



**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

**Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique**

**UNIVERSITE ABDELHAMID IBN BADIS – Mostaganem -**

**Faculté des sciences et de la technologie**

**Département de génie des procédés**

**Mémoire présenté pour l'obtention du :**

**Diplôme de Magister**

**Spécialité : Procédés Membranaires et Matériaux Polymériques**

**Thème :**

**APPROCHES A DES ESSAIS DES MEMBRANES  
POLYMERIQUES SUR LA MICROFLORE  
(*E.coli*,*B.subtilis*,*P.aeruginosa*,*Trichoderma* et *Actinomycètes*)**

*Présentée par :*

**BOUBEKEUR Wahiba**

Devant le jury composé de :

<b>Président :</b>	Mr. Belhakem M (Professeur)
<b>Examineur :</b>	Mr.Djennad M (MCA)
<b>Examineur :</b>	Mr.Djibaoui R (MCA)
<b>Rapporteur:</b>	Mme. Hammadi K (MCA)

*Promotion 2011*

## ***Remerciements***

Je voudrais avant tout remercier Dieu de m'avoir donné la force de tous les jours et la volonté de continuer.

L'étude qui a fait l'objet de ce mémoire a été menée au Laboratoire de chimie et de biologie à l'Université de Mostaganem.

Je remercie tout spécialement Mm.HAMMADI Kheira, Docteur et Maître de Conférences à l'Université de Mostaganem pour son aide, pour sa disponibilité à toute épreuve, pour sa gentillesse et sa patience, tout mon respect et mon admiration, merci

Je remercie vivement Monsieur BELHAKEM Mostapha, Professeur à l'Université de Mostaganem, qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de mémoire.

Je remercie vivement Monsieur DJIBAOUI Rachid Maître de Conférences à l'Université de Mostaganem, d'avoir accepté de faire partie du jury et juger mon travail.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur DJENNAD M'Hamed, Maître de Conférences à l'Université de Mostaganem pour toute son aide dans la partie chimie et d'avoir accepté d'examiner ce travail et faire partie du jury.

Je remercie mes amis d'études BOUALEM Fatima et SOLTANE Khadidja pour leurs encouragements.

Je remercie ma grande sœur BOUHDIBA Malika pour leurs encouragements.

Toute mon amitié pour mes amis de laboratoire (chimie et biologie) et mes collègues dans mon travail.

Je ne peux oublier mes copains et copines khadidja,siham et tout les autres toujours disponibles, toujours gentils.

Je remercie tous mes amis samia,amina,fouzia,souad,zohra sans oublier amina.a et hayet.

Mille pensées très affectueuses pour mes proches, mes frères et sœurs pour leur soutien précieux au cours de mon travail tout spécialement.

Un grand remerciement va à ma mère pour son soutien, ses encouragements,

Je ne saurais enfin oublier de remercier tous mes enseignants et collègues, toute la promo de magister 2009 sans citer de noms et toute personne qui a collaboré ou participé de près ou de loin pour accomplir ce modeste travail.

## Résumé :

Le travail consiste à la synthèse et l'application des membranes à partir de la bentonite « traitée et non traitée » et de l'amidon, plusieurs ont été mis en jeu pour la fabrication de ces membranes tel que le taux de la bentonite et l'amidon ; le volume d'eau comme solvant et le temps ; pour la sélection des meilleurs membranes pour leur application dans le domaine de microbiologie.

Les résultats trouvés ont montré que les membranes synthétisées à partir des polymères ont été positive pour une filtration dont la plus part des bactéries et des champignons ont passés à travers les membranes testées ; ce que signifie une présence de porosité de ces membranes et a permis aux : *E coli* ; *Pseudomonas aeroginosa* ; *B.subtillus* ; *Trichoderma et Actinomycetes* de passer à travers ces membranes.

**Mots clés :** Membranes polymériques, Filtration, Microorganismes, Séparation.

## Abstract

Our study is based on the synthesis and the application of the membrane prepared from treated /non treated clay and starch at different volumes and concentrations.

The best membranes found has been tested for their abilities to filtrate the bacteria and fungi.

Our results showed a positive filtration through the synthesised membranes that means the used microorganisms (*E coli* ; *pseudomonas aeroginosa* ; *B.subtillus* ; *Trichoderma et actinomycete* ) has been separated from their milieux.

**Key words :** Polymeric membranes, filtration, microorganisms, separation.

## الملخص :

إن الهدف من هذا البحث هو الحصول على أغشية مصنعة من مادتي الطين و النشاء من اجل تطبيقها في مجالات مختلفة وتم اختيار أفضل أغشية من اجل اختبارها كمرشحات للميكروبات مثل البكتيريا و الفطريات .

من خلال النتائج المحصل عليها تم اصطناع أغشية التي سمحت للكائنات الحية الدقيقة مثل *B.Subtilis* ; *P.aeroginosa* ; *E.Coli* ; *Trichoderma* ; *Actinomycète* ; بالمرور من خلال الأغشية التي تم اختيارها

**مفاتيح الكلمات:** الأغشية البوليمارية- الترشيح- الأجسام الدقيقة - الفصل .

## *Sommaire*

Liste des tableaux.....	I
Tables des figures.....	II
Nomenclature.....	III
Abréviations.....	IV
Introduction.....	1

## *Chapitre I*

### **Notions de bases sur les membranes**

I.1. Généralités sur les membranes .....	3
I.2. Propriétés et caractérisation des membranes .....	4
I.2.1. Caractérisation physiques .....	4
I.2.1.1. Taille des pores.....	4
I.2.1.2. Porosité d'une membrane .....	4
I.2.1.3 Résistance d'une membrane .....	5
I.2.1.4. Sélectivité d'une membrane .....	6
I.2.1.5. Perméabilités d'une membrane .....	7
I.2.2. Propriétés chimiques .....	7
I.3. Classification des membranes .....	8
I.3.1. De part leur porosité .....	8
I.3.1.1. Membranes poreuses .....	8
I.3.1.2. Membranes denses .....	9
I.3.2. De part leur fabrication .....	9
I.3.2.1. Membranes symétriques .....	10

I.3.2.2. Membranes asymétriques .....	10
I.3.2.3. Membranes composites .....	11
I.3.2.4. Membranes échangeuses d'ion .....	12
I.3.3. De part leur nature chimique .....	12
I.3.3.1. Membranes inorganique .....	12
I.3.3.2. Membranes organique .....	12
I.4. Les différents procédés membranaires .....	13
I.4.1. Microfiltration (MF).....	13
I.4.2. Ultrafiltration(UF).....	15
I.4.3. Nanofiltration (NF) .....	16
I.4.4. L'osmose inverse (OI) .....	16
I.5. Géométrie des modules .....	17
I.5.1. Module à membrane plane .....	18
I.5.2. Module à membrane tubulaire .....	19
I.5.3. Module à membrane spiralé .....	19
I.5.4. Module à fibre creuse .....	19
I.6. Filtration tangentielle .....	20
I.7. Principes de mise en œuvre des membranes .....	21
I.7.1. Ecoulement frontal .....	21
I.7.2. Ecoulement tangentiel .....	22
I.7.3. Applications des membranes .....	23
I.8. Notions sur les polymères .....	25
I.8.1 Définition du polymère .....	25

I.8.2. Différents types de polymère .....	25
I.8.2.1. Les homopolymères.....	25
I.8.2.2. Le copolymère .....	25
I.8.3. Polymères de synthèse utilisée .....	27
I.8.3.1. Amidon .....	27
I.8.3.1.1. Définition .....	27
I.8.3.1.2. Origine botanique .....	27
I.8.3.1.3. Structure de l'amidon .....	28
I.8.3.1.4. Propriétés chimiques .....	29
I.8.3.1.5. Utilisation industrielles .....	29
I.8.3.2. Bentonite .....	30
I.8.3.2.1. Définition .....	30
I.8.3.2.2. Utilisation de la bentonite .....	30
I.8.3.2.3. Composition de la bentonite .....	31
I.8.4. Membrane de mélanges des polymères .....	32
I.8.5. Physique de la membrane polymérique .....	32
I.9. Préparation des membranes .....	33
I.9.1. Préparation des membranes à base des polymères .....	33
I.9.2. Technique d'inversion de phase induite par un solvant .....	33
I.10. Cas de la biodégradation .....	34

## *Chapitre II*

### **Synthèse des membranes polymériques.**

II. Synthèse des membranes .....	36
----------------------------------	----

II.1. Préparation de polymères .....	36
II.2. Choix de solvant .....	36
II.2.1. Solubilité de l'amidon .....	36
II.2.2. Mode opératoire de la solubilité d'amidon .....	37
II.3. Mode opératoire .....	38
II.3.1 Préparation des mélanges (amidon + bentonite) .....	38
II.3.2. Lavage des plaques .....	39
II.3.3. Synthèse du film membranaire .....	39
II.4. Résultats et discussion .....	41
II.5. Conclusion .....	48

### *Chapitre III*

#### **Généralités sur les microorganismes**

III.1. Définition des microorganismes.....	49
III.2. Taille des microorganismes.....	49
III.3. Bactéries .....	50
III.3.1. Définition des bactéries .....	50
III.3.2. Formes des bactéries .....	51
III.3.3. Pseudomonas sp .....	51
III.3.1. Pseudomonas aeruginosa .....	52
III.3.4. Escherichia coli .....	53
III.3.5. Bacillus subtilis .....	54
III.4. Champignons .....	55
III.4.1. Définition .....	55

III.4.2. Classification .....	55
III.4.3. Champignons du genre Trichoderma.....	57
III.4.4. Actinomycètes.....	58
III.5. Procédé de la filtration des microorganismes.....	59
III.5.1. Définition de la filtration .....	59
III.5.2. La filtration des microorganismes .....	59

## *Chapitre IV*

### **Filtration des microorganismes**

IV.1. L'origine des souches bactériennes et champignons .....	61
IV.2. L'activation des souches .....	61
IV.3. Ensemencement des souches.....	61
IV.4. Incubation des souches .....	61
IV.5. La filtration sur les membranes synthétisées .....	61
IV.6. Ensemencement sur milieu solide pour confirmer .....	62
IV.7. Résultats et interprétations .....	62
IV.8. Conclusion .....	69
Conclusion générale .....	70
Bibliographie	

# *Liste des tableaux*

## *Chapitre I : Notions sur les membranes polymériques*

<b>Tableau I.1</b> : La composition minéralogique de la bentonite.	30
<b>Tableau I.2</b> : La composition chimique de la bentonite brute.	30

## *Chapitre II : Synthèse des membranes polymériques*

<b>Tableau II.1</b> : Tests de la solubilité de l'amidon.	38
<b>Tableau II.2</b> : les différentes membranes synthétisées (BT)	41
<b>Tableau II.3</b> : les différentes membranes synthétisées (BN T)	43
<b>Tableau II.4</b> : les membranes synthétisées après la modification du volume de l'étalement.	46
<b>Tableau II.5</b> : l'épaisseur calculé de la membrane synthétisée.	47

## *Chapitre IV : Filtration des microorganismes*

<b>Tableau IV.1</b> : les résultats avant et après la filtration des microorganismes.	64
<b>Tableau IV.2</b> : variation du temps de la filtration.	67
<b>Tableau IV.3</b> : variation du temps de la filtration en fonction de type des bactéries.	68

# *Tables des figures*

## *Chapitre I : Notions sur les membranes polymériques*

<b>Figure I.1 :</b> Schéma de principe du fonctionnement d'une membrane permselective.	03
<b>Figure I.2 :</b> Représentation schématique d'une membrane symétrique.	10
<b>Figure I.3:</b> Représentation schématique d'une membrane asymétrique.	11
<b>Figure I.4 :</b> Principe d'osmose inverse.	17
<b>Figure I.5:</b> Module à plaques.	18
<b>Figure I.6:</b> Module à membrane tubulaire.	19
<b>Figure I.7 :</b> Modules à fibres creuses.	20
<b>Figure I.8:</b> Cellule de Filtration Frontale.	21
<b>Figure I.9 :</b> Écoulement tangentiel.	22
<b>Figure I.10 :</b> Schéma de la structure chimique de l'amidon.	27
<b>Figure I.11 :</b> Mécanisme de la biodégradation du polymère.	33

## *Chapitre II : Synthèse des membranes polymériques.*

<b>Figure II.1 :</b> L'agitation du polymère.	39
<b>Figure II.2 :</b> la méthode de l'étalement de la solution sur le support de papier filtre.	40
<b>Figure II.3:</b> L'influence du temps de séchage sur la membrane (BT)	42
<b>Figure II.4:</b> Effet de la Température de séchage(BT)	42
<b>Figure II.5:</b> L'influence du temps de séchage sur la membrane (BNT)	44
<b>Figure II.6:</b> Effet de la température de séchage(BNT)	44
<b>Figure II.7:</b> différentes compositions des membranes synthétisées.	45
<b>Figure II.8:</b> Evolution de temps de séchage à partir de changement de volume.	47
<b>Figure II.9:</b> variation de l'épaisseur en fonction de type de la membrane.	48

## *Chapitre III : Généralités sur des microorganismes.*

<b>Figure III.1:</b> Coques à gauche, Spirillum au centre, bacille à droite.	51
<b>Figure III.2 :</b> Gros plan sur des E. coli.	53
<b>Figure III.3:</b> Aspect morphologique d'un conidiophore de Trichoderma Longibrachiatum.	58

## *Chapitre IV : Filtration des microorganismes.*

<b>Figure IV.1 :</b> méthode d'application de la filtration.	63
<b>Figure IV.2 :</b> filtration de P.aeruginosa par la membrane M07 <sub>N</sub> .	64

<b>Figure IV.3:</b> filtration de B. subtilis par la membrane M08 <sub>N</sub> .	65
<b>Figure IV.4:</b> filtration de E .coli par la membrane M001 <sub>N</sub> .	65
<b>Figure IV.5 :</b> filtration d'Actinomycète par la membrane M10 <sub>N</sub> .	66
<b>Figure IV.6 :</b> filtration de Trichoderma par la membrane M2 <sub>N</sub> .	66
<b>Figure IV.7 :</b> comparaison entre les 3 ensemencements (M206 <sub>N</sub> , M208 <sub>N</sub> , M21 <sub>N</sub> ).	67
<b>Figure IV.8:</b> Variation du temps de la filtration lorsqu'il change l'épaisseur de la membrane.	67
<b>Figure IV.9 :</b> filtration de P. aeruginosa par la Membrane M08 <sub>N</sub> .	68
<b>Figure IV.10 :</b> filtration de B.Subtilis par la Membrane M08 <sub>N</sub> .	68
<b>Figure IV.11 :</b> filtration d'E. coli par la Membrane M08 <sub>N</sub> .	69
<b>Figure IV.12 :</b> Variation du temps de la filtration des souches (P .aeruginosa ; B .subtilis ; E.coli) sur la même type de membrane.	69

# *Nomenclature*

<i>Annotation</i>	<i>description</i>	<i>Unité de mesure</i>
$n_p$	Nombre de pores par unité de surface de membrane	$1/m^2$
$A_m$	Perméabilité d'une membrane	$m/s.Pa$
$r_p$	Rayon d'un pore	$m$
$C_{ip}$	Concentration d'un soluté dans le perméat	$Kg/m^3$
$C_{is}$	Concentration d'un soluté dans l'alimentation	$Kg/m^3$
$d_p$	Diamètre d'un pore	$m$
$e_m$	Epaisseur de la membrane	$m$
$L_p$	Longueur moyenne des pores	$m$
$\Delta P_m$	Pression transmembranaire effective	$Pa$
$Q_p$	Débit volumique de perméation	$m^3/s$
$R_m$	Résistance d'une membrane	$Pa/s.m$
$\epsilon_m$	Porosité de la membrane	$\%$
$\tau$	Tortuosité	$-$
$S$	Surface d'une membrane	$m^2$
$V$	Volume de l'étalement	$m^3$

# Quelques Abréviations

MF	Microfiltration
UF	Ultrafiltration
NF	Nanofiltration
OI	Osmose Inverse
TR	Taux de rétention
$C_{SP}$	Concentration solution perméat
$C_{SI}$	Concentration solution Initiale
SC	Seuil de coupure
A	perméabilité
$J_P$	Flux de perméation
$\Delta P_m$	Pression transmembranaire effective
$Q_P$	Débit volumétrique de perméation
S	Surface effective de la membrane
$R_m$	Résistance hydraulique
BT	Bentonite traitée
BNT	Bentonite non traitée
MEB	Microscopie électronique à balayage

# INTRODUCTION

## INTRODUCTION

Avec le développement rapide de l'industrie moderne, la contamination de l'environnement est devenue de plus en plus grave, où de nombreux déchets industriels ont cruellement pollué l'environnement naturel qui était très adéquat à l'habitation humaine dans le passé. Les microorganismes restent un problème sérieux dans plusieurs pays du monde. La dépollution d'environnement est l'objectif important des pays en voie de développement. Pour y parvenir, des technologies de traitement doivent être développées, permettant ainsi de préserver l'environnement.

Parmi les alternatives possibles, les techniques membranaires font partie de nouvelles technologies qui peuvent jouer un rôle important, offrent plusieurs avantages et s'intègrent parfaitement aux tendances mondiales en matière de gestion de la matière et de l'énergie. Ces techniques peuvent être utilisées pour le traitement des microorganismes [1] En général, ce fait est l'avantage des techniques membranaires en raison de leur modularité et de leur rentabilité à petite échelle.

Longtemps utilisées comme outils de concentration dans les processus industriels, les techniques membranaires sont maintenant exploitées en tant qu'outils de la filtration et séparation des microorganismes.

La limitation actuelle, au développement des techniques à membranes ; vient essentiellement d'un problème de coût, restaient relativement chers et réservés au traitement de produits à haute valeur ajoutée (produits alimentaires ou pharmaceutiques). Il s'agit donc de mettre tous les moyens permettant d'abaisser ces coûts par amélioration des performances des membranes et abaissement de la consommation énergétique. [2]

Les procédés de séparation par membranes sont des opérations unitaires, au même titre que la distillation, la cristallisation, l'extraction liquide et la filtration. C'est la filtration qui ressemble le plus aux techniques membranaires que peuvent être décrites grossièrement comme des filtrations à flux tangentiel ou la taille des pores sont très réduite. La taille des pores dépend de la membrane de filtration utilisée. Ce qui détermine aussi le type de procédé membranaire. Sont utilisée essentiellement pour opérer des séparations sélectives des particules, peuvent être classé selon la nature des membranes utilisé, leur force motrice ou encore selon les types de solutés qu'ils sont capables de séparer.

La sélectivité, la perméabilité et la durée de vie sont les trois principaux critères de succès d'une membrane, et les techniques membranaires n'ont pu se développer qu'avec l'apparition de matériaux doués au plan du transport de performances suffisantes.

Rappelons que notre travail consiste à la synthèse et l'application des membranes polymériques biodégradables dans le procédé de filtration des microorganismes (bactéries et champignons). A cet effet, nous avons structuré notre mémoire en trois grandes parties :

- Une étude bibliographique comporte deux chapitres : Notions de base sur les membranes et généralités sur les polymères utilisés, puis généralités sur les microorganismes (bactéries et champignons) et le procédé de la filtration.
- Nous avons préparé au niveau de laboratoire de chimie, des polymères sous forme de poudre à partir des polymères industriels cristallins. Ces polymères ont été utilisés dans la synthèse des membranes polymériques (Amidon+Bentonite traitée, Amidon+Bentonite non traitée) par la technique d'inversion de phase. Plusieurs paramètres ont été mis en jeu tels que la nature de solvant, le taux des polymères utilisés. Afin de sélectionner les meilleures membranes, les tests de l'influence de la température et le temps de séchage dans l'étuve ont été effectués sur toutes les membranes synthétisées.
- les performances des membranes sélectionnées ont été testées pour la filtration des microorganismes (E.coli,P.aeruginosa,B.subtilis, Trichoderma,Actinomycetes). Nous avons terminé notre travail par plusieurs résultats.

# CHAPITRE I

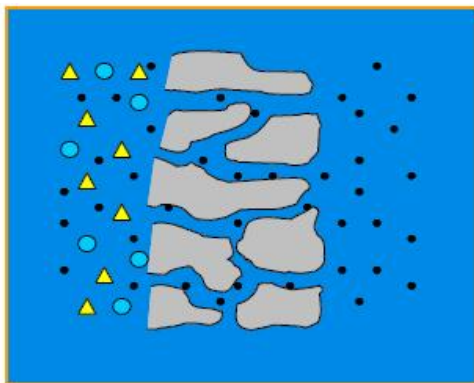
## Notions de bases sur les membranes

**I.1. Généralités sur les membranes :**

Pour séparer, purifier, concentrer on fait appel à des techniques dites séparatives, qui sont très variées et très répandues quand l'état physique du constituant est liquide ou gazeux : distillation, congélation, électrolyse, centrifugation, échange ionique, extraction liquide-liquide, adsorption, piégeage cryogénique; les techniques membranaires n'en sont qu'une partie. La membrane joue un rôle clé. [3]

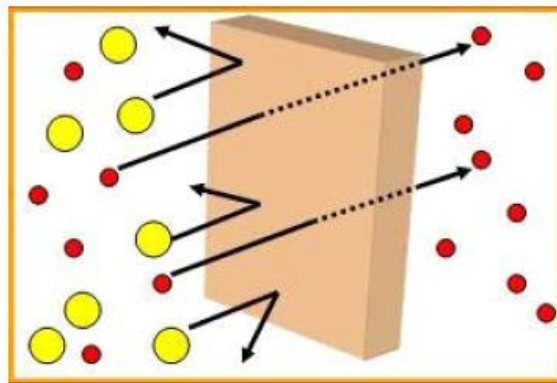
C'est une barrière mince sélective qui, sous l'effet d'une force de transfert, permet le passage de certains composants entre les deux milieux qu'elle sépare. La nature de la membrane doit être adaptée aux caractéristiques des espèces à séparer. [4]

La membrane polymère, inorganique ou hybride peut être homogène ou hétérogène, souvent de structure asymétrique. Elle peut être solide ou liquide, neutre ou porter des charges positives ou négatives ; elle peut être poreuse ou dense.



