

*République Algérienne Démocratique et Populaire*  
*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*  
*Université Ibn Khaldoun – TIARET*



*Faculté des Sciences de la Matière*  
*Département de Chimie*

## **Mémoire de Master**

*Présenté par :*

**M<sup>elle</sup>. Bensaid karima**  
**M<sup>elle</sup>. Maireche hanane**

**Master**

**Filière : Chimie**  
**Spécialité : Chimie des Matériaux**

Sujet :

**Application des supports membranaires dans la filtration des polluants liquides**

**Soutenu le : 28 Septembre 2020**  
**Devant le jury:**

<b>Dr.M. Badaoui</b>	<b>(M.C.A)</b>	<b>Président</b>	<b>UNIV .Tiaret</b>
<b>Dr. Kh.Belkassa</b>	<b>(M.C.B)</b>	<b>Examineur</b>	<b>UNIV .Tiaret</b>
<b>Dr. A. Chougui</b>	<b>(M.C.A)</b>	<b>Encadreur</b>	<b>UNIV .Tiaret</b>

# **R**emerciement

*Allah le bénéfique soit loué et qu'il nous guide sur la bonne voie*

*Ainsi nous remercions notre encadreur «Mr. Abdelkader Chougui », pour tous ses conseils et ses orientations pour la réalisation de ce travail.*

*Aux membres du jury qui ont bien voulu lire et évaluer le présent mémoire*

*Nos remerciements aux techniciens du laboratoire de technologie Alimentaire université Ibn Khaldoun, faculté des sciences de la nature et de la vie. Monsieur « Ben Hlima », « Houari Aouali » et monsieur Bachir, pour leurs aides.*

*Et à tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

# Dédicace

*Je dédie ce mémoire à*

*Mes parents.*

*Mes sœurs : Fatima, Aicha, Nadjet, Nawale , Imène*

*Mon mari.*

*Mes amis :karima, Ahlem, Mariem*

Hanane Mrh

# Dédicaces

*Je dédie ce mémoire à*

*Mes parents*

*Mes frères : Bachir, Oussama, Mohamed, kamel*

*Ma sœur samra et ses fils Adam, Aridj, Israa, Asil.*

*Mes amis :Ahlem, hanane.*

Karima Ben

## Liste des symboles

<b>MES :</b>	Matière en suspension.
<b>DCO :</b>	Demande Chimique en Oxygène.
<b>DBO :</b>	Demande Biochimique en Oxygène.
<b>MF :</b>	Microfiltration.
<b>UF :</b>	Ultrafiltration.
<b>OI :</b>	Osmose inverse.
<b>NF :</b>	nanofiltration.
<b>CEC :</b>	Capacité d'échange cationique.
<b>DRX :</b>	Diffraction des rayons X.
<b>MEB :</b>	Microscopie Electronique à Balayage.
<b>SK :</b>	Support kaolin.
<b>Sc :</b>	supports chargés.
<b>BM :</b>	Bleu de Méthylène.

## Liste des figures

### Chapitre I Polluant liquide et procédés membranaires

<b>Figure I.A.1</b> : Pollution industriel .....	6
<b>Figure I.A.2</b> : Pollution agricole .....	6
<b>Figure I.A.3</b> : Représentation schématique des types de traitement d'eaux résiduaires .....	19
<b>Figure I.B.1</b> : Membrane sélective .....	20
<b>Figure I.B.2</b> : Membrane sélective .....	20
<b>Figure I.B.3</b> : Modules en céramique .....	23
<b>Figure I.B. 4</b> : Coupe d'une membrane asymétrique .....	25
<b>Figure I.B.5</b> : Représentations schématiques d'une membrane composite .....	25
<b>Figure I.B. 6</b> : Descriptions des différents types de membrane .....	26
<b>Figure I.B.7</b> : Modules à plaques .....	27
<b>Figure I.B. 8</b> : Schéma du module spiral .....	28
<b>Figure I.B.9</b> : Modules tubulaires .....	28
<b>Figure I.B. 10</b> : Schéma du module fibres creuses .....	29
<b>Figure I.B.11</b> : Principe de l'osmose et de l'osmose inverse .....	30
<b>Figure I.B.12</b> : Schéma des procédés de filtration membranaire (l'osmose inverse .....	31
La nano filtration).	
<b>Figure I.B.13</b> : Principe de l'ultrafiltration .....	32
<b>Figure I.B.14</b> : Membranes de microfiltration .....	32
<b>Figure I.B.15</b> : Schéma des procédés de filtration membranaire (l'ultrafiltration .....	33
et la microfiltration).	
<b>Figure I.B.16</b> : Principe de fonctionnement de la filtration tangentielle .....	33
<b>Figure I.B.17</b> : Présentation de fonctionnement de la filtration frontale .....	34

## Chapitre II Les argiles

<b>Figure II.1 :</b> Structure d'une argile .....	41
<b>Figure II.2:</b> Eléments structuraux des tétraèdres .....	42
<b>Figure II.3 :</b> Eléments structuraux des octaèdres.....	43
<b>Figure II.4 :</b> Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate 2:1.....	43
<b>Figure II.5:</b> Différents types d'empilement dans le cas des phyllosilicates (1 : Ordonné ; 2 : semi-ordonné ; 3 : désordonné).....	44
<b>Figure II.6 :</b> Représentation schématique de la couche interfoliaire dans le cas..... de cations interfoliaires hydratés.	45
<b>Figure II.7 :</b> Représentation des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdres alumineux d'un minéral de type 1 :1.....	45
<b>Figure II.8 :</b> Représentation schématique des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdre alumineux d'un minéral de type 2 :1.....	46
<b>Figure II.9 :</b> Représentation schématique des empilements de tétraèdres siliceux..... et d'octaèdres alumineux d'un minéral de type 2 :1 :1.	46
<b>Figure II.10:</b> Structure des minéraux inters stratifiés.....	47
<b>Figure II.11:</b> kaolin .....	47
<b>Figure II.12 :</b> Structure d'un minéral de type 1:1: cas de la kaolinite.....	48
<b>Figure II.13 :</b> Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaires dans une argile (cas d'une smectite).....	49
<b>Figure II.14 :</b> Illite : $K Al_2(OH)_2, (Al Si)_3 (O, OH)_{10}$ .....	50
<b>Figure II.15 :</b> Chlorites : $Mg (Al, Fe) (OH)_8 (Al, Si)_4 O_{10}$ .....	50

### Chapitre III      Partie expérimentale

<b>Figure III-1.</b> Diagramme de traitement thermique des supports membranaire. ....	57
<b>Figure III-2.</b> Diffractogramme des rayons X : (a) mélange kaolin et charbon..... (3% en poids) non traité thermiquement et cuit à 1150°C. ....	58
<b>Figure III-3.</b> Micrographie MEB (a) surface du support SC; (b) profil du support SC.....	59
<b>Figure III-4.</b> Pilote de filtration. ....	60
<b>Figure III-5.</b> Variation du flux de l'eau de robinet en fonction du temps à travers la membrane SC. ....	60
<b>Figure III-6.</b> Variation du flux de l'eau de robinet en fonction de la pression.....	61
<b>Figure III-7.</b> Variation du taux de rétention de Bleu de Méthylène à différentes concentration en fonction du temps. ....	62

## Liste des tableaux

### Chapitre I Polluant liquide et procédés membranaires

<b>Tableau I.A.1</b> : Masse volumique de l'eau en fonction de la température.....	11
<b>Tableau I.A.2</b> : viscosité de l'eau en fonction de la température .....	12
<b>Tableau I.A.3</b> : La Tension superficielle de l'eau en fonction de la température .....	13
<b>Tableau I.A.4</b> : Exemples de problèmes posés par les effluents rejetés par différents secteurs industriels. ....	16
<b>Tableau I.B.5</b> : Tableau comparatif entre les différents modules.....	29

### Chapitre III Partie expérimentale

<b>Tableau III.1.</b> Composition minéralogique du kaolin. ....	55
<b>Tableau III.2.</b> Composition chimique du kaolin.....	55
<b>Tableau III.3.</b> La formule, La masse moléculaire et la charge des colorants utilisés.....	63

## **Sommaire**

Remerciement	
Dédicace	
Liste des symboles	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale	

## **CHAPITRE I**

### **POLLUANT LIQUIDE ET PROCEDES MEMBRANAIRES**

I.A.1. Définition de La pollution de l'eau.....	5
I.A.2. L'origine de la pollution .....	5
I.A.3. Les types de la pollution .....	7
I.A.4. Facteurs influençant la pollution .....	9
I.A.4.1. Facteurs Physiques.....	9
I.A.4.2. Facteurs Chimiques .....	10
I.A.5. Les propriétés physiques de l'eau.....	11
I.A.6. Propriétés thermique de l'eau.....	13
I.A.7. Propriétés électriques de l'eau.....	13
I.A.8. Propriétés optiques de l'eau .....	14
I.A.9. Les propriétés chimiques de l'eau .....	14
I.A.10. Les eaux usées .....	14
I.A.10.1. Définition .....	14
I.A.10.2. Origine des eaux usées.....	14
I.A.11. Caractérisation des eaux résiduaires industrielles .....	15
I.A.12. Différents types de rejets industriels.....	15
I.A.13. Traitement des eaux usées.....	17
I.A.14. Procédés utilisés dans le traitement des effluents.....	18
I.B.1. Généralités sur les membranes .....	20
I.B.1.1. Définition.....	21
I.B.2. Description d'une membrane .....	20
I.B.3. Fabrication des membranes .....	21
I.B.4. Matériaux membranaires.....	21
I.B.5. Type de membranes .....	23

I.B.6. Caractérisation des membranes .....	26
I.B.7. Géométrie des membranes .....	27
I.B.8. Les procédés de séparation par membranes et leur application .....	30
I.B.9. Principe de séparation membranaire.....	33
I.B.10. Avantages et inconvénients des procédés membranaires.....	34
I.B.11.Références .....	36

## **CHAPITRE II      LES ARGILES**

II.1. Généralités sur les argiles.....	41
II.1.1. Définition.....	41
II.1.2. La structure des argiles.....	41
II.2. Classification des argiles .....	45
II.3. Principaux types d'argile.....	47
II.4. Propriétés physico-chimiques des argiles .....	51
II.5. Argiles et environnement. ....	51
II.6.Références .....	52

## **CHAPITRE III      PARTIE EXPERIMENTALE**

III.1. Elaboration des supports céramique. ....	55
III.2. Caractérisation des supports céramiques. ....	57
III.3. Etude de la perméabilité des membranes.....	59
III.4. Filtration des colorants.....	61
III.5.Références .....	64
Conclusion général. ....	66

*Introduction générale*

---

## Introduction générale

---

Les procédés basés sur les séparations par membranes connaissent dans ce cadre un bel essor. Ils semblent devenir des outils très puissants pour l'épuration et le recyclage des effluents. Les membranes minérales semi-perméables offrent grand possibilités d'application et de débit pour remplacer graduellement les techniques traditionnelles de la séparation, de la purification dans l'industrie. Elles présentent beaucoup d'avantages tels que la résistance mécanique, l'inertie chimique, la longue durée de vie et la stabilité thermique [1]. Cette technologie est aujourd'hui possible. Sur le marché, des générations des membranes artificielles de plus en plus puissantes et à une commande croissante de les phénomènes impliqués [1,2]. L'élément principal dans cette classe des processus de la séparation est la membrane synthétique définie d'une manière simplifiée comme interface avec une perméabilité sélective séparant deux phases et limitant le transport des espèces chimiques d'une manière très spécifique [3]. Le développement des membranes inorganiques ou organique-inorganiques est actuellement le sujet des nombreuses études [3, 4].

Le but de ce travail est d'élaborer de divers supports membranaires à base d'argile locale et à débits de l'étude de filtration sous pression.

Avant tout propos, nous souhaitons, dans le premier chapitre, présente les différentes sources de la pollution et donner quelques notions générales sur les procédés de recyclage des effluents incluant la recherche de technologies «propres». Parmi, ces techniques, nous décrivons l'utilisation des techniques de séparation par membrane pour la valorisation des effluents.

Le deuxième chapitre décrit d'abord la principale matière première utilisée pour l'élaboration du support membranaires, l'argile est l'un des matériaux utiliser dans la synthèse des ces supports. L'utilisation des membranes inorganiques dans le traitement de pollution est limitée réellement par le coût de telles membranes.

Enfin, l'efficacité de ces supports sera exposée dans la partie expérimentale.

**Références**

- [1] Larbot, A., 1996, Ceramic processing techniques of support systems for membrane synthesis in Burggraaf, A.J., Cot, L., (Eds.) Fundamentals of Inorganic Membrane Science and Technology, Elsevier Science B.V., Amsterdam, Netherlands, p.119-139.
- [2] Das, N., Maiti, H.S., 1998, Formation of pore structure in tape-cast alumina membranes – effects of binder content and firing temperature, Journal of Membrane Science, **140**, p.205-212.
- [3] Lafarga, D., Lafuente, A., Menéndez, M., Santamaria, J., 1998, Thermal stability of  $\delta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesoporous membranes, Journal of Membrane Science, **147**, p.173
- [4] DIETZEL et TOBER, Sur l'oxyde de zirconium et les systèmes binaires de l'oxyde de zirconium (Ber. Dts. Keram. Ges., t.30, 1953, p.71-82.

Chapitre –I–

---

Polluant liquide et procédés membranaires

La pollution est une modification défavorable du milieu naturel qui apparaît en totalité ou en partie comme le sous-produit de l'action humaine, au travers d'effets directs ou indirects altérant les modalités de répartition des flux d'énergie, des niveaux de radiation, de la constitution physico-chimique du milieu naturel et de l'abondance des espèces vivantes. Ces modifications peuvent affecter l'homme directement ou au travers des ressources en produits agricoles, en eau, et autres produits biologiques. Elles peuvent aussi l'affecter en altérant les objets physiques qu'il détient, les possibilités régénératrices du milieu ou encore en enlaidissant la nature [1].

## **I. généralités**

### **A.1. Définition de La pollution de l'eau**

L'eau est la deuxième en importance après l'air pour la vie humaine sur Terre. Notre eau est composée d'eau de surface telle que les rivières, les lacs, les mers et d'eau souterraine [2].

La pollution de l'eau décrit généralement l'introduction ou la présence des substances nocives ou inacceptables dans l'ampleur suffisante pour modifier les indices de qualité de l'eau naturelle [3]. La pollution de l'eau douce (par exemple par le biais de l'eutrophisation, l'acidification, et la pollution des eaux souterraines) est celle qui diminue sa pureté [4].

### **A.2. L'origine de la pollution**

On distingue généralement quatre sources principales de pollution : domestique, industrielle, agricole, naturelle [5].

#### **A.2.1. La pollution domestique**

Ce sont les eaux usées domestiques qui regroupent les eaux "ménagères" (eaux de cuisine et de toilette), qui représentent les deux tiers du total des eaux usées domestiques, contiennent, notamment, des graisses, des savons et détergents, des matières en suspension et des matières dissoutes organiques ou minérales. La pollution par les eaux vannes est caractérisée essentiellement par les germes fécaux.

#### **A.2.2. La pollution industrielle**

Si la pollution domestique des ressources est relativement constante, les rejets industriels sont, au contraire, caractérisés par leur très grande diversité, suivant l'utilisation qui est faite de l'eau au cours du processus industriel.

Selon l'activité industrielle, on va donc retrouver des pollutions aussi diverses que :

- Des matières organiques et des graisses provenant des abattoirs, industries agro-alimentaires.
- Des hydrocarbures issues des industries pétrolières, transports, ...etc.

- Des métaux provenant des traitements de surface, métallurgie,... etc.
- Des acides, bases, produits chimiques divers produits par les industries chimiques, les tanneries, etc.
- Des eaux chaudes issues des circuits de refroidissement des centrales thermiques....etc.



