



وزارة البحث العلمي والتعليم العالي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عبد الحميد بن باديس مستغانم
Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem
كلية العلوم و التكنولوجيا
Faculté des Sciences et de la Technologie
DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES



N° d'ordre : M2...../GPE/2019

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES DE MASTER ACADIMIQUE

Filière : Génie des procédés

Option: Génie des procédés de l'environnement

Thème

**Amélioration de l'efficacité du nettoyage en place des membranes
d'osmose inverse utilisées pour le traitement des eaux saumâtres dans
l'industrie laitière de Sidi Saada**

Présenté par

- 1- **BERRAHO Amina Manel**
- 2- **OULD ABDERRAHMANE Abderrahmane El Nacer**

Soutenu le 15/07/ 2019 devant le jury composé de :

Président :	M. R. GHEZZAR	Pr	Université de Mostaganem
Examineur :	N. HADDOU	MCB	Université de Mostaganem
Rapporteur :	H. BOUZID	MCA	Université de Mostaganem

Année Universitaire 2018/2019



Dédicaces

*On dédie ce travail qui n'aura jamais pu voir le jour
sans les soutiens indéfectibles et sans l'imité de nos chers
parents qui ne cessent de nous donner avec amour le
nécessaire pour qu'on puisse arriver à ce qu'on est
aujourd'hui. Que Dieu vous protège et que la réussite
soit toujours à notre portée pour qu'on puisse vous combler
de bonheur. On dédie aussi ce travail à nos frères et sœurs*

....

Remerciements

*Après avoir rendu grâce à Dieu le tout puissant et le Miséricordieux
nous tenons à remercier La raison de via nos parents.*

*Nos sincères gratitudees à Mr H. Boussid pour la qualité de son
encadrement, ses conseils et son intérêt incontestable qu'il porte à tous les
étudiants.*

*Nous remercions Pr. M. R. Ghezvar d'avoir accepter de présider
notre soutenance.*

*Nous remercions Mme l'examinatrice N. Kaddou d'avoir acceptée
d'être parmi les membres du jury.*

*Nous tenons à remercier l'ensemble du personnel de l'industrie laitière de
Sidi Saada en particulier Mrs Maamar Boualem, M. Djarwad
Adda Benhaoua A. Soltane et Monsieur le Directeur pour leurs
patiences leurs conseils pleins de sens et pour le suivi et l'intérêt qu'ils ont
porté à nos travaux.*

*En guise de reconnaissance Nous tenons à témoigner nos sincères
remerciements à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin au
bon déroulement de notre stage de fin d'études et à l'élaboration de ce
modeste travail.*

Liste des Figures

Figure N°01 : Schéma d'une membrane anisotrope.....	5
Figure N°02 : Module spirale d'osmose inverse.....	9
Figure N°03 : principe de l'osmose inverse	11
Figure N°04 : Mise en oeuvre du procédé d'osmose inverse.....	11
Figure N°05 : Domaines d'application des différentes techniques à membranes.....	14
Figure N°06: Unité d'osmose inverse utilisée dans l'industrie laitière et comportant des modules plan-spiralés.....	17
Figure N°07: Plan d'accès de laiterie SIDI SAADA.....	23
Figure N°08: Organigramme du complexe laitier de Sidi Saada.....	25
Figure N°09: Diagramme de fabrication du lait reconstitué au niveau de la laiterie Sidi Saada.....	30
Figure N°10: Processus de prétraitement des eaux saumâtres.....	33
Figure N°11 : Module d'osmose inverse pour le traitement final des eaux saumâtres.....	36
Figure N°12 : Schéma du CIP des membranes d'osmose inverse.....	39
Figure N°13 : Variation du flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 1%.....	42
Figure N°14 : Variation du flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 2%.....	44
Figure N°15 : Variation du flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 3%.....	45
Figure N°16 : Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations.....	47
Figure N°17 : Taux de rétention (TR) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations et PTM 13 bar (utilisée par l'usine).....	48
Figure N°18 : Différence de taux de rétention (ΔTR) avant et après CIP acide	

citrique à différentes concentrations et PTM 13 bar (utilisée par l'usine).....	49
Figure N°19 : Variation du pH d'acide citrique en fonction de sa concentration.....	50
Figure N°20 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 45 min repos en CIP (Exp.1).....	55
Figure N°21 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 40 min en repos en CIP (Exp. 2).....	57
Figure N°22 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 30 min repos en CIP (Exp. 3).....	59
Figure N°23 : Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 1% à différentes expériences de durée de nettoyage.....	61
Figure N°24 : Taux de rétention (TR) avant et après CIP acide citrique à 1% à différentes expérience et PTM 13 bar (utilisée par l'usine).....	63
Figure N°25 : Différence de taux de rétention (ΔTR) avant et après CIP acide citrique à 1% à différentes expérience de durée de CIP à PTM 13 bar.....	63
Figure N°26 : La différence du ΔJ_p entre l'ancienne (30min (avec PTM)- 15min (repos sans PTM) – 30 min (avec PTM)) et la nouvelle durée (15min (avec PTM)- 45min (repos sans PTM) – 15 min (avec PTM)) de CIP.....	68
Figure N°27 : La différence du $\Delta TR(\%)$ entre l'ancienne (30 min (avec PTM)- 15 min (repos) et 30 min (avec PTM) et la nouvelle durée (15 min (avec PTM)- 45 min (repos) et 15 min (avec PTM) de CIP.....	69

Liste des tableaux

Tableau N°01 : Procédés mécanomembranaires et rétention des membranes vis-à-vis des différents types de soluté.....	13
Tableau N°02 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1%.....	42
Tableau N°03 : Différence de Flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 1%.....	43
Tableau N°04 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 2%.....	43
Tableau N°05 : Différence de Flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 2%.....	44
Tableau N°06 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 3%.....	45
Tableau N°07 : Différence de Flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 3%.....	46
Tableau N°08 : Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations et à différentes PTM.....	47
Tableau N°09 : Différence de taux de rétention (ΔTR) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations et PTM 13 bar.....	48
Tableau N°10 : variation du pH d'acide citrique en fonction de sa concentration et calcul d'erreur et de la précision de mesure (5 expériences répétées « n=5 »).....	49
Tableau N°11 : Les résultats d'analyses physico-chimiques avant CIP à l'acide citrique à 1%.....	52
Tableau N°12 : Les résultats d'analyses physico-chimiques après CIP à l'acide citrique à 1%.....	52
Tableau N°13 : Les résultats d'analyses physico-chimiques avant CIP à l'acide citrique à 2%.....	52
Tableau N°14 : Les résultats d'analyses physico-chimiques après CIP à l'acide citrique à 2%.....	53
Tableau N°15 : Les résultats d'analyses physico-chimiques avant CIP à l'acide citrique à 3%.....	53
Tableau N°16 : Les résultats d'analyses physico-chimiques après CIP à l'acide citrique à 3%.....	53
Tableau N°17 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 45 min repos en CIP (Exp.1).....	55

Tableau N°18 : Différence de Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 45 min repos en CIP (Exp.1).....	56
Tableau N°19 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 40 min en repos en CIP (Exp. 2).....	57
Tableau N°20 : Différence de Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 40 min repos en CIP (Exp. 2).....	58
Tableau N°21 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 30 min repos en CIP (Exp. 3).....	59
Tableau N°22 : Différence de Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 30 min repos en CIP (Exp. 3).....	60
Tableau N°23 : Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 1% à différentes expériences de durée de nettoyage et différentes PTM.....	61
Tableau N°24 : Différence de taux de rétention (ΔTR) avant et après CIP acide citrique à 1% pour différentes expériences et PTM 13 bar.....	62
Tableau N°25 : Les résultats d'analyses physico-chimiques avant CIP à l'acide citrique à 1% Exp. 1 (15min (PTM)-45min (repos)-15min (PTM)).....	64
Tableau N°26 : Les résultats d'analyses physico-chimiques après CIP à l'acide citrique à 1% Exp. 1 (15min (PTM)-45min (repos)-15min (PTM)).....	64
Tableau N°27 : Les résultats d'analyses physico-chimiques avant CIP à l'acide citrique à 1% Exp. 2 (10min (PTM)-40min (repos)-10min (PTM)).....	65
Tableau N°28 : Les résultats d'analyses physico-chimiques après CIP à l'acide citrique à 1% Exp. 2 (10min (PTM)-40min (repos)-10min (PTM)).....	65
Tableau N°29 : Les résultats d'analyses physico-chimiques avant CIP à l'acide citrique à 1% Exp. 3 (20min (PTM)-30min (repos)-20min (PTM)).....	65
Tableau N°30 : Les résultats d'analyses physico-chimiques après CIP à l'acide citrique à 1% Exp. 3 (20min (PTM)-30min (repos)-20min (PTM)).....	66
Tableau N°31 : La différence du ΔJ_p entre l'ancienne (30 min (avec PTM) - 15 min (repos) et 30 min (avec PTM) et la nouvelle durée (15 min (avec PTM) - 45 min (repos) et 15 min (avec PTM) de CIP.....	67

Tableau N°32 : La différence du $\Delta TR(\%)$ entre (30 min (avec PTM) - 15 min (repos) et 30 min (avec PTM) et la nouvelle durée (15 min (avec PTM) - 45 min (repos) et 15 min (avec PTM) de CIP.....68

Liste des abréviations :

°F : degré français.

MG : matière grasse.

MES : matière en suspension.

SDI : dissolution de sel.

TR : Taux de rétention des sels.

X alimentation : Conductivité d'eau d'alimentation du module.

X perméat : Conductivité d'eau produite ou traité (perméat)

CIP : Cleaning in place

PTM : pression transmembranaire

J_p : Flux du perméat.

OI : Osmose Inverse

ΔJ_p : gradient du flux de perméat.

μs: micro-siemens.

ΔTR : différence du flux du perméat.

Sommaire

N° de la page.

Introduction générale.....	1
Chapitre I : les procédés membranaires.....	4
I.Les membranes.....	4
I.1.Les différentes familles de membranes.....	4
I.1.1. Les membranes microporeuses.....	4
I.1.2. Les membranes anisotropes ou asymétriques.....	5
I.1.3.Les membranes homogènes et composites.....	5
I.1.4. Les membranes ioniques	6
I.2. Les différentes générations de membranes	6
I.2.1. Les membranes fonctionnelles.....	6
I.2.2. Les membranes organiques.....	6
I.2.3. Les membranes minérales (inorganiques).....	7
I.2.4. Les membranes organo-minérales.....	7
I.3. Les différents types de modules	7
I.3.1. Module tubulaire.....	7
I.3.2. Module à fibres creuses.....	8
I.3.3. Module plan spiralé.....	8
I.3.4. Module filtre-presse.....	9
I.4. Les différentes techniques séparatives.....	9
I.4.1. Microfiltration.....	10
I.4.2. Nanofiltration.....	10
I.4.3. Ultrafiltration.....	10
I.4.4. Osmose inverse.....	10

I.4.4.1. Principe.....	10
I.4.4.2. Osmose inverse et Filtration	12
I.4.4.3. Principales Applications.....	15
I.5. Le nettoyage en place des membranes d’osmose inverse et des équipements de productions des produits laitiers.....	17
I.5.1. Le nettoyage en place des membranes d’osmose inverse.....	17
I.5.1.1. Les mécanismes	18
a) La détergence.....	18
b) Le mouillage.....	18
c) Le nettoyage	19
I.5.1.2. Les cycles de nettoyage chimique des membranes.....	19
Chapitre II : présentation du complexe laitier Sidi Saada.....	21
II.1. Présentation du complexe laitier de sidi Saada.....	21
II.1-1. Situation géographique	21
II.1-2. Historique.....	21
II.1-3. Identification	22
II.1-4. Installations	22
II.1-5. production	23
II.1-6. Le personnel	23
II.2. Matières premières au niveau du complexe laitier de Sidi Saada	26
3. Procédé de fabrication du lait reconstitué au niveau de la laiterie Sidi Saada.....	26
II.3.1. La réception du lait cru	26
II.3.2. Filtration du lait cru, refroidissement et stockage	27
II.3.3. Traitement de l’eau	27
II.3.4. La reconstitution	27
II.3.5. Mélange	28

II.3.6.Filtration du mélange	28
II.3.7.Homogénéisation	28
II.3.8.Le dégazage	28
II.3.9.La pasteurisation	28
II.3.10.Le refroidissement	29
II.3.11.Stockage tampon	29
II.3.12.Conditionnement	29
II.4. Origine de l'eau	31
II.5. Étapes de prétraitement des eaux brutes	31
II.5.1. Désinfection.....	31
II.5.2. Filtration	31
II.5.3. Microfiltration.....	31
II.6.Traitement final des eaux par osmose inverse.....	34
II.6.1.Osmose inverse.....	34
II.6.2.Type de module utilisé par l'unité laitière de sidi Saada.....	34
II.7.Le principe de fonctionnement du module.....	35
II.8.Les recommandations et les formules pour les calculs de l'exploitation.....	37
II.8.1. Taux de rétention de la conductivité (des sels).....	37
II.8.2. Flux de perméat	37
Chapitre III : Influence du CIP RO sur l'efficacité du traitement des eaux saumâtres.....	38
III.1. Le nettoyage des membranes d'osmose inverse de l'industrie laitière de Sidi Saâda.....	38
III.2. Schéma de principe de fonctionnement.....	38

III.3. Mode opératoire.....	39
III.4. Dessalement des eaux saumâtres par osmose inverse.....	40
III.5. Les étapes à suivre devant l’osmoseur	40
III.6. Résultats et interprétations.....	41
III.6.1. Influence de la concentration de l’acide citrique sur le flux de perméat.....	41
III.6.1.1. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 1%.....	41
III.6.1.2. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 1%.....	43
III.6.1.3. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 2%.....	43
III.6.1.4. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 2%.....	44
III.6.1.5. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 3%.....	45
III.6.1.6. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 3%.....	46
III.6. 1.7. Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations.....	46
III.6.1.8. Différence de taux de rétention (ΔTR) de la conductivité avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations	48
III.6.1.9. Les analyses physico-chimiques des échantillons peu de temps avant et après chaque CIP.....	51
III.6.2. Influence de la durée de nettoyage (avec et sans PTM appliquée) sur le flux de perméat.....	54
Mode opératoire 2.....	54
III.6.2.1. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 1% et 45 min repos en CIP (expérience 1).....	54

III.6.2.2. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 1% et 45 min repos en CIP (Expérience 1).....	56
III.6.2.3. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 1% et 40 min repos en CIP (expérience 2).....	56
III.6.2.4. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 1% et 40 min repos en CIP (Expérience 2).....	58
III.6.2.5. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 1% et 30 min repos en CIP (expérience 3).....	58
III.6.2.6. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 1% à 30 min repos en CIP (Expérience 3).....	60
III.6.2.7. Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 1% à différentes expériences de durée de nettoyage.....	60
III.6.2.8. Différence de taux de rétention (ΔTR) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations.....	60
III.6.2.9. Les analyses physico-chimiques des échantillons peu de temps avant et après chaque CIP.....	64
Conclusion générale.....	71
Recommandation	73
Glossaire	
Annexe	

Introduction générale

L'industrie laitière en Algérie prend une place importante pour couvrir les besoins des consommateurs par la production du lait reconstitué.

Le principal composant par rapport leur quantité pour la reconstitution du lait est l'eau. L'industrie laitière a exigé des quantités d'eaux importantes mais aussi en parallèle il faut présenter des caractéristiques physico-chimiques conformes aux normes du constructeur.

Le besoin le plus important de l'industrie laitière est celui de la production quantitative et qualitative d'eau, leur qualité physico-chimique doit respecter la norme. Ces eaux peuvent être destinées selon leur besoin soit une eau pour la fabrication du lait reconstitué. Ou bien une eau utilisée pour le nettoyage en place et pour l'alimentation du matériel de refroidissement et de pasteurisation (production de vapeur dans la chaudière).

Les procédés membranaires font partie des technologies qui peuvent jouer un rôle indispensable pour le traitement de l'eau. Ces procédés permettent la production d'eau destinée soit à la consommation humaine (dessalement de l'eau) soit aux industries qui consomment de l'eau de pureté contrôlée dans leur chaîne de production (industries agroalimentaires, industrie pharmaceutique, etc.).

L'utilisation des techniques membranaires connaît une croissance rapide, grâce à leur efficacité et leur performance énergétique et technico-économique.

Les membranes sont actuellement utilisées sur une large échelle pour produire de l'eau douce à partir de l'eau de mer ou d'eau saumâtre, pour traiter des effluents industriels gazeux ou liquides, et en récupérer éventuellement les constituants valorisables (Brun, 1989).

L'osmose Inverse (Reverse osmosis « RO ») est une opération de séparation par membranes la plus utilisée dans les industries agroalimentaires pour le traitement de l'eau ou concentration des produits valorisables.

Dans certains cas, cette membrane est également utilisée comme étapes de finition après l'ultrafiltration.

Le problème le plus aigu des séparations par membranes des eaux saumâtre concerne leur colmatage qui réduit leur productivité et donc participe à augmenter les dépenses d'énergie, une diminution quantitative de production, à accroître la fréquence des lavages et à réduire éventuellement leur durée de vie des membranes.

L'eau disponible à l'industrie laitière de Sidi Saada wilaya de RELIZANE est une eau saumâtre qui est caractérisée par une salinité élevée qui était initialement de 1600 mg.L^{-1} (ancien forage d'eau) et qui est actuellement devenue environ 5000 mg.L^{-1} (nouveau forage d'eau), ce qui a causé un colmatage prématuré de la membrane RO pendant le traitement final des eaux saumâtres de forage.

Mais, le traitement des eaux saumâtres par osmose inverse utilisé dans cette industrie laitière de Sidi Saâda est-il encore efficace ?

Quelle est l'influence de la concentration d'acide citrique, trouvée comme agent chimique nettoyant adéquat dans les travaux de recherches antérieurs, sur le flux de perméat, le taux de rétention des sels et sur l'efficacité du nettoyage en place (cleaning-in-place « CIP ») des membranes ?

Notre objectif dans ce travail est :

D'abord, de faire une comparaison quantitative d'un flux d'eau de perméat obtenu avant et après chaque CIP. Pour interpréter et valider le modèle, des mesures sur le dispositif d'osmose inverse ont été effectuées avec différentes pressions transmembranaires (PTM) exercées d'une façon indépendante de chaque valeur pour voir le flux de perméat comment il est évolue.

Ce mémoire se compose de III chapitres :

Le premier chapitre sera consacré à l'étude bibliographique, dont des généralités sur les membranes et les procédés membranaires vont être fournies ainsi que les modèles théoriques des flux de perméation et les facteurs limitant le flux de perméat de l'osmose inverse.

Le deuxième chapitre abordera la présentation du complexe laitier de Sidi Saada Relizane.

Enfin, le dernier chapitre sera entièrement consacré aux matériels et méthodes mises en œuvres pour la réalisation de ces travaux sur un pilote d'osmose inverse au sein de la station de traitement des eaux brutes de forage alimentant cet industrie, afin de mesurer le flux de perméat sur le site industriel, et dans le laboratoire pour mesurer le taux rétention de la conductivité (des sels) ainsi que la teneur en chlorures avant et après chaque CIP appliquée. La mesure de ces paramètres va permettre d'étudier l'efficacité du CIP réalisée sous l'influence de la concentration d'acide citrique et la durée de nettoyage selon diverses stratégies proposées.

CHAPITRE I

Les Procédés membranaires

Introduction

La membrane peut être définie comme étant un film mince séparant deux phases et formant une barrière sélective pour le transport des matières (Aptel, 1998).

Le matériau au travers lequel a lieu le transport sélectif constitue la membrane. Les membranes sont incorporées dans un dispositif appelé module. Celui-ci se répète à un certain nombre d'exemplaires disposés selon divers arrangements, dans une unité (Brun, 1989).

Dans ce chapitre, nous nous accentuerons sur les types de membranes, leurs structures, préparations, applications, les types de modules et leur principe de fonctionnement ainsi que leur domaine d'utilisation, sans oublier les différentes techniques séparatives.

I. Les membranes

I.1. Les différentes familles de membranes

Les membranes permsélectives sont actuellement classées en quatre catégories, correspondant à leur structure, au mécanisme de transport et à leur domaine d'utilisation (Brun, 1989).

I.1.1. Les membranes microporeuses

Connues depuis longtemps, il existe une grande variété de ce type de membranes. Les premières étaient de natures organiques (principalement en acétate de cellulose puis progressivement en polysulfone (PSU) et polyethersulfone (PES)), puis sont apparues des membranes minérales (fibre de verre, carbone, carbone-zircone, alumine-alumine a ou g, inox-zircone) et enfin des membranes hybrides organo-minérales (Pontié, 1996). Les membranes microporeuses comportent des pores. La couche filtrante (ou peau active) mince (0,1 à 1 nm) et poreuse (diamètre des pores de 2 nm à 10 nm) est déposée sur un support épais (100 à 200 nm) beaucoup plus solide et très poreux (Brun, 1989 ; Pontié, 1996). En première approche, on peut considérer que la séparation s'y effectue selon un mécanisme strictement analogue à la filtration classique: une particule est retenue ou traverse la membrane selon que sa taille est

supérieure ou inférieure au diamètre des pores (Brun, 1989). Leur domaine d'application est la microfiltration

I.1.2. Les membranes anisotropes ou asymétriques

Ce sont des membranes préparées en une seule étape à partir du même matériau présentant une taille de pores et un volume poreux croissants de la surface filtrante à la face externe (Maurel, 1974) (Figure N°01).