Porous membrane

Microfiltration / Ultrafiltration



Non porous membrane

Gas séparation/Pervaporation

*Figure I.1 : Schéma de principe du fonctionnement d'une membrane permselective : les espèces ● traversent la membrane alors que les espèces ● sont retenues*

**I.2. Propriétés et caractérisations des membranes :****I.2.1. Caractéristiques physiques :**

Les propriétés physiques des membranes de filtration sont nombreuses. Parmi celles-ci figurent, le diamètre moyen des pores, la porosité, la résistance membranaire, la sélectivité et la perméabilité qui sont des caractéristiques couramment investiguées et suivies pendant le fonctionnement des procédés membranaires. [5]

**I.2.1.1. Taille des pores :**

La taille des pores varie de quelques microns en microfiltration à un nanomètre en nanofiltration.

La porosité d'une membrane n'est jamais parfaitement uniforme. En deçà du nanomètre, le mécanisme de transfert de solvant est plutôt de diffusion de la solution que convection ; l'eau n'est pas seulement poussée pour s'infiltrer au travers de la membrane, mais aussi elle diffuse au travers du matériau membranaire.

La structure polymérique du matériau change en fonction des énergies d'activation, donc de la température. La sélectivité de ces membranes dépend de l'affinité chimique du matériau avec les différents composés qui traversent la membrane.

**I.2.1.2. Porosité d'une membrane :**

La porosité membranaire est un critère essentiel dans une opération de séparation par membrane.

Elle correspond à la fraction de vide dans le matériau membranaire et désigne l'ensemble de vide par lequel le flux liquide traverse l'épaisseur filtrante. [6] le sens physique de cette propriété est donné par l'équation. (I .1)

$$\varepsilon_m (\%) = \frac{\text{Volume de vide}}{\text{volume du solide} + \text{volume de vide}}$$

L'estimation de la valeur de cette propriété de la membrane peut se faire soit pendant la mise au point du matériau, soit avant son usage régulier dans un procédé.

Les méthodes d'estimation sont expérimentales et regroupent par exemples la microscopie électronique à balayage (MEB). Dans le cas de la microscopie électronique à balayage (MEB), une étape de traitement ou d'analyse d'images est nécessaire pour estimer la porosité de la paroi filtrante membranaire.

### **I.2.1.3. Résistance d'une membrane :**

La résistance hydraulique d'une membrane ( $R_m$ ) peut être définie comme étant sa résistance à l'écoulement du fluide à travers cette membrane. La résistance d'une membrane est l'inverse de sa perméabilité :

$$R_m = \frac{1}{A} = S \frac{\Delta P_m}{Q_p} \quad (I.2)$$

Cette relation nous permet de calculer de façon pratique la résistance d'une membrane à partir des mesures de flux de perméation et de la pression transmembranaire.

En supposant que les pores d'une membrane soient cylindriques et rectilignes, la loi de poiseuille permet d'exprimer la résistance d'une membrane comme :

$$R_m = \frac{8e_m}{n_p \pi r_p^4} \quad (I.3)$$

Cette opération montre que la résistance de la membrane augmente avec l'augmentation de l'épaisseur de la membrane et diminue avec sa porosité [7].

La résistance totale de la membrane  $R_m$  par unité de surface est donnée aussi par l'équation suivante :

$$R_m = \frac{32e_m}{d_p^2 \varepsilon_m} \quad (I.4)$$

D'où la porosité sera :

$$\varepsilon_m = \frac{32 \times e_m \times n_p}{8L_p \times d_p^2} \times \pi \times r_p^4 \quad (\text{I.5})$$

Ce qui donne :

$$\varepsilon_m = \frac{n_p \times \pi \times e_m \times r_p^2}{L_p} \quad (\text{I.6})$$

Et le nombre des pores sera :

$$n_p = \frac{\varepsilon_m}{\pi \times \tau \times r_p^2} \quad (\text{I.7})$$

$\varepsilon_m$  représente la porosité (rapport entre le volume total des pores et le volume apparent de la membrane).

$\tau$  est la tortuosité des pores (rapport entre la longueur moyenne des pores  $L$  et l'épaisseur de la membrane  $\varepsilon_m$ ).

#### **I.2.1.4.Sélectivité d'une membrane :**

La Sélectivité d'une membrane est, en général, définie par le taux de rejet (appelé aussi taux de rétention) de l'espèce (sel, macromolécule, particule) que la membrane est censée retenir : la sélectivité s'exprime par un taux de rétention TR [8] :

$$TR = 1 - \frac{C_{ip}}{C_{is}} \quad (\text{I.8})$$

Il y a deux valeurs particulières du TR (valeurs exprimées en pourcentages) :

TR =0% signifie que le soluté n'est pas du tout retenu par la membrane ;

TR =100% signifie que le soluté est entièrement retenu par la membrane.

Avec  $C_{is}$  : concentration de l'espèce à retenir dans la solution

et  $C_{ip}$  : concentration de la même espèce dans le perméat.

### **I.2.1.5. Perméabilité d'une membrane :**

La perméabilité d'une membrane de filtration est une donnée relative car elle se définit par rapport à un liquide. Elle désigne en fait la facilité avec laquelle un milieu filtrant se laisse traverser par un fluide en écoulement. De façon pratique, la perméabilité peut être définie comme étant le rapport entre le flux de perméation ( $J_p$ ) et la pression transmembranaire effective ( $\Delta P_m$ ) :

$$A_m = \frac{J_p}{\Delta P_m} \quad (\text{I.9})$$

Le flux de perméation (appelée aussi vitesse de perméation) est un débit de perméation unitaire, c'est-à-dire, le rapport entre le débit volumétrique de perméation ( $Q_p$ ) et la surface effective de la membrane ( $S$ ) :

$$J_p = \frac{Q_p}{S} \quad (\text{I.10})$$

En remplaçant le flux de perméation  $J_p$  défini par l'équation (I.10), dans l'équation (I.9), on obtient :

$$A_m = \frac{Q_p}{S \cdot \Delta P_m} \quad (\text{I.11})$$

En pratique, la perméabilité d'une membrane, est déterminée comme la pente de la droite  $J_p$  en fonction de  $\Delta P_m$ .

Il faut mentionner qu'il existe des différences significatives de perméabilité entre divers coupons d'une même feuille de membrane à cause des irrégularités de fabrication. Pour cette raison, c'est la perméabilité moyenne qui est utilisée pour caractériser une membrane. [9]

### **I.2.2. Propriétés chimiques :**

La stabilité chimique d'une membrane de filtration est un critère essentiel lors de sa fabrication. Elle dépend des propriétés chimiques des matériaux constitutifs et garantit

la durée de vie de la membrane. De façon générale, ce critère se traduit en termes de résistance aux conditions de pH acides ou basiques. Dans le cas des membranes organiques (polysulfone, ou en polyéthylène), cette résistance est limitée, à une gamme de pH généralement comprise entre 2 et 11 sous des températures maximales variant entre 40 et 50°C voir 60 à 80°C pour certains types de membranes. Par contre pour les membranes minérales, la plage de pH tolérable s'étend de 1 à 14 avec des températures maximales avoisinant les 80 voir 100°C.

Par ailleurs, l'ensemble des membranes (minérales comme organiques) résistent à certains agents oxydants utilisés pour la désinfection chimique. Ce sont par exemple, l'hypochlorite de sodium (NaClO), le formaldéhyde, l'hydroxyde de sodium (NaOH). Les concentrations applicables ainsi que les conditions de pH admissibles sont généralement données par les fournisseurs des membranes. [6]

### **I.3. Classification des membranes :**

Insistons d'abord sur le fait que la comparaison des membranes en vue d'un type de séparation donné repose essentiellement sur la mesure de leurs performances (perméabilité au solvant, sélectivité ou rétention, durée de vie) dans les conditions réelles. On peut cependant estimer qu'une membrane est plus apte qu'une autre à une séparation, grâce à certains critères tels que la sélectivité la perméabilité et la durée de vie. [10]

#### **I.3.1. De part leur porosité :**

##### **I.3.1.1. Membranes poreuses :**

Ce type de membrane est similaire par structure au filtre conventionnel (de diamètre de pore supérieur au micron), mais elle diffère par la taille de ses pores 0.01 à 1 micron. Les plus gros pores et les plus petits sont partiellement retenus, et les particules de plus petites tailles passent en totalité. La séparation de soluté par des membranes poreuses est donc principalement une fonction de taille moléculaire et de distribution de taille de pores. [11]

Généralement, en vue d'une meilleure sélectivité, une membrane poreuse est confectionnée de façon à comporter une distribution des diamètres des pores centrée autour d'une seule valeur :

- Soit un diamètre inférieur à 2 nm environ dans le cas de micropores.
- Soit diamètre compris entre 2 et 50 nm dans le cas des mésopores.
- Soit une taille supérieure à 50 nm dans le cas des macropores.

### **I.3.1.2.Membranes denses :**

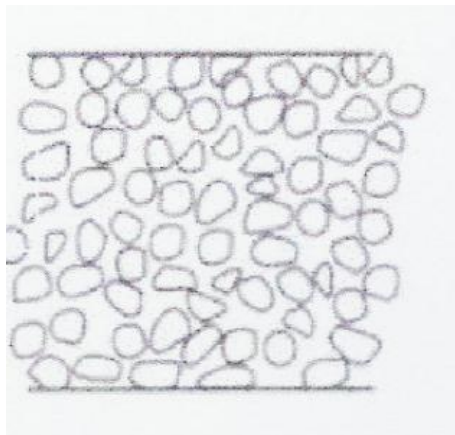
Cette membrane consiste en un film dense à travers lequel le perméat est transporté par diffusion sous l'effet d'une force de pression, de concentration ou de gradient de potentiel électrique. La séparation des composés d'un mélange est directement liée à leur diffusivité et leur solubilité à travers la membrane. [11] Ainsi, une membrane dense peut séparer les composés de taille voisine si leur solubilité (concentration dans la membrane) diffère, ce type de membrane est souvent utilisé dans la pervaporation et la perméation du gaz.

### **I.3.2.De part leur fabrication :**

Pour obtenir une perméabilité sélective élevée, compatible avec un usage industriel, il est nécessaire que la barrière soit la plus mince possible. Il en résulte une certaine fragilité qui a été palliée par la consolidation de la barrière mince par différents moyens que ce soit, un support à pores de même nature ou de nature différente, un support tissé...etc.

#### **I.3.2.1.Membranes symétriques (ou isotropes) :**

Ces membranes denses ou poreuses ont la même structure sur toute leur épaisseur (structure isotrope). (figure I.2)



*Figure I.2* : Représentation schématique d'une membrane symétrique. [12]

### **I.3.2.2. Membranes asymétriques ou (anisotropes) :**

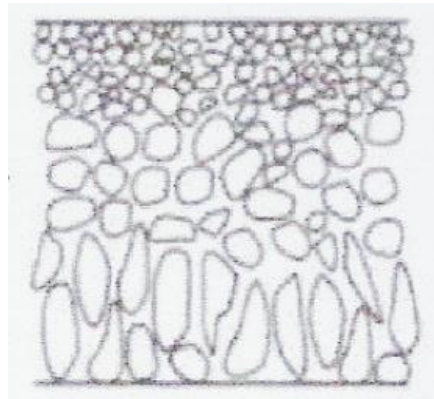
Ces membranes sont formées d'une couche de surface très fine déposée sur un support poreux plus épais. Les propriétés de séparation et de perméabilité sont assurées par la fine couche extérieure. Le flux à travers la membrane est inversement proportionnel à son épaisseur.

Les membranes préparées à partir du même matériau (membrane polymérique) préparées par inversion de phase est un sous –type des membranes asymétriques.

La majeure partie de la membrane est constituée d'une structure très ouverte assurant une tenue mécanique sans opposer de résistance au transfert, alors que le rôle de séparation est tenu par une couche moins poreuse ne comptant que pour 1 à 10% de l'épaisseur totale de la membrane.

L'alimentation en fluide à traiter se fait alors du côté présentant la porosité la plus faible aussi appelé «peau», (figure I. 3) [12].

Les membranes utilisées par les industriels sont des membranes asymétriques possédant une peau dense qui apporte la sélectivité.



**Figure I.3:** Représentation schématique d'une membrane asymétrique.

### **I.3.2.3. Membranes composites :**

Ces membranes sont de type organique et anisotrope. Cependant les deux couches le composant est formé de polymères différents. [11] Ils ont l'avantage que les propriétés de chaque couche peuvent être modulées et optimisées indépendamment pour obtenir la sélectivité exigée, la perméabilité, et la stabilité thermique, etc. Ce sont des membranes constituées principalement de deux couches :

- ✓ peau : une couche de très faible épaisseur en contact direct avec l'eau à traiter. Cette couche donne à la membrane sa sélectivité.
- ✓ Couche support : une couche plus épaisse, d'une perméabilité beaucoup plus grande, qui supporte la peau et confère à la membrane sa résistance mécanique.

### **I.3.2.4. Membranes échangeuses d'ions :**

Une membrane échangeuse d'ions, appelée aussi membrane perméable aux ions ou membrane ionique, est constituée d'un matériau généralement macromoléculaire, plus ou moins réticulé en un réseau tridimensionnel insoluble dans l'eau. [13] Cette membrane peut être dense ou poreuse. Les parois des pores sont chargées d'ions positifs ou négatifs. Les membranes chargées positivement favorisent le passage de cations, celles chargées négativement favorisent le passage d'anions. Donc la séparation avec des membranes chargées est basée principalement sur la répulsion d'ions de même charge, mais aussi par la taille des pores

**I.3.3. De part leur nature chimique :**

Les membranes sont fabriquées à partir de polymères organique, de matériaux inorganiques ou mixtes (polymères organique et inorganiques). Bien qu'il existe des membranes mixtes faites de polymères et de matériaux inorganiques (membranes polymériques avec des zéolites par exemple), [14], la plupart des membranes disponibles commercialement sont faites à partir de polymères organiques et de matériaux inorganiques. Le choix entre ces deux types de membranes s'effectue en fonction de la nature des milieux à traiter et des conditions de fonctionnement.

**I.3.3.1. Membranes inorganiques :**

Les membranes inorganiques sont constituées à base de couches poreuses de céramique (oxydes de silicium, d'aluminium, de zirconium ou titane). Elles sont largement répandues car elles sont très sélectives, très perméables et peuvent être soumises plus facilement à des procédés de nettoyage assez agressifs sans trop être altérées.

Ces membranes ont une excellente stabilité chimique, mécanique et thermique supérieure aux membranes polymériques, mais, par contre, elles sont friables et beaucoup plus coûteuses que les membranes organiques. [15]

**I.3.3.2. Membranes organiques :**

Elles sont fabriquées, pour la plupart d'entre elles, à partir de polymères organiques (acétate de cellulose, polysulfones, etc.). Sont de plus en plus répandus car ils résistent mieux à l'oxydation, au pH ou à la température. Les qualités de ces matériaux leur confèrent une grande adaptabilité aux différentes applications. Environ 90% des membranes d'ultrafiltration et de microfiltration sont constituées de membranes organiques. [16]

**I.4 .Différents procédés membranaires :**

Les techniques de filtration membranaires ont recours à des membranes de type poreuses. Les composés retenus sont sélectionnés sur une base stérique, c'est-à-dire en fonction de la taille des molécules qui les composent. Aux effets stériques peuvent s'ajouter des effets d'interaction électrostatique lorsque des membranes à petites tailles de pores sont utilisées.

On distingue trois niveaux de filtration membranaire, principalement par la taille des pores :

- a. La microfiltration (MF) pour laquelle la taille des pores est de l'ordre du micromètre se situant généralement entre 0,1 à 10  $\mu\text{m}$ .
  - b. L'ultrafiltration(UF) se situe entre la microfiltration et la nanofiltration, avec une taille de pores variant de 1 à 100 nm (0,001 à 0,1  $\mu\text{m}$ ) ;
  - c. La nanofiltration (NF) où la taille de pores est de l'ordre du nanomètre (0,01  $\mu\text{m}$ ).
- [17]

**I.4.1.Microfiltration (MF) :**

La séparation par microfiltration concerne en générale les particules en suspension. Dans la pratique, on rencontre ce type d'opération lorsqu'on procède à la clarification d'un milieu, en recherchant à éliminer la matière colloïdale et particulaire, avant utilisation ou post – traitement du milieu.

Une autre grande application de cette technique est la rétention de micro- organismes tels que les bactéries. Des réductions de l'ordre de log de 6 à 8, en fonction des micro-organismes présents, du type de membrane et des conditions d'utilisation ont été constatées.

Cette opération se caractérise par des débits volumiques de perméat plutôt élevés et par la présence, parfois, de particules en suspension dans le rétentat. Les configurations planes et spiralées sont alors peu adaptées. Des modules à fibres creuses et des membranes tubulaires sont plutôt employées.

La mise en œuvre de la microfiltration doit tenir compte des caractéristiques des membranes et de leur facilité au colmatage. La membrane étant choisie, sa mise en marche a une importance très grande sur le colmatage, donc sur le rendement de l'opération. De façon générale, deux règles aux contraintes parfois antagonistes doivent être observées :

La pression transmembranaire (PTM) doit être maintenue très faible, en particulier, au démarrage de l'installation, lors de la mise en route de pompes et lors de la fermeture des vannes de régulation de la pression. Il est indispensable de veiller à ce que la pression transmembranaire augmente très progressivement.

En effet, pour les membranes de microfiltration ayant une très grande perméabilité, si la pression initiale augmente trop rapidement, le flux risque d'être immédiatement très élevé, mais pour une durée de temps très courte. Un tel fonctionnement génère un colmatage de la membrane très important compromettant ainsi le rendement pour le restant de l'opération. Une régulation de l'installation sur la base d'un flux de filtration constant plutôt que sur une pression de consigne est en générale bien plus avantageuse du point de vue de la maîtrise du colmatage.

La vitesse de circulation doit être élevée, car l'origine du colmatage est ici particulière. Plus les particules que l'on souhaite éliminer de la surface de la membrane sont petites, plus la vitesse doit être élevée. Cette règle va cependant à l'encontre de la précédente, car un débit de recirculation élevé entraîne une perte de charge le long de chaque module, donc nécessite une augmentation de la pression d'entrée, ce qui augmente la différence de pression transmembranaire.

Un compromis est donc à chercher entre longueur de modules, vitesse de circulation et pression transmembranaire maximale qui est, très souvent, le critère le plus important. Des modules à fibres creuses et des membranes tubulaires sont généralement employées.

Les membranes de microfiltration sont caractérisées essentiellement par un diamètre nominal de pores. [18,19]

**I.4.2.Ultrafiltration (UF) :**

Cette opération concerne la rétention de macromolécules (protéines, polysaccharides, etc.) et d'autres espèces de taille analogues comme des virus et des particules colloïdales. Toutes les espèces de plus grande dimension sont retenues également. Outre la dimension des espèces concernées, la différence majeure avec les autres procédés de filtration tangentielle connexes réside dans les mécanismes de transport mis en jeu et les propriétés des fluides.

La plus importante application dans le domaine agroalimentaire est dans l'industrie laitière. Le traitement du lactosérum permettant la récupération de protéines aux propriétés fonctionnelles très intéressantes et la réduction de la charge polluante dans les rejets est un exemple de l'application. Dans la pratique, ce type de membrane est souvent utilisé pour réaliser des opérations de séparation de petites particules ou de gros colloïdes. La raison à cela est que les pores de ces membranes étant plus petits en moyenne que ceux d'une membrane de microfiltration, on peut éviter dans certains cas un colmatage interne difficile à nettoyer. La décision de procéder de la sorte repose sur le flux moyen de filtration obtenu. Des essais pilotes peuvent permettre de trancher entre l'utilisation des membranes de microfiltration de perméabilité à l'eau élevée, mais qui se colmatent beaucoup, et l'utilisation de membranes d'ultrafiltration de perméabilité moyenne, mais dont le colmatage peut être moins sévère.

Dans la pratique, il est utile de connaître le flux limite, qui doit être déterminé expérimentalement tout en assurant que les conditions industrielles soient bien représentées d'un point de vue hydrodynamique. Une règle empirique recommande souvent de choisir le flux de travail à 80% du flux limite. Travailler à un flux proche du flux limite favorise le colmatage irréversible et induit des coûts de nettoyage excessifs.

