



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
جامعة عبد الحميد ابن باديس مستغانم  
Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem  
كلية العلوم والتكنولوجيا  
Faculté des Sciences et de la Technologie  
قسم هندسة الطرائق  
Département de Génie des procédés



## MEMOIRE DE FIN D'ETUDE DE MASTER EN GENIE DES PROCEDES

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie des procédés des Matériaux

### *Thème*

ETUDE DE LA SEPARATION DE L'EAU CHARGEE A  
TRAVERS DES MEMBRANES PET RECYCLEES

Présenté par :

1. ASLI Nour El Houda
2. Zaoui Fatima Zohra

Soutenu le 29/06/ 2022 devant le jury composé de :

Président	MEKHATRIA Djilali	MCB	Université de Mostaganem
Examinatrice	MOHAMED SEGHIR Zahira	MAA	Université de Mostaganem
Rapporteur	DJENNAD M'hamed	Pr	Université de Mostaganem
Co-rapporteur	HAFANI Mustapha	Dr	Université de Mostaganem

Année Universitaire : 2021 / 2022

## **Remercîment**

Le travail présenté dans cet écrit a été accompli au laboratoire de recherche de la faculté des sciences et de la technologie Abdelhamid Ibn Badis.

C'est avec humilité et gratitude que nous reconnaissons ce que nous devons.

Nous commencerons par remercier et rendre grâce à Dieu le tout puissant pour nous avoir donné le courage et la volonté de mener à terme ce travail.

Nos remerciements vont aussi aux membres du jury en l'occurrence Mr MEKHATRIA Djilali, le président de jury et Mme MOHAMED SGHIER Zahira pour avoir accepté de juger ce travail.

Nos vifs remerciements également à Mr DJENNAD M'hamed, pour l'honneur qu'il nous a fait en acceptant diriger ce travail, de nous avoir accueillie au sein de son laboratoire de recherche, pour avoir suivi notre travail et pour sa bienveillance.

Nous tenons à témoigner notre profonde gratitude et adressons nos vifs remerciements au Dr HAFANI Mustapha, qui a suivi notre travail avec beaucoup de rigueur et d'efficacité. Merci pour ses précieux conseils, sa disponibilité et son soutien.

Enfin, nos chaleureux remerciements sont adressés à nos chers parents qui nous ont toujours encouragées dans nos études, et qui nous poussent chaque jour à aller de l'avant.

Tous les membres de nos familles sont associés à ces remerciements.

## **Dédicaces**

Je remercie Dieu qui m'a aidé

Je dédie ce travail : À mes chères parents qui m'ont encouragé et aide moi, pour tout ce qu'ils ont fait pour que je puisse arriver à ce stade . Merci d'être avec moi .

À mon cousin : Zaoui Abdelkader .

Et À toute la famille : Zaoui ,et Branes .

À ma partenaire Nour J'étais heureuse de travailler avec toi .

À tous mes amis de ma promotion et à tous ceux que j'ai connus durant mon cycle d'étude.

**Fatima zahra**

## Dédicace

Je dédie ce travail à mes très chers parents qui ont toujours été présents pour moi, qui ont toujours cru en moi et qui m'ont tout le temps épaulé.

(vous êtes toute ma vie, je vous aime plus que tout le monde)

A mes sœurs Narimen et souad qui étaient toujours a mes cotés.

A mon frère oussama qui est ma raison de force.

A ma partenaire Fatima J'etais heureuse de travailler avec toi .

Et sans oublier tous mes vrais amies (Hajer, Sousou,Amel)et tous ceux qui maiments.

**Houda**

## ملخص

لهدف من هذا العمل هو إعداد وتطوير أغشية PET المسطحة القائمة على PET من بلاستيك البوليمر المهدور (الزجاجات). تم تقييم الأغشية المنتجة في إعداد ، حيث تمت دراسة فصل المياه العادمة المحتوية على ملوثات مختلفة مثل تلويين الطعام (الزعفران) والملون الصناعي (الميثيلين الأزرق) MB والمواد الصلبة العالقة بالتفصيل.

تم تحسين أداء الشكل والفصل لمياه الصرف لأغشية PET التي تم الحصول عليها من خلال دمج المواد المضافة بكميات مختلفة من PEG ، كمضافات بوليمر وكميات مختلفة من المواد الصلبة الدقيقة لثنائي أكسيد السيليكون  $2SiO_2$ . كانت السماكة التي تم الحصول عليها لأغشية PET / PEG في النطاق 137-67 ميكرومتر ، بينما كانت أغشية PET /  $2SiO_2$  في حدود 140-89 ميكرومتر.

تم العثور على نتيجة الفصل أن أغشية أعطت أفضل أداء فصل ، خاصة لمياه الصرف المحتوية على مواد صلبة معلقة.

## Résumé

L'objectif de ce travail est de préparer et de développer des membranes plates à base de PET fabriquées

à partir de déchets de plastique polymère PET (bouteilles). Les membranes produites ont été évaluées dans une configuration, où la séparation des eaux usées contenant différents contaminants tels que le colorant alimentaire (safran), le colorant industriel (bleu de méthylène) MB et les solides en suspension sont étudiés en détail.

La forme et les performances de séparation des eaux usées des membranes PET obtenues sont améliorées en incorporant des additifs soit par différentes quantités de PEG, comme additif polymère et différentes quantités de micro solides de dioxyde de silicium SiO<sub>2</sub>. L'épaisseur obtenue pour les membranes PET/PEG était comprise entre 67 et 137  $\mu\text{m}$ , tandis que pour les membranes PET/SiO<sub>2</sub> était comprise entre 89 et 140  $\mu\text{m}$ .

Le résultat de la séparation a été trouvé que les membranes avec additif, ont donné les meilleures performances de séparation, en particulier pour les eaux usées contenant des solides en suspension.

Les mots clé : PET, Membrane, filtration, l'eau chargée, additif.

## **Abstract**

The aim of this work is to prepare and develop flat sheet PET based membranes made from wasted PET polymer plastic (bottles). The produced membranes were evaluated in a setup, where the separation of wastewater containing different contaminants such as food colorant (saffron), industrial colorant (methylene blue) MB and suspended solids are studied in details.

The shape and separation performance of waste water of the obtained PET membranes are improved by incorporating additives either by different amounts of PEG, as polymer additive and different amounts of micro solids of Silicon dioxide SiO<sub>2</sub>. The obtained thickness for PET/PEG membranes were in the range 67-137  $\mu\text{m}$ , whereas for PET/SiO<sub>2</sub> membranes were in the range of 89 -140  $\mu\text{m}$ .

The result of separation was found that the membranes with the additive, gave the best separation performance, especially for waste water containing suspended solids.

## Sommaire

<b>Introduction général</b> .....	1
<b>Chapitre I : Polymères recyclé</b> .....	3
<b>I Polymères</b> .....	4
<b>I.1 Polymères</b> .....	4
I.1.1 Classifications des polymères selon les propriétés.....	5
I.1.2 Adjuvants .....	7
<b>I.2 Plastique</b> .....	8
I.2.1 Présentation de polymère Polyéthylène téréphtalate PET .....	8
<b>Chapitre II : Généralités Sur Les Traitements Membranaires</b> .....	9
<b>II.1 Introduction</b> .....	9
<b>II.2 Traitements membranaires</b> .....	9
<b>II.3 Principe de la filtration membranaire</b> .....	9
<b>II.4 Types des traitements membranaires</b> .....	10
<b>II.5 Procédés baromembranaires</b> .....	10
II.5.1 Qu'est-ce qu'osmose inverse .....	11
II.5.2 Qu'est ce que l'ultrafiltration ? .....	12
II.5.3 Qu'est ce que la nano filtration ? .....	15
<b>Chapitre III : Procédés De Séparation Membranaire</b> .....	18
<b>III.1 Introduction</b> .....	18
<b>III.2 Membranes et procédés</b> .....	18
<b>III.3 Historique</b> .....	18
<b>III.4 Définition d'une membrane</b> .....	19
<b>III.5 Classification des membranes</b> .....	20
III.5.1 Membranes poreuses .....	20
III.5.2 Membranes denses .....	21



III.5.3 Membranes échangeuses d'ions.....	21
III.5.4 Membranes symétriques et membranes asymétriques .....	21
III.5.5 Membranes homogènes et membranes composites .....	21
III.5.6 Membranes organiques et membranes inorganiques .....	22
<b>III.6 Géométrie des modules .....</b>	<b>23</b>
III.6.1 Module plan.....	23
III.6.2 Modules tubulaires.....	24
III.6.3 Modules spirales .....	24
III.6.4 Module à fibres creuses.....	25
<b>III.7 Modes d'écoulement du fluide à travers la membrane.....</b>	<b>28</b>
III.7.1 Écoulement frontales.....	28
III.7.2 Écoulement tangentiels.....	28
<b>III.8 Conclusion .....</b>	<b>30</b>
<b>Partie expérimentale .....</b>	<b>31</b>
<b>Chapitre IV : Méthode et Discussion Des résultats.....</b>	<b>32</b>
<b>IV.1 Matériel.....</b>	<b>31</b>
IV.1.1 Produit utilisé.....	31
IV.1.2 Appareillages .....	37
<b>IV.2 METHODE ET DISCUSSION .....</b>	<b>43</b>
IV.2.1 Composition des membranes préparées .....	43
IV.2.2 Préparation des membranes planes M1, M2, M3 .....	43
<b>IV.3 Caractérisation des membranes obtenues M1, M2, M3.....</b>	<b>47</b>
IV.3.1 Membrane M1 .....	47
IV.3.2 Membrane M2 à base de PET recyclé avec aditif PEG .....	49
IV.3.3 Membrane M3 à base de PET recyclé avec additif SiO <sub>2</sub> .....	51

**Chapitre V : Étude de séparation de l'eau chargée des membranes à base de PET**

.....53

**V.1 Choix et préparation de l'eau chargée** .....55

**V.2 Étude de séparation de l'eau chargée**.....55

    V.2.1 Séparation par gravité de l'eau chargée .....55

    V.2.2 Séparation sous pression.....56

    V.2.3 Séparation avec filtre à seringue (pression moyenne).....58

    V.2.4 Analyse chimique de l'eau filtrée .....63

**V.3 Test Resistance thermique** .....65

**CONCLUSION**.....67

**Bibliographie** .....69

## Liste des figures

Figure 1 : Formation des polymères. ....	4
Figure 2 : Formule développée de Polyéthylène téréphtalate. ....	8
Figure 3 : Situation des techniques de séparation par membrane en fonction de la taille des particules retenues. ....	11
Figure 4 : Principe de l'ultrafiltration. ....	13
Figure 5 : Principe d'une séparation par membrane. ....	20
Figure 6 : Représentation schématique des différents types de membranes en fonction de leur structure. ....	22
Figure 7 : Module plan (plaque) ....	23
Figure 8 : Module tubulaire. ....	24
Figure 9 : Modules bobinés en spirale ....	25
Figure 10 : Module à fibres creuses. ....	27
Figure 11 : Modes d'alimentation des modules. ....	27
Figure 12 : Schéma d'écoulement frontal. ....	28
Figure 13 : Schéma d'écoulement tangentiel. ....	29
Figure 14 : Illustre les géométries d'écoulement dans les techniques de séparation membranaires. ....	29
Figure 15 : Polymère PET pure. ....	31
Figure 16 : Polymère PET recyclé. ....	32
Figure 17 : Formule polyéthylène téréphtalate (PET). ....	32
Figure 18 : Formule de Polymère Polyéthylène glycol PEG. ....	33
Figure 19 : Polymère Polyéthylène glycol PEG. ....	33
Figure 20 : Bain de coagulation. ....	34
Figure 21 : Solvant de préparation de membrane M1, M2 et M3. ....	35
Figure 22 : Sable SiO <sub>2</sub> . ....	35
Figure 23 : Formule de SiO <sub>2</sub> ....	36

Figure 24 : Bleu méthylène.....	36
Figure 25 : Formule de bleu méthylène.....	37
Figure 26 : Safran en poudre.....	36
Figure 27 : Flacon en verre. ....	38
Figure 28 : Agitateur magnétique.....	38
Figure 29 : Processus de l'agitation.....	39
Figure 30 : Plaque en verre. ....	39
Figure 31 : Seringue et le support membranaire .....	40
Figure 32 : Mortier et pilon en porcelaine. ....	40
Figure 33 : Tamis de 50µm.....	41
Figure 34 : Appareil de mesure TDS.....	41
Figure 35 : Jauge de mesure d'épaisseur. ....	42
Figure 36 : Becher, pro pipette, balance. ....	42
Figure 37 : Agitation de la solution polymérique de PET .....	44
Figure 38 : Dissolution de PET dans le solvant TCA/DCM.....	44
Figure 39 : Dissolution PET recyclé et sable fin dans le solvant.....	45
Figure 40 : Dissolution de PEG dans la solution polymère PET .....	45
Figure 41 : Façonnage et étalonnage de la membrane. ....	46
Figure 42 : Coagulation et séchage de la membrane.....	47
Figure 43 : Formation des films membranaires M1.1. ....	48
Figure 44 : Formation de film membranaire M1.1.4.....	48
Figure 45 : Formation de film membranaire M1.2.1, M1.2.2, M1.2.3.....	49
Figure 46 : Formation de film membranaire M1.2.4.....	49
Figure 47 : Formation de film membranaire 10% PEG.....	50
Figure 48 : Formation des films membranaires 20% PEG M2.2.....	50
Figure 49 : Formation de film membranaire 30% PEG.....	51

Figure 50 : Formation des films membranaires avec sable .....	52
Figure 51 : Formation des films membranaires avec sable .....	52
Figure 52: Séparation par gravité avec membrane M1.....	56
Figure 53 : Séparation par gravité avec membrane M3.....	56
Figure 54 : Dispositif de séparation de l'eau chargée sous pression.....	57
Figure 55 : Filtration sous pression. ....	58
Figure 56 : Préparation de module de filtre à seringue.....	59
Figure 57 : Filtration membranaire de l'eau chargé de Blue .....	60
Figure 58 : État de membrane M3 après filtration .....	60
Figure 59 : Filtration membranaire de l'eau chargée en matière solide (Solution S3).....	61
Figure 60 : État de membrane M3 après filtration .....	61
Figure 61 : Eau filtrée de M3.1 , M3.2, M3.3 et M3.4.....	62
Figure 62 : Eau chargée S3 .....	62
Figure 63 : Mesure de TDS en fonction de quantité du sable.....	64
Figure 64 : Mesure de salinité en fonction de quantité du sable .....	64
Figure 65 : Mesure de conductivité en fonction de quantité du sable .....	65
Figure 66 : Test de résistance thermique M3 .....	66

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1</b> : Différents types de traitements membranaires .....	10
<b>Tableau 2</b> : Caractéristiques de polymère (PET) .....	32
<b>Tableau 3</b> : Caractéristiques de (PEG). .....	33
<b>Tableau 4</b> : Composition de Membrane M1. ....	43
<b>Tableau 5</b> : Composition de Membrane M2. ....	43
<b>Tableau 6</b> : Composition de Membrane M3. ....	43
<b>Tableau 7</b> : Contaminants de l'eau chargée.....	55
<b>Tableau 8</b> : Mesure de qualité d'eau avant et après filtration.....	63
<b>Tableau 9</b> : Test de résistance à la chaleur .....	66

## **Abréviations**

PET	Polyéthylène téréphtalate PET
PEG	Polyéthylène glycol
DCM	Dichlorométhane
TCA	Trichloracétique acide
TDS	Total dissolved solids
PH	Potentiel hydrogène
PE	polyéthylène
PTFE	polytétrafluoroéthylène
PS	polystyrène
PP	polypropylène
µm	Micromètre, unité de longueur
SIO <sub>2</sub>	dioxyde de silicium

# **Introduction général**



## **Introduction**

Le procédé de séparation ou de traitement membranaire repose essentiellement sur trois principes de base ; l'adsorption, le tamisage et le phénomène électrostatique. Le mécanisme d'adsorption, dans le processus de séparation par membrane, est basé sur les interactions hydrophobes de la membrane et du soluté (analyte). Ces interactions conduisent à plus de rejet car elles provoquent une diminution de la taille des pores de la membrane.

La séparation des matériaux à travers la membrane dépend de la taille des pores et celle des molécules. Pour cette raison, divers procédés membranaires avec différents mécanismes de séparation ont été développés. Ceux-ci incluent la microfiltration (MF), l'ultrafiltration (UF), la nano filtration (NF), l'osmose directe (FO) et l'osmose inverse (RO).

Les techniques de traitement et de séparation, mettant en œuvre des membranes, suscitent, ces quatre dernières décennies, la valorisation des déchets en plastique pour en faire des membranes. Ces déchets étaient considérés comme dangereux et sont, donc, incinérés.

Dans ce travail nous allons nous consacrer à la réalisation de membranes en utilisant des déchets en plastic. Le résultat escompté est l'obtention de films membranaire qui facilitent le processus de filtration de l'eau chargée en matières solides. L'eau chargée peut provenir soit d'une habitation soit d'une industrie et peut contenir des fibres.

Les eaux, qu'elles soient minérales, de sources ou du robinet, contiennent des minéraux de différentes concentrations, qui leur sont spécifiques. Ces minéraux imposent un goût et une saveur différents.

Les solides en suspension dans l'eau ou l'air, qu'ils soient minéraux ou organiques, ne se dissolvent pas et sont suspendus en raison de leur petite taille et de leur poids léger, en particulier ceux dont la densité est similaire à celle du milieu environnant.

**L'objectif de ce travail** est de confectionner une membrane à base de PET servant à une filtration fine lors du traitement des eaux chargées. Cette membrane devra avoir des caractéristiques de pores et de texture meilleurs que celle des membranes conventionnelles.

Pour ce faire, le présent travail a été structuré en 4 chapitres et d'une conclusion.

**Le Premier chapitre** traite le recyclage des polymères en particulier le PET.

**Le deuxième chapitre**, présente les techniques de traitement membranaire, les différents procédés de fonctionnement et installations en passant les techniques de l'ultrafiltration et de la nano filtration.

**Le troisième chapitre** est consacré à une revue bibliographique générale sur les procédés de séparation membranaires, l'historique de la séparation membranaire, la classification des membranes et les différentes techniques membranaires, la géométrie des modules membranaire, et les modes d'écoulement du fluide à travers la membrane.

