

9/99

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

École nationale polytechnique

BIBLIOTHEQUE — المكتبة
École Nationale Polytechnique

Département de génie de l'environnement

Laboratoire des Biotechnologies

PROJET DE FIN D'ETUDES

Présenté par

ATEK DALILA

Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie de l'Environnement

THEME

**CONCEPTION D'UN APPAREIL DE MESURE DE LA R.S.F
APPLICATION AUX TRAITEMENTS DES EAUX
CHARGEES EN ZINC PAR UNE BIOMASSE MYCELIENNE**

SOUTIENU PUBLIQUEMENT LE : 07 - 11 - 1999 **DEVANT LE JURY**

MME N. ABDI	Chargé de cours	E.N.P	Président
MRE N. MAMERI	Professeur	E.N.P	Rapporteur
MME L.ADOUR	Chargé de cours	E.N.P	Rapporteuse
MRE H. LOUNICI	Chargé de cours	E.N.P	Examineur
MRE AEK. NAMANE	Chargé de cours	E.N.P	Examineur

PROMOTION 1999

E.N.P 10, AVENUE HASSEN BADI, EL - HARRACH - ALGER

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail à :

Mes regrettés amis : Abd El Hafid et Nora

Mes très chers parents que j'adore,

Mes sœurs et Mes frères;

*Mes copines de la cité universitaire auprès desquelles j'ai passé cinq
merveilleuses années*

*Mes amis de mon école et surtout ceux de ma spécialité (génie de
l'environnement) auxquels j'exprime toute ma sympathie*

Tous ceux qui m'ont aidé.

Dalila

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au laboratoire des biotechnologies du département de génie de l'environnement de l'école nationale polytechnique, sous la direction de monsieur N. MAMERI, à l'ENP.

Qu'il trouve ici le témoignage de notre gratitude pour les conseils avisés qu'il nous a prodigué tout au long de cette étude faite dans des conditions difficiles.

Je remercie ma promotrice, madame ADOUR L. et monsieur LOUNICI H. pour l'aide précieuse qu'ils m'ont apporté.

Ma gratitude va également à mes professeurs qui ont assuré ma formation.

Je remercie aussi les membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'examiner et de juger ce travail.

J'exprime ma reconnaissance à monsieur GRIB H., MAUFOUD et NOUAR pour l'aide technique apportée à la réalisation de ce travail, ainsi qu'à leur patience.

Enfin, je remercie toutes les personnes qui ont participé ou aidé, aussi bien de près ou de loin, à ce travail.

Dalila Atek

SOMMAIRE

INTRODUCTION	01
--------------	----

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I POLLUTION DES EAUX PAR LES METAUX LOURDS.

I.1- Définition	02
I.1.1 Propriétés physiques	02
I.1.2 Propriétés thermiques	03
I.1.3 Propriétés optiques	03
I.2 Origine de la pollution métallifère	04
I.3 Toxicité des métaux lourds	04
I.4 Les méthodes de traitement des eaux métallifères	05

Chapitre II ADSORPTION.

II-1 Définition	07
II.2 Théorie et types d'adsorption	07
II.3 Modèle d'adsorption	08
II.3.1 Modèle de LANGMUIR	08
II.3.2 Modèle de FREUNDLICH	09
II.3.3 Modèle de BRUNAUER, EMMETT, et TELLER (B.E.T)	09

Chapitre III BIOSORPTION - REGENERATION

III.1 La biosorption	11
III.1.1 Définition	11
III.1.2 Mécanisme de biosorption de différents biosorbants	11
III.1.3 Biomasse sélectionnée : <i>Streptomyces rimosus</i>	21
III.1.4 Quelques résultats expérimentaux de la biosorption des métaux	21
III.2 La régénération	23
III.2.1 Définition	23
III.2.2 Le taux de régénération	23
III.2.3 Les résultats des travaux antérieurs	23
III.2.4 Les paramètres à étudier	26
III.3. Cycle biosorption – régénération	26
III.3.1. Définition	26
III.3.2. Intérêt	26
III.3.3 Organigramme de cycle biosorption – régénération	26

Chapitre IV FILTRATION SOUS PRESSION

IV.1 Définition	28
IV.2. Equation de base	28
IV.3. Influence de quelques paramètres sur la filtration sous pression	34
IV.3.1 La résistance spécifique (r)	34
IV.3.2 Le coefficient de compressibilité (S)	35

IV.3.3	La siccité limite (S_l)	36
IV.3.4	Evaluation et développement du coefficient de tassement(β)	36
IV.4.	Principaux types de filtres industriels	38
IV.5.	Filtre presse	38

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE V LES ESSAIS DE BIOSORPTION - REGENERATION

V.1.	Spectre IR	40
V.1.1	Analyse du biosorbant par spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier	40
V.1.2	Identification des spectres IR.	40
V.2.	Biosorption	43
V.2.1.	Equilibre de biosorption de Zn^{++}	43
V.3.	Régénération	45
V.3.1.	Materiel et méthodes	45
V.3.2.	Les paramètres d'études	45
V.3.2.a.	Le volume de l'acide chlorhydrique (HCl)	45
V.3.2.b.	La concentration de l'acide chlorhydrique (HCl)	46
V.3.2.c.	Le temps de contact	46
V.3.3.	Les résultats et interprétations	46

Chapitre VI LES ESSAIS DE FILTRATION SOUS PRESSION

VI.1	Le montage expérimental	49
VI.2	Les paramètres d'études	50
VI.2.1	La résistance spécifique à la filtration (r)	50
VI.2.2	Détermination de la siccité limite (S_l)	51
VI.2.3	La teneur en boue	51
VI.2.4.	Détermination du coefficient de compressibilité(S)	52
VI.2.5	Détermination de la pression de la filtration(P)	52
VI.2.6	Détermination du coefficient de tassement(β)	52
VI.2.7	Détermination de temps de filtration	53
VI.3	Résultats et interprétations	53

Chapitre VII LES ESSAIS DE COUPLAGE BIOSORPTION – FILTRATION SOUS PRESSION

VII.1	Essai de biosorption	66
VII.2	Essai de décantation	66
VII.3	Essai de filtration	66
VII.4	L'analyse potentiométrique	67
VII.5	Les résultats expérimentaux	67

CONCLUSION

Annexes

LISTE DE SYMBOLES

- A* : Surface de la filtration en (m^2).
b : La constante de LANGMUIRE ($l \cdot mg$).
C : La concentration de l'ion métallique dans la phase liquide au temps (*t*) en ($mg \cdot g$)
C_e : La concentration de l'ion métallique dans la phase liquide à l'équilibre en ($mg \cdot g$)
C_s : La concentration de l'ion métallique dans la phase liquide à la saturation de l'adsorbant en ($mg \cdot g$)
E_i : Constante liée à l'énergie d'interaction avec la surface
K : Constante de FREUNDLICH qui dépend de l'adsorbât en ($mg \cdot g$) ($mg \cdot l^{-n}$)
K_n : Constante conditionnelle de formation de complexe (ion métallique, surface).
M : Masse du gâteau en (kg).
m_{bio} : Masse de biosorbant en (mg).
M_a : Masse de biosorbant adsorbée en (mg).
M_d : Masse de biosorbant désorbée en (mg).
n : la constante de FREUNDLICH qui dépend de l'adsorbant.
P_c : La pression en (Pa).
q : Quantité de soluté adsorbée par unité de masse de l'adsorbant à l'équilibre en ($mg \cdot g$).
q_m : Capacité d'adsorption ultime en ($mg \cdot g$).
R_z : La résistance spécifique de l'ensemble (gâteau + support) en ($m \cdot kg$).
R_s : La résistance spécifique du support en ($m \cdot kg$).
R_g : La résistance spécifique du gâteau en ($m \cdot kg$).
r : La résistance spécifique ζ la filtration en ($m \cdot kg$).
S : Le coefficient de compressibilité (sans dimension)
s : Indice symbolise le cation C^{P+} fixé à la surface de l'échangeur
S_i : La siccité limitée en %.
T : Température en °C.
t : Temps de filtration en (s).
U : La vitesse d'écoulement du filtrat en ($m \cdot s$).
V : Volume du filtrat en (ml).
w : Masse du gâteau déposée par unité de volume de filtrat en ($kg \cdot m^3$).
Z : Epaisseur du gâteau en (m).
 α : La teneur en boue en (g/l).
 β : Le coefficient de tassement.
Fr : Le taux de régénération en %.
 βz : La perméabilité de la couche en (m^2).
 η : La viscosité dynamique du filtrat en ($kg \cdot m \cdot s$).
C^{P+} : Cation
Mⁿ⁺ : Ion métallique
T.E.A : Tensioactif enzymatique anionique.
N.A.G : N- acetylglucosamine.
N.A.M : N- acetylmuramique.
D.A.P : L-L. diaminopimelique.

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Introduction

INTRODUCTION

*L*a protection de l'environnement est devenue un enjeu politique majeur. Dès le début de ce siècle, des scientifiques, des ingénieurs, et des responsables œuvraient pour limiter les agressions de l'homme contre la nature.

La sauvegarde des ressources en eaux est au premier rang des priorités. Tous les pays sont concernés: les pays pauvres qui manquent d'eau, les pays riches qui la polluent. L'eau va devenir un véritable enjeu du siècle à venir.

Le couple biotechnologie – environnement a effectué un «compagnonnage» déjà ancien.

Les exemples de l'apport des biotechnologies pour la résolution des problèmes environnementaux ne manquent pas. De nouveaux marchés s'ouvrent à ces technologies déjà employées dans divers procédés de traitement de l'eau polluée... tout en prenant en considération l'équilibre entre la compétitive économique et le respect de l'environnement.

Traiter les rejets contenant des cations de métaux lourds sont impératifs et les normes actuellement imposées sont appelées à devenir sévères.

Pour respecter cette contrainte sur les effluents produits en grandes quantités, nous avons développé un procédé particulier ; pouvant traiter de grands débits : biosorption couplée à la filtration sous pression.

Le travail dans ce mémoire est divisé en 3 grandes parties.

Tout d'abord l'étude de filtration sous pression, l'objectif est de montrer la possibilité de mettre en œuvre un appareil de filtration sous pression et d'étudier les caractéristiques de notre boue pour l'appliquer aux traitements des eaux chargées en zinc. L'influence de divers paramètres tels que la concentration en boue, la pression de la filtration, résistance spécifique à la filtration RSF ... est étudiée.

Dans la deuxième partie, nous nous sommes intéressés à la régénération du biosorbant saturé, après des études d'adsorption en laboratoire par le HCl en utilisant le procédé classique qu'est l'élution chimique en jouant sur plusieurs paramètres : la concentration en HCl, le volume du HCl, le temps de contact...

La troisième partie présente une application du couplage biosorption – filtration sous pression et d'étudier la possibilité du scale up de cette application.

Chapitre I

Pollution des eaux par les métaux lourds

I.1. DEFINITION DES METAUX LOURDS

Sont généralement rangés sous ce vocable «métaux lourds» des produits minéraux qui, en présence d'hydrogène sulfuré précipitent sous forme de sulfures insolubles [1].

Le zinc occupe une place importante parmi les métaux non ferreux. Dans la plupart de ses utilisations, le zinc a un rapport étroit avec la corrosion, soit pour sa résistance à la corrosion atmosphérique, soit pour son utilisation comme moyen de protection contre la corrosion atmosphérique des produits sidérurgiques.

Ses propriétés peuvent être également exploitées dans des applications faisant appel à d'autres caractéristiques du zinc et de ses alliages : notamment pour les alliages de zinc de fonderie dont l'utilisation est liée à leur faible température de fusion, à leur coulabilité, et à leurs propriétés mécaniques [2].

I.1.1. PROPRIETES PHYSIQUES [2]

➤ Caractéristiques atomiques et cristallines

Le zinc est l'élément le plus léger du sous-groupe II-B de la classification périodique des éléments. Nous avons présenté sous forme de tableau, les propriétés physico-chimiques (tableau n°1), les masses volumiques et l'abondance relative des isotopes du Zinc (tableau n° 2).

Tableau n°1 : Propriétés physico-chimiques du Zinc

<i>Propriétés</i>	<i>Valeurs</i>
<i>Masse atomique</i>	<i>65.38. u.m.a</i>
<i>Numéro atomique</i>	<i>30.</i>
<i>Rayon atomique</i>	<i>0,138 nm</i>
<i>Volume atomique</i>	<i>9,17 cm³/at.g</i>
<i>Système cristallin</i>	<i>Héxagonal compact (a=0,2664 nm ; c=0,49469 nm ; c/a=1,8569).</i>
<i>Valence</i>	<i>2</i>
<i>Configuration atomique :</i>	<i>1s² 2s² 2p⁶ 3s² 3p⁶ 3d¹⁰ 4s²</i>

Tableau n°2 : Les masses volumiques et l'abondance relative des isotopes du Zinc

Masses volumiques	Solide à 25°C	7133 kg.m ⁻³
	Solide à 419,5°C	6830 kg.m ⁻³ .
	Liquide à 419,5°C	6620 kg.m ⁻³ .
	Liquide à 800°C	6250 kg.m ⁻³ .
Isotopes stables Zn en (u.m.a)	64	Abondance relative 48.89%
	66	Abondance relative 27.81 %
	67	Abondance relative 4.07 %
	68	Abondance relative 18.61 %
	70	Abondance relative 0.62 %

I.1.2. PROPRIETES THERMIQUES : [2]

Nous présentons ci - dessous les propriétés thermiques du Zinc

- Température de fusion..... 419,5°C.
- Température d'ébullition..... 907°C.
- Capacité thermique massique :

Entre 20 et 100 °C	397,6	J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹ ;
A 400 °C	418,6	J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹ ;
A 450 °C	510,6	J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹ ;

- Enthalpie de fusion..... 108,8 KJ/Kg
- Enthalpie de vaporisation..... 1799,8KJ/Kg
- Conductivité thermique..... 110,9 W.M⁻¹.K⁻¹.
- Coefficient de dilatation linéique(Par °C) 39,7.10⁻⁶.

I.1.3. PROPRIETES OPTIQUES : [2]

Le zinc se caractérise par un pouvoir réflecteur (sur zinc poli) comme suit:

- ✓ 84% pour une longueur d'onde de 0.460µm ;
- ✓ 74%pour une longueur d'onde de 0.650µm.

I.2. ORIGINE DE LA POLLUTION METALLIQUE :

Les métaux lourds responsables de la pollution des eaux sont rejetés essentiellement par les ateliers dits de petites mécaniques, les industries de traitement de surface (cyanure, cations métalliques lourds, chromates...), les tanneries etc....

Il a été résumé dans le tableau n° 3 , les origines probables des éléments en traces dans les eaux usées.

Tableau n°3 Origines probables des éléments en trace contenus dans les eaux usées[3]

Cuivre	<i>Canalisation d'eau, fabrication de fils électriques, radiateur d'automobiles...</i>
Bore	<i>Détergeant et lessive, industries du verre, des ciments, faïences, porcelaines...</i>
Mercure	<i>Production et utilisation d'antifongiques, production électrolytique du chlore et de la soude...</i>
Cadmium	<i>Industrie de traitement de surface des métaux et de la stabilisation des matières plastiques, fabrication des accumulateurs et radiateurs automobiles...</i>
Nickel	<i>Fabrication d'aciers et d'alliages spéciaux de recouvrement des surfaces métalliques...</i>
Chrome	<i>Tannerie, fabrication d'alliages spéciaux, industries de traitement de surface...</i>
Manganèse	<i>Industries métalliques des non ferreux et du fer, de la céramique, de peinture et de vernis...</i>
Sélénium	<i>Dans cendres volantes, dans différents types de papier, dans les minerais sulfures...</i>
Zinc [4]	<i>Produits pharmaceutiques ou cosmétiques; conduites d'eaux, traitement de l'acier, des fils, les rejets industriels notamment les ateliers de galvanoplastie, les engrais phosphates...</i>

I.3. TOXICITE DES METAUX LOURDS : Zinc

Le zinc est un élément essentiel du métabolisme humain, car il entre dans la composition de nombreuses enzymes. On admet que l'homme adulte a besoin de 0.3 mg de zinc par kg et par jour. Le zinc est surtout apporté par les aliments, très peu par l'eau. [4].

Pour les poissons, la concentration létale se situe à quelques ppm, les homards périssent en 9 jours dans un bac garni de tôles en zinc, 10mg/l de zinc sont mortels pour les truites après un temps de contact de 30 heures.

Chez les végétaux, l'appareil chlorophyllien est détérioré par le sel de zinc. L'effet de zinc est multiplié par 100 s'il ya addition de chlorure de calcium [4,5].

I.4. LES METHODES DE TRAITEMENT DES EAUX METALLIFERES

La dissémination des métaux lourds dans l'eau de façon croissante nécessite des traitements appropriés pour l'élimination des métaux présents dans les rejets, les principaux sont énumérés dans le tableau n° 4 et pour faire en sorte que ceux-ci répondent aux normes (voir tableau n° 5).

Tableau n°4 : Les méthodes de traitement des eaux métallifères [6]

METHODES	PRINCIPE	APPLICATION
Echange d'ions [9]	Il s'agit de substances granulaires insolubles comportant dans leur structure moléculaire des radicaux acides ou basiques susceptibles de permuter sans modification apparente de leur aspect physique, des ions de même signe se trouvant en solution dans le liquide à leur contact.	Régénération d'une passivation chromique, d'un rinçage mort après chromage, et d'un bain chlorhydrique de décapage de fer.
Evaporation [9]	Elle permet de supprimer les pertes par entraînement issu d'un bain et de travailler en circuit fermé	Elle est adaptée aux bains qui produisent un effet joule important
Cémentation [9]	Elle exploite les réactions de déplacement chimique qui s'opèrent lorsqu'une solution contenant des ions métalliques dissous entre en contact avec un métal plus actif. Le métal le plus utilisé est le Fer.	Elimination et récupération du Cuivre dans les eaux résiduaires $\text{Cu}^{2+} + \text{Fe} \leftrightarrow \text{Fe}^{2+} + \text{Cu}$ l'inconvénient est que l'eau est très chargée en Fer.
Electrolyse [9]	Elle est réalisée en faisant circuler un bain à traiter sur une cellule d'électrolyse dont les anodes seront en matériau insolubles dans le milieu considéré en phase anodique	Récupération de cuivre des bains de décapages sulfurique des pièces de cuivre.
Précipitation [9]	Elle se fait par l'action de réactifs appropriés, de composés insolubles qui peuvent être éliminés par une technique appropriée (filtration).	
Neutralisation [9]	Elle correspond à amener les eaux à un pH de 7,5 à 8,5 et convertir les métaux dissous en hydroxydes très peu solubles ; d'où leur élimination.	
Photocatalyse [9]	Sous l'action de radiation lumineuse (UV) et en présence de certains éléments (catalyseur) on obtient une réduction des métaux lourds sous une forme précipitante	

Tableau n° 5 : Les valeurs limitées pour le rejet de quelques substances polluantes[7].

SUBSTANCE POLLUANTE	VALEUR LIMITE POUR LE REJET	
	En émissaire	En réseau d'égout
pH	6,5 -- 8,0	6,5 -- 9,0
Al	10 mg / l	-
Baryum	10 mg / l	1 mg / l
Plomb	1 mg / l	1 mg / l
Calcium	1 mg / l	1 mg / l
Chrome (III)	2 mg / l	2 mg / l
Chrome (VI)	0,1 mg / l	0,1mg / l
Fer	1 mg / l	Valeur plus élevée
Cuivre	1 mg / l	1 mg / l
Zinc	2 mg / l	2 mg / l

Chapitre II

Adsorption

II.1. DEFINITION

On dit qu'il y a adsorption d'une substance sur une surface d'un solide lorsque les molécules de cette substance se fixent sur la surface. La substance qui se fixe est appelée **adsorbât**. Elle peut être solide, liquide ou gaz. Quant à la surface sur laquelle se produit le phénomène, elle limite une phase condensée (solide ou liquide) et a reçu le nom **adsorbant**.

L'adsorption est plus ou moins facilement réversible, autrement dit, la fixation d'une substance sur la surface dans certaines conditions expérimentales peut être suivie du départ de cette substance, si les conditions expérimentales varient. Ce départ hors de l'adsorbant constitue **la désorption** [8].

II.2. THEORIE ET TYPES D'ADSORPTION :

L'adsorption se manifeste lorsque l'on met en contact un fluide et un solide, par différence de concentration entre la phase adsorbée au voisinage immédiat du solide et la phase fluide.

La formation de la phase adsorbée est due au fait qu'à la surface d'un solide, les molécules ou les atomes qui les constituent ont des liaisons incomplètes avec le reste du solide lorsque celui-ci est mis en présence d'un fluide. Les liaisons compensées tendent à se saturer à l'aide des molécules du fluide en les adsorbant.

L'adsorption fait partie des opérations physiques de séparation de mélange. Actuellement, l'adsorption n'est utilisée industriellement que dans des domaines assez restreints comme le séchage, le traitement des huiles, le traitement des gaz, la décoloration des eaux résiduaires [9].

Et il existe deux types d'adsorption ; adsorption physique et adsorption chimique, la différence entre les deux est résumée dans le tableau n° 6 :

Tableau n°6 : Comparaison entre l'adsorption physique et chimique [9]:

<i>Propriétés</i>	<i>Adsorption physique</i>	<i>Adsorption chimique</i>
<i>Température du processus</i>	<i>Relativement basse</i>	<i>Plus élevée</i>
<i>Chaleur d'adsorption</i>	<i>1 à 10 Kcal / mol</i>	<i>15 à 25 Kcal / mol</i>
<i>Liaisons</i>	<i>Force de Van Der Waals</i>	<i>Chimique</i>
<i>Processus de désorption</i>	<i>Facile</i>	<i>Difficile</i>
<i>Cinétique chimique</i>	<i>En principe très rapide</i> <i>Indépendante de la température</i>	<i>Difficile</i>
<i>Energie d'activation</i>	<i>Aucune énergie d'activation appréciable de la température</i>	<i>Energie d'activation peut être mise en jeu dans le procédé</i>

II.3. MODELES D'ADSORPTION:[10]

En pratique, l'étude de l'adsorption est menée par la connaissance des quantités de soluté en équilibre entre le solide et le soluté. Cette dernière est représentée par des isothermes. L'isotherme d'adsorption est la courbe donnant à température constante la quantité d'adsorbât à adsorber en fonction de la concentration à l'équilibre dans la solution. Cet équilibre est d'une importance capitale dans la désignation des modèles d'adsorption. Pour cela plusieurs modèles représentés par des équations mathématiques ont été proposés pour décrire l'équilibre d'adsorption.

Un modèle donné, peut décrire exactement des données expérimentales sous certaines conditions, mais fait défaut devant d'autres conditions.

II.3.1. MODELE DE LANGMUIR

La principale supposition de la théorie de **Langmuir** [9,10] est que; l'adsorption se fait sur les parties spécifiques de l'adsorbant. Il est ainsi supposé que les molécules de l'adsorbât occupent un site, aucun effet d'adsorption ne peut avoir lieu après, en ce site, donc théoriquement, un niveau de saturation est obtenu, au-delà duquel aucune adsorption ne peut avoir lieu.

L'isotherme s'exprime par l'équation suivante :

$$q = \frac{q_m b C_e}{1 + b C_e} \quad (1)$$

où :

q : quantité de soluté adsorbée par unité de masse de l'adsorbant à l'équilibre (mg/g).

q_m : capacité d'adsorption ultime en (mg/g).

C_e : concentration du soluté dans la phase liquide à l'équilibre en (mg/l).

b : constante de Langmuir

La linéarisation de l'équation de Langmuir donnée par l'équation(1) permet de déduire la capacité ultime **q_m** et la constante de dissociation **K_D**, qui est égale à **1/b** [9,10].

$$\frac{C_e}{q} = \frac{K_D}{q_m} + \frac{C_e}{q_m} \quad (2)$$

II.3.2. MODELE DE FREUNDLICH :

La relation de Langmuir est plus ou moins bien vérifiée, les écarts proviennent d'une part, de l'hétérogénéité de la surface de la plupart des adsorbants et, d'autre part, des phénomènes inévitables d'attractions ou de répulsions entre les molécules adsorbées.

Une autre relation est souvent utilisée : l'équation de **Freundlich** :

$$q = k C_e^n \quad (3)$$

k, **n** sont des constantes expérimentales qui dépendent respectivement de la nature de l'adsorbât et de l'adsorbant.

q : quantité de soluté adsorbée par unité de masse de l'adsorbant à l'équilibre en (mg/g).

C_e : concentration du soluté dans la phase liquide à l'équilibre en (mg/l).

La linéarisation de l'équation (3) permet de déduire les constantes **k** et **n**.

$$\text{Elle s'écrit : } \log q = \log k + n \log C_e \quad (4)$$

Cette équation est strictement empirique et sans bases théoriques [9,10].

II.3.3. Modèle de Brunauer, Emmett, et Teller (B.E.T) :

Pour trouver les formes de ces isothermes, diverses théories ont été émises, dont celle de **Brunauer, Emmett, & Teller** qui apparaît la plus importante malgré les hypothèses simplificatrices utilisées :

- Les molécules peuvent venir s'adsorber sur des molécules déjà adsorbées,
- Chaque couche ainsi formée obéissant à l'équation de Langmuir,
- Les molécules de la couche en contact direct avec la surface du solide libérant une chaleur d'adsorption différentielle q_d constante, tandis que pour les molécules de toutes les autres couches, la chaleur d'adsorption est égale à l'enthalpie de liquéfaction q_L

L'équation de B.E.T s'écrit :

$$q = \frac{q_m \times E_I \times C_o}{(C_s - C_e) \left[1 + (E_I - 1) \frac{C_e}{C_s} \right]} \quad (5)$$

où :

q : quantité de soluté adsorbée par unité de masse de l'adsorbant à l'équilibre en (mg/g).

C_e : concentration du soluté dans la phase liquide à l'équilibre en (mg/l).

C_s : concentration du soluté dans la phase liquide à la saturation de l'adsorbant en(mg/l).

E_I : constante liée à l'énergie d'interaction avec la surface [9,10].

Chapitre III

Biosorption -

Régénération

III.1. LA BIOSORPTION :

Beaucoup d'espoirs sont actuellement placés dans l'épuration biologique. Plusieurs variantes sont concevables, selon que la fixation du métal a lieu dans la cellule, à la surface de la cellule, ou en dehors de celle-ci.

Nous empruntons à **Crine** (1992) [11] une description générale de ces variantes, qui toutes exploitent des mécanismes de protection des micro-organismes contre les métaux.

- Accumulation dans les cellules : elle a lieu par précipitation, sous forme de sulfures, de phosphates, ou de métal.
- Sorption sur les parois cellulaires, selon la nature chimique de celle-ci, et faisant intervenir l'adsorption, l'échange d'ions ou la complexation.
- Inactivation extracellulaire par l'effet précipitant des sous-produits du métabolisme, en particulier des sulfures.[11].

III.1.1. DEFINITION DE LA BIOSORPTION

La capacité de certains matériaux biologiques (biomatériaux) à concentrer des ions métalliques et radionucléides à la surface est appelée : **biosorption**.

La biosorption est un processus de lien de polymère : la formation du complexe correspond à la fixation des métaux par des groupements chimiques fonctionnels des constituants des parois, qui forment alors avec divers métaux des complexes organométalliques insolubles.

Le fait que ce processus soit physico-chimique, et qu'il ne demande pas d'énergie pour le métabolisme cellulaire, ceci nous mène à dire qu'une biomasse morte peut être utilisée, sans une nutrition préalable de celle - ci.

III.1.2. MECANISMES DE BIOSORPTION DE DIFFERENTS BIOSORBANTS :

Le mécanisme de biosorption est lié à la composition chimique de la paroi cellulaire, à la nature du cation, ainsi qu'aux caractéristiques physico-chimiques du milieu réactionnel.

L'expérience a montré que la capacité de biosorption diffère entre les cellules mortes et vivantes [12]. En effet, l'utilisation des biomasses mortes offre certains avantages par rapport à celle des biomasses vivantes [12].

▪ **BIOSORPTION PAR LES CELLULES VIVANTES :**

1. L'apport des éléments nutritifs est nécessaire à la croissance.
2. La connaissance du métabolisme est d'une **grande importance**.
3. Le mécanisme dépend du temps de contact, le pH de la solution qui contient le métal, la concentration initiale de l'ion métallique et des micro-organismes dans la solution.

▪ **BIOSORPTION PAR LES CELLULES MORTES :**

1. Une culture compliquée et coûteuse n'est pas nécessaire.
2. La toxicité n'est pas limitée.
3. Le temps de réaction est court.
4. Les cellules mortes peuvent être régénérées d'un point de vue économique.