**Figure A.1.** Pollution industriel

### **A.2.3. Pollution agricole**

L'agriculture constitue la première cause des pollutions diffuses des ressources en eau. Les activités agricoles sont, en particulier, largement impliquées dans les apports d'azote et, surtout, de ses dérivés, nitrates et nitrites, que l'on trouve en forte concentration dans les engrais.



**Figure A.2.** Pollution agricole

### **A.2.4. La pollution naturelle**

Certains auteurs considèrent que divers phénomènes naturels sont aussi l'origine de la pollution (comme les éruptions volcaniques).

### **A.3. Les types de la pollution**

Il existe plusieurs manières de classer la pollution. Selon le type de polluant, on peut classer la pollution en trois catégories : pollution physique, pollution chimique et pollution biologique.

#### **A.3.1. Pollution physique**

On parle de ce type de pollution quand le milieu pollué est modifié dans sa structure physique par divers facteurs. Elle regroupe la pollution mécanique ; la pollution thermique et la pollution nucléaire [6].

##### **A.3.1.1. Pollution mécanique**

Elle résulte des décharges de déchets et de particules solides apportés par les eaux résiduaires industrielles, ainsi que les eaux de ruissellement. Ces polluants sont soit les éléments grossiers soit du sable ou bien les matières en suspension [7].

##### **A.3.1.2. Pollution thermique**

Les eaux rejetées par les usines utilisant un circuit de refroidissement de certaines installations (centrales thermiques, nucléaires, raffineries, aciéries..); l'élévation de température qu'elle induit diminue la teneur en oxygène dissous. Elle accélère la biodégradation et la prolifération des germes. Il se trouve qu'à charge égale, un accroissement de température favorise les effets néfastes de la pollution [7].

##### **A.3.1.3. Pollution radioactive**

La pollution des eaux par des substances radioactive pose un problème de plus en plus grave, a un effet direct sur les peuplements aquatiques en raison de la toxicité propre de ses éléments et des propriétés cancérigènes et mutagènes de ses rayonnements [8].

#### **A.3.2. Pollution chimique**

La pollution chimique des eaux est regroupée dans deux catégories [8].

##### **A.3.2.1. Pollution organique**

C'est les effluents chargés de matières organiques fermentescibles (biodégradables), fournis par les industries alimentaires et agroalimentaires (laiteries, abattoirs, sucreries...), et par les effluents domestique (déjections humaines, graisses,...etc.).

La première conséquence de cette pollution consommation d'oxygène dissous de ces eaux. Les polluants organiques ce sont principalement les détergents, les pesticides et les hydrocarbures [8].

**A.3.2.1.1. Les détergents**

Sont des composés tensioactifs synthétiques dont la présence dans les eaux est due aux rejets d'effluent urbains et industriels. Les nuisances engendrées par l'utilisation des détergents sont :

- L'apparition de goût de savon.
- La formation de mousse qui freine le processus d'épuration naturelle ou artificielle.
- Le ralentissement du transfert et de la dissolution de l'oxygène dans l'eau [8].

**A.3.2.1.2. Les pesticides**

On désigne généralement comme des produits utilisés en agriculture les conséquences néfastes dues aux pesticides sont liées aux caractères suivants :

- Rémanence et stabilité chimique conduisant à une accumulation dans les chaînes alimentaires.
- Rupture de l'équilibre naturel [8].

**A.3.2.1.3. Les hydrocarbures**

Provenant des industries pétrolières et des transports, qui sont des substances peu solubles dans l'eau et difficilement biodégradables, leur densité inférieure à l'eau les fait surnager. En surface, ils forment un film qui perturbe les échanges gazeux avec l'atmosphère [9].

**A.3.2.2. Pollution minérale**

La pollution minérale des eaux peut provoquer le dérèglement de la croissance végétale ou trouble physiologique chez les animaux. Le polluant minéral ce sont principalement les métaux lourds et les éléments minéraux nutritifs [10].

**A.3.2.2.1. Les métaux lourds**

Sont essentiellement le mercure (Hg), le cadmium (Cd), le plomb l'argent (Ag), le cuivre (Cu), le chrome (Cr), le nickel (Ni) et le zinc (Zn). Ces éléments, bien qu'ils puissent avoir une origine naturelle (roches du sous-sol, minerais), proviennent essentiellement de la contamination des eaux par des rejets d'activités industrielles diverses. Ils ont la particularité de s'accumuler dans les organismes vivants ainsi que dans la chaîne trophique [11].

**A.3.2.2.2. Les éléments minéraux nutritifs**

Nitrates et phosphates : provenant pour l'essentiel de l'agriculture et des effluents domestiques [10], il est à l'origine du phénomène d'eutrophisation c'est-à-dire la prolifération excessive d'algues et de plancton dans les milieux aquatiques [8].

### **A.3.3. Pollution microbiologique**

Les eaux usées contiennent tous les microorganismes excrétés avec les matières fécales. Cette flore entérique normale est accompagnée d'organismes pathogènes. L'ensemble de ces organismes peut être classé en quatre grands groupes, par ordre croissant de taille : les virus, les bactéries, les protozoaires et les helminthes [12].

#### **A.3.3.1. Les virus**

On estime leur concentration dans les eaux usées urbaines comprise entre 10<sup>3</sup> et 10<sup>4</sup> particules par litre. Leur isolement et leur dénombrement dans les eaux usées sont difficiles, ce qui conduit vraisemblablement à une sous-estimation de leur nombre réel.

Les virus entériques sont ceux qui se multiplient dans le trajet intestinal ; parmi les virus entériques humains les plus importants, il faut citer les entérovirus (exemple : polio), les rota virus, les rétrovirus, les adénovirus et le virus de l'Hépatite A [13].

#### **A.3.3.2. Les bactéries**

Les bactéries sont des organismes unicellulaires simples et sans noyau. Leur taille est comprise entre 0,1 et 10  $\mu\text{m}$ . La quantité moyenne de bactéries dans les fèces est d'environ 10<sup>12</sup> bactéries/g [13].

Les eaux usées urbaines contiennent environ 10<sup>6</sup> à 10<sup>7</sup> bactéries/100 ml dont 10<sup>5</sup> proteus et entérobactéries, 10<sup>3</sup> à 10<sup>4</sup> streptocoques et 10<sup>2</sup> à 10<sup>3</sup> clostridium. Parmi les plus communément rencontrées, on trouve les salmonelles dont on connaît plusieurs centaines de sérotypes différents, dont ceux responsables de la typhoïde, des paratyphoïdes et des troubles intestinaux. Des germes témoins de contamination fécale sont communément utilisés pour contrôler la qualité relative d'une eau ce sont les coliformes thermo tolérants [14].

### **A.4. Facteurs influençant la pollution**

#### **A.4.1. Facteurs Physiques**

##### **A.4.1.1. Température**

Il est important de connaître la température de l'eau avec une bonne précision. En effet, celle-ci joue un rôle dans la solubilité des sels et surtout des gaz, dans la dissociation des sels dissous donc sur la conductivité électrique, dans la détermination du pH, pour la connaissance de l'origine de l'eau et des mélanges éventuels,...etc [15].

##### **A.4.1.2. Matière en suspension (MES)**

La pollution particulaire est due à la présence de particules de grande taille, supérieure à 10 $\mu\text{m}$ , en suspension dans l'eau, et que l'on peut assimiler aux matières en suspension (MES). En fait, les matières en suspension ne sont des particules solides véritablement en suspension que dans des conditions moyenne d'écoulement des effluents correspondant à une

vitesse minimale de 0,5 m/s. En fonction de la taille des particules, on distingue les matières grossières ou décantables (diamètre supérieur à 100  $\mu\text{m}$ ) et les matières en suspension. On peut également prendre en compte une partie des matières colloïdales, de dimension inférieure, qui constitue la limite entre la phase solide et la phase dissoute (entre 1 et  $10^{-2}\mu\text{m}$ ) [15].

#### **A.4.2. Facteurs Chimiques**

##### **A.4.2.1. Potentiel Hydrogène (pH)**

L'acidité, la neutralité ou l'alcalinité d'une solution aqueuse peut s'exprimer par la concentration en  $\text{H}_3\text{O}^+$ . De manière à faciliter cette expression [15].

$$\text{PH} = \log 1/ [\text{H}^+]$$

##### **A.4.2.2 Conductivité**

La conductivité est la propriété que possède une eau de favoriser le passage d'un courant électrique. Elle est due à la présence dans le milieu d'ions qui sont mobiles dans un champ électrique. Elle dépend de la nature de ces ions dissous et de leurs concentrations. La conductivité électrique d'une eau est la conductance d'une colonne d'eau comprise entre deux électrodes métalliques de 1  $\text{cm}^2$  [15].

##### **A.4.2.3. Oxygène Dissous**

L'oxygène dissous est un composé essentiel de l'eau car il permet la vie de la faune et il conditionne les réactions biologiques qui ont lieu dans les écosystèmes aquatiques [15].

La solubilité de l'oxygène dans l'eau dépend de différents facteurs, dont la température, la pression et la force ionique du milieu [15].

##### **A.4.2.4. Demande Chimique en Oxygène (DCO)**

La demande chimique en oxygène (DCO) est la quantité d'oxygène consommée par les matières existantes dans l'eau et oxydables dans des conditions opératoires définies. En fait la mesure correspond à une estimation des matières oxydables présentes dans l'eau quelque soit leur origines organique ou minérale [15].

La DCO étant fonction des caractéristiques des matières présentes, de leurs proportions respectives, des possibilités de l'oxydation [15].

##### **A.4.2.5. Demande Biochimique en Oxygène (DBO)**

La demande biochimique en oxygène devrait permettre d'apprécier la charge du milieu considéré en substances putrescibles, son pouvoir auto-épurateur et d'en déduire la charge maximale acceptable, principalement au niveau des traitements primaires des stations d'épuration. La demande biochimique en oxygène après 5 jours (DBO5) d'un échantillon

est la quantité d'oxygène consommé par les microorganismes aérobies présents dans cet échantillon pour l'oxydation biochimique des composés organiques et/ou inorganiques [15].

### A.5. Les propriétés physiques de l'eau

Les propriétés physiques les plus intéressantes pour le traitement de l'eau sont les suivantes [16].

#### A.5.1. Masse volumique

Par tassement progressif de l'édifice moléculaire, la Masse volumique varie avec la température et la pression [16].

Pour l'eau pure sous pression normale, elle passe par un maximum à environ  $4^{\circ}\text{C}$  (exactement  $3,982^{\circ}\text{C}$ ) et sa variation en fonction de la température est la suivantes [16].

Tableau A.1. Masse volumique de l'eau en fonction de la température [16].

$\text{TC}^{\circ}$	Masse volumique $\text{Kg. dm}^{-3}$	$\text{TC}^{\circ}$	Masse volumique $\text{Kg. dm}^{-3}$
0	0,999839	20	0,998204
4	0,999972	25	0,997045
10	0,999699	30	0,995647
15	0,999099	100	0,958365

Cette propriété de l'eau entraîne diverse conséquences, aussi bien dans la nature que de la station de traitement [16].

Aux pressions rencontrées en pratique hydraulique, l'eau est considérée comme un fluide incompressible. Mais, en fait c'est un fluide légèrement élastique : son volume décroît d'environ 0,048% chaque fois que la pression augmente d'une atmosphère [16].

#### A.5.2. Viscosité

C'est la propriété que un fluide d'opposer une résistance aux divers mouvements soit internes soit globaux. Cette résistance est due aux frottements réciproques des molécules en mouvement. Elle est à base des pertes d'énergie cinétique et joue donc un rôle important en traitement d'eau [16].

On distingue deux types de viscosité :

– La viscosité dynamique (ou absolue)  $\mu$  définie par le rapport de la contrainte tangentielle de cisaillement T (en Pa) au gradient de la vitesse V (en m. s<sup>-1</sup>) dans une direction y (en m) perpendiculaire au plan de glissement [16].

$$\mu \text{ (Pa. s)} = T / (dV / dy)$$

– La viscosité cinématique  $\nu$  définie par le rapport de la viscosité dynamique  $\mu$  à la Masse volumique  $\rho$  du fluide [16].

$$\nu \text{ (m}^2 \cdot \text{s}^{-1}\text{)} = \mu \text{ (Pa. s)} / \rho \text{ (kg.m}^{-3}\text{)}$$

La viscosité de l'eau diminue lorsque la température croît

**Tableau A. 2.** viscosité de l'eau en fonction de la température [16].

TC <sup>0</sup>	La viscosité dynamique m Pa. S	TC <sup>0</sup>	la viscosité dynamique m Pa. S
0	1,797	20	1,007
5	1,523	25	0,895
10	1,301	30	0,800
15	1,1 38	35	0,723

### A.5.3. Tension superficielle

Elle caractérise une propriété des interfaces (surface limitant deux phases). Elle est définie comme une force de traction qui s'exerce à la surface du liquide en tendant toujours à réduire le plus possible l'étendue de cette surface [16].

La Tension superficielle diminue avec l'augmentation de la température (tableau 3).

**Tableau A.3.** La Tension superficielle de l'eau en fonction de la température [16].

TC <sup>0</sup>	Tension superficielle m N. m <sup>-1</sup>	TC <sup>0</sup>	Tension superficielle m N. m <sup>-1</sup>
0	75,60	50	67,91
10	74,22	60	66,18
20	72,75	70	64,40
30	71,18	80	62,60
40	69,56	100	58,90

## A.6. Propriétés thermique de l'eau

Les propriétés thermiques les plus intéressantes pour le traitement de l'eau sont [16].

### A.6.1. Chaleur massique

Très élevée pour un liquide ; elle pour remonter vaut 4,18kj. (kg.k)-1 à 20 C°. Elle varie avec la tempéra e présentant un minimum 4,1784 kj . (kg.k)-1 à 30 C°, à 4,2159 kJ. (kg.k)-n ture1à100 C° [16].

### A.6.2. Les enthalpies

Les enthalpies de transformation sont pour la fusion de 334Kj.kg-1 et pour la vaporisation on de 2259kJ.kg<sup>-1</sup> à la pression normale et à 100C<sup>0</sup> [16].

L'importance de la chaleur massique et de l'enthalpie de vaporisation fait que les grandes étendues d'eau à la surface de la terre constituent de véritables volants thermiques. C'est également la raison de l'utilisation de l'eau comme fluide caloporteur [16].

## A.7. Propriétés électriques de l'eau

Les propriétés électriques les plus intéressantes pour le traitement de l'eau sont [16].

### A.7.1. Constante diélectrique

Le constant diélectrique de l'eau, de l'eau possède l'ordre de 80 farads que l'on connaisse, c'est pourquoi un pouvoir stéradian par mètre, est l'une des plus élevées ionisant très important [16].

### **A.7.2. Conductivité électrique de l'eau**

L'eau est légèrement conductrice. La conductivité de l'eau la plus pure que l'on obtienne est de 4,2 micro siemens par mètre à 20 C<sup>0</sup>. Elle augmente lorsque des sels sont dissous dans l'eau et elle varie en fonction de la température [16].

### **A.8. Propriétés optiques de l'eau**

La transparence de l'eau dépend de la longueur d'onde de la lumière qui traverse .si l'ultraviolet passe bien, l'infrarouge utile au point de la vue physique et biologique, pénètre à peine. L'eau absorbe fortement, si l'orange et le rouge dans visible, d'où la couleur bleue de la lumière transmise en couche épaisse [16].

Cette transparence est souvent utilisée pour apprécier certaines formes de pollution et, en conséquence, l'efficacité des traitements d'épuration ; de même, elle conditionne l'emploi des ultraviolets en désinfection [16].