**Le quatrième chapitre** est consacré à la partie expérimentale et méthode et discussion des résultats

**Le cinquième chapitre** est consacré à l'Étude de séparation de l'eau chargée des membranes à base de PET

**En fin** une conclusion générale.

# **Chapitre I : Polymères recyclé**

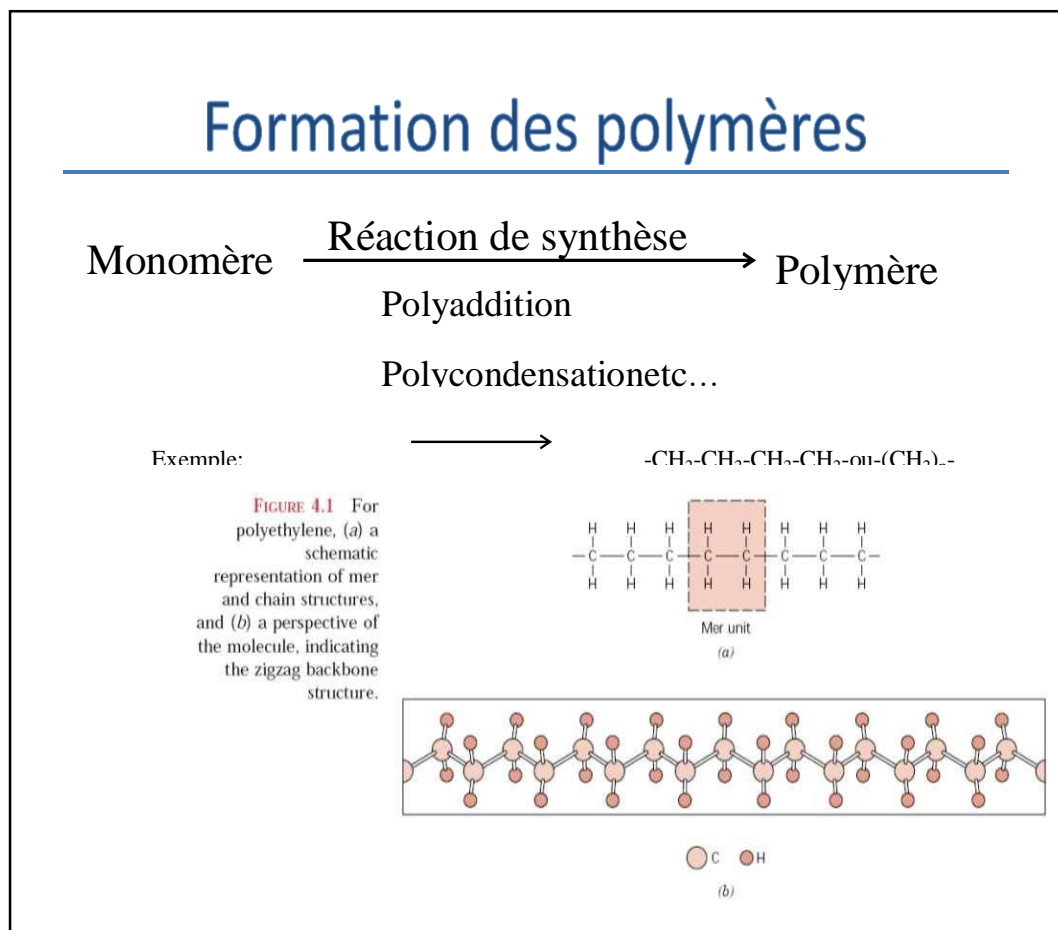
# I Polymères

## I.1 Polymères

Ils sont définis comme :

- Matière plastique : qui sont de vaste gamme de matériaux extraits artificiellement de substances organiques et formés par échauffement.
- Substance composée de molécules de masse moléculaire élevée (macromolécules), généralement constituée par la répétition d'atomes ou de groupes d'atomes.
- Plastiques, car à une certaine étape ils sont plastiques.

Les Polymères, qu'ils soient naturels (caoutchouc, bois, cuir...) ou de synthèse (matières plastiques, bitumes...) sont principalement issus de la pétrochimie.



**Figure 1** : Formation des polymères.

### I.1.1 Classifications des polymères selon les propriétés

Il existe 3 groupes de polymères :

- Thermoplastes ou thermoplastiques
- Élastomères
- Thermo durcis ou thermodurcissables

#### Thermoplastes

- Groupe le plus important (en nombre)
- Macromolécules de taille limitée, linéaires ou ramifiées
- Semi-cristallins ou amorphes

#### Exemples

- **Polyéthylène (PE) :  $-(CH_2)_n-$**  : Utilisé pour la fabrication de feuilles barrières, récipients domestiques, canalisation des eaux usées (HD). Ils sont fragilisés par les UV et existent sous différentes densités (LD-PE, HD-PE).
- **Polytétrafluoroéthylène (PTFE, teflon) :  $-(CF_2)_n-$**  Grande stabilité, peu de friction mécanique, peu inflammable. Ils sont utilisés comme ruban dans les joints de tuyaux, mélangé avec des fibres de verre dans des toitures
- **Polychlorure de vinyle (PVC) :  $-(CHCl-CH_2)_n-$**  : Durs, inflammables, résistants aux acides et bases. Ils se ramollissent à 80°C. Pour former des produits rigides, semi-rigides, flexibles ou élastiques (selon la quantité) on leur adjoint des plastifiants. Ils sont utilisés pour les tuyauteries d'eau potable ou usée, pour les gaines de ventilation, les profilés de menuiserie (fenêtres), les stores, les revêtements muraux ou de sol
- **Polypropylène (PP) :  $-(CH_2-CHCH_3)_n-$**  : Dur et insoluble dans n'importe quel solvant organique. Haute résistance mécanique et chimique au-dessus de 100°C. On les utilise pour les appareils sanitaires et conduites d'eau, en industrie automobile et pour les emballages alimentaires. Ajouté au béton sous forme de fibres et améliorent les propriétés mécaniques.
- **Polystyrène (PS) : Se prête facilement au moulage et à l'extrusion, ils sont utilisés pour les objets domestiques, les éléments électriques et les peintures. Les**

PS expansé (obtenu en réchauffant les granulés de PS contenant un agent gonflant) ils s'emploient en isolations thermiques.

## **Élastomères**

- Obtenus à partir de polymères linéaires ayant des liaisons secondaires extrêmement faibles (forces de cohésion).
- Peuvent être considérés comme des liquides très visqueux. Amorphes.
- Pontage.
- Grandes déformations (>1000%) presque totalement réversibles (ce qui est lié à la faible densité de réticulation)

### **Exemple :**

- Caoutchouc silicone
- Pour étanchéité.
- Bonne adhésion, bonnes propriétés élastiques, bonne durabilité, hydrophobe (n'aime pas l'eau).
- Caoutchouc naturel (NR)

On les utilise comme appuis pour les ponts, diminution de la vibration dans les bâtiments

## **Thermoducris**

- 1 seule macromolécule de taille infiniment grande
- Presque toujours amorphes
- Généralement à 2 composants
- Fortement réticulés (10 à 1000x > élastomères)
- Caractéristiques mécaniques meilleures qu'élastomères
- Résistance à la T meilleure qu'élastomères
- Réticulation à l'aide de T ou des UV
- Structure 3D
- Infusibles (ne fondent pas mais se décomposent à T élevée) et insolubles (donc non recyclables)
- Mise en forme moins rapide et moins facile que pour les thermoplastes, car réaction de réticulation lente

## Exemple

- Résine phénol-formaldéhyde (PF)

Exemple bien connu : la bakélite (l'un des 1ers polymères synthétisés). Fabrication des laminés type Formica.

Adhésifs résistants à l'eau.

- Résine mélamine-formaldéhyde (MF)

Inflammable, résistante aux solvants, peut être colorée ou émaillée. Fabrication des stratifiés.

- Polyester insaturé (UP)

Peintures ou textiles. Souvent renforcé avec des fibres de verre pour des panneaux. Citerne d'eau froide, piscine préfabriquée...

- Résine époxyde (EP)

Très bonne résistance aux agents chimiques et à l'usure. Revêtements de sol sans joints, colles de qualité (araldite). Très bonne capacité d'adhérence à l'acier et au bois.

Béton de résine. Composites. Coût élevé mais bonnes performances

Températures de transition vitreuse :

- Pour la plupart des polymères
- Marque la frontière entre 2 états fondamentaux :

–L'état caoutchoutique (mou, liquide, visqueux) à haute T

–L'état vitreux (dur, cassant) à basse T

### I.1.2 Adjuvants

- **Plastifiants** : diminuent la forces de liaison entre chaines, améliorent la souplesse d'un polymère
- **Lubrifiants** : qualités de frottement
- **Stabilisants** : ralentir la dégradation
- **Ignifugeants** : amorçage ou propagation de la combustion

- **Fillers (charges) : 5-60%** → ↑ propriétés méca
- **Renforts (composites) :** applications structurelles principalement

## I.2 Plastique

La conception d'un produit en plastique doit passer obligatoirement par le choix adéquat de la matière plastique. Ceci étant dit pour toutes les applications et surtout pour les récipients, les bouteilles, flacons, etc. ... Car ces derniers sont toujours en contact avec des produits chimiques ou alimentaire ou pharmaceutiques qui sont des applications très sensibles. Ci-après on décrit brièvement comment choisir les matériaux plastiques pour les récipients, leurs qualités, usages et limites

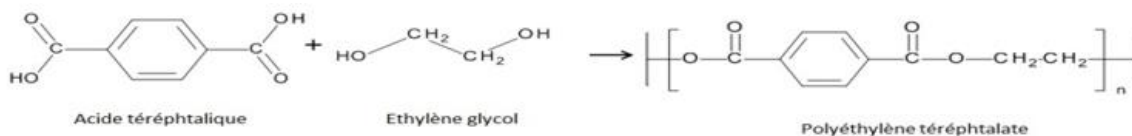
### I.2.1 Présentation de polymère Polyéthylène téréphtalate PET

Le polyéthylène téréphtalate est un produit de polycondensation de l'acide téréphtalique avec l'éthylène glycol. Les polyesters linéaires ont d'abord été utilisés essentiellement pour la fabrication de fibres textiles (tergal, diolen...) ou de films (mylar, terphane...). Mais la tendance actuelle est de développer leurs applications en tant que matières plastiques techniques pour les industries mécaniques et électriques, en raison de leurs propriétés.

Numéro CAS..... 25038-59-9

Famille du polymère .....Polyesters linéaires

Synonymes .....PETP (Poly éthyle benzene-1,4-dicarboxylate)



**Figure 2 :** Formule développée de Polyéthylène téréphtalate.



# **Chapitre II : Généralités Sur Les Traitements Membranaires**

## **II.1 Introduction**

Procédés de traitements membranaires ont pris, au cours de cette dernière décennie, de plus en plus d'importance dans le domaine du traitement de l'eau et ce n'est pas sans raison qu'elles sont considérées aujourd'hui comme la technologie du futur. En effet, elles assurent une épuration des effluents à la fois efficace et respectueuse de l'environnement, qui se fait quasiment sans aucune utilisation de produits chimiques.

Le développement industriel des techniques de solvo-transferts ne date que des années 1970. De nos jours, elles sont utilisées dans de nombreux secteurs comme l'industrie pharmaceutique, l'industrie agro-alimentaire, et la production d'eau potable. [1][2]

Dans ce chapitre, nous allons présenter des généralités relatives aux procédés de traitement membranaires.

## **II.2 Traitements membranaires**

Les techniques de traitements membranaires sont des procédés physiques de séparation qui utilisent les propriétés de tamisage moléculaire d'une membrane poreuse. Le liquide contenant les constituants à séparer est soumis à une contrainte extérieure afin de lui faire traverser la membrane.

La filtration membranaire est donc une technique de filtration poussée. Elle permet de séparer l'eau des substances solubles, telles que les substances organiques, les matières en suspension et les métaux (particulaires ou ioniques). Elle est utilisable autant pour éliminer les polluants de l'eau résiduaire que pour produire de l'eau de processus. Les systèmes de traitements membranaires sont des systèmes de traitement à haut rendement qui séparent les polluants de l'eau et les concentrent. Ils servent à produire de l'eau pure à partir d'eau de réseau ou de nappe, à recycler de l'eau, à traiter des effluents, etc.[3][4]

## **II.3 Principe de la filtration membranaire**

Le principe de base de la filtration membranaire consiste au passage d'un fluide à travers un média filtrant. L'effluent à traiter entre dans la membrane pour sortir en deux parties distinctes, le filtrat (ce qui est passé à travers la membrane) et le concentrât (le reflux retenu par la membrane).[3]

Les techniques de séparation membranaires mettent en œuvre des phases constituées :

- du fluide à traiter : l'effluent (la solution à dépolluer, l'eau à dessaler...).
- du fluide traité (filtrat).
- de la membrane.

La membrane va jouer le rôle d'interface sélective entre les deux phases. Le transfert de matière d'une phase à l'autre va dépendre de l'intensité de la contrainte appliquée de part et d'autre de cette interface. Cette contrainte a pour but d'accélérer le processus de séparation.

#### II.4 Types des traitements membranaires

Les différentes opérations de séparation membranaires sont le plus souvent distinguées selon la force motrice régissant la séparation. Le Tableau 1 ci-dessous nous résume les différentes opérations selon leur force motrice.

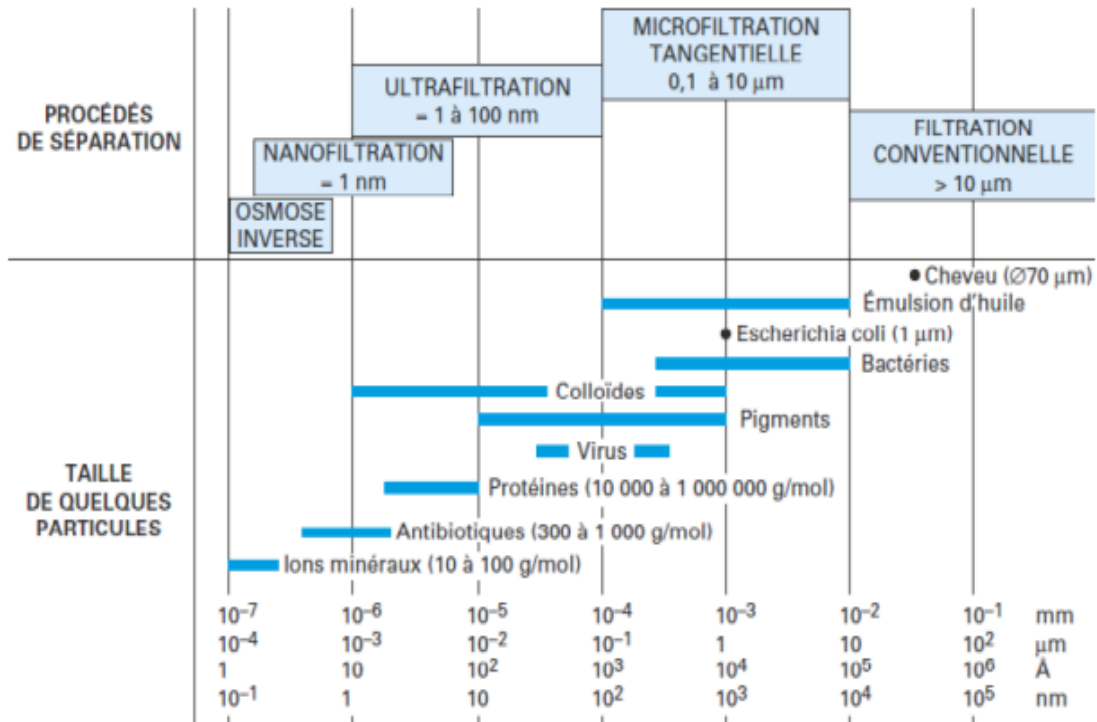
**Tableau 1** : Différents types de traitements membranaires

<b>Force motrice</b>	<b>Opérations</b>
<b>Gradient de pression</b>	Microfiltration, ultrafiltration, nano filtration, osmose inverse, permutation de gaz.
<b>Gradient de potentiel électrique</b>	Électrodialyse, électrolyse sur membrane
<b>Gradient de température</b>	Distillation membranaire

#### II.5 Procédés baromembranaires

Osmose inverse, nano filtration, ultrafiltration, et microfiltration se définissent comme des procédés de séparation en phase liquide par perméation à travers des membranes perméables sous l'action d'un gradient de pression

Ces procédés utilisent des membranes dont les diamètres de pores diminuent progressivement quand on passe de la microfiltration à l'ultrafiltration, puis à la nano filtration  
Figure 3



**Figure 3** : Situation des techniques de séparation par membrane en fonction de la taille des particules retenues.

### II.5.1 Qu'est-ce l'osmose inverse

L'osmose inverse (OI) est un procédé qui met en œuvre des membranes denses qui ne laissent passer que le solvant et qui arrêtent les sels. La séparation solvant-soluté se fait par un mécanisme de solubilisation-diffusion : le solvant s'adsorbe dans la phase membranaire puis diffuse à travers le matériau. La pression appliquée doit être supérieure à la pression osmotique exercée en amont de la membrane par la solution filtrée pour observer un flux de perméat à travers la membrane. Les pressions appliquées varient de 20 à 80 bars. Les membranes d'osmose inverse (membranes denses) peuvent retenir les ions monovalents par un mécanisme différent qui fait appel à la solubilisation et la diffusion. Celui-ci considère que le taux de transmission d'un soluté à travers une membrane d'osmose inverse résulte d'un processus dans lequel le soluté se solubilise dans la phase membranaire

Puis diffuse à travers celle-ci pour rejoindre le compartiment perméat. Les principales applications industrielles de l'osmose inverse sont les suivantes :

- Dessalement d'eau de mer et d'eaux saumâtres
- Élimination de pesticides et d'herbicides

- Production d'eau ultra pure (industrie électronique, pharmaceutique...)
- Concentration d'antibiotiques

### **II.5.1.1 Osmose inverse OI**

L'osmose inverse utilise des membranes denses, c'est-à-dire des membranes qui sont sans porosité apparente. Elles laissent passer le solvant (eau dans la plupart des cas) et arrêtent à peu près tous les solutés, y compris les sels. Cette technique est typiquement utilisée :

- pour la déminéralisation des eaux (dessalement de l'eau de mer et des eaux saumâtres, production d'eau ultra pure).
- pour la concentration de solutions (concentration de jus de fruits par exemple).

### **II.5.1.2 Membranes de dessalement par osmose inverse**

Une membrane d'osmose inverse peut être définie comme une couche mince semi perméable qui joue le rôle d'une barrière sélective qui sépare les substances dissoutes ou non, sous l'action d'une force chimique (concentration ...) ou physique (pression) . En général, les constituants qui sont plus petits que les pores de la membrane sont capables de passer à travers la membrane sous l'effet d'une pression appliquée tandis que les substances et les molécules de taille plus importante sont retenues par la membrane.