Une expérience a été faite pour mettre en évidence la différence entre la capacité d'adsorption dans le cas d'une biomasse vivante et une biomasse morte.[13]

La biosorption sur les bactéries utilisées suit l'isotherme de Langmuir. Les résultats sont présentés dans le tableau n° 7 :

Tableau n° 7: Application du modèle de Langmuir

<i>Constante</i>	<i>Bactérie vivante</i>	<i>Bactérie morte</i>
$q_m(mg/g)$	12.5	23.80
$b(1/mg)$	1.50	1.10

Nous constatons encore une fois que pour ce cas de Cd^{++} , ce dernier possède une plus grande affinité pour les bactéries tuées au formol que pour les bactéries témoins.[13]

Selon le biosorbant utilisé, plusieurs mécanismes de biosorption sont proposés :

♣ **Cas des champignons :**

Sont des eucaryotes, qui sont caractérisés avant tout par une structure mycélienne et une organisation cenocytique ; ils sont constitués en effet par des éléments filamenteux. Les hyphes, plus ou moins allongées, ramifiées et dont l'ensemble connu sous le nom de **mycelium** peuvent atteindre plusieurs mètres de longueur. Ces filaments sont en réalité de véritables tubes, résistants et protecteurs, composés principalement de **chitine**. A l'intérieur de ces enveloppes se trouve enfermée, une masse cytoplasmique mobile contenant de nombreux noyaux, cette organisation est dite **cenocytique** (fig.n° 1) [14].

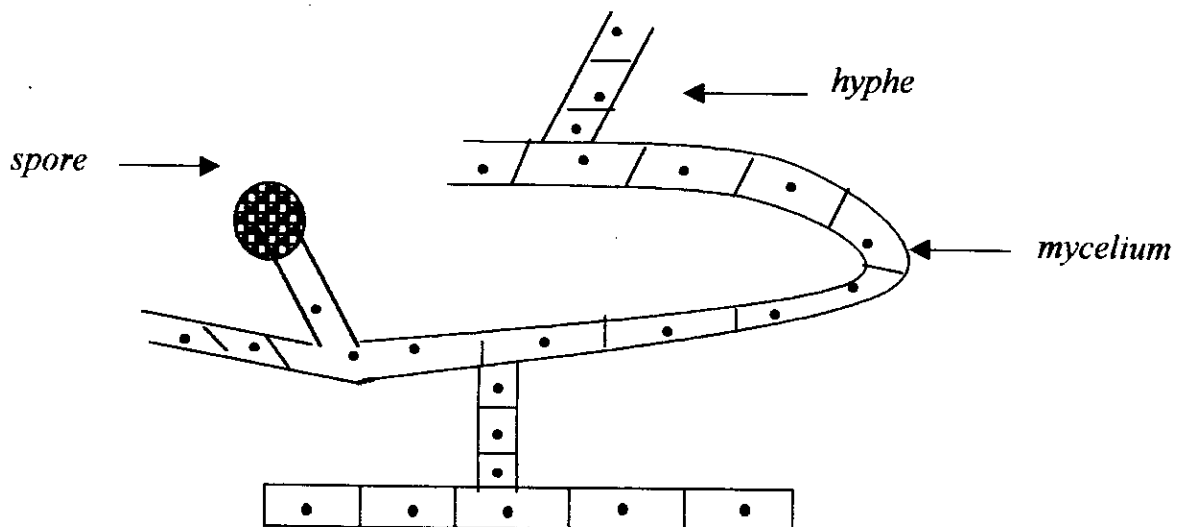


Figure n°1. Schéma simplifié de la structure d'un champignon

Les parois cellulaires sont composées d'une grande densité de groupements fonctionnels. Ces polymères associés aux protéines et sucres constituant la paroi sont essentiellement : carboxylates, phosphates, amines, imidazoles, sulphydryles, sulfates, hydroxyles. La coexistence de fonctions chargées négativement (carboxylate, phosphate) ou positivement (amine, imidazole) conduit à des adsorbants polyfonctionnels susceptibles d'accumuler une grande diversité d'ions métalliques : cuivre, uranium, zinc... Divers études ont montré que ses procédés passifs sont prépondérants dans la majorité des cas de bioaccumulation, qu'il s'agisse de supports bactériens, ou fongiques.

L'inactivation chimique ou physique de ces biomasses ne se concrétise pas par une variation significative des capacités de fixation, démontrant ainsi le caractère passif, physico - chimique de l'accumulation.

La paroi cellulaire est essentiellement constituée d'une superposition de polymères à base de chitine, de chitosane ou de glycoprotéines dont la composition fortement aminée permet d'expliquer les performances de complexation des ions métalliques [14].

La figure 2 représente un schéma de membrane cellulaire de champignon filamenteux appartenant au groupe de mucorales [15].

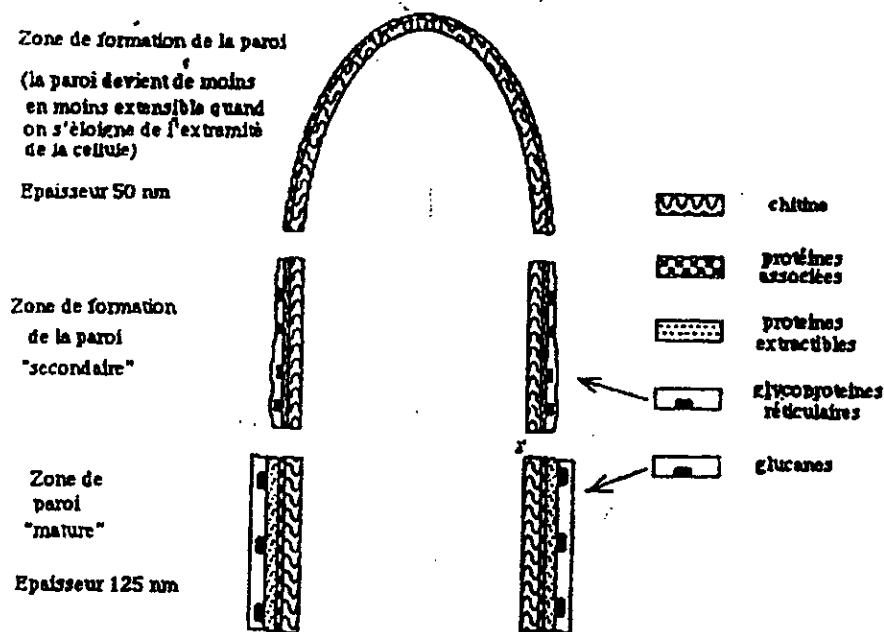


Figure n°2: Structure de la membrane d'un champignon filamenteux

Pour mieux comprendre le mécanisme de biosorption dans le cas de biomasse fongique, des études ont été faites sur le couple *RHIZOPUS ARRHIZUS*/URANIUM, *THORIUM*. [15].

Cas du RHIZOPUS ARRHIZUS / URANIUM :

Le mécanisme implique trois processus :

1. **Processus A** : formation d'un complexe entre l'uranium et la chaîne de chitine
2. **Processus B** : adsorption de l'uranium sur la paroi
3. **Processus C** : hydrolyse du complexe chitine / Uranium formé durant le processus A ; et la précipitation du produit hydrolysé (hydroxyde d'uranyl) dans la paroi cellulaire.

Les trois processus apparaissent fortement **interdépendants**. Le processus A semble contribuer le moins (< 6 mg/g ou < 3%) à l'accumulation de Uranium toute fois si les conditions opératoires affectent ce processus. Elles affectent aussi le processus C.

Cas du RHIZOPUS ARRHIZUS / THORIUM : [12]

Ce mécanisme fait intervenir à son tour deux hypothèses ou processus :

1. **Processus A** : formation d'un complexe entre le thorium et l'amine de la chitine de la paroi cellulaire.
2. **Processus B** : adsorption du Thorium hydrolysé sur la couche extérieure de la paroi cellulaire.

Dans ce cas, les deux processus apparaissent **indépendants** ; la complexation par la chitine participe avec moins de 8 mg Thorium / g, ce qui implique que l'adsorption contribue avec majorité supérieure à 95 % à la fixation du Thorium.

Pour une même biomasse d'après Tsezos & Volesky [16], et même famille d'élément, le mécanisme de biosorption diffère. Cela pourrait être en relation avec la taille du thorium hydrolysé.

A un pH = 2, le thorium se trouve dans la solution sous forme Th^{4+} qui a considérablement une taille plus petite que sous forme d'hydroxyde $\text{Th}(\text{OH})_4$ qui prédomine à un pH = 4, les ions Th^{4+} peuvent pénétrer facilement et être adsorbés par la paroi cellulaire.

♣ Cas de bactérie :

Sont des procaryotes, ce sont des organismes qui présentent plusieurs formes et dimensions caractéristiques, doués de métabolisme et d'un pouvoir autonome de reproduction au dépend de substances nutritives.

On distingue les bactéries gram^+ et gram^- selon la composition de leur paroi.

L'analyse chimique de la paroi a montré qu'elle varie selon les espèces, en général la paroi est formée d'une substance complexe appelée : **peptidoglycane** (encore appelée : **murène**): c'est l'élément structural de base, il s'agit d'un glucosaminopeptide comportant une molécule de N- acétylglucosamine (NAG) et une molécule d'acide N- acétylmuramique (NAM) reliées entre elles par une liaison $\beta_1 \rightarrow 4$ glucosidique (voir figure n°3)

L'acide muramique (NAM) est en outre associé à une courte chaîne peptidique de quatre acides aminés appelées tétrapeptide. Il comporte deux alanines (Ala), un acide glutamique (Glu) et un acide L.L diaminopimelique (DAP)

L'acide N- acétylmuramique en est en quelque sorte le ciment grâce à ses groupements carboxyles libres, il est relié aux chaînes peptidiques grâce à ses fonctions semi- aldéhydes, il réunit les molécules d'acétylglucosamine. Ainsi se forme le peptidoglycane [12].

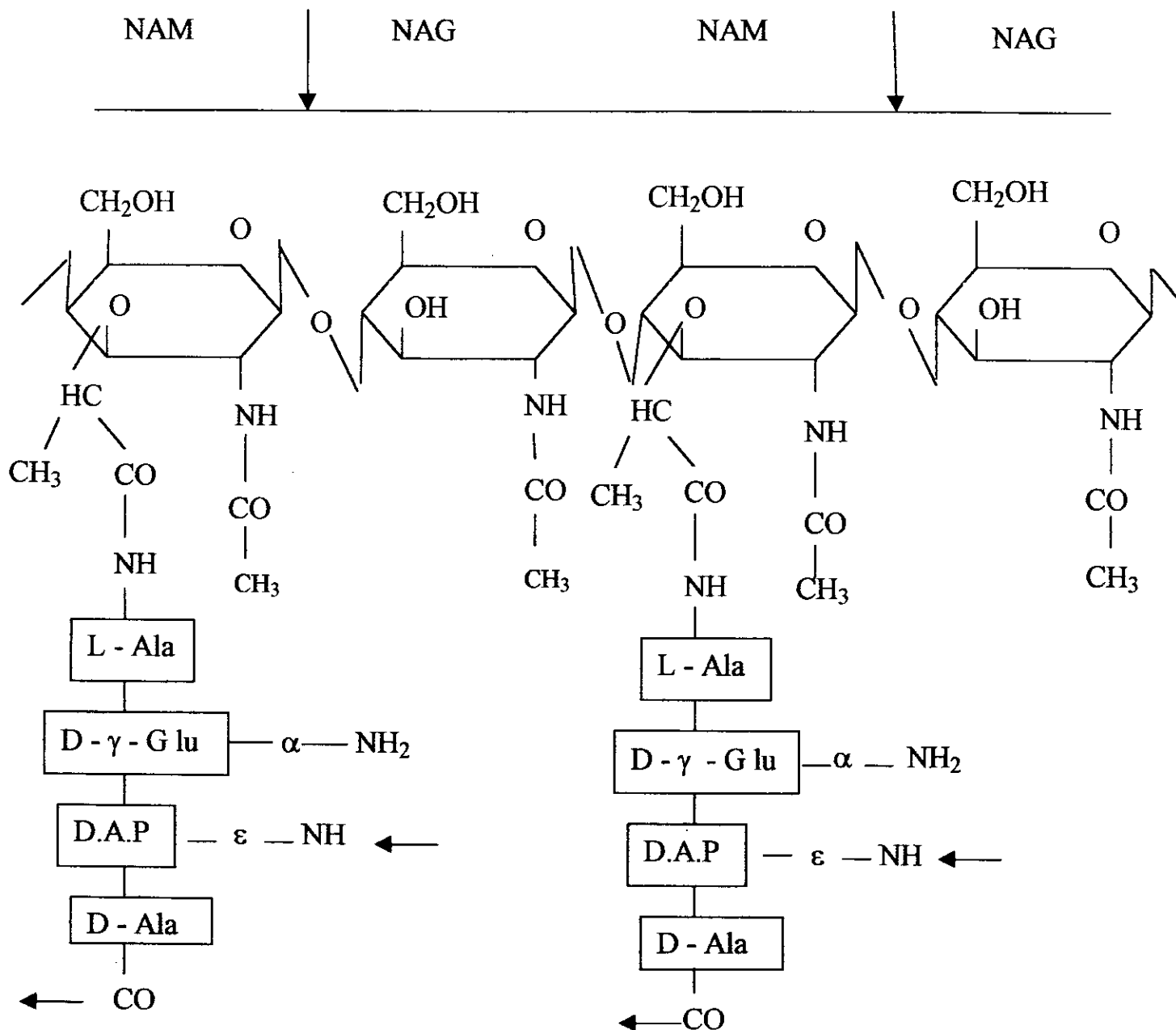


Figure n°3 : Principes de l'architecture du peptidoglycane [12]

Aussi, la paroi se compose de :

1. **Acide aminé** : il ya trois acides aminés qui sont isolés régulièrement chez toutes les bactéries :
 - D- alanine et L- alanine.
 - Acide D- glutamique.
 - L – lysine.

2. **Acide téichoïque** : présent uniquement dans les parois gram⁺, deux types d'acide téichoïque ont été isolés :

- Le polyribitol-phosphate ; polymère linéaire rencontré en particulier chez les Staphylocoques aureus
- Le polyglycérol-phosphate (figure n°4) ; plus ou moins glucosylé, isolé en particulier chez les Bacillus subtilis et Streptococcus faecalis.

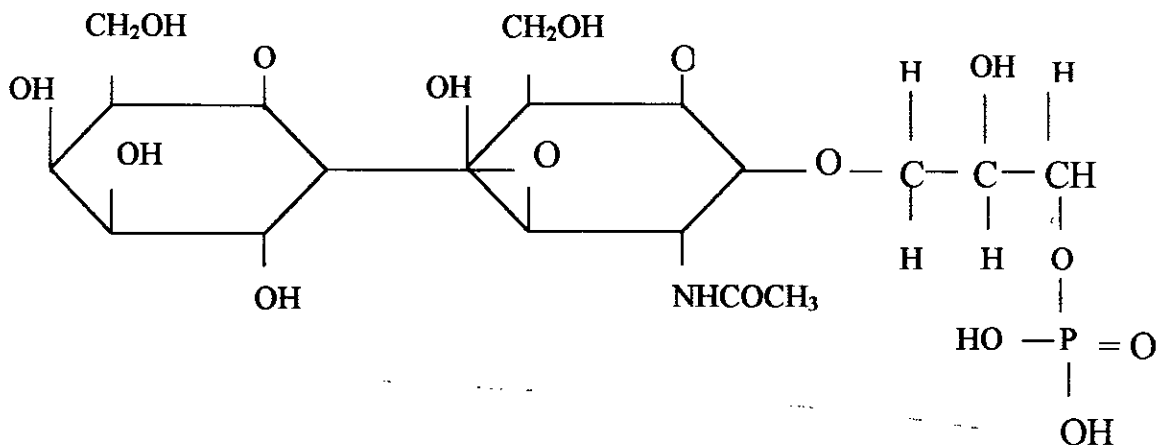


Figure n° 4 : Structure chimique du glycérol phosphate [12]

3. **Oses** : glucose, galactose, mannose, etc....

4. **Lipides** : présents en faibles quantités et même parfois absents.

La différence de composition chimique entre les bactéries gram⁺ et gram⁻ est donnée dans le tableau n° 8 :

Tableau n°8 : composition chimique globale de la paroi des bactéries gram⁺; gram⁻

Composition de la paroi	Bactérie gram ⁺	Bactérie gram ⁻
Osamines	++	+
Acides Aminés	24 % - 35 %	50 % environ
Acides téichoïques	+++	/
Oses	20 % - 60 %	20 % - 60 %
Lipides	1 % - 2.5 %	10 % - 22 %

La structure diffère également chez les gram⁺ ; et les gram⁻ (figure n° 5) [17].

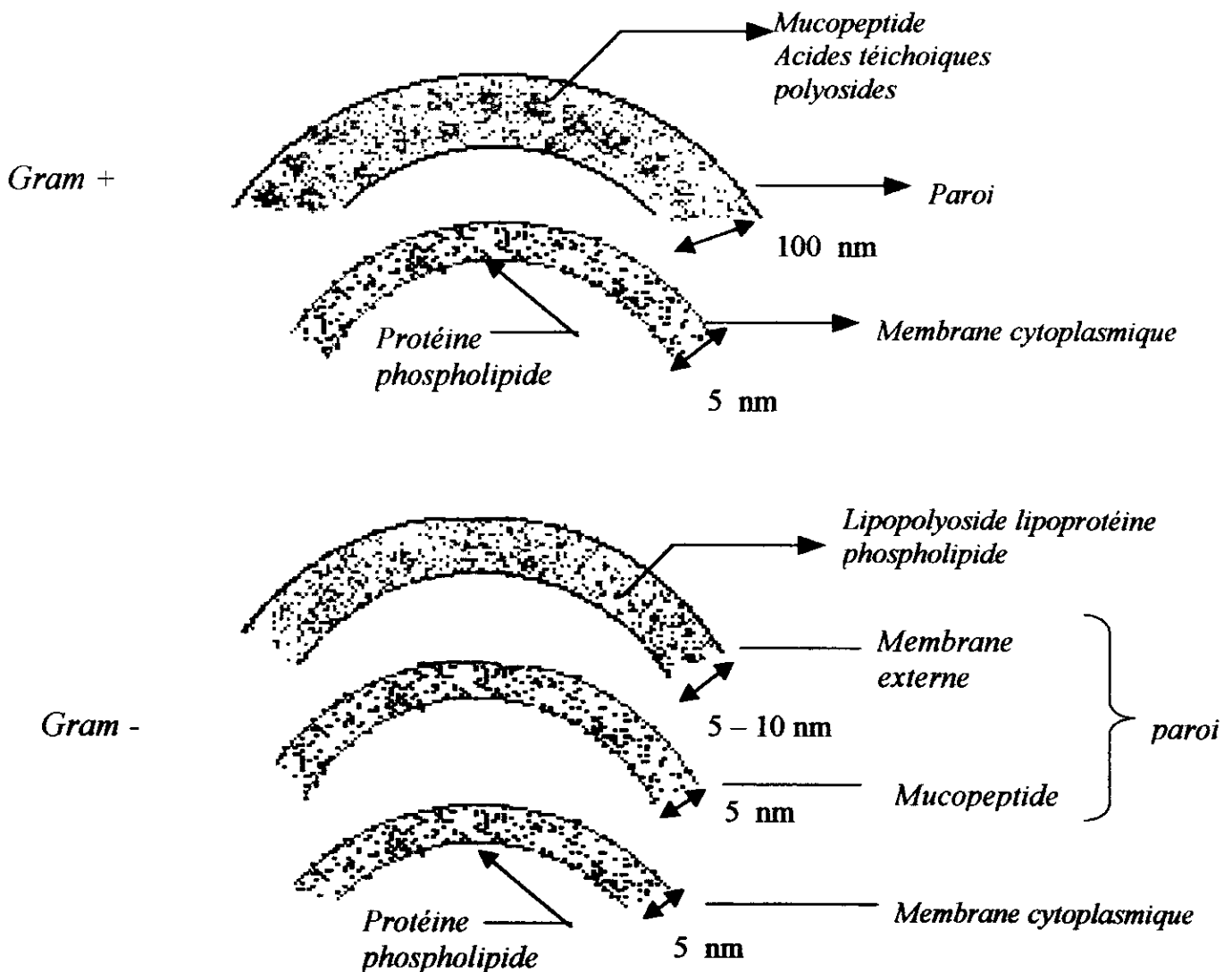


Figure. n° 5 : Structure schématique de la paroi d'une bactérie gram⁺ et d'une bactérie gram⁻ [17]

Les travaux pour expliquer le mécanisme de biosorption dans le cas des bactéries se sont portés sur les *Bacillus subtilis* (*B. subtilis*) et aussi *Escherichia coli* (*E. coli*). Ces dernières ont été examinées pour leur capacité d'éliminer les ions Ag^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} dans la solution [18].

L'objectif de leur étude est de déterminer la capacité de la liaison du métal avec deux types de paroi gram⁺, gram⁻

* Cas de bactérie gram⁻ :

Les résultats obtenus suites à la biosorption sur les parois cellulaires d'E. coli bactérie gram⁻, suggèrent que la déposition des métaux s'effectue dans les régions des principaux groupements polaires qui constituent la membrane ou le long de la couche de peptidoglycane, par un processus de complexation et d'échange d'ions. Le peptidoglycane représente en effet un site pour la déposition des métaux grâce aux groupements carboxyles anioniques des acides D-glutamiques. De même les phospholipides et les protéines semblent également être des sites d'adsorption [19].

Ce mécanisme combine trois processus de récupération des métaux :

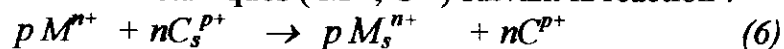
✓ La précipitation du métal à l'extérieur de la cellule : la précipitation de surface est un mécanisme de rétention des métaux. La saturation des sites des surfaces n'est pas observée, cela veut dire qu'une quantité importante de métal semble fixée à la surface, par ailleurs on constate que la composition de la surface est modifiée suite à l'adsorption des cations métalliques.

Des analyses spécifiques de la surface montrent la formation d'un précipité sur la surface du solide, alors que les conditions de précipitation en solution ne sont pas satisfaites [20].

✓ La bioadsorption ionique sur les structures membranaires,

✓ La bioaccumulation sur les protéines spécifiques du cytoplasme : ce processus fait intervenir deux mécanismes indépendants déjà cités : complexation et échange d'ions

1. *Echange d'ions* : ce mécanisme consiste essentiellement en un échange entre cations métalliques (M^{n+} , C^{p+}) suivant la réaction :

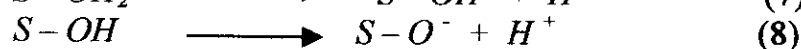
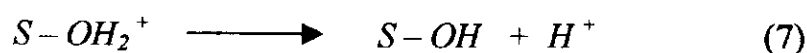


s : indice symbolise le cation C^{p+} fixé à la surface de l'échangeur.

Donc le métal M^{n+} présent en solution est échangé avec un cation C^{p+} fixé sur la paroi, et devient M_s^{n+} .

2. *Complexation* : [21,22]

La composition de la paroi a montré la présence des groupes fonctionnels COOH, NH₂, OH, groupement comportant phosphate P et soufre S. Ces groupements fonctionnels ont des affinités différentes pour les ions métalliques. Ces surfaces se comportent comme des amphotères. Elles participent ainsi à des transferts de protons (acquisition ou perte de H⁺ suivant le pH du milieu environnant).



Ces surfaces sont donc chargées positivement pour des pH faibles et négativement pour des pH élevés. Ces surfaces jouent le rôle d'un coordinat et la fixation d'un ion métallique (M^{Z+}) est assimilée à une réaction de complexation de surface



La constante conditionnelle de formation du complexe est :

$$K_n = \frac{[(S-O)_n M^{(Z-n)+}][H^+]^n}{[M^{Z+}][S-OH]^n} \quad (10)$$

La constante de formation du complexe nous donne une idée sur la stabilité du complexe, plus K_n est grande plus le complexe est stable.

La différence entre les modèles d'échanges d'ions et de complexation de surface tient à la nature des liaisons mises en jeu au cours des mécanismes de fixation, le premier modèle est considéré comme faisant intervenir des liaisons faibles (dipôle-dipôle) alors que les complexes de surface constituent des entités chimiques à part entière avec formation des liaisons covalentes, de plus dans le second, le rôle du pH apparaît bien [20].

* Cas de bactérie gram+

La capacité d'adsorption est élevée du fait que la paroi a une forte densité de charge de peptidoglycane responsable de l'adsorption et de la complexation des métaux, en particulier les cations métalliques divalents. Dans le cas particulier de *B. subtilis*, le mécanisme consiste en un échange stœchiométrique suivi par une précipitation des métaux dans la paroi cellulaire. L'acide téichoïque est également un site d'adsorption important, de même les protéines qui sont efficaces pour la complexation des métaux [22].

♣ Cas des algues :

L'emploi des algues semble promis un bel avenir aussi dans l'élimination des métaux lourds, des études pour ce but ont été faites sur plusieurs types d'algues :

Les micro-algues *Chlorella VULGARIS*, *SPIRULINA*, *PLANTANISIS*, ont un grand potentiel d'élimination des métaux lourds dans une solution aqueuse [23].

Le mécanisme de biosorption sur les algues est de deux types : extracellulaire et intracellulaire :

Mécanisme extracellulaire : [23]

- 1) Interaction électrostatique entre les métaux lourds chargés positivement avec les groupements chargés négativement de la cellule (adsorption, échange d'ions).
- 2) Micro - précipitation.

- 3) Complexation à la surface.
- 4) Liaisons covalentes entre le métal (cation) et les protéines.
- 5) Liaisons avec d'autres polymères

Mécanisme intracellulaire (accumulation) : [23]

- 1) Complexation, accumulation et réduction du métal par plusieurs espèces spécifiques.
- 2) Incorporation du métal à l'intérieur des vacuoles.
- 3) Liaisons avec les protéines, les lipides,...

Pour le mécanisme de biosorption - par *ASCOPHYLLUM NODOSUM* qui est une algue morte – sur du Cobalt, implique de manière prédominante le processus d'échange d'ions [24].

III.1.3 BIOMASSE SELECTIONNEE : *STREPTOMYCES rimosus*

La streptomyces est une bactérie mycelienne gram⁺ du groupe des actinomycètes, de l'ordre des actinomycétales de la famille des Stréptomycetaceae, du genre Stréptomycetes [25]. On la trouve dans le sol (10 % ÷ 30 % du total des micro-organismes telluriques). Elle possède la particularité d'avoir une organisation qui se rapproche le plus de celle des champignons, de même que l'aspect morphologique de leurs colonies

Leur intérêt n'a fait que grandir depuis que WAKSMANN en 1944 [12] a montré qu'une espèce de Stréptomycetes griseus synthétisait un antibiotique : la *Streptomycine*

En 1950, on a découvert que les *Streptomyces rimosus* élaboraient l'oxytétracycline qui est une bactériostatique vis-à-vis de nombreuses bactéries gram positives et gram négatives qui agissent sur la synthèse de protéines.

Dans notre étude, nous avons sélectionné cette biomasse pour les raisons suivantes :

- Biomasse provenant du complexe d'antibiotique de MEDEA.
- La biomasse a une morphologie filamenteuse, ce qui facilite la formation de floque ainsi que la séparation de la phase aqueuse.
- La biomasse peut être régénérée, ce qui permet sa réutilisation.
- La paroi cellulaire rigide de ces bactéries gram + contient de nombreux radicaux négatifs qui servent de sites actifs.
- Les sites actifs présentent une affinité pour les cations métalliques divalents [12].

III.1.4. QUELQUES RESULTATS EXPERIMENTAUX DE LA BIOSORPTION DES METAUX LOURDS :

Plusieurs types de biosorbant sont utilisés pour décontaminer les eaux chargées en métaux lourds, le cas de quelques champignons est résumé dans le tableau n°9 [6]:

Tableau n°9 : Les résultats expérimentaux de la biosorption de quelques champignons

<i>Organisme</i>	<i>Concentration initiale en métaux lourds et le temps de contact</i>	<i>Capacité de biosorption en mg / g</i>	<i>Isotherme</i>
Aspergillus niger	Non vivant	Cu, 2.5 mg / l	1.9
	Vivant	Cu, 2.5 mg / l	5.0
Aspergillus. niger	Cu, 35 mg / l, 1h	7.22	Freundlich , Langmuir
	Cd, 10 mg / l, 1h	3.74	
	Au, 10 à 1000 mg / l	170	
	Ag, 107 mg / l, 2h	22.3	
	Cu, 63.5 mg / l, 2h	1.8	Freundlich Freundlich
Aspergillus.oryzae	Zn, 200 mg / l	17.6	Langmuir Langmuir
	Cu, 6.35 mg / l	13.8	
	Cd, 1.1 mg / l, 3h	2.2	
Rhizopus arrhizus	Cr	31	
	Zn	20	
	Cd	30	
	Pb	104	
	Hg	58	
	Ag	54	
Pénicillium notalum	Cu	80	
	Zn	23	
	Cd	50	
Stretomyces rimosus	Zn, 100 mg / l, 4h	29.43	Freundlich

III. 2. LA REGENERATION

L'utilisation pratique des phénomènes d'adsorption des mélanges liquides – solides en colonnes ou en batch comporte deux phases :

Une **phase d'adsorption** qui doit être arrêtée quand on atteint la pureté recherchée ou la pureté maximale.

Une phase consécutive de **désorption** ou de **régénération** de l'adsorbant pour le rendre apte à une nouvelle phase d'adsorption et pour récupérer éventuellement l'adsorbant [10].