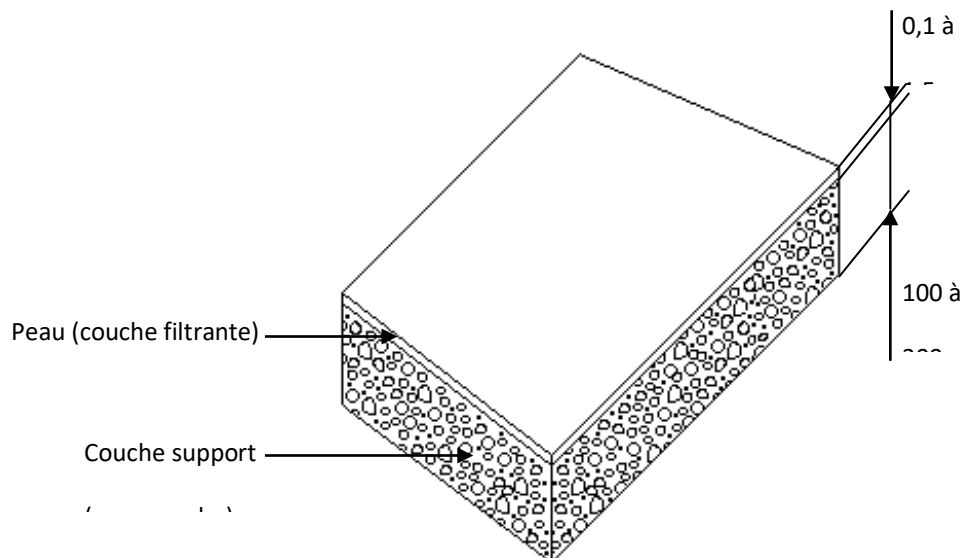


Figure N°01 : Schéma d'une membrane anisotrope

I.1.3. Les membranes homogènes et composites

Ce sont des membranes à structure asymétrique qui se distinguent des précédentes par le fait que la couche mince sélective, à fine taille de pores, repose sur un support microporeux dont le rôle est d'assurer à l'ensemble de bonnes propriétés mécaniques. Ces deux matériaux peuvent être constitués de matériaux différents.

I.1.4. Les membranes ioniques

Ces membranes présentent une densité de charges électriques importante. En présence d'une solution diluée d'électrolyte, une membrane ionique à tendance à exclure par effet DANNAN tous les ions de même signe que les charges fixes, la concentration interne et le nombre de transport de ces co-ions sont extrêmement réduits. La membrane se comporte comme un conducteur ionique sélectif aux cations (membrane cationique) ou aux anions (membrane anionique). Par contre, lorsque la concentration de la solution externe augmente, la membrane est peu à peu envahie par tous les ions et perd sa sélectivité (BRUN, 1989).

L'application principale des membranes ioniques étant l'électrodialyse, dont le principe repose sur un transport sélectif des contre-ions.

I.2. Les différentes générations de membranes

La première génération de membranes synthétiques était à base de dérivés de cellulose. Par la suite, de nombreux polymères organiques ont été utilisés comme matériaux de base : polyamides aromatiques, polyacrylonitriles et plus récemment, polysulfones ou polymères fluorés. La grande diversité des matériaux employés dans leur fabrication a permis un élargissement des utilisations potentielles. Citons, notamment l'obtention d'une meilleure résistance aux agents acides, basiques ou aux solvants organiques (Pontié, 1996).

I.2.1. Les membranes fonctionnelles

Pour accroître la sélectivité des membranes on leur confère des propriétés fonctionnelles. Diverses voies de recherches ont déjà été explorées.

I.2.2. Les membranes organiques

Les premières membranes synthétiques furent élaborées en matériaux organiques sur le modèle d'une membrane asymétrique. Elles représentent 80% des membranes industrielles. Ces membranes qui présentent une large gamme de tailles de pores (de quelque angströms à 20 μm) et de nature chimique (polyamides aromatiques,

acétate de cellulose, polysulfone) ont contribué largement au développement de la technologie des membranes (Petersen, 1993).

I.2.3. Les membranes minérales (inorganiques)

Les membranes minérales possèdent une stabilité thermique et chimique plus élevée par rapport aux membranes organiques (Jakobs et Koros 1996 ; Aptel, 1998 ; Lebosse et Fuchs, 1998). Mais, la faiblesse de leur résistance à la pression (résistance mécanique) leur rend non utilisées et appliquées notamment dans le domaine de dessalement des eaux saumâtres et/ou de mer. L'utilisation industrielle des membranes minérales se limite actuellement à l'ultrafiltration et à la microfiltration (MF), souvent de solutions chargées en matières en suspension ou particulièrement visqueuses (Bouزيد, 2008).

I.2.4. Les membranes organo-minérales

La voie la plus fréquente pour la synthèse des membranes composites est celle du dépôt d'un polymère organique sur un support minéral, par adsorption puis réticulation ou par greffage (Rollin, 1991). Cette technique permet d'améliorer les performances des membranes minérales surtout leur résistance mécanique (à la pression).

I.3. Les différents types de modules

Les membranes sont incorporées dans un dispositif appelé module. Celui-ci se répète en un certain nombre d'exemplaires disposés selon divers arrangement dans une unité (Brun, 1989). Les différentes mises en œuvre des procédés à membrane se distinguent principalement par la géométrie de la surface membranaire : plane, tubulaire ou spiralée (Tondeur, 1993).

I.3.1. Module tubulaire

Les membranes sont obtenues par dépôt à la surface de tubes poreux de petit diamètre (de l'ordre de cm), où sont directement incorporées au support (membranes minérales) au cours de la fabrication. Les tubes sont placés parallèlement en petit nombre dans les modules avec un espacement régulier.

I.3.2. Module à fibres creuses

Formé d'une quantité assez importante de fibres creuses de la taille d'un cheveu, assemblées, ce module est comme une extrapolation du module tubulaire vers des diamètres fins ou ultrafins. Sa principale caractéristique est son importante surface spécifique, qui atteint couramment $10000\text{m}^2/\text{m}^2$. Son faisceau est disposé en forme de U à l'intérieur d'une enveloppe, et les extrémités ouvertes des fibres sont d'abord noyées sur une longueur de quelques centimètres dans une résine époxy (DU PONT DE NEMOURS, 1983).

I.3.3. Module plan spiralé

Il est généralement destiné à l'application de l'osmose inverse. Il se présente comme une cellule unique de grande longueur, constituée des mêmes éléments que la précédente, et enroulée en spirale autour d'un axe (Figure N°02). Celui-ci est creux, perforé et en contact direct avec l'un des compartiments (le plus souvent l'aval), sert ainsi à collecter le perméat (Maurel, 1974).

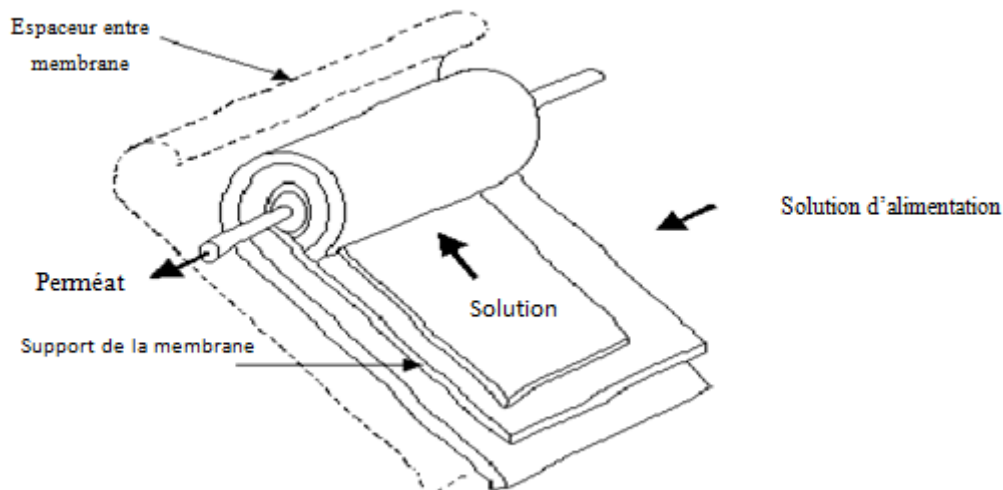


Figure N°02 : Module spirale d'osmose inverse (Maurel, 1974)

I.3.4. Module filtre-presse

Ces modules sont compétitifs grâce à d'excellentes performances au plan hydrodynamique et à l'accessibilité des membranes, malgré leur investissement élevé et leur surface spécifique modeste, de l'ordre de 200 à 500m².m⁻³. Ils sont capables d'encaisser des différences de pression transmembranaire moyennes, et conviennent bien à la micro- et à l'ultrafiltration (Brun, 1989).

I.4. Les différentes techniques séparatives

Dans cette partie, nous nous intéresserons beaucoup plus à l'osmose inverse qui est une technique séparative utilisée d'une manière généralement dans le traitement des eaux saumâtres durant notre stage au sein de l'industrie laitière de Sidi Saâda. Mais, nous toucherons aussi en quelques paragraphes les autres techniques séparatives telles que la microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration...etc.

I.4.1. Microfiltration

Les membranes utilisées sont microporeuses, leur sélectivité est fonction de la taille des particules à séparer. La microfiltration concerne la séparation de particules micrométriques ou submicroniques (0,1 à 10 µm). Elle permet une décontamination parasitaire et bactérienne de l'eau, ainsi que l'extraction des oxydes métalliques et les particules colloïdales (Crine, 1993) mais pas l'élimination des virus. La pression appliquée est entre 0.1 à 2 bar.

I.4.2. Ultrafiltration

La distinction entre l'ultrafiltration et la microfiltration repose sur la taille des particules ou macromolécules filtrées. L'ultrafiltration permet d'extraire le solvant et les solutés ioniques ou moléculaires d'une solution contenant des macrosolutés. Ce procédé est utilisé pour des concentrations et des purifications de protéines. Ce procédé est aussi utilisé pour le traitement d'effluents et plus récemment, préparation d'eau potable (Maurel, 1974). La séparation de particules est de taille comprise entre 1 à 100 nm. La pression appliquée est entre 1 à 5 bar.

I.4.3. Nanofiltration

La nanofiltration est un procédé de séparation membranaire situé entre l'osmose inverse et ultrafiltration. La nanofiltration est particulièrement adaptée pour éliminer les molécules organiques dissoutes et pour l'extraction des ions multivalents (calcium et magnésium), les ions monovalents étant fortement transmis (Aptel, 1998).

I.4.4. Osmose inverse

I.4.4.1. Principe

Généralement l'osmose inverse est la plus utilisée dans le traitement des eaux saumâtres, eaux de mer, les effluents industriels...etc.

C'est une technique séparative consistant à extraire de l'eau d'une solution généralement salée, en la faisant circuler en amont d'une membrane adéquate sous pression suffisante pour inverser ou convaincre le flux osmotique (Figures N°03 et N°04). Et le transport sélectif du solvant par rapport au soluté résulte de la nature, structure de membrane et de la différence de pression transmembranaire. Le perméat sortant en aval est généralement recueilli sous la pression atmosphérique.

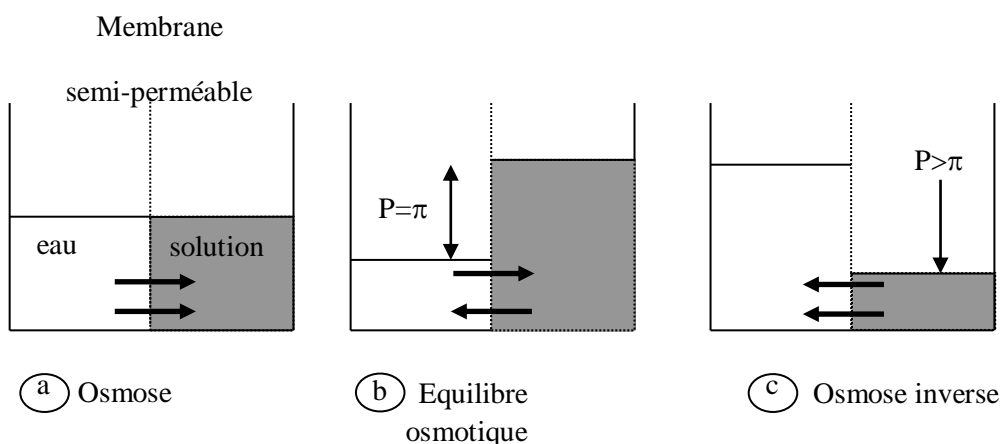


Figure N°03 : principe de l'osmose inverse

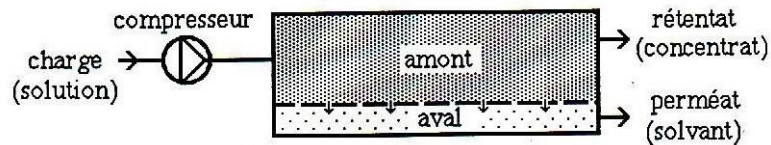


Figure N°04 : Mise en œuvre du procédé d'osmose inverse (Brun, 1989).

L'osmose inverse en principe permet d'atteindre deux objectifs, selon que le produit valorisable est constitué par le perméat (a) ou par le rétentat (b) :

- a) Réduire la concentration totale en soluté ; les principales applications est la production de l'eau potable à partir des gisements saumâtres ou d'eau de mer, et amélioration de la qualité de l'eau à usage industriel.
- b) Augmenter la concentration d'une solution ; la déshydratation partielle des jus dans l'industrie alimentaire en constitue une application intéressante. Enfin, le traitement d'effluents industriels par osmose inverse permet simultanément de les débarrasser de leurs vecteurs de pollution, et de récupérer éventuellement les constituants valorisables.

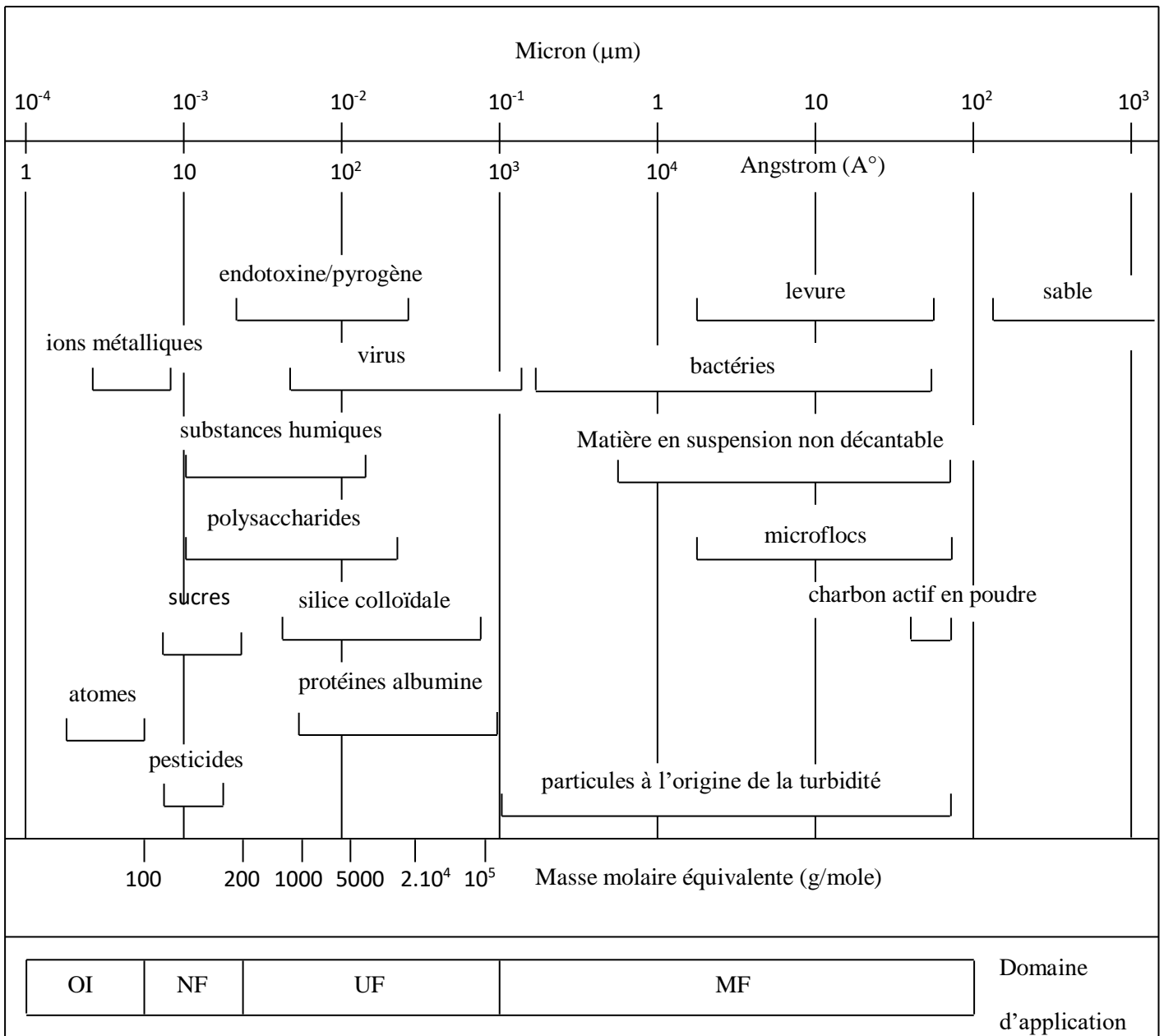
I.4.4.2. Osmose inverse et Filtration

En tenant compte de sa finalité, on peut voir l'osmose inverse comme un cas particulier, extrême, de filtration. L'ensemble de ces techniques, parfois qualifiées de mécanomembranaires pour les distinguer de celles, électromembranaires, fondées sur un transport induit par une force électrique, peut en effet être découpé en quatre domaines (Tableau N°1 et Figure N°5). Ce découpage se fait selon la taille des espèces retenues par le filtre, leur masse molaire M , leur rayon du pore R_{pores} et selon le gradient de pression (Δp) nécessaire aux opérations courantes.

Tableau N°01 : Procédés mécanomembranaires et rétention des membranes vis-à-vis des différents types de soluté.

Procédé	Type de membrane	Force motrice	Mécanisme et séparation	Régime de transport	Domaine d'application
Microfiltration	Symétrique microporeuse $R_{\text{pores}} = 0,1$ à $10 \mu\text{m}$	Différence de pression 0,1 à 2 bar	Tamassage dû aux pores et adsorption (Effet tamis)	Macropores	Stérilisation Filtration Clarification $M > 10^6$ g/mol
Ultrafiltration	Asymétrique microporeuse $100 < R_{\text{pores}} < 10^3 A^\circ$	Différence de pression 1 à 5 bars	Tamassage et capillarité Convection $J = L \cdot \Delta P$ (Effet tamis)	Mésopores	Filtration des macromolécules $10^6 > M > 10^3$ g/mol
Nanofiltration	Asymétrique ou composite $R_{\text{pores}} = 10$ à $20 A^\circ$	Différence de pression 5 à 30 bars	Convectif diffusionnel $J = A(\Delta P - \sigma \Delta \pi)$ (Effet tamis + effet Donnan)	Micropores	Dessalination partielle de l'eau Séparation de molécules $200 > M > 100$ g/mol
Osmose inverse	Membrane à peau superficielle asymétrique (dense) Absence de pores	Différence de pression 20 à 100 bars	Solubilisation diffusion $J = A(\Delta P - \Delta \pi)$	Moléculaire	Filtration des sels microsolutés $M < 100$ g/mol

Figure N°05 : Domaines d’application des différentes techniques à membranes
(Bouchard et al., 2000)



L'osmose inverse concerne des solutions de composés ioniques ou moléculaires de faible masse, inférieure à 100 g.mole^{-1} (100 Da). La pression osmotique est importante, et ne peut pas être négligée devant la pression opératoire. Cette dernière peut atteindre jusqu'à 100 bar. La séparation s'effectue à l'aide d'une membrane anisotrope comportant une membrane dense (absence de pores), et met en jeu les propriétés d'interaction physicochimique (solubilité) et dynamique (diffusivité) des espèces dans la membrane. Le transport sélectif du solvant s'interprète donc plutôt par un mécanisme solution-diffusion que par une filtration à l'échelle moléculaire (Lonsdale, 1986).

I.4.4.3. Principales Applications

Le dessalement des eaux saumâtres et de l'eau de mer est l'application la plus importante (95%) de l'osmose inverse. Des applications existent dans d'autres domaines, telles que, le traitement des eaux, agro-alimentaire (déshydratation partielle de certains jus) ou le traitement des effluents industriels.

- Le dessalement :

Depuis des années, un effort considérable a été fait pour produire de l'eau potable, sanitaire, ou d'irrigation dans des zones arides ou qui n'ont pas de qualité standard.

On trouve la plupart des installations en territoire Anglophone (Etats-unis, Moyen-orient, états du golfe persique), mais aussi dans le reste des continents. L'ensemble représentait en 1980 une production voisine de 8000000 m^3 d'eau potable, dont 5% à partir d'eau de mer, répartie sur quelques 2000 points du globe.

La charge est d'abord filtrée sur sable, microfiltrée ($5 \mu\text{m}$), puis prétraitée par ajustement du pH (inférieur ou égal à 7) et adjonction d'un inhibiteur de précipitation (antiscaiant, est généralement l'hexamétaphosphate de sodium) des sulfates de calcium ou carbonates de calcium pour protéger les membranes de la dégradation chimique et

du colmatage. La charge est ensuite envoyée vers le module d'osmose inverse pour suivre le traitement final de dessalement (Brun, 1989 ; Maurel, 1974).

- Traitement des eaux et des effluents :

L'osmose inverse peut être utilisée comme prétraitement à l'extraction ionique sur résine mixte. Elle permet d'améliorer la qualité d'une eau dure, en réduisant sa teneur en sels minéraux. Ce qui augmente ainsi la durée de vie des résines. Ce type d'application, peu exigeant pour les performances des membranes, assez bon marché, concerne toutes les industries où la qualité des eaux de rinçage est un facteur essentiel.

L'osmose inverse permet aussi de réduire la pollution, et de valoriser certains produits contenus dans les effluents industriels. Parmi les applications, concernant les petites et moyennes unités, citons le traitement des eaux de rinçage des industries galvanoplastique et de la pâte à papier. Mais, elle est concurrencée dans ce domaine par l'électrodialyse et surtout l'ultrafiltration.