La technologie de la filtration sur membrane peut être appliquée pour la séparation fluide / fluide ou particules / fluide en vue de récupérer les espèces valorisables (eau, lactose, sels minéraux...). Le résultat d'une opération membranaire est la séparation du fluide à traiter en deux parties de concentrations différentes :

- le Rétentat qui contient les molécules ou particules retenues par la membrane,
- le Perméat qui contient les molécules qui traversent la membrane

## **II.5.2 Qu'est ce que l'ultrafiltration ?**

### **II.5.2.1 L'ultrafiltration**

L'ultrafiltration est une technique de filtration membranaire qui permet de clarifier mécaniquement un liquide. Elle est utilisée dans plusieurs domaines (traitement des eaux et des effluents pollués, la filtration du sang et la clarification des liquides dans l'industrie...) L'ultrafiltration utilise des membranes microporeuses qui laissent passer les petites molécules

(eau, sels) et arrêtent les molécules de masse molaire élevée. De plus, elle permet de valoriser les concentrats dans l'industrie (récupération de colorants, concentration en matière active...). [5]

### II.5.2.2 Principe de l'ultrafiltration

L'ultrafiltration est un procédé de séparation soluté / solvant, purement physique, où la force motrice est la pression du liquide à traiter. Cette pression peut aller jusqu'à 5 bars. [6]

Le principe est simple : l'eau pressurisée entre dans le module et traverse la barrière que constitue la membrane. Les substances retenues sont capturées sur la surface de la membrane et l'eau produite est extraite de l'intérieur des fibres. Les tailles des molécules retenues par l'ultrafiltration vont de  $0,002\mu\text{m}$  (correspond à  $2\text{nm}$ ) à  $0,1\mu\text{m}$ .

Les constituants arrêtés peuvent être des bactéries, des macromolécules synthétiques ou naturelles, des agrégats moléculaires ou des particules issues de divers procédés. Ils pourront alors être recyclés plutôt que mis en décharge. [7][8]

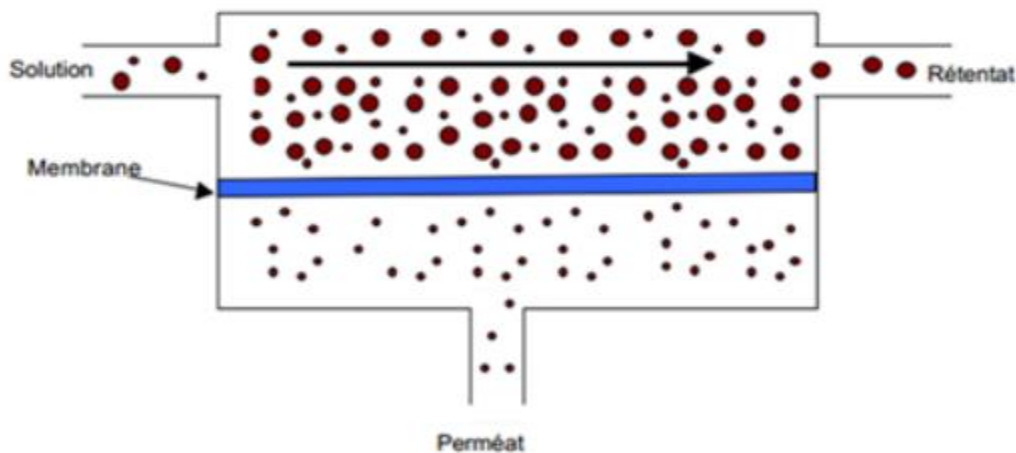


Figure 4 : Principe de l'ultrafiltration.

### II.5.2.3 Membranes d'ultrafiltration

Une membrane d'ultrafiltration se présente sous la forme d'une fibre creuse, constituée d'une mince peau (couche filtrante) déposée sur un support. Elles sont composées d'une matière poreuse, avec des pores d'une taille environ 10000 fois plus fine qu'un cheveu humain.

Le mode d'utilisation et le type de membrane dépendent du fluide à traiter et des objectifs à atteindre. [9]

#### II.5.2.4 Installation de l'ultrafiltration

Une installation d'ultrafiltration met en œuvre :

- un ensemble de membranes organisées en modules.
- une pompe d'alimentation haute pression
- une pompe de circulation.
- un échangeur thermique pour maintenir le liquide à la température désirée. Il existe deux principaux procédés d'installations :

- **procédé batch ou discontinu** où le système peut ou ne peut comporter une recirculation pour réaliser une économie d'énergie dans le premier cas.

- **procédé continu** où la boucle de filtration est alimentée en permanence. Industriellement, plusieurs modules sont placés en série pour obtenir un bon rendement.

#### II.5.2.4 Avantages et inconvénient de l'ultrafiltration

Parmi les avantages de l'ultrafiltration, nous citons :

- un système simple, automatisable, ne laissant pas de résidus dans l'eau.
- la clarification et désinfection de l'eau en une seule étape.
- la garantie d'une eau de qualité constante et irréprochable.
- la facilitation du recyclage ou la réutilisation de l'eau.
- un procédé mécanique qui réduit le recours aux produits chimiques. [10]

Pour les inconvénients on cite :

- un coût d'installation à échelle industrielle relativement élevés.
- une accumulation progressive des particules à la surface des membranes qui provoque un rapide colmatage, altérant les performances de la filtration.
- un cycle de nettoyage des membranes relativement long, et production d'effluent de nettoyage.

- une efficacité non totale : certains pesticides et molécules responsables de goûts et odeurs désagréables ne sont pas retenus, du charbon actif est ajouté au récupérât pour une meilleure pureté.

### **II.5.2.5 Applications de l'ultrafiltration**

L'ultrafiltration est fondamentalement un système unique pour remplacer la clarification et la filtration. Ses applications sont donc très nombreuses, comme par exemple :

- la production d'eau purifiée utilisée dans la préparation des médicaments.
- la potabilisation d'eau présentant une turbidité élevée.
- le prétraitement d'eau avant une unité d'osmose inverse, pour le traitement d'eau de surface, d'eau saumâtre à turbidité élevée ou d'eau de mer.
- le traitement de certaines eaux usées industrielles. [11]

### **II.5.3 Qu'est ce que la nano filtration ?**

#### **II.5.3.1 Introduction**

La nano filtration est le terme utilisé pour désigner une technique séparative à membranes permettant la rétention de composés ayant une taille en solution voisine de celle du nanomètre (soit 10 Å), d'où son nom. Les applications possibles sont nombreuses :

- déminéralisation sélective (adoucissement des eaux) ;
- concentration de composés organiques de faible masse molaire (exemple : principes actifs de médicaments).

#### **II.5.3.2 Nano filtration**

La nano filtration tout comme l'ultrafiltration est un procédé de séparation effectué par l'application d'une pression. Elle utilise des membranes dont le diamètre des pores varie entre 0,001 et 0,01 micromètre. Elle couvre un domaine de séparation intermédiaire entre l'ultrafiltration et l'osmose inverse.

Elle est conçue pour obtenir une séparation très spécifique de composés à faible poids moléculaire, tels que les sucres et les minéraux dissous.



### **II.5.3.3 Principe de la nano filtration**

Comme pour l'ultrafiltration, l'eau pressurisée traverse la barrière que constitue la membrane. Les substances retenues sont capturées sur la surface de la membrane et l'eau produite est récupérée. Le gradient de pression peut atteindre les 25 bars. La taille des particules retenues est de l'ordre du nanomètre, leurs diamètres sont inférieurs à 0,002  $\mu\text{m}$  (2nm), ce qui correspond à un poids moléculaire compris entre 100 et 1000 Dalton. Ces particules peuvent être des virus, des macromolécules organiques, des sels dissouts, etc.

### **II.5.3.4 Membranes de nano filtration**

Une membrane de nano filtration est une membrane artificielle poreuse souvent porteuse d'une charge électrique fixée. Les pores ont un diamètre de l'ordre du nanomètre. Les membranes de nano filtration aussi bien organiques qu'inorganiques ont une structure asymétrique comprenant trois niveaux :

- un support macroporeux offrant une bonne résistance mécanique et des flux de solvants élevés.
- une couche intermédiaire assurant la liaison entre le support et la couche active.
- une couche finale active dont les deux caractéristiques principales sont une faible épaisseur, inférieure au micron, et des diamètres de pore de l'ordre du nm. [12]

### **II.5.3.5 Avantages et inconvénients de la nano filtration**

Parmi les avantages de la nano filtration, on cite :

- une bonne rétention des ions bivalents : sulfates, calcium et magnésium, ces deux derniers formant la dureté de l'eau ;
- un passage important des ions monovalents qui contribuent le plus à la pression osmotique, ce qui entraîne une faible demande énergétique.
- une rétention de tous les polluants dissouts, quelle que soit leur nature et leur concentration.
- la diminution de l'usage du chlore. [13]

Tout comme l'ultrafiltration, la NF présente un important coût d'installation, un rapide colmatage des membranes, et un long cycle de nettoyage. L'eau produite par NF est tellement

pure qu'il faut parfois procéder à une reminéralisations ; ceci grâce au très faible diamètre des pores.

#### **II.5.3.6 Applications de la nano filtration**

Les principaux marchés actuels sont la séparation de petites molécules dans la pharmacie, les biotechnologies, l'agro-alimentaire et surtout l'environnement qui recèle les plus forts potentiels de développement. Parmi ces applications nous citons :

- le traitement des effluents en industrie.
- la fabrication des eaux de procédé.
- l'élimination des nitrates de l'eau.
- l'adoucissement des eaux de surface ou souterraines.
- la séparation et la concentration des principes actifs.

# **Chapitre III : Procédés DeSéparation**

## **Membranaire**

### **III.1 Introduction**

Ces dernières années, la technologie de séparation par l'utilisation de matériaux membranaires a connu de grandes applications dans les processus industriels. Ces procédés membranaires sont largement utilisés dans la purification, la concentration et le fractionnement de mélanges liquides/liquides, gaz/liquide, solide/liquide et même gaz/gaz. Les avantages évidents d'économie d'énergie, de compacité, de facilité d'utilisation et de maintenance, de fonctionnement continu et de respect de l'environnement ont fait de la technologie membranaire une alternative de plus en plus appréciée dans le monde industriel. Actuellement, les techniques membranaires trouvent des applications dans des domaines auparavant dominés par des procédés plus conventionnels, tels que la distillation, l'absorption, l'adsorption, l'extraction et la filtration. Les procédés de séparation membranaire sont aujourd'hui considérés comme des technologies avancées, performantes et avantageuses à l'usage industriel. Toutefois, leur installation, leur mise en œuvre et, plus particulièrement, leur exploitation ont besoin d'une attention et une expertise particulière afin d'obtenir des procédés industriels extrêmement performants, fiables et économiques

### **III.2 Membranes et procédés**

Dans cette partie nous présentons une étude bibliographique, sur les différents aspects des membranes, à savoir leurs définitions, leurs principes de mise en œuvre, leurs classifications, les différents procédés et modules membranaires, et leurs configurations.

### **III.3 Historique**

Les études systématiques des phénomènes membranaires remontent aux philosophes scientifiques du 18<sup>ème</sup> siècle. Par exemple, Abbé Nolet a inventé le mot « osmose » pour décrire la perméation de l'eau à travers un diaphragme en 1748. À cette époque, les membranes n'avaient pas d'applications industrielles ou commerciales, mais étaient utilisées comme outils de laboratoire pour développer des théories en physique et en chimie.

Par exemple, les mesures de la pression osmotique des solutions effectuées avec des membranes par Traube et Pfeffer ont été utilisées par Van'tHoff en 1887 pour développer sa loi limite, qui explique le comportement des solutions diluées idéales. Ces travaux ont conduit directement à l'équation de Van'tHoff. À peu près à la même période, le concept d'une membrane semi-perméable parfaitement sélective a été utilisé par Maxwell et d'autres pour développer la théorie cinétique des gaz. [14]

Les premières expériences ont été réalisées avec différents diaphragmes d'animaux. Plus tard, les membranes au collodion (nitrocellulose) ont été préférées, car elles pouvaient être reproduites. En 1907 Bechhold a mis au point une technique pour préparer des membranes de nitrocellulose d'une taille de pore spécifique. Ces travaux ont été approfondis et ont conduit à la commercialisation de membranes de nitrocellulose microporeuses au début des années 1930. Au cours des 20 années suivantes, la technologie de microfiltration membranaire a été étendue à d'autres polymères tels que l'acétate de cellulose. La première application significative des membranes a été le test de potabilité de l'eau à la fin de la Seconde Guerre mondiale. En 1960, les éléments de la science moderne des membranes ont été développés, mais ces membranes n'ont été utilisées que dans quelques laboratoires et pour de petites applications industrielles spécialisées. Les procédés membranaires souffraient de quatre problèmes majeurs : peu fiable, trop lent, faible sélectivité, trop coûteux. Au cours des trente dernières années, des solutions à chacun de ces problèmes ont été développées pour permettre à ces procédés d'avoir leur place en grande industrie.

Le transfert de la séparation membranaire de l'échelle du laboratoire à l'échelle industrielle a été rendu possible par la découverte au début des années 1960 du procédé Loeb-Sourirajan pour la fabrication de membranes d'osmose inverse anisotropes sans défaut et à haute teneur en CO<sub>2</sub>[15]. Ces membranes sont formées d'une fine surface sélective reposant sur un support microporeux plus perméable assurant la stabilité mécanique. Parallèlement à ces applications industrielles avait lieu le développement des procédés membranaires dans le secteur médical notamment avec le rein artificiel en 1945. Au bout de 20 ans, cette technologie a pu être utilisée à grande échelle, mais ces développements étaient terminés au début des années 60.

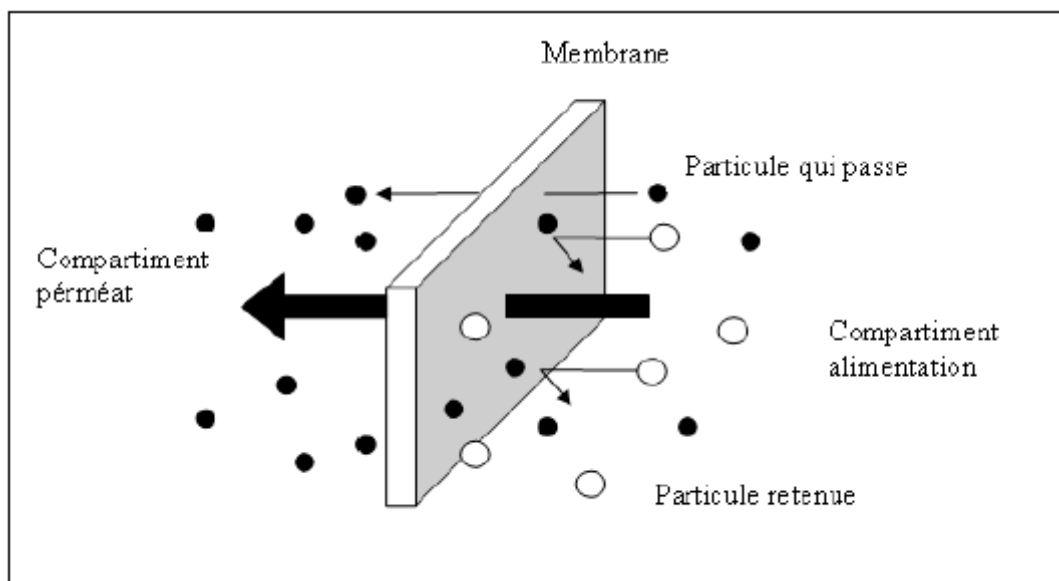
### **III.4 Définition d'une membrane**

Une membrane peut être décrite comme une barrière de quelques centaines de nanomètres à quelques millimètres d'épaisseur, c'est une structure dont les dimensions latérales sont très grandes devant son épaisseur, et qui, sous l'effet d'une variété de forces motrices, va permettre ou interdire le passage de certaines espèces entre deux milieux qu'elle sépare. La force de transfert recouvre le gradient de pression partielle, de concentration ou de potentiel électrique.

Le flux traversant la membrane est appelé le perméat, tandis que celui retenu par cette dernière est le rétentat. Selon les objectifs de la séparation, l'un ou l'autre de ces deux flux

peut être utilisé comme produits d'utilisation finale, représente le principe d'un procédé de séparation membranaire tangentielle, dans lequel la force de transfert est une différence de pression partielle ou un gradient de concentration de part et d'autre de la membrane. [16]

Les critères de sélection d'une membrane sont complexes et dépendent de l'application envisagée. De nombreuses considérations concernant la productivité et la sélectivité de séparation sont prises en compte. La stabilité mécanique et la durabilité de la membrane sont également optimisées en fonction des coûts. Cependant, la sélectivité et le taux de perméation (perméance) sont clairement les propriétés les plus importantes de la membrane [17]



**Figure 5 :** Principe d'une séparation par membrane.

### III.5 Classification des membranes

Il existe une grande diversité de membranes qui se différencient les unes des autres par leur géométrie, leur structure et leur nature. Les caractéristiques chimiques et structurales de ces matériaux leur confèrent des performances de séparation clairement identifiées les rendant ainsi aptes à réaliser des séparations spécifiques dans divers secteurs de l'industrie.

#### III.5.1 Membranes poreuses

Sont constituées d'une matrice solide comportant des pores dont le diamètre est compris entre 2 nm et 10  $\mu$ m. La séparation s'y effectue selon un principe de tamisage analogue à la filtration. Les particules de taille plus grosses que les pores sont toutes retenues,

celles de taille intermédiaire sont partiellement retenues et les particules de petites tailles passent quasi totalement. [18]

### **III.5.2 Membranes denses**

Sont quant à elles des membranes non poreuses. Le terme dense est employé pour décrire une membrane dénuée de pores. La diffusion des espèces a lieu dans les volumes libres situés entre les chaînes moléculaires du matériau membranaire. Leur sélectivité est étroitement liée à l'affinité chimique du matériau qui les constitue vis-à-vis des espèces qui diffusent.

### **III.5.3 Membranes échangeuses d'ions**

Sont des membranes denses ou poreuses portant des charges. La membrane porte des ions fixes, qui peuvent être positivement ou négativement chargés.

Lorsque les ions positifs sont fixés sur la membrane, on parle de membrane échangeuse d'anion. Lorsque les ions de charge négatifs sont fixés, on parle de membrane échangeuse de cation. La séparation par une membrane électriquement chargée est réalisée par la taille de pore de la membrane aussi bien que par l'exclusion de co-ions (ions de même charge que la charge fixe de la membrane) .

### **III.5.4 Membranes symétriques et membranes asymétriques**

Les membranes symétriques sont des membranes ayant la même structure (poreuse ou dense) sur toutes leurs épaisseurs (structure isotrope) tandis que les membranes asymétriques possèdent une structure anisotrope dont les caractéristiques varient en allant de la face amont à la face aval, ces membranes sont formées d'une couche de surface très fine (la peau) déposée sur un support poreux plus épais (le corps de la membrane). La peau est très mince (0,1 à 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur) et représente la couche active et le support à une épaisseur 0,1 à 1 mm.

### **III.5.5 Membranes homogènes et membranes composites**

Les membranes asymétriques peuvent être soit homogènes avec le même matériau constituant les différentes couches, soit composites obtenues par la déposition d'une couche fine et homogène d'un premier matériau sur un support poreux constitué d'un deuxième matériau.