III. 2. 1. DEFINITION DE LA REGENERATION :

Lorsque l'adsorbant (biosorbant dans notre cas) est un produit coûteux et que sa capacité d'adsorption est très élevée, il serait donc prohibitif de remplacer l'adsorbant saturé, qu'il faut donc pouvoir le régénérer ou le désorber.

La désorption peut se faire par élévation de température : appelée régénération thermique ; élévation de pression ; elle peut se faire aussi par voie biologique : ce mode de régénération n'a pas encore reçu d'application industrielle ; ou par élution en faisant passer une solution, c'est en général cette dernière méthode qui est utilisée [26].

III. 2. 2. LE TAUX DE REGENERATION :

Le taux de régénération noté par : Γ_r est défini comme suit :

$$\Gamma_r = \frac{m_d}{m_a} \times 100 \quad (11)$$

m_d : quantité d'ions de Zn^{++} désorbée (mg)

m_a : quantité d'ions de Zn^{++} adsorbée (mg)

III. 2. 3. LES RESULTATS DES TRAVAUX ANTERIEURS :

Dans le cas des biosorbants, il est préconisé d'utiliser une solution de régénération acide tel que l'acide chlorhydrique (HCl). Le choix de la solution de désorption, doit être portée sur la solution qui permet de recueillir la plus concentrée possible en ions indésirables et éventuellement l'adsorbant.

On présente ; quelques résultats des travaux expérimentaux effectués par des chercheurs dans le but de recueillir les métaux lourds ainsi que les biosorbants.

Dans le but de régénérer le biosorbant saturé (*Sargassum baccularia*) par désorption du Cd^{++} , CHU et al [23] ; ont trouvé que l'acide chlorhydrique (HCl) à pH = 2 désorbe environ 80% de Cd^{++} adsorbé par la biomasse algale (figure n°6), et à pH = 3 ÷ 6, la désorption du Cd^{++} adsorbé est négligeable.

Par ailleurs l'utilisation de l'EDTA pour la désorption permet l'élimination complète de Cd^{++} adsorbé s'est-à-dire à 100 % à une normalité de 3.24 m M (figure n° 7)

La biomasse algale adsorbée est mise en contact avec 0.02 l de l'agent désorbant (HCl, EDTA) à 25°C pendant 24 h ; à une vitesse de 150 trs/min .

D'après les études de cinétique, il s'est avéré que 90 mn était largement suffisante pour la désorption.

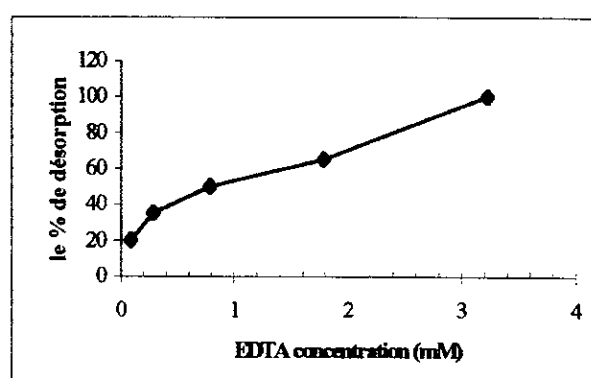
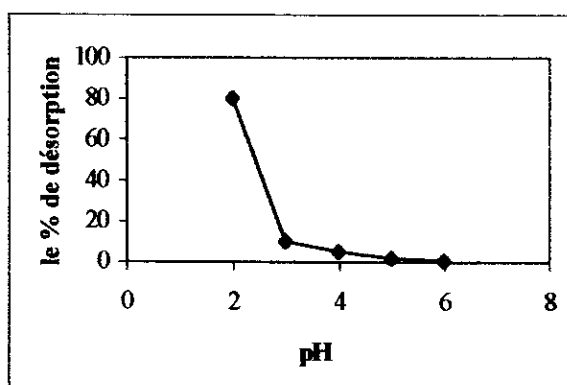


Figure n°6 : Variation du pourcentage de désorption en fonction du pH

Figure n°7 : variation du pourcentage de désorption en fonction d'E.D.T.A

Mattuschka & Straube [27] ont procédé à une désorption d'un déchet biologique (*Streptomyces noursei*) saturé de Cu^{++} , pour cela ils ont utilisé plusieurs agents désorbants tels : NaHCO_3 (hydrogénocarbonate de sodium) [0.1 mol/l], CH_3COOH (acide acétique) [1.7 mol/l], acide lactique [1.1 mol/l], HCl (acide chlorhydrique) [1N], EDTA [0.1N dissous dans 1N de NaOH] pendant 1h. Les résultats sont rassemblés dans la figure n°8.

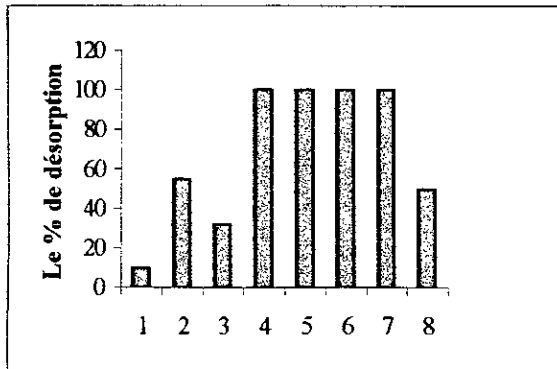


Figure n°8 : Désorption du cuivre sur *S. noursei* par différents agents : (1) H_2O s(2) 0.1 mol/l d'E.D.T.A, (3) 0.1 mol/l $NaHCO_3$, (4) 1.7 mol/l CH_3COOH , (5) 1.1 mol/l d'acide lactique, (6) 1.0 ol/l HCl, (7) 7.2 mol/l HNO_3 , (8) 0.75 mol/l NaOH.

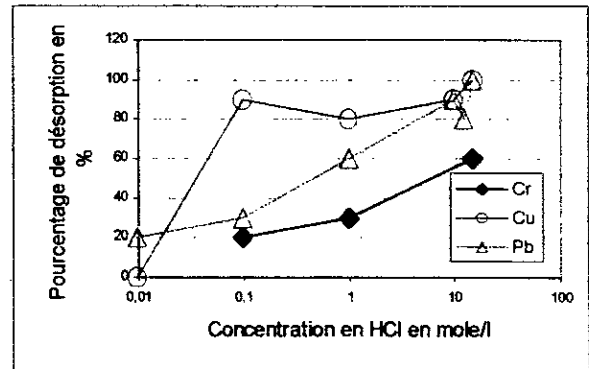


Figure n° 9 : Désorption des métaux par *S. noursei* pour différentes concentrations en HCl.

D'après les résultats expérimentaux, les éluants acides organiques et minérales désorbent pratiquement tous les ions de cuivre adsorbés, par contre on constate que les agents désorbants tels que $NaHCO_3$, EDTA également le NaOH ne sont pas vraiment efficaces.

Les mêmes résultats sont obtenus dans le cas de la désorption des radionucléides [28], et aussi la désorption d'E. Coli saturé en Cu^{++} .

Aussi ils ont trouvé que la régénération des boues bactériennes saturées en Cu^{++} est meilleure par l'EDTA [28].

Ils ont par ailleurs utilisés l'acide chlorhydrique (HCl) à différentes concentrations (0.01 ÷ 10 mol/l) pour la récupération des métaux lourds ici-cités : Cu, Pb, Cr, les résultats sont représentés dans la figure n°9

La désorption de Cu^{++} et du Pb^{++} à l'aide d' l'acide chlorhydrique (HCl) est très efficace à 0.1N et 2.5 N respectivement. Dans le cas de Cr^{++} la concentration la plus élevée d' l'acide chlorhydrique (HCl) désorbe que la moitié de la biomasse saturée en Cr^{++} .

III. 2. 4. LES PARAMETRES A ETUDIER :

Pour mener à bien les essais de désorption, on doit donc tenir compte de tous les paramètres entrant en jeu voir : la concentration en acide chlorhydrique (HCl), le volume d' acide chlorhydrique (HCl), et le temps de contact.

III. 3. CYCLE BIOSORPTION – REGENERATION :

III.3.1. DEFINITION :

Basé sur les propriétés naturelles de certains champignons, l'utilisation des matériaux «biosorbants » permet d'envisager la récupération des métaux de manière plus efficace et économique. On parle d'un cycle biosorption – régénération lorsqu'on fait adsorber le métal sur une biomasse traitée, et qu'ensuite on la débarrasse de ce dernier par un certain volume de solution de régénération.

III. 3.2 . INTERET :

Si à la fin d'un cycle on désorbe à savoir 90 % à 100 % le métal, il est judicieux de réutiliser le biosorbant ; plusieurs fois si c'est possible pour éliminer le métal, ce qui nous permet de dire de point de vue économique que c'est très rentable.

II.3.3. ORGANIGRAMME DE CYCLE BIOSORPTION REGENERATION

L'effluent à traiter est envoyé vers une unité de traitement dans lesquels des granules de mycelium obtenus par séchage et granulation sont fluidisé par recirculation de l'effluent traité.

Lorsque ces granules sont saturés en métaux, ceux-ci peuvent être désorbés à l'aide d'une solution de régénération, ce qui permet de concentrer les métaux dans un volume réduit, cette opération est réalisée lorsqu'on souhaite utiliser les granules de mycelium plusieurs fois.

Par contre, dans le cas où il s'agit d'un métal de coût élevé, celui-ci peut être récupéré en détruisant le mycelium qui dans ce cas, n'est pas régénéré [30].

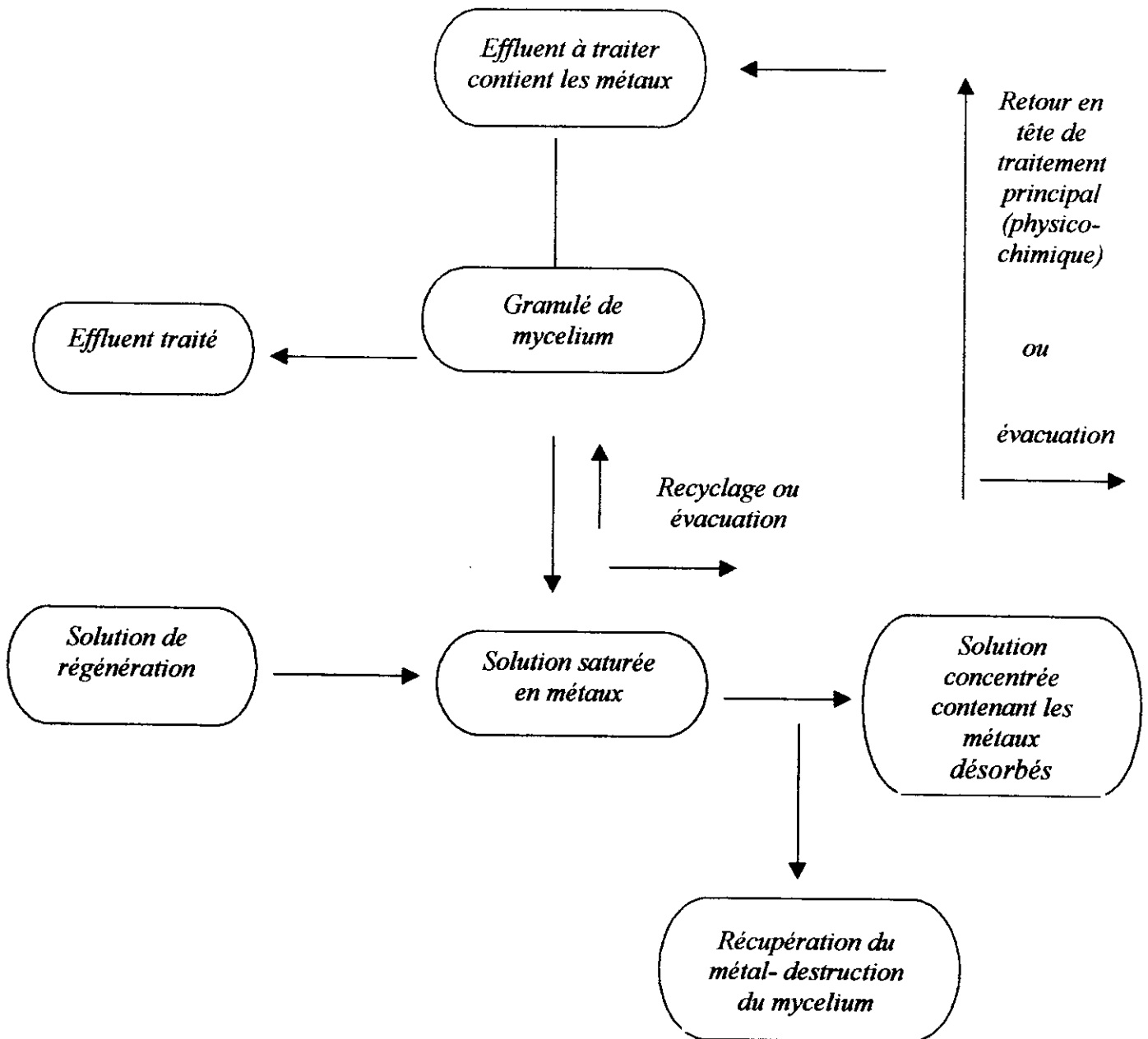


Figure n° 10 : block diagramme du procédé [30].

Chapitre IV

Filtration sous pression

IV.1. DEFINITION DE LA FILTRATION

La filtration est un procédé physique destiné à clarifier un liquide qui contient des matières en suspension en le faisant passer à travers des milieux poreux. Les solides en suspension ainsi retenus par le milieu poreux s'y accumulent, il faut donc nettoyer ce milieu de façon continue ou de façon intermittente [31].

La séparation de ces deux phases (liquide - solide), consistant à passer d'un état désordonné à un autre état qui l'est moins, exige donc de l'énergie qui peut être fournie de plusieurs façons ; il est possible de faire agir une force sur les particules solides tout en conservant le liquide pratiquement immobile.

Cette force peut être simplement la gravitation terrestre et l'opération de séparation est alors **une décantation** ; la force peut aussi être créée artificiellement en appliquant au liquide un mouvement circulaire très rapide, ce qui produit une accélération centrifuge (variant avec le carré de la vitesse) s'appliquant aux particules se trouvant en suspension et les faisant se diriger puis s'entasser sur la paroi du récipient contenant le liquide : **c'est la centrifugation**.

Il est également possible de faire circuler le fluide à travers un corps perméable dont la grandeur des pores est inférieure à celle des particules du corps solide qui est ainsi retenu et qui forme un dépôt désigné sous le nom de **gâteau**.

L'énergie est dans ce cas fournie sous forme de pression qui oblige le fluide à traverser la masse filtrante. Cette pression peut, comme dans le cas précédent, être due à la seule accélération terrestre ou être engendrée par un moyen mécanique. C'est cette façon de séparer fluide et solide qui a reçu le nom de **filtration sous pression** et dont l'étude fait l'objet de notre travail [32].

LA FILTRATION SOUS PRESSION :

La filtration sous pression est la seule opération permettant d'obtenir des concentrations finales en boues dépassant 30 % d'humidité [33].

IV. 2. EQUATION DIFFERENTIELLE DE BASE:

La suspension à filtrer est amenée sous pression dans une capacité fermée par une toile (support) sur laquelle les particules vont se déposer , tandis que le filtrat sera récupéré au delà .

On connaît (ou on peut connaître) les paramètres ou bien les caractéristiques de notre boue. La température de notre suspension (donc la viscosité de la phase liquide) . Il s'agit alors de mesure avec précision acceptable, le volume du filtrat et la masse de gâteau recueillis en fonction du temps, suivant les conditions adoptées: surface filtrante, la pression etc [34,35].

Les lois de la filtration sur support sont obtenues à partir de l'équation de Darcy que l'on applique à une couche élémentaire de gâteau d'épaisseur dz (figure n°11)

$$U_z = - \left(\frac{B_z}{\eta} \right) \frac{dP}{dZ} \quad (12)$$

Avec

U_z : la vitesse d'écoulement du filtrat en (m/s) :

B_z : la perméabilité de la couche en (m^2).

dP : chute de pression en (Pa).

η : viscosité dynamique du filtrat en (kg/m.s).

dZ : l'épaisseur d'une couche élémentaire du gâteau en (m).

Le signe (-) rappelle que la pression P diminue dans le sens général de l'écoulement.

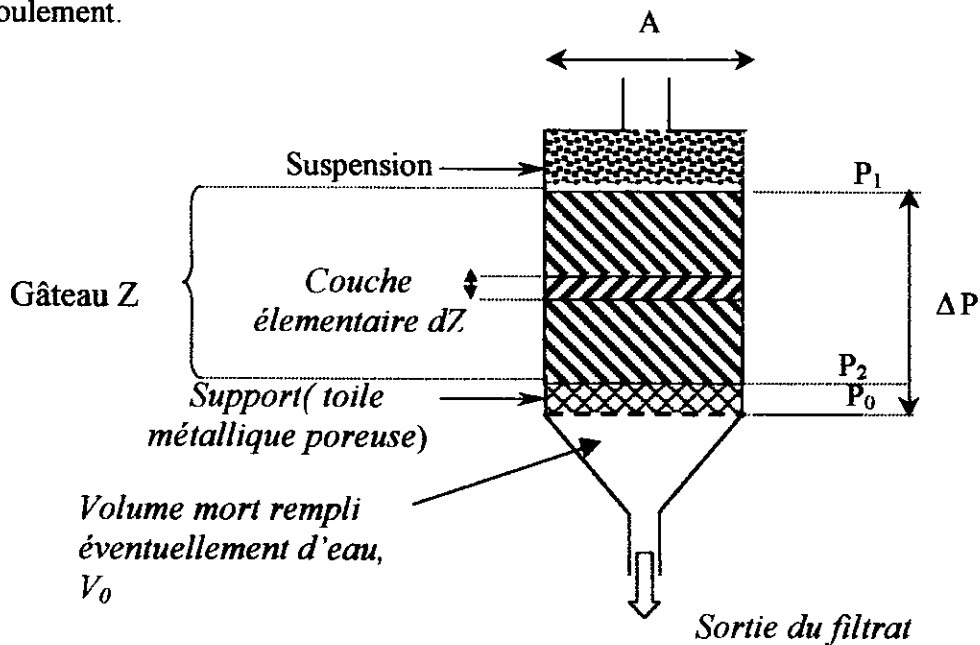


Figure n°11 : Filtration sur support : Schéma de principe

La vitesse U_z représente la vitesse d'approche c'est-à-dire la vitesse que l'on aurait en absence du gâteau, elle s'écrit :

$$U_z = \left(\frac{1}{A} \right) \frac{dV}{dt} \quad (13)$$

où :

dV : est le volume du filtrat écoulé pendant un temps dt à travers une aire de surface A , en (m^3)

A : la surface du support poreux en (m^2).

Posons :

$$\frac{dZ}{B_z} = dR_z \quad (14)$$

dR_z : est la résistance de la couche du gâteau dZ à l'écoulement par unité de surface

La loi de DARCY peut s'écrire alors :

$$U_z = -\frac{dP}{\eta \times dR_z} \quad (15)$$

dR_z s'écrit aussi sous une autre formule en définissant une résistance spécifique de la couche dZ du gâteau notée par r_z :

$$dR_z = r_z \frac{dM_z}{A} \quad (16)$$

r_z appelée résistance spécifique de la couche dZ du gâteau en (m/kg).

dM_z : la masse du gâteau déposée sur une couche dZ en (kg).

Donc en remplaçant l'équation (16) dans l'équation (15) on obtient :

$$U_z = \left[-\frac{1}{\eta} \frac{dP}{r_z} \frac{A}{dM_z} \right] \quad (17)$$

D'autre part, l'obtention de la masse dM_z du gâteau correspond à la disparition d'un certain volume de suspension, donc à l'écoulement d'un certain volume de filtrat dV . Nous sommes ainsi amenés à poser :

$$dM_z = W_z \cdot dv \quad (18)$$

W_z apparaissent ainsi comme la masse de gâteau déposée par unité de volume de filtrat à la cote Z . ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$).

Donc l'équation (18) on la remplace dans l'équation (17) on obtient :

$$U_z = -\frac{1}{\eta} \times \frac{dP}{r_z \times \frac{W_z}{A} \times dV} \quad (19)$$

On faisant l'égalité entre les équations (19) et (13), on aboutit donc à la relation :

$$U_z = \left[\frac{1}{A} \frac{dV}{dt} \right] = \left[-\frac{1}{\eta} \times \frac{A}{r_z W_z} \times \frac{dP}{dV} \right] \quad (20)$$

Finalement on trouve l'équation suivante :

$$dP = \frac{-\eta \times r_z \times W_z}{A^2} \times \frac{dV}{dt} \times dV \quad (21)$$

Pour pouvoir intégrer cette relation, il est nécessaire de connaître les termes qui restent constants tout au long de la filtration, et ceux qui varient ou peuvent varier.

REMARQUES :1

✓ **Surface A** : dans de nombreux cas; la surface du support poreux peut, rigoureusement ou en première approximation être considérée comme constante. Nous le supposons ici.

✓ **Viscosité** : nous supposons également que la suspension est à température sensiblement constante, c'est-à-dire que la viscosité du filtrat ne varie pas au cours de l'opération

✓ On suppose que durant l'essai de filtration sous pression, la résistance spécifique à la filtration (r_z), la masse du gâteau déposée par unité de volume de filtrat (w_z) et le débit volumique $\frac{dV}{dt}$ sont calculés à un instant t donné.

En désignant par P_1 la pression du liquide dans la suspension (donc à l'entrée du gâteau) et par P_2 la pression du liquide dans le gâteau au contact du support (voir fig.n°11), on aura, par intégration de l'équation (21) à un instant donné, sur toute la hauteur du gâteau l'équation (22) :

$$P_2 - P_1 = -\frac{\eta \times r_z \times W_z}{A^2} \times \frac{dV}{dt} \times V \quad (22)$$

Avec V volume total du filtrat recueilli à la sortie à un instant t .

Une nouvelle intégration de cette équation (22), cette fois dans le temps (du début à la fin de la filtration) nécessitera la connaissance du mode d'alimentation adopté : débit constant ou vitesse constante de filtration, pression constante, débit et pression variables. Durant notre travail nous avons maintenu la pression de filtration constante.

La pression d'alimentation P_1 étant constante, on a aussi :

$$P_1 - P_0 = \text{cte} \quad (23)$$

Et ce que l'on peut effectivement contrôler au cours d'une filtration, c'est la perte de charge totale dP à travers de l'ensemble (gâteau + support) voir figure.n° 11.

$$\Delta P = P_1 - P_0 = (P_1 - P_2) + (P_2 - P_0) \quad (24)$$

ΔP : perte de charge à travers l'ensemble (gâteau + support).

La loi de DARCY appliquée au support seul s'écrira :

$$U_z = \frac{[P_2 - P_0]}{\eta \times R_s} \quad (25)$$

R_s : la résistance du support par unité de surface. (valeur constante m^{-1}).

Considérons l'équation(24) dans laquelle $(P_1 - P_2)$ est donnée par (22) et $(P_2 - P_0)$ par (25)

$$\Delta P = \frac{\eta \times r_z \times W_z}{A^2} \times \frac{dV}{dt} \times V + U_z \times \eta \times R_s \quad (26)$$

Sachant que

$$U_z = \frac{1}{A} \times \frac{dV}{dt} \quad (13)$$

Aussi, on suppose qu'on est dans le cas d'une filtration idéale : supposant que les particules du gâteau soient parfaitement rigides et ne puissent être tassées, quels que soient les efforts appliqués au gâteau ; dans ce cas, M_z , W_z , r_z , seront constants sur toute l'épaisseur du gâteau et cela quelles que soient les pressions de la filtration appliquées.

$$M_z = M, \quad W_z = W, \quad r_z = r \quad (27)$$

De plus, le gâteau ayant une structure constante en tout point et à tout instant, le débit dv / dt sera constant à un instant donné sur toute la hauteur du gâteau :

On pose :

$$U_z = U \text{ et donc } U = \frac{1}{A} \times \frac{dV}{dt} \quad (28)$$

En revient à l'équation (26), qui peut être écrite sous la forme suivante :

$$\Delta P = \frac{\eta \times r \times W}{A^2} \times \frac{dV}{dt} \times V + \frac{\eta \times R_s}{A} \times \frac{dV}{dt} \quad (29)$$

De l'équation (29), on déduit la variation dt :

$$dt = \frac{\eta \times r \times W \times V \times dV}{A^2 \times \Delta P} + \frac{\eta \times R_s \times dV}{A \times \Delta P} \quad (30)$$

En intégrant cette relation de l'instant initial ($t = 0, v = 0$) à l'instant (t, v) on obtient :

$$t = \frac{\eta \times r \times W}{2 \times \Delta P \times A^2} \times V^2 + \frac{\eta \times R_s}{\Delta P \times A} \times V \quad (31)$$

La représentation de l'équation (31) dans un diagramme (t, V) est une parabole voir (Figure n° 12).

L'équation(31) est souvent écrite sous la forme :

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta \times r \times W}{2 \times \Delta P \times A^2} \times V + \frac{\eta \times R_s}{\Delta P \times A} \quad (32)$$

La représentation de la courbe t/V en fonction de V est une droite de la forme :

$$\frac{t}{V} = \text{tg}\theta \times V + Y \quad (33)$$

Voir (Figure n° 12).

Donc la résistance spécifique à la filtration (r) est caractérisée par la pente $\text{tg}\theta$. Cette intégration n'est correcte que si r reste constante et ceci n'est totalement vrai que pour les boues incompressibles [37].

Cette droite est caractérisée par une pente et une ordonnée à l'origine,

$$\text{La pente } \text{tg}\theta \text{ définie par } \text{tg}\theta = \frac{\eta \times r \times w}{2 \times \Delta P \times A^2} \quad (34)$$

Elle permet de déduire la résistance spécifique (r).

$$\text{L'ordonnée à l'origine } Y \text{ définie par } Y = \frac{\eta \times R_s}{\Delta P \times A} \quad (35)$$

Elle permet de déduire R_s (résistance spécifique du support).

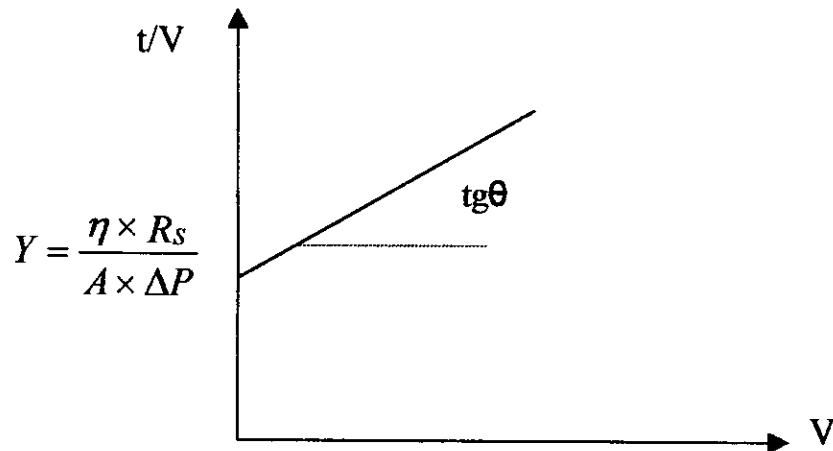


Figure n°12 : Courbe donnant t/v en fonction de v [34]

REMARQUE : II

✓ **Tracé expérimentale de la droite($t/v, v$)** : le tracé de la droite de la fig. n°12 à partir des relevés expérimentaux (v et t) conduit fréquemment à des ordonnées à l'origine plus au moins aberrantes. Ces anomalies proviennent, d'une part de la difficulté de la définition précise du temps zéro de l'essai, et d'autre part des variations de ΔP dont la valeur est rarement stable dès les premiers instants de la filtration [34]. La pente des droites n'est cependant pratiquement pas affectée par ces variations (mis à part les tous premiers points des relevés).

IV .3. INFLUENCE DE QUELQUES PARAMETRES SUR LA FILTRATION SOUS PRESSION/

Les éléments polluants et leur produits de transformations retirés de la phase liquide au cours de tout traitement d'eau, quelle qu'en soit la nature, se trouvent finalement rassemblés dans la très grande majorité des cas dans des suspensions plus ou moins concentrées dénommées : **boues**.

La caractérisation d'une boue est fondamentale pour le choix de la méthode de traitement qui lui est applicable ainsi que pour la prévision des performances des appareils à employer.

IV.3. 1. LA RESISTANCE SPECIFIQUE (r) :

La loi de **CARMAN** [31,35] l'a définie comme étant la résistance qu'offre à la filtration une quantité de gâteau contenant 1 gramme de matière sèche répartie sur un centimètre carré de surface filtrante

C'est une mesure de la filtrabilité de la boue. Celle – ci est influencée par la densité, la forme, la dimension des particules, et par la charge électrique des particules :

Pour l'ensemble (gâteau + support), la loi de **DARCY** s'écrit :

$$\frac{dV}{dt} \times \frac{1}{A} = \frac{\Delta P}{\eta \times R_Z} \quad (36)$$

ΔP : variation de pression P_1 et P_0 , $\Delta P = P_1 - P_0$.