Les membranes d'ultrafiltration sont probablement celles pour lesquelles on trouve la plus grande variété de matériaux et de géométries. Des modules tubulaires, à fibres creuses, plans et spiralés sont employés en ultrafiltration. Ces membranes sont caractérisées par leur perméabilité et par leur seuil de coupure qui remplace la taille de pores lorsque les membranes sont classées par la sélectivité. [18,19]

**I.4.3. Nanofiltration (NF) :**

Les espèces concernées par la nanofiltration ont des tailles proches à celle de la molécule d'eau. Des molécules et des ions sont souvent partiellement retenus par ces membranes. Plus que toutes les autres membranes, ces membranes présentent des mécanismes de sélectivité mixtes basés à la fois sur la charge et sur la taille des molécules. Elles permettent donc des séparations entre ions et petites molécules sur la base de leur taille. Les tailles des pores étant petites, les pressions nécessaires sont plus élevées qu'en ultrafiltration et les flux sont en général modérés. Les applications de la nanofiltration sont développées dans le domaine du traitement de l'eau et du traitement de certains fluides biologiques.

Les membranes de nanofiltration sont presque exclusivement polymériques et se présentent essentiellement sous forme de modules en fibres creuses et de modules spiralés. Ce sont des membranes anisotropes, parfois composites ; mais toujours avec une peau aux pores de petite taille.

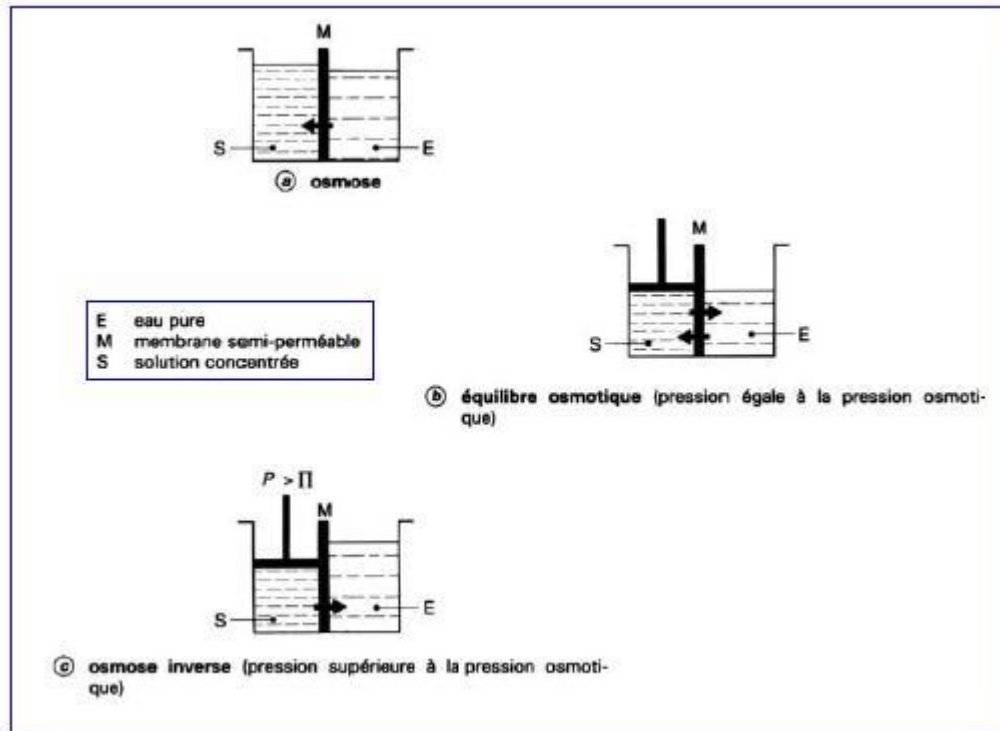
Quelques membranes inorganiques sont également proposées sur le marché dans une gamme de sélectivité se situant entre l'ultrafiltration et la nanofiltration .

Ces membranes se caractérisent par leur rétention pour un ou plusieurs sels inorganiques simples (NaCl, CaCl<sub>2</sub> ,...etc.) et par leur rétention pour des molécules neutres(en général des sucres tels que fructose, glucose, etc.). La concentration des solutions à laquelle ces mesures sont faites est une donnée qui peut être utile à l'utilisateur, lorsqu'elle est disponible, car ces caractéristiques dépendent fortement de l'environnement physico-chimique. [20]

**I.4.4. Osmose inverse (OI) :**

Le phénomène d'osmose est simple: admettons que l'on place de part et d'autre d'une membrane deux solutions, l'une constituée d'eau concentrée en sel par exemple, et l'autre d'eau pure. Le phénomène d'osmose va alors apparaître, se traduisant par une migration d'eau du milieu le moins concentré vers le milieu le plus concentré sous l'effet d'un gradient de concentration (a). Si on exerce maintenant une pression sur la solution concentrée, le flux d'eau transféré va diminuer jusqu'à devenir nul pour une pression appelée "pression osmotique" (b). Si la pression exercée augmente à nouveau, le phénomène de transfert d'eau

va s'inverser, l'eau passant de la solution concentrée en sel à l'eau pure. C'est le phénomène d'osmose inverse. [18]



**Figure I.4 :** Principe d'osmose inverse

Cette filtration membranaire est donc utilisée pour laisser passer le solvant (l'eau dans la majeure partie des cas) en arrêtant les sels ou les composés dissout dans ce dernier. On peut produire de l'eau ultra pure, et donc nettoyer l'eau de ses polluants tels que les métaux lourds.

**I.5.Géométrie des modules :**

Les membranes sont présentées se forme de film plan, de tube ou de filtre creusé. Elles sont mises en œuvre des modules regroupement un où plusieurs éléments de base.

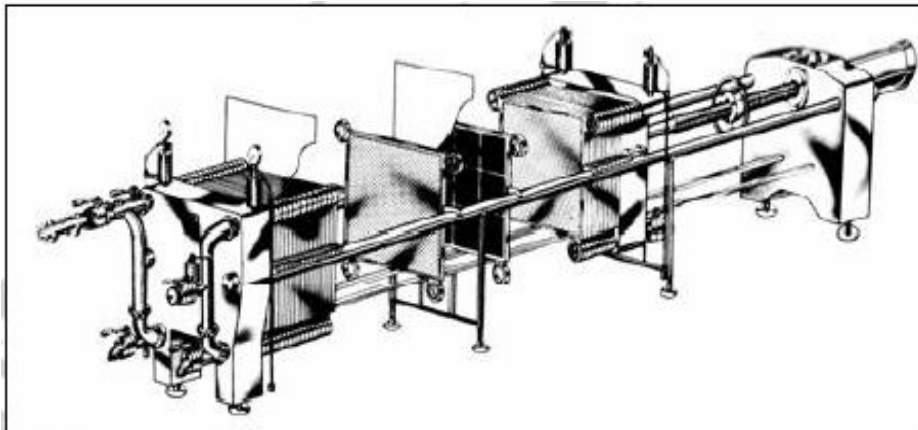
Les différents types de modules développés au cours des temps sont distingue en terme de performance par leur cout, la surface filtrante par module, la consommation énergétique, la susceptibilité de colmatage, la facilité de nettoyage et l'aptitude à travailler dans les conditions de procédé.

Il y a quatre types de modules qu'ils sont disponibles :

- Module à membrane plane.
- Module à membrane tubulaire.
- Module à membrane spiralé.
- Module à fibre creuse.

### ***1.5.1. Module à membrane plane :***

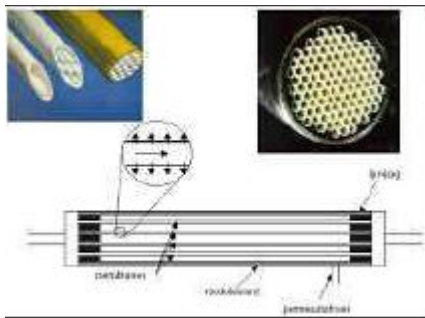
Les membranes en feuilles sont montés du part et l'autre de cadres rigides, empilés selon le principe de filtre presse (figure I.5). Cet arrangement présente beaucoup de flexibilité et un bon accès en membrane pour le nettoyage ou le remplacement. [16]



***Figure I.5:*** module à plaques

### ***1.5.2. Module à membrane tubulaire :***

Les membranes se présentent sous forme de tubes regroupés en parallèle dans un module. Le perméat est récupéré l'enveloppe du module à l'extérieur de tube. Ce type de module est surtout utilisé pour les membranes minérales. [16]



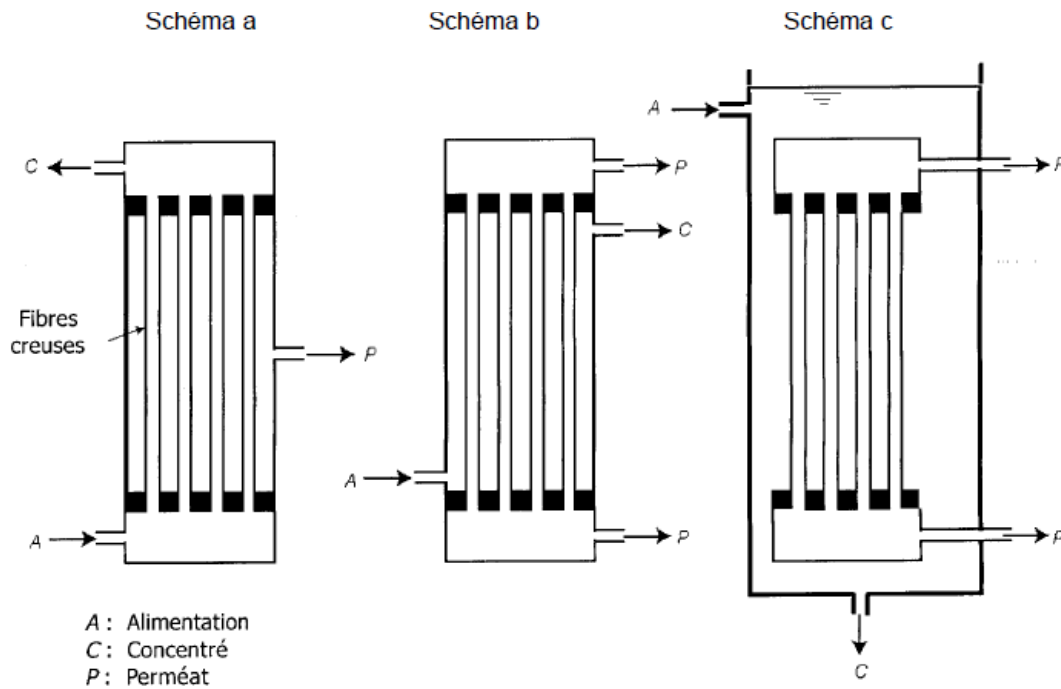
**Figure 1.6:** Module à membrane tubulaire.

### ***1.5.3. Module à membrane spiralé :***

Ils sont composés d'un tube perforé sur lequel sont enroulées une membrane fine et une membrane plus grossière. Le rétentat circule dans la membrane grossière alors que le perméat est acheminé par la membrane fine jusqu'à la tube centrale. Cet arrangement est très compact et convient pour le traitement à haute pression (NF ; OD). [16 ,18]

### ***1.5.4. Module à fibre creuse :***

Ce type est présenté comme un ensemble de fibres creuses regroupées dans une enveloppe. Les membranes sont uniquement de nature organique et ne possèdent pas de support textile (autosupportées). De même, elles ne sont souvent composées que d'un matériau, bien que des fibres creuses composites existent. La couche active (peau) et la sous couche poreuse sont intimement solidaires, ce qui permet de filtrer dans les deux sens. Ce système est peu coûteux mais permet de filtrer des fluides peu visqueux présentant de faibles risques de colmatage. [17]



**Figure I.7 :** Modules à fibres creuses [17].

**I.6. Principes de mise en œuvre des membranes :**

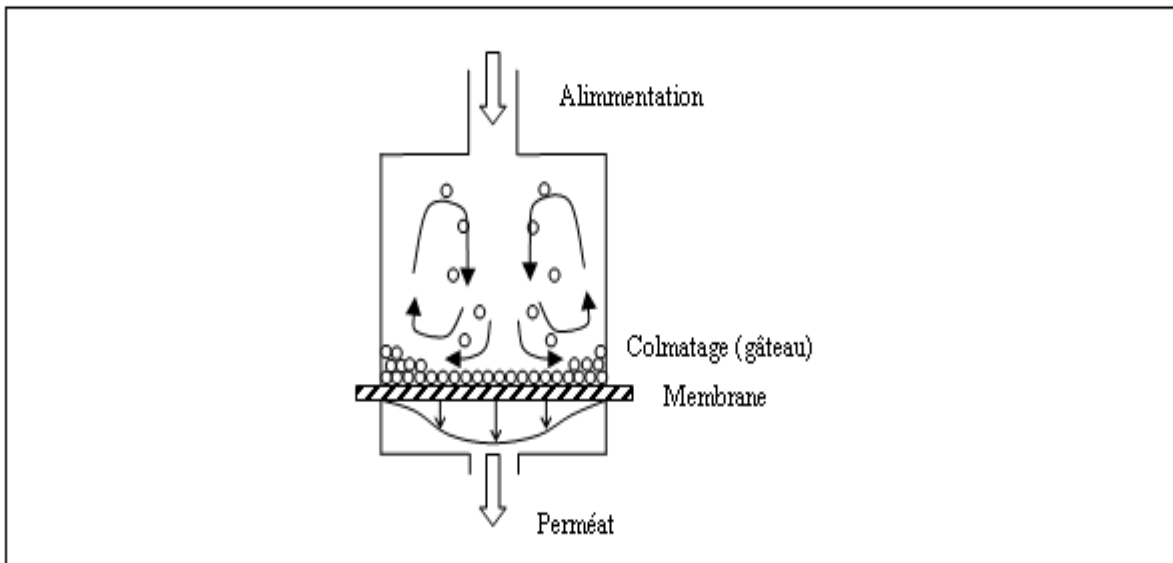
Dans cette section, nous allons décrire les deux grands types de mise en œuvre des membranes :

- L'écoulement frontal;
- L'écoulement tangentiel.

**I.6.1. Écoulement frontal :**

En écoulement frontal, l'écoulement se fait dans une seule direction soit perpendiculairement à la surface de la membrane.

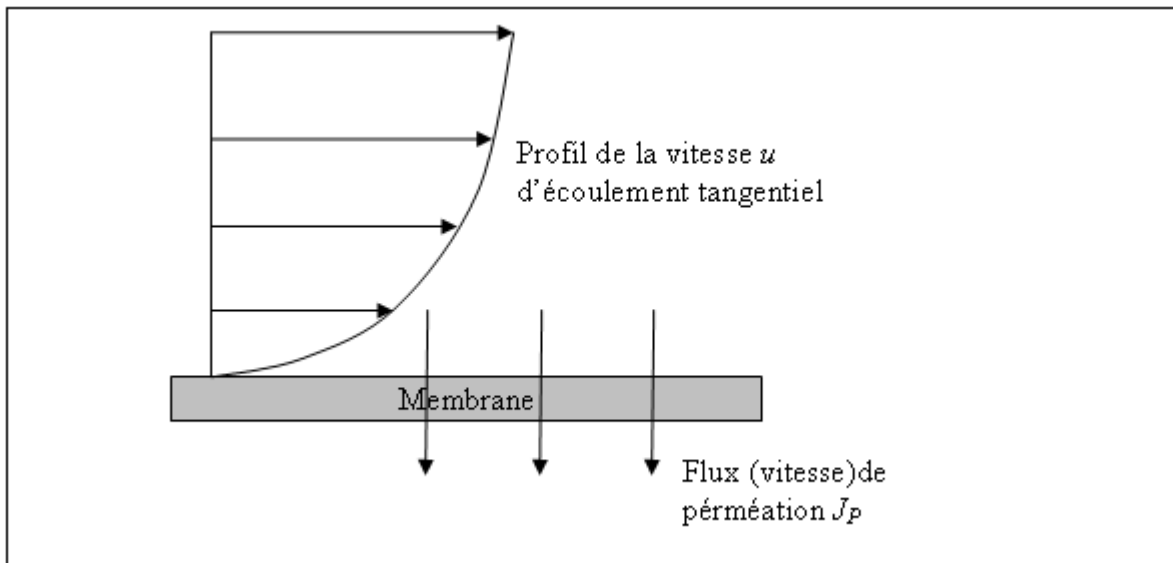
Ce type de mise en œuvre est souvent utilisé pour des essais à l'échelle de laboratoire, dans des cellules de filtration, ayant un volume de moins de quelques litres (voir Figure I.8). Le principal avantage de cette façon de tester les membranes est sa simplicité [21-22]. En effet, il n'est pas utile de recirculer la solution à filtrer, et donc il n'y a pas besoin de pompe de recirculation ce qui simplifie énormément le montage expérimental.



**Figure I.8:** Cellule de Filtration Frontale [23]

**I.6.2. Écoulement tangentiel**

Dans ce mode de mise en œuvre, il y a deux écoulements : un écoulement à travers la membrane qui est perpendiculaire à la surface de la membrane comme en écoulement frontal et un écoulement tangentiel à la surface de la membrane (Figure I.9). Dans ce mode de mise en œuvre, il y a donc nécessairement une entrée (l'alimentation) et deux sorties (le perméat et le courant qui correspond à l'eau qui n'est pas passée à travers la membrane et qui est appelé concentré ou rétentat). Ce type de mise en œuvre est utilisé aussi bien à grande échelle (industrielle) qu'à l'échelle laboratoire. Dans ce dernier cas, il faut noter que cela oblige à utiliser des volumes plus grands que dans le cas de l'écoulement frontal [23].



**Figure I.9 :** Écoulement tangentiel

### **I.7. Applications des membranes :**

Historiquement, les procédés membranaires à gradient de pression ont commencé à apparaître dans l'industrie laitière.

Les grands marchés sont actuellement l'industrie agro-alimentaire (stabilisation, clarification, extraction ou concentration de produits), la pharmacie, les biotechnologies et le traitement de l'eau (potable, de procédé ou ultrapure). Le traitement des effluents et des eaux usées, en particulier par bioréacteur à membrane (réacteur couplé avec un procédé membranaire), est en pleine expansion. La chimie et les industries de traitement de surface (huile de coupe par exemple) sont également utilisateurs de ces techniques.

Les avantages de ces procédés, comparés aux techniques conventionnelles, sont nombreux : le procédé est réalisé à température ambiante, le fractionnement peut se faire sans changement de phase, le procédé est physique donc sans ajout de tiers corps et il est souvent peu consommateur d'énergie par rapport à un procédé concurrent.

Ce développement devrait s'amplifier, du fait de l'émergence des besoins de protection de l'environnement (dépollution des effluents, procédés propres....) et grâce aux performances énergétiques et technico-économiques de plus en plus concurrentielles offertes par les procédés à membranes. Parallèlement aux applications, des recherches de plus en plus

poussées ont pour objet de mieux comprendre le fonctionnement des membranes, d'en créer de plus performantes ou plus spécifiques, et aussi de mettre au point des procédés permettant d'accéder à de nouvelles applications. [18, 19,20]

Les procédés membranaires peuvent permettre de développer des procédés industriels sobres et propres en les utilisant à quatre grandes places clés :

- au cœur même du procédé, en remplacement d'une ou de plusieurs opérations unitaires de séparation, ou en couplage avec une ou plusieurs opérations unitaires ;
- tri à la source, au plus proche du procédé, pour recycler/ré-utiliser des matières

Premières (eau, produits chimiques, biomasse...);

- fourniture de fluides de procédés (eau ultrapure...);
- traitement en bout de chaîne d'effluents, par exemple pour limiter leur volume dans le cas d'effluents toxiques.

### **I.8. Notions sur les polymères :**

Les polymères appartiennent à une science qui a pris son essor dans les années 40, car pendant la guerre, il est apparu nécessaire de fabriquer certains matériaux qui manquaient alors.

Avant 1940, il y avait déjà eu des sursauts. Les premiers soubresauts de la chimie des polymères sont apparus dès les années 1900.

A cette époque, on distinguait les molécules organiques en deux catégories:

- Les cristalloïdes
- Les colloïdes

Les cristalloïdes sont des composés organiques cristallisables, de température de fusion et de masses molaires définies.

Les colloïdes sont des molécules visqueuses, ne cristallisant pas et ayant des températures de fusion mal définies. Lorsque l'on mesurait leur masse molaire, on la trouvait supérieur à 100 000. Cela renforçait l'idée que ces molécules étaient des agrégats. Les chimistes allemands appelaient cette chimie la chimie des saletés . [24]

**I.8.1. Définition du polymère :**

Un polymère est une macromolécule formée de l'enchaînement covalent d'un très grand nombre d'unités de répétition qui dérivent d'un ou de plusieurs monomères (qui sont également appelés motifs) et préparée à partir de molécules appelées monomère. [25]

**I.8.2. Différents types de polymères :**

Il existe deux types de polymères :

- ✓ Les homopolymères
- ✓ Les copolymères

**I.8.2.1. Les homopolymères :**

Les homopolymères sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité. Parmi les homopolymères, on peut citer le polyéthylène.