- Déshydratation partielle des jus agro-alimentaire

Sous réserve que la pression osmotique d'un jus alimentaire reste à modérée, l'osmose inverse peut être utilisée pour le déshydrater partiellement.

L'application est toute fois limitée par le colmatage des membranes, dû à la formation des lits bactériens difficiles à éviter. Elle nécessite un contrôle strict de qualité des produits, car les méthodes usuelles de nettoyage et de désinfection endommagent le plus souvent les membranes.

La Figure N°06 représente une unité d'osmose inverse utilisée pour la déshydratation partielle des jus.

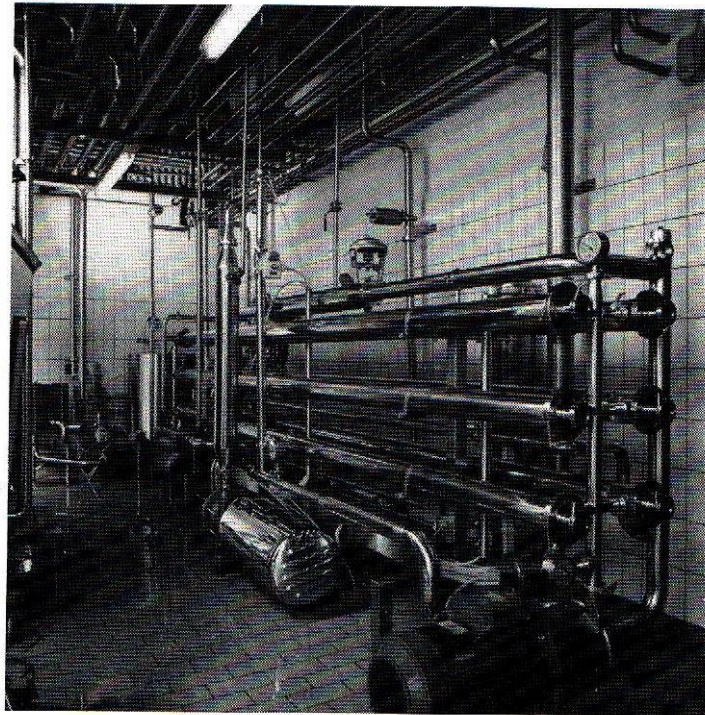


Figure N°06: Unité d'osmose inverse utilisée dans l'industrie laitière et comportant des modules plan-spiralés DDS-RO ® (Brun, 1989).

I.5. Le nettoyage en place des membranes d'osmose inverse et des équipements de productions des produits laitiers.

Le nettoyage consiste à éliminer d'une surface donnée toute souillure visible ou invisible pouvant s'y trouver. Ceci est réalisé par la détergence, processus selon lequel les agents colmatants sont détachés de la surface où ils sont fixés, et mis en solution ou en suspension, et qui est la résultante de plusieurs phénomènes physico-chimiques survenant aux interfaces dans le système support/ souillure/ détergent (Bégoïn, 2004).

I.5.1. Le nettoyage en place des membranes d'osmose inverse

Le nettoyage en place ou encore CIP (cleaning-in-place) en anglais suit un certain nombre de mécanismes et réactions.

I.5.1.1. Les mécanismes

Le nettoyage en place se base généralement sur deux principaux mécanismes qui sont la détergence et le nettoyage.

a) La détergence

La détergence peut être décomposée en trois phases successives : le mouillage, le déplacement de la souillure, l'anti-redéposition ou maintien des espèces colmatantes à l'écart de la surface à nettoyer (vincent, 1999).

b) Mouillage

Le mouillage consiste, pour la solution détergente, à entrer en contact avec la souillure et établir une force entre la souillure et constituants de la solution de nettoyage supérieure à celle existant entre l'agent colmatant et la surface. Le plus souvent, sont introduits les tensioactifs pour abaisser la tension superficielle de la solution de nettoyage, ainsi que les tensions interfaciales entre la solution de nettoyage et la surface colmatée.

. Le déplacement de la souillure

Lorsque le détergent est parvenu à mouiller puis à pénétrer la souillure, il la décroche de la surface. Ce premier mouille le support, s'adsorbe sur celui-ci, diminue l'attraction du support pour la souillure qui peut se détacher.

. L'anti-redéposition

Les souillures précédemment déplacées, se retrouvent au sein de la solution détergente. Il est indispensable d'éviter leur redéposition sur les surfaces nettoyées. Pour cela, plusieurs mécanismes peuvent intervenir selon la composition de la solution détergente. Les réactions chimiques permettent d'obtenir une bonne solubilisation des souillures.

c) Le nettoyage

Le nettoyage chimique est basé sur la réaction hétérogène entre un agent chimique de la solution de nettoyage et la matière colmatante, provoquant différentes modifications physico-chimiques : variation du pH, de solubilisation, modification de l'affinité des matières colmatantes pour la surface de la membrane ou pour elles-mêmes (agrégats), hydrolyse chimique,... Ces réactions conduisent à des produits solubles ou en suspension éliminés par l'écoulement de la solution de nettoyage.

Les réactions de nettoyage peuvent généralement être séparées en 5 étapes (Blanpain-Avet, 2001) :

- Transport convectif des détergents vers la surface mouillée
- Transport par diffusion ou capillarité des détergents à l'intérieur de la couche de colmatage
- Réaction avec les agents colmatants
- Transport des produits de la réaction en retour vers l'interface par diffusion ou capillarité
- Transport en retour des produits vers la solution

I.5.1.2. Les cycles de nettoyage chimique des membranes

Le colmatage lié à la membrane par des interactions physico-chimiques fortes est généralement irréversible et ne peut être éliminé que par un traitement curatif post filtration : le nettoyage chimique (Bégoïn, 2004 ; Delaunay, 2007). Le cycle de nettoyage chimique des membranes se compose généralement de plusieurs étapes :

- Pré-rinçage à l'eau pour éliminer le colmatage réversible
- Nettoyage chimique avec différentes solutions chimiques spécifiques à chaque couple membrane/fluide filtré, avec des inter-rinçages à l'eau intermédiaires

- Désinfection pour tuer les micro-organismes (virus, bactéries, etc) et garantir la sécurité sanitaire des installations dans le cas des Industrie Agro-alimentaire (IAA).
- Post-rinçage à l'eau avant remise en production

Les conditions de nettoyage influent fortement sur la durée de vie des membranes qui est comprises entre 3 et 5 ans, la fréquence de nettoyage dépend du couple membrane/fluide et qui peut varier entre 15 à 20 jours dans le cas du dessalement des eaux saumâtres.

CHAPITRE II

Présentation du complexe laitier sidi saada

II.1. Présentation du complexe laitier de Sidi Saada

II.1.1. Situation géographique

Siège Social et l'usine de production située dans la commune de Sidi Saada Daïra de Yellel Willaya de Relizane.

II.1.2. Historique

L'architecture et les plans des bâtiments sont l'œuvre d'un bureau d'étude, l'office Régional Ouest du lait (OROLAIT) est lancer le projet en 1987.

Les travaux de montage ont été confiées par le constructeur ALFA LAVAL France.

Cette usine est mise en exploitation en 1993.

En 1997 : Passage sous la tutelle du GIPLAIT après dissolution des offices régionaux.

En 2001 : il ya un Changement de statues en filiale du Groupe Giplait (Avril).

En 2007 : Cession de la totalité des actions de la « LAITERIE FROMAGERIE SIDI SAADA Spa » à la « SARL Produits LAITIERS TREFLE ».

Elle est créée pour la fabrication des produits laitiers traités de longues conservations (Lait, yaourt, fromage fondu, fromage frais et l'ben thermisé) et des fromages pate molle « camembert ».

Après le départ du constructeur français certains ateliers n'ont pas être mis en service. C'est pour cela que le nouveau propriétaire s'est appelé à la mise à niveau et à la rénovation des équipements pour la mise en exploitation de la totalité des capacités existantes.

Les travaux ont touché les utilités (traitement de l'ambiance station de production froid et traitement de l'eau). L'introduction de nouveaux produits (fromage frais type Laibni) par l'installation d'un nouvel atelier.

II.1.3. Identification

Forme juridique	:	SPA laiterie SIDI SAADA.
Capital social	:	1114800000.00 DA.
Président du conseil d'administration	:	Mr.Tlemsani Mahmoud.
Directeur Général	:	Abed BenAoumer.
N° registre de commerce	:	0162565B04 du 04/01/2004.

II.1.4. Installations

Les bâtiments de la laiterie sont aménagés sur un terrain d'environ 98000 m² dont 23000 m² seulement est construit et se répartissant comme suite:
L'installation de l'entreprise Laiterie Sidi Saada comprend (Figure N°07 et N°08) :

- Les bâtiments composés de :
 - Un atelier abritant les ateliers processus, réception de lait de ferme et pour la fabrication des produits laitiers.
 - Un atelier de fabrication des pates molles.
 - Deux bâtiments abritant les magasins de matières premières et matières consommables.
 - Des locaux techniques pour les équipements d'énergie et des utilités transformateurs groupes électrogènes de secours, onduleurs, chaudières, compresseurs, équipements de froid....
 - Un bloc administratif.
 - Par ailleurs, l'unité est équipée de deux laboratoires d'analyses et de contrôle de qualité pour les services physico-chimiques et microbiologiques.
 - Une station d'épuration des eaux usées.
 - Une cité de trente logements.
 - Un parc d'équipement de production comprenant notamment Les différents équipements de fabrication (pasteuriseurs, homogénéisateurs stérilisateurs, séparateurs, hydrolock, réchauffeurs, refroidisseurs,...).
 - Les équipements des utilités pour la production des énergies : vapeur, électricité air comprimé, eau glacée (chaudières, transformateurs, groupes électrogènes, onduleurs compresseurs, groupes de froid....).
 - Les équipements de stockage (les différents tanks).
 - Les équipements de transport et de manutention.

Ainsi qu'une installation automatique de nettoyage et de désinfection et d'un centre de traitement des eaux.



Figure N°07: Plan d'accès de laiterie SIDI SAADA.

II.1.5. production

- L'unité réceptionne 60000L de lait par jour.

La capacité de transformation de l'unité se répartit par jour comme suite :

- Camembert : fromage à pâte molle, la quantité transformée est de 50000 L/jour (1992).
- Lait reconstitué : la quantité produite est 21989 L/jour.
- Laibni : 9882 plaques, chaque plaque contient quatre pots.

II.1.6. Le personnel

La laiterie comporte un effectif d'environ 237 personnes. Le régime de travail pour les structures de productions est de 5 à 8 heures de matin pour l'équipe de fabrication de lait reconstitué, une autre équipe débute le matin de 8h à 16h comme l'équipe de laboratoire et un autre groupe de 8h jusqu'à 1h 30min qui s'occupe de conditionnement et de maintenance et l'équipe de service de traitement de l'eau.

L'unité de Sidi Saada se commercialise avec plusieurs wilayas qui sont :

- Mostaganem
- Oran
- Blida
- Tlemcen

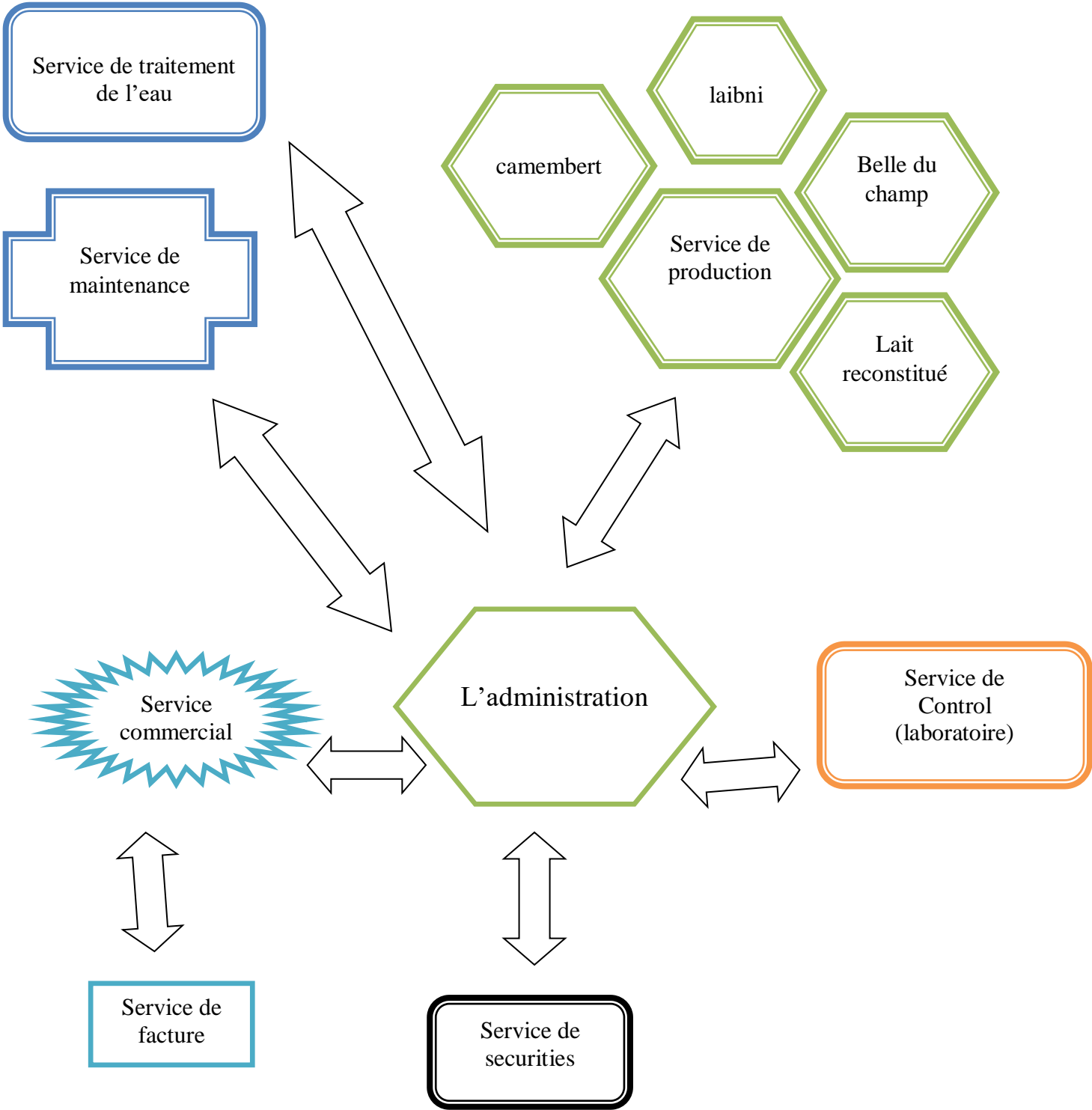


Figure N°08: Organigramme du complexe laitier de Sidi Saada

II.2. Matières premières au niveau du complexe laitier de Sidi Saada

Nous avons l'occasion de visiter la laiterie de Sidi Saada Relizane au mois de Mai 2015 où nous avons suivi les différentes étapes de fabrication du lait reconstitué partiellement écrémé mais avant d'examiner le procédé de fabrication au niveau de cette laiterie nous allons tout d'abord parler des matières premières mis en œuvre.

Pour la reconstitution du lait partiellement écrémé les matières premières suivantes sont utilisées :

- La poudre de lait entier (26% de MG),
- La poudre de lait écrémé (0% de MG),
- L'eau de reconstitution.

Les laits en poudres (entier et écrémé) sont importés par l'ONIL (Office National Interprofessionnel du lait et des produits laitiers). Le pays d'origine de la poudre de lait entier est la Belgique alors que celui de la poudre de lait écrémé est la France.

Les poudres sont fournies généralement en sacs plastifiés de 25 kg. Le lait de vache est livré à la laiterie le matin et le soir, il arrive dans des camions citernes où il subit des analyses physico-chimiques (acidité, densité, teneur en matières grasses (MG) et stabilité à l'ébullition).

L'eau est l'ingrédient le plus couramment utilisée dans la reconstitution du lait. Cette eau doit être potable de bonne qualité, dépourvue de micro-organismes pathogènes et d'un niveau de dureté acceptable. Le complexe laitier de Sidi Saada utilise une eau traitée qui a une dureté totale de 14°F.

II.3. Procédé de fabrication du lait reconstitué au niveau de la laiterie Sidi Saada

II.3.1. La réception du lait cru

La réception du lait se fait au niveau du quai de réception où se trouve une installation comprenant des pompes, des circuits et un compteur pour déterminer la quantité du lait réceptionné.

Des analyses sont effectuées pour apprécier la qualité du lait qualitativement et quantitativement avec des analyses physico-chimiques dans un demi-laboratoire à côté de la salle de réception. On mesure : pH, la densité, la

température, la matière grasse, le point de congélation, la quantité des protéines et de lactose. Pour accepter un lait, il faut qu'il :

- Ne soit pas acide (pH : 6.6-6.8)
- Ne soit pas écrémé (MG>32g)
- Ne soit pas mouillé (la densité est supérieure à 1,028)

Si ce lait correspond aux normes, il est filtré par un tamis plastique et il sera envoyé pour passer à la chaîne de fabrication de produits laitiers.

II.3.2. Filtration du lait cru, refroidissement et stockage

Le lait passe par des filtres en tissus (cellulose, toile métallique) pour éliminer les impuretés et les corps étrangers qui peuvent s'y trouver (poils, particules solides).

Le lait est ensuite refroidi à 4 et 6°C à l'aide d'une réfrigérante et stocké dans des tanks de stockage isotherme à cette même température.

Cette quantité de lait de vache est envoyée habituellement à la fabrication du camembert.

II.3.3. Traitement de l'eau

L'eau est potable à cause de l'absence des coliformes dans 100 ml, la température préférée pour la recombinaison est de 35 à 45°C, à cette température la poudre a une meilleure mouillabilité et une meilleure dissolubilité (Luquet, 1985).

II.3.4. La reconstitution

La reconstitution du lait se fait par mélange d'eau adoucie (chauffée à environ 45°C pour permettre une bonne solubilisation) et de lait en poudre 6 sachets qui contiennent 25 kg du lait écrémé à 0% de matière grasse avec 10 sachets de poudre du lait entier à 26% de matière grasse importée de l'Argentine avec de l'eau traitée de 4200 L (Figure N°09).

La poudre est incluse progressivement dans une trémie, puis transportée par une vis sans fin pour être mélangée avec l'eau, ce mélange gagne le tank de reconstitution doté d'un agitateur en faisant un circuit fermé à l'aide des pompes. Une fois que toute la poudre est bien mélangée, l'agitateur et les pompes de circulation s'arrêtent et le contenu du tank est laissé au repos jusqu'à dissolution complète de la poudre.

Le temps de réhydratation est d'environ 20 minutes.

II.3.5. Mélange

Il s'agit de mélanger le lait de vache et le lait reconstitué de manière à obtenir un produit avec un taux de matière grasse à 15 g/L cela permet également de faire écouler le lait de vache (plus de 50.000 L collectés par jour). En cas de manque de lait de vache et surtout à cause de l'insuffisance de la nourriture l'industrie laitière travaille avec la poudre de lait, Cette étape est exercée dans des tanks de capacité 10.000 L pour chacune, et a pour but :

- D'augmenter la dispersion de la poudre.
- Assurer une bonne hydratation.
- Eviter la formation d'agglomérat.

II.3.6. Filtration du mélange

Le lait ainsi mélangé subit une deuxième filtration pour éliminer éventuellement les impuretés qui peuvent se mélanger accidentellement lors du mélange.

II.3.7. Homogénéisation

Sous pression élevée (155 bars) par une action mécanique et température de 60-70 °C. Cette opération admet à la bonne dispersion des globules gras dans le lait, la réduction de la taille de ces globules et la destruction partielle des micelles de caséines.

II.3.8. Le dégazage

Il se réalise dans un dégazeur .Cette opération à pour but de:

- Retirer partiellement au moins certaines odeurs caractéristiques des laits.
- D'éliminer des substances volatiles telles que les composés cétoniques qui risquent d'affecter le goût et l'odeur du lait reconstitué.
- De se débarrasser de l'oxygène susceptible d'oxyder la matière grasse.

II.3.9. La pasteurisation

Le traitement thermique est destiné à la destruction totale de la flore pathogène, et presque la totalité de la flore banale, tout en s'efforçant de ne toucher qu'au minimum à la structure physique du lait, à ces équilibres

chimiques, ainsi qu'à ses éléments biochimique « le diastase et les vitamines notamment ».

Elle consiste à faire passer le lait dans un échangeur de chaleur à plaques à une température de 85°C pendant 20 secondes puis il se refroidit à 7° C.

II.3.10. Le refroidissement

Le lait subit un refroidissement jusqu'à 6 à 8°C, puis il est stocké dans des tanks isothermes pour éviter l'évolution de l'acidité.

II.3.11. Stockage tampon

Après pasteurisation et refroidissement le lait reconstitué s'achemine vers les tanks de stockages à une température de 9 à 10 C° pour éviter son acidification.

Après pasteurisation, le lait doit être placé dans des récipients fermés et inviolables (deux tanks de 10.000 L).

En vue de la mettre à l'abri des contaminations au cours de la commercialisation. Cette étape permet une meilleure gestion du procédé, évitant l'arrêt de la pasteurisation en cas d'un problème technique au niveau de la conditionneuse.

II.3.12. Conditionnement

Après refroidissement, le lait passe pour être emballé dans des sachets qui sont stérilisés par l'eau chaude. Le conditionnement se fait dans des sachets de polyéthylène d'un (1) litre.

La laiterie est équipée de cinq (5) conditionneuses.