R_Z : résistance à la filtration de l'ensemble (gâteau + support) où elle peut être définie par :

$$R_Z = R_s + R_g \quad (37)$$

R_s : La résistance du support par unité de surface.

On vérifiera que R_s a la dimension L^{-1} . Nous supposons que R_s garde une valeur sensiblement constante tout au long de quelques filtrations.

R_g : la résistance du gâteau qui est proportionnelle à la masse de matières solides déposées par unité de surface du filtre et qui s'écrit sous la forme suivante

$$R_g = \frac{r \times M}{A} = \frac{r \times W \times V}{A} \quad (38)$$

où

M : masse du gâteau après séchage en (mg).

A : surface de filtration en (m^2).

V : volume du filtrat écoulé en (m^3).

W: masse de matière solide sèche retenue au cours de l'obtention d'une unité de volume de filtrat en (kg/m^3).

Donc si on remplace l'équation (37) dans l'équation (36) et l'équation (38) dans l'équation (36) on aura après intégration :

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta \times r \times W}{2 \times \Delta P \times A^2} \times V + \frac{\eta \times R_s}{A \times \Delta P} \quad (39)$$

La courbe d'équation $(t/V) = f(V)$ est théoriquement une droite qui ne passe pas par l'origine dont la pente permet de déterminer la résistance spécifique à la filtration (r) et dont l'ordonnée à l'origine correspond à la résistance à la filtration du support (R_s).

La résistance spécifique à la filtration s'exprime :

En cm / g dans le système C.G.S

En m / kg dans le système M.K.S.A

Elle est définie généralement pour une résistance calculée à une pression de filtration de 0.5 bar. Elle s'écrit alors $r_{0,5}$ [26].

En général, plus la résistance spécifique à la filtration est **petite**, plus la filtration de notre boue est **meilleure**.

IV. 3. 2. LE COEFFICIENT DE COMPRESSIBILITE (S) :

Le coefficient de compressibilité s'exprime sous la forme d'un nombre sans dimension .Il caractérise la façon dont la perméabilité diminue par tassement sous la croissance de la pression appliquée [26,34], ce coefficient est relié à la résistance spécifique r et à la pression P par la relation (40)

$$r = r_0 P^S \quad (40)$$

où

r : résistance spécifique à la filtration mesurée à pression P en (m / kg).

r_0 : résistance spécifique mesurée dans les conditions de pression $P=0$ bar en (m / kg).

S : coefficient de compressibilité sans dimension.

La linearisation de l'équation (40) devient :

$$\ln r = \ln r_0 + S \ln P \quad (41)$$

la courbe donnant la variation de $\ln r$ en fonction de $\ln P$ est une droite comme le montre la figure n° 13.

la pente représente le coefficient de compressibilité S ; et l'ordonnée à l'origine définit la résistance à la filtration r_0 .

Le coefficient de compressibilité S caractérise le degré de compressibilité du gâteau, en général :[36].

- Plus S est petit et $S < 0$, le gâteau est incompressible par application de la pression P .
- Plus S est grand, et $S \gg 1$, le gâteau est compressible par application de la pression P .

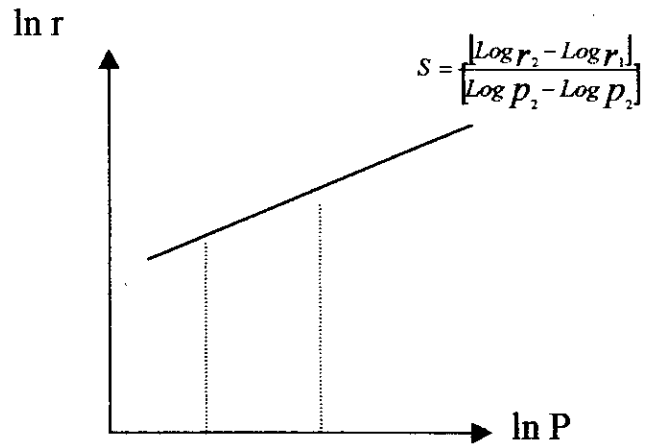


Figure n°13. Détermination du coefficient de compressibilité

IV. 3. 3 . LA SICCITE LIMITE (S_I) :

La siccité limite s'exprime généralement en gramme par litre ou en pourcentage en poids (elle représente en moyenne 5% de la masse totale de la boue.) Elle est déterminée par séchage à 105°C jusqu'à poids sec.

On la trouve encore sous le nom de «**matière sèche**» [33,36].

La siccité limite est déterminée en appliquant la relation suivante :

$$S_I = \frac{m_s}{m_0} \times 100 \quad (42)$$

m_s : masse du gâteau après séchage en (g).

m_0 : masse initiale du gâteau obtenue après l'essai de filtration sous pression (g).

La siccité limite nous renseigne sur l'humidité du gâteau après l'essai de filtration sous pression, elle est l'inverse de l'humidité.

V.3.4. EVALUATION ET DEVELOPPEMENT DU COEFFICIENT DE TASSEMENT : β

Le coefficient de tassement β mesure la quantité de filtrat écoulé au cours de la formation du gâteau lorsqu'une pression de filtration est appliquée à une suspension, de volume V_0 . Il permet de décrire le comportement du gâteau,

Lorsque ce coefficient est grand ($\beta > 0$), la porosité du gâteau diminue ainsi que la filtrabilité [37].

D'après **Notebaert et al** [38], le coefficient de tassement est lié à la résistance à la filtration et au volume de la suspension, par la relation suivante :

$$r = \alpha \times V^\beta \quad (43)$$

où

r : la résistance spécifique à la filtration du volume final en (m / kg).

α : résistance spécifique au volume initial en (m / kg).

V : volume utilisé dans la pratique en (ml).

Si on utilise l'équation (36) et qu'on néglige la résistance spécifique de la membrane R_s , on trouve l'équation suivante :

$$\frac{dV}{dt} \times \frac{1}{A} = \frac{\Delta P}{\eta \times R_g} \quad (44)$$

Si on intègre entre $[0, t]$ et $[0, v]$ on obtient l'équation (45) qui est :

$$t = \frac{\eta \times W \times \alpha}{(\beta + 2) \Delta P A^2} \times V^{\beta+2} \quad (45)$$

On passe au logarithme, on obtient :

$$\text{Lnt} = (\beta + 2) \text{Ln}V + \text{Ln} \frac{\eta \times \alpha \times W}{(\beta + 2) \times \Delta P \times A^2} \quad (46)$$

Le graphe donnant Lnt en fonction de $\text{Ln}v$ est une droite qui a pour pente : $\text{tg}\theta = \beta + 2$ donc on peut calculer la valeur de β qui est égale à $\beta = \text{tg}\theta - 2$.

L'ordonnée à l'origine égale $\text{Ln} [\eta \alpha W / (\beta + 2) \Delta P A^2]$. donnera la valeur de α .

Tel que : $\eta, W, A, \Delta P$ sont des paramètres à déterminer à partir de l'expérience (données),.

En général, le coefficient β peut prendre des valeurs négatives et positives.

➤ Pour ($\beta > 0$), le gâteau subit un tassement de ses particules au cours de la filtration et donc la résistance spécifique à la filtration augmente et la filtration est mauvaise.

➤ Pour ($\beta < 0$), le gâteau est formé sans tassement des particules au cours de la filtration, et donc la résistance spécifique diminue et la filtrabilité de la boue est meilleure [37].

IV. 4. PRINCIPAUX TYPES DE FILTRES INDUSTRIELS :

Les principaux types de filtres utilisés dans l'industrie sont énumérés dans le tableau n°:10

Ce tableau consiste donc seulement une indication générale destinée à faciliter le choix d'un filtre [31].

Tableau n°10 : Principaux types de filtres industriels

<i>Principe de la filtration</i>	<i>Types de filtre</i>	<i>Exemple d'utilisation</i>
<i>Filtration par gravitation ou sous faible différence de pression</i>	<i>Filtres à cuve Filtres à poche</i>	<i>Filtration d'eau Filtration de jus de sucrerie</i>
<i>Filtration discontinue sous pression</i>	<i>Filtres – presses Filtres à cartouches</i>	<i>Filtration de pigments, colorants, tous produits chimiques cristallisés. Filtration huiles de graissage</i>
<i>Filtration continue sous pression</i>	<i>Filtres rotatifs à tambour</i>	<i>Filtration de liquides à tension de vapeur élevée</i>
<i>Filtration discontinue sous vide</i>	<i>Filtres statiques</i>	<i>Filtration de produits cristallisés ou en poudre fine</i>
<i>Filtration continue sous vides</i>	<i>Filtres rotatifs à tambours ou à disques</i>	<i>Filtration de produits cristallisés ou en poudre fine</i>
<i>Filtration par force centrifuge</i>	<i>essoreuses</i>	<i>Tous produits solides peu compressibles.</i>

IV. 5. FILTRES PRESSES :

Les filtres presses à plateaux chambrés permettent d'obtenir la siccité de gâteau maximale, car ils fonctionnent sous des pressions pouvant atteindre 15 bars.

Le filtre presse a une ossature en acier mécano-soudé sur laquelle on dispose alternativement les cadres, les toiles filtrantes et les plaques.

Le serrage de l'ensemble est réalisé à l'aide d'un verrin hydraulique. Les plaques ont leurs surfaces latérales recouvertes d'une toile filtrante (métallique ou textile, ou l'un et l'autre) ; Ces surfaces sont rainurées pour faciliter l'écoulement du liquide. Les cadres sont, comme leur nom le précise, évidés à l'intérieur, et c'est dans ces espaces libres que les particules solides sont retenues par les toiles filtrantes.

Les plaques sont intercalées comme suit :

Une plaque de type filtrant, un cadre, une plaque de type filtrant etc.... On choisit le nombre d'élément que l'on utilise de façon à disposer de la surface filtrante nécessaire pour l'essai que l'on effectue.

Des orifices sont pratiqués dans les plaques et les cadres ; ils forment, lorsque ces éléments sont appliqués les uns contre les autres, des canaux dans lesquels circule la suspension à filtrer, le liquide filtré ainsi qu'éventuellement de liquide de lavage et l'air de séchage.

L'avantage des filtres presses qui travaillent toujours sous pression réside dans la grande surface de filtration (jusqu'à près de 100 m²), ce qui permet, même avec des boues très compressibles, d'obtenir des rendements considérables.

Ils peuvent être utilisés aussi pour filtrer des suspensions dont on désire conserver la partie solide et la partie liquide, que pour clarifier de liquides additionnés ou non d'un adjuvant de filtration.

Les inconvénients des filtres-presses sont leur prix et la main-d'œuvre qu'ils réclament pour être déchargés et préparés pour une nouvelle filtration [39].

Chapitre V

Les essais de Biosorption - Régénération

V. 1. SPECTRE IR

V.1.1. ANALYSE DU BIOSORBANT PAR STREPTROSCOPIE INFRAROUGE A TRANSFORME E DE FOURRIER :

L'analyse de «S. rimosus » par spectroscopie IR a été effectuée à l'aide d'un spectromètre IR à transformée de FOURRIER de type PHILIPS ANALYTICAL PU 9800 FTIR SPECTROMETER effectuée à l'I.N.I.T.A.

La méthode consiste à réduire la biomasse en une poudre très fine et à mélanger intimement avec une poudre transparente de KBr de concentration inférieure ou égale à 1% en masse jusqu'à obtenir une pastille. Il est à noter que l'analyse de la biomasse par spectroscopie est faite après lavage et séchage de celle – ci ; quatres analyses de spectres ont été obtenues :

Spectre I, II

Ils représentent la biomasse à l'état brute (non-traité chimiquement par T.E.A de deux années différentes (1994 et 1996) respectivement.

Les deux spectres présentent plusieurs pics, ces derniers révèlent la présence en surface de plusieurs groupements. Les résultats de leur identification sont rassemblés dans le tableau n° 11

Spectre III, IV

Ils représentent la biomasse traitée par le T.E.A (1g/l) (1994, 1996) respectivement en mode batch ; les spectres

présentent aussi plusieurs pics, les résultats de leur identification sont rassemblés dans le tableau n° 11.

V.1.2. IDENTIFICATION DES SPECTRES IRTF

La réalisation d'un spectre IR peut avoir pour but :

- De suivre un processus réactionnel par l'observation de la disparition ou de l'apparition de bandes caractéristiques d'un groupement fonctionnel ;
- De vérifier la pureté d'un produit connu par l'absence de bandes signalant la présence d'un composé étranger ;
- D'identifier les fonctions d'un produit inconnu ; et qui est cependant notre but recherché :

La technique appliquée à l'interprétation de ces spectres : est le repérage et l'identification des bandes, grâce à des tables de valeurs que l'on trouve dans des ouvrages spécialisés [39].

⇒ Grandes régions d'un spectre :

- La région $4000 - 1500 \text{ cm}^{-1}$, contient les bandes d'allongement correspondant aux principaux groupements : OH, C=O, NH₂, ...

- La région $1500 - 1000 \text{ cm}^{-1}$, complexe appelée parfois « l'empreinte digitale » du composé, dans laquelle se situent de nombreuses vibrations de : alcools, esters, éthers,

- La région $1000 - 600 \text{ cm}^{-1}$, très utile pour la détermination des structures éthyléniques et aromatiques, grâce aux déformations en dehors du plan des liaisons C – H, et à des formations de cycle.

Ainsi l'identification de nos spectres est résumée dans le tableau n° 11 :

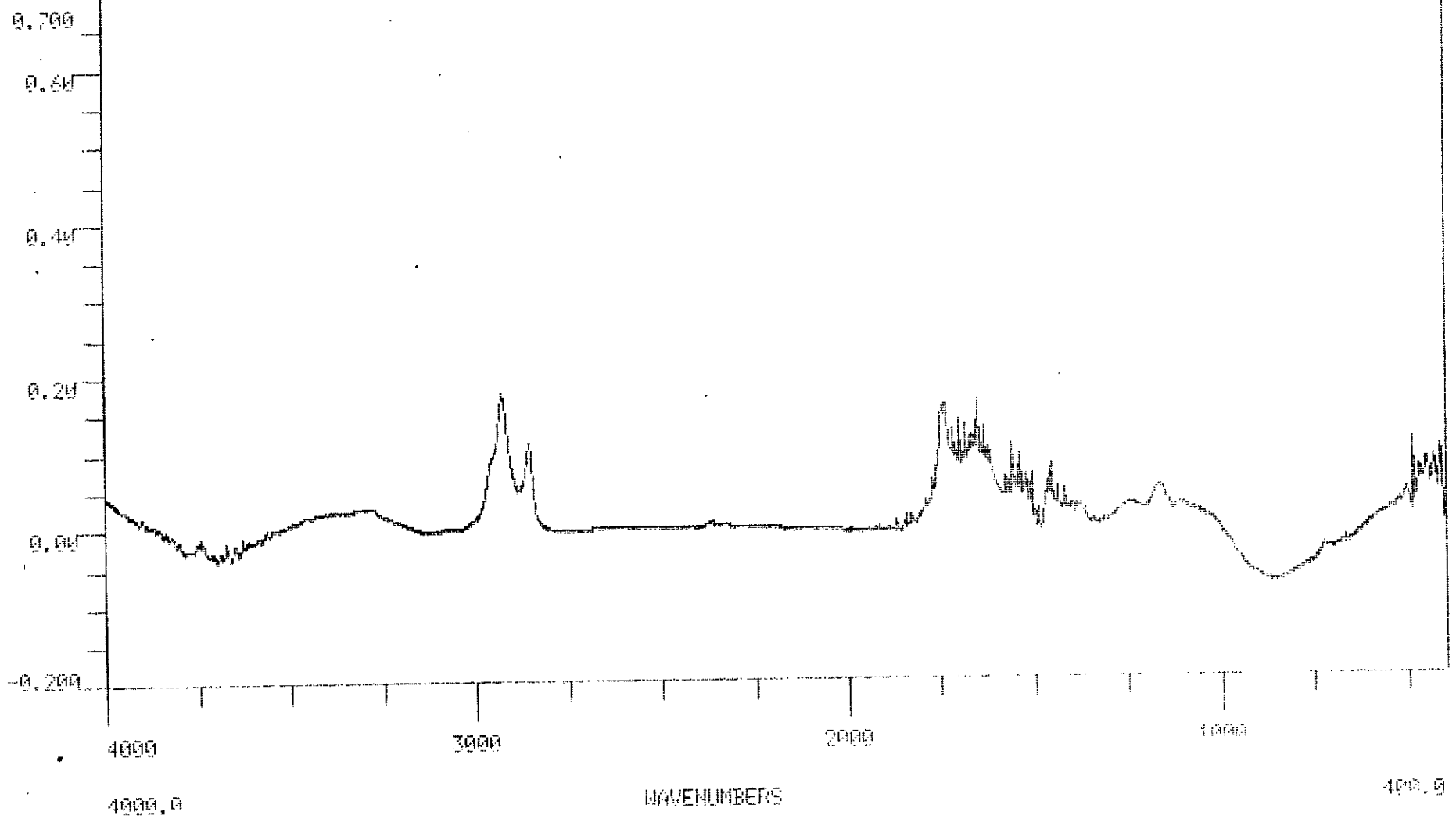
Tableau n° 11: identification des spectres sur quatre biomasses différentes

Nombre d'onde en cm^{-1}	Identification probable	Bio 1 brute 1994	Bio 1 traitée 1994	Bio 2 brute 1996	Bio 2 traitée 1996
4000 ÷ 3500	OH (alcool et phénol)	+ / f	+ / v	+ / f, M	+ / V
3000 ÷ 2800	$\equiv\text{C} - \text{H}$ (acétylénique aromatique)	+ / M	+ / F	+ / M	+ / F
	C – H	+ / f	+	+	+ / f
	O (aldéhyde)				
	O–H(acide carboxylique)	+ / f	+ / f, M	+ / f	+ / f, M
1800 ÷ 1600	$\begin{array}{l} \text{R} \\ \diagdown \\ \text{NH} \\ \diagup \\ \text{R} \end{array}$ $\begin{array}{l} \text{Ar} \\ \diagdown \\ \text{NH} \\ \diagup \\ \text{R} \end{array}$ (amine secondaire)	+ / f, M	+ / V	+ / f, M	+ / V
	C=O cétone, acide aldéhyde, ester	+ f	+ / F	+ / f	+ / F
1200 ÷ 1000	-CH ₂ – NH ₂ amine primaire	+ / M	+ / M	+ / M	+ / M

F : forte, M : moyenne, f : faible, V : variable.

RESULT

ABSORBANCE



Name : bio-1- brute (1994)
High : 4000.9
Low : 399.3
HISTORY : 1
SMD 21 FLO 4

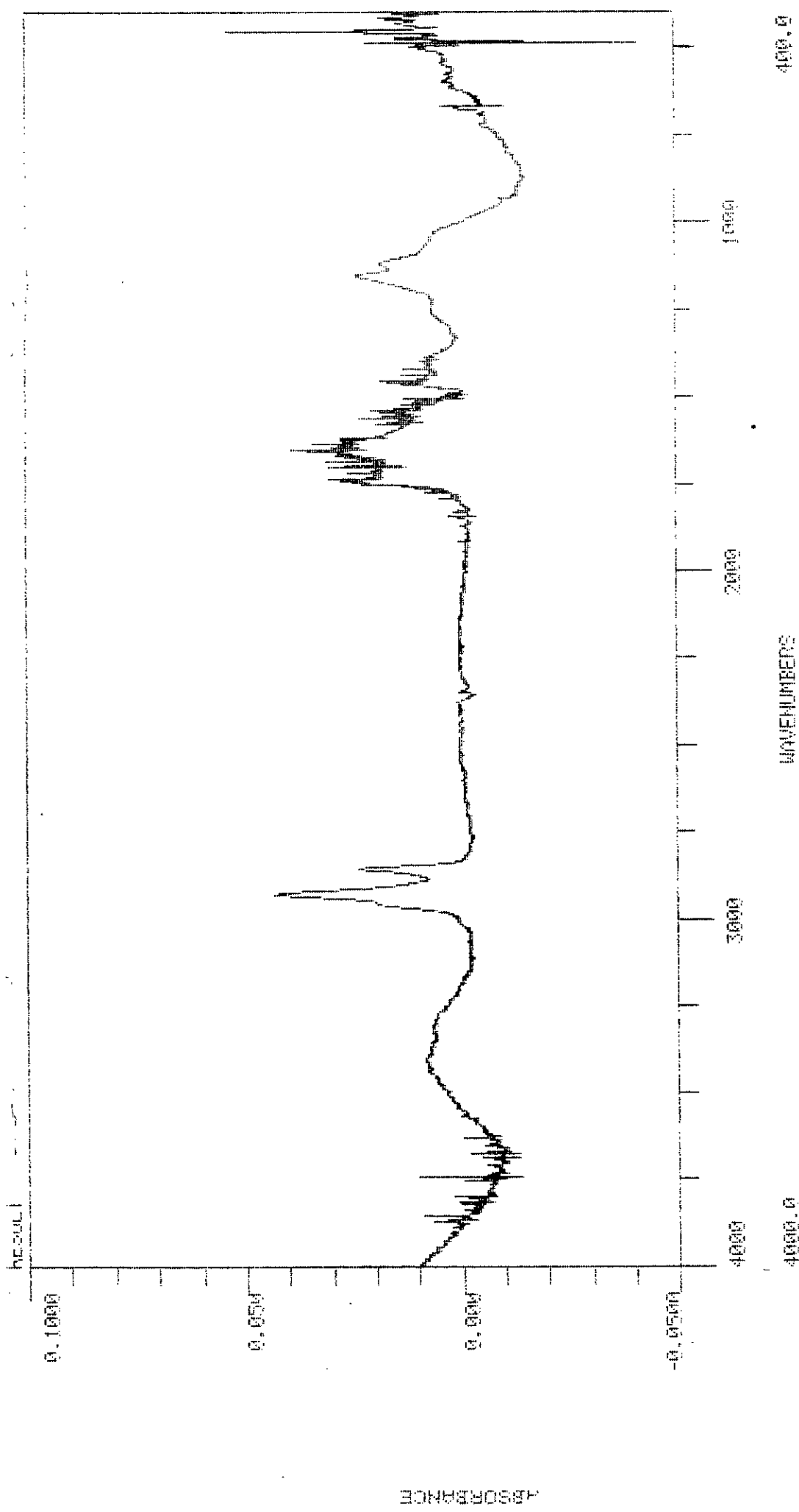
Time : 14:52:42
Res : 2.0
Apod : NORMAL

Date : 19:07:1994
Scan : 10
Int : 0

TEXT :

SPECTRE I
SPECTRE IRTF DU *S.rimosus* BRUTE
(1994)

PHILIPS ANALYTICAL
PUSPOM FTIR SPECTROMETER



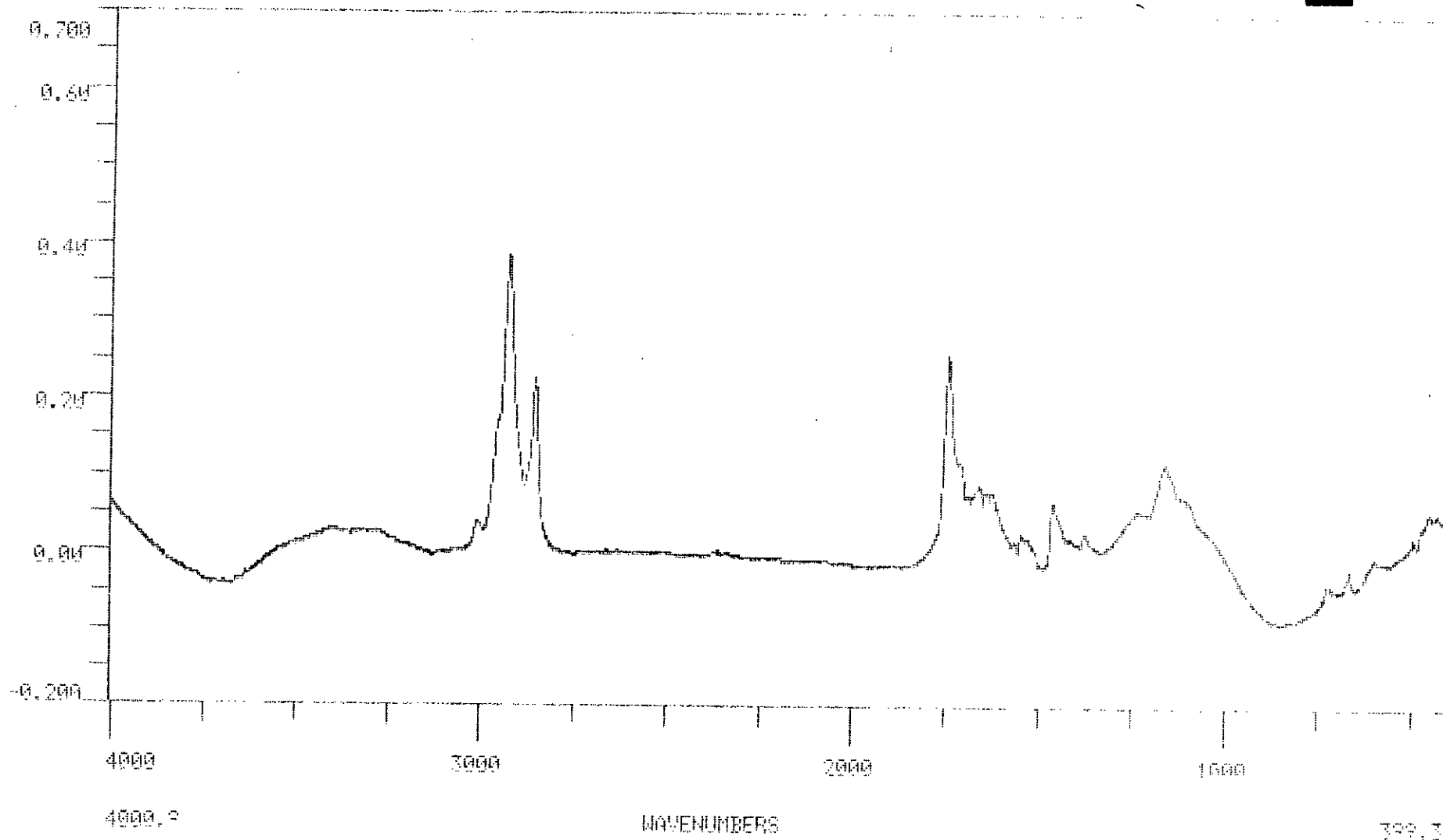
Name : **bio_9.brute (1996)** Time : 14:59:17 Date : 19:07:1999
 High : 4000.0 Res : 2.0 Scans : 10
 Low : 399.3 Apod : HORN Int : 0

HISTORY :
 SMD 21 FLA 4

TEXT :

SPECTRE II
SPECTRE IRTF DU *S.rimosus* BRUTE
(1996)

ABSORBANCE



Name : *Bo -1- Traitee (1994)*

Time : 14:44:44

Date : 18:07:1999

High : 4000.9

Res : 2.0

Scale : 10

Low : 399.3

Apod : NORMAL

Int : 0

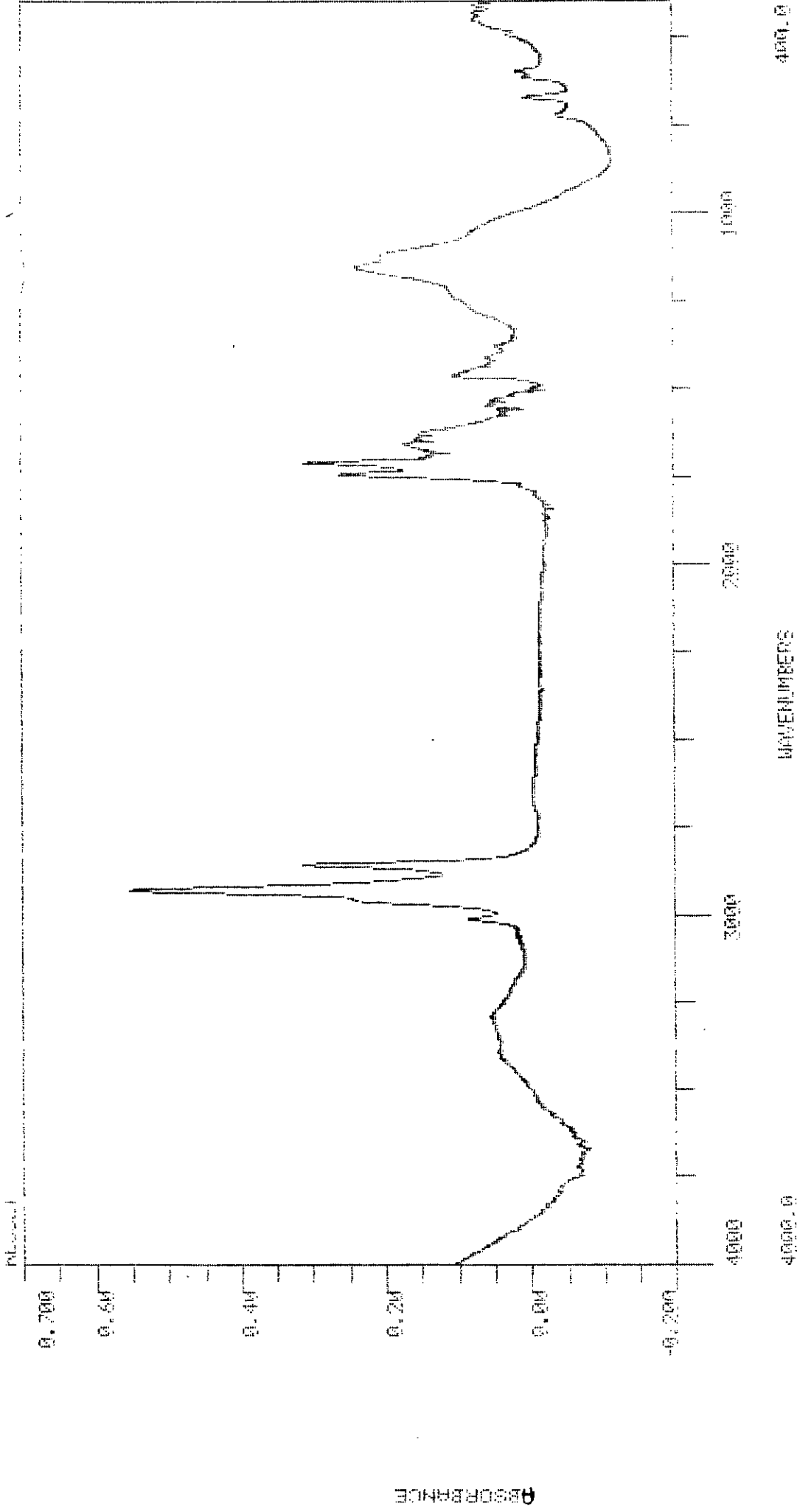
HISTORY : 1 2

SMO 21 FLA 4

TEXT :

PHILIPS ANALYTICAL
CURVAP FTIR SPECTROMETER

SPECTRE III
SPECTRE IRTF DU *S.rimosus* TRAITÉE PAR LE T.E.A
(1994)



Name : **bio-2 - traitée (1996)** Time : 14:36:29 Date : 13/07/1999
 High : 4000.0 Res : 2.0 Scans : 10
 Low : 399.3 Apod : HANNING Int : 0
 HISTORY : 1 5
 SMO 21 FLA 4

SPECTRE IV
SPECTRE IRTF DU *S.rimosus* TRAITEE PAR LE T.E.A
(1996)

Ce qu'on peut en tirer de ce tableau c'est que :

* Le traitement chimique par le tensioactif enzymatique anionique ne modifie pas la structure de la surface de notre biomasse, la différence de l'intensité est due probablement aux erreurs de manipulations.