Il existe, au sein des homopolymères, différentes familles. Pour la suite du paragraphe, A sera l'unité de l'homopolymère. [26]

Parmi les différents types d'homopolymères, nous trouvons :

- les homopolymères linéaires.
- les homopolymères branchés.
- Les homopolymères étoilés.

**I.8.2.2. Les copolymères :**

Les copolymères sont des polymères qui possèdent plusieurs unités.

Comme pour les homopolymères, les copolymères peuvent se classer dans différentes familles. On parle alors de modes de copolymères.

Parmi les différents modes de copolymères, nous trouvons :

- *le mode statistique* : les unités constitutives A et B se répartissent le long de la chaîne en suivant une statistique. Les copolymères désordonnés complètement font partie de cette famille ; dans ce cas particulier, les unités constitutives sont réparties de façon aléatoire.

Par exemple :

.....A-B-A-A-A-B-B-A-B-B-B-A....

- *le mode alterné* :

....A-B-A-B-A-B-A-B....

Les polymères statistiques et alternés ont des propriétés intermédiaires entre celles des deux homopolymères  $[A]_n$  et  $[B]_m$  formés à partir des deux monomères différents.

- *le mode séquencé linéaire* : ce sont des molécules où chaque unité constitutive est répétée plusieurs fois de suite (block) pour former de longues séquences. Par exemple :

➤ Copolymère « dibloc » [AB] :

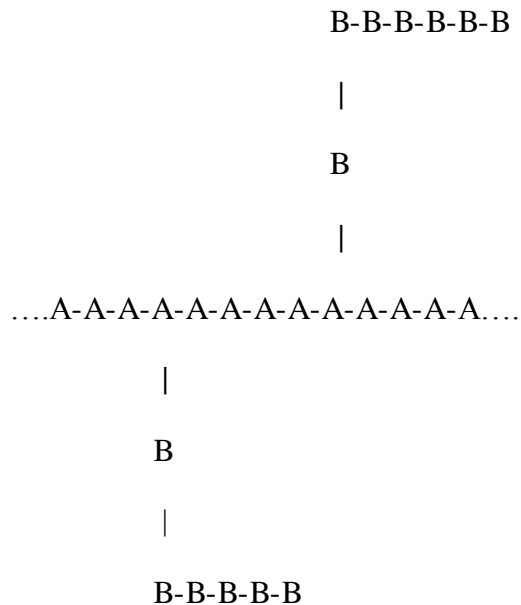
A-A-A-A-A-B-B-B-B-B

➤ Copolymère « tribloc » [ABA] :

A-A-A-A-A-B-B-B-B-B-B-B-A-A-A-A

- *le mode séquencé et greffé* :

L'exemple le plus simple est celui d'une chaîne d'un homopolymère principal, sur lequel des chaînes secondaires d'un autre polymère sont greffées [27]. Par exemple :



**I.8.3. Polymères de synthèse utilisée :**

**I.8.3.1. Amidon :**

**I.8.3.1.1. Définition:**

L'amidon est un glucide complexe (polyoside) composé de chaînes de molécules de D-Glucose. Il s'agit d'une molécule de réserve énergétique pour les végétaux supérieurs et un constituant essentiel de l'alimentation humaine. [28]

**I.8.3.1.2. Origine botanique :**

L'amidon se trouve dans les organes de réserves de nombreuses plantes :

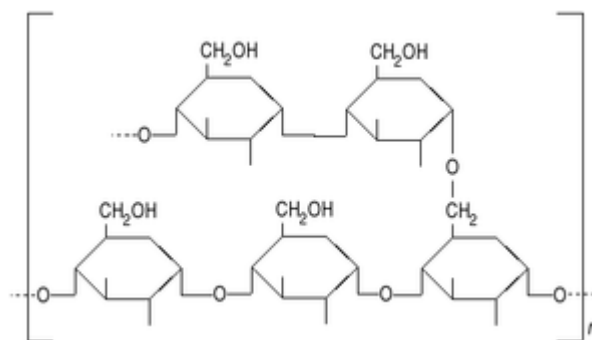
- les graines (en particulier les céréales (maïs, froment) et les légumineuses),
- les racines,
- les tubercules et rhizomes (pomme de terre, patate douce, manioc, etc.) ; dans ce cas il est appelé féculé.
- les fruits (banane) où l'amidon a pour fonction de stimuler la dispersion des graines (quand il y en a) par des animaux. [29]

**I.8.3.1.3. Structure de l'amidon :**

L'amidon est un mélange de deux homopolymères, l'amylose et l'amylopectine composés d'unités D-Anhydroglucopyranose (AGU) qui appartiennent à la famille des polysaccharides (ou polyosides) de formule chimique générale  $(C_6H_{10}O_5)_n$ . Les unités AGU sont liées entre elles par des liaisons  $\alpha$  (1-4), en général caractéristique des polyosides de réserve (à l'exception de l'inuline) et des liaisons  $\alpha$  (1-6) qui sont à l'origine de ramifications dans la structure de la molécule. Ces 2 homopolymères, qui diffèrent par leur degré de branchement et leur degré de polymérisation sont:

- L'amylose, légèrement ramifié avec de courtes branches et dont la masse moléculaire peut être comprise entre 10 000 et 1 000 000 Dalton. La molécule est formée de 600 à 1 000 molécules de glucose.
- l'amylopectine ou isoamylose, molécule ramifiée avec de longues branches toutes les 24 à 30 unités glucoses par l'intermédiaire des liaisons  $\alpha$  (1-6). Sa masse moléculaire peut aller de 1 000 000 à 100 000 000 Dalton, selon les estimations scientifiques et son niveau de branchement est de l'ordre de 5%. La chaîne totale peut faire entre 10 000 et 100 000 unités glucoses.

Le ratio entre l'amylose et l'amylopectine dépend de la source botanique de l'amidon. Parfois, il y a aussi présence de phytoglycogène (entre 0 et 20 % de l'amidon), un analogue de l'amylopectine mais ramifié tous les 10 à 15 résidus glucose. [29]



**Figure I.10 :** schéma de la structure chimique de l'amidon.

**I.8.3.1.4. Propriétés chimiques :**

L'amidon est insoluble dans les solvants aqueux dans des conditions normales de température et de pression. Des traitements acides, basiques ou la sonification permettent toutefois de pallier cela mais sont en réalité destructifs pour les molécules de l'amidon. Dans le cas des solvants organiques, l'amidon est soluble dans le diméthylsulfoxyde dans des conditions douces; l'ajout de sel (bromure de lithium ou chlorure de lithium) permet d'empêcher la rétrogradation de l'amylose, phénomène durant lequel les molécules d'amylose tendent à se rassembler dans des zones amorphes en suspension.

En suspension dans l'eau, on obtient du lait d'amidon, suspension instable mais qui, chauffée à 70 °C, devient visqueuse et translucide.

Au contact d'une solution iodo-iodurée, l'amidon prend une teinte violette (réaction entre l'amylose et l'iode). [30]

L'amidon ne peut pas réduire la liqueur de Fehling, car sa fonction aldehyde ( $-COH$ ) réductrice est « masquée » en acétal ( $RO-CH-RO$ ).

La molécule seule d'amylose s'organise en une hélice droite à six glucoses par tour.

**II.8.3.1.5. Utilisations industrielles :**

Les débouchés industriels sont essentiellement l'agroalimentaire à travers l'industrie des boissons, confiseries, boulangeries, l'industrie chimique qui l'utilise dans les procédés de fermentation pour la production de bioéthanol, les traitements de surface, la formulation de colles, l'encapsulation de produits pharmaceutiques, les cosmétiques, la papeterie et les matières plastiques biodégradables. L'empois d'amidon était aussi utilisé autrefois, pour l'empesage des vêtements.

L'amidon issue de céréales est utilisé pour produire des édulcorants, tels que le sirop d'orge malté, le sirop de maïs, le sirop de riz brun ou encore le sirop de maïs à haute teneur en fructose.

L'amidon, principalement extrait de la pomme de terre, est souvent transformé à des fins industrielles et peut subir différentes modifications :

- Les modifications physiques : précuisson sur cylindre, en extrusion ou en tour d'atomisation.
- Les modifications physico-chimiques : dextrination à haute température et à pH extrêmes.
- Les modifications chimiques : réticulation et substitution.
- Les modifications biologiques : hydrolyse contrôlée par des systèmes enzymatiques.

Par ailleurs, la société BASF a récemment développé une pomme de terre modifiée génétiquement, l'Amflora, riche en amylopectine, pour faciliter l'exploitation industrielle de l'amidon. [30]

### **I.8.3.2.Bentonite :**

#### **I.8.3.2.1.Définition :**

La bentonite est une argile de type montmorillonite qui est formée par le vieillissement de cendres volcaniques. Comme toute argile d'origine volcanique qui est constituée de montmorillonite porte le nom de bentonite, le terme peut englober des matériaux de compositions différentes. Ainsi, il existe des bentonites qui sont riches en sodium, d'autres en calcium, potassium ou magnésium.

Dans l'eau, la bentonite gonfle de 10 à 15 fois de son volume original et absorbe 6,5 fois son poids en eau. Il s'agit donc d'une argile à grande surface interne. [31]

#### **I.8.3.2.2.Utilisations de la bentonite :**

Le débouché le plus important de la bentonite se situe dans les techniques du génie civil, particulièrement dans l'étanchéité des édifices, la construction de digues, la pose de canalisations, l'édification de tunnels, la réalisation de fondations spéciales (parois moulées, barrettes, pieux).... [31]

La bentonite est également utilisée dans les techniques de géothermie (pompes à chaleur) pour empêcher les tuyaux de geler. Elle sert de produit d'étanchéité dans les étangs artificiels. Elle peut être employée comme déshydratant et comme additif alimentaire (anti-agglomérant dans les colorants, au maximum 5 %).

On l'utilise dans l'industrie alimentaire pour clarifier les vins, les bières, les jus de fruits et le beurre de cacao lors de leur fabrication.

### **I.8.3.2.3. Composition de la bentonite :**

La composition minéralogique de la bentonite se présente dans le tableau(I.1) :

**Tableau(I.1) :** La composition minéralogique de la bentonite .

Montmorillonite,%	Hydromica, %	Beidelite,%	Glaucomie, %
45 - 50	10 - 15	10	5 - 10

Chimiquement, les bentonites sont des silicates hydratés d'alumine ou de magnésie contenant des proportions variables de cations alcalins ou alcaline terreux.

La composition chimique s'établit dans le tableau(I.2) :

**Tableau(I.2) :** La composition chimique de la bentonite brute.

SiO <sub>2</sub> , %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	CaO,%	Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O,%	MgO,%	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,%	Perte au feu,%
58 - 62	19 - 20	Jusqu'à 2	Jusqu'à 1	Jusqu'à 1	0 - 1	Jusqu'à 13

Le principal composant de la bentonite, la montmorillonite se caractérise par une richesse en fines particules colloïdales dépassant 90 % ce qui lui donne une énorme surface par unité de volume. En effet, les particules de bentonite sont faites de feuillets empilés dont les dimensions sont approximativement de 100 × 50 × 2 millimicrons.

Il en résulte que les argiles bentonitiques sont difficilement filtrables et peu perméables pour réduire très sensiblement les pertes d'eau dans les formations absorbantes. [32]

**I.8.4. Membrane de mélanges des polymères :**

La synthèse des mélanges de polymères a beaucoup d'avantages par rapport aux polymères primaires, puisque des caractéristiques spécifiques peuvent être obtenues systématiquement en variant la composition de ces mélanges, en plus la réalisation de ces mélanges n'est pas coûteuse par rapport à la formation des copolymères. Quoique la réalisation des mélanges n'est pas possible que si la chimie des polymères mélanges est relativement proche.

Les mélanges de polymères possèdent les propriétés intrinsèques : chimiques, physiques, mécaniques, et morphologiques de chacun d'eux. Les avantages de chaque polymère peuvent être combinés en mélangeant deux polymères. Sont généralement liés par des liaisons physiques, contrairement aux copolymères où les liaisons sont chimiques. Les mélanges de deux polymères de charges opposés forment de membranes à haute densité et peuvent avoir comme conséquence une sélectivité plus élevée. [33]

**I.8.5. Etat physique de la membrane polymérique :**

Les propriétés physiques de la membrane comme le nombre de pores, leur forme ainsi que la rugosité de la surface, jouent un grand rôle dans la rétention des solutés. La porosité est exprimée par la taille, la distribution et le nombre de pores effectifs dans la couche active. Le terme « pore » pour les membranes de filtration correspond à un espace vide dans la membrane par lequel le transport du fluide a lieu sous l'action d'une force motrice. Dans une membrane dense, les pores sont des vides de moins de 0,5 nm de diamètre, qui sont formés naturellement dans les polymères solides. Ces pores, ou défauts de densité, sont causés par des irrégularités de l'entremêlement des chaînes de polymères. Ils peuvent aussi être créés par les contractions locales des polymères cristallisables lors de leur cristallisation. Ces pores peuvent être circulaires ou non, fermés ou ouverts, et former un réseau continu d'interconnexions. Ils sont susceptibles d'accueillir de petites molécules qui au cours de leur transport à travers ce pore interagissent fortement avec ses parois. [34]

**I.9. Préparation des membranes :****I.9.1. Préparations des membranes à base des polymères :**

En produisant les membranes poreuses, le choix du matériau est principalement conduit par la nécessité de réaliser un produit chimique élevé et une stabilité thermique. Des membranes polymères microporeuses sont préparées par de diverses techniques : agglomération, étirage et inversion de phase. [35]

**I.9.2. Technique d'inversion de phase induite par un solvant :**

Des membranes sont préparées par la technique d'inversion de phase, des polymères qui sont solubles à une certaine température dans un solvant ou un mélange approprié de solvant, et qui peuvent être précipités comme phase continue en changeant la température et ou la composition du système. Ces changements visent à créer un espace de miscibilité dans le système à une température et à une composition données ; d'un point de vue thermodynamique, l'énergie libre du mélange du système devient positive.

La formation de deux phases différentes, une phase pleine formant la structure polymère (symétrique, avec la porosité presque uniforme à travers la section transversale de membrane, ou asymétrique, avec une peau mince sélective sur une couche inférieure) et une phase liquide produisant des pores de la membrane, est déterminé par les deux procédés suivants [35] :

1. En changeant la température du système (refroidissement d'une solution homogène de polymère qui sépare en deux phases) : technique de séparation de phase induite par température (SPIT) ;
2. En ajoutant le solvant ou le mélange solvant à une solution homogène : séparation de phase induite par diffusion (SPID) ;

D'un point de vue pratique, le procédé de séparation de phase induite par diffusion est employé pour préparer des membranes asymétriques poreuses. Ce processus est articulé sur les étapes suivantes :

1. Dissolution d'un polymère dans un solvant pouvant comporter plusieurs composés, pour former une solution visqueuse contenant 10-30 % du polymère.
2. Coulee la solution de polymère en un film plan sur support pour obtenir un film de 100-500  $\mu\text{m}$ , d'épaisseur.
3. Le lavage du film membranaire en utilisant l'eau distillée froide, ou l'évaporation du solvant pour augmenter la concentration en polymère.

Pendant la troisième étape, la miscibilité des polymères homogènes de la solution dans deux phases : une phase pleine riche de polymère, qui forme la structure de la membrane, et une

phase liquide riche de solvant, qui a comme conséquence la formation des pores liquide remplis de la membrane.

### **I.10.Cas de la biodégradation :**

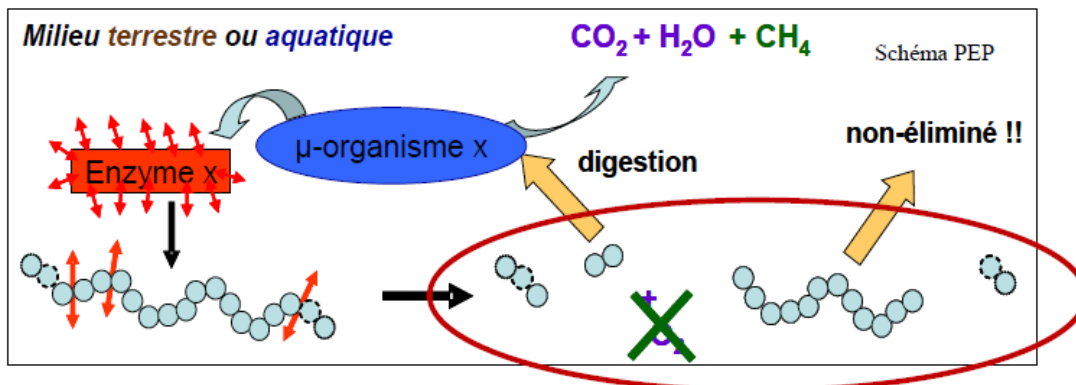
#### **I.10.1.Définition de la biodégradation :**

La biodégradation est la décomposition de matières organiques par des micro-organismes comme les bactéries, les champignons ou les algues. La biodégradabilité est la qualité d'une substance biodégradable. Elle s'apprécie en tenant compte à la fois du degré de décomposition d'une substance et du temps nécessaire pour obtenir cette décomposition. Une substance est dite biodégradable si, sous l'action d'organismes vivants extérieure à sa substance, elle peut se décomposer en éléments divers dépourvus d'effets dommageables sur le milieu naturel.

La biodégradation est spontanée et parfois lente, ou peut être favorisée ou accélérée par des apports en nutriments ou de souches bactériennes sélectionnées par exemple pour les pollutions du sol ou de l'eau par du fioul ou du pétrole brut. Les organismes qui dégradent les molécules complexes et stables sont plus rares et fonctionnent souvent mieux en association (ex : un ensemencement par des souches mixtes de *Rhodococcus* et *Pseudomonas* se sont montrées plus efficaces pour dégrader le fioul en milieu aquatique, et sans qu'on ait réussi à améliorer leurs performances en portant l'association à trois, quatre, ou cinq souches d'autres bactéries). L'association champignon/bactérie est très fréquente pour la dégradation de matières organiques.

#### **I.10.2.Explication du cas de la biodégradation :**

Contrairement à la dégradation chimique, la biodégradation fait appel à des systèmes enzymatiques et des cellules : il y a une activité biologique qui entraîne altération de la structure chimique du polymère.



**Figure I.11** : Mécanisme de la biodégradation du polymère.

Le polymère est mis en présence d'un microorganisme dans un milieu terrestre ou aquatique. Ce microorganisme va produire des enzymes qui vont fragmenter le polymère. Les plus petites chaînes vont pouvoir être digérées par le microorganisme et les plus grandes chaînes seront non éliminées. La digestion par le microorganisme de ces fragments de polymère biodégradable va produire, en présence d'oxygène, du dioxyde de carbone et de l'eau et en milieu sans oxygène du méthane.

La vitesse de biodégradation dépend du milieu (terrestre, aquatique, présence ou non d'oxygène), de la nature du polymère (fonctions chimiques plus ou moins réactives à l'activité enzymatique, hydrophobicité, ramifications, réticulations, poids moléculaire, cristallinité, ...) des caractéristiques des objets (épaisseurs, rugosité, taille, taux de gonflement, souillure, ...).

Parmi les matériaux biodégradables disponibles sur le marché, on distingue :

- les polymères issus de ressources renouvelables : l'amidon, les mélanges d'amidon avec d'autres biodégradables, les polyacides lactiques (PLA), les polymères bactériens (PHA, PHB, PHBV)
- les polymères issus du pétrole : le polycaprolactone (PCL), les copolymères aliphatiques – aromatiques, les polyester-amides (ex : BAK).

Il y a encore beaucoup de perspectives d'amélioration des matériaux biodégradables : amélioration des propriétés techniques, contrôle précis de la dégradation / biodégradation, ...

Il y a aussi des perspectives de développement de nouveaux matériaux, par exemple des matériaux issus de ressources renouvelables pour des applications durables. [36]

# CHAPITRE II

## Synthèse des membranes polymériques



gélatiniforme que l'on connaît, n'a lieu qu'à une plus haute température, laquelle varie avec les différentes espèces d'amidons, et qui s'élève pour :

La fécule de pommes de terre à.....	65°
L'amidon. de maïs à.....	75°
d'orge.....	80°
d'avoine à.....	85°

La manière dont l'amidon se comporte avec l'eau aux températures supérieures à son point d'ébullition offre une très grande importance pour le traitement des matières premières amylicées d'après le procédé à haute pression actuellement usité. Si l'on chauffe de l'amidon et de l'eau en vase clos 120°-130°, l'empois épais primitivement formé se résout en un liquide d'une grande fluidité, très mobile, que l'on peut ensuite laisser refroidir jusqu'à 50° environ sans qu'il reprenne l'état solide.

### **II.2.2.Mode opératoire de la solubilité d'amidon :**

- Peser une quantité d'amidon à partir de la balance électrique.
- Verser dans un volume de 40 ml d'eau distillée à une température environ de 50°C.
- Déposer l'Erlenmayer qu'il contient cette solution sur une plaque chauffante avec un agitateur électrique.
- Contrôler la température de la solution qui variera dans un intervalle [60-70] °C.
- La durée d'agitation pendant 90 min à vitesse moyenne.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau(II.1).