### III.5.6 Membranes organiques et membranes inorganiques

#### Les membranes organiques

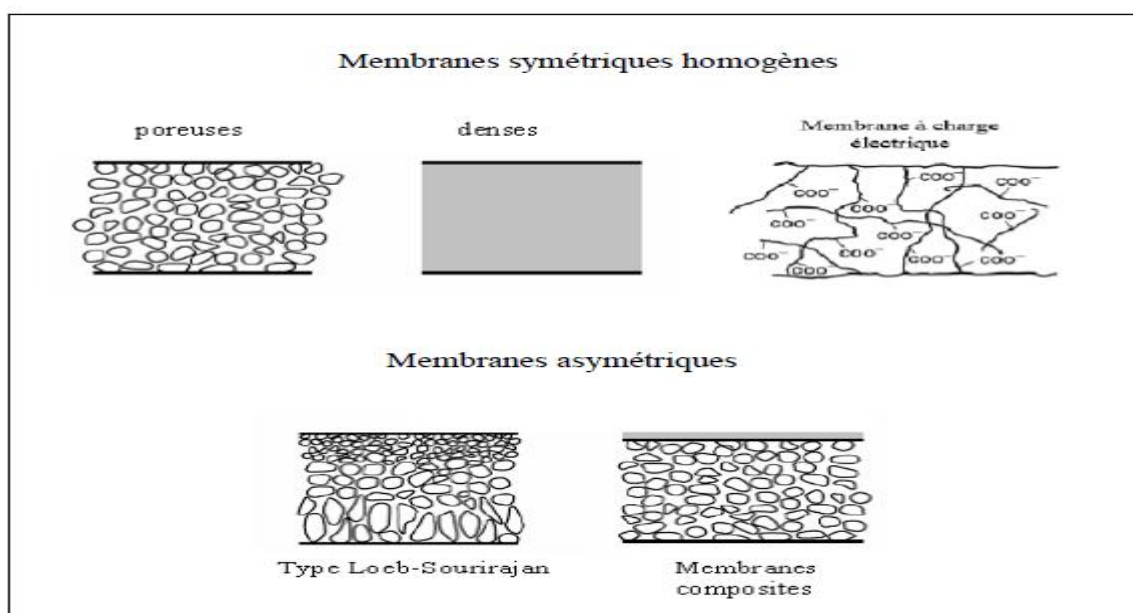
Sont généralement des membranes polymères (dérivés de l'acétate de cellulose, polyamides, polyimides, polysulfones, polyéthersulfone, le polyfluorure de vinylidène...). [19][20]. Les membranes polymériques sont relativement peu coûteuses, faciles à fabriquer, disponibles dans une large gamme de tailles de pores et présente l'avantage de pouvoir être produites sous différentes formes (plate, fibre creuse, spirale). Ce type de membranes est plus commercialisé et largement utilisé dans diverses industries.

#### Les membranes inorganiques (ou minérales)

Présentent une structure à la fois composite et asymétrique : elles sont composées d'un support macroporeux à base d'alumine ou de carbone sur lequel est déposé un nombre variable de couches d'oxydes minéraux (ex:  $ZrO_2$ ,  $TiO_2$ , alumine). Elles ont une stabilité chimique, mécanique et thermique supérieure aux membranes polymères, mais sont en contrepartie plus coûteuses à cause de leurs méthodes de préparation assez compliquées.

De plus, les membranes inorganiques peuvent être nettoyées avec des produits chimiques agressifs, des solvants organiques ou par un courant d'eau chaude .

Les différents types de membranes décrits ci-dessus sont présentés dans la Figure



**Figure 6:** Représentation schématique des différents types de membranes en fonction de leur structure.



### III.6 Géométrie des modules

Afin d'être utilisées à l'échelle industrielle ou au laboratoire, les membranes doivent être montées dans des supports appelés modules. Les différents types de modules développés au cours du temps se distinguent en termes de performance par leur coût, la surface filtrante par module, la consommation énergétique par unité de volume de perméat produit, la facilité de nettoyage et l'aptitude à travailler dans les conditions de procédé (température, viscosité, pression, débit, pH, résistance aux traitements de nettoyage). Actuellement quatre types de modules sont commercialisés :

- Module à membrane plane.
- Module à membrane tubulaire.
- Module à membrane spiralée.
- Module à fibres creuses.

#### III.6.1 Module plan

Les modules plans Figure sont les plus anciens et les plus simples : les membranes sont empilées en mille feuilles séparées par des cadres intermédiaires qui assurent la circulation des fluides. Cet agencement présente beaucoup de flexibilité, et un bon accès aux membranes pour le nettoyage ou le remplacement. Ces systèmes sont cependant peu adaptés aux débits élevés, occupent trop de surface, se colmatent facilement et nécessitent généralement un pré filtration.

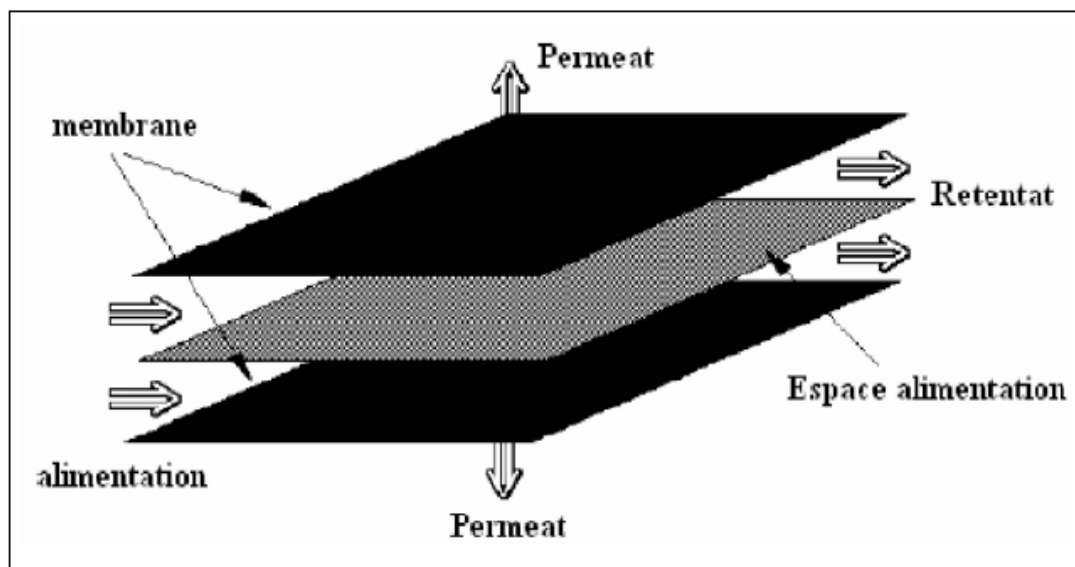


Figure 7 : Module plan (plaque) .

### III.6.2 Modules tubulaires

Sont constitués par un faisceau de tubes de 4 à 25 mm de diamètre intérieur. Le perméat est récupéré dans l'enveloppe du module, à l'extérieur des tubes. En raison de leurs grands diamètres internes, les modules tubulaires sont capables de traiter le flux d'alimentation contenant des particules de tailles relativement grosses. Ces systèmes sont basés sur une technologie simple, facile d'utilisation et de nettoyage, mais ils sont grands consommateurs d'énergie pour une faible surface d'échange par unité de volume.

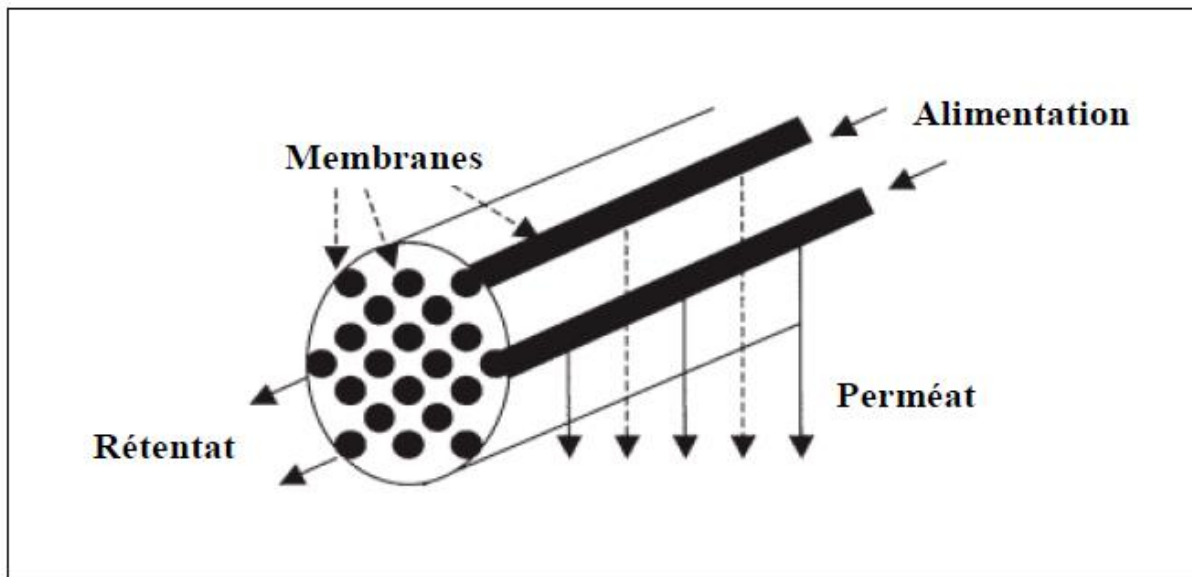
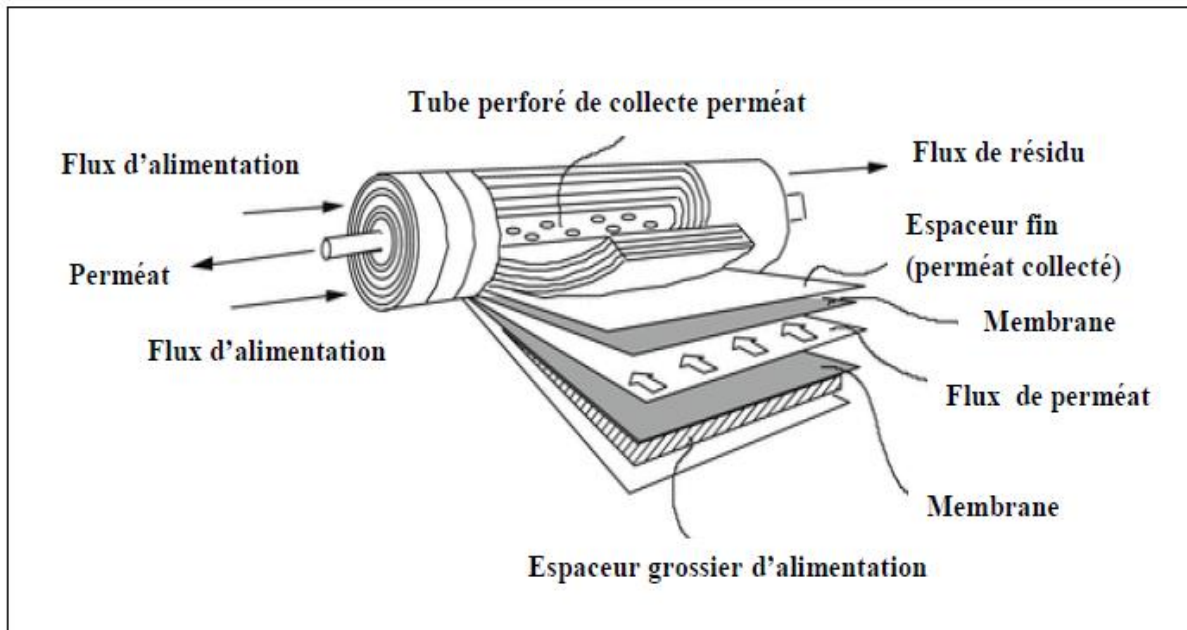


Figure 8 : Module tubulaire.

### III.6.3 Modules spirales

Les modules bobinés en spirale figure 9 sont constitués d'une membrane plane est enroulée sur elle-même autour d'un tube poreux qui recueille le résidu.

On obtient ainsi un cylindre multi couches où le perméat s'écoule selon un chemin en spirale vers le tube poreux tandis que l'alimentation circule axialement dans les canaux. La surface de contact effective d'un module bobiné en spirale est de l'ordre de 500 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>. Le principal inconvénient des modules spiralés est qu'ils sont beaucoup plus sensibles au colmatage. Le nettoyage et la désinfection sont cependant peu aisés et le débit d'opération est limité.



**Figure 9 :** Modules bobinés en spirale .

#### III.6.4 Module à fibres creuses

Ce type de module se présente comme un ensemble de fibres creuses regroupées dans une enveloppe. La peau est localisée à l'intérieur ou à l'extérieur de chaque fibre selon que le perméat est collecté à l'extérieur ou à l'intérieur des fibres.

Ils se présentent sous la forme d'échangeurs cylindriques. La calandre extérieure comprend un raccord d'entrée, un raccord de sortie pour le flux de rétentat, un raccord de sortie pour le flux de perméat, et éventuellement un raccordement pour la circulation d'un flux de balayage (ou de purge). A l'intérieur de la calandre se trouve un « fagot », comprenant en général plusieurs centaines de fibres. Ces fibres sont des cylindres creux, de diamètre interne compris entre 500 et 1000 micromètres. Leur longueur peut atteindre trois mètres.

On distingue deux domaines : le côté calandre et le côté tube.

En fonction de la configuration de l'installation, ces domaines jouent soit le rôle de circuit haute pression, soit celui de circuit basse pression. En principe, le gaz d'alimentation peut être fourni soit du côté calandre, soit du côté tube du perméateur à fibres creuses.

Dans la configuration d'alimentation côté enveloppe, le gaz d'alimentation pénètre dans le perméateur du côté enveloppe et le perméat est collecté à partir des tubes de fibre.

Dans la version la plus simple, une seule plaque tubulaire active est nécessaire pour permettre l'élimination du perméat des lumières de la fibre. Cette conception est simple et

l'assemblage du module est simple, mais des dispositions doivent être prises pour tasser les fibres de manière uniforme afin d'obtenir une répartition uniforme de l'écoulement.

Dans la configuration d'alimentation côté tube, le gaz d'alimentation pénètre dans les alésages de fibre à une extrémité des fibres creuses, et le résidu sort des lumières de fibre à l'autre extrémité tandis que le perméat est retiré du côté calandre du dispositif. Cela nécessite deux plaques tubulaires actives, une à chaque extrémité des fibres creuses. Dans cette dernière configuration, une distribution d'écoulement plus uniforme de l'alimentation sur la surface de la membrane est obtenue, ce qui est bénéfique pour un fonctionnement efficace. De plus, seule la paroi de fibre et les capuchons d'extrémité du dispositif à membrane sont pressurisés, et la pression du côté de la calandre est sensiblement faible. Par conséquent, l'exigence de résistance mécanique de l'enveloppe du perméateur est minimisée. Cependant, lorsque le courant de gaz sous pression se déplace vers ou depuis les alésages de fibre, les deux plaques tubulaires sont soumises à d'importantes contraintes de compression et de pure contrainte. Par conséquent, la conception du perméateur d'alimentation côté tube est plus compliquée que la conception d'alimentation côté enveloppe en raison des problèmes associés au support des plaques tubulaires.[21]

Les fibres creuses sont largement imposées dans les procédés de séparation des gaz, essentiellement grâce à leur compacité optimisée ; ils équipent plus de 80% des installations de séparation des gaz. [22]

Les principales exigences auxquelles doivent satisfaire les modules pour la séparation des gaz concernent les points suivants :

1. La résistance mécanique : la calandre et la membrane doivent pouvoir résister aux contraintes de pression et de température et à l'environnement chimique inhérent à l'application ;

2. La qualité des fibres et leur empilement : afin d'éviter l'existence de chemins préférentiels entre les fibres, celles-ci doivent être agencées de la manière la plus régulière possible. En pratique, elles sont assemblées parallèlement les unes aux autres ou selon un schéma hélicoïdal ;

3. Le type d'écoulement : les flux circulant dans les fibres et la calandre peuvent être soit à contre-courant, soit à co-courant, soit à courants croisés. L'alimentation du module peut se faire soit par l'intérieur des fibres, soit directement dans la calandre .figure11

4. Le coût d'installation et d'exploitation.

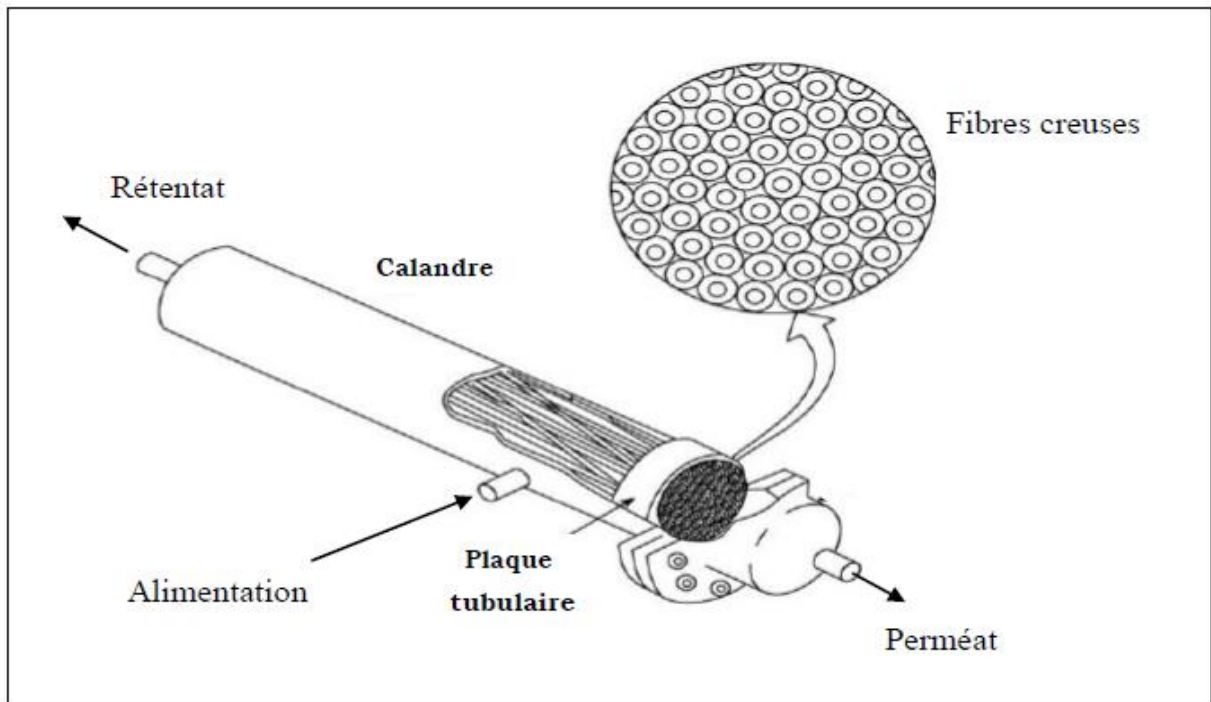


Figure 10 : Module à fibres creuses.