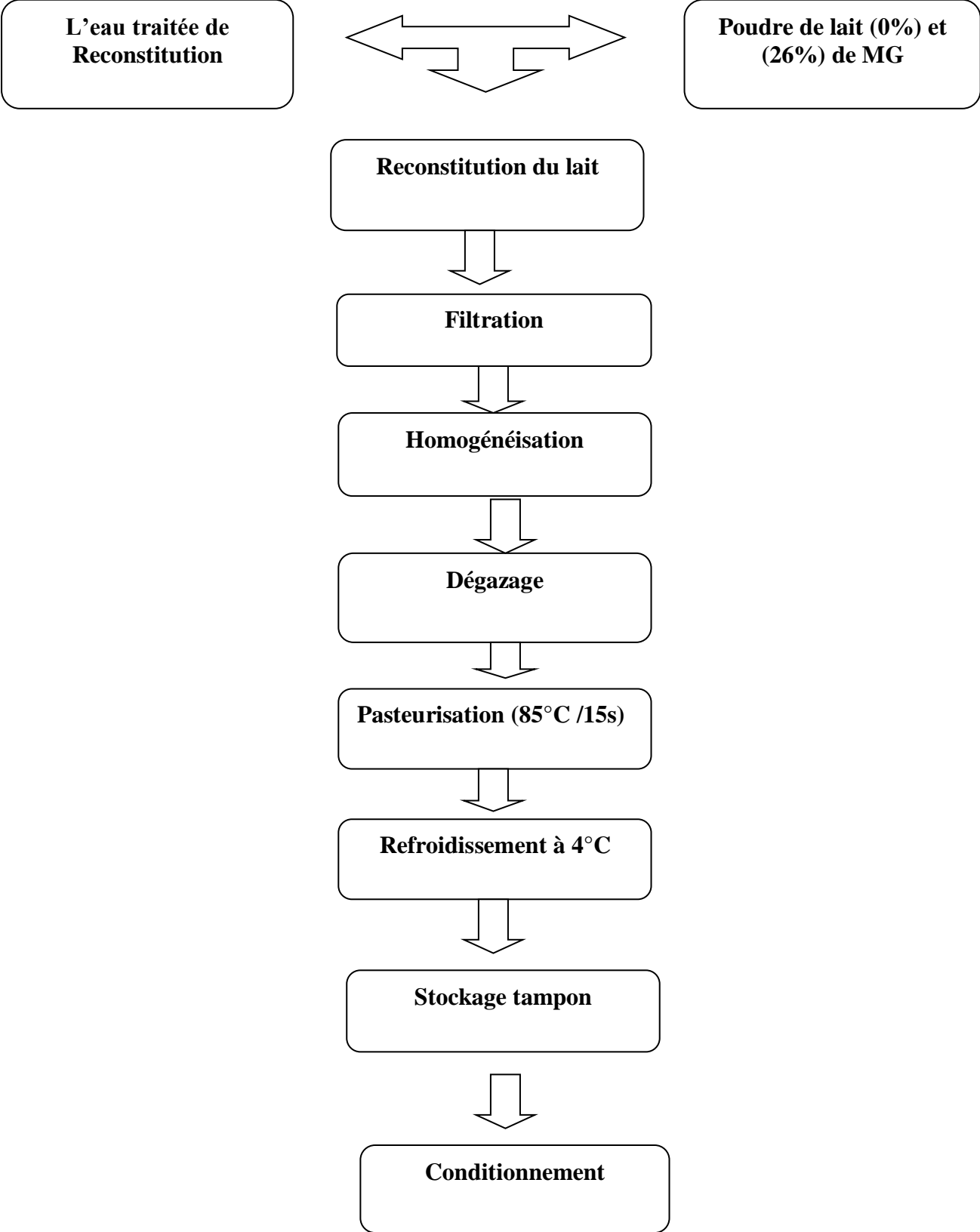


Figure N°09: Diagramme de fabrication du lait reconstitué au niveau de la laiterie Sidi Saada

II.4. Origine de l'eau

L'unité laitière de Sidi Saada Relizane est alimentée par une eau de forage de Yellel d'un débit de 23 m³/h et une salinité moyenne initialement (ancien forage) était de 1600 mg/L mais actuellement (nouveau forage) est environ de 5000 mg/L.

L'eau est un élément essentiel utilisée dans l'unité comme un agent de dissolution, de dilution ou de nettoyage. Cependant, pour devenir utilisable, elle doit être traitée par plusieurs étapes successives (Figure N°10).

II.5. Étapes de prétraitement des eaux brutes

II.5.1. Désinfection

Afin de détruire tous les micro-organismes vivant dans l'eau brute, cette dernière subit une désinfection par le chlore au moyen d'une pompe doseuse, ce qui va permettre d'assurer une bonne qualité d'eau qui servira à la fabrication du lait et ses dérivés.

II.5.2. Filtration

La filtration est un procédé utilisant le passage d'un solide- liquide à travers un milieu poreux (filtre) qui retient les particules grossières et laisse passer les liquides (filtrat).

Tout d'abord, on reçoit l'eau de forage de Yellel par le service des eaux de Relizane avec une grande capacité dans des baches des eaux brutes. Cette eau circule à l'aide des pompes et subit un prétraitement par une filtration sur sables en passant par 5 lits de sable (backs à sable) de différents diamètres de porosité pour éliminer toutes les impuretés notamment les matières en suspension (MES).

II.5.3. Microfiltration

La microfiltration sert à retenir les colloïdes, les oxydes métalliques notamment les oxydes ferriques et les bactéries (Bouزيد, 2000).

Elle est composée de 5 filtres à cartouche ayant un seuil de coupure de 5 µm à 10 µm (Alfa Laval).

L'indice de dissolution de sel ou l'indice de colmatage (Fouling index (SDI)) est calculé par la relation suivante (Equation II.1):

$$SDI = \frac{100}{15} \left(1 - \frac{t_i}{t_f} \right) \quad (II.1)$$

avec :

t_i : temps initial nécessaire au remplissage d'un volume de 500 ml d'eau microfiltrée.

t_f : temps final nécessaire au remplissage d'un volume de 500 ml d'eau microfiltrée

après 15 minutes du début de l'opération de mesure de l'indice de colmatage.

Si le $SDI \leq 3$, l'eau peut être envoyée aux modules d'osmose inverse.

Si le $SDI > 3$, la ligne d'osmose inverse ne peut pas démarrer car il y a un encrassement ou colmatage des microfiltres à cartouches, ce qui influe négativement sur la qualité des eaux microfiltrées, ce qui empêche, dans ce cas, l'alimentation des modules d'osmose inverse, et alors un lavage ou renouvellement des microfiltres à cartouches sera nécessaire.

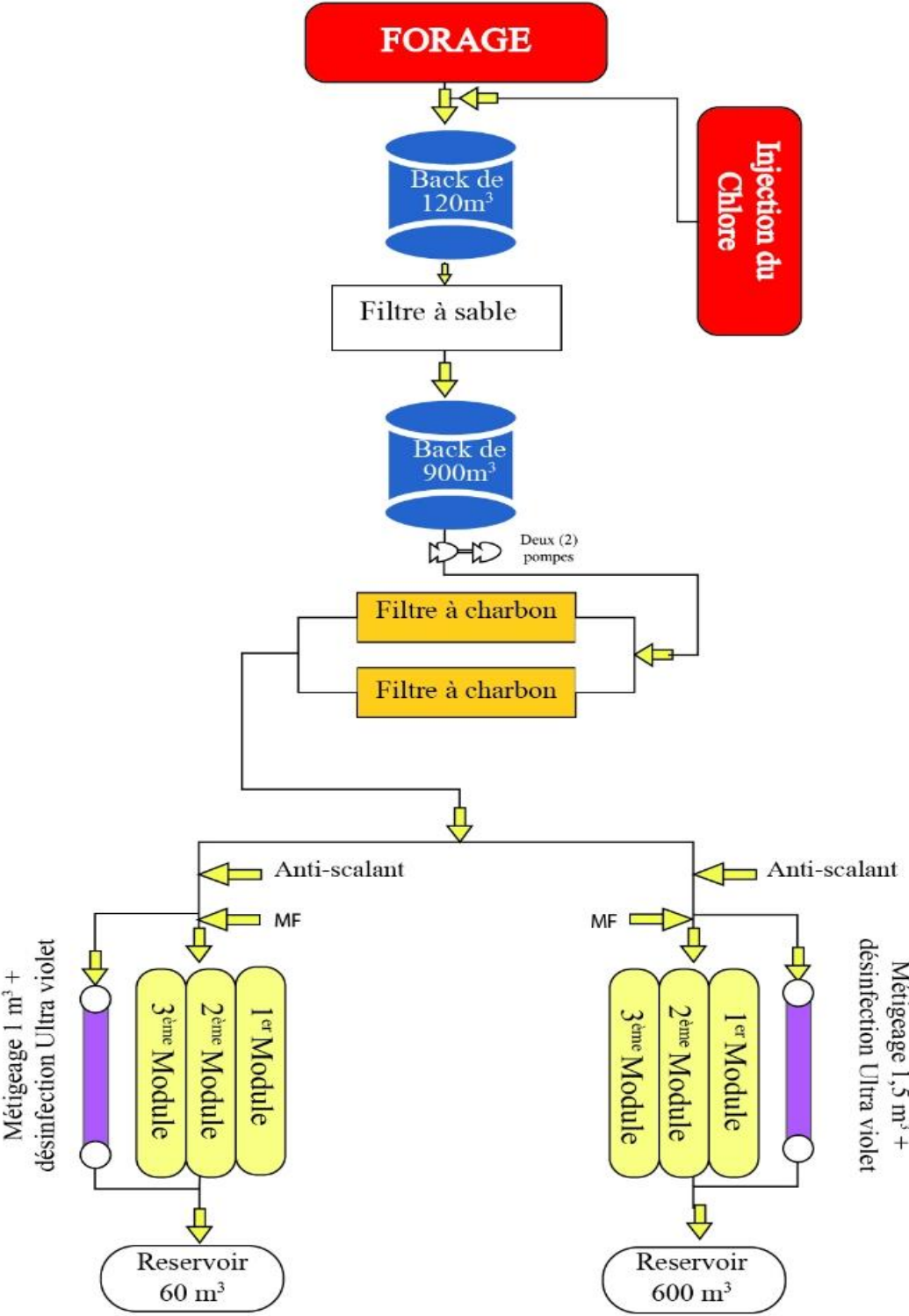


Figure N°10: Processus de prétraitement des eaux saumâtres

II.6. Traitement final des eaux saumâtres par osmose inverse

II.6.1. Osmose inverse

L'osmose inverse peut être définie comme un procédé de séparation en phase liquide qui permet l'élimination d'un solvant (eau dans la plupart des cas) d'une solution par perméation sélective à travers une membrane sous l'action d'un gradient de pression (Daufin et al., 1998).

Les membranes d'osmose inverse ont la propriété d'effectuer une séparation en fonction des dimensions des molécules ou de leur poids moléculaire (Maurel, 1974).

Tout constituant dont le poids est égal ou supérieur à un seuil caractéristique de la membrane, appelé seuil de coupure (Molecular weight cut-off (MWCO)), sera retenu par cette membrane et tout constituant de poids inférieur passera.

II.6.2. Type de module utilisé par l'unité laitière de sidi Saada

L'industrie laitière de Sidi Saada utilise 3 modules disposés en parallèle caractériser par :

- Une durée de vie de 3 à 4 ans.
- Type **OSMOPAC HH20000** Filmtec (USA).
- Le débit d'alimentation des modules est de 20 m³/h.
- Leur débit de perméat est de 17 m³/h à 20°C (Figure II.2).

Ces 3 modules utilisent 15 membranes (chaque module contient 5 membranes) composites spirales en polyamides aromatiques modèle Filmtec (USA) (Polyamide thin-film composite) type 8" BWLE-440 (High Surface Area (11,21m²) Low-Energy Brackish Water RO Element) en mode filtration tangentielle.

Le module spiral utilisé est un cylindre ayant un poids de 2000 kg et une longueur de 5m.

Ces 3 modules fonctionnent sous une pression de 13 bars à 20°C, avec un taux de conversion de 70 % et un taux de rétention minimum des sels de 97 % à partir d'une eau saumâtre brute de salinité (initialement 1600 mg/L mais actuellement environ 5000 mg/L à 20°C) et un indice de colmatage maximum des micro-filtres de 3 (ALFA LAVAL).

II.7. Le principe de fonctionnement du module

Le fonctionnement du module spiral est déjà mentionné dans le chapitre I (Figure N°02).

Les 3 modules sont en parallèles, dont celui situé en haut est alimenté par les rétentats des 2 autres modules en bas (Figure N°11).

On notera que pour 23 m³ d'eau microfiltrée ou prétraitée avec une dureté totale (Ca²⁺ + Mg²⁺) ou titre hydrotimétrique TH = 110 °F seulement 20 m³ d'eau microfiltrée alimente les modules d'osmose inverse pour obtenir une dureté totale nulle (TH = 0 °F) et les 3 m³ d'eau microfiltrée (TH = 110 °F) qui reste subira une désinfection par les rayons Ultra-violet (Figure N°18) puis passera directement et s'additionne aux eaux produites par l'osmose inverse (perméat). C'est le mitigeage. On obtient finalement une eau traitée à TH = 10 °F de dureté totale qui servira à la préparation du lait reconstitué à base de poudre.

L'eau traitée est fraîche pour la préparation du lait reconstitué à base de poudre et elle subit des autres passages selon l'utilisation :

1. passage à travers des adoucisseurs à base de résines échangeuses cationiques pour éliminer la dureté totale (Ca²⁺ et Mg²⁺). L'eau adoucie servira à l'alimentation des chaudières.
2. passage à travers le dégazeur pour éliminer les gaz sous pression à température de 105 °C.
3. alimentation de la chaudière pour la production de vapeur qui servira à la pasteurisation et la stérilisation du lait à l'aide des échanges thermiques et des foyers (bruleurs) qui constituent des flammes qui créent la vapeur.
4. production d'eau froide à l'aide des compresseurs, refroidisseurs, des plaques et l'utilisation de l'eau glycolée à température de -7°C et -3°C pour la conservation et la marche de production.....

Cette eau subit plusieurs analyses physico-chimiques par jour et des analyses microbiologiques par mois pour la sécurité hygiénique.

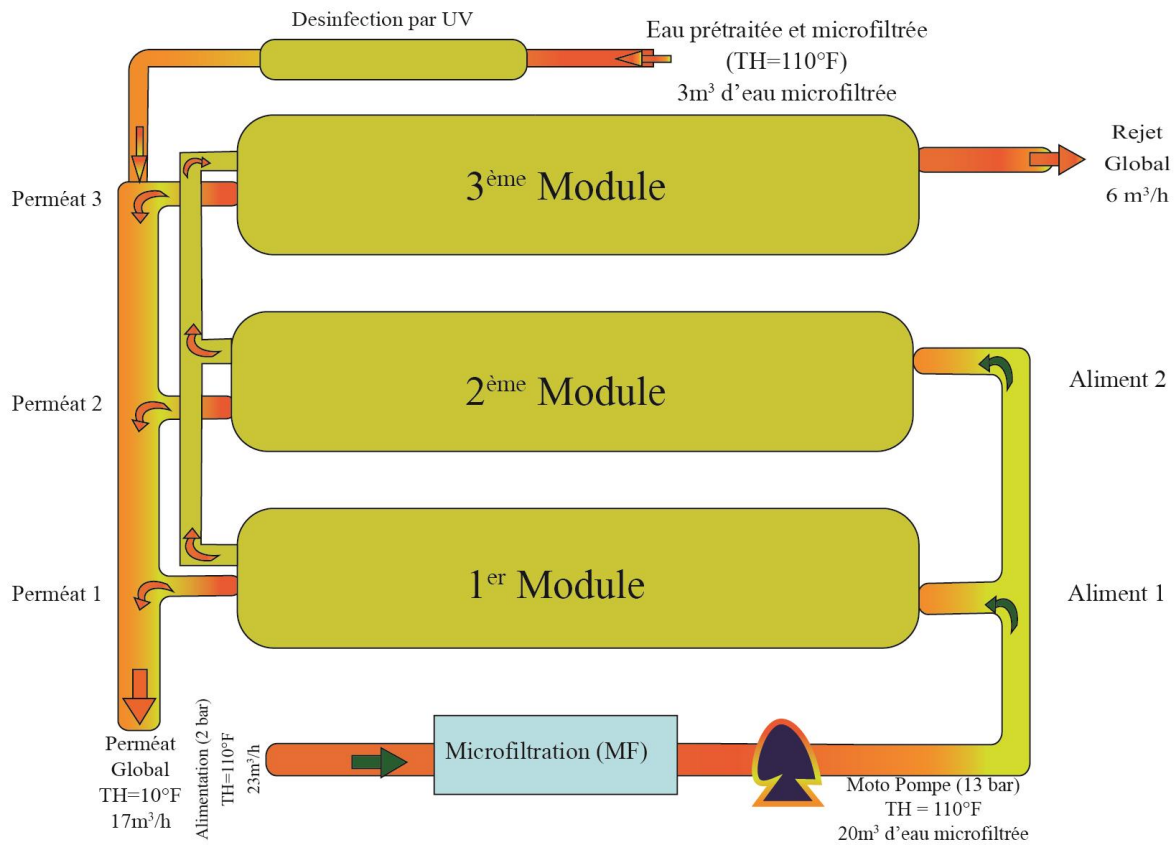


Figure N°11 : Module d'osmose inverse pour le traitement final des eaux saumâtres

II.8. Les recommandations et les formules pour les calculs de l'exploitation

II.8.1. Taux de rétention de la conductivité (des sels)

Le taux de rétention (TR) de la conductivité (des sels) par la membrane d'osmose inverse est le rapport entre la conductivité ou salinité d'eau

d'alimentation du module moins la conductivité ou salinité d'eau produite (perméat) divisé sur la conductivité d'eau d'alimentation du module (Equation II.2) :

$$TR(\%) = \frac{\chi_{\text{alimentation}} - \chi_{\text{perméat}}}{\chi_{\text{alimentation}}} \times 100 \quad (\text{II.2})$$

Avec :

TR : Taux de rétention de la conductivité (des sels) (%)

$\chi_{\text{alimentation}}$: Conductivité d'eau d'alimentation du module ($\mu\text{s/cm}$)

$\chi_{\text{perméat}}$: Conductivité d'eau produite ou traitée (perméat) ($\mu\text{s/cm}$)

II.8.2. Flux de perméat

Le flux de perméat est le rapport du débit d'eau traitée par osmose inverse (perméat) et la surface membranaire (Equation II.3) :

$$J_p = \frac{Q_p}{S_m} \quad (\text{II.3})$$

Avec :

J_p : Flux de perméat ($\text{m}^3/\text{m}^2.\text{h}$)

Q_p : Débit d'eau de perméat (m^3/h)

S_m : Surface membranaire (m^2)

CHAPITRE III

Influence du nettoyage en place (Cleaning in place « CIP ») des membranes d'osmose inverse (RO) sur l'efficacité du traitement des eaux saumâtres

Introduction

Plusieurs techniques séparatives telles que l'osmose inverse,... sont utilisées pour produire de l'eau douce à partir d'eau saumâtres (Brun, 1989).

Etant donné que l'osmose inverse est la technique séparative la plus utilisée au sein de l'industrie laitière de Sidi Saâda, il nous est nécessaire d'étudier l'influence du procédé d'osmose inverse, sur la qualité de la production des eaux qui est la source principale de la fabrication des produits laitiers.

En effet, la première partie de ce présent chapitre concerne l'application du flux limite ou critique, l'influence de la pression transmembranaire (PTM) sur le flux du perméat (J_p) avant et après le nettoyage en place des membranes d'osmose inverse, taux de rétention (TR), passage de sel (PS) ainsi que l'influence de la concentration de l'acide citrique sur le taux de conversion. Dans la seconde partie nous parlerons du nettoyage en place des membranes et des équipements de production des produits laitiers.

Et enfin, nous nous intéresserons sur les analyses physico-chimiques.

III.1. Le nettoyage des membranes d'osmose inverse de l'industrie laitière de Sidi Saâda

L'agent chimique et température utilisés, au sein de cette industrie, et trouvés dans les travaux de recherche antérieurs comme agent chimique efficace et température optimale pour le nettoyage des membranes, sont l'acide citrique et température de 50°C. La pression de nettoyage couramment utilisée est de 3.5 bar. Mais la pression utilisée durant le rinçage de la membrane et au cours du traitement des eaux par osmose inverse (reverse osmosis « RO ») est fixée par le constructeur à 13 bar.

III.2. Schéma de principe de fonctionnement

La figure ci-dessous représente le schéma simplifié du nettoyage en place (Cleaning-in-place (CIP)) des membranes d'osmose inverse utilisé dans l'industrie laitière de Sidi Saâda.