## Chapitre II Synthèse des membranes polymériques.

**Tableau II.1:** Tests de la solubilité de l'amidon.

<i>La quantité d'amidon (g)</i>	<i>Volume de solvant (ml)</i>	<i>Temps d'agitation (min)</i>	<i>observations</i>
0.1	40	90	N.S
0.5	40	90	N.S
1.0	40	90	S
2.0	40	90	S

✓ S : soluble

✓ N.S : non soluble

Le tableau (II.1) illustre la solubilité de l'amidon de chaque concentration dans un volume d'eau distillée. On note que la quantité appropriée pour la solubilité dans ce volume est de 1g pour obtenir un mélange homogène qui s'appel « empois d'amidon »,

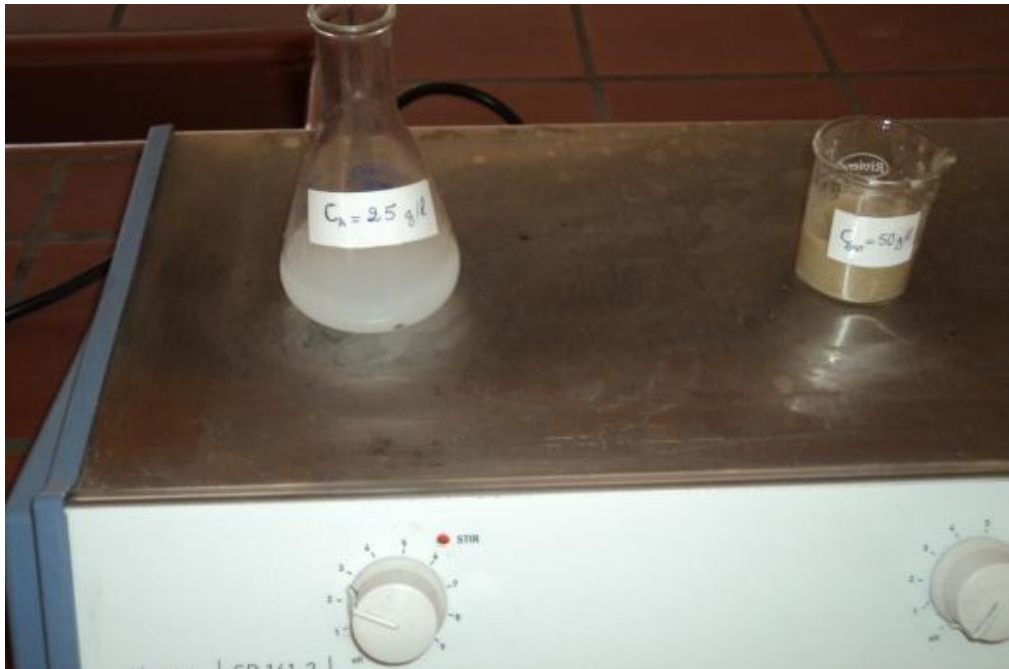
Pour La 2<sup>ème</sup> solubilité on obtient une solution homogène très dense.

### **II.3.Mode opératoire :**

Comme tout procédé chimique, la synthèse des membranes à base de polymères par la technique dite inversion de phase se repose sur une série d'opérations. Dans cette partie nous allons détailler toutes ces étapes

#### **II.3.1.Préparation des mélanges:[Amidon + la bentonite]**

Des quantités différentes de la bentonite traitée ou non traitée sont ajoutées à la solution homogène (empois d'amidon) de volume constant (20ml). La nouvelle solution est mise dans un bécher puis elle soumise à l'agitation pendant deux heures ou plus pour assurer une meilleure mixtion. (Figure II.1)



**Figure II.1** : Agitation du polymère.

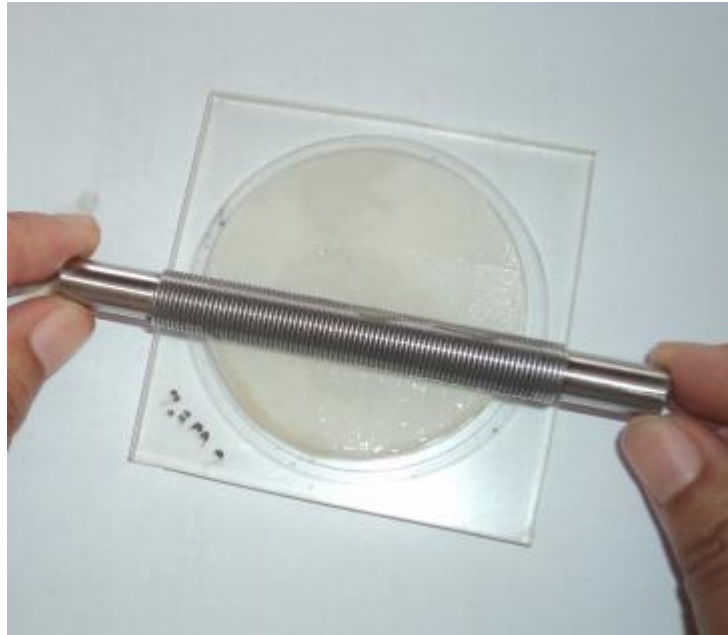
**.II.3.2. Lavage des plaques :**

On a utilisé des plaques en verre commerciales, planes, lisses, et circulaires ; où on a fait déposer le support (papier filtre), couler, puis étaler la solution préparée (empois d'amidon+ La bentonite). La surface lisse des plaques facilite l'écoulement des mélanges préparés (avec le support).

Les plaques en verre ont été lavées plusieurs fois par l'eau distillée. Elles ont été ensuite séchées par papier Josef.

**II.3.3. Synthèse du film membranaire :**

L'élaboration du film membranaire que nous avons adopté à l'échelle laboratoire repose sur la technique dite inversion de phase. Nous avons utilisé un rouleau métallique cylindrique lisse, le fil a été bien entouré et serré sur un rouleau après l'avoir rigoureusement lavé avec de l'eau distillée. La solution finale à été étalée à l'aide du tube cylindrique (empois d'amidon+la bentonite). (Figure II.2)



**Figure II.2 :** la méthode de l'étalement de la solution sur le support de papier filtre.

En vue de voir l'influence de l'ajout de la bentonite « traitée et non traitée » sur l'efficacité et la morphologie des membranes polymériques, on propose de commencer à synthétiser des membranes à différentes concentrations de l'argile utilisé.

Une fois la solution finale (empois d'amidon+bentonite) est prête, on prélève une quantité (1ml) de cette solution sur le support (papier filtre), on étale à l'aide du rouleau cylindrique jusqu'à obtention d'une surface tout étalée sur le papier filtre, on obtient une surface homogène.

La membrane synthétisée est séchée dans une étuve à une température appropriée [70-90] °C. Après un temps de séchage suffisant, on retire doucement la membrane de la plaque en verre. Les membranes synthétisées sont conservées dans un papier d'aluminium, la membrane devient prête à être testée.

Après avoir expérimentalement maîtrisé la synthèse des membranes polymériques à base de deux polymères (organique, minéral) et de solvant (l'eau distillée). Dans ce cas ; il faut prendre en considération une interaction supplémentaire aux interactions polymère-polymère. Généralement, ces interactions sont défavorables au mélangeage.

Une multitude de synthèse des membranes avec différents concentrations de la bentonite (BT, BNT), différents paramètres ont été influé sur l'élaboration des membranes.

#### **II.4. Résultats et discussions :**

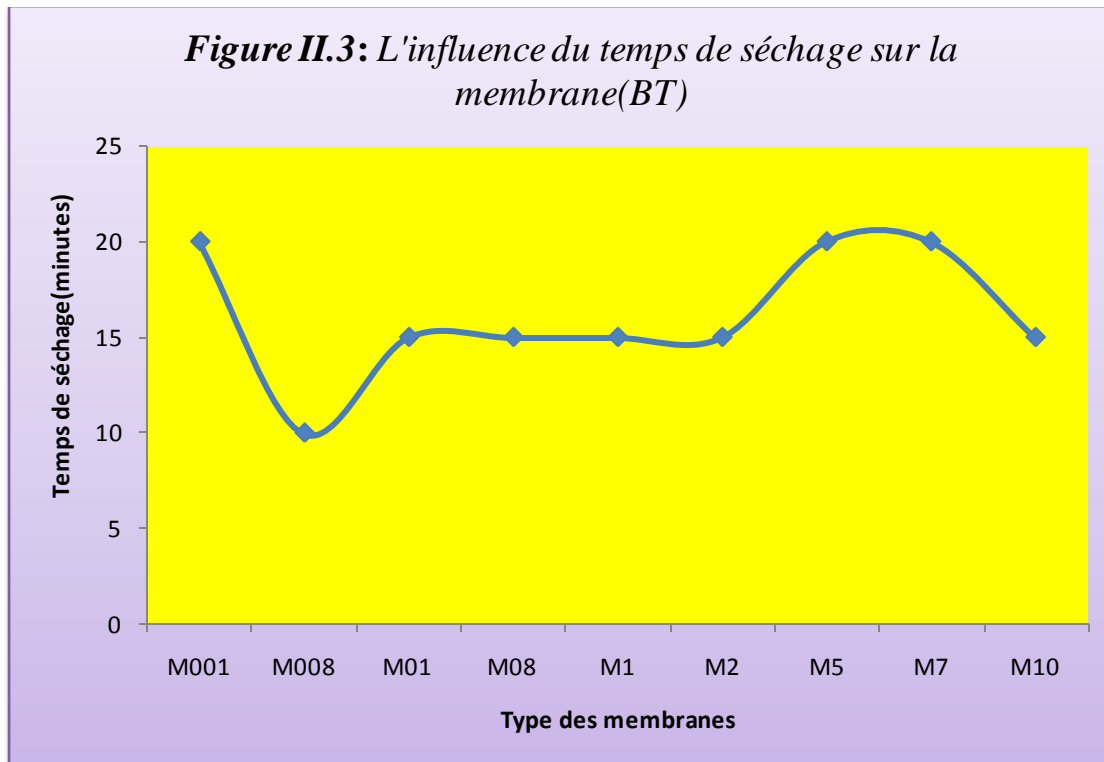
Les différentes membranes synthétisées (BT) sont regroupées selon leurs références dans le tableau (II.2).

**Tableau II.2 :** les différentes membranes synthétisées (BT)

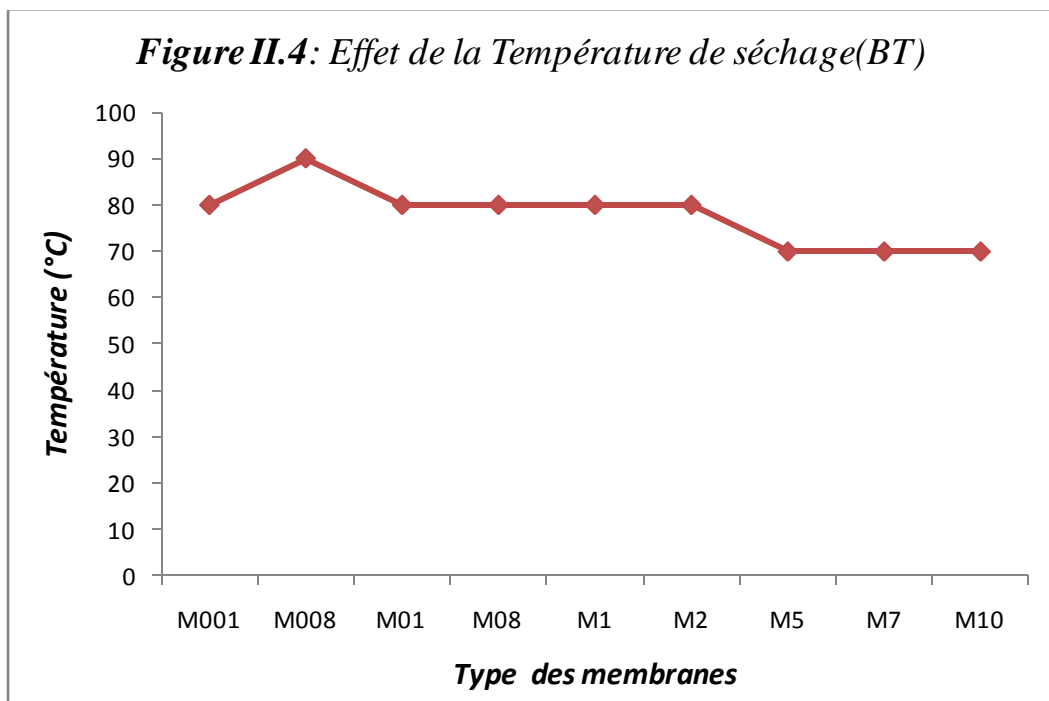
Type de la membrane	Concentration de l'amidon (g/l)	Concentration de la bentonite (g/l)	Temps de séchage (min)	Température dans l'étuve (°C)
M001	25	0,05	20	80
M008	25	0,4	10	90
M01	25	0,5	15	80
M08	25	4	15	80
M1	25	5	15	80
M2	25	10	15	80
M5	25	25	20	70
M7	25	35	20	70
M10	25	50	15	70

- *Influence du temps de séchage sur les membranes synthétisées :*

Les graphes suivants représentent l'influence de la température et le temps de séchage sur les membranes synthétisées à partir de la bentonite traitée.



- *Effet de la température de séchage sur les membranes synthétisées :*

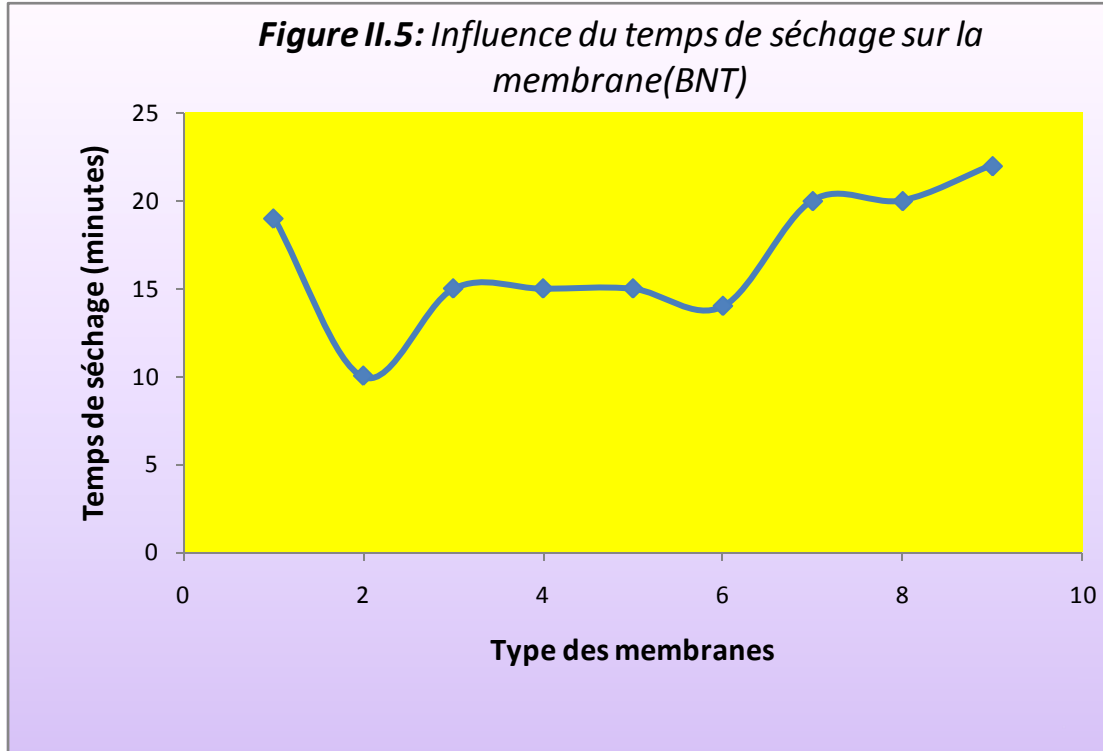


Les différentes membranes synthétisées (BNT) sont regroupées selon leurs références dans le tableau (II.3).

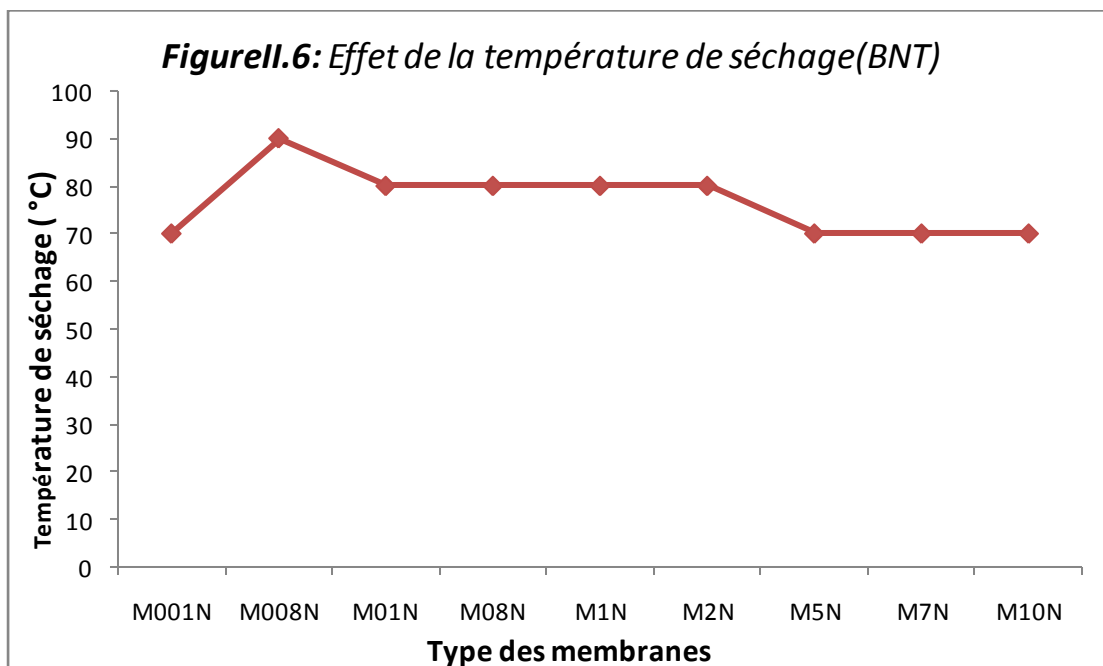
**Tableau II.3** : les différentes membranes synthétisées (BNT)

Type de la membrane	Concentration de l'amidon (g/l)	Concentration de la bentonite (g/l)	Temps de séchage (min)	Température dans l'étuve (°C)
M001 <sub>N</sub>	25	0,05	19	70
M008 <sub>N</sub>	25	0,4	10	90
M01 <sub>N</sub>	25	0,5	15	80
M08 <sub>N</sub>	25	4	15	80
M1 <sub>N</sub>	25	5	15	80
M2 <sub>N</sub>	25	10	14	80
M5 <sub>N</sub>	25	25	20	70
M7 <sub>N</sub>	25	35	20	70
M10 <sub>N</sub>	25	50	22	70

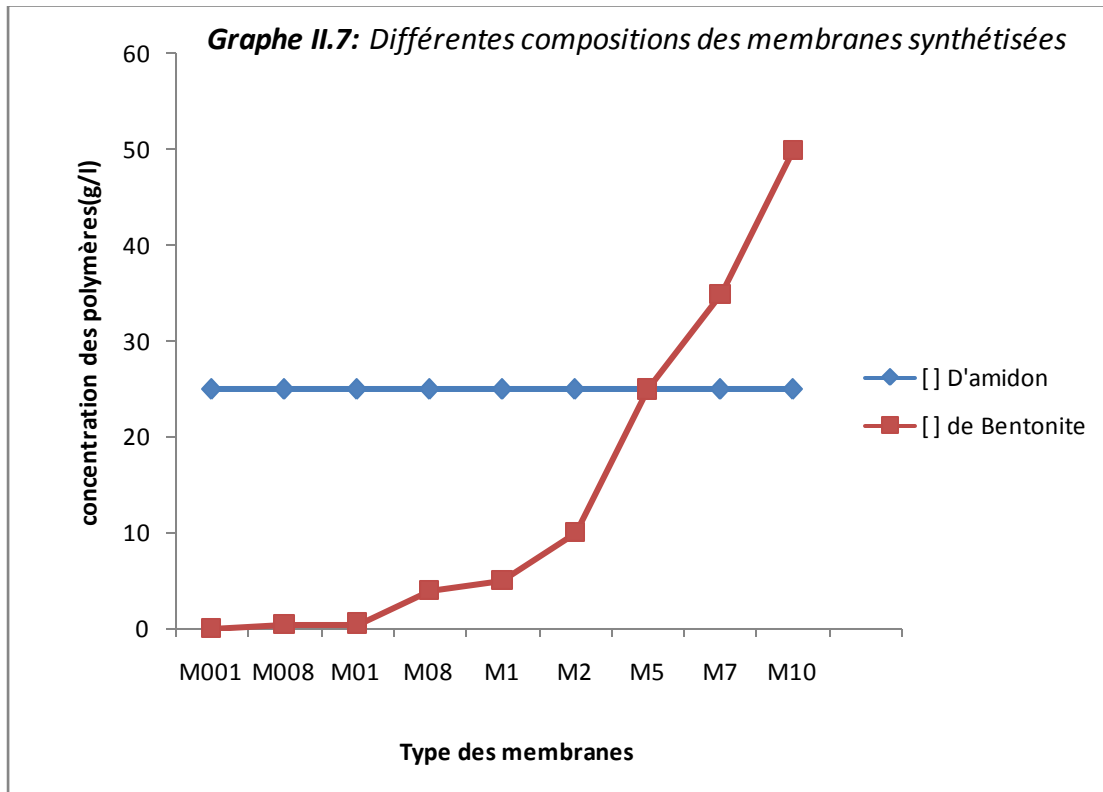
- *Influence du temps de séchage sur les membranes synthétisées :*



- *Effet de la température de séchage sur les membranes synthétisées :*



Les membranes polymériques synthétisées à partir des différentes concentrations de la bentonite et de l'amidon (graphe II.7).