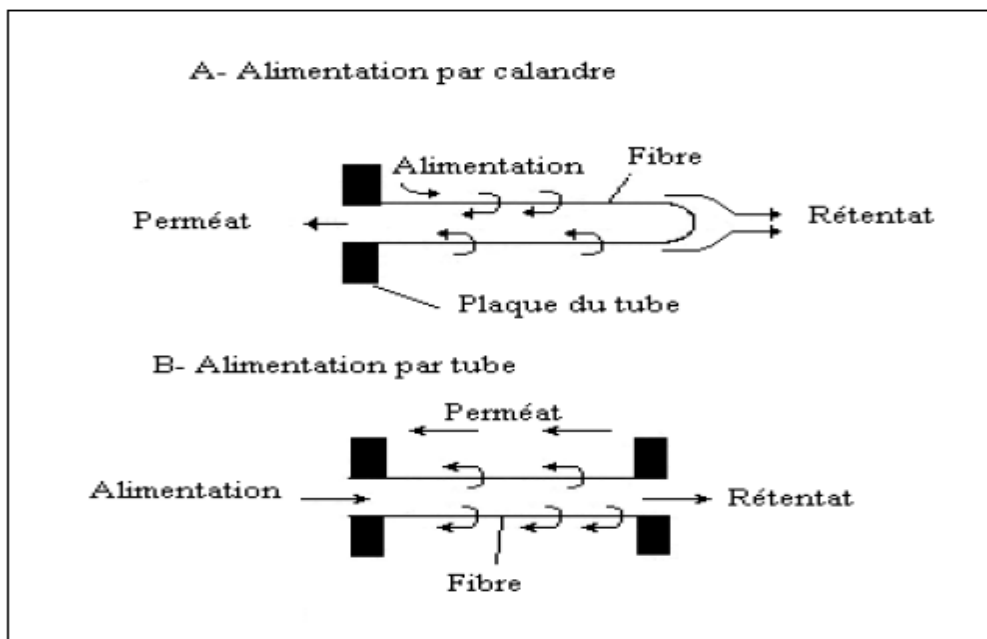


Figure 11 : Modes d'alimentation des modules.

Les modules spirales et les modules à fibres creuses sont les modules membranaires les plus utilisés pour la séparation des gaz. Dans notre travail on se limitera à l'étude d'un module membranaire à fibre creuse.

### III.7 Modes d'écoulement du fluide à travers la membrane

Selon le mode de passage du fluide à travers la membrane, les procédés de séparation membranaires sont classés en :

#### III.7.1 Écoulement frontales

Le flux d'alimentation est perpendiculaire au perméat. figure12

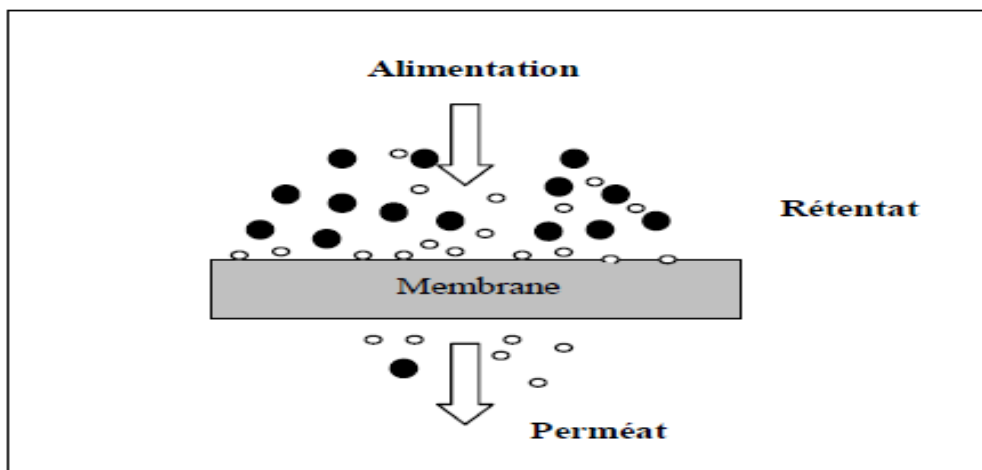


Figure 12 : Schéma d'écoulement frontal.

#### III.7.2 Écoulement tangentiels

Le flux d'alimentation est parallèle au perméat, figure13 trois possibilités se présentent :

- écoulement à Co-courant : Les flux d'alimentation et de perméat s'écoulent dans la même direction de part et d'autre des fibres, cet écoulement est également nommé écoulement parallèle ;
- écoulement à contre-courant : les deux flux d'alimentation et de perméat circulent chacun d'un côté de la membrane mais dans des directions opposées ;
- écoulement à courants croisés : une des phases s'écoule parallèlement aux fibres creuses tandis que la seconde circule de manière perpendiculaire aux fibres.

La plupart des procédés de séparation membranaires mis en œuvre actuellement dans l'industrie utilise le mode tangential et notre étude expérimentale concernera à ce mode

D'écoulement (Co-courant et contre-courant).

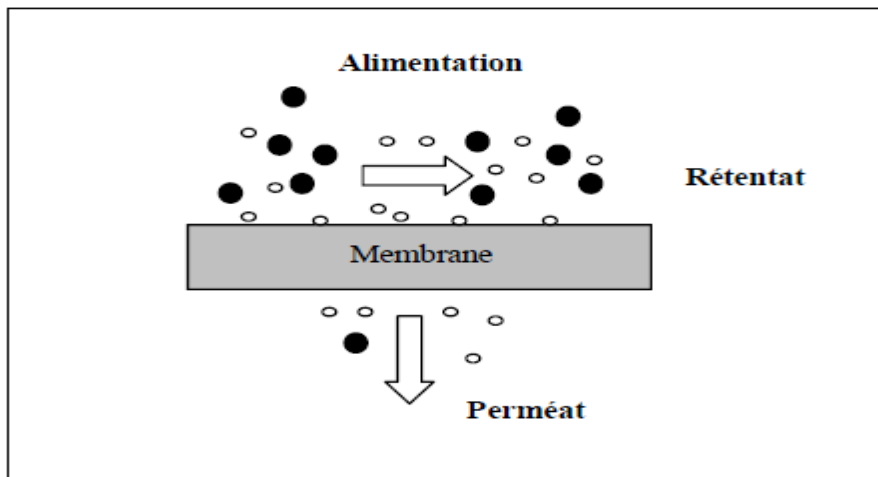


Figure 13 : Schéma d'écoulement tangentiel.

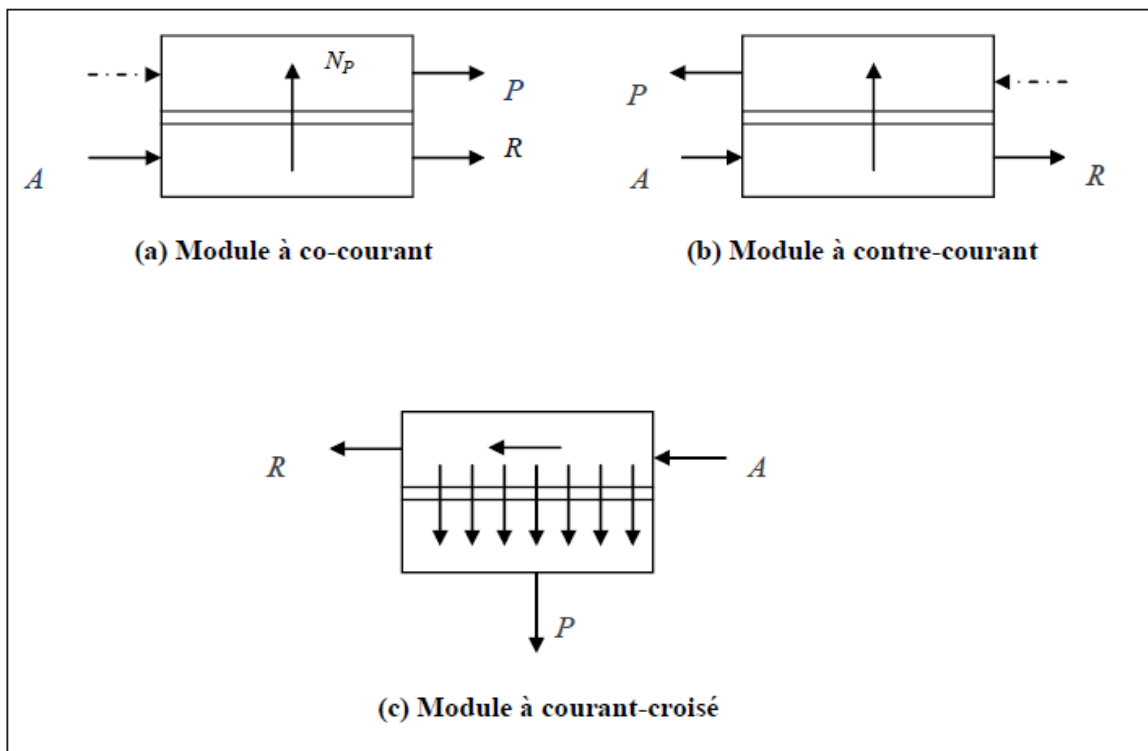


Figure14 : Illustre les géométries d'écoulement dans les techniques de séparation membranaire.

### **III.8 Conclusion**

Ce chapitre fournit une discussion sur les membranes et les processus membranaires afin de fournir une compréhension approfondie des principes fondamentaux de la membrane. La technologie des membranes s'est développée et est devenue des systèmes de séparation viables basés sur son concept et son fonctionnement simples, sa nature modulaire, sa facilité de mise à l'échelle. Recherche et le développement de cette technologie se développe pour un large éventail d'applications industrielles, à savoir le traitement des eaux usées, la séparation des gaz, la récupération d'huile, les conversions chimiques, etc.



# **Partie expérimentale**

# **Chapitre IV : Méthode et Discussion**

## **Des résultats**

De nombreuses membranes en polymères utilisées aujourd'hui dans les procédés de séparation de l'eau chargée sont composées d'une structure plutôt asymétrique, constituée d'une couche sélective très fine sur une sous-couche épaisse très poreuse.

Ce type de membranes est réalisé dans le cadre de ce travail par le procédé d'inversion de phase.

La morphologie et les performances de séparation de l'eau chargée, ainsi que les propriétés mécaniques des membranes sont strictement liées aux étapes de préparation ci-dessus.

- Préparation de la solution,
- Coulée du film,
- Coagulation

## IV.1 Matériel

### IV.1.1 Produit utilisé

#### IV.1.1.1 Polyéthylène téréphtalate (PET)

Le choix du polymère est important car il détermine performance, nature hydrophobe ou hydrophile ainsi que la stabilité chimique, thermique et mécanique de la membrane. Le PET limite, également, le choix des solvants et non-solvants utilisés pour préparer la membrane.

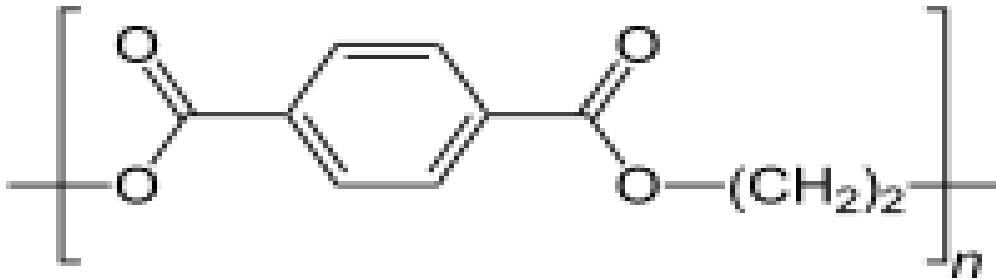
Dans ce travail, le PET sert de base pour préparer les membranes M1, M2, M3. Sa formule est :  $(C_{10}H_8O_4)_n$ .



**Figure 15** : Polymère PET pure.



**Figure 16:** Polymère PET recyclé.



**Figure 17 :** Formule polyéthylène téréphtalate (PET).

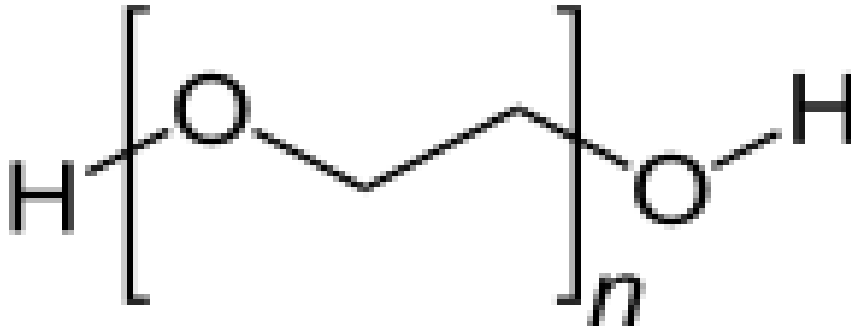
**Tableau 2 :** Caractéristiques de polymère (PET)

<i>Paramètres</i>	<i>Valeur</i>
<b>Formule brute</b>	$(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}_4)_n$
<b>Mass molaire</b>	222.24 g/mol
<b>T de fusion</b>	250-255 °c
<b>Masse volumique</b>	1,34–1,39 g cm <sup>-3</sup>

#### IV.1.1.2 Polyéthylène glycol (PEG) additive polymère

Le polyéthylène glycol ou PEG des polymères polyéthers linéaires de faible masse molaire est fabriqué à partir de monomères d'éthylène glycol. Leurs propriétés

hydrosolubles en font des produits. Il utilisé comme additif dans la préparation des membranes à base de PET, produit de marque Merck, il est conditionné dans des flacons en plastique de 1 Kg. Il est utilisé sans traitement au laboratoire. Sa formule linéaire est  $H-(OCH_2CH_2)_n-OH$



**Figure 18 :** Formule de Polymère Polyéthylène glycol PEG.



**Figure 19 :** Polymère Polyéthylène glycol PEG.

**Tableau 3 :** Caractéristiques de (PEG).

<b>Formule chimique</b>	$C_2H_4O$
<b>Masse molaire</b>	44g/mol
<b>Température de fusion</b>	60-63°C
<b>PH</b>	4.5-7.5

#### IV.1.1.3 L'eau distillée (Non-solvant)

On utilise l'eau distillée comme non solvant parce que disponible à laboratoire.

L'eau distillée dans un récipient est appelée un bain de coagulation.

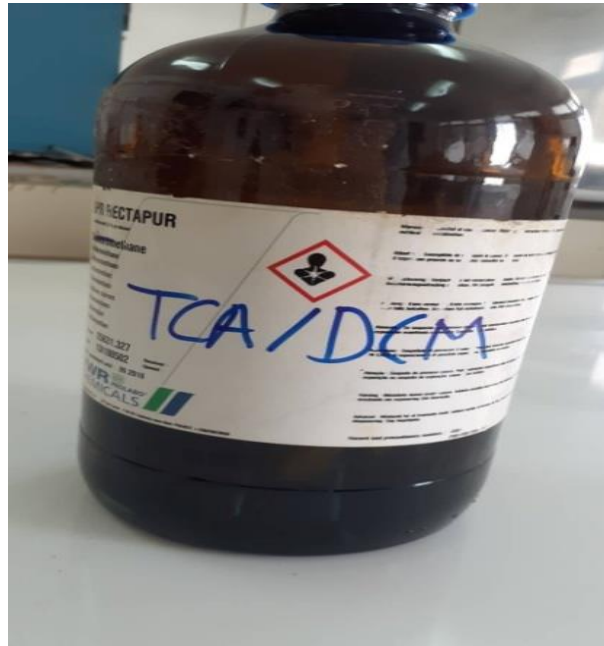


**Figure 20** : Bain de coagulation.

#### **IV.1.1.4 Solvent Dichloromethane (DCM)/ Trichloroacetic acid (TCA)**

Le TCA est entièrement approprié pour dissoudre le polymère PET, et a été considéré comme un candidat fort pour dissoudre le polymère PET par lui-même, néanmoins, le TCA n'est disponible que sous la forme d'une poudre cristalline aux conditions atmosphériques, et il n'est pas possible de l'utiliser sous une forme solide pour le dissoudre. Pour cette raison, le cristal de TCA est dissous dans le solvant DCM et transféré dans un liquide de mélange homogène de solution TCA/DCM. L'objectif principal de la dissolution du TCA était d'obtenir une solution de mélange capable de dissoudre le polymère PET. Le solvant DCM a été choisi pour produire un solvant de solution homogène mixte pour la préparation du polymère PET, principalement utilisé parce que, comparé aux autres solvants, tout d'abord, c'est un solvant pour le TCA, en même temps, il dissout partiellement le polymère PET, alors que l'eau par exemple comme solvant n'a aucun avantage pour dissoudre le polymère PET.

Reçusde notre laboratoire de recherche. [23]



**Figure 21** : Solvant de préparation de membrane M1, M2 et M3.

#### IV.1.1.5 Dioxyde de Silicium $\text{SiO}_2$

Le sable  $\text{SiO}_2$  a été traité, d'abord il est broyé dans des mortiers de porcelaine et ensuite il est calibré dans un tamis de  $50 \mu\text{m}$  figure 22.



**Figure 22** : Sable  $\text{SiO}_2$ .

Sa formule figure 23



Figure 23 : Formule de SiO<sub>2</sub>

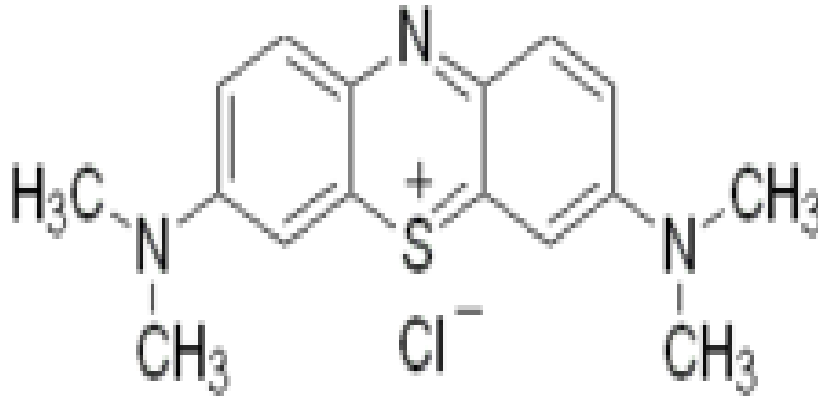
#### IV.1.1.6 Bleu de méthylène

Le bleu de méthylène figure 24, ou chlorure de Méthylthioninium, est un dérivé de la phénothiazine à la fois médicament et colorant dont l'action repose sur les propriétés redox sa formule



Figure 24 : Bleu méthylène.