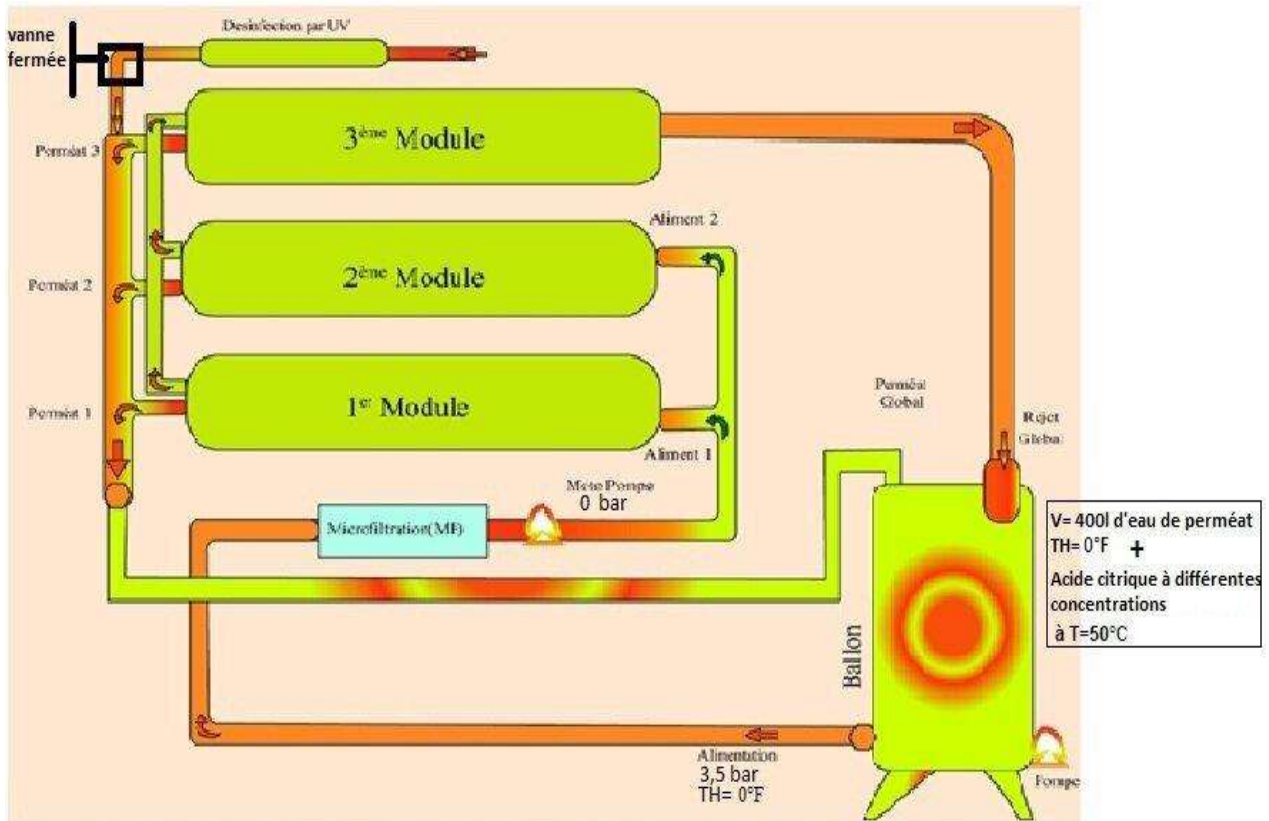


Figure N°12 : Schéma du CIP des membranes d'osmose inverse au sein de l'industrie laitière de Sidi Saada

III.3. Mode opératoire

- Arrêter la production
- Remplir le ballon à l'aide de 400 litres d'eau du perméat.
- Ajouter l'acide citrique dans le ballon (400L d'eau osmosée (perméat)), de l'acide citrique en solution selon la concentration à utiliser (1%, 2%, 3%).
- Chauffer l'eau à 50°C comme température optimale

- Connecter le perméat, rejet, rétentat des modules d'osmose inverse au ballon afin de former un circuit fermé.
- En premier lieu, on lance l'opération du CIP pendant 30min.
- On arrête pendant 15min.
- On relance l'opération du CIP pendant 30min
- Opération de rinçage pendant 10min.
- En second lieu et pendant l'étude de l'influence de la durée de nettoyage sur son efficacité, on fait varier ces intervalles de durée de nettoyage (sous et sans PTM appliquée).

III.4. Dessalement des eaux saumâtres par osmose inverse

Nous allons mesurer le flux de perméat (J_p) avant et après chaque nettoyage en place (cleaning in place « CIP »), à différentes pressions transmembranaires (PTM) choisies (5, 7, 9, 11, 13 et 15 bar), et différentes concentrations de l'acide citrique (1%, 2% et 3%) (Agent chimique de remplacement disponible et utilisé comme ingrédient dans les jus fabriqués par la filiale TREFLE dans la même usine). Aussi, nous allons mesurer le taux de rétention (TR) de la conductivité avant et après chaque CIP aux concentrations précitées à PTM 13 bar (utilisée par l'usine), et ce après effectuer des analyses physico-chimiques sur les échantillons prélevés (alimentation, perméat et rejet) à cette PTM.

III.5. Les étapes à suivre devant l'osmoseur

- . Vérifier que le niveau de l'eau brute dans le réservoir a atteint un certain niveau
- . Ouvrir totalement les vannes de l'eau d'alimentation (V1), perméat (V2) et rejet (V3).
- . Mise en marche de la pompe.
- . Contrôle de la pression et réglage de l'installation à l'aide des vannes afin d'avoir la pression recherchée de 5bar en amont de la membrane.

- . On laisse l'osmoseur tourner pendant 10 minutes afin que le débit se stabilise.
- . On prélève les échantillons à PTM de 13bar (PTM utilisée par l'unité pendant le traitement des eaux saumâtres).
- . Agir souvent sur les vannes pour respecter les conditions du changement de débit.
- . Lire et noter les débits (alimentation, perméat, rejet) pour toutes les PTM choisies (5, 7, 9, 11, 13 et 15 bar).
- . Convertir les débits en flux après avoir divisé sur la surface membranaire qui est de 11,21 m².
- . On règle de la même façon la pression à une valeur supérieure et on attend pendant 10 minutes pour la stabilisation de débit.
- . Six séries de mesure des débits correspondant à 6 valeurs variables de PTM choisies à plusieurs reprises ont été réalisées durant notre stage.

III.6. Résultats et interprétations

III.6.1. Influence de la concentration de l'acide citrique sur le flux de perméat

Tout d'abord, nous allons étudier l'efficacité, par mesure du flux de perméat et taux de rejet (rétention) de la conductivité, de la concentration de l'agent chimique de nettoyage qui est l'acide citrique. La température trouvée comme optimale et utilisée par l'usine est de 50°C.

III.6.1.1. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 1%

Le tableau N°02 et mis en évidence graphiquement par Figure N°13 récapitulent les résultats de mesure de flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et à différentes PTM.

Tableau N°02 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1%.

PTM (bar)	J _p avant (m ³ /h.m ²)	J _p après (m ³ /h.m ²)
5	0,35	0,36
7	0,6	0,64
9	0,81	0,88
11	1,05	1,07
13	1,17	1,21
15	1,36	1,47

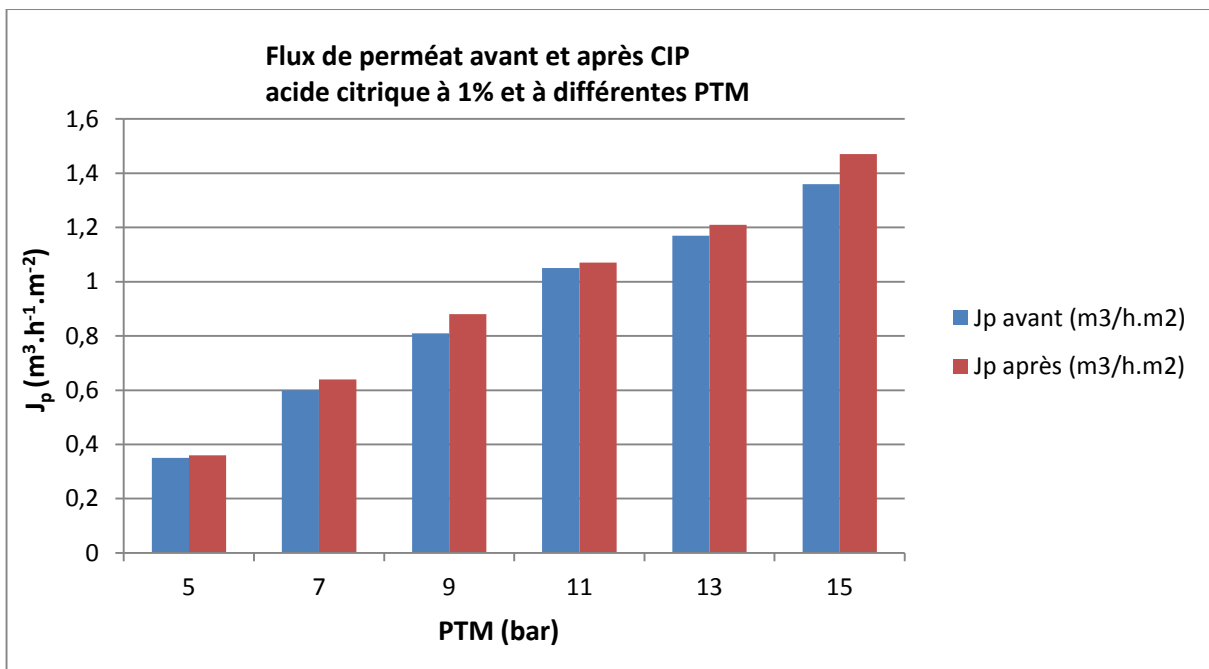


Figure N°13 : Variation du flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 1%.

III.6.1.2. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 1%.

Les résultats du gradient de flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et à différentes PTM sont enregistrés dans le tableau N°03.

Tableau N°03 : Différence de Flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 1%.

PTM (bar)	J_p avant ($m^3/h.m^2$)	J_p après ($m^3/h.m^2$)	ΔJ_p (J_p après- J_p avant)
5	0,35	0,36	0,01
7	0,6	0,64	0,04
9	0,81	0,88	0,07
11	1,05	1,07	0,02
13	1,17	1,21	0,04
15	1,36	1,47	0,11

III.6.1.3. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 2%.

Les résultats de flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 2% et à différentes PTM sont enregistrés dans le tableau N°04 et mis en évidence graphiquement par Figure N°14.

Tableau N°04 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 2%.

PTM (bar)	J_p avant ($m^3/h.m^2$)	J_p après ($m^3/h.m^2$)
5	0,35	0,37
7	0,62	0,63
9	0,85	0,88
11	1,06	1,07
13	1,24	1,27
15	1,36	1,37

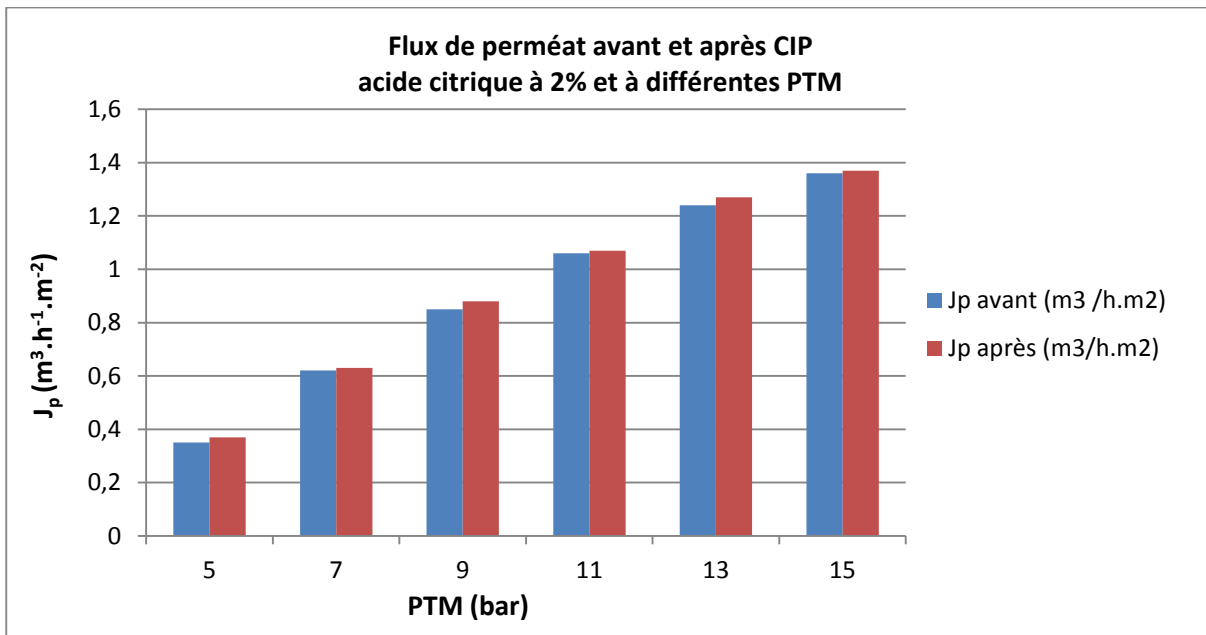


Figure N°14 : Variation du flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 2%.

III.6.1.4. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 2%.

Le tableau N°05 récapitule les résultats de la différence de flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 2% et à différentes PTM.

Tableau N°05 : Différence de Flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 2%.

PTM (bar)	J_p avant (m³/h.m²)	J_p après (m³/h.m²)	ΔJ_p (J_p après- J_p avant)
5	0,35	0,37	0.02
7	0,62	0,63	0.01
9	0,85	0,88	0.03
11	1,06	1,07	0.01
13	1,24	1,27	0.03
15	1,36	1,37	0.01

III.6.1.5. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 3%.

Les résultats de flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 3% et à différentes PTM sont récapitulés dans le tableau N°06 et mis en évidence graphiquement par Figure N°15.

Tableau N°06 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 3%.

PTM (bar)	J_p avant ($m^3/h.m^2$)	J_p après ($m^3/h.m^2$)
5	0,31	0,16
7	0,62	0,62
9	0,84	0,875
11	1,06	1,07
13	1,24	1,25
15	1,42	1,44

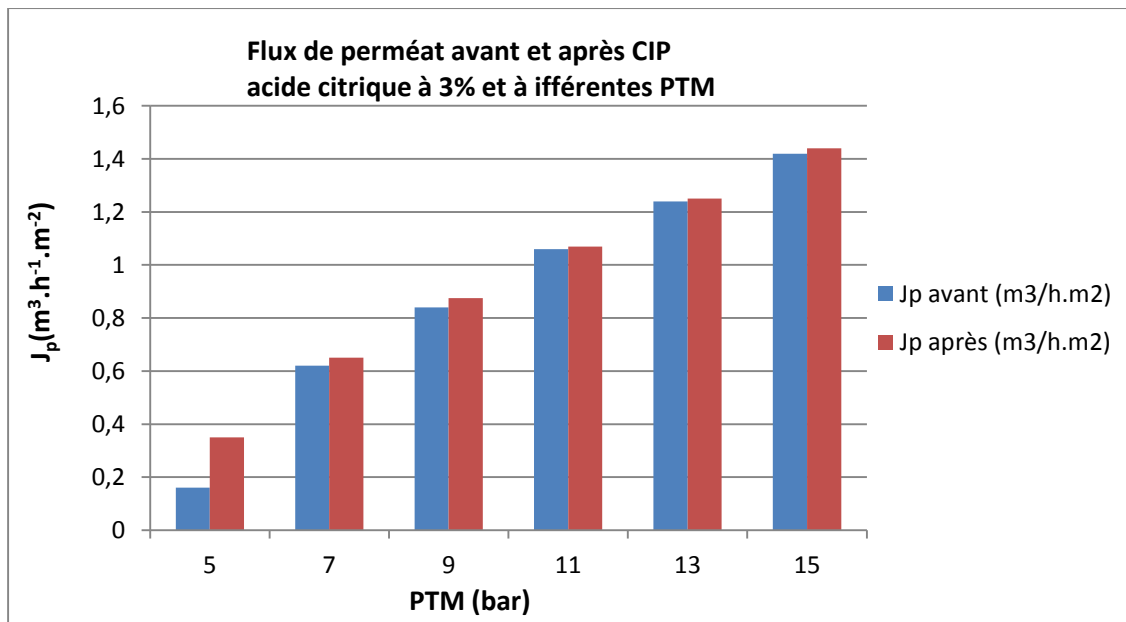


Figure N°15 : Variation du flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 3%.

III.6.1.6. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 3%.

Les résultats de la différence de flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 2% et à différentes PTM sont montrés dans Le tableau N°07.

Tableau N°07 : Différence de Flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 3%.

PTM (bar)	J_p avant ($m^3/h.m^2$)	J_p après ($m^3/h.m^2$)	ΔJ_p (J_p après- J_p avant)
5	0,31	0,16	0.15
7	0,62	0,62	0
9	0,84	0,875	0.035
11	1,06	1,07	0.01
13	1,24	1,25	0.01
15	1,42	1,44	0.02

III.6. 1.7. Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations.

Pour pouvoir mieux comparer entre l'efficacité de nettoyage de l'acide citrique à différentes concentrations (1%, 2% et 3%), il était préféré de calculer le gradient de flux de perméat (ΔJ_p), et ce avant et après chaque CIP. Les résultats sont montrés dans le Tableau N°08 et mis en évidence graphiquement par la Figure N°16.

Tableau N°08 : Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations et à différentes PTM.

PTM (bar)	ΔJ_p (J_p après CIP- J_p avant CIP) à 1% ($m^3/h.m^2$)	ΔJ_p (J_p après CIP- J_p avant CIP) à 2% ($m^3/h.m^2$)	ΔJ_p (J_p après CIP- J_p avant CIP) à 3% ($m^3/h.m^2$)
5	0,01	0,02	0,03
7	0,04	0,01	0
9	0,07	0,03	0,035
11	0,02	0,01	0,01
13	0,04	0,03	0,01
15	0,11	0,01	0,02

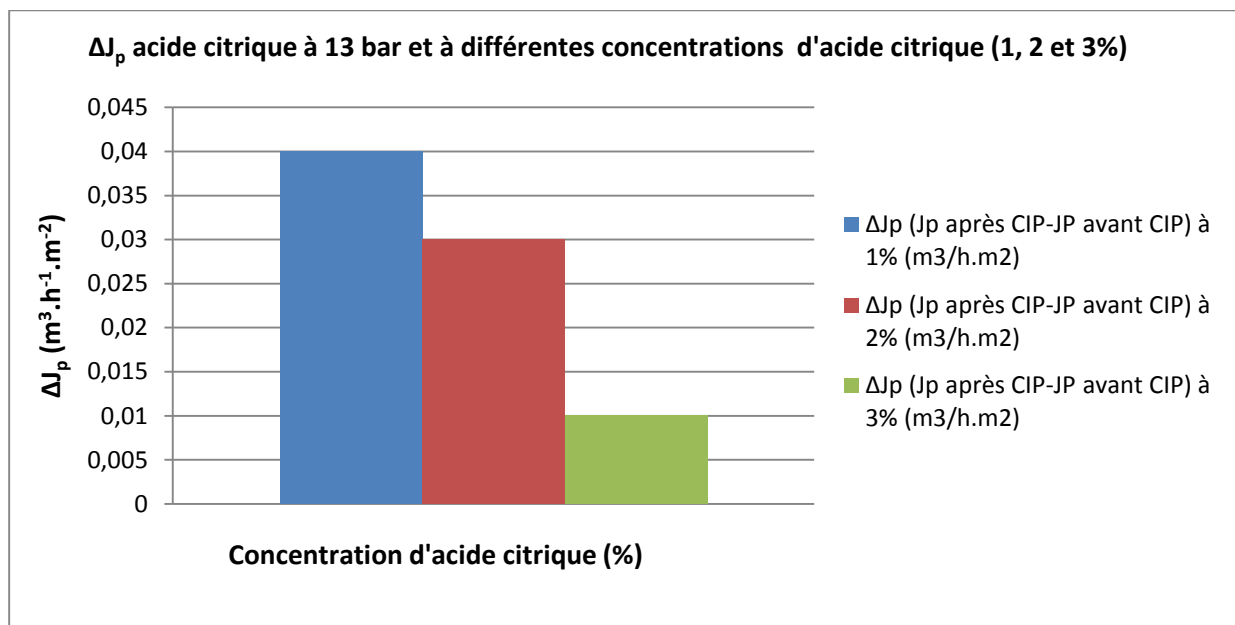


Figure N°16 : Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations.

III.6.1.8. Différence de taux de rétention (ΔTR) de la conductivité avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations

Le tableau N°09 et les Figures N°17 et N°18 mettent en évidence la variation de taux de rétention et celle de la différence de taux de rétention de la conductivité en fonction de la concentration avant et après CIP à l'acide citrique.

Tableau N°09 : Différence de taux de rétention (ΔTR) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations et PTM 13 bar.

T(°C)	Taux de rétention (TR) avant CIP acide citrique à 13 bar (%)	Taux de rétention (TR) après CIP acide citrique à 13 bar (%)	Différence de taux de rétention (ΔTR) (TR après CIP-TR avant CIP) acide citrique à 13 bar (%)
1%	97	96,4	0,6
2%	97,5	97	0,5
3%	97,78	97,35	0,43

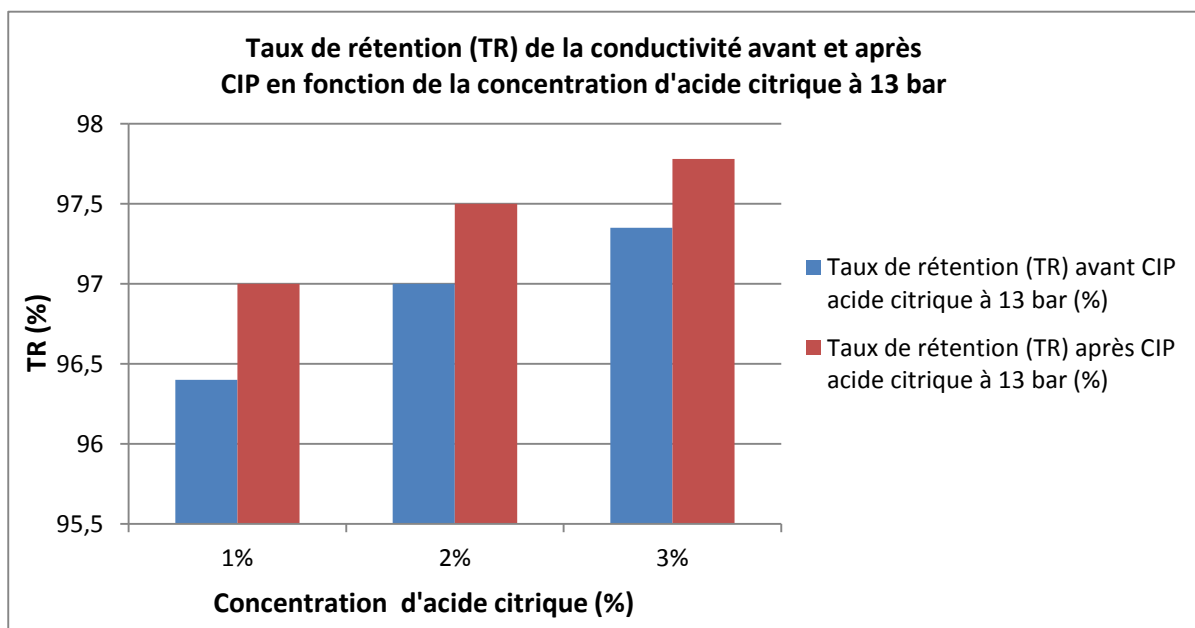


Figure N°17 : Taux de rétention (TR) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations et PTM 13 bar (utilisée par l'usine).