L'examen de ces graphes (II.3, 4, 5, 6) montre que les membranes synthétisées à base de polymères naturels avec différentes concentrations de la Bentonite peuvent être influencées par les concentrations de polymères mélangés, le temps de séchage, et la température de séchage.

D'après la figure (II.7), on remarque que la composition des membranes par rapport aux bentonites est variable par contre la concentration de l'amidon est constante.

Les membranes synthétisées à partir de la BT et la BNT ont le même effet du temps et de la température de séchage.

La température est un paramètre important lors du dimensionnement d'une unité de filtration dans la mesure où elle influe sur la résistance au transfert.

A partir de la concentration de la Bentonite supérieure à 50 g/l ; on observe que le mélange est très dense. (Le prélèvement et l'agitation est très difficile)

On remarque la membrane M5 compose de 50% d'amidon et 50% de la bentonite, pour les deux types de Bentonite que l'influence du temps et la température de séchage sont identiques.

Donc, on résume que la nature des polymères n'est pas obligatoire de la synthèse de la membrane.

➤ **Modification des volumes de l'étalement :**

La membrane M2 est choisie pour la variation du volume d'étalement.

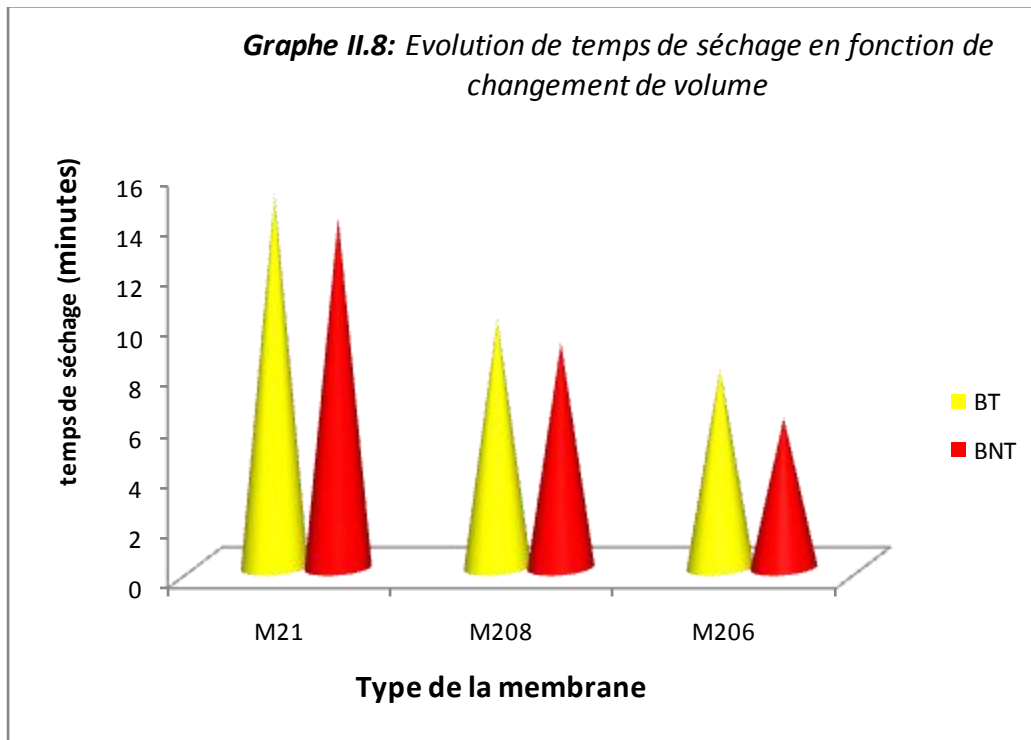
On prélève alors du mélange binaire préparé (Amidon /Bentonite) différents volumes d'étalement (1 – 0,8 – 0,6) ml.

Les différentes membranes synthétisées sont regroupées dans le tableau(II.4)

**Tableau II.4 :** les membranes synthétisées après la modification du volume d'étalement.

Type de la membrane	Temps de séchage (min)	Température dans l'étuve (°C)	Volume d'étalement (ml)
M21	15	80	1
M21 <sub>N</sub>	14		
M208	10	80	0,8
M208 <sub>N</sub>	09		
M206	08	80	0,6
M206 <sub>N</sub>	06		

- **Influence du temps de séchage sur la membrane synthétisée (BT, BNT)**



Le graphe (III.6) montre que le temps de séchage de la membrane M2 élaborée à partir de la BNT est légèrement inférieur à celui de la membrane M2 à base de BT, on conclut que le volume d'étalement joue un rôle très important sur le temps de séchage donc sur la synthèse des membranes polymériques.

➤ **Calcul l'épaisseur des membranes :**

Le diamètre de papier filtre est égal : 7 cm

Le calcul de la surface de la membrane est donné par l'équation suivante:  $S = \pi r^2$

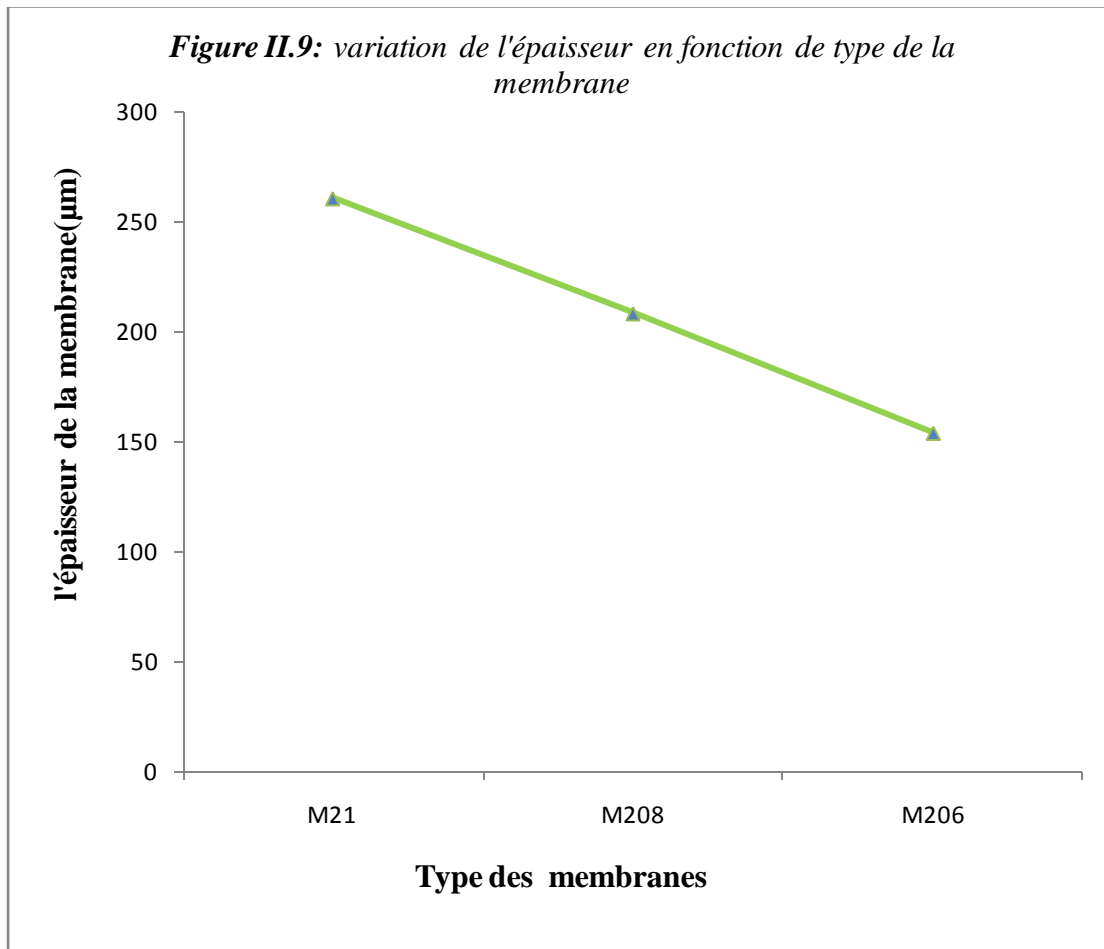
Alors l'épaisseur est égale à  $e = V/S$

Les résultats du calcul de l'épaisseur de la membrane M2 sont regroupés dans le tableau (II.5).

**Tableau II.5 :** l'épaisseur calculé de la membrane synthétisée.

Type de la membrane	Volume de l'étalement (ml)	L'épaisseur de la membrane (µm)
M21	1	260,41
M208	0,8	208,33
M206	0,6	156,25

- **Epaisseurs calculés pour les trois volumes d'étale ment :**



D'après le graphe (II.9) : l'efficacité de la membrane synthétisée est liée à son épaisseur, plus que l'épaisseur diminue plus que la filtration est rapide.

# CHAPITRE III

## Généralités sur les microorganismes

### **III.1.Définition des microorganismes :**

Le micro-organisme ou *microbe* est un organisme vivant microscopique, c'est-à-dire qu'il est généralement invisible à l'œil nu et ne peut être observé qu'à l'aide d'un microscope.

Les micro-organismes sont représentés par diverses formes de vies dont les bactéries, les champignons, les archéobactéries, et les protistes ; des plantes microscopiques (appelées algues vertes) ; et des animaux tel que le plancton, le planaire et l'amibe. Certains microbiologistes incluent les virus mais d'autres ne les considèrent pas comme des êtres vivants. [39.40]

On trouve les micro-organismes dans tous les types d'environnement présents dans la nature : ils colonisent tous les écosystèmes, comme les sols, les eaux douces et les eaux marines, l'air, mais aussi des environnements plus hostiles tels que les pôles, les déserts, les geysers, le fond des océans, etc. Les micro-organismes rencontrés dans des environnements extrêmes sont qualifiés d'extrémophiles. De nombreux micro-organismes sont associés aux plantes ou aux animaux avec lesquels ils peuvent entretenir des relations de symbiose, de commensalisme ou de parasitisme. Certains micro-organismes peuvent être pathogènes, c'est-à-dire entraîner une maladie chez les plantes ou les animaux.

Les caractéristiques de chacun des deux grands groupes de micro-organismes sont abordées : les eucaryotes possédant un noyau et les procaryotes qui n'en ont pas. Les procaryotes se subdivisent en archéobactéries, bactéries primitives et eubactéries, bactéries vraies. Les eucaryotes sont regroupés selon leur affinité : animale, végétale ou fongique. [41]

### **III.2.Taille des micro-organismes :**

Un microscope optique peut distinguer les objets de moins d'un micromètre tandis qu'un microscope électronique peut détailler ceux inférieurs à 0,1 nanomètre (milliardième de mètre).

La taille moyenne des cellules bactériennes est de 0.5 à 1 micromètre (millionième de mètre). (Certaines bactéries ont une taille de plus de 50 micromètres. On connaît

même une exception : *Thiomargarita namibiensis*, découverte en 1999, pouvant atteindre 1 mm de diamètre, visible à l'œil nu).

Les cellules eucaryotes ont un diamètre allant de 5 à 30 micromètres. Une bactérie mesure environ le dixième de la taille d'une cellule animale ou végétale. [42]

La principale raison de cette taille réduite est le rapport entre la surface et le volume: si la cellule devient trop grosse, il lui devient impossible d'effectuer les échanges de nutriments et de déchets. Dans une cellule, les nutriments sont dirigés là où ils sont nécessaires: les molécules diffusent à l'intérieur de la cellule. Un tel système de transport ne peut plus fonctionner lorsque la cellule atteint une trop grande taille : un réseau de membranes internes existe alors. [43]

### **III.3. Bactéries :**

#### **III.3.1. Définition des bactéries :**

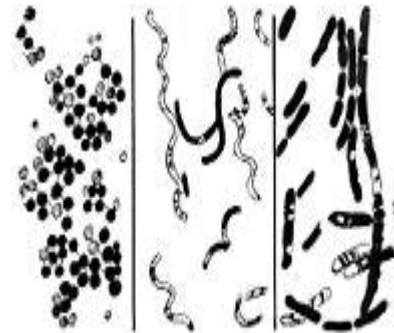
Les bactéries sont des organismes vivants unicellulaires procaryotes, caractérisés par une absence de noyau et d'organites. L'ADN d'une bactérie est contenu dans un seul chromosome. Certaines bactéries n'ont aucune division interne, tout leur métabolisme s'effectue dans le cytoplasme ou sur la membrane cellulaire. Les ribosomes, petites structures nécessaires à la synthèse des protéines, sont dispersés dans le cytoplasme ou fixés à l'intérieur de la membrane plasmique. [44.45]

Une caractéristique importante des bactéries est la paroi cellulaire. Les bactéries peuvent être divisées en deux groupes (Gram négatif et Gram positif) basé sur la différence de la structure et de la composition chimique de la paroi cellulaire mise en évidence grâce à la coloration de Gram. Les bactéries à coloration de Gram positif possèdent une paroi cellulaire contenant un peptidoglycane (ou muréine) épais et des acides teichoïques alors que bactéries à coloration de Gram négatif présentent un peptidoglycane fin localisé dans le périplasme entre la membrane cytoplasmique et une membrane cellulaire externe. La paroi donne à la bactérie sa forme et la protège contre l'éclatement sous l'effet de la très forte pression osmotique du cytoplasme. Le peptidoglycane assure la rigidité de la paroi. Il existe toutefois des bactéries sans paroi : ce sont les mycoplasmes. [46.47]

### III.3.2. Formes des bactéries :

Les bactéries se présentent sous des formes diverses :

- les cocci (ou coques) de forme ronde (ex. Streptococcus) ;
- les bacilles, bâtonnets allongés aux extrémités arrondies (ex. Lactobacillus) ;
- les formes intermédiaires ou coccobacilles (ex. les bactéries du genre Brucella) ;
- les spirilles de forme plus ou moins spiralée (ex. Azospirillum) [48]



*Figure III.1: [Coques](#) à gauche, [Spirillum](#) au centre, [bacille](#) à droite. [49]*

### III.3.3. *Pseudomonas* sp :

Les *pseudomonas* sont des bâtonnets habituellement fins rectilignes ou plus rarement incurvés, leurs dimensions sont de 0,5 et 1,3  $\mu\text{m}$ . Ces bactéries sont des bacilles à Gram négatif, mobiles par ciliatures polaire, rarement immobiles. Ces bactéries chimio-organotrophes, ont un métabolisme strictement respiratoire avec comme accepteur terminal d'électrons d'oxygène en aérobiose, et pour certaines espèces les nitrates en aérobiose. De nombreuses espèces de *Pseudomonas* ne se cultivent pas à 37°C. Alors que la température de 30°C convient à toutes, pathogènes et saprophytes [50]. La plupart des *Pseudomonas* sont ubiquistes, elles sont isolées de l'eau (eaux douces, eaux de mer), du sol, dans l'air et des végétaux.

Les *Pseudomonas* sp. Peuvent produire des pigments hydrosolubles diffusant dans le milieu de culture, le milieu de King A favorise sélectivement la production de pyocyanine et il convient également pour la mise en évidence des autres pigments phénaziques. Le milieu de King B favorise la production de des pyoverdines [50].

**III.3.3.1. *Pseudomonas aeruginosa* :**

*Pseudomonas . aeruginosa*, autrement connue sous le nom de bacille pyocyanique, est une bactérie gram-négative du genre *Pseudomonas*. Les bacilles sont fins, droits et très mobiles grâce à un flagelle polaire : ciliature monotriche, dépourvus de spores et de capsules. Ils apparaissent la plupart du temps isolés en diplobacilles.

Germe ubiquitaire, vivant dans les sols et en milieu humide (nuages, robinets, bouchons), très résistant à de nombreux antiseptiques, fréquent en milieu hospitalier, entraînant l'apparition (du fait de sa résistance aux antibiotiques) de véritables souches d'hôpital. Elle se développe même dans de l'eau distillée ou salée, voire dans certaines solutions antiseptiques ou antibiotiques. Cette bactérie semble pouvoir être facilement véhiculée par l'eau, par l'air et par des particules (poussières) ou surfaces contaminées.

Comme d'autres *Pseudomonas*, *p. aeruginosa* sécrète un certain nombre de pigments : la pyocyanine (bleu-vert), la fluorescéine (jaune-vert fluorescent ) et la pyorubine (brun-rouge). La pyoverdine de *Pseudomonas aeruginosa* peut être produite en faibles quantités sur le milieu de King A et le mélange de pyocyanine et de pyoverdine conduit à l'obtention d'une couleur verte.

C'est une bactérie lactose négative, pourvue d'une odeur de seringa (fleur de la famille des Philadelphacées encore appelée "jasmin des poètes") *in vitro*. Pour une identification assurée on recherche la présence des enzymes de type oxydase (élastase et protéase parmi d'autres) que cette bactérie sécrète. La production des deux pigments pyocyanine et fluorescéine, et la température de croissance optimale de 42°C confirme l'identification. *P. aeruginosa*, comme certaines autres bactéries gram-négatives, sécrète des agrégats structurés, parfois appelés biofilms, ou matrice composée de polysaccharides complexes dans laquelle s'insèrent les bactéries. Ces biofilms forment une barrière physique contre l'entrée d'agents antimicrobiens.

Elle est pathogène, très résistante et - avec d'autres bactéries à gram-négatif de plus en plus souvent responsable d'infections nosocomiales. C'est l'une des bactéries les plus difficiles à traiter cliniquement [50].

**III.3.4. Escherichia coli :**

Escherichia coli, également appelé colibacille ou *E. coli*, est une bactérie intestinale des mammifères très commune chez l'être humain. Découverte en 1885 par Théodore Escherichia, dans des selles de nourrissons, c'est un coliforme fécal généralement commensal[51]. Cependant, certaines souches d'*E. coli* peuvent être pathogènes entraînant alors des gastro-entérites, infections urinaires, méningites, ou septicémies.

*Escherichia coli* est un bacille gram négatif radio-résistant de la famille des *Enterobacteriaceae*. C'est un hôte commun de la microflore commensale intestinale de l'Homme et des animaux homéothermes. Son établissement dans le tractus digestif s'effectue durant les premières heures ou journées qui suivent l'accouchement. *E. coli* constitue alors tout au long de la vie de l'hôte l'espèce bactérienne dominante de la flore aérobie intestinale. *E. coli* est sans doute l'organisme vivant le plus étudié à ce jour : en effet, l'ancienneté de sa découverte et sa culture aisée (division cellulaire toutes les 20 minutes à 37 °C dans un milieu riche) en font un outil d'étude de choix. La profusion de publications scientifiques qui la mentionnent en témoigne, et elle joue le rôle de « cheval de labour » dans tous les laboratoires de biologie moléculaire. [52]



**Figure III.2 :** Gros plan sur des *E. coli*. [52]

**III.3.5. Bacillus subtilis :**

*Bacillus subtilis* est une bactérie catalase-positve que l'on trouve habituellement dans le sol, mais c'est surtout une espèce ubiquitaire.

Comme son embranchement l'indique, c'est une bactérie à gram +. Sa longueur varie de 2 à 4 µm et sa largeur de 0,5 à 2 µm. Elle a pour forme cellulaire des bâtonnets droits à bout arrondis. Elle est mobile grâce à une ciliature péritriche (un système de flagelle qui recouvre tous les côtés de la surface d'une bactérie). Elle est aérobic stricte, sa température optimale est de 40 degrés (espèce mésophile) et son type trophic est chimioheterotrophe. Enfin, son temps de génération est d'environ 26 minutes. Les conditions optimales de croissance de cette souche se situent pour un pH compris entre 5,5 et 8,5, et à une température de 10°C à 50°C.

Comme d'autres espèces, *Bacillus subtilis* peut se constituer une coque protectrice dure (endospore) lui permettant de tolérer des conditions environnementales difficiles ou extrêmes, mais contrairement à plusieurs autres espèces bien connues, *B. subtilis* est une aérobic stricte.

*Bacillus subtilis* peut produire ou co-produire des biofilms qui peuvent abriter d'autres espèces, éventuellement pathogènes.