### **A.9. Les propriétés chimiques de l'eau**

#### **A.9.1. L'auto-ionisation de l'eau**

Regardons la molécule d'eau dans sa représentation la plus simple : elle est un équilibre entre toutes les grandes fonctions chimiques de la nature : acide – base, oxydation - réduction [17] .L'eau liquide pure est très faiblement dissociée en H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> et OH<sup>-</sup> par l'auto ionisation ; par conséquent tous les composés qui augmentent la concentration des ions positifs H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>sont acides et les composés augmentant la concentration des ions négatifs OH<sup>-</sup>sont basiques [18].

#### **A.9.2. La solvation**

La solvation (l'action hydratante de l'eau) est le résultat d'une destruction complète ou partielle des divers liens électrostatiques entre les atomes et les molécules du corps à dissoudre, pour les remplacer par de nouveaux liens avec les molécules d'eau, et forger ainsi de nouvelles structures [19].

### **A.10. Les eaux usées**

#### **A.10.1. Définition**

Les eaux usées appelées eaux polluées souillées. Chargées de différents éléments du fait qu'elles ont déjà été utilisées dans une activité [20].Elles sont constituées d'eau à 99 %, le reste étant composé de matières de vidange, de déchets organiques et de détergents [21].

#### **A.10.2. Origine des eaux usées**

Suivant l'origine des substances polluantes on distingue deux grandes catégories des eaux usées :

**A.10.2.1. Eaux usées urbaines**

Elles proviennent des différents usages domestiques de l'eau. Elles sont essentiellement porteuses de pollution organique. Elles se répartissent en eaux ménagères, qui ont pour origine les salles de bains et les cuisines et sont généralement chargées de détergents, de graisses, de solvants, de débris organiques [22]... etc. Les eaux de vanne sont les rejets des toilettes, chargées de diverses matières organiques azotées et de germes fécaux [20].

**A.10.2.2. Les eaux industrielles**

Elles sont très différentes des eaux usées domestiques. Leurs caractéristiques varient d'une industrie à l'autre. En plus des matières organiques azotées ou phosphorées [22]. Il apparaît difficile de classifier les eaux usées industrielles en raison de la diversité des activités industrielles ainsi que la grande différence qui existe entre les rejets d'eaux usées de même activité [23]. Les principaux polluants transitant dans les eaux usées d'origine industrielles sont :

- Les métaux toxiques.
- Les toxines organiques.
- Les matières colorées.
- Les huiles et graisses.
- Les sels.
- La pollution organique [24].

**A.11. Caractérisation des eaux résiduaires industrielles**

Les eaux résiduaires industrielles sont en principe toutes les eaux rejetées par l'usine dans le milieu extérieur, après avoir contribué à la fabrication, au nettoyage, au transport, au refroidissement, etc., en excluant généralement les eaux pluviales sauf si elles sont polluées par des eaux de ruissellement suite aux lessivages des toitures d'usines à l'origine d'une forte pollution atmosphérique (par exemple, cimenteries, centrales thermiques, etc.) ou des sols de sites industriels en activité ou à l'abandon, contaminés par des substances diverses (composés azotés, hydrocarbures, sels métalliques). D'une façon générale, ces eaux résiduaires industrielles se différencient, en fonction de l'utilisation de l'eau dans l'usine, en différentes catégories [25 ; 26].

**A.12. Différents types de rejets industriels**

Le tableau I.4. Présente les rejets de divers secteurs industriels. il n'existe donc pas un seul type d'effluent à traiter, mais différents types possédant chacun ses propres caractéristiques et exigeant des procédés adaptés de traitement [27].

**Tableau A.4.** Exemples de problèmes posés par les effluents rejetés par différents secteurs industriels

Secteur industriel	Origine des effluents polluant	Caractéristiques des rejets
Sucreries	Lavage des betteraves	Forte concentration en matières organiques dissoutes et en suspension (sucres et protéines)
Huileries, margarineries	Extraction et raffinage	Matières grasses, acidité et salinité fortes et teneur élevée en matières organiques
Hydrométallurgie (aluminium, zinc, plomb)	Caséification de la bauxite. Électrolyse. Lixiviation de la blende	Eaux alcalines ou acides. Présence de fluor et des métaux
Colorants de synthèse	Colorants animiques et nitrés	Eaux fortement acides, phénols, dérivés nitrés, DCO élevés
Traitement de surfaces Métalliques	Décapage, phosphatation, revêtements électrolytiques, anodisation, peinture, électrophorèse	Eaux acides ou alcalines, chromates, cyanurées, fluorées, chargées de produits d'attaque, (Fe,Cu, Al,) pigments, tensio-actifs
Industries du cuir, tanneries	Reverdissage, planage, trempage, délainage, package des peaux. Bains de tannage et de teinture	Teneurs élevées en matières sèches totales, dureté, sels, sulfures, chrome, chaux précipitée et matières organiques
Blanchisserie	Lavage de tissus	Teneur élevée en alcalinité et en matières organiques ; détergents

Sidérurgie	Lavage de gaz de hauts-fourneaux et eaux de granulation de laitier	Eaux neutres chargées en cyanure set/ou en sulfures
Industrie automobile	Préparation surfaces métalliques, finition peinture	Matières en suspension, huiles, hydrocarbures, produits organiques non biodégradables et les métaux
Papiers et cartons	Opérations de fabrication sur machine, dosage et mélange	Eaux blanches et organiques, fibres, alumine, titane, kaolin, baryte, pigments, latex et sels de mercure

### A.13. Traitement des eaux usées

Il existe plusieurs filières de traitements des eaux usées

#### A.13.1. Le prétraitement

##### a) Dégrillage

Les eaux usées en provenance des égouts passent entre les barreaux métalliques d'une grille (ou d'un tamis) qui retiennent les déchets volumineux (papiers, feuilles matières plastiques...)

##### b) Dessablage

Les sables et graviers susceptibles d'endommager les installations en aval (ensablement de conduites, des bassins...) se déposèrent au fond de bassins conçus à cet effet, ils sont récupérés de différentes façons.

##### c) Dégraissage-déshuilage

L'injection de fines bulles d'air dans un bassin permet de faire remonter les huiles et les graisses en surface ou elles sont raclées selon le principe de l'écumage [28].

#### A.13.2. Les traitements primaires

Traitement physicochimique : utilisation d'adjuvants chimiques pour éliminer les matières en suspension. Il comporte une phase de coagulation (agglomération des colloïdes par addition par exemple de sels de fer ou d'aluminium), une phase de floculation et une phase

de décantation pour assurer la séparation entre solide et liquide suite à l'injection des agents flocculants tel le charbon actif en poudre [29].

#### **A.13.3. les traitements secondaires**

Recouvrent les techniques d'élimination des matières polluantes solubles (carbone, azote, et phosphore). Ils constituent un premier niveau de traitement biologique. Pour satisfaire la réglementation actuelle, les agglomérations de plus de 2 000 équivalents-habitants devront être raccordées à des stations d'épuration permettant un traitement secondaire des eaux usées. [21].

#### **A.13.4. Le traitement biologique**

Ce traitement consiste à une consommation de la matière organique contenue dans les eaux usées et d'une partie des matières nutritives (azote et phosphore) par des microorganismes. Les techniques de traitement biologique les plus couramment employées sont :

- Les boues activées.
- Les lits bactériens (bactéries fixées).
- Les biofiltre (bactéries fixées).
- Des procédés membranaires sont utilisés depuis quelques années [28].

#### **A.13.5. les traitements complémentaires**

Les traitements tertiaires ont pour but d'améliorer les caractéristiques d'une eau résiduaire après un traitement biologique .selon le niveau du rejet final recherché, ou la réutilisation envisagée, la gamme des traitements mis en jeu est plus ou moins étendue [29].

#### **A.14. Procédés utilisés dans le traitement des effluents**

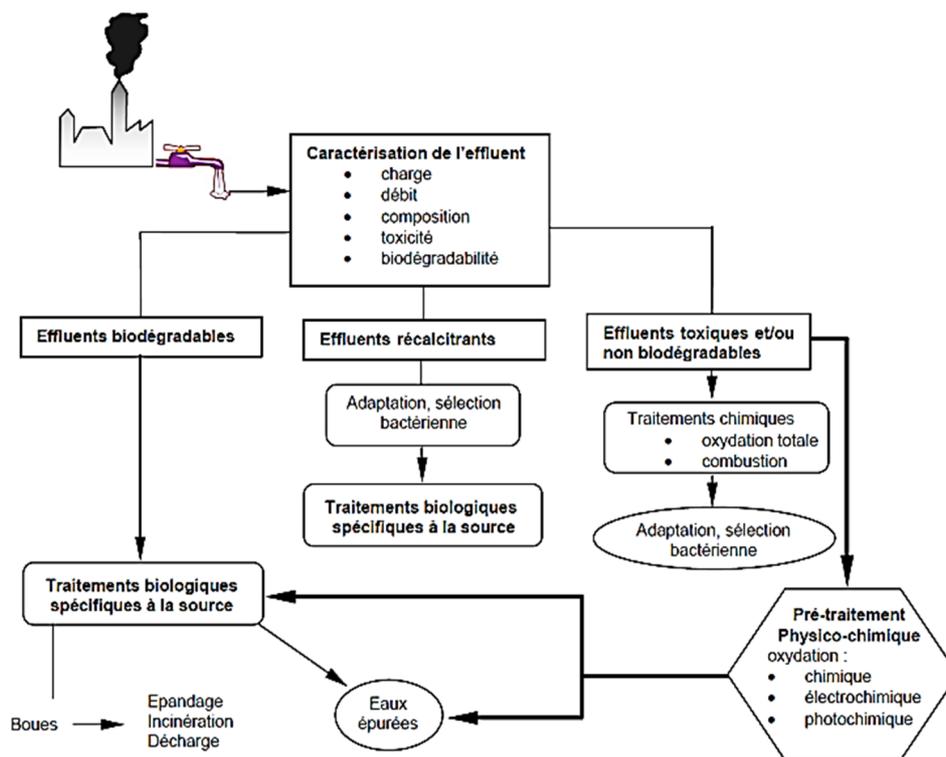
En général, le traitement des eaux résiduaires industrielles s'étudie au cas par cas. La composition chimique de l'effluent détermine le traitement adéquat. A l'heure actuelle, les différents types d'effluents peuvent être classés de la manière suivante [30]:

1. Les effluents biodégradables, qui peuvent être directement acheminés vers une station de traitement biologique.
2. Les effluents récalcitrants, qui nécessitent une sélection et une adaptation bactérienne avant de pouvoir être dégradés par traitement biologique. Il est important de séparer ces composés de ceux qui sont plus facilement biodégradés afin de favoriser l'adaptation bactérienne.
3. Les effluents toxiques et/ou non biodégradables, qui nécessitent un prétraitement spécifique, à savoir une oxydation totale ou une combustion pour lesquels les procédés de congélation seraient particulièrement intéressants.

Des procédés de traitement physiques, chimiques et biologiques ont été développés pour la purification des eaux résiduaires. Afin de bien choisir le procédé le plus approprié pour chaque effluent en particulier, il est nécessaire de considérer une série de conditions, parmi lesquelles on peut mentionner les suivantes :

- Les caractéristiques de l'eau résiduaire brute : DBO, DCO, matière en suspension, pH, substances toxiques.
- La qualité de l'effluent final requis (spécifications de l'eau traitée liées souvent à la réglementation).
- Les coûts relatifs.
- La compatibilité d'un procédé de traitement avec des étapes précédentes ou postérieures [30].

La Figure I.3. Schématise les divers types de traitement d'eaux résiduaires applicables dans chacun des cas.



**Figure A.3.** Représentation schématique des types de traitement d'eaux résiduaires [30].

Nous avons plusieurs techniques de traitement des eaux parmi eux les procédés membranaires pour débarrasser l'eau de certains polluants.

## B.1. Généralités sur les membranes

Les procédés à membranes, industrialisés à partir des années soixante, se développent encore à un rythme rapide. Il existe maintenant une grande variété de membranes adaptées à divers procédés de séparation. Cette diversité est à l'origine des applications dans des domaines très différents [31].

### B.1.1. Définition

Une membrane peut être définie comme étant une couche mince de matière, permettant l'arrêt ou le passage sélectif de substances dissoutes ou non, sous l'action d'une force motrice de transfert [32].

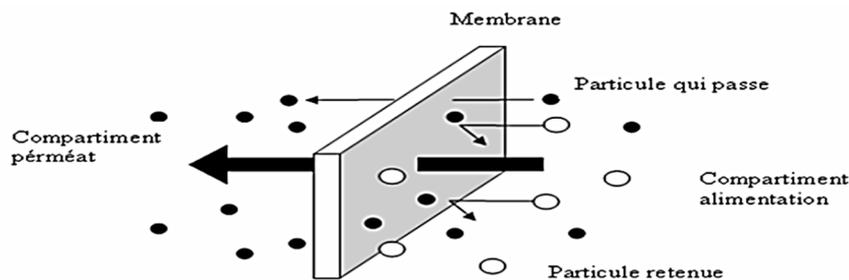


Figure B.1. membrane sélective [33].

## B.2. Description d'une membrane

Une membrane est une barrière sélective à un flux contenant des matières en suspension, colloïdale ou dissoute qui est capable de contrôler les concentrations de composants, de conserver certaines espèces et de permettre l'écoulement d'autres[34]. Le transfert membranaire s'effectue sous l'action d'une force motrice [35].

Les composants du flux d'alimentation qui passent à travers la membrane sont connus sous le nom de "perméat" et le "retentat" c'est le liquide retenu, constitue le flux contenant les composants qui ne peuvent pas traverser la membrane [36].

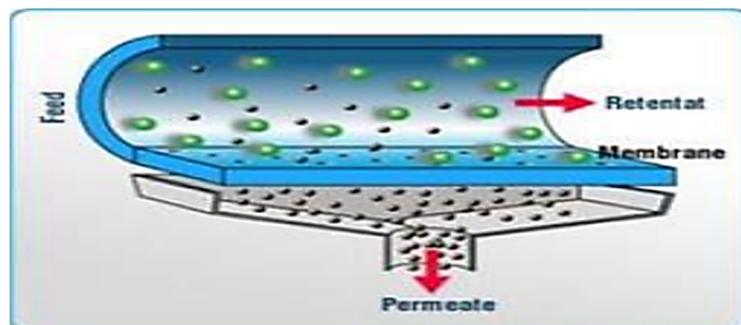


Figure B.2. Membrane sélective [37].

### **B.3. Fabrication des membranes**

La fabrication des membranes fait appel à des techniques dites «d'inversion de phase» [38]. La plus couramment utilisée est celle de la « coagulation par immersion dans un non solvant» qui permet d'obtenir une grande variété structurale. Le principe est basé sur l'exploitation des phénomènes de démixtion par utilisation de mélanges à miscibilité partielle.

Le polymère est ainsi dissout dans un solvant approprié et cette solution est ensuite immergée dans un non solvant, ce qui provoque la coagulation de la phase la plus riche en polymère. La coagulation permet d'acquérir une structure poreuse où les vides sont remplis du mélange solvant - coagulant. Des agents peuvent être ajoutés pour jouer sur la porosité ou la structure asymétrique de la membrane ainsi constituée. La coagulation est gouvernée par les différentes compositions des solutions et par les conditions physiques. La forme définitive de la membrane est donnée lors de la phase de coagulation [39].

### **B.4. Matériaux membranaires**

#### **B.4.1. Matériaux organiques**

Peuvent être fabriquées des membranes organiques à partir de polymères organiques (acétate de cellulose, polysulfones, polyamides, etc.). 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 [40].