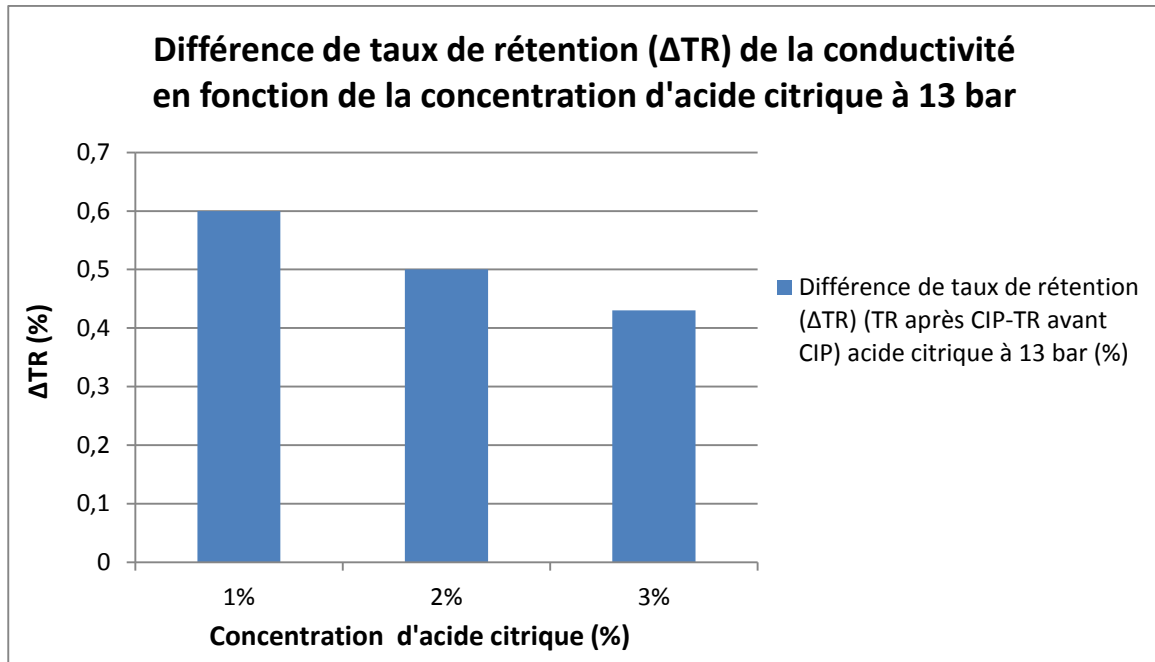


Figure N°18 : Différence de taux de rétention (ΔTR) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations et PTM 13 bar (utilisée par l'usine).

Tableau N°10 : variation du pH d'acide citrique en fonction de sa concentration et calcul d'erreur et de la précision de mesure (5 expériences répétées « n=5 »).

[acide citrique] 1%	[acide citrique] 2%	[acide citrique] 3%
pH	pH	pH
2,23	2,03	1,91
2,14	1,97	1,82
2,31	2,13	2,05
2,15	1,95	1,85
2,17	2	1,89
Moy = 2,2	Moy= 2,02	Moy= 1,9
Ecartype (SD) = 0,0707	Ecartype (SD) = 0,0705	Ecartype (SD) = 0,0887
Précision (RSD) = 0,0321	Précision (RSD) = 0,0350	Précision (RSD) = 0,0466

Il est à remarquer, que la pression de mesure (RSD) qui est le rapport de l'écartype à la moyenne, pour le pH mesuré des différentes concentrations d'acide citrique (5 expériences répétées (n=5) pour chaque concentration), varie de 3,2% à 4,6%. Ces valeurs répondent aux critères de contrôle de qualité de la USEPA, RSD% inférieur à 20% indique la haute précision de la méthode (Alsalka et al, 2010).

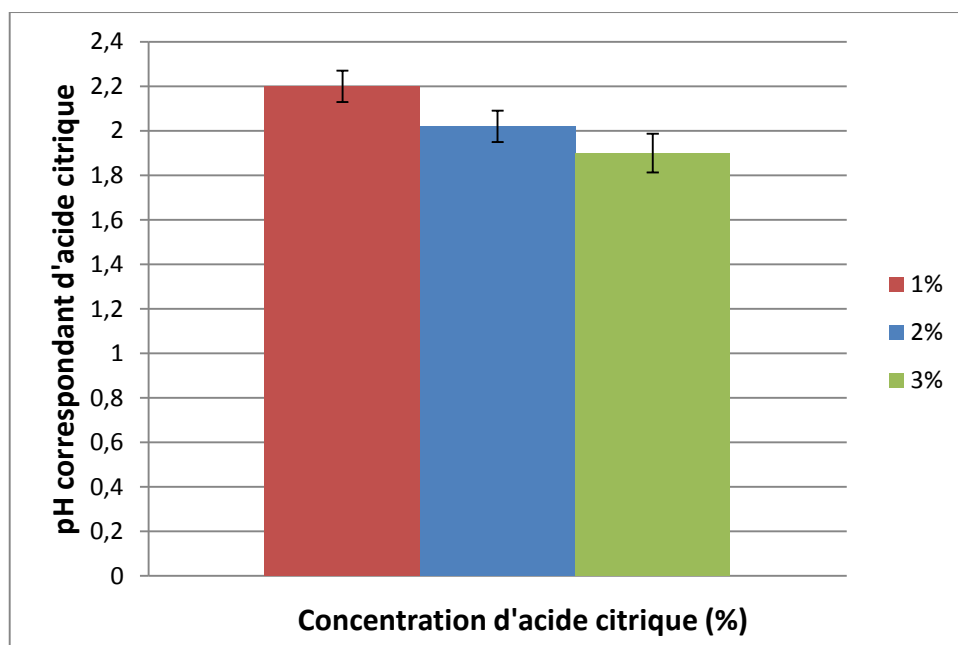


Figure N°19 : Variation du pH d'acide citrique en fonction de sa concentration

Il est à constater une amélioration du taux de rétention après le nettoyage en place pour chaque concentration donnée d'acide citrique (Figure N°17). Mais cette amélioration semble plus importante lorsque la concentration d'acide citrique diminue. Autrement dit, que le taux de rétention de la conductivité est inversement proportionnel à la concentration d'acide citrique (Figure N°18), où 1% représente la concentration optimale pour une meilleure efficacité du nettoyage.

Aussi, Il est à remarquer que la variation du pH d'acide citrique en fonction de sa concentration n'est pas significative (Figure N°19), car cet acide est faible ce qui l'empêche de libérer facilement ces protons H^+ . A cet effet, l'amélioration du taux de rétention et du flux de perméat après CIP exprimés en ΔJ_p et ΔTR à 13 bar (Figures N°16 et N°18) et par suite l'efficacité du nettoyage n'est pas contrôlée par le pH selon la Figure N°19. Par contre, elle est contrôlée par la quantité d'acide citrique mise en jeu. Ceci peut être expliqué par un colmatage plus important des membranes d'osmose inverse lorsque la concentration d'acide citrique augmente, ce qui favorise un dépôt important des particules d'acide citrique non soluble sur la membrane au-delà de 1% et par conséquent diminue l'efficacité du nettoyage en matière de flux de perméat et de taux de rétention des sels. Cette avancée est soutenue par les différentes expériences (n=5) effectuées sur la préparation d'acide citrique (1, 2 et 3%) en raison de mesurer leur pH correspondant, où il a été constaté que l'acide citrique à 3% a pris beaucoup de temps pour devenir soluble dans l'eau de perméat pendant son agitation magnétique, contrairement à l'acide citrique à 1% qui était facilement soluble dans le perméat.

III.6.1.9. Les analyses physico-chimiques des échantillons peu de temps avant et après chaque CIP

Plusieurs séances de CIP ont été effectuées à l'aide de l'acide citrique à différentes concentrations. Pour cela, dans cette partie les analyses physico-chimiques avant et après le CIP ont été comparées en utilisant l'acide citrique à différentes concentrations (1, 2, 3%) à 50°C et à PTM constante de 13 bars (exigée par le constructeur pendant le traitement des eaux par osmose inverse).

Les tableaux ci-dessous montrent la conductivité, la teneur des chlorures (Cl^-) ainsi que le pH analysés quelques minutes avant et après le CIP.

Tableau N°11 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet avant CIP à l'acide citrique à 1%.

Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	6660	1134	7,37
Perméat	234,36	42,6	5,67
Rejet	23100	4075,4	7,61

Tableau N°12 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet après CIP à l'acide citrique à 1%.

Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	6360	1105,23	7,3
perméat	162,66	26,03	6,18
Rejet	22900	4786,58	7,61

Tableau N°13 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet avant CIP à l'acide citrique à 2%

1- Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	6410	997,55	7,43
Perméat	156,53	25,44	5,75
Rejet	3928,66	21850	7,65

Tableau N°14 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet après CIP à l'acide citrique à 2%

Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	6456,66	1008,2	7,46
perméat	160,33	23,67	5,37
Rejet	22300	4183,083	7,68

Tableau N°15 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet avant CIP à l'acide citrique à 3%

Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	6516,66	1031,87	7,55
Perméat	172,66	23,74	5,22
Rejet	22600	4094,33	7,72

Tableau N°16 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet après CIP à l'acide citrique à 3%

Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	6573,33	1043,7	7,51
Perméat	146,56	11,83	5,65
Rejet	23266,66	4136,42	7,6

III.6.2. Influence de la durée de nettoyage (avec et sans PTM appliquée) sur le flux de perméat

Mode opératoire 2

- Arrêter la production
- Remplir le ballon à l'aide de 400 litres d'eau du perméat.
- Ajouter l'acide citrique dans le ballon (400L d'eau osmosée), de l'acide citrique à 1%
- Chauffer l'eau à 50°C comme température optimale
- Connecter le perméat, rejet, rétentat des modules d'osmose inverse au ballon afin de former un circuit fermé.
- On lance l'opération par succession de pression (CIP avec PTM appliquée) et repos (CIP sans PTM appliquée)
- (15min (sous PTM) - 45min (repos sans PTM) -15min (sous PTM)) **expérience 1**
- (10 min (sous PTM) - 40 min (repos sans PTM) -10 min (sous PTM)) **expérience 2**
- (20 min (sous PTM) - 30 min (repos sans PTM) -10 min (sous PTM)) **expérience 3**

III.6.2.1. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 1% et 45 min repos en CIP (expérience 1).

Les résultats du flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% à 45 min de repos de la membrane pendant le CIP (expérience 1) sont enregistrés dans le tableau N°17 et mis en évidence graphiquement dans la Figure N°20.

Tableau N°17 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 45 min repos en CIP (Exp.1).

PTM (bar)	J _p avant (m ³ /h.m ²)	J _p après (m ³ /h.m ²)
5	0,38	0,4
7	0,65	0,71
9	0,89	0,9
11	1,1	1,14
13	1,27	1,34
15	1,5	1,53

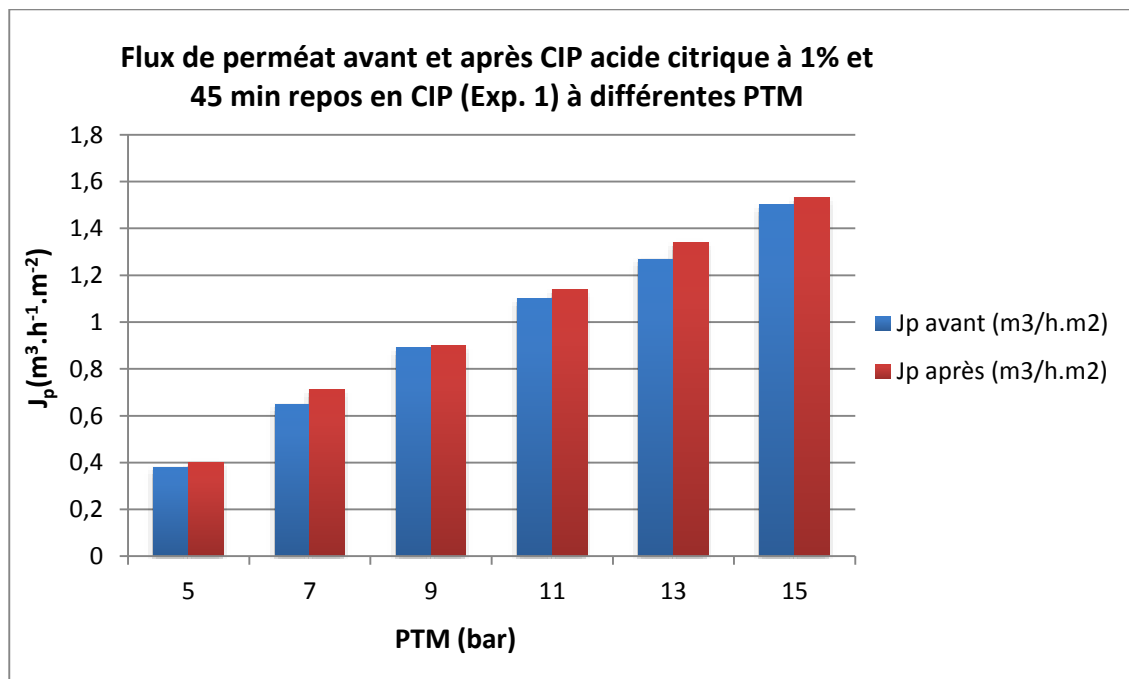


Figure N°20 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 45 min repos en CIP (Exp.1).

III.6.2.2. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 1% et 45 min repos en CIP (Expérience 1).

Les résultats de la différence de flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% à 45 min de repos de la membrane pendant le CIP (expérience 1) sont enregistrés dans le tableau N°18.

Tableau N°18 : Différence de Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 45 min repos en CIP (Exp.1).

PTM (bar)	J_p avant ($m^3/h.m^2$)	J_p après ($m^3/h.m^2$)	ΔJ_p (J_p après- J_p avant)
5	0,38	0,4	0.02
7	0,65	0,71	0.06
9	0,89	0,9	0.01
11	1,1	1,14	0.04
13	1,27	1,34	0.07
15	1,5	1,53	0.03

III.6.2.3. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 1% et 40 min repos en CIP (expérience 2).

Les résultats de flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% à 40 min de repos de la membrane pendant le CIP (expérience 2) sont enregistrés dans le tableau N°19 et mis en évidence graphiquement dans la Figure N°21.

Tableau N°19 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 40 min en repos en CIP (Exp. 2).

PTM (bar)	J _p avant (m ³ /h.m ²)	J _p après (m ³ /h.m ²)
5	0,4	0,44
7	0,7	0,74
9	0,92	0,96
11	1,13	1,15
13	1,32	1,38
15	1,38	1,44

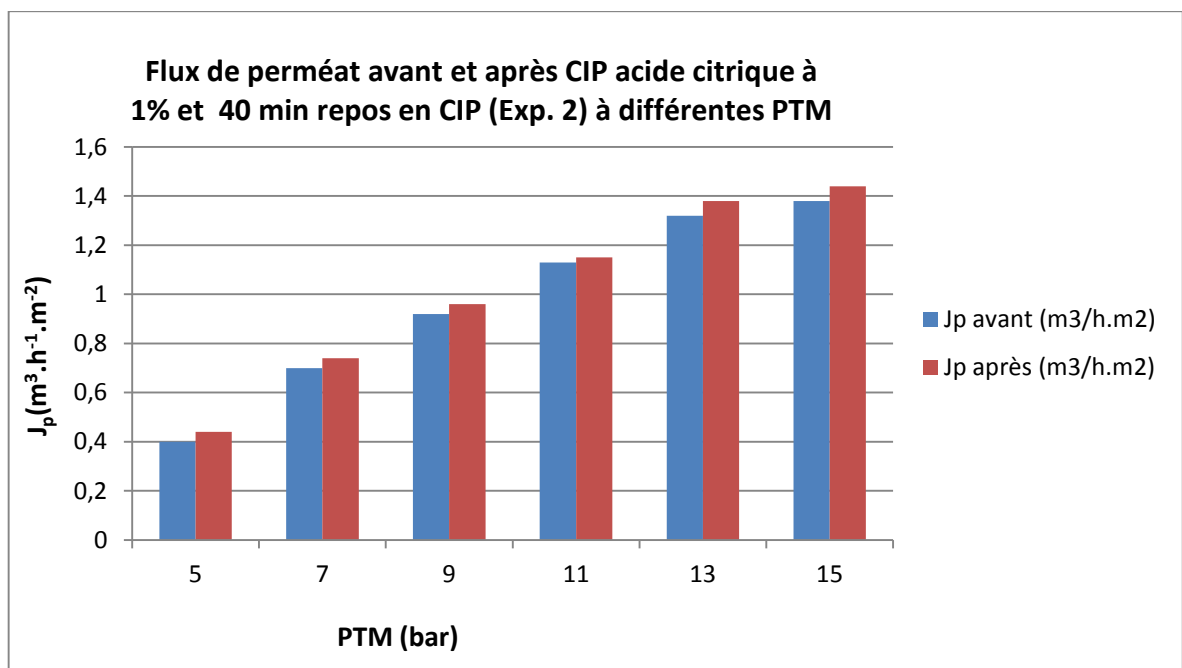


Figure N°21 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 40 min en repos en CIP (Exp. 2).

III.6.2.4. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 1% et 40 min repos en CIP (Expérience 2) .

Les résultats de la différence de flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% à 40 min de repos de la membrane pendant le CIP (expérience 2) sont enregistrés dans le tableau N°20.

Tableau N°20 : Différence de Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 40 min repos en CIP (Exp. 2).

PTM (bar)	J_p avant ($m^3/h.m^2$)	J_p après ($m^3/h.m^2$)	ΔJ_p (J_p après- J_p avant)
5	0,4	0,44	0.04
7	0,7	0,74	0.04
9	0,92	0,96	0.04
11	1,13	1,15	0.02
13	1,32	1,38	0.06
15	1,38	1,44	0.06

III.6.2.5. Flux de perméat (J_p) en fonction de la PTM avant et après CIP acide citrique à 1% et 30 min repos en CIP (expérience 3).

Les résultats de flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% à 30 min de repos de la membrane pendant le CIP (expérience 3) sont enregistrés dans le tableau N°21 et mis en évidence graphiquement dans la Figure N°22.

Tableau N°21 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 30 min repos en CIP (Exp. 3).

PTM (bar)	J _p avant (m ³ /h.m ²)	J _p après (m ³ /h.m ²)
5	0,43	0,46
7	0,76	0,77
9	0,95	0,96
11	1,15	1,18
13	1,36	1,38
15	1,53	1,58

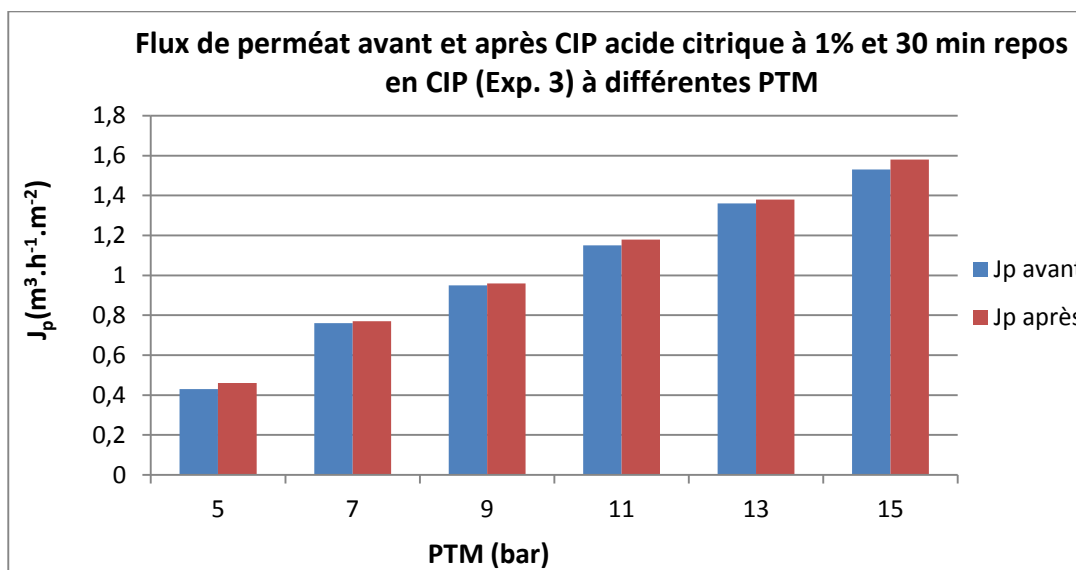


Figure N°22 : Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 30 min repos en CIP (Exp. 3).

III.6.2.6. Différence des flux de perméat (J_p) avant et après CIP acide citrique à 1% à 30 min repos en CIP (Expérience 3) .

Les résultats de la différence de flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% à 30 min de repos de la membrane pendant le CIP (expérience 3) sont enregistrés dans le tableau N°22.

Tableau N°22 : Différence de Flux de perméat avant et après CIP acide citrique à 1% et 30 min repos en CIP (Exp. 3).

PTM (bar)	J_p avant ($m^3/h.m^2$)	J_p après ($m^3/h.m^2$)	ΔJ_p (J_p après- J_p avant)
5	0,43	0,46	0,03
7	0,76	0,77	0,01
9	0,95	0,96	0,01
11	1,15	1,18	0,08
13	1,36	1,38	0,02
15	1,53	1,58	0,05

III.6.2.7. Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 1% à différentes expériences de durée de nettoyage

Pour pouvoir mieux comparer entre l'efficacité de nettoyage de l'acide citrique à différentes durées de nettoyage (exp. 1, exp. 2 et exp. 3), il était préféré de calculer le gradient de flux de perméat (ΔJ_p), et ce avant et après chaque CIP. Les résultats sont montrés dans le Tableau N°23 et mis en évidence graphiquement par la Figure N°23.