**Figure 25** : Formule de bleu méthylène.

#### IV.1.1.7 Safran

Colorant alimentaire en poudre



**Figure 26** :Safran en poudre

#### IV.1.2 Appareillages

##### IV.1.2.1 Bouteilles

On utilise ce type de bouteille pour contenir et mélanger les solutions de préparation membranaires S1, S2, S3, à l'aide d'une agitation magnétique, cette bouteille en verre d'un volume de 100 ml, et couleur ambrée pour empêcher la dégradation de la solution membranaire par l'effet de la lumière du soleil, et avec un bouchon en aluminium qui n'est pas soluble avec les solvants polymères



**Figure 27:** Flacon en verre.

#### **IV.1.2.2 Agitateur magnétique**

L'agitation des solutions S1, S2, S3, se fait par l'utilisation de l'agitateur magnétique Figure 28 doté de variateur de vitesse et de réchauffeur pour obtenir une solution membranaire homogène. La figure 29 montre le processus d'agitation du polymère PET/solvant dans le flacon en verre contenant un barreau magnétique.



**Figure 28:** Agitateur magnétique.



**Figure 29** : Processus de l'agitation.

#### **IV.1.2.3 Plaque en verre**

Cette plaque de verre est utilisée Pour étalonnages, parce que ses propriétés ne laissent pas le contenant de la membrane PET y coller, et sans réaction sur sa surface, préférable avant d'utiliser ce verre qu'il soit nettoyé.



**Figure 30** : Plaque en verre.

#### IV.1.2.3 Seringue et le support membranaire

Seringue médicale 12cc et le support de la membrane est constitué en deux pièces, en formant dispositif pour filtration membranaire.



**Figure 31 :** Seringue et le support membranaire

#### IV.1.2.4 Mortier et pilon

Broyage du sable.



**Figure 32 :** Mortier et pilon en porcelaine.

#### IV.1.2.5 Tamis

Tamisage du sable



**Figure 33 :** Tamis de 50µm

#### IV.1.2.6 TDS (Total dissolved solids )

Utilisé pour mesurer la concentration ionique des solution par le biais de la conductivité électrique.



**Figure 34 :**Appareil de mesure TDS.

#### IV.1.2.7 Jauge de mesure d'épaisseur

Un micromètre numérique certifié INSIZE avec une résolution de 0.001



Figure 35 : Jauge de mesure d'épaisseur.

Plus quelques outils :

- Bécher** : utilisé lors des différentes manipulations Figure 36-A
- Pipette, pro pipette** : mesure des volumes lors de la préparation des différentes solutions Figure 36-B.
- Balance** : pour effectuer les différentes pesées Figure 36-C.

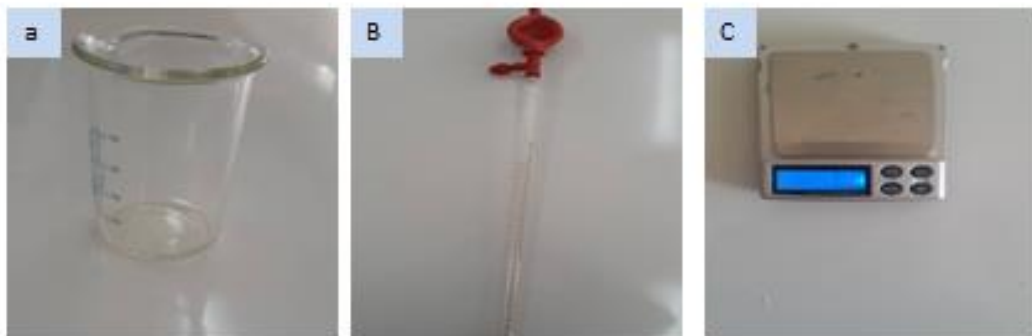


Figure 36 :Becher, pro pipette, balance.

## IV.2 RESULTATS ET DISCUSSION

### IV.2.1 Composition des membranes préparées

Trois types de membranes ont été préparées : PET recyclé sans additif, PET avec additif PEG, PET avec additif SiO<sub>2</sub>, sont nommée respectivement M1, M2, M3. Voir les, Tableau 4, Tableau 5, Tableau 6 les compositions de membranes avec différent pourcentage d'additif.

**Tableau 4** : Composition de Membrane M1.

**Tableau 5** : Composition de Membrane M2.

**Tableau 6** : Composition de Membrane M3.

### IV.2.2 Préparation des membranes planes M1, M2, M3

La préparation des membranes planes M1, M2, M3 se fait en trois principales étapes :

- Préparation de la solution polymérique mère de PET.
- Ajout additif de PEG et SiO<sub>2</sub> pour les membranes M2 et M3
- Façonnage par étalonnage de la solution polymérique pour avoir un film plan.
- Coagulation et séchage des membranes

#### IV 2.2.1 Préparation de la solution polymérique

En premier la masse de polymère PET recyclé est mesurée puis introduit ensemble avec le solvant TCA/DCM dans un flacon en verre figure 37, le mélange a été mis sous agitation pendant une durée de 24 h avec l'aide de l'agitateur magnétique figure 38, le contenant de la solution polymérique a été préparée à une température ambiante jusqu'à l'obtention d'une solution liquide homogène.



**Figure 37** : Dissolution de PET dans le solvant TCA/DCM.

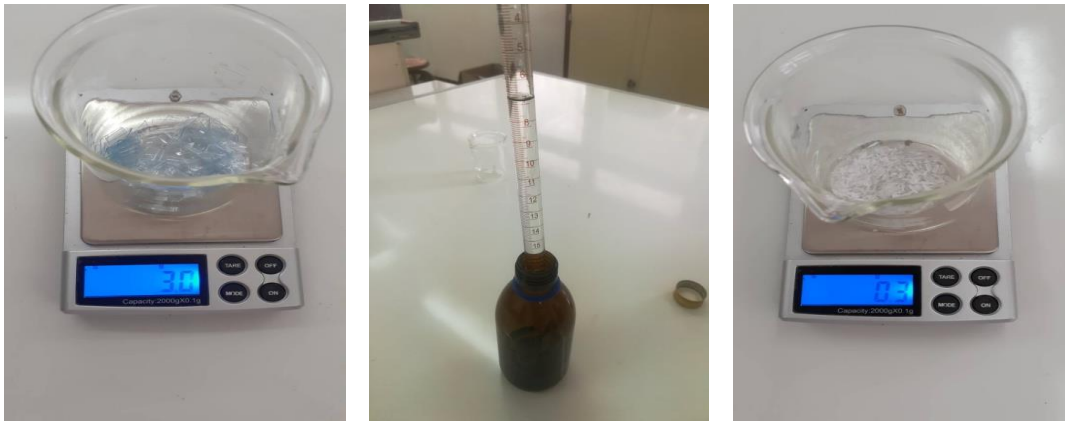


**Figure 38** : Agitation de la solution polymérique de PET

#### IV.2.2.2 Préparation de la solution polymérique des membranes M2 et M3

Une fois la solution mère de PET prête, les solutions polymères des membranes M2 et M3 sont fabriquées en ajoutant progressivement du PEG pour produire la solution polymère de PEG ou en ajoutant progressivement du  $\text{SiO}_2$  pour obtenir la solution polymère de M3. La figure 40 illustre la mesure du poids du PEG à ajouter dans la solution mère de PET pour obtenir la solution polymère de la membrane M2. et figure 39 illustre la mesure du poids du  $\text{SiO}_2$  à ajouter dans la solution mère de PET pour obtenir la solution polymère de la membrane M3.





**Figure 39 :** Dissolution de PEG dans la solution polymère PET



**Figure 40 :** Dissolution PET recyclé et sable fin dans le solvant.

#### IV.2.2.3 Façonnage et étalonnage de la membrane PET

Après 24 heures d'agitation Figure 38, la solution polymérique est devenue liquide homogène, avant le façonnage de la membrane, la solution polymérique est laissée se reposer 24 heures afin de laisser dégager les vapeurs formées pendant l'agitation. La solution est versée dans une plaque en verre avec un rouleau applicateur en verre à une température ambiante avec un écart. La membrane est façonnée sous forme plane en phase liquide .



**Figure 41** : Façonnage et étalonnage de la membrane.

#### **IV.2.2.4 Coagulation et séchage de la membrane**

Une fois la membrane façonnée sous forme plane est sous phase liquide, elle est mise en premier sous séchage à l'air pendant 2 minutes puis ensuite immergée dans un bain d'eau distillée de coagulation (non solvant) pendant au moins 24 heures, pour s'assurer de la disparition totale du solvant et par conséquent la formation d'une structure solide de la membrane.



**Figure 42** : Coagulation et séchage de la membrane.

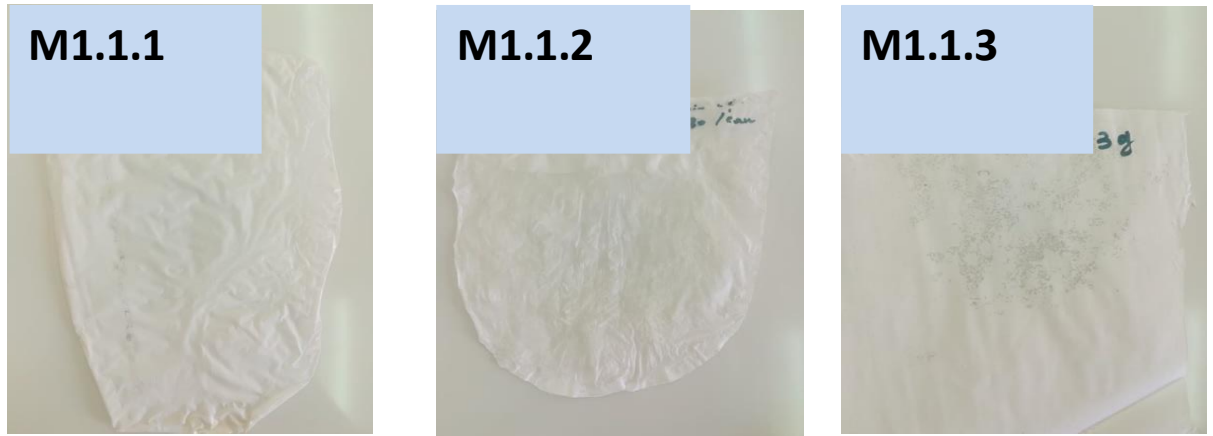
### **IV.3 Caractérisation des membranes obtenues M1, M2, M3**

#### **IV.3.1 Membrane M1**

##### a) Membrane M1.1

Pour une bonne étude de formation de la membrane M1.1, quatre échantillons de cette membrane M1.1 ont été préparés et appliqués qui sont M1.1.1, M1.1.2, M1.1.3, et M1.1.4.

Les membranes formées sont montrées dans la Figure43 et Figure 44, il se voit que les membranes M1.1.1, M1.1.2, M1.1.3 ne se sont pas bien formées, elles contiennent des espaces transparents qui est un signe de la présence du solvant, ceci est suite peut-être d'un séjour insuffisant de film membranaire dans le bain de coagulation-Non solvant. Ce phénomène a été corrigé par un temps de séjour de la membrane M1.1.4 plus de 24 heures, la figure 44 montre le résultat, la membrane M1.1.4 présente une surface lisse et homogène mais seulement montre des macros vides qui se voit visuellement.



**Figure 43 :** Formation des films membranaires M1.1.



**Figure 44 :** Formation de film membranaire M1.1.4.

b) Membrane M1.2

Quatre échantillons de la membrane de M1.2 ont été étudiées, ces membranes M1.2.1, M1.2.2, M1.2.3, M1.2.4 ont été présentées dans la Figure 45 et Figure 46. Il a été relevé que par l'utilisation l'échauffement lors de l'agitation de la solution polymérique, les membranes (M1.2.1, M1.2.2 et M1.2.3) deviennent trop poreuses en se plissant, tandis que la membrane M1.2.4 dans la figure 46est bien formée sans chauffage. Il a été aussi constaté que l'épaisseur aide à la formation d'une bonne membrane laisse et plate, si l'épaisseur est dans l'ordre de 100  $\mu\text{m}$  et plus.



**Figure 45 :** Formation de film membranaire M1.2.1, M1.2.2, M1.2.3.

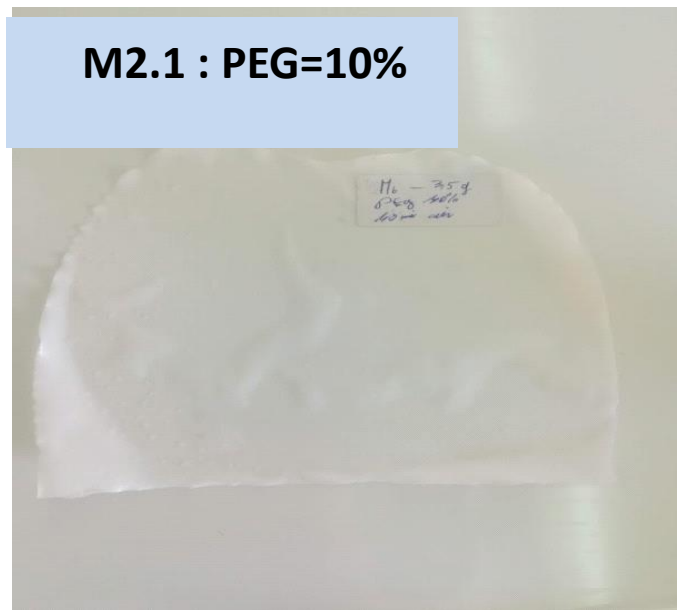


**Figure 46 :** Formation de film membranaire M1.2.4.

### IV.3.2 Membrane M2 à base de PET recyclé avec aditif PEG

#### c) Membrane M2.1

Un seul échantillon de la membrane M2.1 a été préparée qui est présentée dans la figure 47, la forme de la membrane est laide et plate, une amélioration de qualité de la membrane se voit visuellement, la membrane est devenue flexible par rapport à la membrane M1.



**Figure 47** : Formation de film membranaire 10% PEG.

d) Membrane M2.2

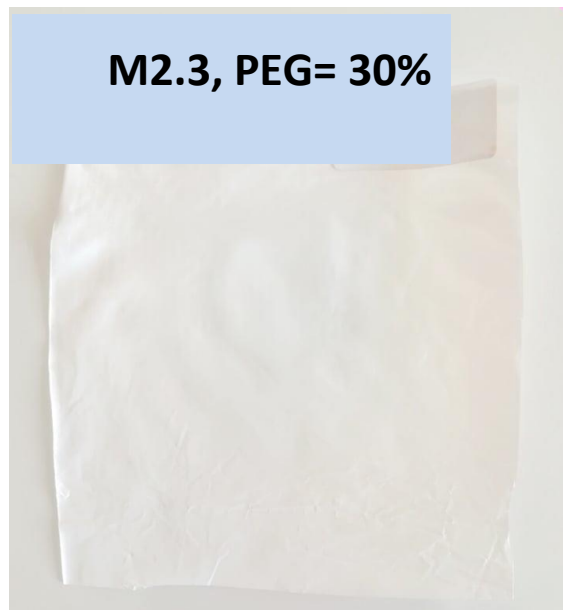
La membrane est présentée dans la Figure 48, il a été observé une présence de macro pores, qui est du possible à l'excès de présence de PEG



**Figure 48** : Formation des films membranaires 20% PEG M2.2

e) Membrane M2.3

Cette membrane est présentée dans la Figure 49 ,elle présente plus de macro pores que la précédentes. La présence de macro pores est proportionnelle à la quantité de PEG. Le mécanisme de formation des macros pores peut être expliquer par la présence élevée de pourcentage de PEG dans la solution de la membrane de coulée, lorsqu'elle est immergée dans l'eau distillée du bain de coagulation, le PEG quittera la solution coulée et se dissoute dans l'eau, ce qui aura par conséquence de créer des macro pores.

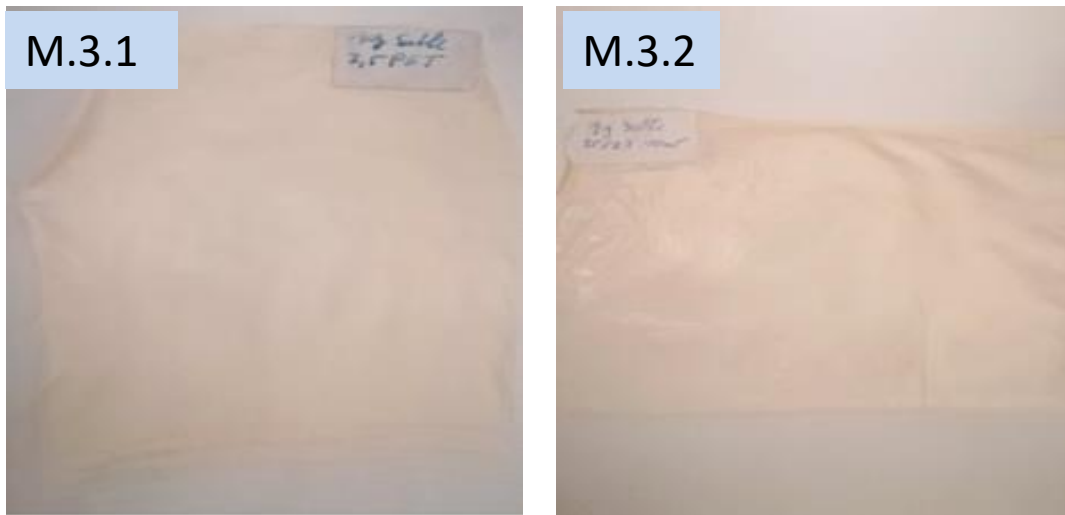


**Figure 49** : Formation de film membranaire 30% PEG

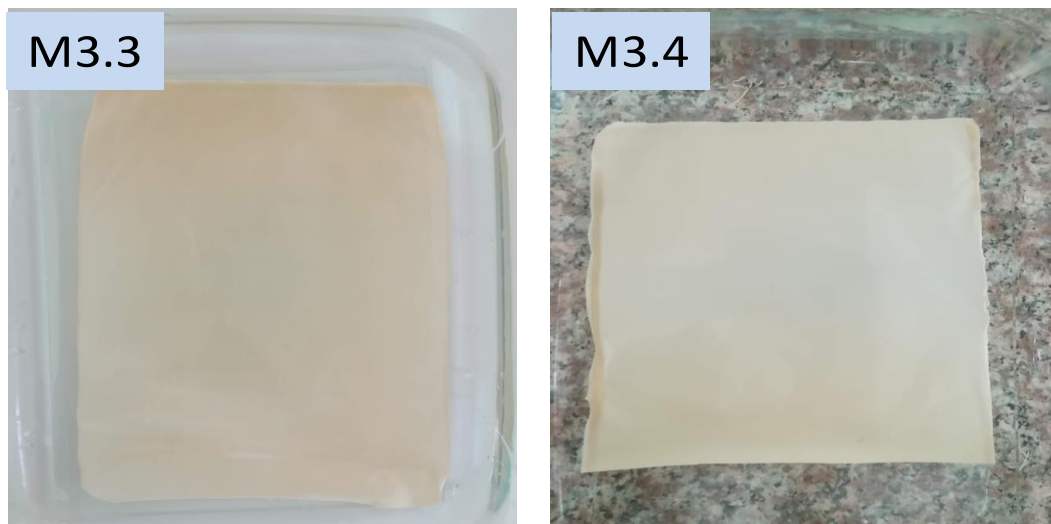
### **IV.3.3 Membrane M3 à base de PET recyclé avec additif SiO<sub>2</sub>**

f) Membrane M3

La membrane est présentée dans la Figure 50, le PEG améliorer la texture de la membrane et augmente les pores, par contre le sable améliorer la texture et la perméabilité, La membrane s'est bien formée avec l'ajout de sable et présente moins de pores. Le teneur en sable influe positivement sur la qualité de la membrane



**Figure 50 :** Formation des films membranaires avec sable



**Figure 51 :** Formation des films membranaires avec sable



**Chapitre V : Étude de séparation de l'eau chargée  
des membranes à base de PET**

## V.1 Choix et préparation de l'eau chargée

Dans cette expérience, pour faire l'étude de séparation des membranes préparées à base de PET : M1, M2, M3, l'eau chargée avec des contaminants a été préparée pour faire des tests de performance de séparation. Trois contaminants ont été sélectionnés : Safran un colorant naturel, Blue de méthylène un colorant artificiel, des solides en suspension qui sont préparées avec du sable possédant un diamètre inférieur à 50  $\mu\text{m}$ .