#### **B.4.2. Matériaux minéraux**

Les Membranes minérales Peuvent être fabriquées à partir de corps entièrement minéraux (matières céramiques, métal fritté, verre). Leur arrivée a permis de travailler dans des conditions extrêmes de température et d'agression chimique, ce qui a ouvert de nouvelles voies dans la séparation par membrane. Les membranes dites dynamiques sont fabriquées par l'utilisateur à partir de tubes poreux dont le diamètre des pores est compris entre 0.5 et 5 µm. Certaines de ces membranes peuvent trouver des applications en eaux usées [40].

- Les avantages des membranes minérales sont [30] :
  - Une grande résistance thermique avec des températures d'utilisation pouvant atteindre plusieurs centaines de degrés.
  - Une grande résistance chimique. Elles sont, la plupart du temps, adaptées à la filtration de solvants organiques ou de fluides agressifs (acides, bases, oxydants...).
  - Une grande résistance mécanique qui autorise des pressions élevées (10 à 100 bar), pressions qui sont cependant peu utilisées en filtration.
- Les défauts membranes minérales sont [30] :

- Elles sont disponibles uniquement sous forme de membrane plane ou tubulaire, du fait de la rigidité des matériaux utilisés. Des efforts sont faits pour diminuer le diamètre des membranes tubulaires et fabriquer des membranes capillaires.
- Les faibles tailles de pore ne sont pas disponibles. Il n'existe pas, à l'heure actuelle, de véritable membrane de nanofiltration – seuil de coupure inférieur à 1 000 Da – et encore moins de membrane d'osmose inverse. Il s'agit donc de membranes de MF et de l'UF.
- Les membranes minérales sont fragiles et cassent facilement.
- Elles ont un coût supérieur à dix fois le coût des membranes organiques. Leur domaine d'application est donc limité à la production de produit à forte valeur ajoutée et/ou à la filtration dans des conditions sévères de température ou d'environnements chimiques (milieu oxydant, nettoyages intensifs).

#### **B.4.2.1. Céramiques**

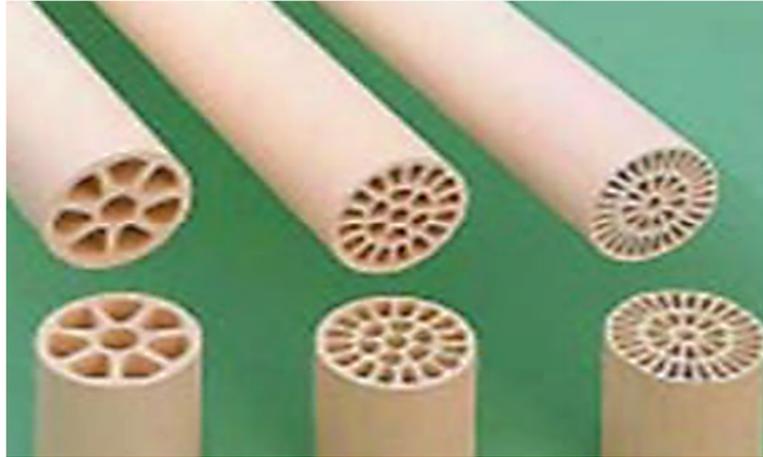
Il s'agit de membranes composées d'oxyde métallique (oxyde d'aluminium, de titane ou de zirconium...) seul ou en mélange. Elles sont formées de couches successives de particules de taille décroissante. Le support est généralement constitué d'alumine  $\alpha$  ayant des pores de l'ordre du micromètre et plus. La couche active est constituée d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ( $\alpha$  ou  $\gamma$ ), de zircone ( $\text{ZrO}_2$ ) ou d'oxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ) [41].

##### **B.4.2.1.1. Avantages**

- Bonne résistance à températures élevées (jusqu'à 300 °C).
- Résistantes à hautes pressions.
- Longue durée de vie.
- Très bonne résistance chimique.
- pH compris entre 0 et 14.
- Compatibilité avec les solvants organiques et les rayonnements ionisants [41].

##### **B.4.2.1.2. Inconvénients**

- Leur coût est élevé.
- Elles ne se présentent que sous forme de membrane tubulaire ou plane. Dans le cas de membranes tubulaires, il s'agit généralement de membrane à canaux multiples [41].



**Figure B.3.** Modules en céramique.

## **B.5. Type de membranes**

### **B.5.1. par leur nature**

Les membranes sont fabriquées à partir de différents matériaux, de type organique ou minéral. Les membranes minérales ou céramiques sont de type composite (zircone  $ZrO_2$  sur support carbone macroporeux ou sur alumine  $Al_2O_3$ , ou oxyde de titane  $TiO_2$  sur alumine ou encore totalement en carbone ou en alumine). 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. Elles ont une excellente résistance chimique, mécanique et surtout thermique [42, 43].

Les membranes organiques sont fabriquées à partir de polymères. Les dérivés cellulosiques restent encore très utilisés, ainsi que les polyamides (en OI et NF). D'autres polymères, tels les poly acrylonitriles (PAN), les poly sulfonés (PS) et les poly fluorures de vinylidène (PVDF) sont de plus en plus répandus car ils résistent mieux à l'oxydation, au pH ou à la température [44, 45].

### **B.5.2. par leur porosité**

#### **B.5.2.1. Membranes poreuses**

Ce type de membrane est similaire par sa 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 particules plus grosses que les pores sont toutes retenues [42, 46, 47], celle de taille comprise entre 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. En général, seulement les molécules qui diffèrent largement de taille peuvent être séparées par des membranes poreuses, par exemple en microfiltration ou ultrafiltration [42, 48].

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 un diamètre compris entre 2 et 50 nm dans le cas des mésopores.
- Soit une taille supérieure à 50 nm dans le cas des macropores [45, 49].

Le mécanisme de transfert de matière sous l'effet de la pression est exclusivement convectif pour le solvant, celui n'entraîne avec lui que les espèces dont la taille est plus petite que celle des pores (effet tamis) [50].

### **B.5.2.2. 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 [51]. Ainsi, une membrane dense peut séparer des composés de taille voisine si leur solubilité (concentration dans la membrane) diffère.

Dans une membrane dense, lorsque les pores se réduisent aux espaces libres situés entre les chaînes de polymères, leur taille est voisine de celles des molécules organiques simples ou des ions hydratés. L'effet tamis devient donc négligeable [50].

### **B.5.3. par leur fabrication**

#### **B.5.3.1. Membranes anisotropes (ou asymétriques)**

Préparées à partir d'un même matériau, elles sont constituées de deux couches superposées : une <<peau>> de très fine épaisseur (0,1 à 1  $\mu\text{m}$ ) et une sous couche poreuse beaucoup plus épaisse (100 à 300  $\mu\text{m}$ ) souvent elle-même renforcée par un support textile.

Les propriétés de séparation de ces membranes sont liées essentiellement à celle de la <<peau>>, la sous couche poreuse assure la tenue mécanique sans opposer de résistance au transfert de matière.

Quand les membranes prennent la forme de fibre creuse, on parle de peau interne si celle-ci tapisse le lumen de la fibre, ou de peau externe si elle est située sur la face externe de ladite fibre [16].



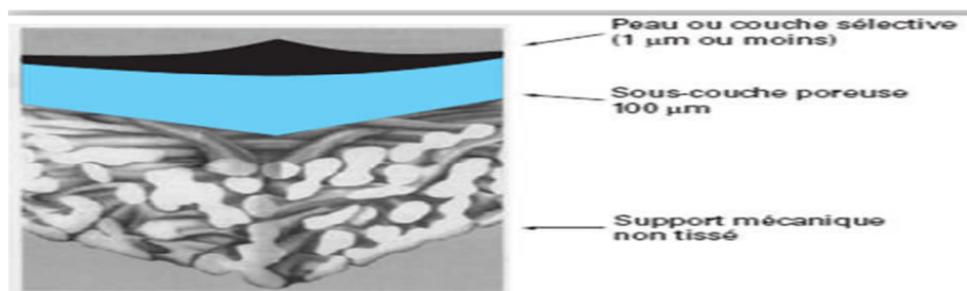
**Figure B. 4.** Coupe d'une membrane asymétrique [16]

### B.5.3.2. Membranes symétriques

Ces membranes sont caractérisées par une microstructure homogène dans toute l'épaisseur. Elles peuvent être poreuses ou denses [16].

### B.5.4. Membranes composites

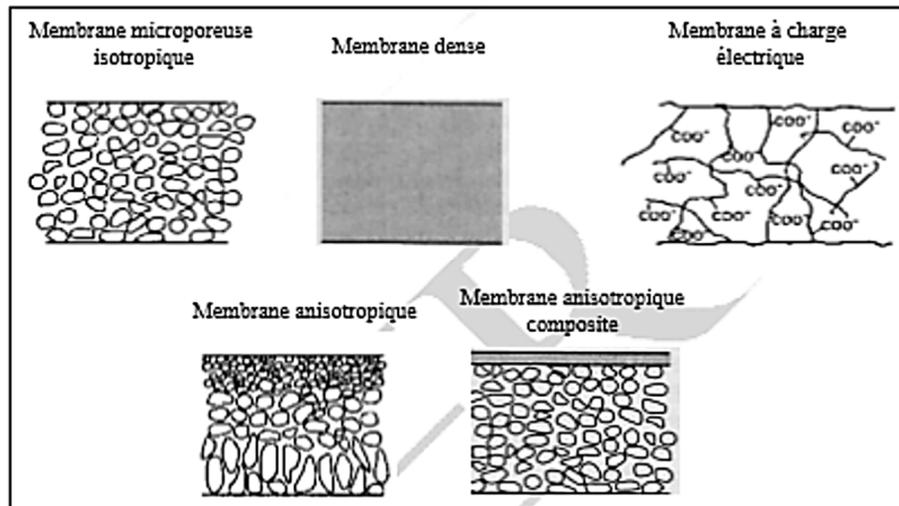
Les membranes mixtes dites composite qui sont apparues il y a une dizaine d'années, sont composées d'un support déposé une membrane elles sont caractérisées par une structure asymétrique dont la couche active est beaucoup plus fine que celle des membranes classiques non composites et par une superposition de plusieurs couches différenciées soit par leur nature chimique, soit par leur état physique. Elles peuvent être organiques, organo-minérales ou minérales. [52]



**Figure B.5.** Représentations schématiques d'une membrane composite.

### B.5.5. Membranes échangeuses d'ions

Elles fonctionnent sur le principe du rejet d'ions grâce à leur charge. Les techniques d'électrodialyse, la dialyse et l'électro-désionisation font appel à cette technologie. Leur principal domaine d'application actuel est le dessalement de l'eau et le traitement des effluents des installations de protection et de décoration des métaux [40].



**Figure B. 6.** Descriptions des différents types de membrane.

## B.6. Caractérisation des membranes

On a grandes notions qui permettent de caractériser les membranes :

### B.6.1. Le taux de conversion

Dans le cas des techniques à membrane, l'écoulement du fluide à filtrer peut être continu et tangentiel. La fraction de débit du liquide qui traverse la membrane est appelée taux de conversion de l'opération de séparation [40].

### B.6.2. la sélectivité

La sélectivité d'une membrane est, en général, définie par le taux de rejet (appelé aussi taux de rétention) de l'espèce que la membrane est censée retenir :

Il s'agit de la masse molaire (g/mol) correspondant à une rétention pratiquement totale (90 % le plus souvent) d'une macromolécule déterminée. Cette notion de seuil de coupure n'a pas de sens dans le cas de l'osmose inverse ni microfiltration [40].

### B.6.3. Durée de vie

Chaque membrane a une durée de vie, au-delà de laquelle, la membrane ne sera pas performante (chute de rendement et de performances, dégradation de l'état, usures...) [40].

### B.6.4. Perméabilité

Elle représente le flux volumique ou massique traversant la membrane par unité de surface membranaire [40].

### B.6.5. Résistance

Vis à vis la pression, la température et les agents chimiques. Nous notons que la sélectivité et la perméabilité dépendent directement de la pression et de la température. Une membrane, est utilisée toujours dans les limites bien définies de P, T et pH [40].

### B.7. Géométrie des membranes

#### B.7.1. Modules à plaques

L'assemblage de membranes planes et de cadres séparateurs plans ou de plaques, ainsi que de dispositifs d'amenée et d'évacuation des fluides et, éventuellement, d'électrodes.

L'épaisseur des canaux d'écoulement tangentiel est située dans la gamme de 0,5 à 3 mm et la capacité du module est de 100 à 400m<sup>2</sup> /m<sup>3</sup> (m<sup>2</sup> de membrane/m<sup>3</sup> de volume occupé par le module). Ils peuvent être installés en série ou en parallèle. (Voir figure B.7.) [50].

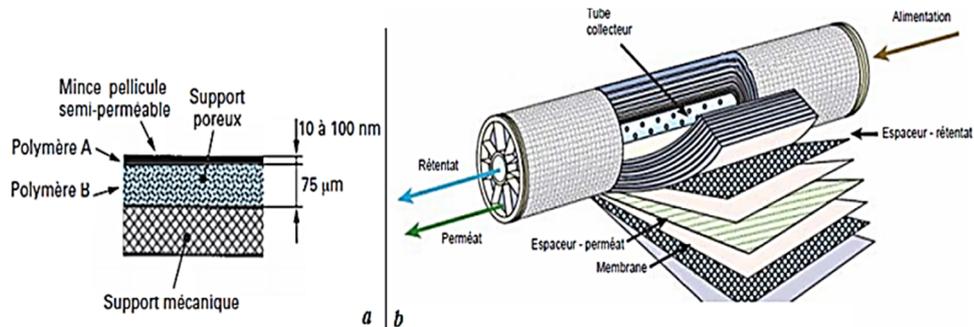


Figure B.7. Modules à plaques [50].

#### B.7.2. Modules spiralés

Les feuilles de membranes planes et les divers séparateurs et drains intercalaires sont enroulés en spirale autour d'un tube collecteur de perméat. Un module industriel peut avoir un diamètre de 100 mm ou 200 mm et sa longueur habituelle est de 1m. Ceux-ci sont beaucoup plus compacts que les modules à plaques (700 à 1000m<sup>2</sup> /m<sup>3</sup>) [50].

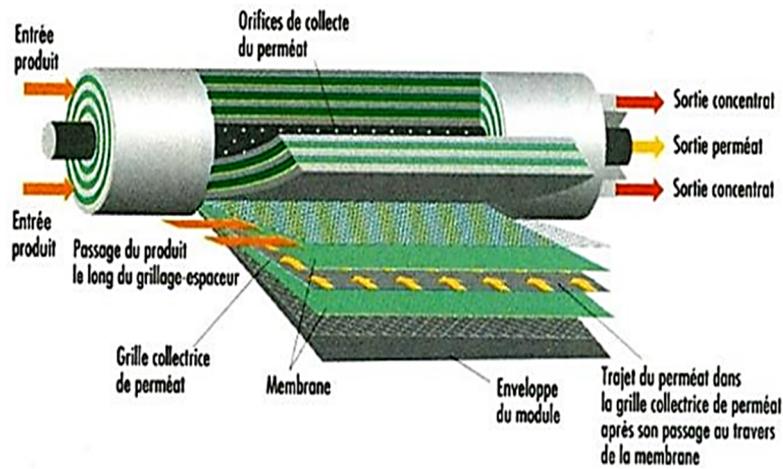


Figure B. 8. Schéma du module spiral.

### B.7.3. Modules tubulaires

Le module tubulaire comporte une ou plusieurs membranes de forme tubulaire, en général rectilignes, ayant des diamètres internes entre 6 et 25 mm. Plusieurs tubes individuels peuvent être placés dans un manchon en PCV ou en acier inoxydable (figure B.9.) [50].