* Le deuxième point est la composition des groupements fonctionnels est la même pour les 4 spectres (bio 1 «brute, traitée », bio 2 «brute, traitée »), qui sont donc : amine, acide carboxylique, aldéhyde ...

* Et le dernier point est que: comme on a choisi deux biomasses d'année différente, et qu'on a trouvé que la composition est la même, alors on peut dire que la composition chimique de la biomasse ne change pas avec les années.

En **conclusion**, la biomasse (*Streptomyces rimosus*) peut être conservée durant des années.

V. 2. BIOSORPTION :

V. 2. 1. Equilibre de biosorption de Zn^{++} sur biomasse traitée :

Dans cette partie, nous avons déterminé les capacités de biosorption des ions Zn^{++} par le biosorbant *S.rimosus* traitée par le T.E.A à 20 °C à partir de différentes concentrations initiales jusqu'à obtention de l'équilibre et dans les conditions opératoires suivantes :

$$\begin{aligned} C_{T.E.A} &= 1g/l \\ m_{bio}/V_{T.E.A} &= 10 g/l \\ w &= 250 trs/mn \\ [Zn^{++}] &= 20 \text{ à } 200 mg/l \\ T &= 20 \text{ } ^\circ C \end{aligned}$$

L'isotherme illustré par la figure n°14 représente, à l'équilibre une augmentation de la capacité de fixation de Zn^{++} aux faibles concentrations, suivie d'un palier de saturation quand la saturation à l'équilibre augmente.

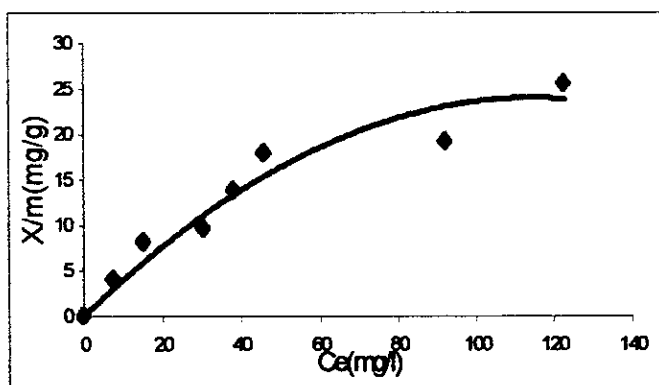


Figure n° 13 : Isotherme d'adsorption des ions Zn^{++} par *S.rimosus* traitée à 20°C.

Le type de cet isotherme est déterminé en traçant deux courbes (isotherme de Langmuir (équation (2)) et l'isotherme de Freundlich (équation (4))

Les résultats sont représentés par les figures 15 et 16.

Les capacités ultimes d'adsorption à 20 °C, déterminées grâce à la transformée linéaire de Langmuir (figure 15), ($R^2 = 0.889$) est de 35.971 mg/g et la constante de Langmuir est de : $b = 0.0161$ l/mg.

Le coefficient de corrélation obtenu lors de l'application du modèle de Freundlich

($R^2 = 0.944$) (figure 16) étant supérieur à celui de Langmuir ($R^2 = 0.889$), nous déduisons que le modèle de Freundlich est **plus représentatif** pour décrire cette adsorption.

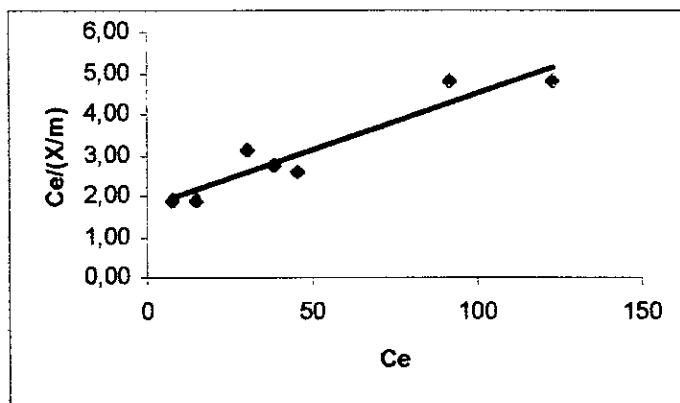


Figure n° 14 : Transformée linéaire de l'équation de Langmuir pour la biomasse traitée par T.E.A.

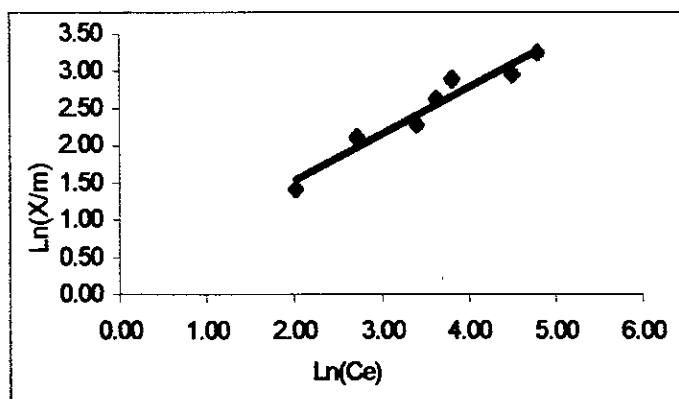


Figure n° 15 : Transformée linéaire de l'équation de Freundlich pour la biomasse traitée par T.E.A.

Pour CONCLURE cette partie, on dira que : l'isotherme trouvé dans cette partie suit le type de Freundlich avec :

$$n = 0.62$$

$$k = 1.3$$

V. 3. REGENERATION

Dans le but de régénérer la biomasse saturée en zinc, on désorbe cette dernière en utilisant la méthode chimique par élution ; et on fait entrer en jeu plusieurs paramètres à savoir : la concentration en acide chlorhydrique (HCl) ; le temps de désorption ; et enfin le volume de acide chlorhydrique (HCl).

V.3.1. MATERIELS ET METHODES :

Les essais de désorption (régénération) ont été réalisés après avoir effectué sur la biomasse traitée une adsorption statique en batch pendant 4h à raison de 3g/l de solution biomasse à concentration de 100 mg Zn⁺⁺/l.

Une fois le biosorbant saturé, il est lavé à l'eau déminéralisée plusieurs fois pour atteindre le pH initial qui est 6.5. et cette opération a nécessité un volume de 638 ml d'eau déminéralisée, ensuite un séchage de la biomasse est nécessaire dans l'étuve à 60°C pendant 24h, et on estime pour cette étape la perte de masse à 8.38 %.

La procédure de désorption des ions Zn⁺⁺ par élution consiste à mettre en agitation la solution désorbante qui est l'acide chlorhydrique (HCl) de concentration et volume connus avec la biomasse saturée de masse aussi connue pendant un temps t_d (le temps de désorption).

les conditions de régénération sont les mêmes que celles adoptées pour les essais d'adsorption (masse de biomasse saturée = 3g, $V_{HCL} = 1000ml$, $w = 250$ t/min., $t_c = 4h$.)

V. 3. 2 . LES PARAMETRES D'ETUDES :

VI.3.2.a .Le volume de l'acide chlorhydrique (HCl) :

Dans le but d'optimiser le volume de l'éluant, on prend différents volumes de l'acide chlorhydrique (HCl) (1000 ml, 750 ml, 500 ml), et on désorbe 3 g de biomasse saturée ; la capacité d'adsorption est de : 29.43 mg /g pour tous les essais effectués.

Pour le calcul de la capacité de désorption, on applique la relation suivante :

$$X_d = \frac{C_d \times V_{HCL}}{m_{Bio}} \quad (47)$$

X_d : la capacité de désorption en mg / g.

C_d : la concentration des ions désorbés dans la solution d'acide chlorhydrique (HCl) en (mg / l).

V_{HCL} : le volume d'acide chlorhydrique (HCl) utilisé en (ml).

m_{bio} : la masse de la biomasse adsorbée utilisée en mg .

la concentration d'acide chlorhydrique (HCl) utilisée est égale à 1N, pendant un temps de 1h ; d'après la littérature [26].

V 3.2.b. La concentration de l'acide chlorhydrique (HCl) :

Après avoir déterminé le volume optimal de l'acide chlorhydrique (HCl), on a fait varier cette fois-ci la concentration en prenant 0.5N et on désorbe 3g de biomasse adsorbée pendant 1h. on calcule la capacité de désorption et on la compare à la capacité d'adsorption qui est toujours de 29.43 mg /g.

V.3.2.c. Le temps de contact :

Une fois le volume et la concentration de l'acide chlorhydrique (HCl) optimisés, on fait varier le temps de régénération on prend un temps de : $t_d = \frac{1}{2} h$.

V.3.3. RESULTATS ET INTERPRETATIONS :

▪ Le volume de HCl :

Les résultats de cette expérience sont présentés sous forme de tableau en dessous :

Tableau n°12.

Les résultats d'Optimisation du volume d'acide chlorhydrique (HCl) : capacité de désorption en fonction du volume de HCl

pH_0	pH_r	V_{HCL} (ml)	C_d (mg/l)	X_d (mg/g)	Γ_r (%)
0.01	0.18	1000	0.26	0.086	0.2922
0.01	0.17	750	0.39	0.0975	0.3312
0.01	0.18	500	0.36	0.06	0.2038

D'après les résultats de ces essais, on pourrait dire que la concentration en Zn^{++} désorbée pour les différents volumes en acide chlorhydrique (HCl) est pratiquement la même. Seulement malgré qu'on prend 500 ml d'acide chlorhydrique (HCl), le taux de régénération n'atteint même pas 1%. on dira que pour une concentration en acide chlorhydrique (HCl) (1N), la diminution du volume en acide chlorhydrique (HCl) n'améliore pas le taux de régénération.

▪ **La concentration en acide chlorhydrique (HCl) :**

Les résultats de cette expérience sont présentés dans tableau n° :13

Tableau n°13 : les résultats d'optimisation de la concentration en acide chlorhydrique (HCl) : la capacité de désorption en fonction de la concentration en acide chlorhydrique (HCl).

pH_0	pH_f	V_{HCL} (ml)	C_{HCL}	C_d (mg/l)	X_d (mg/g)	Γ_r (%)
0.01	0.18	1000	0.5N	0.27	0.09	0.3058
0.01	0.18	1000	1N	0.26	0.086	0.2922

CONCLUSION

En ce qui concerne la régénération de la biomasse par l'acide chlorhydrique (HCl), nous proposons par la suite d'utiliser d'autre type de régénérants pour désorber les ions Zn^{++} du *Streptomyces rimosus* pendant 1h de contact [E.D.T.A (0.1N dissous dans 0.1N de NaOH), CH_3COOH (1.7mol/l), acide acétique (1.1mol/l)...etc.] [26].

Chapitre VI

Les essais de Filtration sous pression

VI.1. LE MONTAGE EXPERIMENTAL :

L'appareillage de filtration sous pression a été mis en œuvre au laboratoire biotechnologie du département génie de l'environnement, il est composé comme le montre la figure n° 13 par :

- ✓ Une cellule sous pression utilisée non seulement pour la détermination de la résistance spécifique mais également pour la détermination du coefficient de compressibilité des gâteaux de filtration ainsi que la siccité limite

- ✓ La cellule est une colonne en inox de diamètre intérieur \varnothing (35 mm) et de hauteur H (70 mm) ; au fond se trouve une toile métallique sur laquelle est posé un papier filtre de même diamètre que cette dernière . A la partie supérieure de la cellule est placée une toile métallique, qui sert à pousser la suspension vers la sortie lorsque on injecte de l'air sous pression

- ✓ Un manomètre est placé en haut de la cellule, il sert à lire la pression P_1 appliquée à la suspension à filtrer.

- ✓ Un compresseur à air est utilisé pour fixer la pression voulue P.

- ✓ Pour la récupération du filtrat, ce dernier est récupéré à l'aide d'une éprouvette graduée de 1 à 50 ml placée en dessous de la cellule, ce qui nous permet de lire le volume récupéré à différents temps de filtration .

- ✓ Le volume maximal que la cellule peut contenir est de 70 ml, et 50 ml est la valeur de notre suspension utilisée pour les essais de la filtration.

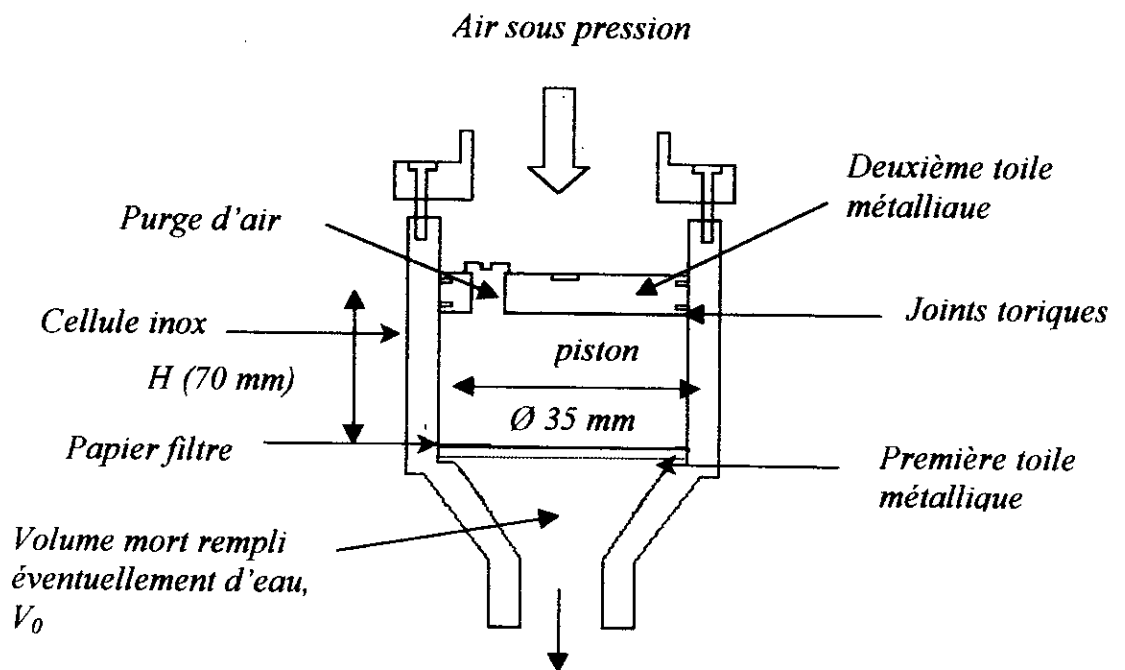


Figure n°17 : cellule de test de filtrabilité sous pression

Mode opératoire :

- ❖ Equiper la cellule de mesure en plaçant successivement sur le fond perforé le disque de toile métallique puis le papier filtre.
- ❖ Humidifier le papier filtre et appliquer une légère pression pour assurer l'étanchéité du fond de la cellule et éliminer l'excès d'eau retenue par le filtre.
- ❖ Ajuster l'éprouvette sous la partie « avale » de la cellule .
- ❖ Verser l'échantillon (50ml) de boue à l'intérieur la cellule .

Le volume 50ml à été fixé comme suit :

On fait adsorber notre biomasse 3g dans un litre de solution métallifère dans des conditions déjà citées (chapitre V.2.1), ensuite on laisse la solution décanter dans un cône pendant 30 mn, et on aspire au moyen d'un tuyau jusqu'à laisser un volume de 50ml dans le cône. A la fin le volume recueilli contient 3g de biomasse.

- ❖ Etablir le vide et rechercher rapidement la pression voulue , soit 0.5 bar ou (1, 1.5, 2, ...) réglée par un manomètre placé en haut de la cellule et qui est relié au compresseur ,laisser s'écouler le préfiltrat et noter son volume V_0 (il représente 10 à 20%de volume de la suspension à filtrer). Veiller à ce que la pression reste constante tout le long de l'essai.

- ❖ Dès que la pression est stable , mettre en marche le chronomètre et noter le

volume du filtrat V (ml) recueilli à différents temps t de filtration 15 , 20 , 30 , 60 sec., en fonction de la vitesse d'écoulement du filtrat.

- ❖ L'essai est conduit jusqu'à essorage du gâteau .

VI 2 LES PARAMETRES D'ETUDES :**VI 2 1 LA RESISTANCE SPECIFIQUE A LA FILTRATION :**

La mesure de la résistance spécifique r de notre gâteau a été effectuée sous différentes pressions : 0.5 – 1 – 1.5 – 2 bar. pour une teneur en boue de 60g/l .

Les volumes de filtrats V_0, V_1, V_2, \dots correspondant aux temps t_0, t_1, t_2, \dots sont relevés, ces volumes sont recueillis à la sortie de la cellule.

On porte sur un graphique les points ayant pour abscisse V et pour ordonnée : t/V .

Ces points sont en principe alignés (sauf au début de la filtration et pendant l'essorage), la pente de la partie linéaire de la courbe obtenue permet de calculer la résistance r

La résistance spécifique est calculée à l'aide de l'équation (32) à partir des données suivantes :

A : surface du papier filtre en (m^2)

ΔP : variation de la pression utilisée qui est égale à $P_1 - P_0$ en Pascal (P_1 : pression appliquée en Pa, et P_0 : pression du liquide à la sortie)

η : la viscosité en Pa. S (à 20 °C elle est estimée à $1.1. 10^3$ Pa. s)

r : la résistance spécifique à la filtration en (m/kg).

W : masse du résidu sec à 105°C par unité de volume du filtrat final(kg/m³).

Ces expériences ont été faites pour plusieurs valeurs de pressions et pour différentes teneurs en boues (dans le but de leur optimisation) en (kg . m⁻¹).

Les résultats de ces expériences sont donnés dans le tableau n° 15 et graphes 18,19,20,21.

VI.2.2. DETERMINATION DE LA SICCITE LIMITE NOTEE S_l :

Pour la mesure de la siccité limite, la suspension est placée dans la cellule sous pression P_1 jusqu'à absence totale d'écoulement du filtra.

La siccité limite est la siccité atteinte par la suspension ayant été filtrée, sous une pression P donnée pendant un temps t

On détermine la siccité du gâteau à différentes pressions utilisées en le mettant dans le four pour séchage à 105 °C, ensuite on le retire et on le met dans un dessiccateur afin qu'il absorbe toute l'humidité pendant ¼h. Après cela on le pèse, on note la valeur, puis on le remet dans le four toujours à la même température pendant ¼h, cette fois ci on suit toujours les mêmes étapes jusqu'à poids constant au quatrième chiffre, la siccité limite est calculée par l'équation (42) :

$$S_l = \frac{m_s}{m_0} \times 100 \quad (42)$$

m_0 : masse initiale de la biomasse en (g)

m_s : la masse du gâteau après séchage à 105°C pendant deux heures en (g).

Les résultats trouvés sont résumés dans le tableau n°16.

VI.2.3 . LA TENEUR EN BOUES :

Dans le but de déterminer la teneur en boue optimale notée par α différentes concentrations sont testées 10g/l, 20g/l, 60g/l, 80g/l, 100g/l, 160g/l, 200g/l, ces essais de filtrations sont effectués pour chaque teneur en boue à différentes pressions : 0.5bar, 1bar, 1.5bar, 2bar.

On trace la courbe de la résistance (r) en fonction de la teneur en boue(α) pour chaque pression appliquée.

Les courbes sont représentées par les figures n°23,24,25,26.Elles nous permet de déterminer l'intervalle optimal de la teneur en boues.

VI.2.4.DETERMINATION DU COEFFICIENT DE COMPRESSIBILITE S:

La détermination du coefficient S revient à tracer la courbe de $\ln r$ en fonction de $\ln P$ dans l'intervalle optimal de la teneur en boue pour la filtration, Les courbes ainsi obtenues sont des droites de pente égale à S. Les résultats calculés sont résumés dans le tableau n° 17, et les courbes sont présentées par les figures n° 27,28,29. A partir de ce paramètre on peut déterminer la valeur optimale de la teneur en boue.

Le coefficient de compressibilité S caractérise le degré de compressibilité de gâteau : Il varie de la façon suivante :

si	$S < 0$	le gâteau est incompressible
si	$S \uparrow$ ou $S \gg 1$	le gâteau est compressible

VI.2.5. DETERMINATION DE LA PRESSION DE FILTRATION :

La pression appliquée dans l'étude de la filtration est notée par P_f .

Pour la déterminer, on devait en quelque sorte faire une synthèse des deux paramètres déjà optimiser (R.S.F, α).

La détermination de P_f sera donnée ultérieurement.

VI.2.6. DETERMINATION DU COEFFICIENT DE TASSEMENT β :

Pour différentes valeurs de pression appliquée, on note le volume du filtrat en fonction du temps le tracé $\ln t$ en fonction de $\ln V$ représente des droites de pentes $(\beta-2)$ voir l'équation (46)

Les calculs de β sont donnés dans le tableau n°18 et les courbes sont représentées par les figures n° 30,31,32,33, à différentes teneurs en boues

> La relation entre β et la R.S.F

Sachant que R.S.F et β nous renseignent sur la tendance à la compressibilité du gâteau, dans ce cas si on porte β en fonction de R.S.F on doit obtenir une courbe d'où les points seront liés par une relation proportionnelle (voir figure n°35).

Le coefficient β varie de manière suivante :

$\beta > 0 \Rightarrow r \uparrow$ les conditions du tassement des particules.

$\beta < 0 \Rightarrow r \downarrow$ ce résultat se produit avec les gâteaux compressibles.

$\beta = 1 \Rightarrow r \downarrow$ au voisinage de zéro.

β indique la porosité du gâteau donc si $\beta \uparrow \Rightarrow$ la porosité \downarrow

VI.2.7. LE TEMPS DE FILTRATION :

Le temps de filtration est noté ζ_f et c'est le temps au bout duquel on obtient un volume de filtration à la sortie de la cellule constant. On le détermine expérimentalement à partir des graphes V en fonction de t.

On porte en abscisse le temps et en ordonnée le volume du filtrat recueilli; il ya tout d'abord le temps d'attente, puis la filtration proprement dite qui est représentée par un arc de parabole;

On a représenté le résultat par un graphe à $P = 0.5$ bar et $\alpha = 60\text{g/l}$ (figure n° 34).

VI.3. RESULTATS ET INTERPRETATIONS:

❖ la résistance spécifique à la filtration :

Les courbes donnant t/v en fonction de v sont représentées par les figures n° 18,19,20,21.

D'après le tracé de ces figures , on a obtenu effectivement des droites croissantes qui ne passent pas par l'origine, elles ont toutes la même allure pour les différentes pressions qu'on a utilisé; et aussi pour les différentes concentrations en boues . Donc nos résultats sont bien en concordance avec le tracé théorique. On a représenté quatres figures de t/v en fonction de v à différentes pression pour une teneur en boue fixée de 60 g/l pour d'autres valeurs de la teneurs en boues, les figures sont données en annexes (36,37,38,39).

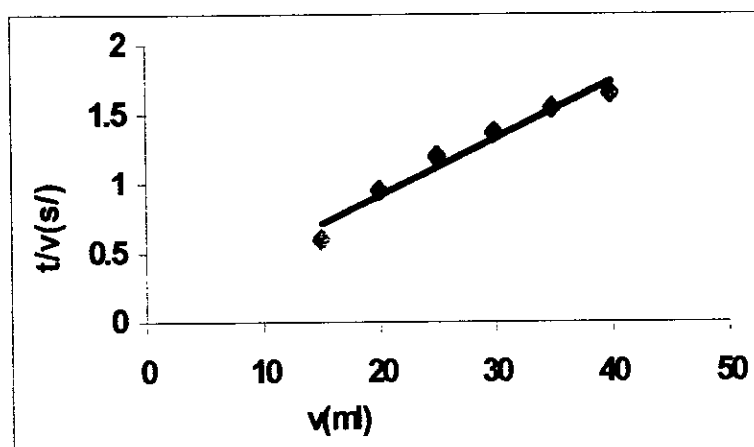


Figure n°18 , Evolution de t/v en fonction de v à pression 0.5 bar et à une teneur en boue de 60g/l

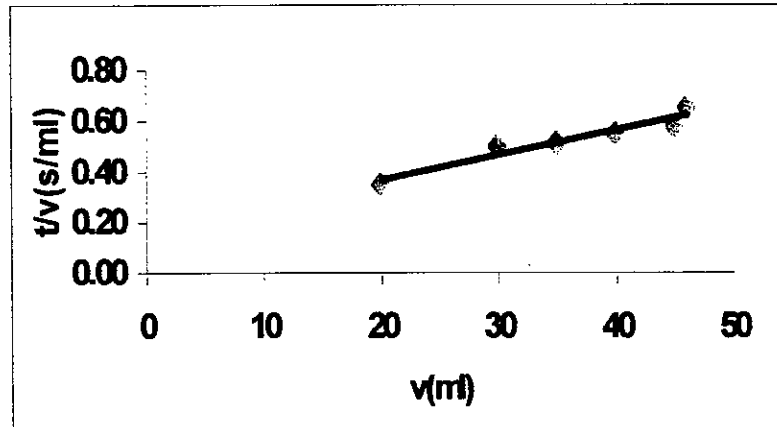


Figure n°19 : Evolution de t/v en fonction de v à pression 1 bar et à une teneur en boue de 60g/l

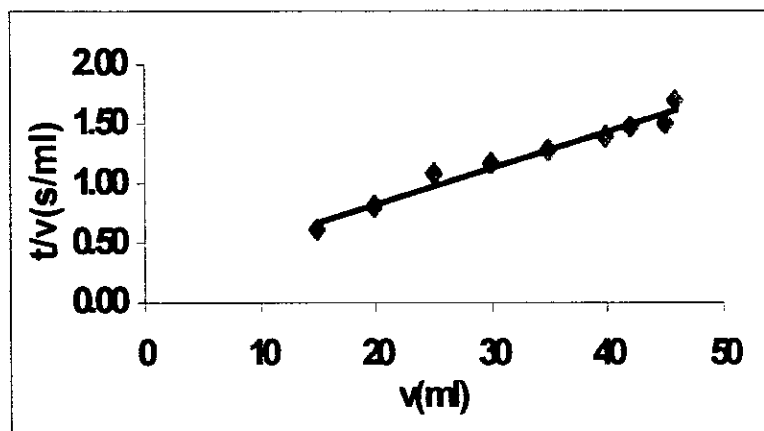


Figure n°20 : Evolution de t/v en fonction de v à pression 1.5 bar et à une teneur en boue de 60g/l

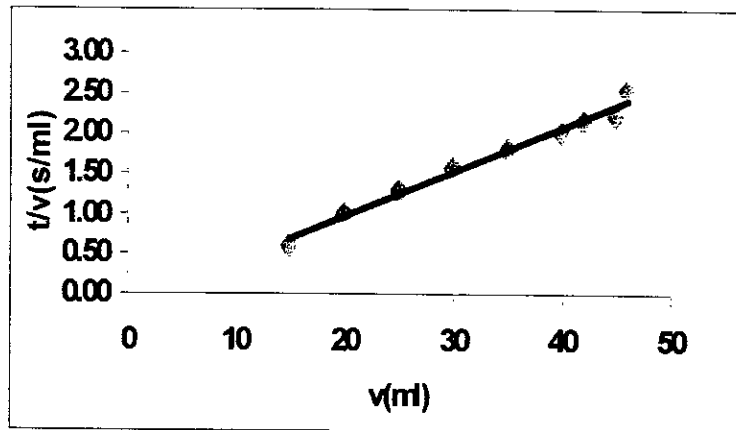


Figure n°21 : Evolution de t/v en fonction de v à pression 2 bar et à une teneur en boue de 60g/l

Le tableau 15 présente les valeurs de la R.S.F calculées à différentes pressions et à différentes teneurs en boues

Tableau n°15 : Les valeurs de la R.S.F calculées à différentes pressions et à différentes teneurs en boue.