En premier, l'eau de robinet est versée dans trois bouteilles, puis les contaminants sont ajoutés en formant trois solutions d'eau chargée : S1=Eau chargée de Safran, S2=Eau chargée de Blue de méthylène (BM), S3=Eau chargée de matière solide, voir dans le Tableau 7, les trois types d'eau chargée :

Pour la solution S3, la concentration était 3g  $\text{SiO}_2$ /1,5 l de l'eau de robinet.

**Tableau 7:** Contaminants de l'eau chargée

Eau chargée	Contaminant
S1	Safran
S2	Blue de méthylène (BM)
S3	Matières solide, diamètre $\leq 50 \mu\text{m}$

## V.2 Étude de séparation de l'eau chargée

### V.2.1 Séparation par gravité de l'eau chargée

Dans cette expériences l'objectif était de voir la séparation par gravité des membranes préparées M1, M2, M3. La membrane a testé a été pliée en formant un cône, pour être mise dans l'entonnoir de filtration pour recevoir l'eau chargée.

Comme était prévu, la séparation des contaminants n'est pas effectuée, suite au non passage de l'eau. Ceci signifie que les M1, M2 et M3 ne sont pas perméables sous la pression atmosphérique, étant donné que la pression atmosphérique est faible pour avoir un passage de l'eau chargée, par conséquence, il n'y a pas eu de résultats. Ça se voit dans la où la Figure 52 membrane M1 recevoir la solution de Safran ensuite la solution du bleu de méthylène, mais pas de passage, tandis que, dans la Figure 53, la membrane M3 recevoir la solution S2, aussi l'eau chargée n'a pas passée.



**Figure 52:** Séparation par gravité avec membrane M1



**Figure 53 :** Séparation par gravité avec membrane M3

### **V.2.2 Séparation sous pression**

Dans l'expérience précédente, l'eau chargée n'apas passée, un dispositif par conséquence a été fabriqué cellule membrane, ou la membrane et mis sur un support poreux à l'intérieur et l'eau chargée est remplis dans le réservoir de cellule, une hutte pression sur l'eau

chargée a été appliquée de 0 à 6 bars, cette pression est assurée par le compresseur, voir le dispositif dans la Figure 54.

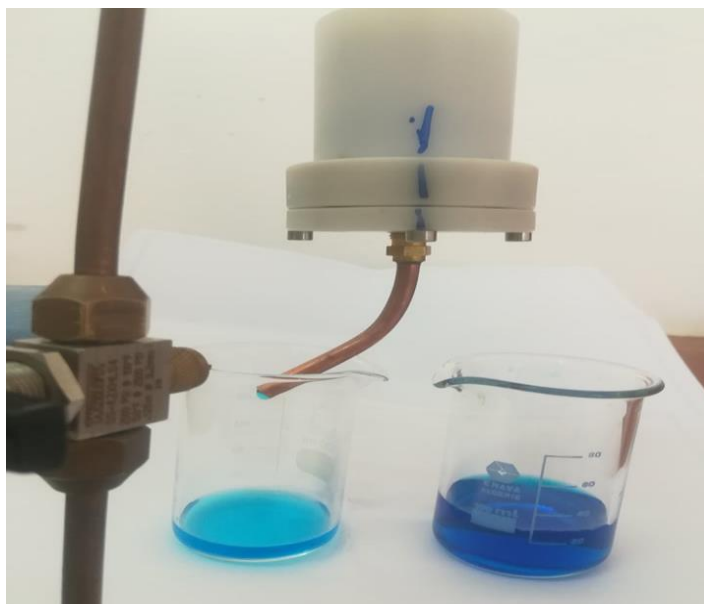


**Figure 54** :Dispositif de séparation de l'eau chargée sous pression

#### **VI.2.2.1 Performance de séparation de Membrane M1**

La filtration sur la membrane M1 a été testée sous différentes pressions dans le dispositif "Pression Transversal Dead -end" Figure 54. L'eau chargée utilisé est uniquement celui de l'eau avec contaminant de bleu de méthylène S2 Figure 55. Les pressions de filtration sont de 2, 4 et 6 bars obtenues par un compresseur d'air.

Les résultats de test de séparation ont montré que, la membrane est restée imperméable jusqu'à 4-6 bars de pression ou elle a montré des signes de perméabilité, l'explication de ce comportement, et bien montré que la membrane M1 n'est pas microporeuse, elle devrait être Nano, Ultra, ou osmose inverse.



**Figure 55** : Filtration sous pression.

### **VI.2.2.1 Performance de séparation de Membrane M3**

La performance de séparation de la membrane M3 n'a pas été effectuée dans ce dispositif, elle est considérée fragile dans des hautes pressions, un filtre à seringue a été adapté pour étudier la séparation de l'eau chargée à travers la membrane.

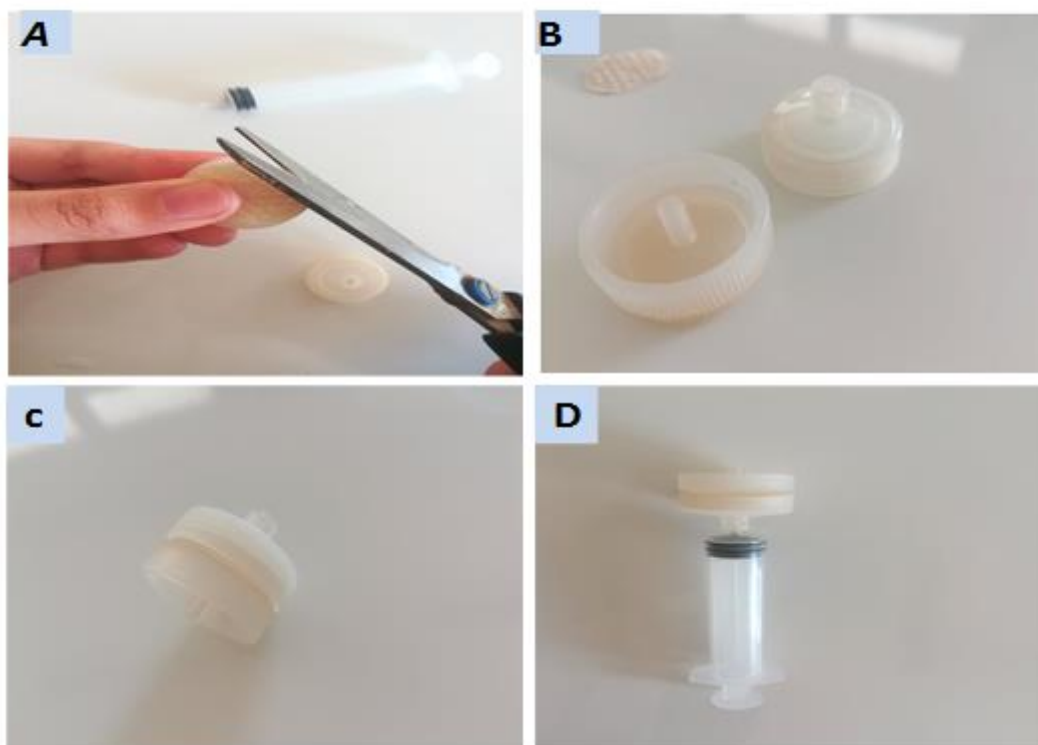
### **V.2.3 Séparation avec filtre à seringue (pression moyenne)**

La membrane M3 est considérée fragile, mais elle possède de porosité élevée suite à l'ajout de micro solide du sable  $\text{SiO}_2$  avec un diamètre inférieur à  $50 \mu\text{m}$ . Dans cette séparation un dispositif particulier de filtration a été utilisé contenant une seringue médicale de 12cc qui est raccordée à un support de filtre à 2 pièces. Le tout constitue un module de filtration.

Afin d'exécuter l'étude de séparation dans ce filtre à seringue, les points ci-dessous ont été suivis :

- Confection de la membrane circulaire pour la placer dans le support membranaire Figure 56-A.
- Support de la membrane est constitué en deux pièces Figure 56-B.
- Mis en place de la membrane à l'intérieur du support filtre qui constitué deux pièces Figure 56-C, qui sont le support de la membrane et un bouchon à filetage pour fixation et faire l'étanchéité de l'ensemble de filtre.

- Module de la filtration membranaire est constitué de seringue à piston emboîté dans le support de la membrane Figure 56-D.



**Figure 56 :** Préparation de module de filtre à seringue

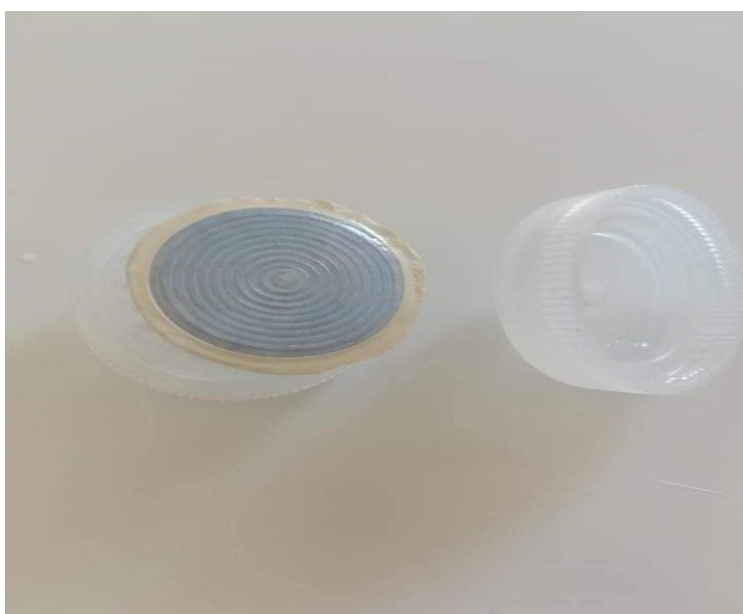
Les membranes trouvées appropriées pour ce filtre à seringue à moyenne pression est la membrane M3 de type PET/ SiO<sub>2</sub> avec additif SiO<sub>2</sub>. Il a été constaté que les membranes M1 (PET recyclé) et M2 (PET/PEG) ne sont pas perméables à basse et moyenne pression, un essai a été réalisé, pour ces deux membranes dans ce filtre, mais toujours aucun passage de l'eau chargée, en revanche, la membrane M3, offre des perméabilités avec peut appuyer sur le pistonage de la seringue. Figure 57 illustre le processus de séparation.

**a) Étude de séparation de bleu de Méthylène(solution S2)**

La solution S2 de l'eau chargée avec de bleu de méthylène a été introduit dans le cylindre de seringue, puis pousser par le piston à travers la membrane, les membranes ont été testées, les résultats sont illustrés dans la Figure 58



**Figure 57** : Filtration membranaire de l'eau chargée de Blue De Méthylène (Solution S2)



**Figure 58** : État de membrane M3 après filtration

**b) Étude de séparation de matière solide en suspension (solution S3)**

La solution S3 de l'eau chargée avec de matières en suspension a été introduit dans le cylindre de seringue, puis pousser par le piston à travers la membrane. Les membranes fabriquées à différentes concentrations d'additif de SIO<sub>2</sub> sont illustrées dans le tableau 07 toutes les membranes ont été testées, les résultats sont illustrés dans la Figure 60.



**Figure 59** : Filtration membranaire de l'eau chargée en matière solide (Solution S3)

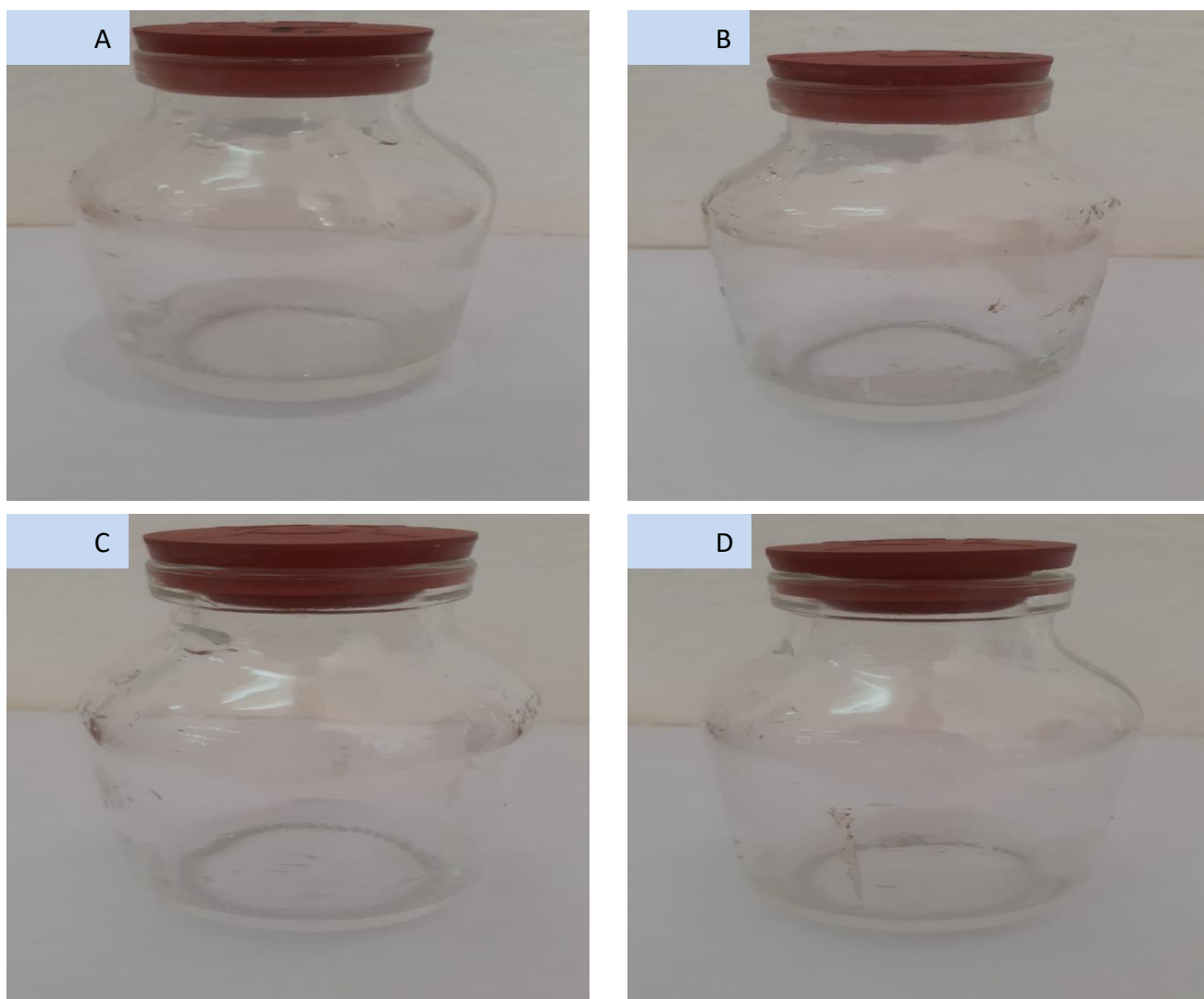


**Figure 60** : État de membrane M3 après filtration





**Figure 61** : Eau chargée S3



**Figure 62** : Eau filtrée de M3.1, M3.2, M3.3 et M3.4.

Les résultats de séparation des membranes de M3-1, M3-2, M3-3, M3-4 montrent que les 4 membranes parviennent à éliminer les matières en suspension, une eau filtrée claire a été obtenue à travers les 4 types de membranes, après ouverture du filtre à seringue illustré dans la Figure 60, il a été constaté la présence des matières en suspension, l'état de la membrane après la filtration est resté en bon état.

#### V.2.4 Analyse chimique de l'eau filtrée

Un testeur TDS est utilisé pour mesurer la qualité d'eau filtrée, dont eux, les solides dissous totaux dans l'eau, PH, conductivité et salinité aussi bien la température. La salinité détermine si la membrane élimine les sels ou ne fait que les laisser passer. Dans le tableau ci-dessous Tableau 8 se trouve la mesure de la qualité de l'eau à filtrer ainsi que l'eau filtrée. Les données sont transférées dans les graphiques Figure 63 figure 64 figure 65

**Tableau 8** : Mesure de qualité d'eau avant et après filtration

Membrane	Température (°C)	TDS (ppm)	Conductivité (µS /cm)	Salinité (ppm)	PH
<b>Eau chargée S3</b>	27,3	541	1086	541	8,06
<b>Eau filtrée M3-1</b>	27,5	526	1053	528	7,6
<b>Eau filtrée M3-2</b>	27,5	531	1058	529	7,83
<b>Eau filtrée M3-3</b>	27,8	511	911	514	7,98
<b>Eau filtrée M3-4</b>	27,8	407	545	287	7,53
<b>Eau distillé</b>	27,7	5	10	6	6,8

#### V.2.3.1 Performance de séparation de Membrane M3

Selon les graphiques obtenus illustrés dans les Figure 63, Figure 64, Figure 65 les résultats montrent une tendance de diminution du TDS, de la conductivité et de la salinité, spécifiquement la membrane M3-4 qui présente une excellente séparation. Ces données montrent que les membranes à base de PET avec l'additif SIO2 fournissent une qualité de

filtration de l'eau, ceci est possible grâce à l'obtention de films de membrane avec une surface qui ne présente pas de défauts sur la surface et à travers le film. Il est apparu qu'avec le PET recyclé sans et avec une quantité réduite de  $\text{SiO}_2$ , la membrane présente des micropores, ce qui permet le passage des sels, mais avec l'ajout de  $\text{SiO}_2$  est surtout avec la concentration celle de M3-3 et M3-4, la membrane est devenue contenant des pores homogènes et structurés très probablement à l'échelle Nano.