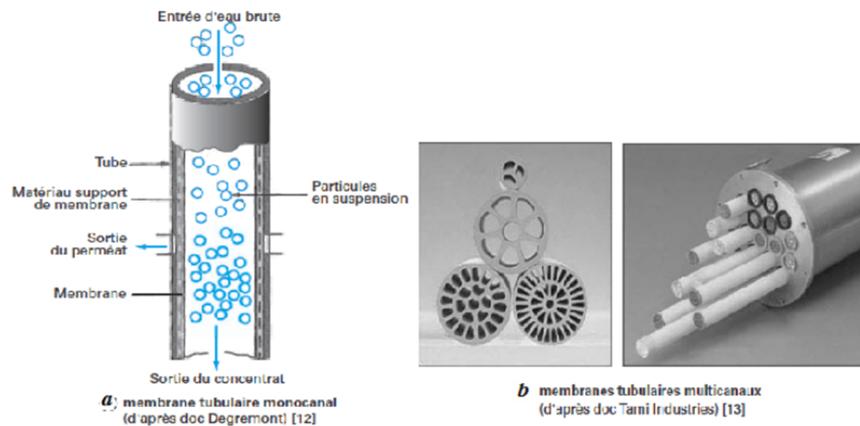
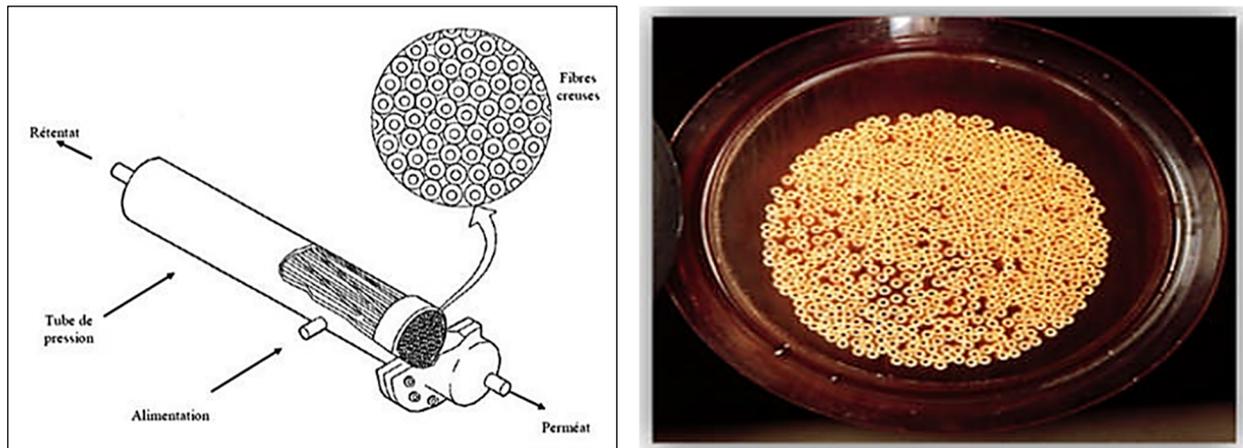


Figure B.9. Modules tubulaires [50].

### B.7.4. Modules à fibres creuses

Ces modules sont constitués de quelques milliers jusqu'à plusieurs millions de membranes tubulaires de très petit diamètre (2 mm) appelées fibres creuses. La capacité de ces modules varie de 1000 à 10000m<sup>2</sup> /m<sup>3</sup> [50].



**Figure B. 10.** Schéma du module fibres creuses .

**Tableau B.1.** Tableau comparatif entre les différents modules [53].

Configuration	Avantage	Inconvénient
Module tubulaire	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Facilité de nettoyage</li> <li>– Matériel au point</li> <li>– Facilité de remplacement d'un tube défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Volume morte important</li> <li>– Modules assez chers</li> <li>– Pertes de charges parasites dans les connexions, entre tubes</li> </ul>
Module plan	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Volume morte peu important</li> <li>– Intéressant pour les solutions à forte viscosité</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Nécessite une préfiltration</li> <li>– Risques de colmatage importants</li> <li>– Pertes de charge importantes</li> </ul>
Module spirale	<ul style="list-style-type: none"> <li>-prix peu élevé</li> <li>-disposition compacte</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Risques de colmatage</li> <li>– Nettoyage et désinfection difficiles</li> <li>– Impossibilité de démontage</li> </ul>
Fibre creuse	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Prix élevé</li> <li>– Très compact</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Utilisation seulement en osmose inverse pour le traitement des eaux</li> </ul>

## B.8. Les procédés de séparation par membranes et leur application

De nos jours Les procédés de séparation par membrane doivent être considérés comme des technologies avancées et avantageuses à l'usage.

Le développement des méthodes de séparation membranaire pour le traitement des effluents industriels est en pleine expansion depuis dix ans [54].

Les processus membranaires peuvent être classés suivant la nature des membranes utilisées, selon les types de solutés qu'ils sont capables de séparer ou encore, et suivant leur force motrice. Nous avons choisi de présenter les principaux procédés existants [55].

### B.8.1. L'osmose inverse

L'osmose inverse utilise des membranes denses qui laissent passer l'eau et arrêtent tous les sels.

Cette technique est utilisée pour.

- Le dessalement des eaux de mer.
- Le dessalement des eaux saumâtres.
- La production d'eau ultra pure.
- La production d'eau de process...

Le phénomène d'osmose est un phénomène qui tend à équilibrer la concentration en solutés de part et d'autre d'une membrane semi-perméable. Le phénomène d'osmose est un phénomène naturel courant, notamment à travers les membranes cellulaires.

La membrane semi-perméable laissera passer le solvant (le soluté ne passe pas) pour équilibrer la concentration. La différence de concentration crée une pression, appelée pression osmotique. Pour inverser le passage du solvant et augmenter la différence de concentration, il faut appliquer une pression supérieure à la pression osmotique [42].

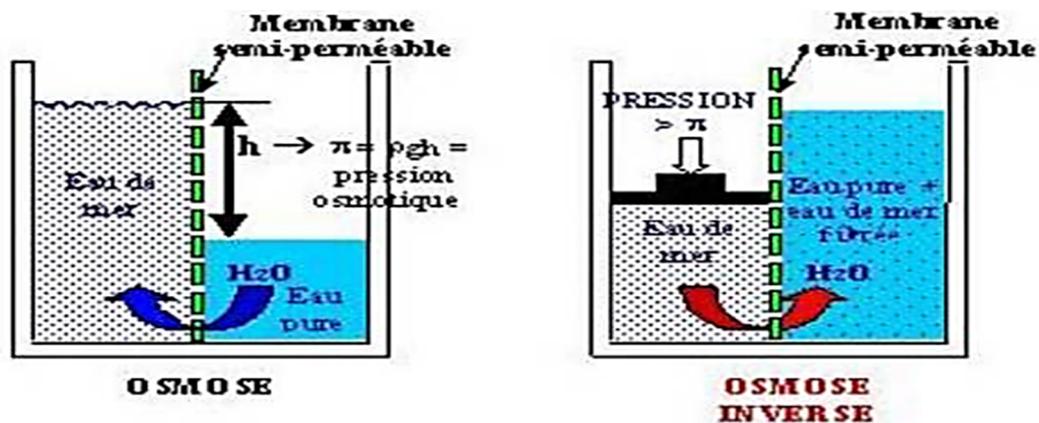


Figure B.11. Principe de l'osmose et de l'osmose inverse.

### B.8.1.1. Applications de l'osmose inverse

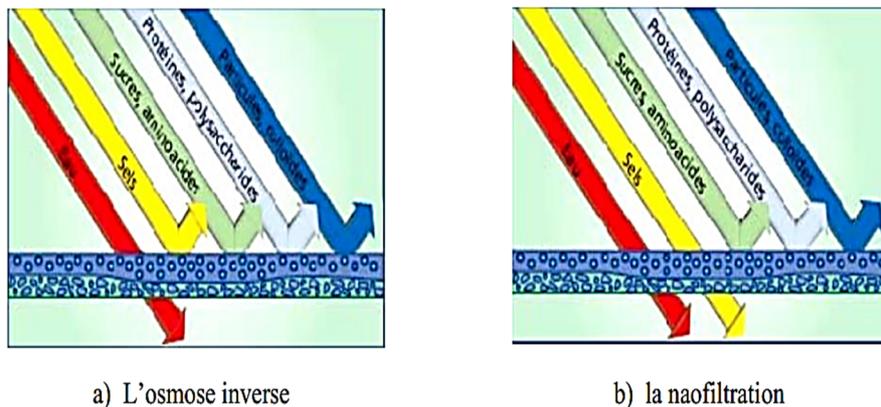
- Concentration de lactosérum de sang, de blanc, d'œuf de sève, d'érable, dessalement des eaux [37].

### B.8.2. La nanofiltration

Cette technique se situe entre l'osmose inverse et l'ultrafiltration. Elle permet la séparation de composants ayant une taille en solution voisine de celle du nanomètre (soit 10 Å) d'où son nom. Les sels ionisés monovalents et les composés organiques non ionisés de masse molaire inférieure à environ 200 - 250 g/mol ne sont pas retenus par ce type de membrane. Les sels ionisés multivalents (calcium, magnésium, aluminium, sulfates...) et les composés organiques non ionisés de masse molaire supérieure à environ 250 g/mol sont, par contre, fortement retenus [52].

#### B.8.2.1. Applications de nanofiltration

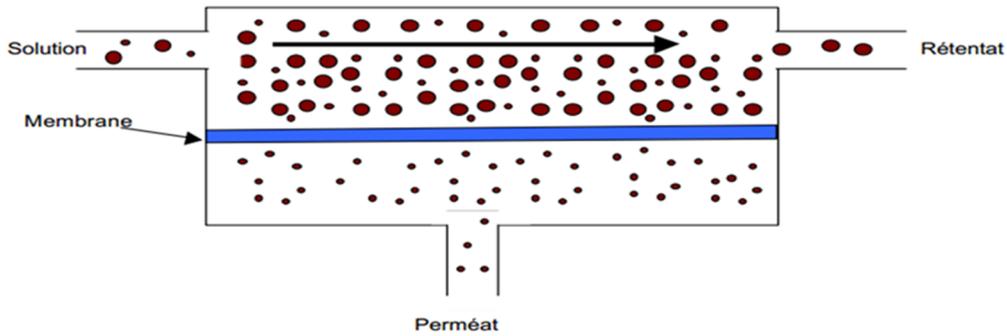
- Séparation et concentration d'antibiotique.
- Fractionnement d'acide aminé.
- Adoucissement l'eau potable.
- Concentration et déminéralisation du lactosérum [37].



**Figure B.12.** Schéma des procédés de filtration membranaire (l'osmose inverse et la nano filtration).

### B.8.3. L'ultrafiltration

L'ultrafiltration utilise des membranes microporeuses dont les diamètres de pores sont compris entre 1 et 100 nm. De telles membranes laissent passer les petites molécules (eau, sels) et arrêtent les molécules de masse molaire élevée (polymères, protéines, colloïdes). Pour cette raison, cette technique est utilisée pour l'élimination de macrosolutés présents dans les effluents ou dans l'eau à usage domestique, industriel (électronique) ou médical [52].



**Figure B.13.** Principe de l'ultrafiltration.

#### **B.8.3.1. Applications de L'ultrafiltration**

- Concentration de protéines clarification et stabilisation de mouts, jus.
- Traitements des effluents (saumure) [37].

#### **B.8.4. Microfiltration tangentielle**

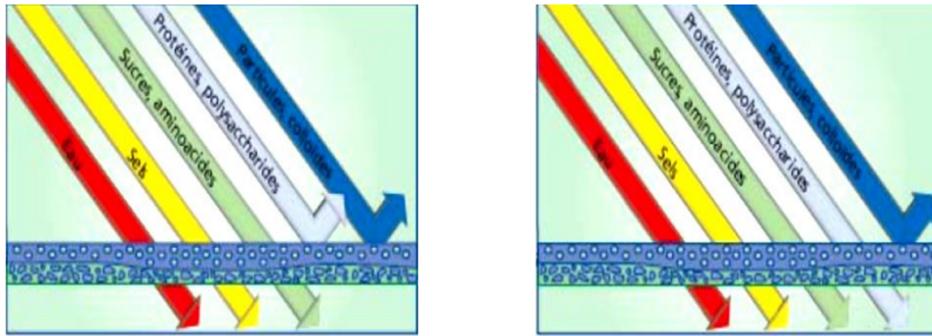
Ce procédé de séparation solide-liquide met en œuvre des membranes dont les diamètres de pores sont compris entre 0,1 et 10 $\mu$ m. Il permet donc la rétention des particules en suspension, des bactéries et indirectement des colloïdes et de certains ions après fixation de ces derniers sur des plus grosses particules obtenues par complexation, précipitation ou floculation [56].



**Figure B.1 4.** Membranes de microfiltration.

#### **B.8.4.1 Applications de Microfiltration.**

- Epuration bactérienne du lait.
- Fractionnement des globules gras du lait.
- Fractionnement de protéines.
- Traitement d'émulsions huile /eau [37].



c) L'ultrafiltration

d) La microfiltration

**Figure B.15.** Schéma des procédés de filtration membranaire (l'ultrafiltration et la microfiltration).

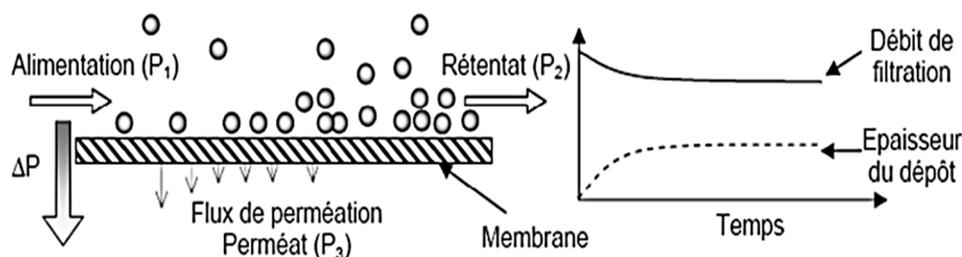
## B.9. Principe de séparation membranaire

Les procédés membranaires peuvent fonctionner suivant deux modes de filtration.

### B.9.1. Filtration tangentielle

En filtration tangentielle, le fluide circule parallèlement à la surface de la membrane avec une vitesse moyenne  $V$ , imposant ainsi un gradient de cisaillement à la surface de la membrane qui limite ainsi l'accumulation de matière. En filtration tangentielle lors d'un changement de pression, les espèces arrivant près de la membrane ainsi que le dépôt (dans le cas où il y en a un) mettent un certain temps à se construire, durant cette phase, le flux décroît.

Ensuite, un équilibre peut être atteint et le flux peut se stabiliser dans un état stationnaire. La filtration tangentielle est souvent utilisée en industrie car elle permet de travailler, une fois que le régime est établi (entre quelques minutes et quelques heures), avec un flux de perméation à peu près constant. La filtration tangentielle est par contre utilisée quasi systématiquement lorsque les fluides ont des taux de MES élevés [57].

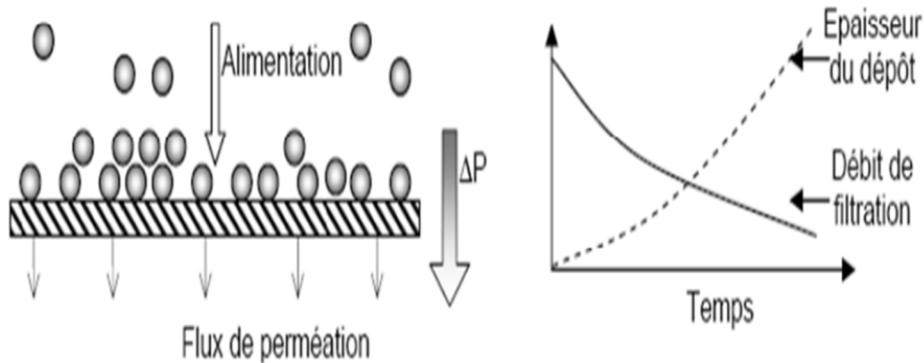


**Figure B.16.** Principe de fonctionnement de la filtration tangentielle.

### B.9.2. Filtration frontale

La filtration frontale est une technique qui nécessite un faible investissement, et des coûts énergétiques de fonctionnement qui sont faibles par rapport à la filtration tangentielle.

