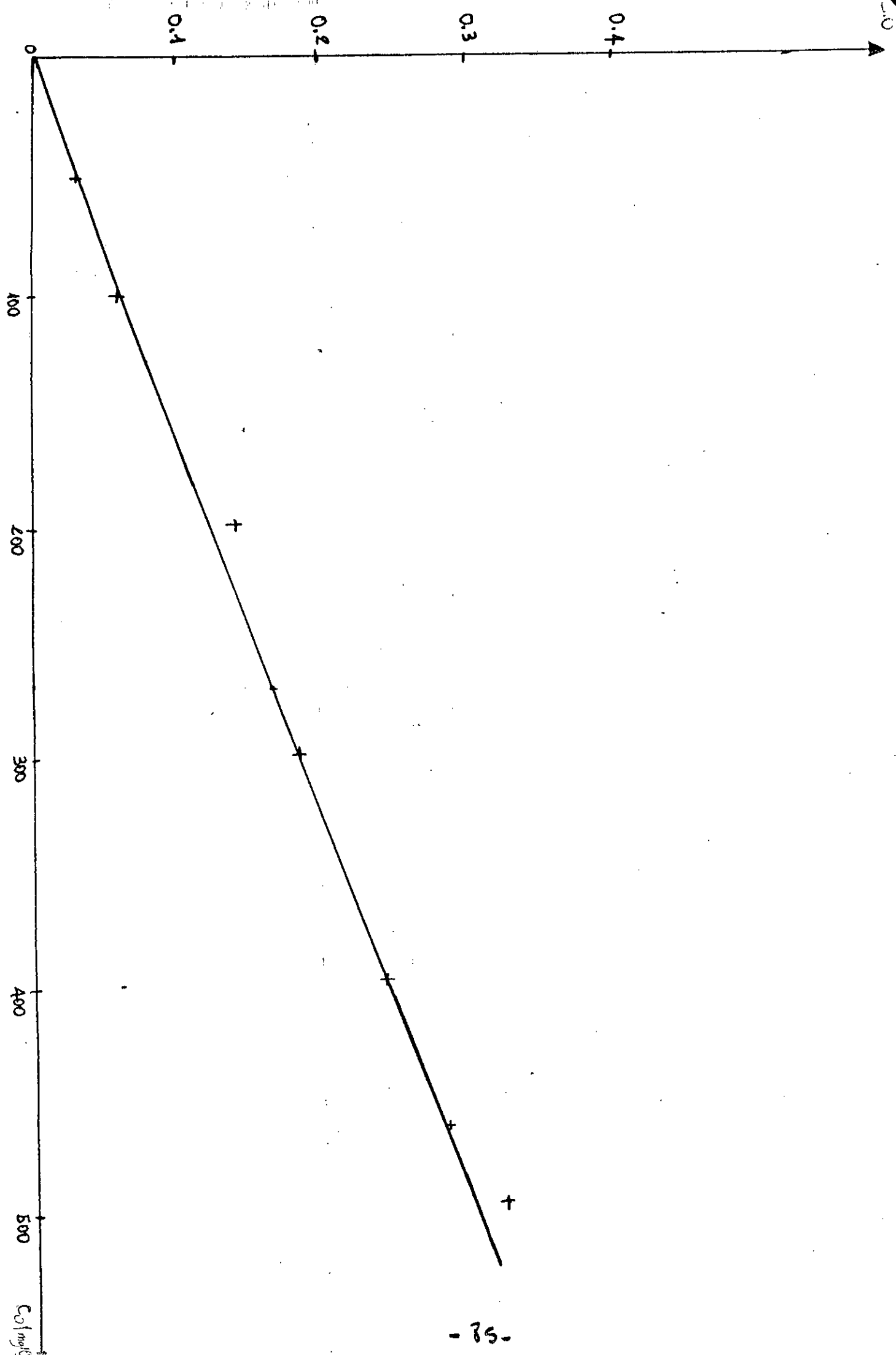
Une fois avoir la densité optique, on peut déterminer la concentration inconnue grâce à la courbe détalonnage. (graphe A- 1).

Le tableau n° A- 1 donne les valeurs de densité optique et concentration correspondantes.

D . O	0,008	0,032	0,067	0,140	0,181	0,236	0,315
C_0 (mg /l)	10	50	100	200	300	400	500

Tableau N° A-1: évaluation de la concentration en fonction de la densité optique.

... at ... d ... sit ... pt ... be ... Ki ... concentration ...



Annexe B

Regénération des membranes

Afin de régénérer la membrane, on fait passer dans le module d'UF une solution détergent enzymatique d'extran AP41, dont le pH est de 11,4 pendant une demi-heure.

En suite on rince avec de l'eau du robinet pendant la même durée.

Une fois terminé on fait un essai de perméabilité et on trouve cette dernière proche de l'initiale (10%).

Pour 3 expériences, on utilise une seule membrane donc on procède à 3 lavages, à la fin, la membrane devient très colmatée pour y remédier, on plonge la membrane dans une eau javellisée.

(3 gouttes d'eau de javel 12°) pendant 24 h ensuite on fait passer de nouveau la solution de lavage. on obtient des résultats remarquables. (même perméabilité.)

Annexe - C

Calcul des valeurs K / Qp par une méthode numérique

Pour faciliter les calculs de K/Qp on doit simplifier la relation (1) après avoir remplacé tous les paramètres constants.

La relation devient:

$$K/Qp = (0,0000000114 * \Delta p) + (0,00000868/Jv) (1 + 0,302 * Qv * \Delta p/f).$$

voici l'algorithme qui nous permet le calcul de K/Qp.

debut de l'algorithme

I = 0

tant que I < 4 faire

debut

lire (ΔP); A := 0,0000000114 * ΔP

I = 0;

tant que I > 3 faire

debut

lire (Qv, ΔP_j);

C := 1 + 0,302 * Qv * ΔP_j

J := 0;

Tant que J < 4 faire

début

(donner un Jv d'une courbe donner)

lire (Jv); B := 0,00000868 / Jv

Res = A + B * C;

Écrire (Res);

J := J + 1

Fin

I := I + 1

Fin

L := L + 1

Fin

Fin.