Tableau N°23 : Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 1% à différentes expériences de durée de nettoyage et différentes PTM.

PTM (bar)	ΔJ_p (J_p après CIP- J_p avant CIP) à 1% Exp1 (45 min repos) ($m^3/h.m^2$)	ΔJ_p (J_p après CIP- J_p avant CIP) à 1% Exp2 (40 min repos) ($m^3/h.m^2$)	ΔJ_p (J_p après CIP- J_p avant CIP) à 1% Exp3 (30 min repos) ($m^3/h.m^2$)
5	0,02	0,04	0,03
7	0,06	0,04	0,01
9	0,01	0,04	0,01
11	0,04	0,02	0,08
13	0,07	0,06	0,02
15	0,03	0,06	0,05

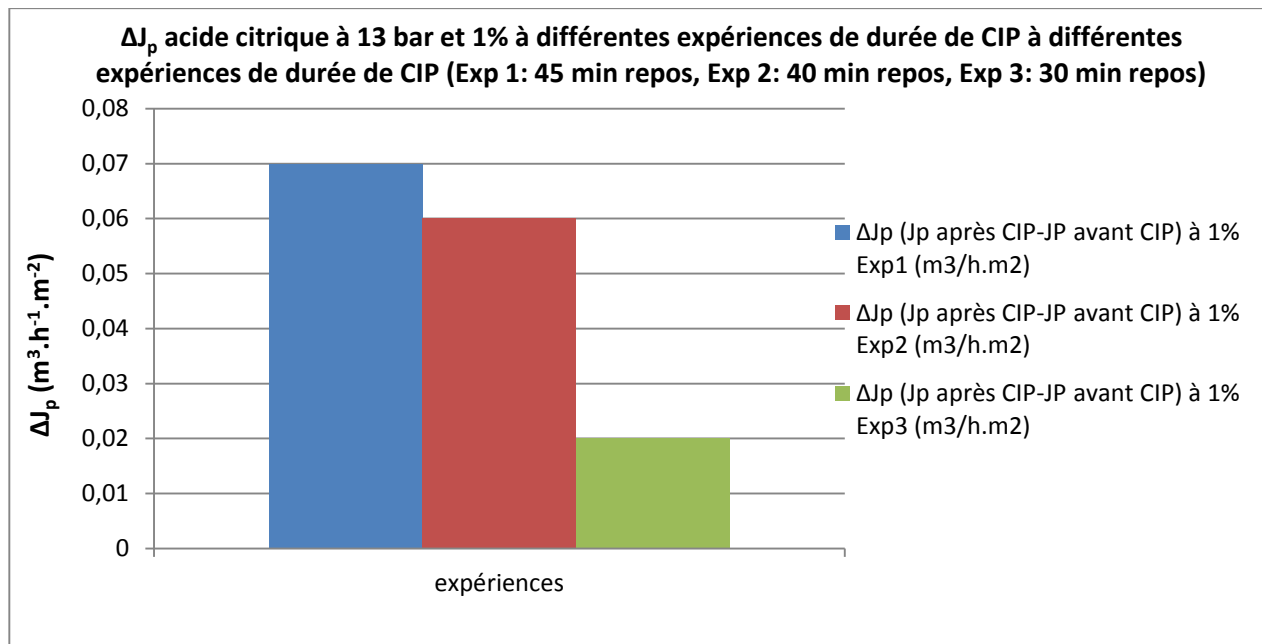


Figure N°23 : Différence de flux de perméat (ΔJ_p) avant et après CIP acide citrique à 1% à différentes expériences de durée de nettoyage.

III.6.2.8. Différence de taux de rétention (ΔTR) avant et après CIP acide citrique à différentes concentrations

Le tableau N°24 et les Figures (24 et 25) mettent en évidence la variation de taux de rétention et celle de la différence de taux de rétention en fonction de la concentration avant et après CIP à l'acide citrique.

Tableau N°24 : Différence de taux de rétention (ΔTR) avant et après CIP acide citrique à 1% pour différentes expériences et PTM 13 bar.

Durée de repos en CIP (sans PTM appliquée)	Taux de rétention (TR) avant CIP acide citrique à 13 bar (%)	Taux de rétention (TR) après CIP acide citrique à 13 bar (%)	Différence de taux de rétention (ΔTR) (TR après CIP-TR avant CIP) acide citrique à 13 bar (%)
Exp1 (45 min repos en CIP)	98	97	1
Exp2 (40 min repos en CIP)	97,5	97	0,5
Exp3 (30 min repos en CIP)	97,7	97,5	0,2

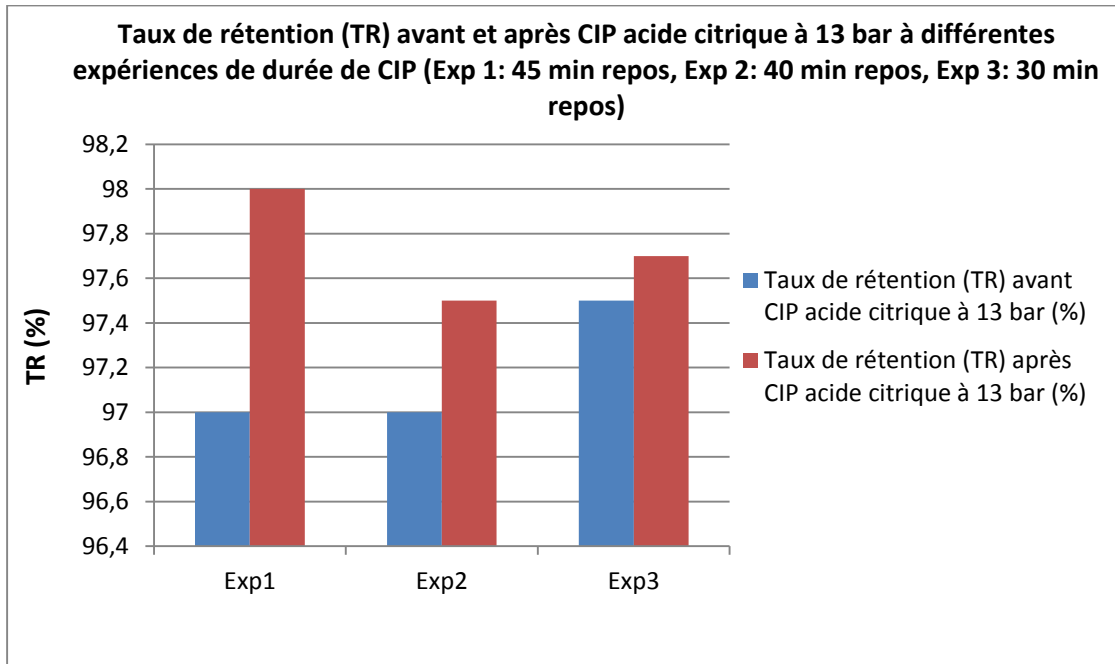


Figure N°24 : Taux de rétention (TR) avant et après CIP acide citrique à 1% à différentes expérience et PTM 13 bar (utilisée par l'usine).

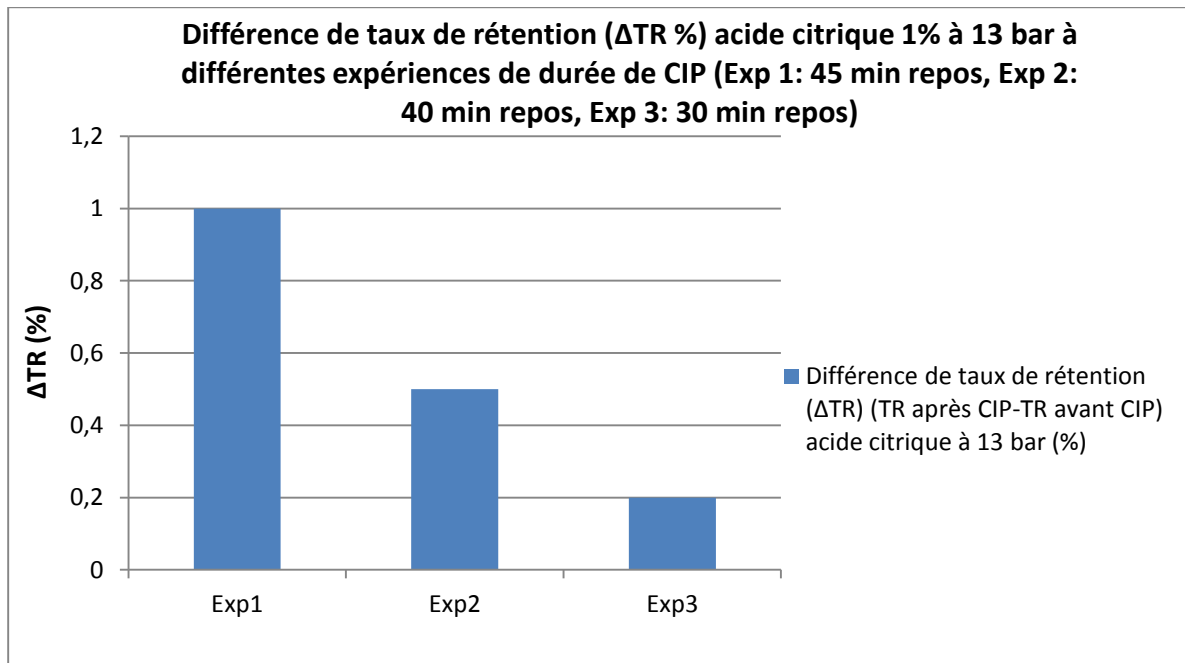


Figure N°25 : Différence de taux de rétention (ΔTR) avant et après CIP acide citrique à 1% à différentes expérience de durée de CIP à PTM 13 bar.

III.6.2.9. Les analyses physico-chimiques des échantillons peu de temps avant et après chaque CIP

Plusieurs séances de CIP ont été effectuées à l'aide de l'acide citrique à différentes concentrations. Pour cela, dans cette partie les analyses physico-chimiques avant et après le CIP ont été comparées en utilisant l'acide citrique à 50°C, à différents durées de CIP (Exp. 1, Exp. 2 et Exp. 3) et à PTM constante de 13 bars (exigée par le constructeur pendant le traitement des eaux par osmose inverse).

Les tableaux ci-dessous montrent la conductivité, la teneur des chlorures (Cl⁻) ainsi que le pH analysés quelques minutes avant et après CIP.

Tableau N°25 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet avant CIP à l'acide citrique à 1%

Exp. 1 (15min (PTM)-45min (repos)-15min (PTM)).

Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	6713,3	1118,25	7,57
Perméat	179	28,4	5,7
Rejet	22633,33	4183,1	7,68

Tableau N°26 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet après CIP à l'acide citrique à 1%

Exp. 1 (15min (PTM)-45min (repos)-15min (PTM)).

.Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	6702	1088,66	7,49
Perméat	158,8	27,22	5,30
Rejet	22700	4029,25	7,49

Tableau N°27 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet avant CIP à l'acide citrique à 1%

Exp. 2 (10min (PTM)-40min (repos)-10min (PTM)).

1- Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	6940	1088,67	7,32
Perméat	194,67	30,47	5,71
Rejet	23400	3981,91	7,52

Tableau N°28 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet après CIP à l'acide citrique à 1%

Exp. 2 (10min (PTM)-40min (repos)-10min (PTM)).

Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	6682,5	1076,83	7,35
Perméat	174,2	25,44	5,07
Rejet	22666,67	3928,67	7,5

Tableau N°29 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet avant CIP à l'acide citrique à 1%

Exp. 3 (20min (PTM)-30min (repos)-20min (PTM)).

Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	7050	1050,21	7,5
Perméat	174,3	29,62	5,7
Rejet	23400	3822,17	7,6

Tableau N°30 : Les résultats d'analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet après CIP à l'acide citrique à 1%

Exp. 3 (20min (PTM)-30min (repos)-20min (PTM)).

Echantillons	Conductivité (µs/cm)	Cl ⁻ (mg/l)	pH
Alimentation	7076,66	1064,21	7,44
Perméat	164,17	24,26	5,34
Rejet	23400	3881,33	7,48

Il est à constater que la membrane d'osmose inverse rejette mieux les sels après CIP à l'acide citrique à la concentration 1% pour l'Expérience 1, c'est-à-dire lorsque la durée de repos des membranes séjournées dans l'acide citrique sans PTM appliquée était très longue (45min), qui est expliqué par une importante différence de conductivité de rejet avant et après CIP. Cette différence de conductivité en matière de rejet semble moins importante dans le cas du CIP à l'acide citrique dans l'Exp. 2 (40 min repos de la membrane en CIP) et très moins importante dans le cas de l'acide citrique pour l'Exp. 3 (30 min repos de la membrane en CIP), ce qui est confirmé par la Figure N°23 exposant la différence du taux de rétention avant et après CIP à l'acide citrique 1% à 13 bar. En d'autre terme, ce n'est pas la longueur de la durée de nettoyage qui influe sur l'efficacité de nettoyage en place des membranes d'osmose inverse, mais plutôt la durée de séjour des membranes à l'état de repos (sans pression appliquée) et en contact avec l'agent chimique nettoyant (acide citrique) qui améliore le flux de perméat et le taux de rétention et par conséquent améliore l'efficacité du CIP.

En outre, le nettoyage des membranes avec une PTM appliquée pour une longue période (Expérience 3) peut générer un re-colmatage après avoir dépassé une certaine

durée, et ce, à cause du refroidissement de l'agent chimique nettoyant au cours du temps dans le ballon, d'où l'abaissement de température favorise de nouveau une adsorption des sels, déjà enlevés les premières minutes (jusqu'à 15 min maximum) en circuit fermé, sur la membrane au lieu d'une désorption. De plus, il faudrait atteindre une certaine durée de CIP avec PTM appliquée (15 min) pour que le décolmatage soit optimal. Un CIP pendant les 10 premières minutes avec PTM appliquée a été trouvé comme insuffisant et par conséquent inefficace. Donc, la durée de CIP avec 45 min de repos sans PTM appliquée et 30 min avec PTM appliquée (rapport de 1,5) semble plus adéquate et efficace en matière d'amélioration de flux de perméat et taux de rétention des sels et par suite prolongement de la durée de vie des membranes.

Tableau N°31 : La différence du ΔJ_p entre l'ancienne (30 min (avec PTM) - 15 min (repos) et 30 min (avec PTM) et la nouvelle durée (15 min (avec PTM) - 45 min (repos) et 15 min (avec PTM) de CIP

Durée de CIP	nouvelle durée	Ancienne durée
ΔJ_p ($m^3.m^{-2}.h^{-1}$)	0,07	0,04

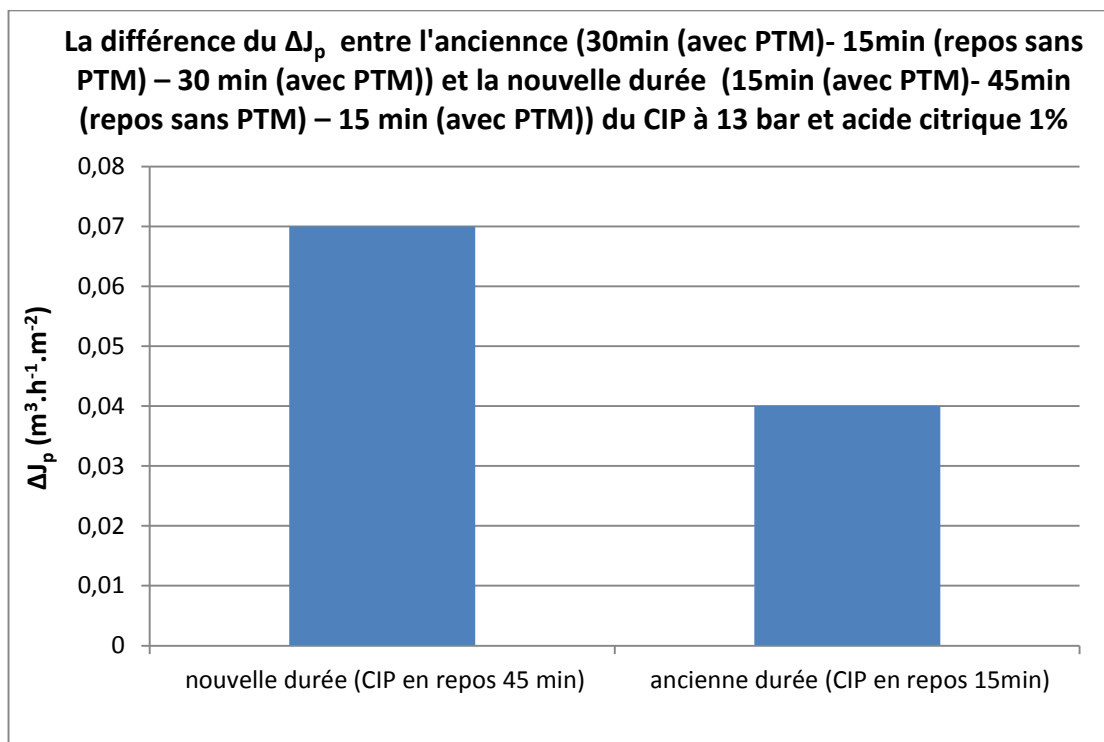


Figure N°26 : La différence du ΔJ_p entre l'ancienne (30min (avec PTM)- 15min (repos sans PTM) – 30 min (avec PTM)) et la nouvelle durée (15min (avec PTM)- 45min (repos sans PTM) – 15 min (avec PTM)) de CIP

Tableau N°32 : La différence du $\Delta TR(\%)$ entre (30 min (avec PTM) - 15 min (repos) et 30 min (avec PTM) et la nouvelle durée (15 min (avec PTM) - 45 min (repos) et 15 min (avec PTM) de CIP

Durée de CIP	nouvelle durée de CIP	Ancienne durée de CIP
ΔTR (%)	1	0,6

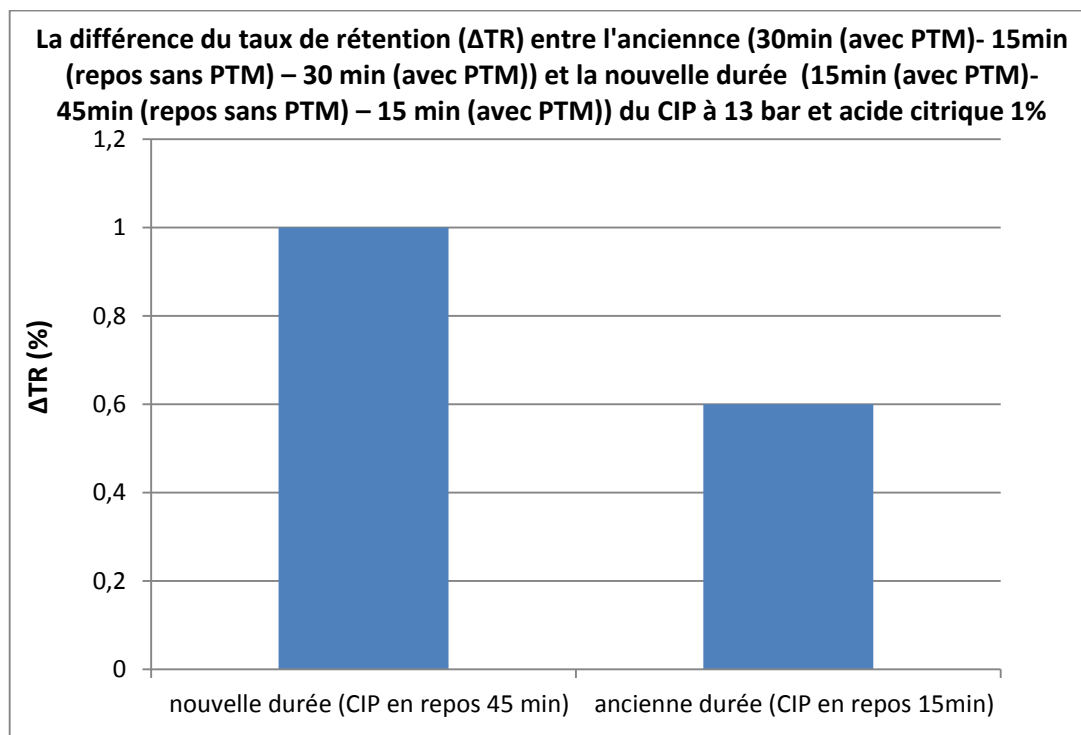


Figure N°27 : La différence du ΔTR (%) entre l'ancienneté (30 min (avec PTM) - 15 min (repos) et 30 min (avec PTM) et la nouvelle durée (15 min (avec PTM) - 45 min (repos) et 15 min (avec PTM) de CIP.

Il est constaté (Tableaux N°31 et N°32 et Figures N°26 et N°27) que la nouvelle durée de CIP qui est de 45 min repos et 30 min avec PTM appliquée améliore significativement le flux de perméat et le taux de rétention des sels par rapport à l'ancienneté de CIP qui est de 15 min repos et 60 min avec PTM appliquée.

A partir de ces résultats, il est à conclure que la durée de repos de la membrane sans PTM appliquée, en laissant la membrane réagir plus longtemps sans force de cisaillement, est une stratégie innovante pour décolmater la membrane d'osmose inverse en améliorant ces caractéristiques hydrophiles et par conséquent son efficacité.

En matière énergétique, il est à constaté que l'expérience 1 (45 min et 30 min avec PTM) consomme la moitié d'énergie dépensée par la pompe de CIP par rapport à l'ancienne stratégie de CIP édictée par le constructeur (15 min repos et et 60 min avec PTM appliquée), ce qui rendre cette nouvelle stratégie plus économique.