*B. subtilis* n'est pas considéré comme pathogène pour l'Homme, mais elle peut contaminer des aliments et peut exceptionnellement provoquer une intoxication alimentaire.[53] Ses spores peuvent survivre à de très hautes températures, telles que celles communément utilisées pour cuire les aliments. Il peut être responsable de la présence de zones collantes ou gluantes dans le pain. Néanmoins, une souche de *B. subtilis* (anciennement connu sous le nom *Bacillus natto*) est utilisée dans la production commerciale au Japon d'une gourmandise dite natto. D'autres souches de *B. subtilis* ont d'autres applications commerciales. Par exemple, la souche *B. subtilis* QST 713 (commercialisé sous le QST 713 ou Serenade™) a une activité fongicide naturelle et est pour cette propriété employée comme agent de lutte biologique en agriculture. *B. subtilis* peut servir à repeupler la flore intestinale par un bacille antibiorésistant, non pathogène.

C'est un organisme de choix pour l'étude de la sécrétion protéique et un des outils ou modèles génétiques les plus aisément manipulables avec la levure. [54]

**III.4. Champignons :****III.4.1. Définition :**

Champignon est un terme ambigu qui désigne en français divers organismes biologiques haploïdes sans chlorophylle et sans plastes (donc hétérotrophes), pas ou peu mobiles, constitués de cellules pourvues de noyaux et qui font donc partie des Eucaryotes.

Tous les champignons au sens commun du terme, parfois dits aussi « *champignons supérieurs* », appartiennent au groupe des Eumycètes et se répartissent au sein des Basidiomycètes, comme les amanites ou, pour quelques uns, parmi les Ascomycètes, à l'exemple des morilles ou des truffes. L'étude de ces champignons est la mycologie et ceux qui la pratiquent sont des mycologues.

Ce qu'on appelle couramment champignon n'est en fait que la fructification temporaire et visible, le « sporophore » (autrefois appelé carpophore), d'un organisme à caractère plus durable et plus discret dont la structure habituellement filamenteuse constitue le « mycélium ». D'autres silhouettes de sporophores sont bien connues : en forme de petits buissons comme les clavaires, de langues sur le tronc des arbres comme les fistulines, de coupes comme les pézizes, de sphères comme les vesses-de-loup, etc.[55]

**III.4.2. Classification :**

Il y a de très nombreuses espèces de champignons, dont épiphytes, endogés ou aquatiques, et il en reste beaucoup à découvrir.

Leur classification relève de la mycologie. Elle évolue, notamment suite aux progrès de la génétique, y compris pour des organismes symbiotes (ex : les lichens ont un temps été classés hors du monde fongique, et y ont récemment été réintroduits). Les listes et classifications sont donc régulièrement mises à jour.

Les champignons ont longtemps été considérés comme des végétaux, en raison de leur immobilité et de la présence d'une paroi cellulaire épaissie, végétaux dits « cryptogames » car ne produisant pas de fleurs. Mais les champignons constituent un règne à part car ils se différencient des plantes et des algues par plusieurs caractères :

1. Ils sont hétérotrophes vis-à-vis du carbone : leur incapacité à synthétiser des sucres à partir de simples ressources minérales les distingue fortement des végétaux qui eux sont autotrophes grâce à la chlorophylle et à la photosynthèse. Les champignons doivent extraire de leur environnement des composés organiques déjà constitués. Ils doivent « s'alimenter » comme le font les animaux, ce qu'ils font soit en décomposant de la matière morte (ils sont alors saprophytes), soit au détriment d'organismes vivants (ils sont alors parasites), soit en s'associant avec un organisme chlorophyllien (ils sont alors symbiotiques) ; Plusieurs de ces stratégies pouvant être combinées chez certaines espèces. Les recherches récentes sur l'évolution des espèces vivantes placent d'ailleurs la plupart des champignons plus près des animaux que des végétaux.
2. Ils sont absorbotrophes ;
3. Leur appareil végétatif est ramifié, diffus et tubulaire ;
4. Ils se reproduisent via des spores pouvant être flagellées (Chytridiomycota : zoospores uniflagellées) ou non flagellées ;
5. Leur paroi cellulaire est chitineuse (comme celle des Insectes).

On a donc logiquement créé pour les champignons le règne spécifique des *Fungi* (du latin littéraire *fungus*, le champignon) pour y placer ces êtres particuliers, non seulement ceux produisant des sporophores, mais également dans les définitions les plus larges qui ont pu exister toutes sortes d'organismes eucaryotes multicellulaires ni végétaux, ni animaux, comme les moisissures, les rouilles, le mildiou, les saprolègues, etc. et même parfois unicellulaires comme les levures.[55]

**III.4.3. Champignons du genre Trichoderma :**

Le terme « Trichoderma » a été introduit dans la mycologie en 1794 par Persoon[56]. Il désigne des champignons microscopiques considérés durant 200 ans comme étant des «Gastéromycètes». Ces organismes cosmopolites appartiennent à un grand ensemble de champignons sans reproduction sexuée connue.

En milieu terrestre, leur production d'enzymes, de substances bioactives et leur développement rapide font des Trichoderma sp. des agents potentiels en agroalimentaire et une matière de choix pour l'exploitation industrielle [57].

Quelques-unes des quelques 35 espèces établies à ce jour sont d'intérêt économique, pour leur production d'enzymes cellulolytiques et utilisés comme agents de lutte biologique en raison de leur antagonisme vis-à-vis d'autres espèces fongiques (antibiose, mycoparasitisme, compétition, lyse, promotion de la plante hôte). [58]

Les Trichoderma sp. peuvent être responsables d'infections chez les patients immunodéprimés, bien que l'Homme ne leur soit qu'un hôte accessoire. Sous certaines conditions, ils peuvent provoquer chez lui des infections opportunistes fatales. Il a été constaté que le développement des Trichoderma sp. chez l'Homme est souvent le fait de déficits immunitaires spontanés ou post-thérapeutiques, qui en favorise la survenue et en augmente la gravité. Ces affections invasives ou localisées peuvent engendrer des :

- mycétones (tumeurs inflammatoires) pulmonaires,
- péritonites
- hématomes péri-hépatiques,
- abcès cérébraux
- kératites fongiques,
- septicémie,
- infections épidermiques et subcutanées localisées,
- infections pré-trachéales, du muscle cardiaque et de l'estomac

Le traitement de ces mycoses est souvent chirurgical suivi de thérapie antifongique, mais les cas de décès sont fréquents.

**III.4.3.1. Morphologie :**

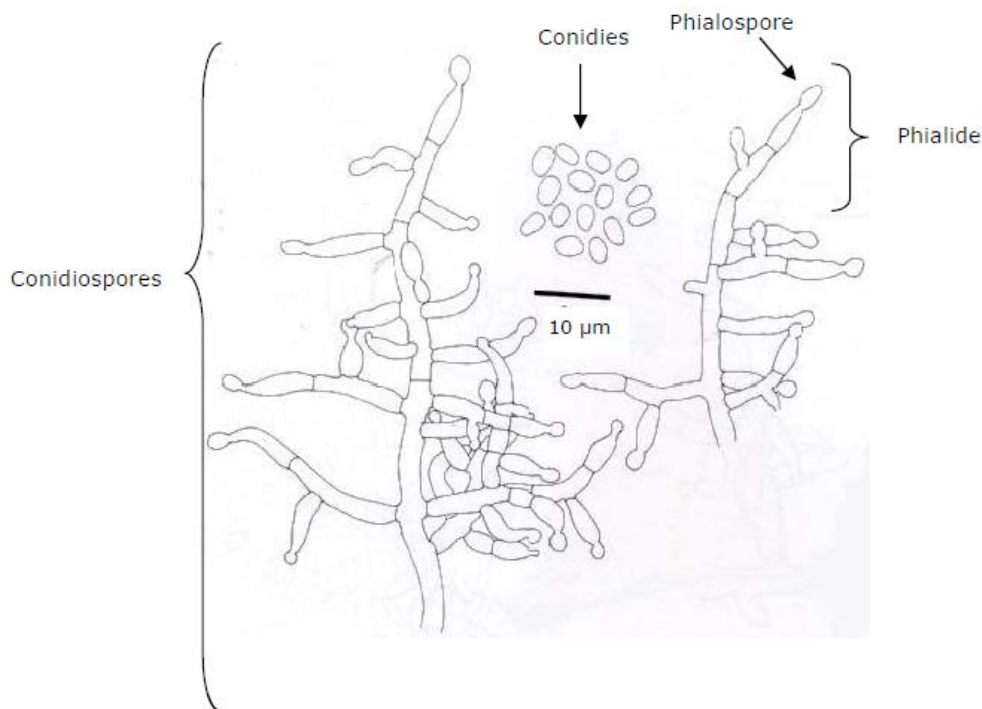
L'aspect macroscopique des Trichoderma sp. est apprécié à partir de cultures

sur géloses nutritives appropriées, réparties en boîtes de Pétri. Les colonies fongiques peuvent être légèrement floconneuses ou bien compactées en touffes. Entre ces deux extrêmes, existent des aspects intermédiaires. Les colonies sont colorées en fonction de la pigmentation des phialides.

Cinq jours après sa germination, la conidie donne naissance à un mycélium d'abord blanc et stérile en forme de cercle. Deux jours plus tard, une couleur verte est visible sur les parties aériennes du mycélium, correspondant à la conidiogénèse.

D'autres cercles concentriques réguliers se forment par la suite, et entre le 16<sup>ème</sup> et le 20<sup>ème</sup> jour un feutrage épais se superpose à la culture.

Au microscope optique on peut observer un mycélium composé d'hyphes jaunes, septés, ramifiés à parois lisses. Les conidiophores (Figure III.3) ont une forme conique ou pyramidale. Très ramifiés, ils portent des phialides en forme de flasques ou de quilles. A leur tour, les phialides portent les spores (phialospores ou bien conidies). [58]



**Figure III.3:** Aspect morphologique d'un conidiophore de *Trichoderma*

*Longibrachiatum*.

La taxonomie moderne des champignons a aboli l'embranchement des Deuteromycotina, auquel appartenait le genre *Trichoderma*. La position taxonomique actuelle des *Trichoderma* sp. se présente comme suit [56]:

- Embranchement Amastigomycota et/ou Eumycètes
- Sous embranchement Ascomycotina
- Classe Sordariomycètes
- Ordre Hypocréales
- Famille Hypocraceae
- Genre Trichoderma

### **III.4.4. Actinomycètes :**

Les actinomycètes (littéralement champignons rayonnant) sont des bactéries qui doivent leur nom au fait que leur croissance donne lieu à des colonies constituées d'hyphes, c'est-à-dire de filaments qui irradient, par croissance centrifuge, tout autour du germe qui leur a donné naissance.

La plupart des actinomycètes sont des hétérotrophes utilisant des molécules organiques préfabriquées, soit en les fermentant, soit en les oxydant, dans ce cas, les espèces sont généralement micro-aérophiles, mais plusieurs espèces sont capables aussi de croissance chimio-autotrophique utilisant l'oxydation de l'hydrogène comme source d'énergie et le gaz carbonique comme source de carbone.

S'il existe quelques actinomycètes pathogènes, responsables, par exemple, chez l'homme, de maladies sévères comme la tuberculose (*Mycobacterium tuberculosis*) et la lèpre (*Mycobacterium leprae*) et d'autres responsables de diverses actinomycoses chez l'homme, les animaux domestiques ou sauvages et même chez certaines plantes, les actinomycètes ont surtout un rôle écologique majeur.

On trouve des actinomycètes presque partout dans la nature : des sols polaires gelés en permanence aux sols désertiques chauds et secs, dans le pétrole brut, les sols hautement contaminés par des métaux lourds, les lacs extrêmement alcalins, les lacs salés, etc.

Certains actinomycètes semblent préférer certains habitats à d'autres. Par exemple, les *Thermoactinomyces* et les *Faenia* se trouvent plutôt dans les composts, les foins en fermentation ou les condenseurs de réfrigérateurs et de climatiseurs. Les *Actinoplanes* et les *Actinosynnema* affectionnent les sols cultivés et les débris végétaux qu'on trouve aux bords

des rivières et des lacs; les *Micromonospora* le fond des lacs et les réservoirs; les *Streptosporangium* les sols forestiers; les *Microbispora* et les *Actinomadura* les sols de prairies et les sols cultivés. On trouve des *Streptomyces* partout et en grand nombre.

La fonction écologique des actinomycètes au sein des écosystèmes est la décomposition des substances organiques. Ils se joignent aux autres bactéries et aux champignons comme décomposeurs et formateurs d'humus. Ils prolifèrent surtout quand l'action des bactéries ordinaires touche à sa fin, on pourrait dire qu'ils terminent leur action.

Certains actinomycètes (genre *Frankia*) vivent en association avec de nombreux arbres et arbrisseaux, tels que les aulnes, des éricacées ou des myricacées, sur les racines desquels ils forment des nodules où l'azote gazeux est fixé grâce à une nitrogénase. D'autres espèces du même genre forment des nodules sur le tronc des plantes avec lesquelles ils vivent en symbiose (Filao / Casuarinacées). Le système *Frankia* - plantes ligneuses fixe, globalement, dans la biosphère presque autant d'azote (N<sub>2</sub>) que le système *Rhizobium* - légumineuses. [59]

### **III.5. Procédé de la filtration des microorganismes :**

#### **III.5.1. Définition de la filtration :**

La filtration est un [procédé de séparation](#) permettant de séparer les constituants d'un mélange qui possède une [phase liquide](#) et une [phase solide](#) à travers d'un milieu [poreux](#). La filtration est une technique très utilisée que ce soit dans le domaine de l'[agro-alimentaire](#) ou de la [pharmacie](#) ou par de nombreuses espèces animales, principalement aquatique.

#### **III.5.2 Filtration des microorganismes :**

La filtration des microorganismes consiste à faire passer un liquide à travers des filtres ou substances poreuses qui retiennent des éléments solides et les microbes en suspension dans ce liquide. C'est la méthode de stérilisation pour toutes les substances et milieux de culture qui sont altérés par la chaleur.

Il est à noter toutefois que ces filtres n'arrêtent pas les virus, les toxines ou les enzymes présents dans un milieu de culture liquide.

Il faut savoir qu'il est impossible d'obtenir à la fabrication, des filtres ayant des pores d'un diamètre égal ; en réalité, celui-ci varie selon le diamètre des particules microbiennes.

La filtration ne se fait d'ailleurs pas comme un simple tamisage, mais elle fait intervenir des forces d'attraction mécanique et électrostatique entre la paroi des pores du filtre et les particules ; ces forces sont modifiées en outre par les variations de pH et de viscosité de la solution.

Il existe plusieurs types de filtres :

- **Les bougies de type Chamberland** : ce sont des tubes en porcelaine, à fond arrondi dont les parois sont poreuses ; la dimension de ces pores varie de quelques  $\mu\text{m}$  au  $1/10^{\text{ème}}$  de  $\mu\text{m}$ .
- **Les disques** : il s'agit de disque en verre fritté de porosité de 150 à 1  $\mu\text{m}$ .
- **Les membranes** : membranes plastiques minces comportant des millions de pores par  $\text{cm}^2$  dont la taille, très uniforme, varie de 8 à 0,01  $\mu\text{m}$  et occupant environ 80% du volume du filtre. En microbiologie, on utilise surtout les filtres de 47 mm de diamètre dont les pores 0,45  $\mu\text{m}$  de diamètre retiennent à peu près tous les micro-organismes en dehors des virus. [60]

## Chapitre IV

# Filtration des microorganismes

### ***IV.1. Origine des souches bactériennes et champignons :***

Les souches choisies et testées ont été délivrées du laboratoire de microbiologie pédagogique, Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem sont : *E. coli*, *P.aeruginosa*, *B.subtilis*, *Trichoderma*, et *Actinomycètes*.

### ***IV.2. Activation des souches :***

Les souches ont été prélevées de leur milieu de conservation dans des conditions stériles et à l'aide d'une anse, les microorganismes ont été repiqués dans le bouillon nutritif puis incubés dans une étuve à 27°C pendant 24 heures.

### ***IV.3. Ensemencement des souches :***

On a préparé un 2<sup>ième</sup> ensemencement à partir de première activation, dans un milieu stérile on a repiqué les souches sur leurs milieu choisi.

### ***IV.4. Incubation des souches :***

On a incubé les souches dans une étuve à température de 27°C.

### ***IV.5. Filtration sur les membranes synthétisées :***

- On a utilisé la méthode classique pour la filtration.
- On a plié la membrane et a posé dans un entonnoir sur Erlenmayer.
- On a procédé à la filtration de la suspension bactérienne ou suspension des champignons, en couvrant l'entonnoir par papier d'aluminium dans la zone stérile pour éviter toute sorte de contamination. (figure IV.1)



**Figure IV.1 :** méthode d'application de la filtration.

**IV.6.ensemencement sur milieu solide pour confirmer :**

- On a repiqué le filtrat par un ensemencement sur la gélose nutritive (pour les bactéries) et gélose sabourant (pour les champignons) dans des boites de petri bien stérile.
- Les boites ont été incubées dans une étuve à température de 27°C.

**IV.7.Résultats et interprétations:**

La lecture des résultats des boites a été faite après incubation de 24 heures pour les bactéries et 72 heures pour les champignons (pour *Actinomycètes* après une semaine).

Les boites ont été positives ce qui implique que la filtration est considéré comme positive car les bactéries *B.subtilis*, *P.aeruginosa*, *E.coli* et les champignons *Trichoderma* ont passé à travers les membres testés, mais *les actinomycètes* ont révélés un résultat négative ce qui montre que les microorganismes n'ont pas passé à travers les membranes testés.

Les résultats de filtration sont obtenus dans le tableau suivant :

**Tableau IV.1** : les résultats avant et après la filtration des microorganismes.

Type de la membrane	Type de microorganisme	Avant filtration	Après filtration
M001 <sub>N</sub>	E. Coli	+	+
M08 <sub>N</sub>	B.subtilis	+	+
M2 <sub>N</sub>	Trichoderma	+	+
M7 <sub>N</sub>	P.aeruginosa	+	+
M10 <sub>N</sub>	Actinomyète	+	-

(+) : présence des bactéries ou des champignons ;

(-) : absence des bactéries ou des champignons.

❖ Les résultats après la filtration :



**Figure IV.2** : filtration de *P.aeruginosa* par la membrane M07<sub>N</sub>



**Figure IV.3:** filtration de *B. subtilis* par la membrane M08<sub>N</sub>



**Figure IV.4:** filtration de *E. coli* par la membrane M001<sub>N</sub>



**Figure IV.5 :** filtration d'*Actinomycète* par la membrane M10<sub>N</sub>



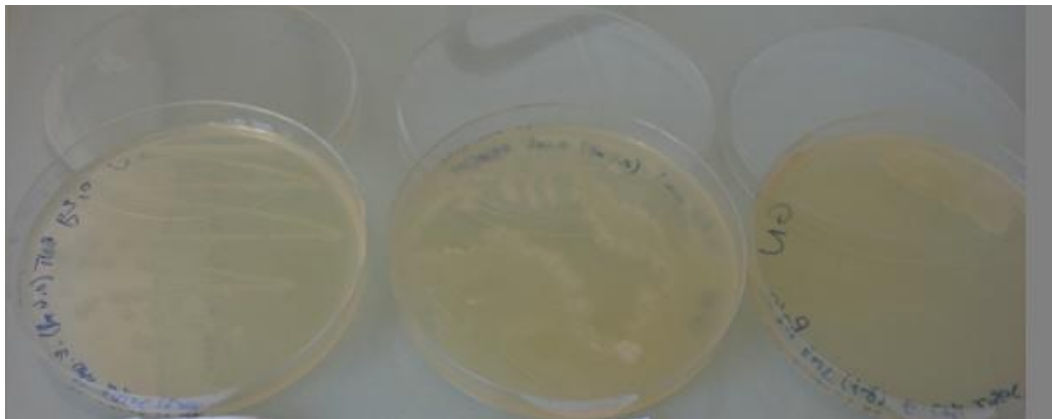
**Figure IV.6 :** filtration de *Trichoderma* par la membrane M2<sub>N</sub>

2/ Filtration des souches d'une bactérie de type *E. coli* sur les membranes M21<sub>N</sub>, M208<sub>N</sub>, M206<sub>N</sub>.