Par contre, ce type de fonctionnement permet essentiellement de filtrer des suspensions qui sont considérées comme faiblement colmatant dans un secteur d'activité donné [57].



**Figure B.17.** Présentation de fonctionnement de la filtration frontale.

### B.10. Avantages et inconvénients des procédés membranaires

Dans la plupart des cas, les techniques à membranes se trouvent en concurrence, pour une application donnée, avec des procédés plus conventionnels. Il nous a donc semblé intéressant de résumer, leurs avantages ainsi que leurs inconvénients.

#### B.10.1. Avantages des techniques à membranes

- Une absence de changement de phase, donc une moindre dépense énergétique comparée à des opérations comme la distillation ou l'évaporation.
- Accumulation nulle de constituants dans la membrane, d'où un fonctionnement quasiment en continu, n'ayant pas besoin de cycle régénération comme en échange d'ion. Des arrêts sont cependant nécessaires pour le nettoyage périodique des membranes.
- Excellente qualité d'eau traitée, « 0 » MES, en toutes circonstances.
- Compacité : les surfaces d'implantation des membranes sont largement inférieures aux ouvrages classiques (décanteur), d'où la possibilité de construire des unités de traitement sur des terrains exigus.
- Intégration architecturale : grâce à la compacité des ouvrages, cela permet une meilleure insertion dans le site [58].

#### B.10.2. Inconvénients des techniques à membranes

- Colmatage des membranes, qui se traduit, en général, par une baisse de la perméabilité et une modification de la sélectivité qui n'est pas toujours souhaitable.

- Sélectivité imparfaite des membranes : elle n'est jamais égale à 100 % sauf peut-être en microfiltration.
- Durée de vie des membranes limitée, soit par perte de résistance mécanique, soit par suite d'une mauvaise tenue aux réactifs utilisés pour le nettoyage.
- Nécessité de faire circuler le liquide à filtrer tangentiellement à la membrane à des vitesses relativement élevées, ce qui implique des pompes de grande taille et de consommations d'énergie élevées [58] .

**B.11. Référence**

- [1] ZERRAR. L ; KAHIL. C ; Traitement des polluants organiques en milieux aqueux : Etude expérimentale et théorique. Mémoire de Master 2017 ; Université de Mouloud Mammeri de Tizi-ouzou.
- [2] Jeng H. (2007). Encyclopedia of Cancer and Society. Ed. Graham Colditz. , Los Angeles: Sage Publications Inc. 2: 695-697
- [3] Nsikak Benson. ( 2008). Encyclopedia of Global Warming and Climate Change. Ed. S. Philander. Vol 3. Thousand Oaks. CA: Sage Publications Inc .3 :813-817
- [4] Park Chris. ( 2007 ). A Dictionary of Environment and Conservation : water pollution. Oxford University Press, 2007. Oxford Reference Online [www.oxfordreference.com.edlis.ied.edu.hk/views/ENTRY.html?subview=Main&entry=t244.e8816](http://www.oxfordreference.com.edlis.ied.edu.hk/views/ENTRY.html?subview=Main&entry=t244.e8816)
- [5] Yagouba, DIALLO (Evaluation de la pollution des ressources en eau superficielle de la ville de ouagadougou : établissement d'un profil des sources de pollution et proposition de solution de mitigation), Mémoire d'ingénieur, ouagadougou-Burkina Faso, juin 2005.
- [6] A. Belaroussi, S. Belkacem Saadoun, «Etude d'extraction de colorant par adsorption sur des substances naturelles», mémoire de fin d'étude, Université M. Boudiaf, Oran, 2013 2014.
- [7] Galaf F et S. Ghanna M, (2003). « Contribution à l'élaboration d'un manuel et d'un site Websur la pollution du milieu marin ». Mémoire d'ingénieur d'état. Université.
- [8] Zeghoud. M S ; Etude de système d'épuration des eaux usées urbaines par lagunage naturel de village de Méghibra . Mémoire de Master 2014 ; Université d'El-Oued.
- [9] Encyclopedia,(1995) . Industrial chemistry, Water in Ull man's, Wiley-VCH Verlags, vol.8. épuration. Techniques, Sciences et Méthodes, 2 : 81-118.
- [10] Mayet J., (1994), « La pratique de l'eau, Traitements aux points d'utilisation, le Moniteur» 2<sup>ème</sup> Edition, p382, Paris.
- [11] Keck G. et Vernus E, (2000)., « Déchets et risques pour la santé », Techniques de l'Ingénieur, Paris, 2450p.
- [12] Baumont S, Camard J-P, Lefranc A, Franconie A, (2004), Réutilisation des eaux usées: risques sanitaires et faisabilité en Île-de-France. Rapport ORS, 220p.
- [13] Asano T, (1998). Wastewater reclamation and reuse. Water quality management library, 1475p.
- [14] Faby J.A., Brissaud F, (1997). L'utilisation des eaux usées épurées en irrigation. Office
- [15] DAHOU. N ; Traitement membranaire des rejets industriels. Mémoire de Master 2016 ; Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem.

- [16] Mémento technique de l'eau. Sté Degrémont. Ed. Technique et Documentation, Paris (2005) 5-8 p.
- [17] Durend Roger. (2001). L'eau et la vie .Opéra .Nantes .p 76 -86.
- [18] Martin Elizabeth ., Hine Robert.(2008). A Dictionary of Biology .Oxford University Press. Reference Online
- [19] Boeglin Jean-Claude. (2001) Propriétés des eaux naturelles.Dossier N° G1110. Environnement Technologies de l'eau. Technique de l'ingénieur.
- [20] Belhamid Mohamed, Seddik Oussama. "Étude De La Biodégradation Du 2,4 Dichlorophénol Par Le Microbiote Des Effluents d'entrée Et De Sortie De La Station d'épuration Des Eaux Usées d'ibn Ziad".Mémoire de magister de l'université De Mentouri-Constantine.P 10-12 ,2011.
- [21] Kir Oussama Lechelah Ahmed Fawzi. "caracterisation des eaux usees urbaines de la ville d'el oued et élimination de leur pollution a l'aide de matériaux a base d'argile". Thèse de magister de l'université Kasdi Merbah Ouargla. P2-3-4 ,2013
- [22] Lakhdari bouazza. " Effet de la coagulation-floculation sur la qualité des eaux épurées de la STEP de Ain El Houtz".Mémoire de magister de l'université Abou Bekr Belkaid – Tlemcen P 23-24,2011.
- [23] Jean-Louis Bandu. Centre universitaire de Moncton. "Étude des options de traitement secondaire des eaux usées pour la région du Grand Moncton ".Article de Moncton 19,1991.
- [24] Benyoub Assia. "Traitements des eaux usées urbaines par Coagulation-floculation et décantation" .Memoire de doctorat de l'université des sciences et de la technologie D'Oran 'Mohamed Boudiaf. P51-52-,2014.
- [25] Meinck (F.), stoof (J.) et kohlschuetter (H.). – Les eaux usées industrielles. Masson éd., Paris, 1977.
- [26] Mémento technique de l'eau. Sté Degrémont. Ed. Technique et Documentation, Paris 1989.
- [27] MAHMOUDI. S ; Traitements des effluents liquides par des membranes en céramique. Mémoire de Master 2015 ; Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem.
- [28] Henri Aussel et colette le bacle et Graziella Domier . "Le traitement des eaux usées".Article p1,2. novembre 2004.
- [29] Soumia AMIR. " Contribution A La Valorisation De Boues De Stations D'épuration Par Compostage : devenir des micropolluants Métalliques et organiques et bilan humique du compost".Thèse de doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse. P4- ,2005.

- [30] CHOUGUI. A ; Application des membranes dans la filtration des polluants liquides. Thèse de doctorat 2015 ; Université Abdelhamide Ibn Badis-Mostaganem.
- [31] NECHAD. A ; Elaboration d'une membrane de filtration d'eau à base de polyéthylène basse densité et de gypse de bouzgaia ; Mémoire de magister 2009 ; Université Hassiba benbouali de chlef.
- [32] Audinos. R ; Isoard. P ; Glossaire des termes technique des procédés à membranes ; Société française de filtration ; 1986 ; p 142.
- [33] Mallevalle J., Odendaal P.E., Wiesner M.R., The emergence of membranes in water and waste water treatment, In: Water Treatment Membrane Process, Chapitre 1, McGraw-Hill, 1996 10 p.
- [34] Mulder. M. (1996). Basic Principles of Membrane Technology [S.I.] Springer.
- [35] Chabane. M. (2015). Etude de la résistance au colmatage et de la rétention des composés toxiques par membranes. Thèse de doctorat. Université Aboubekr belkaid .Tlemcen .
- [36] Aoufi. B. (2016). Extraction par nanofiltration du cuivre (II) et fer (III) et leurs mélanges. Mémoire. Université Aboubekr belkaid .Tlemcen.
- [37] Alfa. A, Ph.D. (2008). Procédés de séparation membranaire et leur application dans l'industrie alimentaire. revue de littérature. Saint-Norbert d'Arthabaska, ACER.
- [38] Cheryan M (1998), Ultrafiltration and microfiltration handbook , Technomic , Lancaster , Pa.
- [39] Audinos R , Les membranes artificielles , Presse Universitaire de France ( 1 9 83 ) .
- [40] RAHAL. S ; TRAITEMENT MEMBRANAIRE DES REJETS INDUSTRIELS. ; Mémoire de master 2017 ; UNIVERSITE ABD EL-HAMID IBN BADIS MOSTAGANEM.
- [41] REMIGY J. :« filtration membranaire (OI, NF, UF) présentation des membranes et modules ». Référence W4090: <http://www.techniques-ingenieur.fr>. Consulté le : 16/12/2012.
- [42] Aïmar P. Filtration membranaire (OI, NF, UF) – Mise en oeuvre et performances. Technologies de l'eau. Techniques de l'ingénieur. W 4 110,2006.
- [43] Audinos R. Membranes sémi-perméables – Membranes d'osmose inverse. Traités constants physicochimiques. Techniques de l'ingénieur. K 362,2000.
- [44] Turpie D.W.F., Steenkamp C.J., Townsend R.B., Industrial application of formed-in-place membrane ultrafiltration and automated membrane forming in treatment and recycle
- [45] Loeb S, Sourirajan S. Sea Water demineralization by means of a semi permeable membrane .UCLA Water Resources center Raport WRCC-34, Los Angeles, California ,1960.

- [46] Cogo E., Optimisation du stade d'ozonation de la pâte à papier kraft en vue de son intégration dans une séquence de blanchiment sans chlore, 212p, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 1995, n°1091.
- [47] Nielsen C.E., Membrane filtration for strong effluents, Water Management International (Water and Wastewater Treatment), 1995, P.77-80
- [48] APTEL P. Filtration membranaire (OI, NF, UF) – Applications en traitement des eaux. Technologies de l'eau. Techniques de l'ingénieur, (2006, W 4 120).
- [49] Singh S, Khulbe KC, matsuura T, ramamurthy P. J Membrane sci 168 ,2000.
- [50] MAHMOUDI. S ; Traitements des effluents liquides par des membranes en céramique. Mémoire de Master 2015 ; Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem.
- [51] AIMAR P. et DAUFIN G. Séparations par membrane dans l'industrie alimentaire Pour en savoir plus. Traité Agroalimentaire. Techniques de l'ingénieur. F 3 250,2004
- [52] Berland. J.M. (2002). Les procédés membranaires pour le traitement de l'eau. Document technique fndae.
- [53] A. REARN, G.CUEILLE, S. MIRABEL, Symp future industrial prospects of membranes processes comission of the communities, ,Brussels,6-7 decemdre (1988), 31-41
- [54] Cartwright P.S. (1992) .Industrial waste water treatment with membranes: a united states perspectives, Wat. Sci. Tech., 10, 373-390
- [55] Valérie. j. v. (1999). demineralisation par electrodialyse en presence d'un complexant application au lactoserum. Thèse. Laboratoire de Chimie Agro-Industrielle. Toulouse.
- [56] MENDRET J. :« mise au point de méthodes de caractérisation du colmatage de membranes : application a la caractérisation in situ d'un dépôt particulaire en ultrafiltration frontale en lien avec les performances du procédé et de l'environnement ». Université de Toulouse, 2007. <http://eprint.insa-toulouse.fr>. Consulté le : 14/02/2013.
- [57] BENJAMIN E. :« Approche théorique et expérimentale de la filtration tangentielle de colloïdes : flux critique et colmatage ». Thèse de doctorat, université de Toulouse, 2003. <http://wiesner.cee.duke.edu>. Consulté le : 25/06/2013.
- [58] BOUYER D. : « procédés d'élaboration de membranes par séparation de phase ». Référence J2799 | Date de publication : 10/12/2011 |: <http://www.techniques-ingenieur.fr>. Consulté le : 26/02/13.

Chapitre –II–

---

Matières premières Argileuses

## II.1. Généralités sur les argiles

L'argile sont des minéraux naturels, présente depuis la formation de la Terre, est utilisée par l'homme depuis des millénaires [1]. Contrairement à ce que l'on peut penser il n'existe pas une mais des argiles. [2] L'utilisation des argiles, et des matériaux à base d'argiles, s'est développée dans de nombreux secteurs d'activité [1].

On les retrouve partout, dans la construction, l'alimentation animale et humaine, le plastique, la pétrochimie, dans le milieu de la santé,... Ces roches ont prouvé leurs capacités à maintes reprises. Oubliées en médecine, céramiques, moules pour la métallurgie, fabrication des ciments, extraction, textile, agriculture, papeterie, leurs applications nombreuses en thérapeutique méritent un retour sur le devant de la scène [2].

### II.1.1. Définition

Les argiles sont des composés minéraux fins, [3], Ces minéraux sont des silicates d'alumines, formés d'un empilement de feuillets, d'où leur appellation de phyllite ou d'agrégats fibreux dont la dimension moyenne est de  $2\mu\text{m}$  [4].

### II.1.2. La structure des argiles

Est en feuillet et chaque feuillet est constitué par une couche et chaque couche est formée par l'empilement de plans d'anions et de cation associé, des études montrent que ces couches ne que des chaines tétraédrique et octaédrique [5], par ailleurs les études en montre qu' il existe aussi un espace entre les feuilles s'appelle un espace interfoliaire.

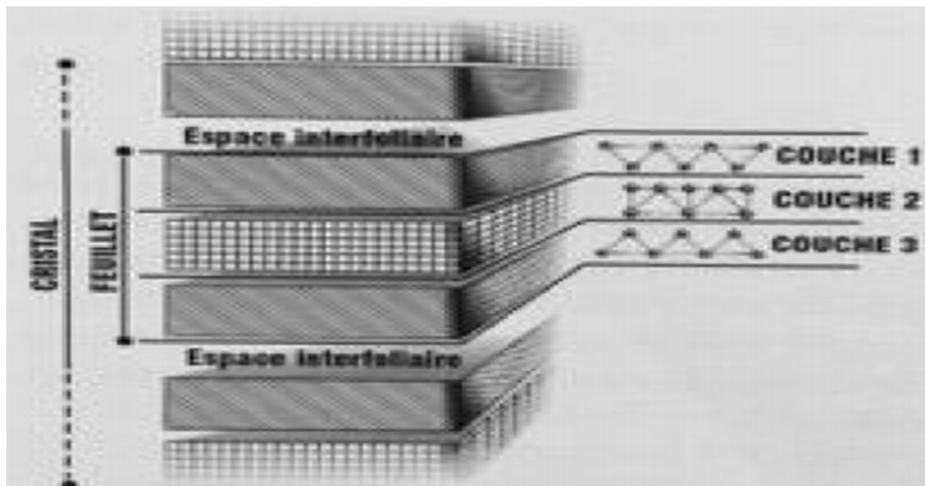


Figure II.1. Structure d'une argile [6].