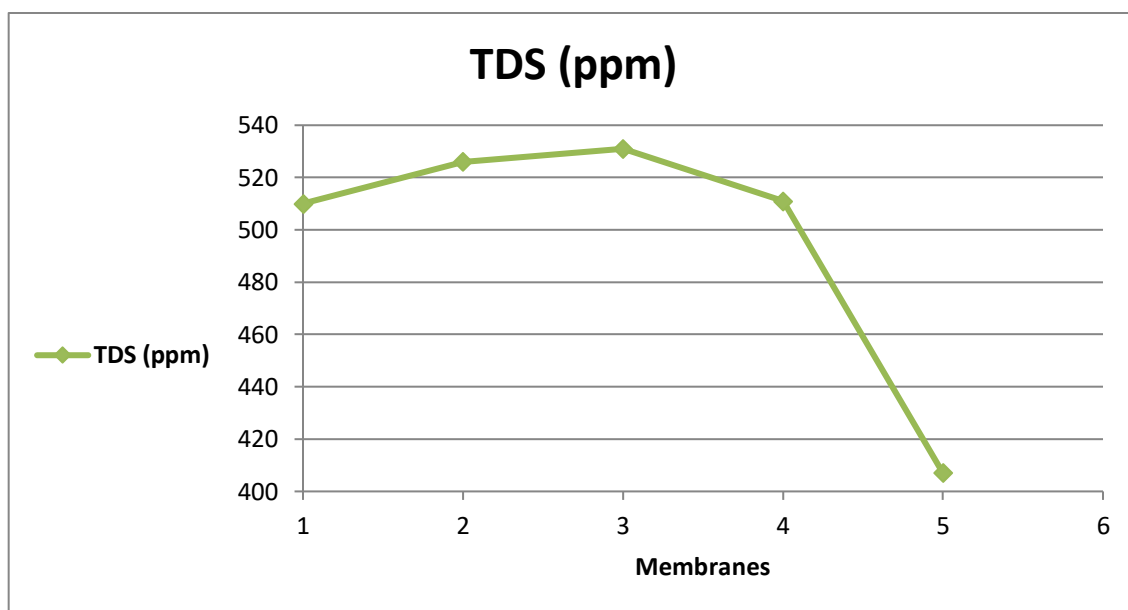


Figure 63 : Mesure de TDS en fonction de quantité du sable

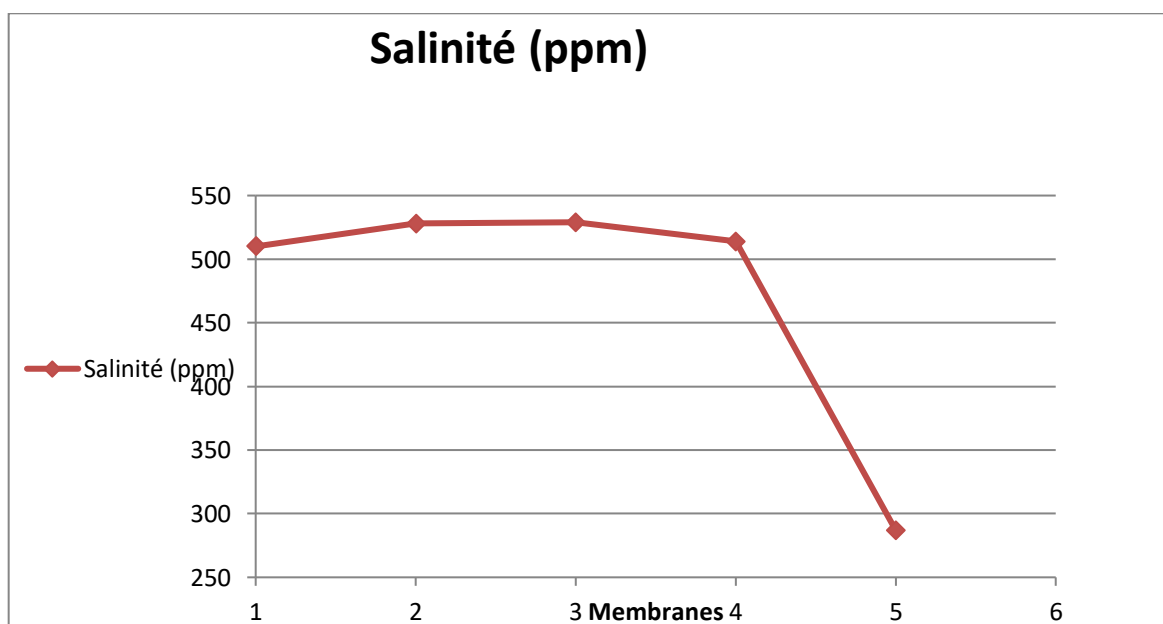
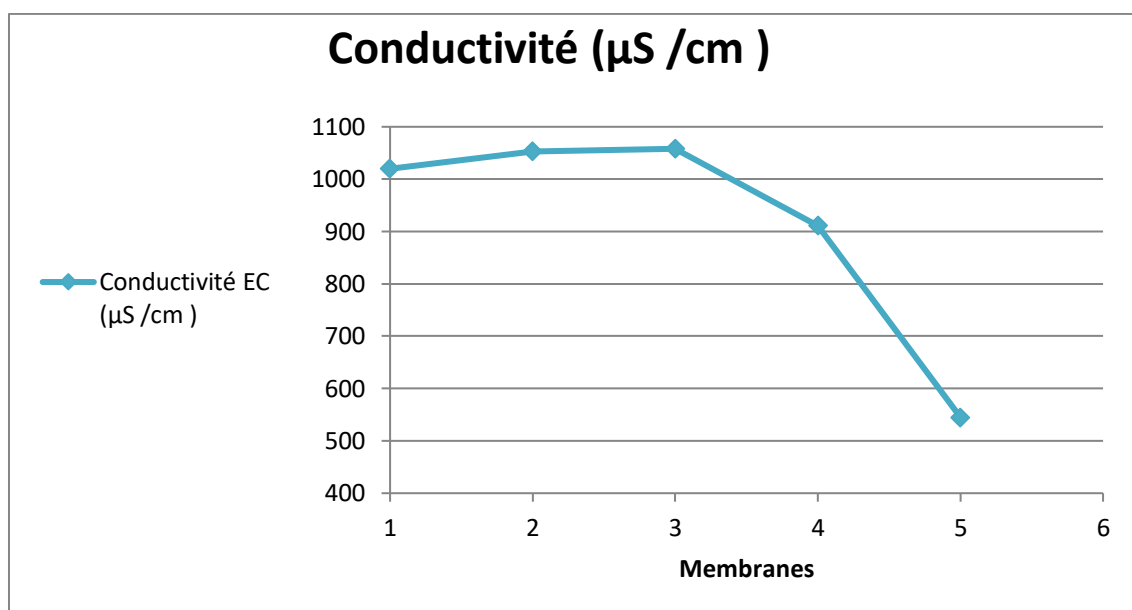


Figure 64 : Mesure de salinité en fonction de quantité du sable



**Figure 65 :** Mesure de conductivité en fonction de quantité du sable

### V.3 Test Résistance thermique

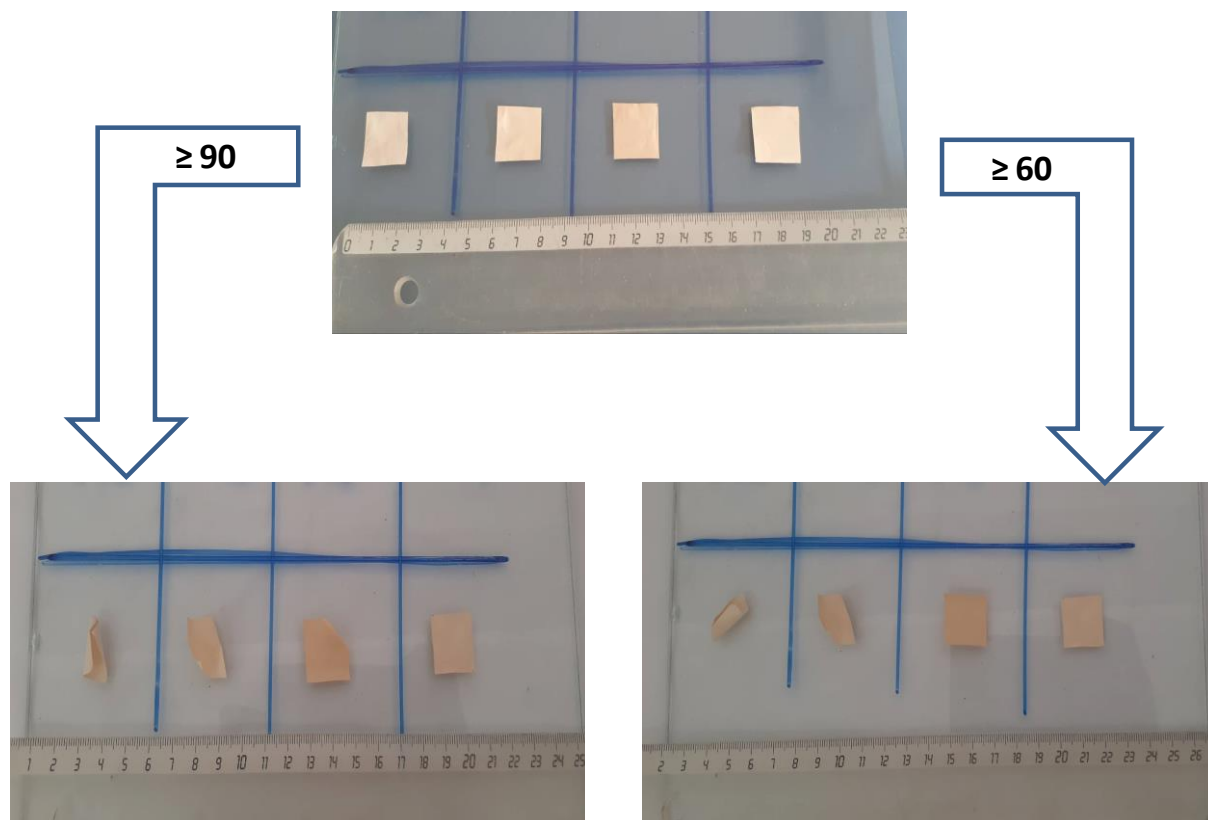
A 40°C : Aucune modification de la forme des membranes n'est observée.

A 50°C : Aucun changement de forme des membranes de M3.1, M3.2, M3.3 à M3.4 n'est observé.

A 60°C : déformation de la membrane M3.2, M3.1 par contre les autres gardent leur forme.

A 70°C : déformation de la membrane M3.2, M3.1 plié de plus en plus

A 80°C : M3.3 début de plié au de bord et pas de changement pour la membrane M3.4



**Figure 66 :** Test de résistance thermique M3

L'évolution du changement est présentée dans le Tableau 9 ci-dessous.

**Tableau 9:** Test de résistance à la chaleur

Température TC°	M3.1	M3.2	M3.3	M3.4
40C°-50C°	la forme ne change pas avec le temps	la forme ne change pas avec le temps		
50C°-60C°	A parti de $\geq 60C^\circ$ déformation de la membrane	$\geq 70C^\circ$ déformation de la membrane	la forme ne change pas	la forme ne change pas avec le temps
60°-70C°				
70C°-90C°			début de plié au de bord	

La résistance de M3.1 et M3.2 était mauvaise, car la flexion a commencé à une température à 60 °C. Pas de déformation pour M3.4, pas dilatation pour toutes les membranes

**Conclusion :** La membrane M3.4 montre une résistance plus élevée par rapport aux autres membranes.

# CONCLUSION

L'objectif de ce est l'étude de la faisabilité de membranes préparées à base de PET pour filtrer les solutions aqueuse S1 S2 S3 contenant des contaminants : le safran, le bleu de méthylène, des matières solides (diamètre de particule  $<50 \mu\text{m}$ ), en utilisant différentes pressions transmembranaires : pression atmosphérique, moyenne pression, haute pression.

Pour une meilleure filtration des solutions (eau chargée), des additifs sont ajoutés aux membranes par incorporation tels que le PEG, et du  $\text{SiO}_2$  ( $D < 50 \mu\text{m}$ ).

Selon les résultats obtenus, lors de la préparation de membranes à base de PET, il a été observé un défaut de formation des films :

- 1- Lorsque le temps de séjour du film polymère PET dans le bain de coagulation n'est pas suffisant, des espaces transparents se forment, indiquant la présence de solvant TCA/DCM, nécessitant un temps de séjour supérieur à 24 heures.
- 2- Chauffage de la solution polymérique pendant l'agitation conduit à la formation de macro pores et d'un film pliable.
- 3- Epaisseur influence la formation d'une bonne membrane, si l'épaisseur est supérieure à  $100 \mu\text{m}$ , la membrane obtenue est lisse et plate.

En conclusion, pour avoir une excellente membrane plate et lisse à base de PET sans macro vide, une concentration optimale de PET. En cas d'incorporation d'un additif tel que le PEG, la concentration optimale est inférieure tandis que l'ajout de  $\text{SiO}_2$  est limité.

En vue de la filtration de l'eau chargée S1 S2 S3, les membranes préparées M1, M2, M3 sont considérées fragiles sous des pressions transmembranaires élevées. Tandis qu'elles ne sont pas perméables aux pressions de gravité.

La membrane M3 avec l'additif pourrait faire le passage et la filtration de l'eau chargée suite à l'obtention d'une haute perméabilité à moyenne pression avec le dispositif utilisé.

Le résultat de filtration de la membrane M3 montre une séparation de l'eau chargée S2 et S3, avec une tendance à la diminution du TDS, de la conductivité et de la salinité, spécifiquement la membrane M3-4 qui présente une excellente séparation, ainsi que présente la meilleure résistance thermique au-delà de  $70 \text{C}^\circ$ . Ces données montrent que les membranes à base de PET avec additif fournissent une qualité de filtration de l'eau grâce à l'obtention de films membranaire perméables avec une surface sans défauts.

# **Bibliographie**



**Bibliographie**

- [1] Wabag. Filtration A Membrane. Disponible Sur [Http://Www.Wabag.Com/Fr/Performance-Range/Processes-And-Technologies/Membrane-Filtration/](http://www.wabag.com/fr/performance-range/processes-and-technologies/membrane-filtration/) (Février 2015).
- [2] J-Marc Berlane, C.Juery, « Les Procédés Membranaires Pour Le Traitement De L'eau Nouvelle Version Rédigée » (2002).
- [3]Dlk Technologies Pour Le Traitement Des Eaux. Traitements Membranaires Des Effluents Industriels. Suisse.
- [4] Antoine Bouchoux. 2004. « Etude De La Nanofiltration Pour Son Intégration Dans Les Procédés De Production D'acides Organiques ». Chemical Engineering. Université Paul Sabatier - Toulouse Iii, France.
- [5] Lms World Water Treatment. L'ultrafiltration. Disponible Sur [Http://Www.Lms-Water.Com/Dossiers/L-Ultrafiltration/](http://www.lms-water.com/dossiers/l-ultrafiltration/) (Mars 2015).
- [6] H. El Khebbaze. Février 2008. « Traitement Des Solutions Modèles Du Lait Par Des Membranes De Nanofiltration Et D'osmose Inverse ». Thèse De Doctorat. Université Mohammed V. Maroc.
- [7]Elessia. Explication Du Procédé D'ultrafiltration. Disponible Sur [Http://Www.Elessia.Com/Fr/Explication-Du-Procede-Dultrafiltration.Html](http://www.elessia.com/fr/explication-du-procede-dultrafiltration.html) (Mars 2015).
- [8]Keller Fluid Pro Ag. « Bases De La Filtration ». Zürich, Suisse.
- [9] Cci De Bourgogne. « L'eau Dans L'industrie : L'ultrafiltration – Aperçu Général ».
- [10] Aquasource. Ultrafiltration Membranaire. Disponible Sur [Http://Www.Aquasource-Membrane.Com/-Procede-Filtration-Eau-.Html](http://www.aquasource-membrane.com/-procede-filtration-eau-.html) (Mars 2015).
- [11] Ozone.Ch. Unité D'ultrafiltration Pour Application Industrielle. Disponible Sur [Http://Www.Ozone.Ch/Index.Php?Option=Com\\_Content&View=Article&Id=365#Applications](http://www.ozone.ch/index.php?option=com_content&view=article&id=365#Applications) (Mars 2015).
- [12] Arist Bourgogne. «Technologies Propres Et Eau Dans L'industrie ». Juin 2004.

- [13] Cnrs. La Filtration Sur Membranes, Un Procédé D'avenir. Disponible Sur [Http://Www.Cnrs.Fr/Cw/Dossiers/Doseau/Decouv/Potable/Filtrmem.Html](http://Www.Cnrs.Fr/Cw/Dossiers/Doseau/Decouv/Potable/Filtrmem.Html) (Mars 2015)
- [14] BakerRw. Membrane Technology And Applications. 2004.
- [15] S. Loeb Ss. Sea Water Demineralization By Means Of An Osmotic Membrane. Am ChemSoc Washington, Dc. 1963;Conversion Series Number 28:117–132.
- [16]Soni V, Abildskov J, Jonsson G, Gani R. A General Model For Membrane-Based Separation Processes. ComputChem Eng. 2009;33:644–59.
- [17] KorosWj. Gas Separation Membranes: Needs For Combined Materials Science And Processing Approaches. MacromolSymp. 2002;188:13–22.
- [18]Ahuja S. Chromatographyand Separation Science : “2 Simple Separation Methods” In Separation Science And Technology. 2003. [Http://Library1.Nida.Ac.Th/Termpaper6/Sd/2554/19755.Pdf](http://Library1.Nida.Ac.Th/Termpaper6/Sd/2554/19755.Pdf).
- [19]Cui Zf, Jiang Y, Field Rw. Fundamentals Of Pressure-Driven Membrane Separation Processes. Membr Technol. 2010;;1–18.
- [20] Charcosset C. “1 - Principles On Membrane And Membrane Processes” : In Membrane Processes In Biotechnology And Pharmaceutics. 2012.
- [21] Kundu Pk. Process Analysis Of Asymmetric Hollow Fiber Permeators, Unsteady State Permeation And Membrane-Amine Hybrid Systems For Gas Separations. 2013.
- [22] Baker R. Future Directions Of Membrane Gas-Separation Technology. Membr Technol. 2001;2001:5–10.
- [23] Hafani Mustapha, “Contribution to the Development of a New Membrane Technology for Methane Gas Dehydration” Thèse de doctorat,2022