α (g/l)	R.S.F .10 ¹² (m/kg)			
	0.5 bar	1bar	1.5bar	2bar
10	0.428	1.568	2.48	2.036
20	0.057	1.070	0.456	27.716
60	0.055	0.0274	0.1491	0.2989
80	0.049	0.078	1.382	0.184
100	0.052	0.0489	0.1034	0.102
160	0.072	0.0346	1.737	0.771
200	0.081	0.059	3.525	0.0418

De ce tableau on constate que :

Pour une teneur en boue fixée (60g/l), la résistance (r) augmente avec la pression de filtration, (figure 22), on conclut de cet essai que la résistance spécifique minimale est obtenue pour une faible pression qui est 0.5 bar, cette constatation est vérifiée pour d'autres teneurs en boues (les figures représentatives sont données en annexe 44).

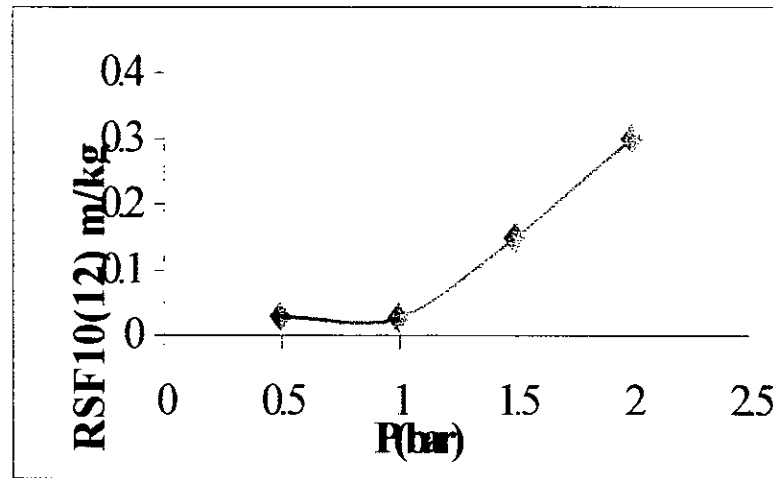


Figure n22 : Evolution de la R.S.F en fonction de la pression appliquée à une teneur en boue de 60 g/l

En conclusion :

Les valeurs minimales de la résistance spécifique à la filtration sont celles effectuées à pression de 0.5 bar, cette valeur est bien en accord avec la littérature.

Plus la valeur de la R.S.F est minimale plus le débit de filtration est meilleur. Ainsi de grandes valeurs de pressions ne sont pas intéressantes pour la récupération du filtrat ainsi que le gâteau dans le procédé de couplage biosorption - filtration sous pression.

Parmi les valeurs de R.S.F obtenues dans l'essai de 0.5 bar c'est la résistance spécifique de $0.05 \cdot 10^{12}$ m/kg qui sera prise pour effectuer l'optimisation des autres paramètres.

❖ La siccité limite :

La siccité limite est calculée pour différentes valeurs de pressions et de concentrations en boues. Pour différentes pressions, la siccité limite est différente. Donc il est possible de faire varier la pression à appliquer lors de la filtration afin d'obtenir une siccité acceptable et désirée, d'une certaine boue.

Le tableau n° 16 donne les valeurs calculées de la siccité à différentes pressions et à différentes teneurs en boues.

Tableau n°16 : Les valeurs expérimentales de la siccité :

α (g/l)	Si à P(0.5bar) %	Si à P(1 bar) %	Si à P(1.5 bar) %	Si à P(2 bar) %
10	85.58	66.80	77.2	24.72
20	79.56	89.07	72.84	89.79
60	91.05	88.55	76.44	90.24
80	86.65	87.56	76.12	81.98
100	95.43	87.05	76.62	87.62
160	98.75	82.67	88.54	76.55
200	90.54	88.85	85.41	95.41

On constate que la siccité moyenne est de 83.07 % pour une pression de filtration de 0.5 bar, ce qui signifie que le pourcentage minimal d'humidité de notre boue est de 16.92 % ce résultat conclut que le procédé que nous avons mis en œuvre, permet de récupérer une biomasse sèche, avec une teneur optimale d'humidité de 16.92 %.

Ce résultat est prometteur pour l'application à l'échelle pilote car l'opération de séchage après filtration ne sera pas nécessaire, donc le prix de revient du procédé est minimisé.

❖ Teneur en boue : (α)

Pour une pression de filtration fixée, la R.S.F diminue en fonction de la teneur en boue jusqu'à atteindre un palier à partir d'une certaine valeur de α cette variation est démontrée sur les figures 23, 24, 25 et 26.

la figure 23 représente l'évolution de la R.S.F en fonction de α à pression de 0.5 bar. C'est une courbe décroissante avec formation d'un palier. Dans l'intervalle de 10g/l ÷ 50g/l, la R.S.F diminue au fur et à mesure que la concentration en boue augmente. Pour les concentrations comprises entre 60g/l et 100g/l, la valeur de la R.S.F reste constante où elle atteint sa valeur minimale qui est de $0.05 \cdot 10^{12}$ m/kg.

A partir de 100g/l, on a une légère hausse de la valeur de la R.S.F.

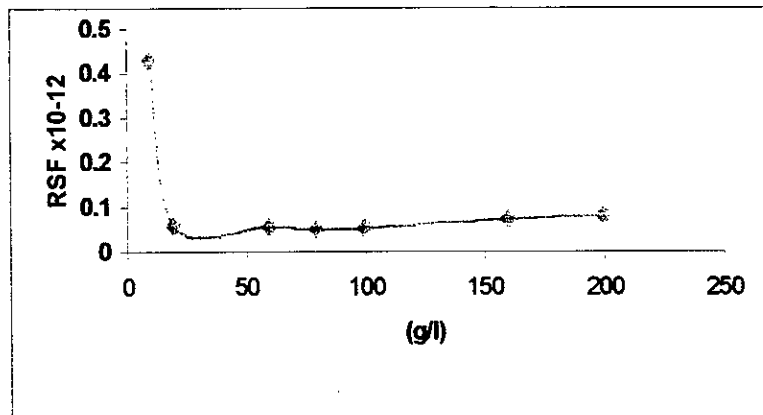


Figure n°23 : Evolution de la R.S.F à 0.5 bar en fonction de la teneur en boue

La figure 24 montre toujours l'évolution de la R.S.F en fonction de α à pression de 1 bar. cette courbe a presque la même allure que la précédente.

Pour une teneur en boue qui varie entre 3g/l et 160g/l à pression de 1 bar, la R.S.F diminue jusqu'à atteindre une valeur minimale qui est de $0.078 \cdot 10^{12} \text{ m/kg}$, suivie d'une augmentation légère à partir de la concentration de 200 g/l .

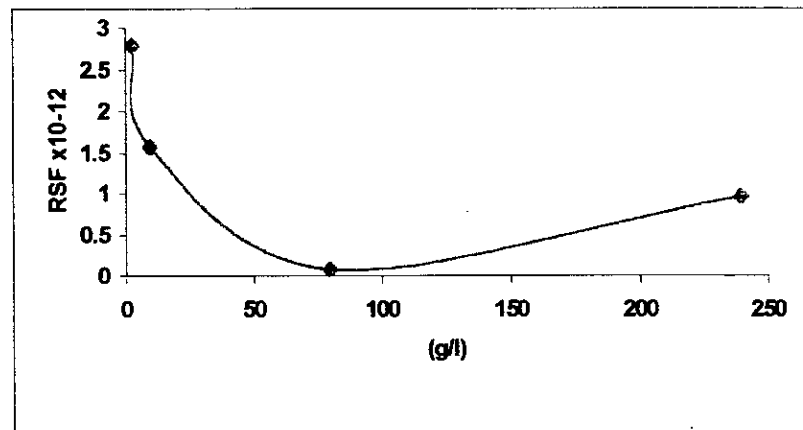


Figure n°24 : Evolution de la R.S.F à 1 bar en fonction de la teneur en boue

La courbe de R.S.F en fonction de α à pression de 1.5 bar qui est représentée par la figure n° 25 a pratiquement la même allure que les deux autres, la valeur minimale de sa résistance est de $0.149.10^{12}$ m/kg pour une concentration de 60g/l.

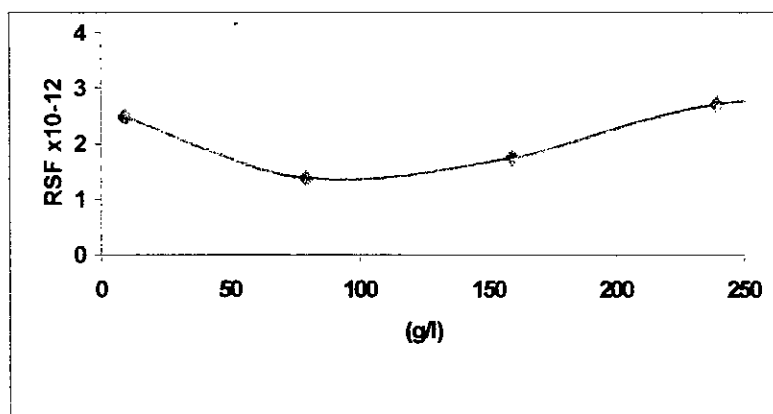


Figure n°25 : Evolution de la R.S.F à 1.5 bar en fonction de la teneur en boue

Et enfin, la figure n°26 qui donne la valeur de la R.S.F. en fonction de α à pression de 2 bar présente une diminution rapide de la valeur de la R.S.F. jusqu'à atteindre une valeur minimale de $0.184.10^{12}$ m/kg à une teneur de 80 g/l suivie d'une légère augmentation à partir de la concentration de 160 g/l.

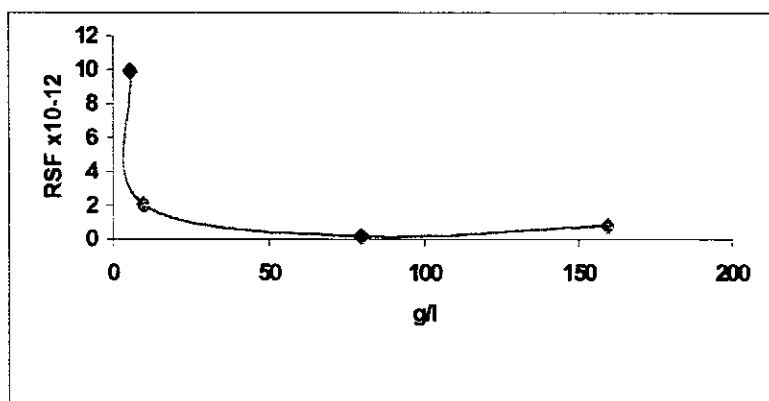


Figure n°26 : Evolution de la R.S.F à 2 bar en fonction de la teneur en boue

En conclusion :

Un accroissement de la concentration en boue diminue la résistance spécifique à la filtration

La teneur en boue avec laquelle on doit effectuer notre filtration doit correspondre à la R.S.F la plus petite – déjà trouvée à pression 0.5 bar– Donc en tenant compte des résultats expérimentaux obtenus, on pourra dire que la concentration optimale en boue doit être comprise dans l'intervalle :
60g/l ÷ 100g/l.

Seulement, il ne faut pas oublier que l'un des objectifs de cette étude consiste à un couplage biosorption - filtration sous pression; et comme les conditions de la biosorption ont été déjà fixées dans les travaux antérieurs . Il est donc nécessaire de les respecter.

Ce qui revient à dire qu'on doit respecter le rapport de la biosorption qui est de 3g de biomasse dans 1l de la solution métallifère. Pour ce faire une étude de décantation a été réalisée :

On fait adsorber 3g de biomasse traitée dans 1l de la solution métallifère de 100mg de Zn^{++} /l dans des conditions déjà optimisées ($w = 250$ tr/min. , $m = 3g$, $V = 1l$, $t = 4h$, $T^{\circ} = 20^{\circ}C$, $C_0 = 100$ mg /l), on met la solution dans un cône à décanter pendant 1/2h qui correspond au temps de décantation , optimiser

On prélève ensuite le filtrat à l'aide d'un tuyau jusqu'à ce qu'on lit sur le cône un volume de 50ml qui est équivalent au volume de la cellule de filtration(volume fixé), et si on fait une petite conversion on trouvera :

3g de biomasse(saturée) → 50 ml de la suspension → 60g de boue
→ 1l de la solution métallifère, qui est le rapport de la filtration.

Ce rapport vérifie l'intervalle optimal de la concentration en boue, il est préférable de prendre la concentration optimale $\alpha = 60g/l$.

❖ coefficient de compressibilité S.

Le coefficient de compressibilité est calculé pour les différentes concentrations en boue(60g/l ÷ 100g/l), et à une pression de 0.5 bar, les résultats de calculs sont présentés dans le tableau n° 17 et la représentation de $\ln r$ en fonction de $\ln P$ à différentes teneurs en boues α sont données dans les figures n° 27,28,29

Tableau n° 17 : Les valeurs de S en fonction de α

α (g/l)	S
60	1.9552
80	1.4624
100	1.1038

Nous avons obtenu après calcul, des valeurs de coefficient de compressibilité positives ($S > 0$), sous une pression de 0.5 bar;

Notre cellule a permis d'obtenir un gâteau compressible. Plus le coefficient S est grand plus nos conditions de travail sont meilleures.

La valeur de S la plus élevée est bien obtenue pour la teneur en boue optimale, ce résultat est très intéressant, car il affirme les résultats déjà obtenus et démontre l'intérêt de ce procédé au traitement des eaux polluées par la biomasse.

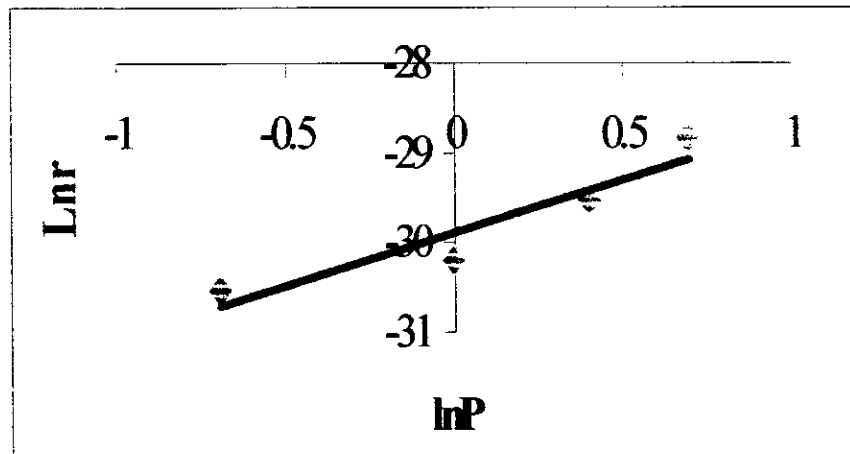


Figure n27 : Détermination de S pour une teneur en boue de 60 g/l

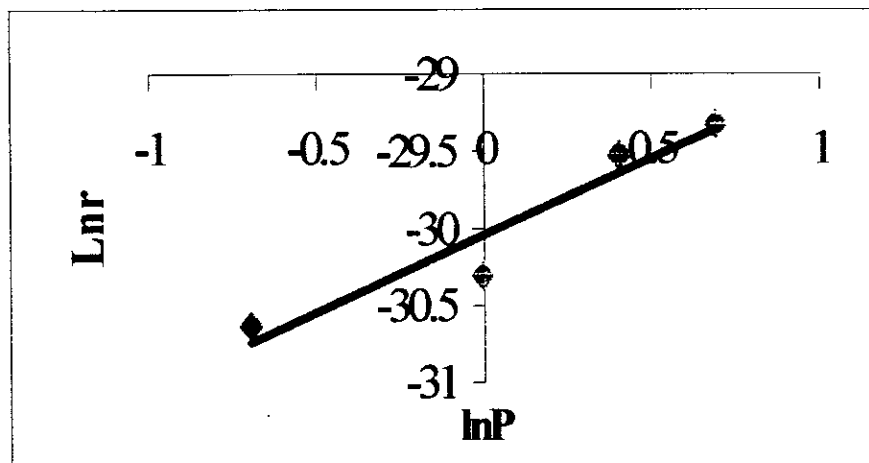


Figure n28: Détermination de S pour une teneur en boue de 80 g/l

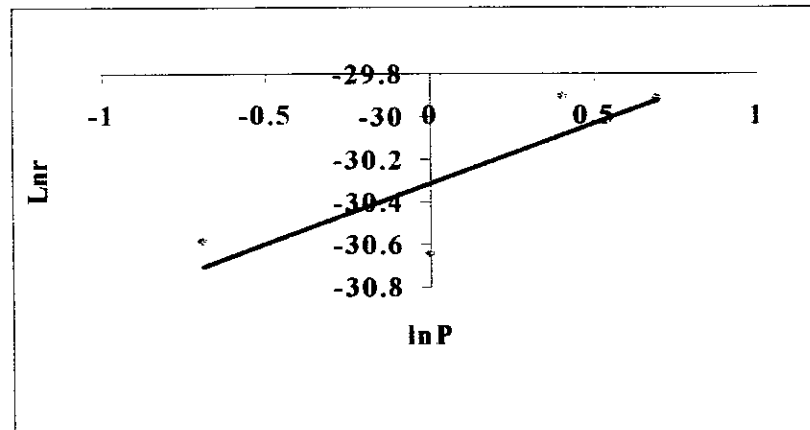


Figure n29 : Détermination de S pour une teneur en boue de 100 g/l

❖ détermination du coefficient de tassement β :

En se basant sur les graphes donnant $\ln(t)$ en fonction de $\ln(V)$ à des pressions différentes, et à différentes concentrations, nous avons calculé expérimentalement les valeurs de β selon l'équation (46) les résultats sont résumés dans le tableau n° 18 :

Tableau n° 18 : les valeurs de β calculées à différentes pressions et à différentes teneurs en boues.

α (g/l)	β			
	0.5 bar	1bar	1.5bar	2bar
10	-0.335	-1.622	-0.6063	-1.3950
20	-0.4458	+0.264	-0.1622	-0.3186
60	-0.0446	-0.1622	-1.6050	-0.1625
80	-0.0638	-0.3438	+0.7034	-1.3420
100	-0.0071	-0.1232	-1.5330	+0.4950
160	+0.4343	-0.325	-1.533	-1.4950
200	+0.1912	-0.6063	-1.5050	+0.2075

Le tableau n° 18, montre que le coefficient β peut effectivement prendre des valeurs positives ainsi que des valeurs négatives. Les valeurs positives trouvées indiquent que le phénomène de tassement a eu lieu, ce qui engendre une augmentation de la résistance r , les valeurs négatives de β , démontrent que la filtration est facile et les valeurs de la résistance r sont minimales, les particules n'ont pas tendance à se tasser, la résistance spécifique est faible

Les figures n°30, 31, 32, 33 mettent en évidence la relation ou l'influence du coefficient de tassement sur les valeurs de la résistance (r).

Effectivement, la figure n°30 qui représente l'influence de β sur la résistance à pression 0.5 bar montre que lorsque β prend des valeurs positives la résistance augmente ce qui influe négativement sur la filtrabilité de notre boue, et la valeur minimale de la résistance correspond à la valeur maximale en signe négative, de β .

Pour les autres valeurs de pression, nous avons représenté le coefficient β en fonction de la R.S.F (voir figure n° 30,31,32,et 33).

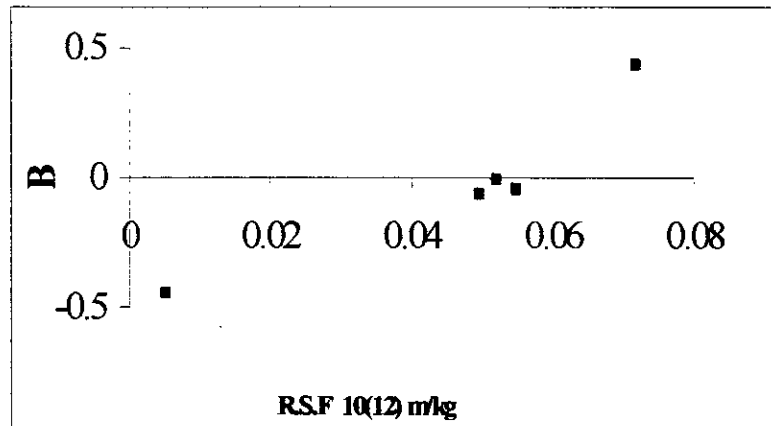


Figure n° 30 : Evolution de β en fonction de la R.S.F à $P = 0.5$ bar

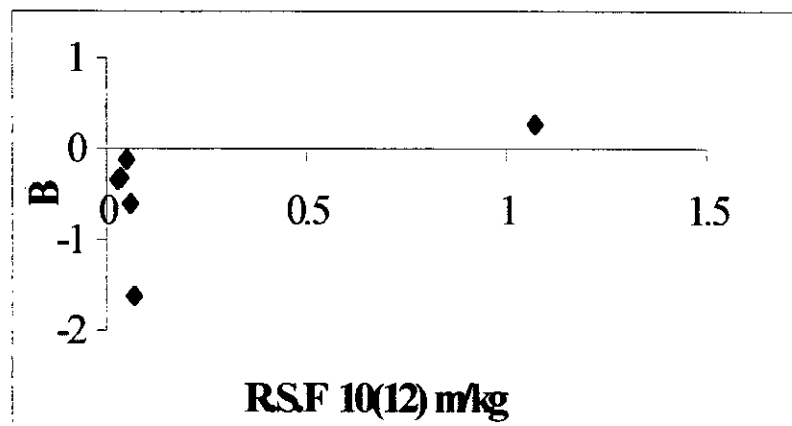


Figure n° 31 : Evolution de β en fonction de la R.S.F à $P = 1$ bar

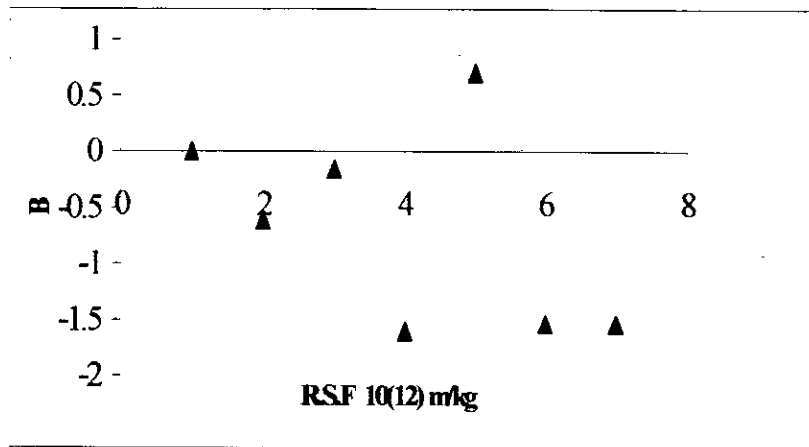


Figure n° 32 : Evolution de β en fonction de la R.S.F à $P = 1.5 \text{ bar}$

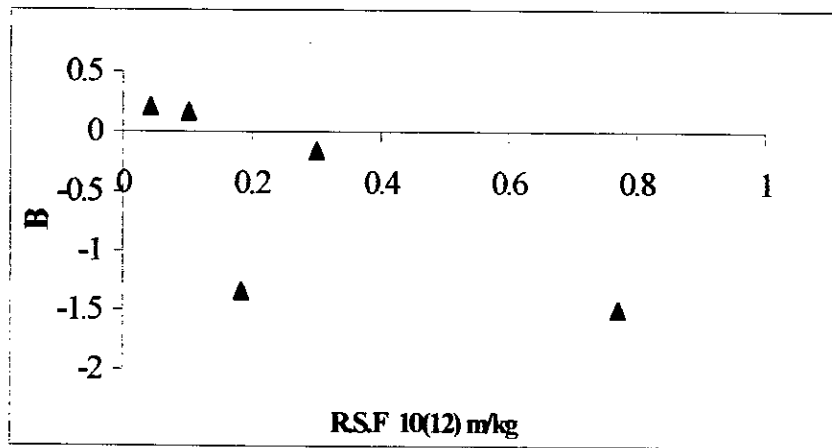


Figure n° 33 : Evolution de β en fonction de la R.S.F à $P = 2 \text{ bar}$

❖ **le temps de la filtration :**

le graphe donnant le volume du filtrat en fonction du temps de $v = f(t)$ à pression 0.5 bar et à une teneur en boue de 60 g/l est une parabole avec formation d'un palier qui représente la valeur constante du volume de filtrat,

On remarque que au bout de 90s on atteint le volume maximal de la filtration qui est donc 45ml (volume initial est de 50 ml).

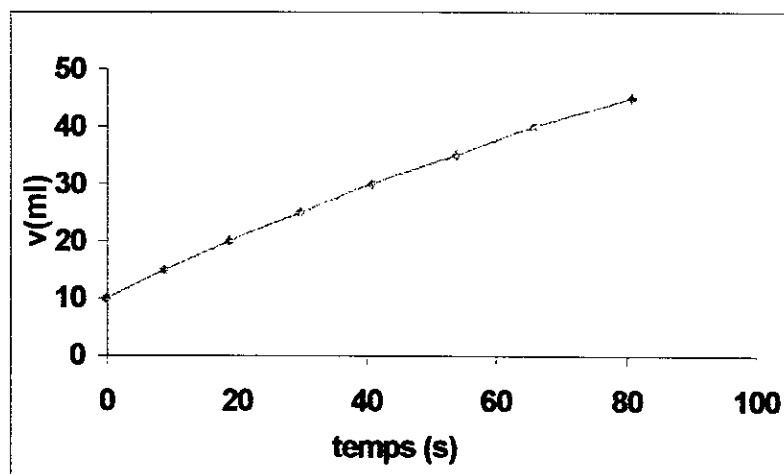


Figure n° 34 : Détermination du temps optimal de la filtration

CONCLUSION SUR LA PARTIE DE FILTRATION

D'après les résultats obtenus qui sont : résistance spécifique (r) = $0.055 \cdot 10^{12}$ m/kg, pression : $P = 0.5$ bar, teneur en boue : $\alpha = 60$ g/l, coefficient de tassement : $\beta = -0.0446$, le coefficient de compressibilité : $S = 1.9552$, et enfin le temps de filtration : $\zeta_f = 90$ s, on se permet de dire que notre biomasse a le comportement d'une boue, et par conséquent, peut être utilisée comme support de filtration. Donc on peut comparer notre boue avec les autres types de boues comme le montre le tableau n° 19.

Tableau n° 19 : propriétés de quelques boues : [38]

TYPE DE BOUE	r , m/kg	β	S
Chaux (300%)	$4.87 \cdot 10^{10}$	-0.67	0.35
Alumine	$8.48 \cdot 10^{12}$	0.25	-
Mélange de chaux et d'alumine 50ml de chaux /100ml d'alumine	$2.04 \cdot 10^{14}$	-0.8	-
Polymère	-		1.5
Mycelium	$0.055 \cdot 10^{12}$	-0.0445	1.7

Chapitre VII

*Les essais de
Couplage
Biosorption –
Filtration sous
pression*

Après avoir effectué les deux tests séparément (biosorption en batch, et filtration sous pression); on passe maintenant au couplage des deux essais, c'est – à – dire on adsorbe et on filtre directement le mélange.