#### II.1.2.1. La maille

La structure d'un Maille élémentaire peut être décrite par la translation dans les trois directions de l'espace d'une unité de volume élémentaire appelée maille cristalline.

La maille cristalline constituée par l'association de deux unités structurales de base : le tétraèdre de silice et l'octaèdre d'alumine et éventuellement de magnésium [7].

### II.1.2.1. 1. Couche tétraédrique (coordinance 4)

Elle est formée par des tétraèdres composés de quatre oxygènes et d'un cation central  $\text{Si}^{+4}$  ( $\text{SiO}_4^{4-}$ , dominant) et/ou  $\text{Al}^{3+}$  ( $\text{AlO}_4^{5-}$ , fréquent) et/ou  $\text{Fe}^{3+}$  ( $\text{FeO}_4^{5-}$ , occasionnel). Les tétraèdres sont liés par la mise en commun de trois sommets sur quatre (oxygène basaux, le quatrième étant l'oxygène apical). Les oxygènes basaux forment un plan d'oxygène de symétrie hexagonale. La formule générale de cet ensemble est  $n [(\text{Si}_2\text{O}_5)^{-2}]$  [8].

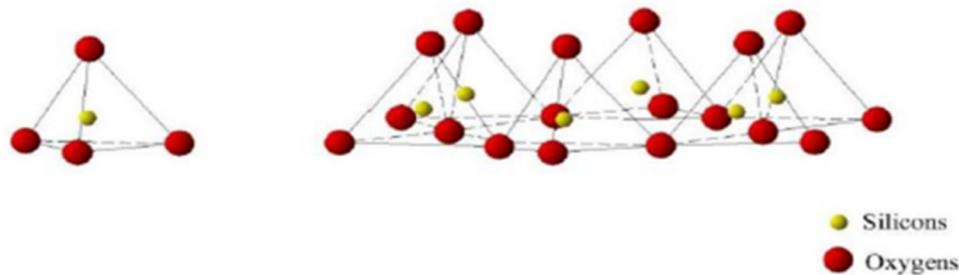


Figure II. 2. Eléments structuraux des tétraèdres.

### II.1.2.1. 2. Couche octaédrique (coordinance 6)

Elle est formée par des octaèdres composés de six oxygènes et/ou hydroxyles et d'un cation central généralement  $\text{Al}^{3+}$  et/ou  $\text{Fe}^{3+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  et/ou  $\text{Fe}^{2+}$ .

Si tous les sites octaédriques sont occupés, principalement par les cations bivalents, chaque anion est partagé entre trois octaèdres voisins. La couche est dite trioctaédrique.

Si les cations des octaèdres sont principalement trivalents, deux sites sur trois sont occupés, chaque anion est partagé entre deux octaèdres voisins. La couche est dite dioctaédrique. La formule générale de ce groupement est  $n [\text{Al}_2(\text{OH})_6]$  ou  $n [\text{Mg}_3(\text{OH})_6]$  [8].

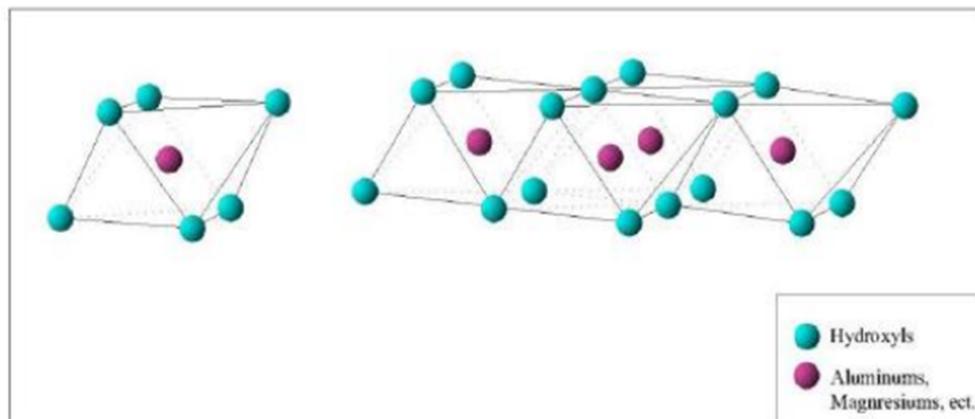


Figure II. 3. Eléments structuraux des octaèdres.

### II.1.2.2. Les feuillets

Les feuillets sont les unités structurales de base définissant la nature minéralogique, l'appartenance au type d'argile, les propriétés physico-chimiques ainsi que le comportement macroscopique. Séparés les uns des autres par une quantité d'eau variable, ils sont regroupés parallèlement au sein d'édifices que nous appellerons particules [9].

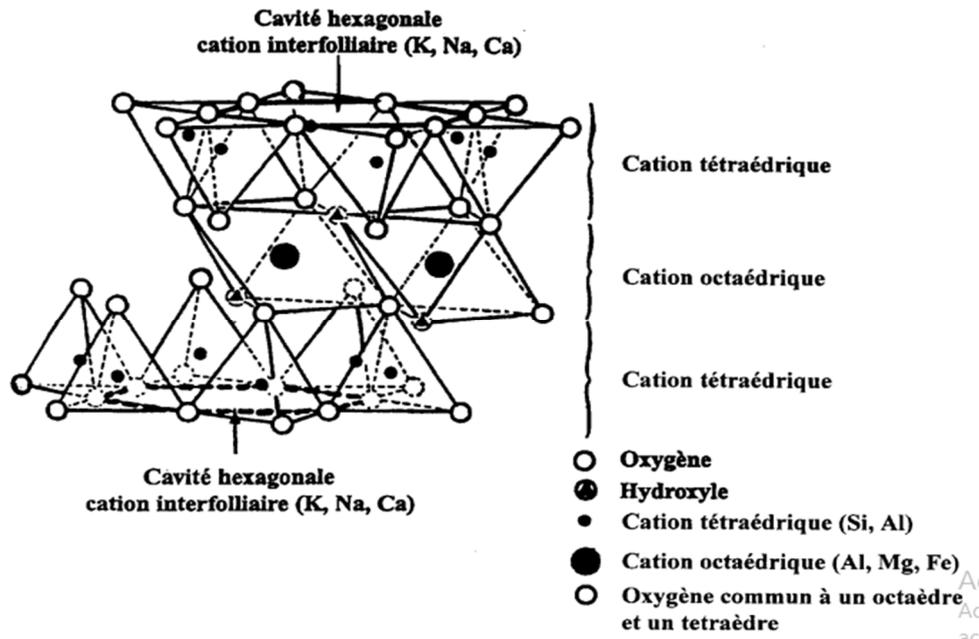


Figure II.4. Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate 2:1 [9].

### II.1.2.3. Empilements

#### II.1.2.3.1. Types d'empilements dans le cas des minéraux homogènes

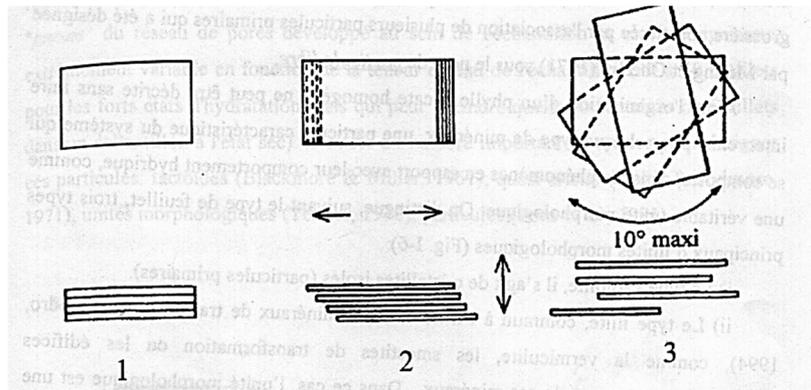
Si on considère les principales espèces minéralogiques, trois grands types d'empilements sont à considérer [10].

**i) Empilement ordonné** Dans ce cas les feuillets sont empilés les uns sur les autres dans un ordre parfait. C'est le cas des phyllosilicates dont l'espace interfoliaire est vide ou anhydre (kaolinites ou illites).

**ii) Empilement semi-ordonné (ou désordre translationnel)** Les feuillets successifs présentent des translations «semi-définies». Les feuillets sont séparés par quelques molécules d'eau, l'épaisseur de la particule est variable et dépend du degré d'hydratation. Ils peuvent glisser latéralement les uns sur les autres.

**iii) Empilement désordonné (ou désordre turbostratique)** Dans ce cas d'empilement, des feuillets successifs présentent des translations et/ou des rotations quelconques dans tout

l'édifice. Les feuillets sont séparés par un film d'eau permettant une libre rotation autour d'un axe perpendiculaire au plan de la particule.



**Figure II.5.** Différents types d'empilement dans le cas des phyllosilicates  
(1 : Ordonné, 2 : semi-ordonné, 3 : désordonné)

### II.1.2.3.2. Types d'empilements dans le cas des minéraux interstratifiés

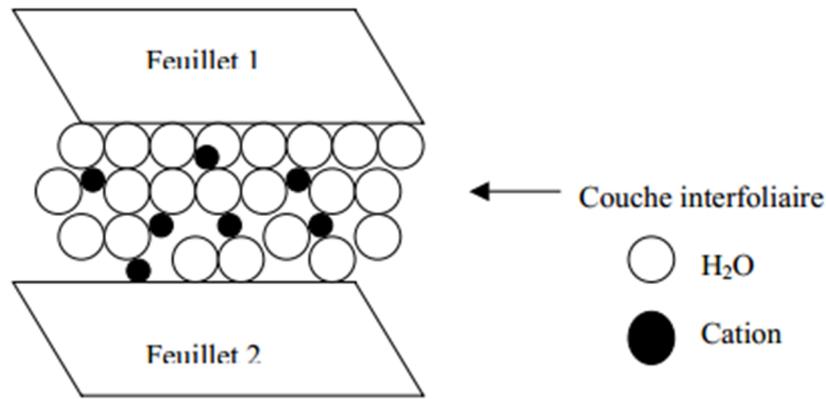
Ces minéraux sont constitués par la superposition de feuillets qui sont soit :

- De nature différente : illite-smectite, vermiculite-smectite, etc..
- De même nature mais qui diffèrent par leurs remplissages interfoliaires : Cas de la montmorillonite hydratée où l'espace interfoliaire peut contenir une, deux, trois ou quatre couches d'eau.
- par la nature et le remplissage interfoliaire : illite-smectite avec des feuillets de smectite dans des états d'hydratation variables.

### II.1.2.4. Espaces interfoliaires

Les espaces qui se trouvent entre les feuillets peuvent être vides ou remplis.

- Ils sont vides lorsque les différents feuillets sont neutres et liés entre eux par des liaisons hydrogène dans le cas des espèces 1:1, ou par des liaisons de Van der Waals dans le cas des minéraux 2:1 type ou pyrophyllite [10].
- Ils sont occupés par des cations dès que les feuillets de l'édifice présentent un déficit de charge à la suite de substitutions isomorphiques. Ces cations rétablissent l'électro-neutralité du système et en même temps assurent la liaison entre les feuillets adjacents, qui est ici de nature ionique. Ces cations peuvent être soit «secs» soit hydratés [10]. Les cations les plus fréquents sont  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Li}^+$ .



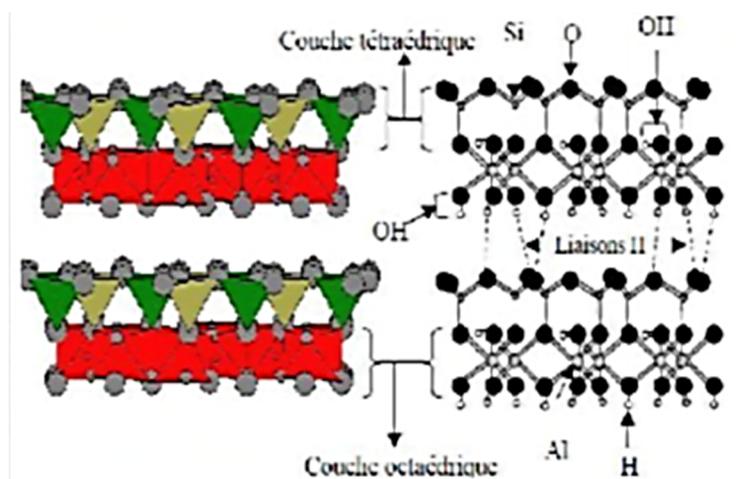
**Figure II.6.** Représentation schématique de la couche interfoliaire dans le cas de cations interfoliaires hydratés [10].

## II.2. Classification des argiles

Il existe différentes classifications des argiles. La plus classique est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet. On distingue ainsi 4 groupes [10,11].

### Minéraux à 7 Å

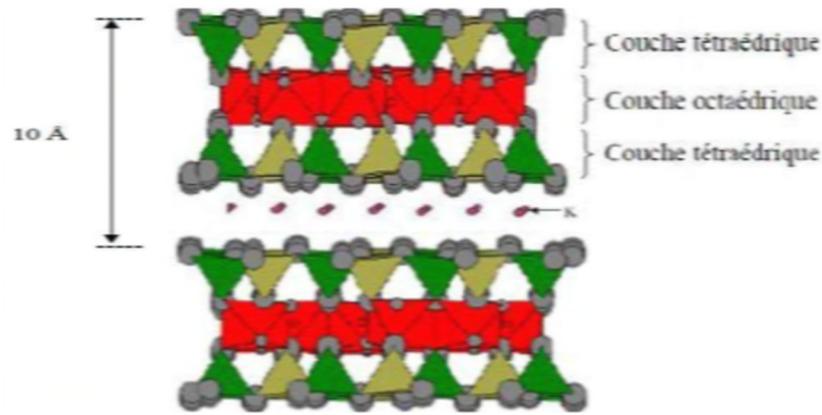
Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T:O ou de type 1:1. Son épaisseur est d'environ 7 Å.



**Figure II.7.** Représentation des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdres alumineux d'un minéral de type 1:1 [12].

### Minéraux à 10 Å

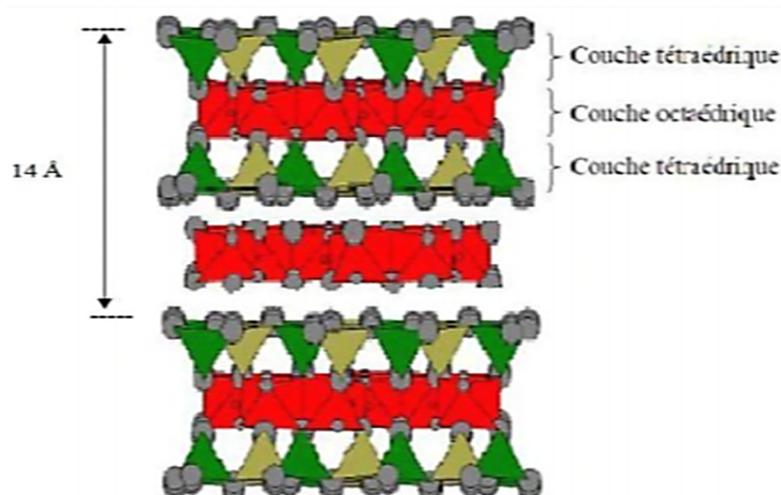
Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique. Ces trois couches sont liées entre elles par des atomes d'oxygène. L'équidistance caractéristique varie de 9,4 à 15 Å selon le contenu de l'interfeuillet, il est qualifié de T:O:T ou de type 2:1.