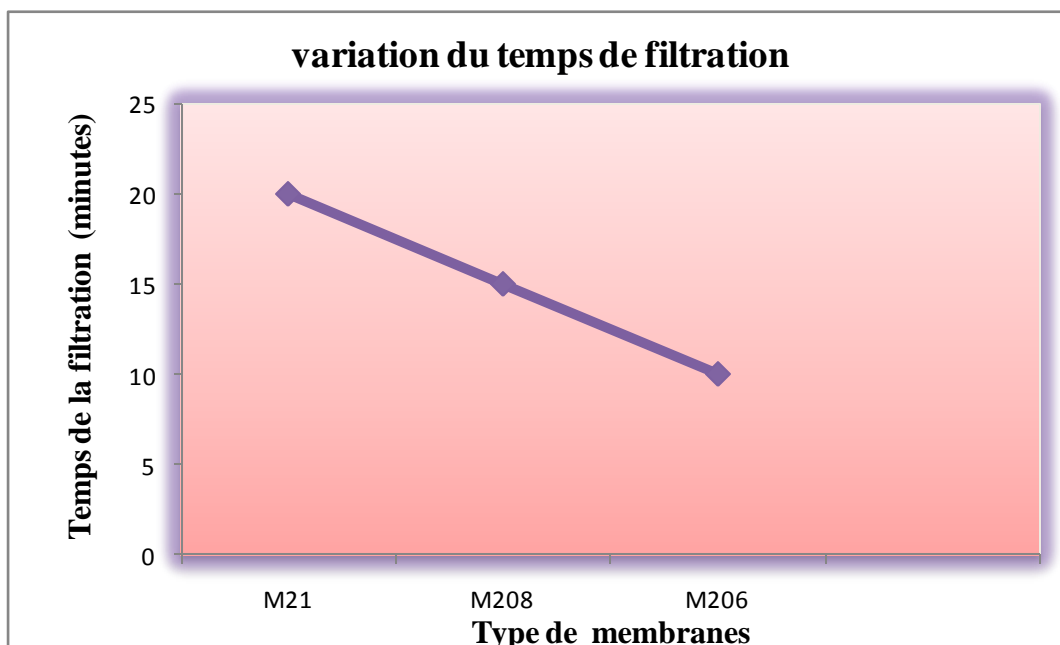
Les résultats sont obtenus dans le tableau (IV.2) et figure (IV.7) :

**Tableau IV.2 :** variation du temps de la filtration.

Type de la membrane	Volume de l'étalement (ml)	Temps de la filtration (min)	Résultat après la filtration
M21 <sub>N</sub>	1.0	20	-
M208 <sub>N</sub>	0.8	15	+
M206 <sub>N</sub>	0.6	10	+



**Figure IV.7 :** comparaison entre les 3 ensemencements (M206<sub>N</sub>, M208<sub>N</sub>, M21<sub>N</sub>).



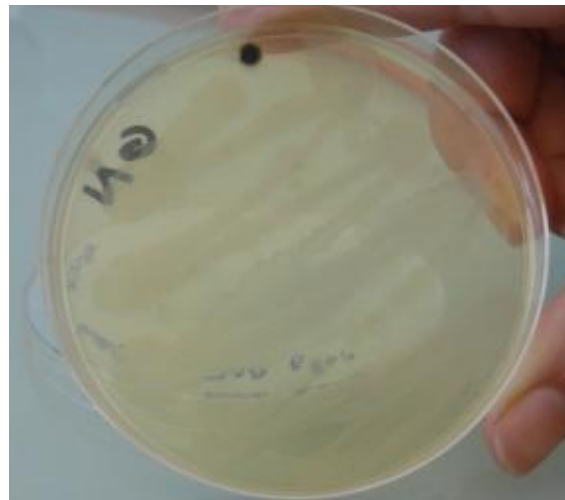
**Figure IV.8:** Variation du temps de la filtration lorsqu'il change l'épaisseur de la membrane.

3/ filtration des différents types de bactérie sur un type de membrane synthétisée : M08<sub>N</sub>.

Les résultats sont regroupés dans le tableau (IV. 3) et les photos.

**Tableau IV.3** : variation du temps de la filtration en fonction de type des bactéries.

Type de la membrane	Temps de la filtration (min)	Résultat après la filtration	Type de bactérie
M08 <sub>N</sub>	25	+	<i>P.aeruginosa</i>
M08 <sub>N</sub>	20	+	<i>B.Subtilis</i>
M08 <sub>N</sub>	10	+	<i>E. Coli</i>



**Figure IV.9** : filtration de *P. aeruginosa* par la Membrane M08<sub>N</sub>



**Figure IV.10** : filtration de *B.Subtilis* par la Membrane M08<sub>N</sub>



Figure IV.11 : filtration d'*E. coli* par la Membrane M08<sub>N</sub>

- Effet du temps de la filtration de différentes bactéries sur la membrane :

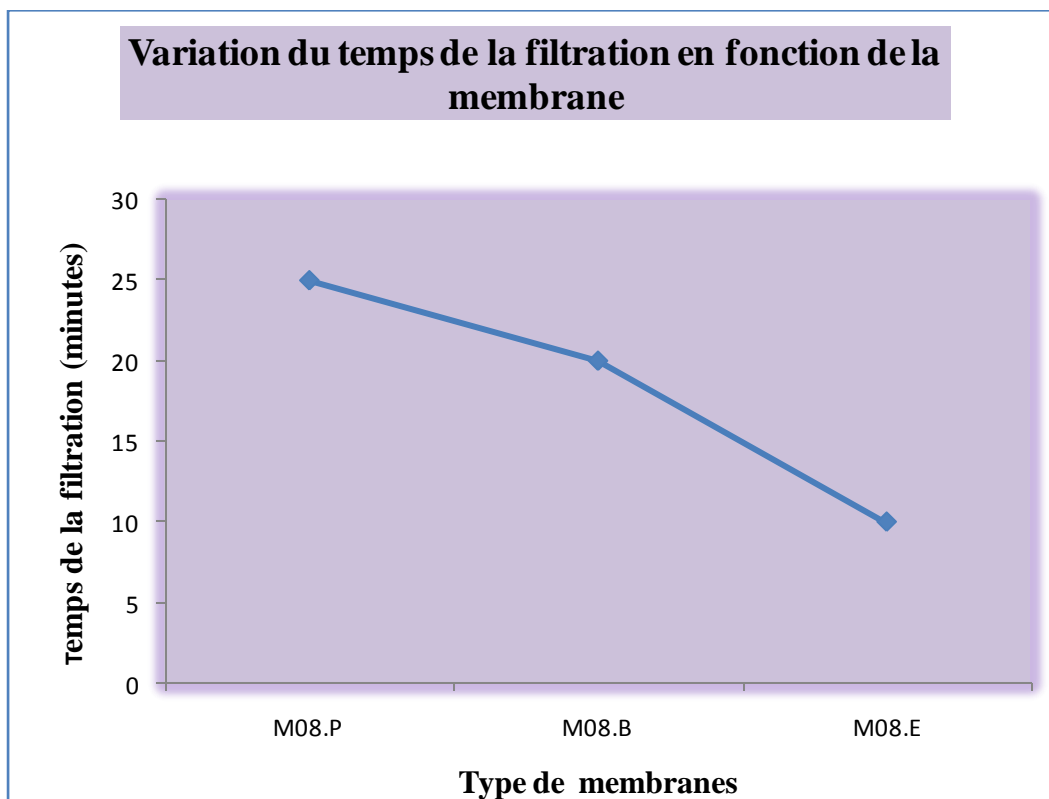


Figure IV.12 : Variation du temps de la filtration des souches (*P. aeruginosa* ;

*B. subtilis* ; *E. coli*) sur la même type de membrane

**IV.8/ Interprétation :**

Les membranes polymériques biodégradables testés sont imperméables, l'ajout de la bentonite locale influe sur la morphologie des membranes, le temps de la filtration et le volume de l'étalement varient proportionnellement avec le taux de l'argile ajouté quelque soit le type du polymère.

Les membranes synthétisées sont testées sur les microorganismes « E.coli ;P.aeroginosa ;B.subtilis ;Trichoderma » ont passé à travers les pores des membranes et « Actinomycètes » a été retenu.

la taille des microorganismes testés telque E.coli est de (0,2 – 1,0 $\mu$ m),P.aeroginosa est de (0,5 et 1,3 $\mu$ m) et B.subtilis est de (2 – 4 $\mu$ m) de longueur et (0,5 - 2,0) $\mu$ m de largeur.Ce qui nous a permis de conclure que les membranes préparées ont une porosité à partir de 0,2 $\mu$ m et la variation du taux de la bentonite a aussi influe cette porosité.

# Conclusion générale

## ***CONCLUSION GENERALE***

Le succès des procédés à membranes dépend en grande partie des performances et la durée de vie des membranes. Il est important de bien connaître les paramètres qui affectent la structure des membranes qu'on peut obtenir avec une technique et de les contrôler avec précision.

L'objectif du présent travail était la synthèse de nouvelles membranes polymériques biodégradables à base de polymères naturels (Amidon/Bentonite), en utilisant un support poreux dans le domaine d'application microbiologie.

La technique de l'inversion de phase induite par un solvant est généralement préférée à cause de sa simplicité, a permis de préparer des membranes polymériques asymétriques pour différentes concentrations de bentonite « traitée et non traitée ». Les mélanges binaires préparés (amidon de maïs/bentonite) aux différentes couches minces d'épaisseur de l'ordre de [156 à 260]  $\mu\text{m}$ .

Les membranes synthétisées sont poreuses, asymétriques et planes, elles ont été utilisées pour la filtration des suspensions qui contiennent des microorganismes (E. coli, B.subtilis, P.aeruginosa, Trichoderma, Actinomycètes).

Les tests de filtration effectués sur les membranes synthétisées à partir de polymères ont confirmé le caractère perméable de ces membranes.

La séparation membranaire dans la microbiologie montre que les membranes synthétisées sont poreuses, les résultats sont positives pour les microorganismes suivants :E.coli,B.subtilis,P.aeruginosa et Trichoderma mais Actinomycètes sont retenus, ceci est due à la taille de ce dernier qui importante par rapport aux tailles des pores des membranes synthétisées.

Il a été constaté que la filtration membranaire est facile si l'épaisseur de la membrane est de l'ordre 156 $\mu\text{m}$ .

L'amélioration de la porosité des membranes polymériques été clairement constaté lors des tests de filtration.

L'efficacité de la rétention de ces membranes serait prise en considération dans un travail plus détaillé pour synthétiser d'autres membranes avec le changement de polymères et avoir une étude plus approfondie dans la caractérisation de ces membranes ainsi que l'application microbiologique avec d'autres souches de bactéries et de champignons.

Enfin, de nouveaux développements sont à attendre dans les domaines biologiques et médicaux, grâce aux progrès réalisés ou à venir dans l'élaboration des membranes polymériques.

# Références bibliographiques

## *Références bibliographiques*

- [1] : J.Maillevialle,P.E.Odendaal et M.R.Weisner.The emergence of Membranes in water and waste water treatment, In : Water Treatment Membrane Process, McGraw-Hill, 1996 .p10 .
- [2] :A. Lhassani, M. Pontie, H.Dach , C . Diawara et J. Leparc.Application des technologies membranaires en production d'eau Potable. Interets et limites d'utilisations. Mali Symposium on Applied Sciences (MSAS) .2006.p101 .
- [3] R.Audinos ,P.Isoard,Glossaire des termes techniques des procédés à membrane, Société française de filtration, 1986, p142.
- [4] Y.Wyart, P .Moulin et C.Deumié. Technique optique, Caractérisation de membranes poreuses. Université de Marseille. France .2007.
- [5] Y.Medina-Gonzalez. Thèse de doctorat. Etude des phénomènes de solubilisation De pré-polymères de résine époxy dans les esters d'acide gras comme Biosolvants. INP de Toulouse. France.
- [6] E.Kouakou .Thèse de doctorat. Etude de la nitrification partielle d'eau Ammoniacale dans un bioréacteur membranaire. Université de Liège. Belgique. 2007.
- [7] G.Belfort G., R.H. Davis, A.L. Zydney. The behavior of suspensions and Macromolecular solutions in crossflow microfiltration, Journal of Membrane Science. 1994 ; 96.p 1-58.
- [8] M. Pontié, P.Cowache, L.Klein, V. Maurice. Les techniques séparatives à Membranes-Théorie, applications et perspectives : Union Internationale pour

Les applications de l'électricité. Paris, 2001, p212.

- [9] F. Harlekass. Thèse de doctorat. Couplage des procédés membranaires aux Techniques physico-chimiques ou biologiques pour le traitement des rejets Liquides de l'industrie de textile. INP de lorraine, Nancy. France. 2008.
- [10] Y. Bessiere. Thèse de doctorat. Filtration frontale sur membrane : mise en évidence Du volume filtre critique pour l'anticipation et le contrôle du colmatage, Toulouse .France. 2005.
- [11] H. Boulehdid . Thèse de doctorat ; Elaboration et caractérisation d'une membrane Cationique monosélective par modification chimique d'un film ETFE , Université De bruxselle. Belgique. 2008.
- [12] Ph. Aptel . C.A. Buckley . Categories of membrane operations, In :water Treatment Membrane Process, Chapitre 2, McGraw-Hill. 1996, p24 .
- [13] E. Drioli, A. Criscuoli et E. Curcio . Membrane Contactors : Fundamentals, Applications and potentialities. Membrane science and technology series. Livre. Chapitre 2.11. 2006. p 41-73.
- [14] D.S. Wavhal, E.R. Fisher. Modification of polysulfone ultrafiltration membranes By CO<sub>2</sub> plasmatreatment. Desalination. 2005 .177.2 ; p .189-205.
- [15] G. Daufin, F. Rene et P. Aimar. Les séparations par membrane dans les procédés De l'industrie alimentaire, l'assasier Tec & Doc, 1998.
- [16] J.P. Brun. Electrodialyse. Procédés de séparation par membranes, Transport, Techniques membranaires et applications, Masson, Paris ; 1989.
- [17] A. Arzate, centre de recherche, de développement et de transfert technologique Acéricole inc. Procédés de séparation membranaires et leurs applications dans

- l'industrie alimentaire, Revue de littérature. 2008.
- [18] Micro et ultrafiltration : conduite des essais pilotes, traitement des eaux et des effluents, Cahier du CFM n°2, 2002.
- [19] CHERYAN, M. (1998) Ultrafiltration and microfiltration handbook ; Technomic Publishing Co. Inc., Lancaster, PA, USA.
- [20] Guide de la nanofiltration, Cahier du CFM n°1, 2000.
- [21] Belfort G., Davis R.H., Zydney A.L., The behavior of suspensions and Macromolecular solutions in crossflow microfiltration, In: Journal of Membrane Science, no.96/1994, p. 1-58.
- [22] Paradas E.G, Sanchez M.V., Cicciana M.S., Sanchez J.C, Perez M.F. Chem. Technol. Biotechnol., 56, 67. (1993)
- [23] Schoonheydt R.A. Mineral Surfaces, Edité par D.J. Vaughan et R.A.D. Patrick (Chapman & Hall, Londres), chapitre 9 (Clay mineral surfaces), 303-332. (1995)
- [24] D. Klemperer; H. L. Frisch; *J. of Polym. Sci.; A-2* **8**, 921; (1970).
- [25] Michel.F ,Yves.G ; Chimie et physico-chimie des polymères ; Paris . 2002 p4.
- [26] D. Chakrabarty; *Polymer Gels and Networks*; **Vol 6**; 191-204; (1998).
- [27] Patrick Combette, Isabelle Ernoult, Physique des polymères, Tome I (structure, fabrication, et emploi), Paris .2005. p32.
- [28] Bernard Monties, Les polymères végétaux (polymères pariétaux et alimentaires non azotés), Paris.1980, p467.
- [29] MARK H.F., BIKALES N.M., Overberger C.G, Menges G. (Ed.), divers articles Dans Encyclopedia of polymer Science and Technology, 2<sup>ème</sup> édition, Wiley, New York, 1989.
- [30]Groupe Français des polymères, Initiation à la Chimie et à la Physico-chimie des Polymères, Vol .13 : les polymères naturels : structure, modification, applications, GFP Ed. ,Strasbourg, 2000.
- [31] C.Abdelouahab,H.Ait Amar,T.Z.obretenov et A.Gaid,physico-chemical and structural characteristics of some bentonite clays for north-western algeria.Analysis,16,292-299 ,(1988).

- [32] ENOF (1997). Rapport du laboratoire de Mostaghanem, Entreprise Nationale des produits miniers non-ferreux et des substances utiles.
- [33] M.Chiou, H. Li, Adsorption behavior of reactive dye in aqueous solution on chemical cross-linked chitosan beads. *Chemosphere*. 2003 ; 50. p 105.
- [34] K.Kosutic, L.Kastelan-Kunst, B.Kunst B. Porosity of some commercial reverse osmosis and nanofiltration polyamide thin-film composite membranes. *J.Membrane Sci.* 2000, 168, pp. 101-108.
- [35] E.Drioli, A.Criscuoli et E.Curcio. *Membrane Contactors : Fundamentals, Applications and Potentialities*. Membrane Science and Technology Series. Livre. Chapitre 2. 11.2006. pp 41-73.
- [36] L. M. Baryshnikova, V. G. Grishchenkov, M. U. Arinbasarov, A. N. Shkidchenko and L. M. Boronin, Biodegradation of Oil Products by Individual Degrading Strains and Their Associations in Liquid Media , *Applied Biochemistry and Microbiology* Volume 37, Number 5, 463-468, DOI: 10.1023/A:1010285705353
- [37] Y.S.Kang, S.H.Kim, J.Young, J.Won. Influence of the addition of PVP on the morphology of asymmetric polyimide phase inversion membranes : effect of PVP molecular weight. *Journal of Membrane Science*. 2004, 236. pp 203-207.
- [38] R.Roosta Azad, S.Mousavi ,A.Ramazani, and M.Ahamadi-Roshan. Correlation of Nitrogen Enriching Polymeric Membranes Performance Developed through Various Methods with their Morphological Structure Revealed via SEM. *Iranian Polymer Journal*. 2006, 15(4), pp 291-298.
- [39] Perry J., Staley J., Lory S. *Microbiologie*. Éditions Dunod, 2004.
- [40] Prescott, L.M., Harley, J.P. Klein, D.A., *Microbiologie* 2<sup>e</sup> édition DeBoeck eds, 2003.
- [41] Singleton P. *Bactériologie: Pour la médecine, la biologie et les biotechnologies*. Cours, 6<sup>e</sup> édition, Dunod, 2005.

- [42] Rybicki EP (1990) The classification of organisms at the edge of life, or problems with virus systematics. *S Afr J Sci* 86:182-186
- [43] LWOFF A, « The concept of virus », dans *J. Gen. Microbiol.*, vol. 17, n° 2, 1957, p. 239–53
- [44] Fredrickson J, Zachara J, Balkwill D, *et al*, « Geomicrobiology of high-level nuclear waste-contaminated vadose sediments at the Hanford site, Washington state », dans *Appl Environ Microbiol*, vol. 70, n° 7, 2004, p. 4230–41.
- [45] Whitman, D. Coleman et W. Wiebe, « *Prokaryotes: the unseen majority* », dans *Proc Natl Acad Sci U S A*, vol. 95, n° 12, 1998, p. 6578–83
- [46] Rappé M, Giovannoni S. « The uncultured microbial majority », *Annu Rev Microbiol* **57**: 369 – 94. (2003)
- [47] Ishige T, Honda K, Shimizu S, « Whole organism biocatalysis », dans *Curr Opin Chem Biol*, vol. 9, n° 2, 2005, p. 174–80
- [48] Madigan, M. T., Martinko, J. M. *Brock Biology of Microorganisms, 11th Ed.* Pearson Prentice Hall, Upper Saddle River, NJ, 2005.
- [49] Robertson J, Gomersall M, Gill P. (1975). « lang ». *J Bacteriol.* **124** (2): 1007 – 18.
- [50] Euzéby, *Pseudomonas aeruginosa* pyocyaninis critical for lung infection 72 :4275-4278. 2005.
- [51] Kaper JB *et al.* « Pathogenic *Escherichia coli* », *Nat. Rev. Microbiol.*, (2004), 2:123.
- [52] D'Ari R, Sezonov G, *Biologie et génétique d'Escherichia coli*, éd. Belin.

(2008),

[53] Bridier A, Le Coq D, Dubois-Brissonnet F, Thomas V, Aymerich S, Briandet

R. ; *The spatial architecture of Bacillus subtilis biofilms deciphered using a*

*surface-associated model and in situ imaging*. PLoS One. 2011 Jan 18;

6(1):e16177. Epub 2011 Jan 18.

[54] Mazza, P. (1994). "The use of *Bacillus subtilis* as an antidiarrhoeal

microorganism.". *Boll. Chim. Farm.* 133 (1): 3–18.

[55] Philippe Bouchet, Yves François Pouchus, Jean Villard, Jean-louis

Guignard, *Les champignons*, Masson, 2005

[56] BISSETT, J. A revision of the genus *Trichoderma*. I. Section *Pachybasium*.

(a) *Can. J. Bot.*, 2004, 69 : 2373-2417

[57] PRIETO, A. ; LEAL, J.A. ; POVEDA, A. ; JIMÉNEZ-BARBERO, J. ;

GÓMEZ-MIRANDA, B.; DOMENECH, J. ; AHRAZEM, O. & BERNABÉ, M.

Structure of complex cell wall polysaccharides isolated from *Trichoderma* and

*Hypocrea* species. *Carbohydrate Research*, 1997, 304 (3-4) : 281-291

[58] KUBICEK, C.P. ; BISSETT, J. ; DRUZHININA, I., KULLNIG-GRADINGER,

C. & SZAKACS, G. Genetic and metabolic diversity of *Trichoderma* sp.: a case

study on South-East Asian isolates. *Fungal Genet. Biol.*, 2003, 38 (3) : 310-319

[59] E. Stackebrandt, F.A. Rainey, N.L. Ward-Rainey, *Proposal for a new*

*c* *hierarchical classification system, Actinobacteria classis nov.* *Int. J. Syst.*

*Bacteriol.* (1997) 47:479-491. Résumé

[60] GUEZLANE –TEBIBEL.N, KAHLOUCHE.B, ATHMANI-GUEMOURIS,

Microbiologie (travaux pratiques), 2<sup>ème</sup> année TCB et LMD ,2008 . p18.