VII. 1. ESSAI DE BIOSORPTION :

On fait adsorber 3g de biomasse traitée dans 1l de solution métallique de 100 mg de Zn^{++} /l pendant différent temps, (½h, 1h, 2h, 4h)

VII. 2 .ESSAI DE DECANTATION :

Prendre notre solution et la mettre dans un cône de 1 l pendant 30 min. qui est le temps de décantation, on prélève ensuite le filtrat jusqu'à atteindre un volume de 50 ml équivalent à 60 g / l, le rapport de la filtration ou la concentration de notre boue pour une R.S.F minimale de $0.05 \cdot 10^{+12}$ m / kg

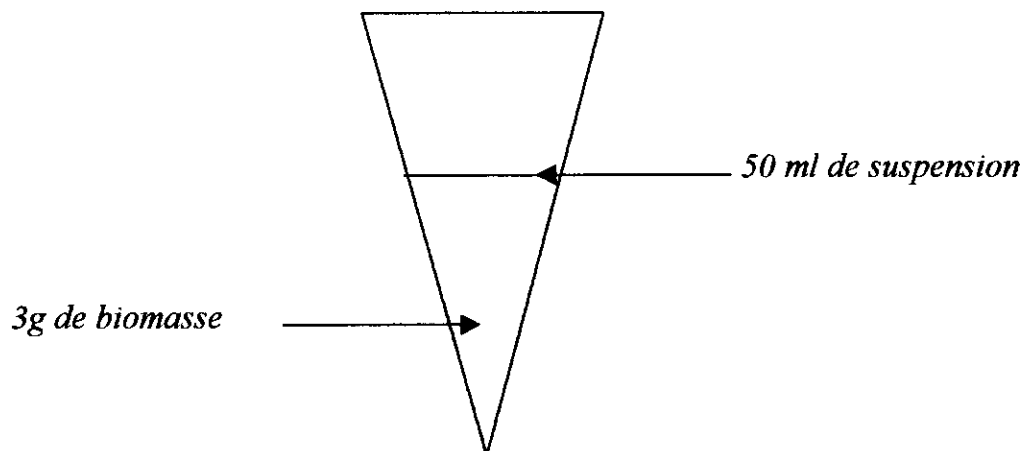


Figure n°35 : Essai de décantation

VII. 3. ESSAI DE FILTRATION :

On verse le mélange de 50 ml dans la cellule et on filtre à pression constante de 0.5 bar.

Les échantillons ainsi récupérés seront analysés par la méthode potentiométrique.

VII. 4 .L'ANLYSE POTENTIOMETRIQUE :

Au moyen d'un appareil de mesure de la concentration du Zinc dans la solution filtrée on peut déterminer la concentration des solutions filtrées dans la cellule de filtration.

VII. 5. LES RESULTATS EXPERIMENTAUX :

Le couplage biosorption / filtration sous pression a été effectué dans les conditions de filtration suivantes : $P_1 = 0.5$ bar; $\alpha = 60$ g/l.

Les résultats des essais du couplage biosorption – filtration sous pression sont résumés dans le tableau n° 20:

Tableau n° 20 : L'influence de temps de contact sur la capacité d'adsorption lors de la filtration sous pression

Le temps de contact	C_e (mg/l)	X/m (mg/g)
½h	3.25	32.25
1h	3.05	32.31
2h	3.47	32.17
4h	2.92	32.36

On remarque que la cinétique d'adsorption est très rapide donc on dira que c'est une adsorption physique .

Pratiquement pour les quatres essais on obtient la même capacité de fixation des ions Zn^{++} elle est en moyenne de 32.27 mg/g.

Sachant que la capacité d'adsorption des ions Zn^{++} en mode de batch est de 29.43 mg/g [cet essai d'adsorption a été réalisé dans les mêmes conditions que ceux effectués dans les travaux antérieurs] on la comparant à la valeur 32.27 mg/g; on dira qu'il y'a eu une très nette amélioration de la capacité d'adsorption au cours du couplage biosorption / filtration sous pression, le temps d'adsorption n'influe pas dans la capacité d'adsorption de notre biomasse récupérée après filtration, le temps ½h est suffisant pour l'adsorption.

*Travaux
Pratiques*

BUT

Mesurer la résistance spécifique à la filtration (r), le coefficient de compressibilité (S) et la siccité limite (S_i) d'une suspension solide – liquide à l'aide d'une cellule de filtration sous pression.

I. PARTIE THEORIQUE

La filtration est un procédé physique destiné à clarifier un liquide qui contient des matières en suspension. Le liquide (fluide) circule à travers un corps perméable dont la grandeur des pores est inférieure à celle des particules du corps solide qui sont ainsi retenues.

La séparation de deux phases solide et liquide, consistant à passer d'un état désordonné à un autre qui l'est moins, peut être réalisée par un apport d'une énergie fournie sous forme de pression. Le procédé est appelé : filtration sous pression.

Son principe est de faire passer le fluide à travers la masse filtrante par application d'une pression à la suspension à filtrer.

La filtration sous pression est caractérisée par une surface filtrante. C'est une surface apparente du corps perméable à travers laquelle s'écoule le fluide. Les particules solides qui sont retenues sur la surface filtrante formant sur celle-ci un dépôt désigné sous le nom de gâteau.

La filtration sous pression est la seule opération permettant d'obtenir des concentrations finales en suspension dépassant 30 % d'humidité (à l'échelle industriel).

EQUATION DIFFERENTIELLE DE BASE

Les lois de la filtration sur support sont obtenues à partir de l'équation de DARCY que l'on applique à une couche élémentaire de gâteau d'épaisseur dZ (voir figure 1).

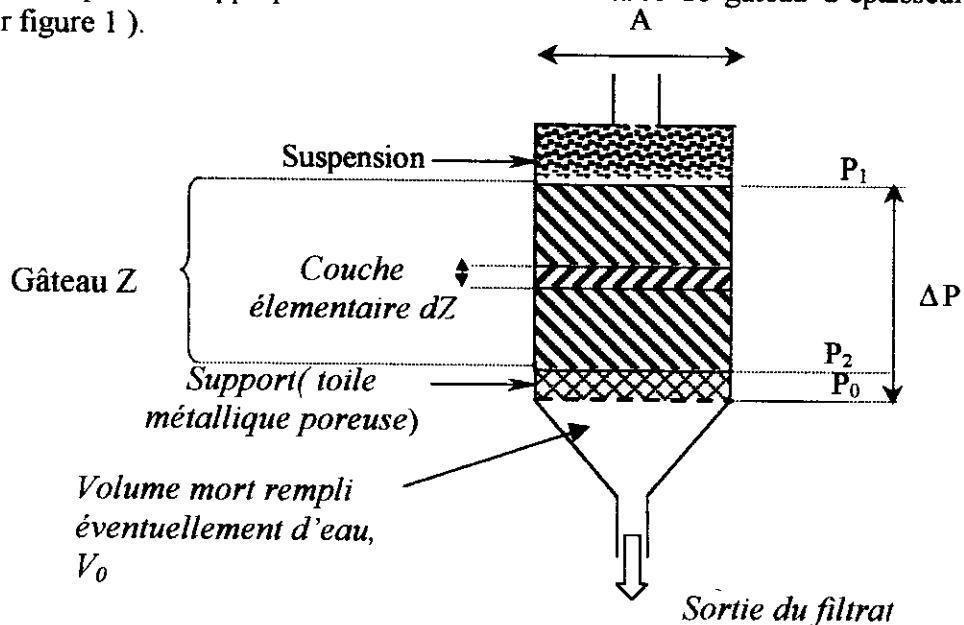


Figure n°1 : Filtration sur support : Schéma de principe

La loi de Darcy s'écrit:

$$U_z = - \left(\frac{B_z}{\eta} \right) \frac{dP}{dZ} \quad (1)$$

B_z : perméabilité de la couche en (m²).

dP : chute de pression à travers la couche de gâteau en (Pa).

η : viscosité dynamique du filtrat en (Pa.s)

dZ : épaisseur de la couche élémentaire de gâteau en (m).

U_z : vitesse d'écoulement du filtrat en (m /s).

Le signe (-) rappelle que la pression P diminue dans le sens général de l'écoulement du filtrat.

Cette vitesse représente aussi la vitesse que l'ont aurait en absence du gâteau. Elle s'écrit :

$$U_z = \left(\frac{1}{A} \right) \frac{dV}{dt} \quad (2)$$

dV : volume du filtrat écoulé pendant un temps dt à travers une surface filtrante A (m³).

A : surface du support poreux (m²).

$$\text{Posons} \quad : \quad \frac{dZ}{B_z} = dR_z \quad (3)$$

dR_z : résistance de la couche dZ à la filtration par unité de surface déposée (m⁻¹).

Elle s'écrit aussi sous une autre formule en définissant une résistance spécifique notée r_z . C'est la résistance qui oppose à la filtration (ou cheminement) du filtrat une quantité de gâteau déposée par 1 m² de surface filtrante et contenant 1 Kg de produit sec.

C'est une représentative de la suspension et une caractéristique de la matière solide.

$$dR_z = r_z \times \frac{dM_z}{A} \quad (4)$$

dM_z : masse du gâteau déposée sur une couche dZ (Kg) . Cette masse correspond à la disparition d'un certain volume de suspension , donc à l'écoulement d'un certain volume de filtrat dV .

$$\text{Posons:} \quad dM_z = W_z \cdot dV \quad (5)$$

W_z : masse de gâteau déposée par unité de volume de filtrat à la côte Z (Kg/m³)

En utilisant les 05 équations citées , on aboutit finalement à la relation (6) :

$$dP = \frac{-\eta \times r_z \times W_z}{A^2} \times \frac{dV}{dt} \times dV \quad (6)$$

En désignant par P_1 la pression du liquide dans la suspension et par P_2 la pression du liquide dans le gâteau au contact du support (voir figure 1). On aura, par intégration de l'équation (6) à un instant donné, sur toute la hauteur du gâteau Z :

$$P_2 - P_1 = \frac{\eta \times r_z \times W_z}{A^2} \times \frac{dV}{dt} \times V \quad (7)$$

V : volume total du filtrat recueilli à la sortie et à un instant t .

La filtration sous pression effectuée sur notre cellule est réalisée à pression et débit constants.

La perte de charge totale ΔP à travers l'ensemble (gâteau + support) s'écrit :

$$\Delta P = P_1 - P_0 = (P_1 - P_2) + (P_2 - P_0) \quad (8)$$

La loi de DARCY appliquée au support seul s'écrira :

$$U_z = \frac{(P_2 - P_0)}{\eta \times R_s} \quad (9)$$

R_s : la résistance du support par unité de surface (m^{-1}).

En remplaçant les équations (7) et (9) dans l'équation(8), on obtient :

$$\Delta P = \frac{\eta \times r_z \times W_z}{A^2} \times \frac{dV}{dt} \times V + U_z \times \eta \times R_s \quad (10)$$

En prenant les paramètres M_z , W_z , r_z et U_z constants sur toute l'épaisseur du gâteau et cela quelle que soit la pression de filtration appliquée, on aboutit à la relation :

$$t = \frac{\eta \times r \times W}{\Delta P \times A^2} \times V^2 + \frac{\eta \times R_s}{\Delta P \times A^2} \times V \quad (11)$$

Dont la représentation dans un diagramme (t, v) est une parabole.

L'équation(11) est souvent écrite sous la forme :

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta \times r \times W}{2 \times \Delta P \times A^2} \times V + \frac{\eta \times R_s}{\Delta P \times A^2} \quad (12)$$

La courbe d'équation $(t/V) = f(V)$ est théoriquement une droite qui ne passe pas par l'origine dont la pente permet de déterminer la résistance spécifique à la filtration (r) et dont l'ordonnée à l'origine correspond à la résistance à la filtration du support (R_s).

LE COEFFICIENT DE COMPRESSIBILITE (S) :

Le coefficient de compressibilité s'exprime sous forme adimensionnelle. Il caractérise la façon dont la perméabilité diminue par tassement sous la croissance de la pression appliquée P. Il est relié à la résistance spécifique (r) et à la pression de filtration P par l'équation suivante:

$$r = r_0 P^s \quad (13)$$

r : résistance spécifique à la filtration mesurée à pression P en (m / kg).

r₀ : résistance spécifique à la filtration mesurée à pression P=0 bar en (m / kg).

s : coefficient de compressibilité.

Il caractérise le degré de compressibilité du gâteau. En règle général :
Plus s petit et s < 0; le gâteau est incompressible sous pression P.
Plus s grand et s >> 1; le gâteau est compressible sous pression P.

LA SICCIETE LIMITE (S_l) :

La siccité limite est la siccité atteinte par une suspension ayant été filtrée sous une pression P donnée, pendant un temps infini. Elle représente en moyenne 5% de la masse totale de la suspension et déterminée par séchage à 105°C jusqu'à poids sec et constant.

La siccité est déterminée en appliquant la relation suivante :

$$S_l = \frac{m_s}{m_0} \times 100 \quad (14)$$

m_s : masse du gâteau après séchage en (g).

m₀ : masse initiale du gâteau après l'essai de filtration sous pression en (g).

II . PARTIE EXPERIMENTALE

MONTAGE EXPERIMENTAL :

L'appareillage de filtration sous pression est composé comme le montre la figure n° 2 par :

✓ Une cellule sous pression utilisée non seulement pour la détermination de la résistance spécifique (r) mais également pour la détermination du coefficient de compressibilité (s) ainsi que la siccité limite du gâteau (S_l).

✓ La cellule est une colonne en inox de diamètre intérieur \varnothing (35mm) et de hauteur H (70mm), au fond se trouve une toile métallique sur laquelle est posée un papier filtre de même diamètre que cette dernière. A la partie supérieure de la cellule est placée une seconde toile métallique qui sert à pousser la suspension vers la sortie lorsqu'on injecte de l'air sous pression

✓ Un manomètre est placé en haut de la cellule, il sert à lire la pression P_1 appliquée à la suspension à filtrer.

✓ Un compresseur à air est utilisé pour fixer la pression voulue P_1 .

✓ Le filtrat est récupéré à l'aide d'une éprouvette graduée de 1 à 50 ml, placée en dessous de la cellule, ce qui nous permet de lire le volume récupéré à différents temps de filtration.

Le volume utile que peut contenir la cellule est 50 ml. Cette valeur est prise comme volume maximal de la suspension à filtrer.

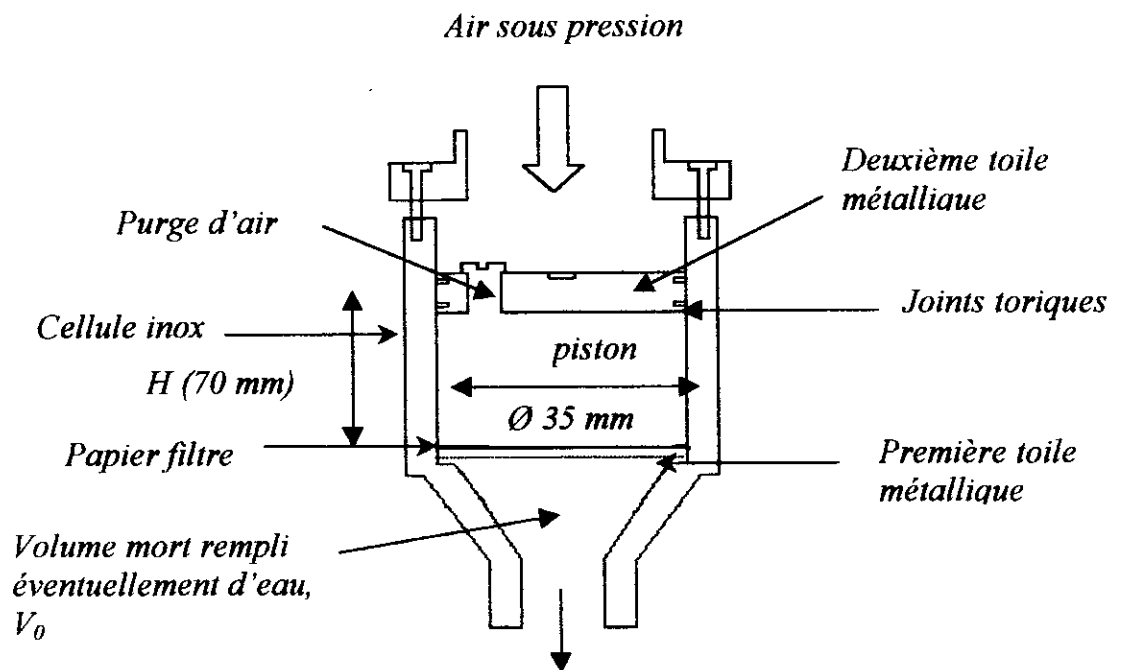


Figure n°2 : cellule de test de filtrabilité sous pression

Mode opératoire

❖ Equiper la cellule de mesure en plaçant successivement sur le fond perforé le disque de toile métallique filtrante puis le papier filtre.

❖ Humidifier le papier filtre et appliquer une légère pression pour assurer

l'étanchéité du fond de la cellule et éliminer l'excès d'eau retenue par le filtre.

❖ Ajuster l'éprouvette sous la partie « avale » de la cellule .

Verser 50ml de la suspension à l' intérieur de la cellule. La masse de la matière étant fixée.

❖ Fermer la cellule et rechercher la pression appliquée (0.5; 1;1.5;2Bars) réglée par un manomètre placé en haut de la cellule et relié au compresseur à air. Veiller à ce qu'elle reste constante tout le long de l'essai.

❖ Laisser s'écouler le préfiltrat et noter son volume V_0 (représente 10 à 20 % du volume de la suspension à filtrer).

❖ Dès que la pression est stable , mettre en marche le chronomètre et noter le

volume du filtrat V (ml) recueilli à différents temps (t) de filtration 15 , 20 , 30 , 60 sec., en fonction de la vitesse d'écoulement du filtrat.

❖ Pour la mesure de la siccité limite, la suspension est placée dans la cellule sous pression P jusqu'à essorage du gâteau et absence totale d'écoulement du filtrat.

❖ Pour différentes filtrations sous pression , on récupère le gâteau. On le pèse

(lire m_0) ensuite, on le met dans le four pour séchage à température 105 °C ensuite on le retire et on le met dans un dessiccateur afin qu'il absorbe toute l'humidité pendant ¼ h après cela on le pèse. On note sa valeur (m_s), puis on le remet dans le four toujours à la même température pendant 1/4h.On suit les mêmes étapes que précédemment jusqu' à poids constant.

III . Questions

1°) Démontrer l'équation différentielle :

$$dP = \frac{-\eta \times r_z \times W_z}{A^2} \times \frac{dV}{dt} \times dV \quad (6)$$

2°) En posant que : M_z , W_z , r_z , U_z constants sur toute l'épaisseur Z du gâteau, retrouver l'expression $t/v = f(V)$

3°) Tracer les courbes $t/V = f(V)$ à différentes pressions P_1 .

4°) Décrire la courbe donnant $t/V = f(V)$.

5°) Calculer la résistance spécifique à la filtration r et la résistance du support R_s pour les différentes pressions appliquées P_1 .

6°) A partir de la relation (12), calculer le coefficient de compressibilité s du gâteau après l'essai de filtration. Le gâteau formé est-il compressible ?

7°) Représenter la siccité limite du gâteau en fonction de la pression appliquée. Conclure l'humidité du gâteau.

Conclusion

Conclusion générale

L'objectif de notre étude est la mise en œuvre d'un procédé à l'échelle laboratoire pour la récupération des deux phases (liquide – solide) à partir d'une suspension qui est un mélange d'eau contenant les ions Zn^{++} , et la biomasse *Streptomyces rimosus*.

L'appareil de filtration est une cellule en inox, sa conception a été mise en œuvre dans le laboratoire des biotechnologies

Afin de tester et étudier la filtrabilité et la compressibilité de notre gâteau, plusieurs essais ont été effectués dans les conditions de laboratoire et les résultats étaient très prometteurs, qui répondent au caractères du comportement d'une boue, les résultats trouvés sont : la résistance spécifique à la filtration (r) égale à $0.055 \cdot 10^{-12}$ m/kg, le coefficient de compressibilité est de $S=1.9552$, la teneur en boue est de 60g/l qui est égal au rapport de biosorption (biomasse - solution métallifère), le coefficient de tassement calculé au cours de la filtration est : $\beta = -0.446$ et pratiquement toutes les valeurs trouvées de β sont négatives, la pression optimale appliquée à la filtration de notre boue est de 0.5 bar. Elle d'obtenir un volume maximal de 45 ml pendant un temps de 90s (sachant que le volume initial est de 50ml)

On dira donc que les particules de notre boue sont parfaitement rigides et ne puissent être tassées, dans les conditions de pression 0.5 bar et à une teneur en boue de 60g/l. Dans ce cas on a une filtration idéale

Notre projet de fin d'étude a permis de réaliser un travail pratique à l'échelle laboratoire au département de l'environnement pour les étudiants de 4^{ème} année. Mais il ya cependant d'autres applications à exploiter de notre cellule. D'autres TP seront proposés dans l'avenir et divers paramètres seront étudiés.

Après avoir obtenu les paramètres optimaux à la filtration de notre boue un essai de couplage biosorption – filtration sous pression a été effectué et on a remarqué une légère amélioration de la capacité d'adsorption

Une étude de régénération de la biomasse a été faite avec l'éluant acide chlorhydrique (HCl) [1N] et qui n'a pas donné de résultats fiables cependant d'autres possibilités avec d'autres éluants restent à étudier

Annexes

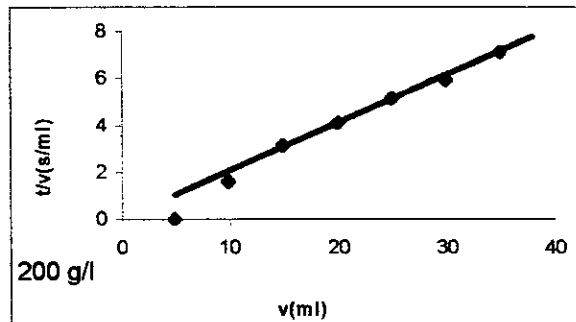
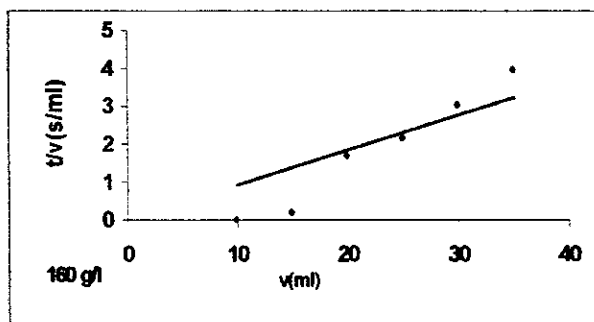
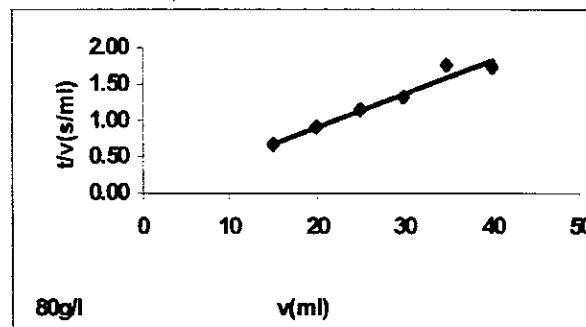
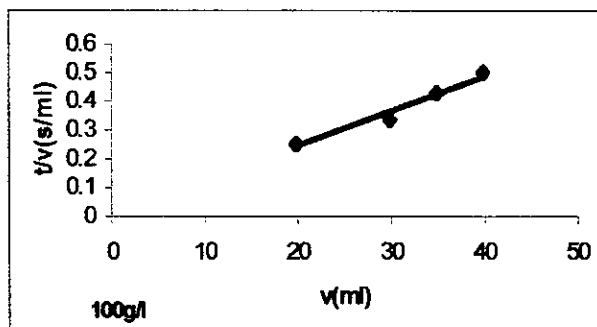
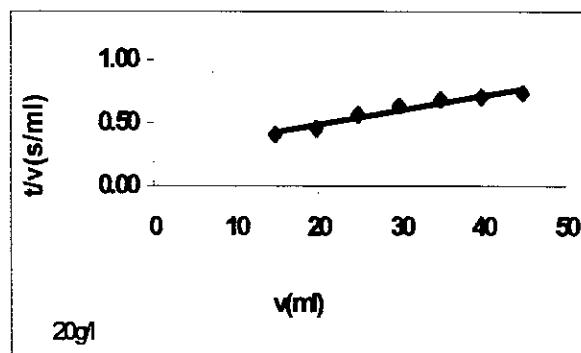
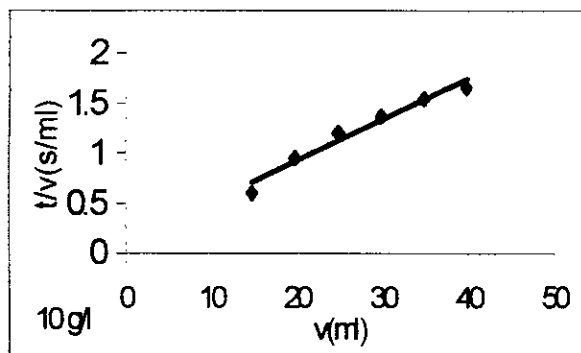


Figure n°36 : Evolution de t/V en fonction de V à pression 0.5 bar et à différentes teneurs en boues (10 g/l, 20g/l, 80g/l, 100g/l, 160g/l, 200g/l).

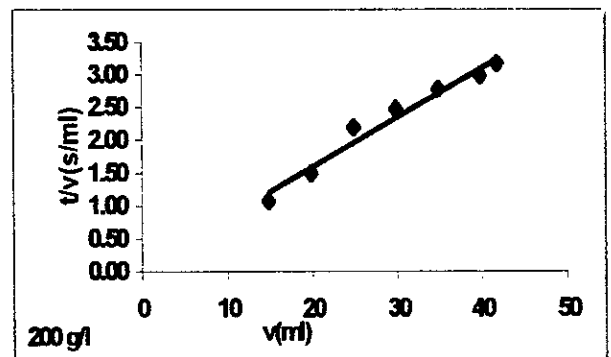
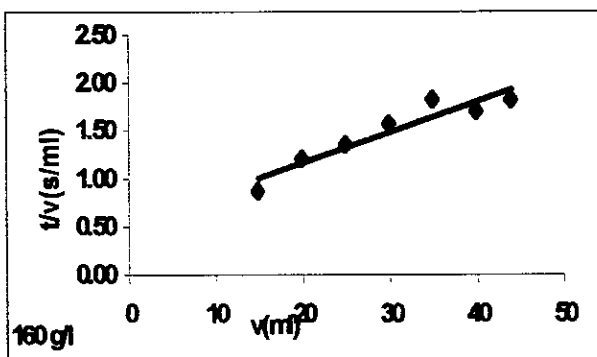
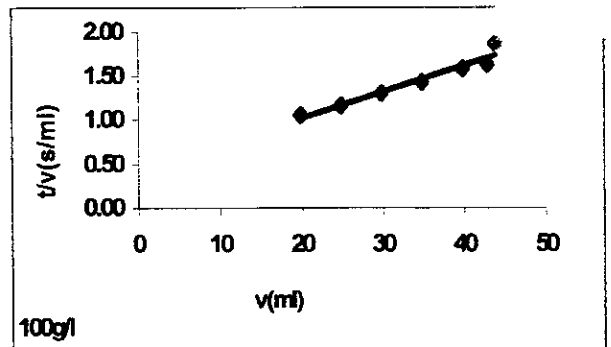
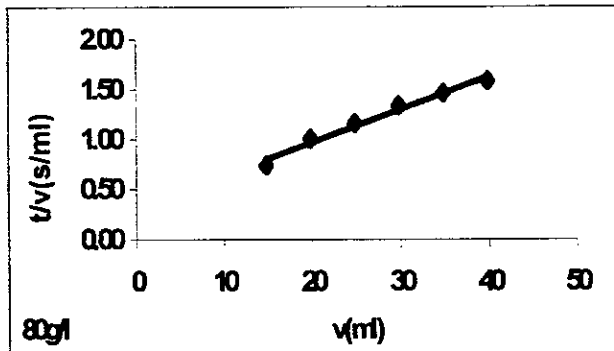
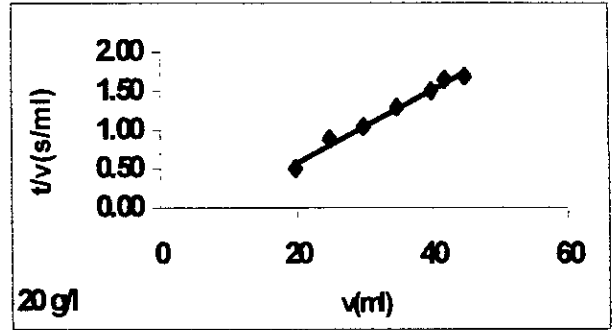
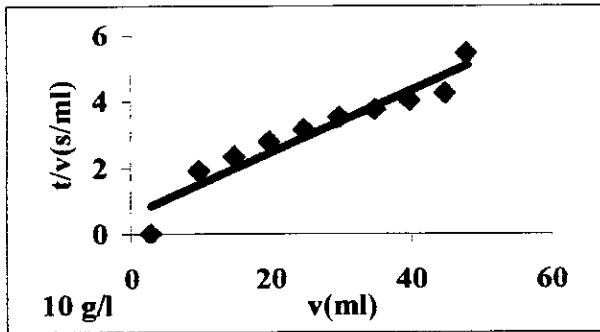


Figure n°37 : Evolution de t/V en fonction de V à pression 1 bar et à différentes teneurs en boues (10 g/l, 20g/l, 80g/l, 100g/l, 160g/l, 200g/l).