Conclusion générale

Conclusion Générale

Notre travail, réalisé au niveau de l'industrie laitière de **Sidi Saada** à **Yellel** wilaya de Relizane, nous a permis de mieux connaître l'influence du procédé d'osmose inverse, sur la qualité de la production des eaux qui est la source principale de la fabrication des produits laitiers.

Ainsi, pour avoir une eau de bonne qualité, il est indispensable de mieux gérer le nettoyage en place (CIP) des membranes d'osmose inverse (RO) et lui rendre plus efficace en cherchant de modifier et/ou améliorer quelques paramètres physico-chimiques qui dépendent de l'agent chimique de nettoyage en matière de sa concentration et de la durée de nettoyage.

Les résultats obtenus, nous ont permis d'avancer que l'amélioration du taux de rétention des sels et du flux de perméat après CIP n'est pas contrôlée par le pH de la solution nettoyante d'acide citrique, mais plutôt par sa concentration mise en jeu. Il a été conclu que l'amélioration de ces paramètres étudiés après CIP est inversement proportionnelle à la concentration d'acide citrique, où 1% a été tirée comme une concentration optimale du CIP. Ceci est expliqué par le dépôt consistant de l'acide citrique sur la membrane d'osmose inverse au-delà d'une concentration de 1% qui affaiblit les performances de la membrane.

En outre, le nettoyage des membranes avec une pression transmembranaire (PTM) appliquée pour une longue période peut générer un recolmatage des membranes RO à cause du refroidissement de la solution nettoyante d'acide citrique au cours du temps pendant le circuit fermé du CIP. Néanmoins, il a été constaté que les 10 premières minutes avec PTM appliquée ne sont pas suffisantes pour un CIP efficace.

Il a été soulevé que 45 min de repos de la membrane séjournée dans la solution d'acide citrique sans PTM appliquée et 30 min avec PTM appliquée (15 min avec PTM appliquée, 45 min repos de la membrane sans PTM appliquée,

Conclusion générale

puis 15 min avec PTM appliquée (rapport durée repos sur durée avec PTM est de 1,5)) semble plus adéquate et efficace en matière d'amélioration de flux de perméat et taux de rétention des sels. Donc, en laissant la membrane réagir plus longtemps sans force de cisaillement, est une stratégie innovante pour décolmater la membrane d'osmose inverse en améliorant ces caractéristiques hydrophiles et par conséquent son efficacité.

En matière énergétique, il a été constaté que l'énergie dépensée par la pompe au cours du CIP avec cette nouvelle stratégie a été réduit en moitié par rapport à celle de l'ancienne stratégie de CIP édictée par le constructeur (30 min avec PTM appliquée, 15 min repos de la membrane sans PTM appliquée, puis 30 min avec PTM appliquée (rapport durée repos sur durée avec PTM est de 0,25)). Ceci a rendu cette nouvelle stratégie plus économique.

Finalement, le fruit de ces travaux réalisés ont permis à l'industrie laitière de Sidi Saada d'adopter cette nouvelle stratégie modifiée du nettoyage des membranes d'osmose inverse à cause de son efficacité en matière de quantité (flux de perméat important) et de qualité d'eau produite (rétention maximale des sels), ce qui va influencer positivement sur la qualité des produits laitiers manufacturés, l'énergie dépensée et sur la durée de vie des membranes.

Recommandations

Il est jugé nécessaire de prendre les dispositions suivantes :

- Changement de pratique lors du nettoyage en place habituel des membranes d'osmose inverse en ajustant la concentration de l'acide citrique à 1%.

- Changement de stratégie en matière de durée de nettoyage des membranes d'osmose inverse avec et son PTM appliquée et l'adoption d'une nouvelle stratégie à savoir 15 min avec PTM appliquée, 45 min repos de la membrane sans PTM appliquée, puis 15 min avec PTM appliquée (rapport durée repos sur durée avec PTM est de 1,5).

Glossaire

Glossaire

Adsorption : phénomène de fixation en surface par interactions de nature chimique entre les solutés et la membrane menant à la formation d'un colmatage.

Coagulation : déstabilisation de petites particules solides qui flottent puis se soulent pour former un gel emprisonnant des éléments solubles.

Concentrat : en électrodialyse, fraction enrichie en solutés ionique.

Décantation : étape de séparation, par centrifugation horizontale, du solide et liquide dans lequel ils sont en suspension.

Electrodialyse : procédé électrochimique basé sur la migration d'espèces ioniques à travers des membranes sélectives, sous l'influence d'un champs électrique crée par l'application d'une différence de potentielle entre deux électrodes.

Pérméabilité : libre circulation du liquide à l'intérieur d'une membrane.

Pérméat : fraction du mélange sortant en aval d'une membrane.

Pompe osmotique : dispositif utilisant la pression obtenue grâce à une osmose pour libérer une substance à partir d'un réservoir.

Porosité : vides occupés par la phase liquide.

Relargage : libération, désorption, efflux d'une substance à partir d'un milieu où elle est concentrée.

Rétentat : Fraction du mélange sortant en amont d'une membrane.

Références Bibliographiques

ALFA LAVAL, Manuel opératoire des procédés de fabrication des produits laitiers et du traitement des eaux exigé par le constructeur au complexe laitier de Sidi Saada, France.

Aptel P., Membranes and Membranes devices in water treatment, in: Proceeding of XVth Annual Summer School on Membrane Processes in Water and Waste water Treatment, European Membrane Society, Toulouse, France, 6-10 July (1998) 38-52.

Alsalka Y., Karabet F., Hashem S., Anal. Methods. 2010, 2 (8), 1026.

Bégoïn L., Analyses des modules spirales industriels d'ultrafiltration de fluides laitiers, Physico-chimie du nettoyage de membranes en polyéthersulfone d'ultrafiltration de lait écrémé, Thèse de doctorat, Université Rennes1, France, 2004.

Blanpain-Avet P., Rabiller-Baudry M., Chaufer B., Bénézech T., Faille C., anré T., Jégou A., Le Maux M., Méthodes et caractérisation microbiologique et physico-chimique des membranes. Application au nettoyage des membranes, Actes dans 6^{ème} Colloque Prosetia, (Versaille, 19-21 Mars 2001) 6 pages.

Bouchard C., Kouadio P., ELLIS O., Rahni M., Lebrun R. E., Les procédés à membranes et leurs applications en production d'eau potable, Vecteur Environnement 33 (4) (2000) 28-38.

Bouزيد H., Rôle de la physico-chimie sur les flux limites et critiques en ultrafiltration, nanofiltration et osmose inverse. Application à des effluents laitiers modèles, Thèse de doctorat, Université Rennes1, France, 2008.

Bouزيد H., Application de la microfiltration et de l'osmose inverse pour le traitement des eaux blanches de l'industrie papetière, Mémoire de Magister, Université de Mostaganem, 2000.

Brun J. P., Procédés de séparation par membrane: transport, techniques membranaires et applications, Ed. Masson, Paris, France, 1989.

Crine M., Le Traitement des eaux industrielles chargées en métaux lourds, Tribune de l'eau, 46, N°561/1, Janvier/ Février (1993) 3-14.

Daufin G., René F., Aimar P., Les séparations par membrane dans les procédés de l'industrie alimentaire, Collection Sciences et Techniques Agro-alimentaires, Ed. Technique et Documentation - Lavoisier, Paris, France, 1998.

Delaunay D., Nettoyage éco-efficace de membranes planes et spirales d'ultrafiltration de lait écrémé. Approches physico-chimiques et hydrodynamiques concertées, Thèse de doctorat, Université Rennes 1, France, 2007.

DU PONT DE NEMOURS E. I. and Co., Permasep B-9 Permeator - Technical Information Manual: Section 7, Du Pont de Nemours, Wilmington, U.S.A., 12 Janvier 1983, pp

Jakobs E., Karos W. J., Modification of ceramic ultrafiltration membranes and their characterisation, in: Proceeding of 8th Annual Meeting of North American Membrane Society, Ottawa, Canada, 22 mai (1996) 147-148.

Lebosse X., Fuchs C., Applications of membrane bioreactors, in: Proceeding of Xth Annual Summer School on Membrane processes in water and waste water treatment, European Membrane Society, Toulouse, France, 6-10 July (1998) 198-204.

Lonsdale H. K., Reverse osmosis, in: Synthetic membranes: Science, Engineering and Applications, Nato ASI Series, Series C: Mathematical and Physical Sciences, D. Reidel Publishing Company, Dordrech, Holland, 181 (1986) 307-342.

Luquet F. M., Laites et produits laitiers : Vaches, brebis, chèvre, Ed. Technique et Documentation – Lavoisier, 1 (1985).

Maurel A., Osmose inverse et ultrafiltration - Technologie et applications, Ed. Techniques de l'Ingénieur J 2792 (1974) 1-3.

Petersen R. J., Review-Composite reverse osmosis and nanofiltration membranes, J. Membrane Sci. 83 (1993) 81-150.

Pontié M., Phénomènes électrocinétique et transferts ioniques dans les membranes poreuses à faibles seuils de coupure - Application au traitement des eaux saumâtres, Thèse de Doctorat, Université de Tours, Novembre, 1996.

Rollin M., Concentration et extraction hautement sélective de protéines et d'antibiotiques par des membranes minérales d'ultrafiltration fonctionnalisées par dépôt de PVI quaternisé, Thèse Université Paris XII, 1991.

Tondeur D., Science des séparations : Progrès, enjeux, obstacles, in : Génie des procédés, Ed. Technique et Documentation – Lavoisier, Paris, France, 1993.

Vincent J., La chimie de nettoyage (chapitre 6) dans nettoyage, désinfection et hygiène dans les bio-inustries, Eiteurs : Leveau J. Y. et Bouix M., (Tec et Doc, lavoisier) Paris, 167-204, 1999.

Annexe

Annexes

Les analyses physico-chimiques des eaux utilisées dans l'unité laitière de Sidi Saâda

- **Les analyses de l'eau :**

Les analyses physico-chimiques sont faites sur 03 types d'eau :

- L'eau brute (Alimentation)
- L'eau traitée (Perméat)
- L'eau de rejet (Retentat ou Rejet)

- **Les paramètres à rechercher :**

- pH
- TH (Titre Hydrométrique)
- TA (Titre Alcalimétrique)
- TAC (Titre Alcalimétrique Complet)
- Chlorures
- Chlorure de Sodium
- La salinité
- La conductivité

- **Prélèvement et préparation des échantillons :**

Afin que les résultats d'une analyse soient utiles, il est essentiel que l'échantillon prélevé dans le circuit à vérifier soit représentatif. Ainsi, il importe de rincer les conduites d'échantillonnage avant de procéder à un prélèvement et de bien définir les points et les méthodes d'échantillonnage utilisés.

1. Détermination du PH

Dans la nature, une eau neutre (PH = 7) est peu fréquente. En effet, chaque type d'eau contient une quantité plus ou moins grande de matières organiques et inorganiques qui modifient les concentrations en ions hydroniums (H_3O^+) et en ions hydroxyles (OH^-) et donc le pH.

On rencontre des eaux à pH acide dans les régions granitiques et des eaux à pH basique dans les régions calcaires, à cause de la teneur élevée en sels de calcium des eaux dures.

Le pH est en relation étroite avec la concentration des ions H^+ présents dans l'eau ou les solutions. Il est déterminé par un pH-mètre.

En plonge l'électrode dans l'échantillon et on laisse la valeur se stabiliser pendant quelques secondes puis on note la valeur du pH.

2. Détermination du TH (Titre Hydrométrique)

Le titre hydrométrique ou TH correspond principalement à la teneur de l'eau en ions calcium et magnésium Ca^{2+} et Mg^{2+} , cette teneur représente la dureté totale.

La dureté totale représente la dureté de l'eau, qui joue un rôle important dans la vie courante notamment en ce qui concerne l'encrassement des appareils.

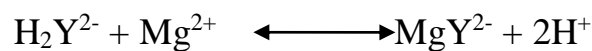
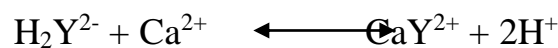
Tableau : Classement des eaux suivant leur dureté

Eau	Concentration en CaCO_3
Très douce	< 30 mg / L
Douce	30 à 50 mg / L
Dure	150 à 300 mg / L
Très dure	> 300 mg / L

Le Principe c'est le titrage et la formation d'un complexe.

La dureté totale représente la quantité totale d'ions Ca^{2+} et Mg^{2+} présents dans l'eau. Après addition à pH 10 d'un indicateur qui forme avec les ions Ca^{2+} et Mg^{2+} des complexes (initialement rouge), on réalise le titrage du mélange coloré par l'EDTA (éthylène diamine tétra-acétique). Au terme du titrage, l'indicateur est libéré, la solution passe du rouge au vert.

Le sel di-sodique de l'acide éthylène diamine tétra-acétique (EDTA) forme des complexes stables (1-1) incolores avec les ions Ca^{2+} et Mg^{2+} .



Calcul:

$$\text{Alcalinité totale en mg/L de CaCO}_3 = V_3 \times 20$$

Note :

1. Utiliser 0,05 ml (1 goutte) solution de thiosulfate de sodium N 0,1 si l'échantillon présente du chlore résiduel libre.
2. Utiliser cette technique en cas d'absence d'alcalinité à la phénolphtaléine.

3. S'il y a de l'alcalinité phénolphtaléine, ajouter avant de mélanger l'indicateur vert de bromocrésol de méthyle/ rouge 3 gouttes de phénolphtaléine et titrer avec de l'acide sulfurique à 0,02 N jusqu'à la disparition de la couleur rose. Continuer ensuite avec l'étape (b) de la technique.

4. L'alcalinité à la phénolphtaléine ne peut se produire que si le pH d'échantillon est supérieur à 8,2

5. A défaut d'obtenir un mélange indicateur vert de bromocrésol/ rouge de méthyle, utiliser un indicateur de méthylorange.

Dans ce cas, le point tournant dans l'étape 3 de la technique sera de jaune à orange.

6. Le tournant lors de l'utilisation du vert de bromocrésol / rouge de méthyle comme indicateur est plus clair que lors de l'utilisation de méthylorange.

7. La formule ci-dessus est à utiliser lors de l'utilisation d'un échantillon de 50 ml.

En cas d'utilisation de 100 ml d'échantillon, le volume (V_3) sera multiplié par 10.

Expression du résultat :

- V' (5) que divise 5 exprime le titre alcalimétrique complet en milliéquivalent g / L.

- V' (5) exprime le titre alcalimétrique complet en degré français (°F).

5- Détermination des Chlorures :

L'eau contient toujours de chlorures, mais en proportion très variable. Ainsi, les eaux provenant des régions granitiques sont pauvres en chlorures, alors que les eaux des régions sédimentaires en contiennent d'avantage. D'ailleurs, la teneur en chlorures augmente avec le degré de minéralisation de l'eau.

En général, les chlorures sont présents dans l'eau à l'état brut et transformés à des concentrations allant de petites traces jusqu'à plusieurs centaines de mg/L. Ils sont présents sous la forme de chlorures de sodium, de calcium et de magnésium.

L'eau de mer a une forte concentration de chlorures qui est d'environ de 26.000 mg/L. De fortes concentrations de chlorures peuvent restreindre l'utilisation de l'eau en raison de la saveur qu'ils donnent et l'effet épuration qu'ils peuvent causer.

Le décret n° 2.914/2011 du Ministère de la Santé brésilien établit le niveau de 250 mg/L comme maximum autorisé pour l'eau potable. Les méthodes conventionnelles de traitement des eaux n'éliminent pas les chlorures.

Leur élimination peut se faire par désalinisation (osmose inverse ou électrodialyse) ou par échange d'ions (résines synthétiques).

Méthode de détermination

Titration avec du Nitrate d'argent

Technique

- a) Placer 100 ml d'échantillon dans le flacon Erlenmeyer.
- b) Ajuster le pH entre 7 et 10, en cas de besoin avec NaOH ou H₂SO₄.
- c) Ajouter 1 ml de la solution indicatrice de K₂CrO₄.
- d) Titrer la solution avec du nitrate d'argent 0,0141N jusqu'à ce que le mélange vire au jaune rougeâtre qui correspond au point d'équivalent de titrage.
- e) Effectuer un essai en blanc de la même façon que pour l'échantillon.

Mode opératoire :

Dans un Erlenmeyer on introduit 100 ml d'eau à analyser plus 2 à 3 gouttes d'acide nitrique pur puis on ajoute quelques gouttes de chromate de potassium (K₂CrO₄) à 10%, on titre avec la solution de nitrate d'argent AgNO₃ à 0,1 N jusqu'au virage du jaune au rouge brique.

Pour une prise d'essai de 100 ml :

$$\text{Cl}^- = V_4 \times 35,5$$

Avec V₄ le volume nécessaire au titrage.

Les chlorures sont exprimés en mg de Cl⁻ par litre d'eau (mg/L).

Chlorure de Sodium (Na-Cl)

On multiplie les teneurs obtenues des Chlorures (Cl⁻) par la masse molaire du Chlorure de sodium (Na-Cl) afin d'obtenir la teneur du Na-Cl en mg/L dans les eaux analysées.

Donc : Na-Cl (mg/L) = Cl⁻ (mg/L) × 58,5

Salinité (mg/L)

$$\text{Salinité (mg/L)} = \text{Conductivité } (\mu\text{s/cm}) \times 0,75$$

La conductivité

La conductivité est mesurée à l'aide d'un conductimètre. L'unité de conductivité est ($\mu\text{s/cm}$).

Le tableau ci-dessous représente les analyses physico-chimiques effectuées, durant notre stage, de l'eau d'alimentation (A), du perméat (P) et du rejet ou rétentat (R) à PTM 13 bar avant le nettoyage en place à l'acide citrique. Echantillon prélevé Le chiffre assigné à chaque lettre dans le tableau, traduit la PTM à laquelle l'échantillon a été prélevé.

Tableau : Analyses physico-chimiques des eaux d'alimentation, perméat et rejet du module d'osmose inverse avant nettoyage en place à l'acide citrique (Expérience 3 : 20 min avec PTM appliquée, 30 min repos sans PTM appliquée, puis 10 min avec PTM appliquée ; effectuée le 27/06/2019)

Paramètre physico-chimique	Eau d'alimentation (A)	Eau de perméat (P)	Eau de rejet (R)
pH	7,5	5,7	7,6
TA (°F)	0	0	0
TAC (°F)	23	1,5	115
TH (°F)	102	0	430
Cl ⁻ (mg/L)	1050,21	29,62	3822,17
SO ₄ ²⁻ (mg/L)	121	10	780
NO ₃ ⁻ (mg/L)	22,9	7,6	30,1
Na ⁺ (mg/L)	19,7	3,62	100
Fer (mg/L)	0,211	0,093	0,187
NaCl (mg/L)	1715,83	48,81	6298,5
Conductivité ($\mu\text{s/cm}$)	7050	174,3	23400

ABSTRACT

The cleaning-in-place (CIP) of the reverse osmosis (RO) spiral membranes used for the treatment of brackish water in the dairy industry of the city of Sidi Saada - Relizane, has been modified and improved in order to increase the performance of membranes in terms of productivity (permeate flux and salt retention rate) and extend their life span.

The permeate flux and the salt retention rate were measured before and after each CIP as a function of citric acid concentration and cleaning time.

Indeed, the concentration of 1% citric acid was found as an optimal concentration for the cleaning efficiency of RO membranes. In addition, a new cleaning duration strategy was proposed (15 min with applied Transmembrane pressure (TMP), 45 min rest without applied TMP, then 15 min with applied TPM) with a ratio (membrane rest duration ratio in the presence of citric acid without TMP applied on time in the presence of citric acid with applied TMP) of 1.5, instead of that enacted by the ALFA LAVAL manufacturer (30 min with applied TMP, 15 min rest without applied TMP, then 30 min with applied TMP) with a ratio of 0.25.

This new cleaning strategy has improved the increase in permeate flux and the salt retention rate, reduced energy expenditure in half, which is recommended to prolong the life span of RO membranes, which directly affects the quality of produced water (permeate) and therefore the quality of manufactured products.

Keywords: cleaning-in-place, brackish water desalination, dairy industry, membrane, reverse osmosis, permeate flux, retention rate, citric acid, cleaning time

RESUME

Le nettoyage en place (NEP) des membranes spirales d'osmose inverse (OI) utilisées pour le traitement des eaux saumâtres dans l'industrie laitière de la ville de Sidi Saada – Relizane, a été modifié et amélioré afin d'augmenter les performances des membranes en matière de productivité (flux de perméat et taux de rétention des sels) et de prolonger leur durée de vie.

Le flux de perméat et le taux de rétention des sels ont été mesurés avant et après chaque nettoyage des membranes en fonction de la concentration d'acide citrique et la durée de nettoyage.

En effet, la concentration d'acide citrique à 1% a été trouvée comme une concentration optimale pour l'efficacité de nettoyage des membranes d'osmose inverse. On outre, une nouvelle stratégie de durée de nettoyage a été proposée (15 min avec pression transmembranaire (PTM) appliquée, 45 min en repos sans PTM appliquée, puis 15 min avec PTM appliquée) avec un rapport (rapport de durée de repos de membrane en présence d'acide citrique sans PTM appliquée sur durée en présence d'acide citrique avec PTM appliquée) de 1,5, au lieu de celle édictée par le constructeur ALFA LAVAL (30 min avec PTM appliquée, 15 min en repos sans PTM appliquée, puis 30 min avec PTM appliquée) avec un rapport de 0,25.

Cette nouvelle stratégie de nettoyage a amélioré l'augmentation du flux de perméat et le taux de rétention des sels, a réduit les dépenses énergétiques en moitié, ce qui est recommandé pour prolonger la durée de vie des membranes d'osmose inverse qui affecte directement la qualité des eaux produites (perméat) et par conséquent la qualité des produits manufacturés.

Mots clés: nettoyage en place, dessalement des eaux saumâtres, industrie laitière, membrane, osmose inverse, flux de perméat, taux de rétention, acide citrique, durée de nettoyage