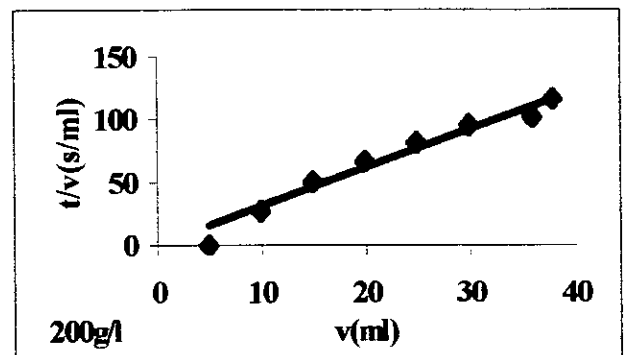
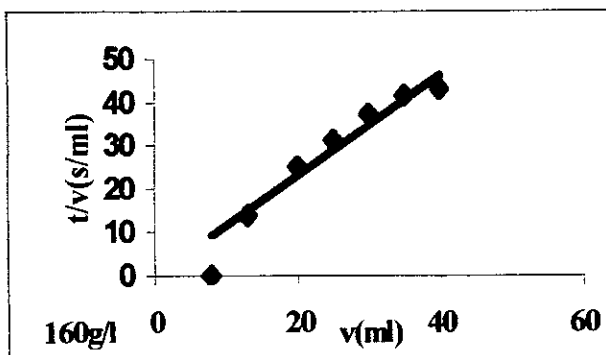
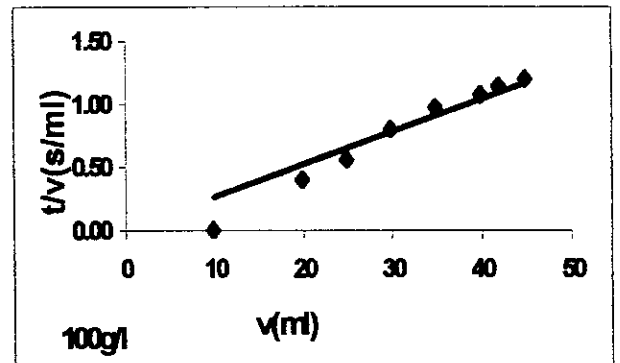
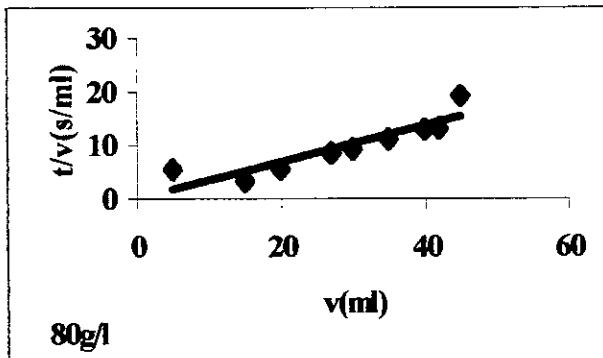
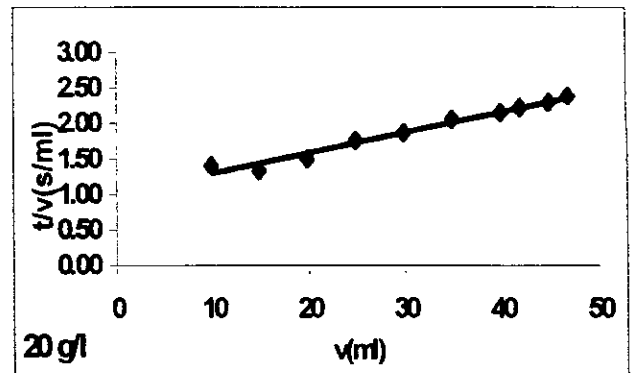
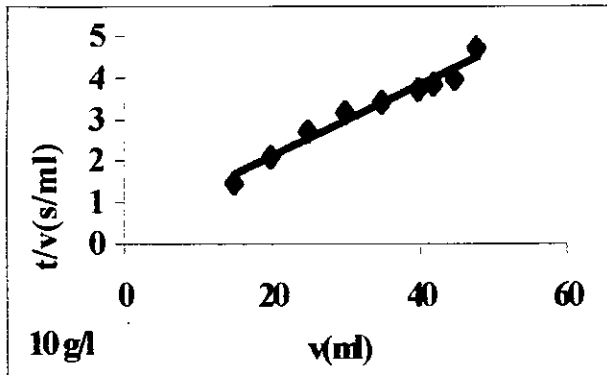


Figure n°38 : Evolution de t/V en fonction de V à pression 1.5 bar et à différentes teneurs en boues (10 g/l, 20g/l, 80g/l, 100g/l, 160g/l, 200g/l).

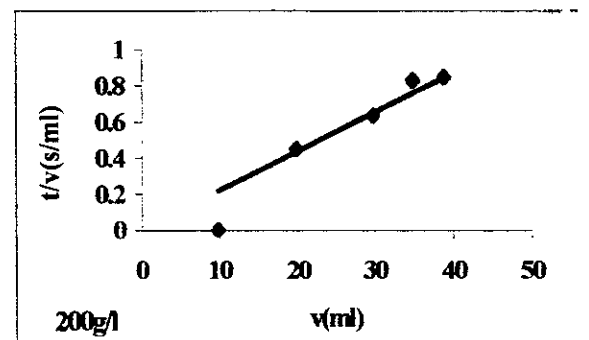
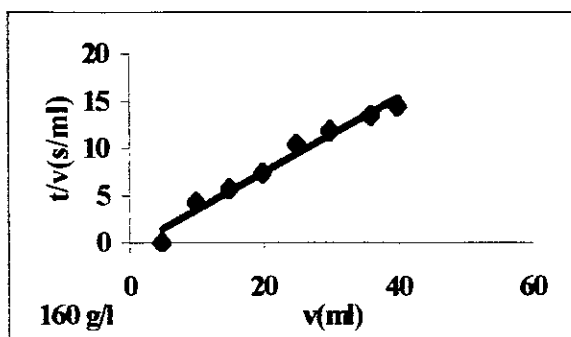
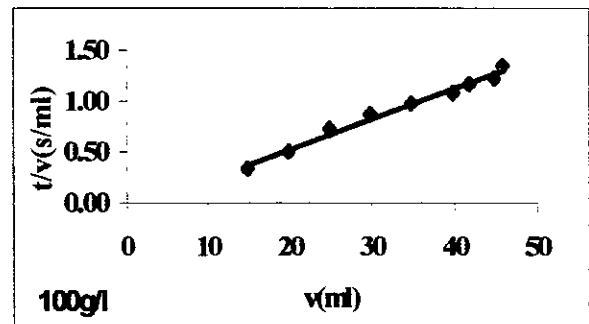
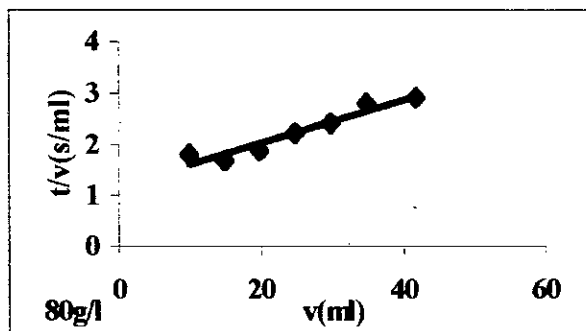
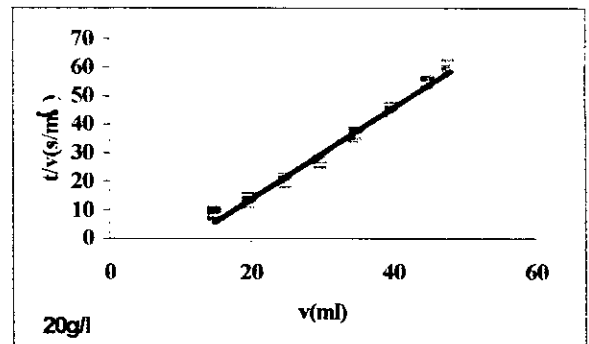
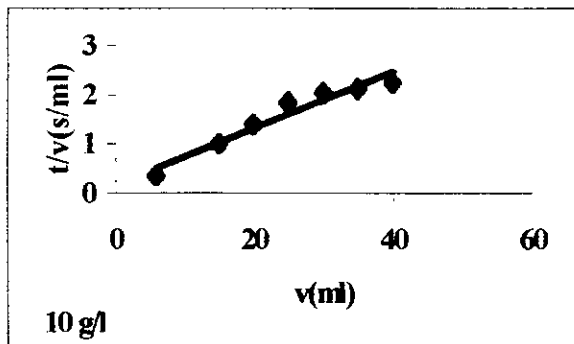


Figure n°39 : Evolution de t/V en fonction de V à pression 2 bar et à différentes teneurs en boues (10 g/l, 20 g/l, 80 g/l, 100 g/l, 160 g/l, 200 g/l).

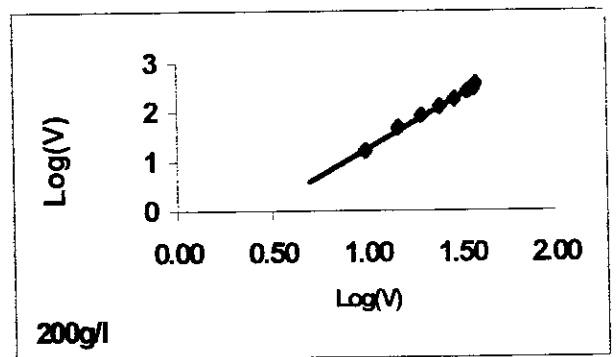
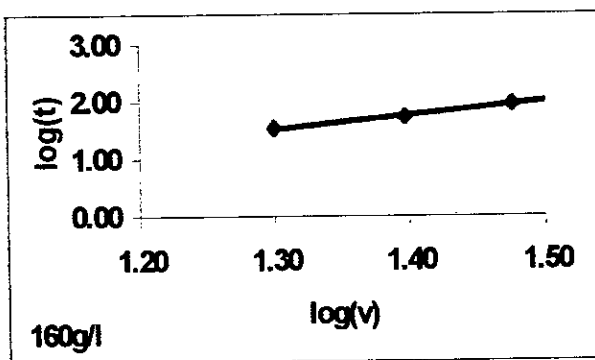
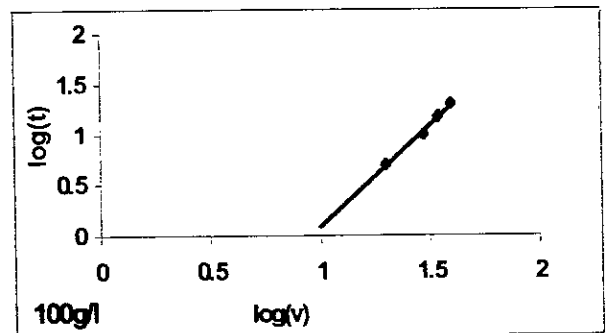
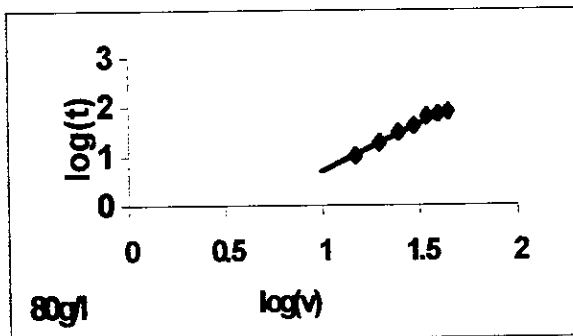
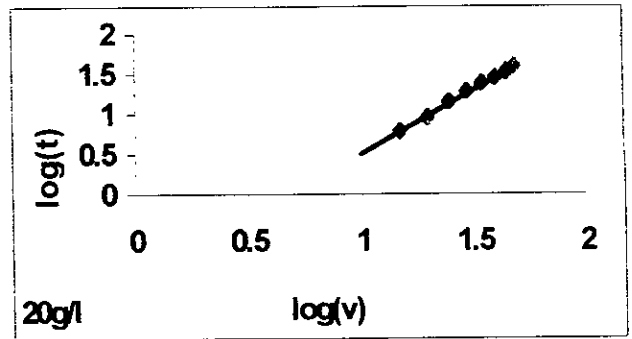
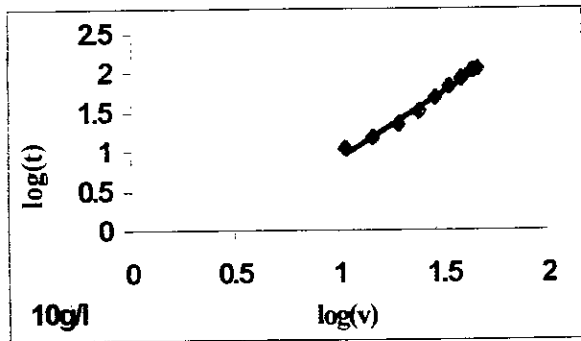


Figure n°40 : Evolution de Log(t) en fonction de Log(V) à pression 0.5 bar et à différentes teneurs en boues(10 g/l, 20g/l, 80g/l, 100g/l, 160g/l, 200g/l).

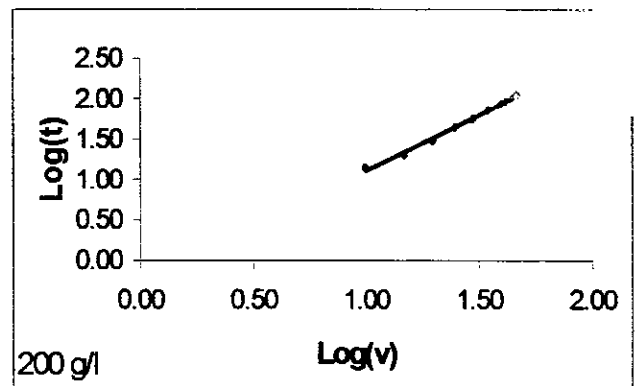
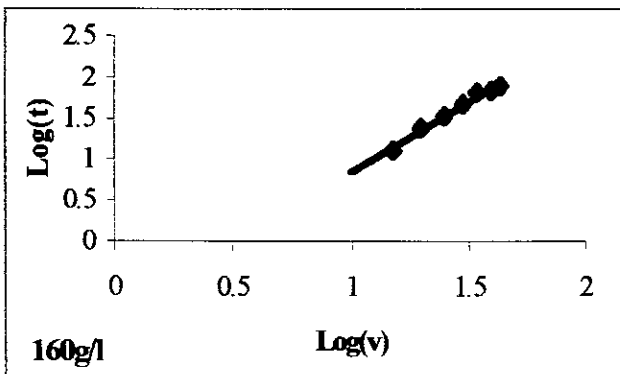
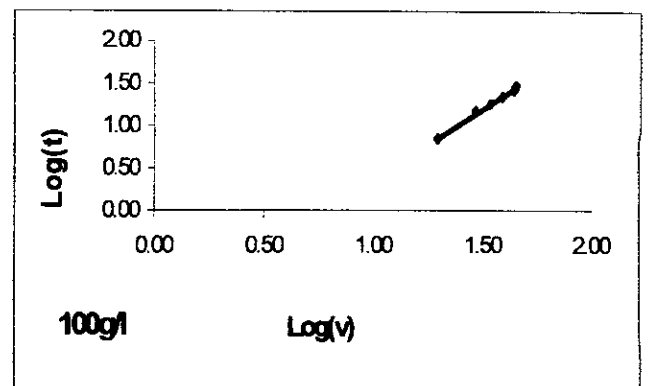
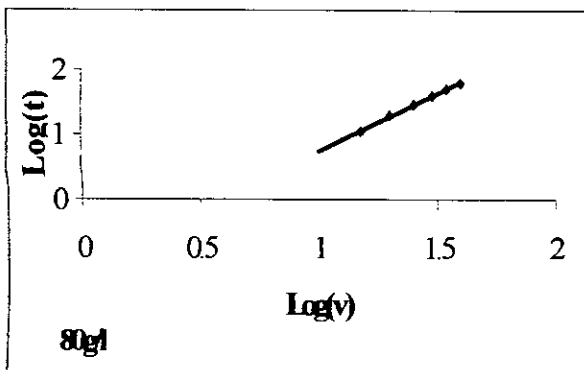
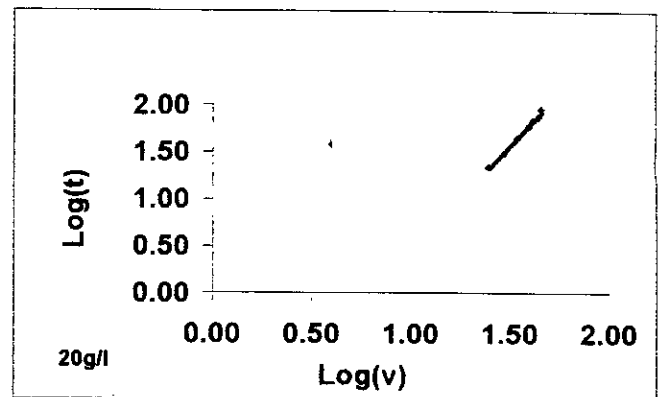
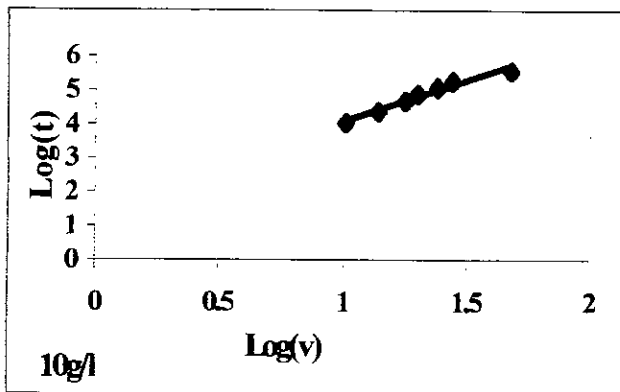


Figure n° 41 : Evolution de $\text{Log}(t)$ en fonction de $\text{Log}(v)$ à pression 1 bar et à différentes teneurs en boues (10g/l, 20g/l, 80g/l, 100g/l, 160g/l, 200g/l)

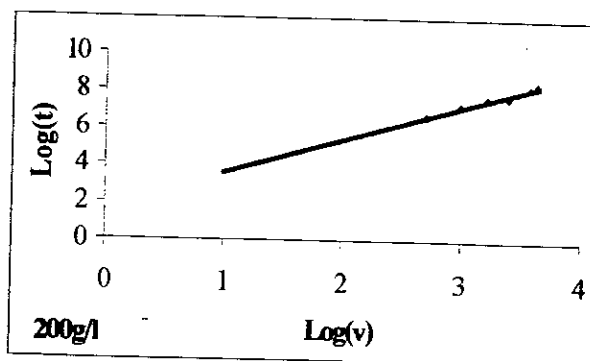
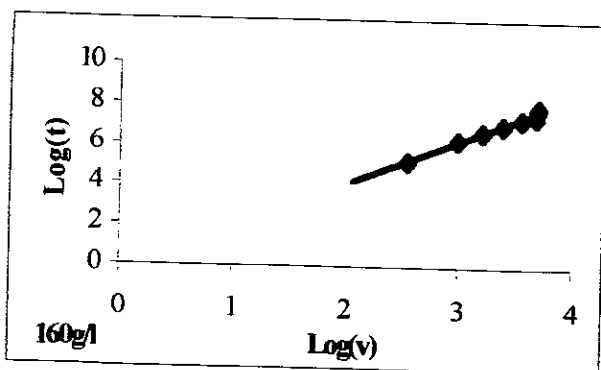
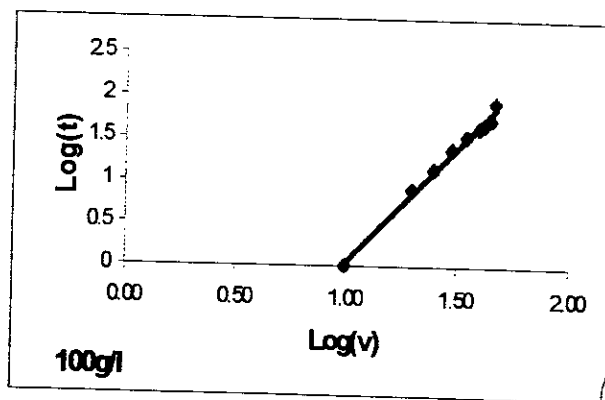
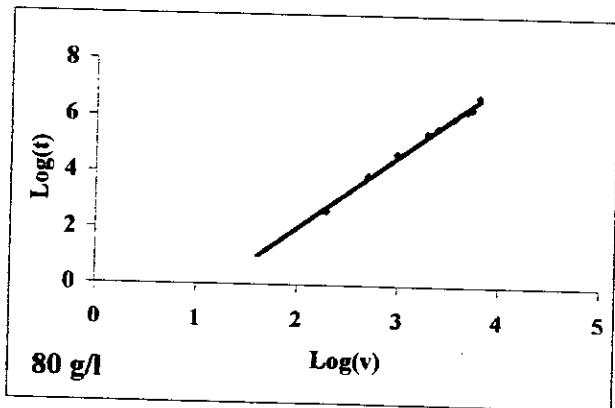
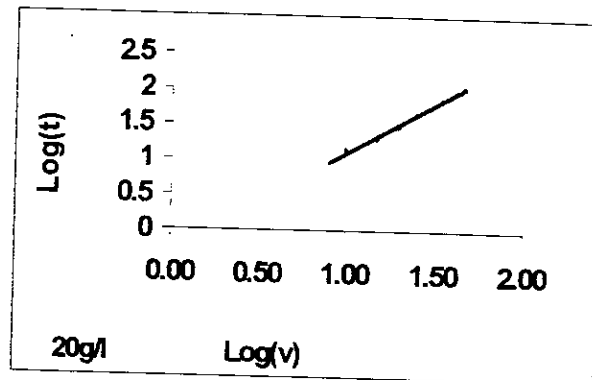
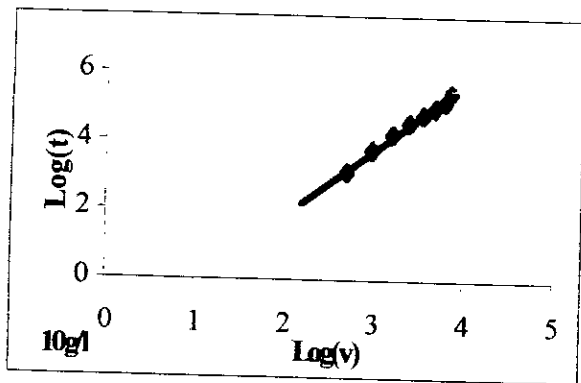


Figure n° 42 : Evolution de $\text{Log}(t)$ en fonction de $\text{Log}(v)$ à pression 1.5 bar et à différents teneurs en boues (10g/l, 20g/l, 80g/l, 100g/l, 160g/l, 200g/l)

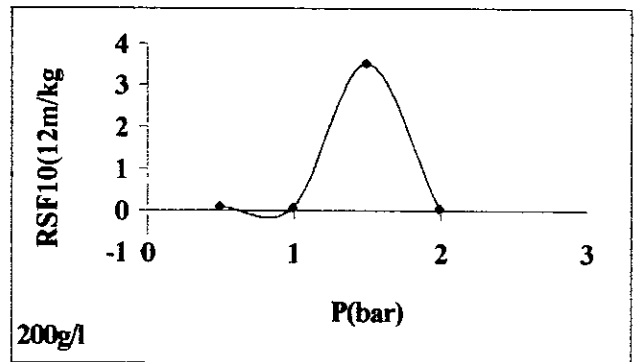
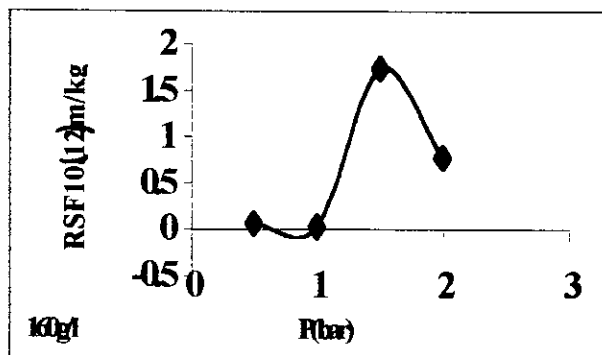
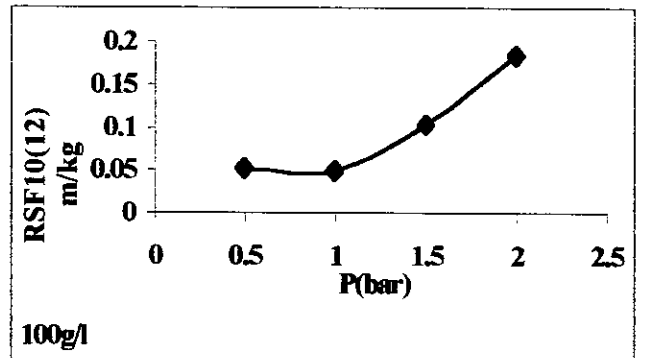
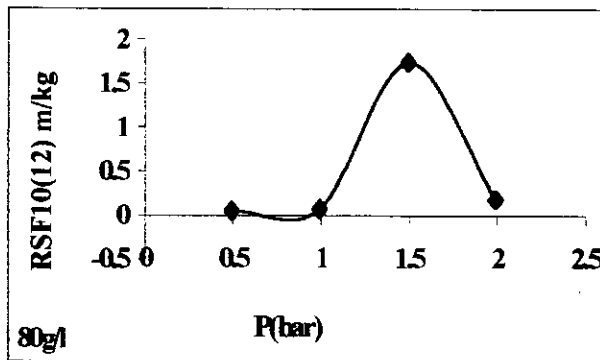
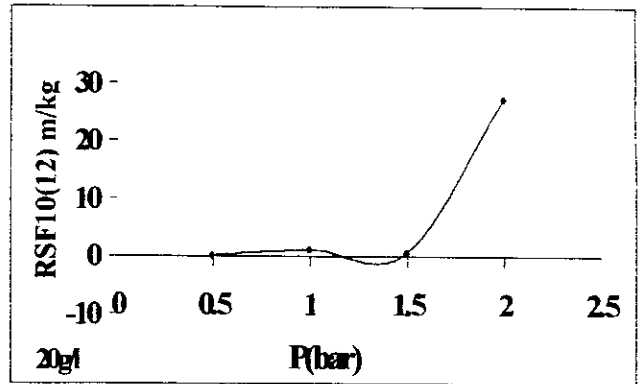
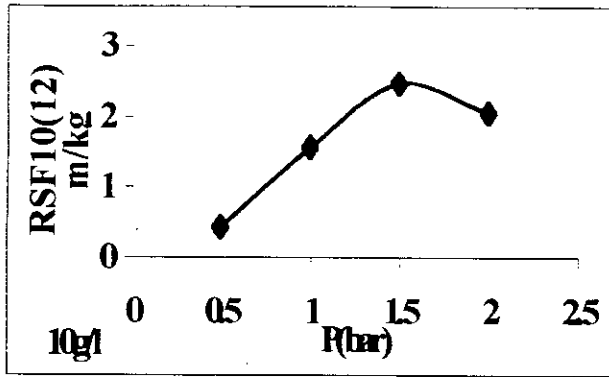


Figure n° 35 : Evolution de la R.S.F en fonction de la pression appliquée à différentes teneurs en boues (10g/l, 20g/l, 80g/l, 100g/l, 160g/l et 200g/l)

ملخص:

تم إنجاز جهاز تصفية تحت فعل ضغط (P) على سلم المخبر. قمنا بتصفية مياه ملوثة بالمعادن الثقيلة، بواسطة خلايا بكتريا ميتة (ستربتومييساس رموزوس) وجهاز التصفية، لهذا الغرض قمنا بتحصيل الوسائط المؤثرة للحصول على التصفية المثالية، و يمكننا القول بأننا تحصلنا على نتائج مشجعة إقتصادية و تقنية، بالمقارنة مع الطرق السابق (صمغ مبادلة الشوارد).
الكلمات الأساسية: تصفية تحت فعل ضغط، كعك، خلية التصفية، كتلة حية، المعادن الثقيلة، الإمتزاز الحيوي و الإسترجاع.

Résumé :

Un appareil de filtration sous pression à été conçu à l'échelle laboratoire. Une application a été effectuée pour le traitement des eaux chargées en Zinc sur la biomasse mycelienne (*Streptomyces rimosus*).

Les résultats obtenus pour optimiser les conditions de notre boue étaient très prometteurs (la pression de la filtration, (p) ; la résistance spécifique à la filtration (r) ; le coefficient de compressibilité (s) ... etc.), et confirment l'intérêt technique et économique de ce procédé par rapport aux autres (exp. : échange d'ion sur résine).

Mots clés: Filtration sous pression, boue, cellule de filtration, biomasse, métaux lourds, biosorption et régénération.

Resume:

A device of filtration under pressure to been conceived to the ladder laboratory; an application has been done for the loaded waters in heavy metals on biomass mycelienne (*Streptomyces rimosus*).

Results gotten to optimize conditions of our mud were very promoters; (the pressure of filtration, (p) ; the specific resistance to filtration (r) ; the coefficient of compressibility (s) ... etc.), and confirm the technical and economic interest of this process with regard to others (exp. : exchange of ion on resin).

Key Words: Filtration under pressure, mud, cellule of filtration, biomass, heavy metals, biosorption and regeneration.