**Figure II.8.** Représentation schématique des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdre alumineux d'un minéral de type 2 :1 [12].

### Minéraux à 14 Å

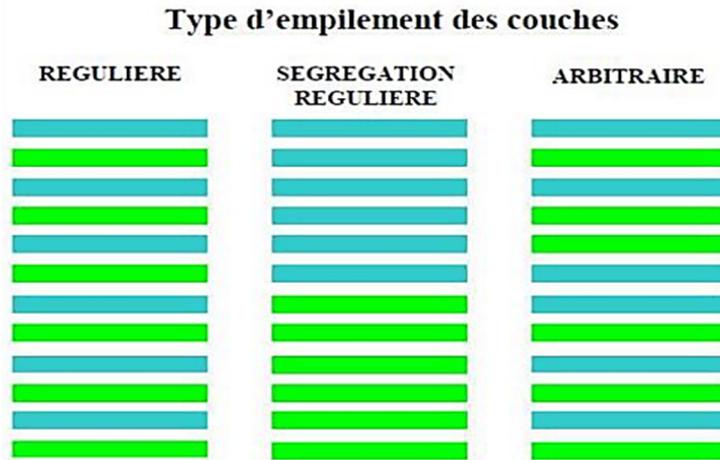
Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T:O:T:O et de couches octaédriques interfoliaires. Cette couche neutralise les charges portées par les feuillets T-O-T-O. L'équidistance caractéristique est alors d'environ 14Å°.



**Figure II.9.** Représentation schématique des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdres alumineux d'un minéral de type 2 :1 :1 [12].

### Minéraux interstratifiés

Un minéral interstratifié régulier est formé de l'empilement régulier de différents types de feuillets de minéraux argileux simples, l'empilement se fait selon des séquences répétitives. Il est considéré comme irrégulier si l'empilement est aléatoire [12].



**Figure II.10.** Structure des minéraux inters stratifiés.

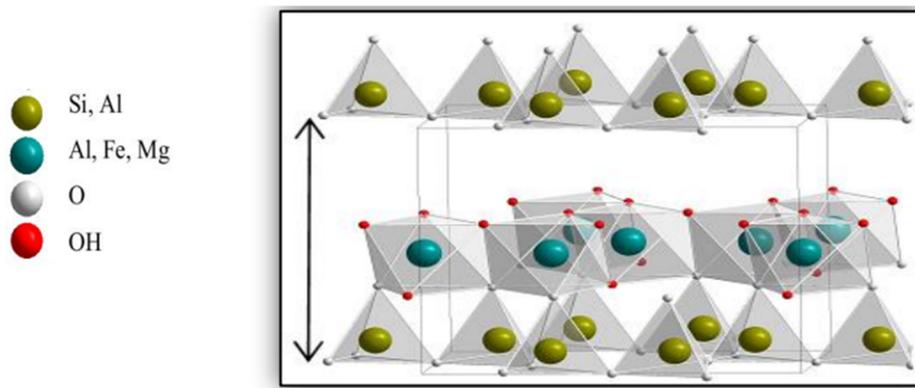
### II.3. Principaux types d'argile

#### II.3.1. Kaolinite

Le feuillet est toujours neutre, dioctaédrique et alumineux, de composition  $(Si_2)(Al_2)O_5(OH)_4$  par demi-maille [10]. Morphologiquement, la kaolinite se présente sous forme de particules hexagonales constituées par des empilements de feuillets. La faible capacité d'échange des kaolinites est due à des sites de surface amphotères [9].



**Figure II.11.** kaolin.

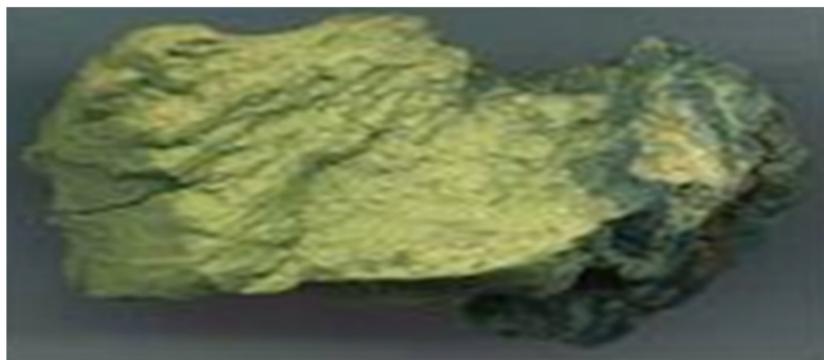


**Figure II.12.** Structure d'un minéral de type 1:1: cas de la kaolinite.

### II.3.2. Smectites

Ce sont des phyllosilicates constitués des deux couches tétraédriques encadrant une couche octaédrique (phyllosilicates 2:1). Les minéraux les plus importants de cette famille sont la montmorillonite, la beidellite, l'hectorite et la saponite. La charge élevée de ces argiles est due pour l'essentiel à des substitutions isomorphiques. Cette charge est donc permanente, négative et dépendante du pH. Des cations compensateurs viennent alors se placer dans l'espace interfoliaire pour combler le déficit de charge. Ces argiles ont une capacité d'échange cationique élevée. Des molécules d'eau sont susceptibles de s'intercaler dans l'espace interfoliaire et le degré d'hydratation dépend de la nature du cation hydraté et de l'humidité relative. Cette possibilité de « gonflement » des espaces interfoliaires conduit à désigner ces argiles par le terme d'« argiles gonflantes ». D'un point de vue textural, les smectites sont généralement constituées de feuillets de grande extension latérale, associés, les uns aux autres en nombre très variable selon l'humidité et la nature du cation échangeable.

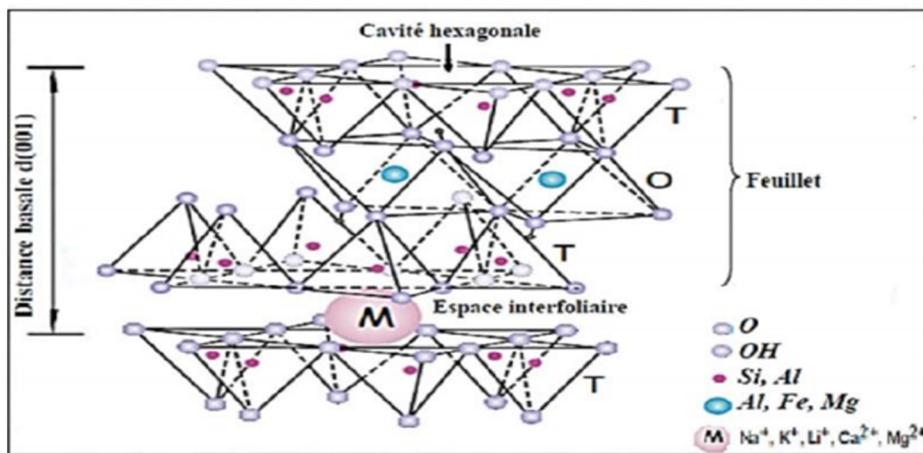
A titre d'exemple, la montmorillonite est une argile dioctaédrique. L'aluminium des couches octaédrique peut être remplacé par Mg, Fe, Zn, Ni, Li, etc. Il peut d'autre part remplacer jusqu'à 15 % du silicium dans la couche tétraédrique [9].



Smectites :  $2\text{Al}_2\text{O}_3, 8\text{SiO}_2, 2\text{H}_2\text{O}, n\text{H}_2\text{O}$ .



(Montmorillonite)  $(\text{Mg}, \text{Ca}) \text{O}, \text{Al}_2\text{O}_3, 5 \text{SiO}_2$ .



**Figure II.13.** Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaires dans une argile (cas d'une smectite).

### II.3.3. Illite

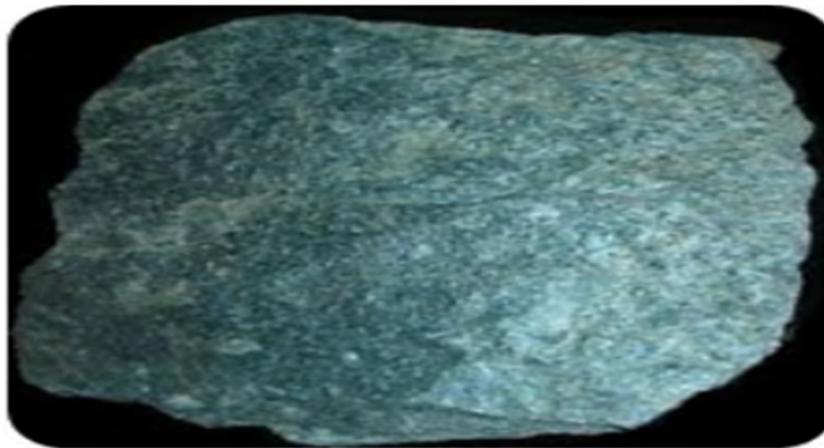
Comme les smectites, l'illite est un phyllosilicate 2:1. Les feuillets possèdent une charge globale négative, plus élevée que celle des smectites, qui est compensée par des ions potassium. La différence fondamentale avec les smectites réside dans le fait que les ions compensateurs (potassium) ne sont que très faiblement échangeables, l'illite a une capacité d'échange cationique faible. Il n'y a pas d'hydratation des espaces interfoliaires [9].



**Figure II.14.** Illite :  $K Al_2(OH)_2, (Al Si_3 (O, OH)_{10})$ .

### II.3.4. Les chlorites

Les chlorites sont connus dans les schistes cristallins, les roches hydrothermales et les altérations de nombreux silicates [13]. Il existe une grande variété, en raison des multiples substitutions homéotypiques possibles dans la structure [14].



**Figure II.15.** Chlorites :  $Mg (Al, Fe) (OH)_8 (Al, Si)_4 O_{10}$ .

### II.3.5. La vermiculite

Fréquente dans les sols de la zone tempérée. La couche octaédrique contient du Fe et du Mg. La vermiculite est proche des illites et chlorite, mais montre des propriétés gonflantes [15].

## **II.4. Propriétés physico-chimiques des argiles**

### **II.4.1. Surface spécifique**

La connaissance de la surface spécifique, appelée aussi Aire Massique, est d'une grande importance dans la caractérisation des argiles. Sa connaissance contribue à améliorer le contrôle de la réactivité d'un échantillon lorsque celui-ci sera mis en présence d'autres matériaux. Elle représente la surface totale par unité de masse du produit accessible aux atomes et aux molécules. Il s'agit donc de considérer toute la surface de chaque particule y compris la porosité [16].

### **II.4.2. Capacité d'échange cationique CEC**

Les argiles sont caractérisées par une capacité d'échange cationique, qui est définie comme étant le nombre de cations qu'il est possible de substituer les cations compensateurs présents dans leurs espaces interfoliaires. La CEC des minéraux argileux est exprimée en meq/100g [17, 18].

### **II.4.3. Degré d'hydratation**

Le degré d'hydratation varie d'une famille argileuse à une autre. Certains minéraux argileux ont la capacité d'incorporer dans leur structure des molécules d'eau. Cette eau modifie la dimension de l'espace inter-foliaire en provoquant son gonflement. Ces argiles sont appelées argiles gonflantes qui constituent ainsi une réserve d'eau facilement échangeable. Les smectites et les vermiculites offrent des capacités d'expansion beaucoup plus importantes que celles des autres espèces argileuses [19].

## **II.5. Argiles et environnement**

Dans le domaine environnemental, les argiles ont un rôle important dans divers problèmes environnementaux et leur utilisation augmente significativement:

- Rôle des argiles dans les sols contaminés dans le transport des isotopes radioactifs et leur réactivité vis-à-vis de ceux-ci (exemple : rétention du  $^{137}\text{Cs}$  après l'accident de Tchernobyl).
- Rôle vis-à-vis des pesticides et des éléments métalliques dans les sols.
- Rôle de barrière d'étanchéité dans les décharges.
- Rôle dans la santé [20].

**II.6.Références**

- [1] Hernot. F. (2016). L'argile, son utilisation a l'officine. Thèse de doctorat. Université Angers.
- [2] Millot. G. (1963). Géologie des argiles, édition Masson. Chapitre 10 et 14. Paris.
- [3] Chavanne. P. (2011). 200 remèdes à l'argile .page 11, ISBN :978-2-7540-3136-3
- [4] Jouenne. C. A. (1975). traite de céramiques et matériaux minéraux. 7 éditions Dunod. Paris.
- [5] Adrienne. P. (2003). L'argile, médecine ancestrale de la tradition aux preuves scientifiques. Éditions Amirys SPRL. page 50, ISBN : 2-930353-15-5
- [6] Bouazza. F. (2012). Elimination des polluants organiques par des argiles naturelles et modifiées. Mémoire. Université Abou Bekr Belkaid. Tlemcen
- [7] ZAÏTER. K, Modification de la texture argileuse par des oxydes et leur application dans le traitement des rejets industriels. Thèse de doctorat 2016, Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem.
- [8] Bahia Meroufel-Zenasni. Adsorption des polluants organiques et inorganiques sur des substances naturelles : Kaolin, racines de Calotropis procera et noyaux de dattes. Autre. Université de Lorraine, 2015. Français.
- [9] Nevila Jozja. Étude de matériaux argileux albanais. Caractérisation "multi-échelle" d'une bentonite magnésienne.. Minéralogie. Université d'Orléans, 2003. Français.fttel-00003740
- [10] Pédro G. (1994) –Les minéraux argileux, 47-64, dans pédologie. 2-Constituants et propriétés du sol. Eds. Duchaufour Ph. et Southier B. Masson, Paris 665p.
- [11] GARG V.K., GUPTA R., YADAV A.B., KUMAR R., Dye removal from aqueous solution by adsorption on treated sawdust, Bioresour. Technol. 89, 121–124, 2003.
- [12] Farmer.V.C.1974 « The Infrared spector of Minerals: Mineralogical Society, Monograph 4,London ».
- [13] Ihadjadene virginie. "Utilisation de l'argile Dans un service de soins Hospitalier". Formation Hippocratus Phyto-aromathérapie. p5-6 2012.
- [14] Souiki Souheila. " Les argiles du bassin de Mila – constantine: Composition minérale, chimique, caractéristiques géotechniques Et répartition des gisements". Mémoire de magister de l'université de Mentouri Constantine 42.2007.
- [15] Bouaziz Ala-Eddine. "Contribution A L'étude Géologique Des Argiles Maestrichtiennes Le Long De La Limite Nord Ouest De l'Oued Bou Sellem, Sétif, Algérie". Mémoire de magister de l'université de Badji Mokhtar Annaba 2-10-11.2012.

- 
- [16] Harrat M. (2007). Contribution à l'amélioration du procédé de fabrication de la céramique. Mémoire de magister en génie des procédés. Université Kasdi Merbah Ouargla.
- [17] Azzouz F.Z. (2006). Contribution à l'étude de la stabilisation chimique de quelques argiles gonflantes de la région de Tlemcen. Mémoire de magister, université de Tlemcen.
- [18] Tingué W., Emmanuel M., Gisèle M., Pierre P.A. (2010). Mineralogical and geotechnical characterization of dredged sediments from the canal Bois de chene. Aqua-LAC, 2.
- [19] Chouih. F, Préparation et caractérisation d'une argile locale modifiée par pontage inorganique. . Mémoire de master 2016, Université Ibn Khaldoun –tiaret.
- [20] Bahia Meroufel-Zenasni. Adsorption des polluants organiques et inorganiques sur des substances naturelles : Kaolin, racines de Calotropis procera et noyaux de dattes. Autre. Université de Lorraine, 2015. Français.ffNNT : 2015LORR0289ff.fftel-01754582ff.

Chapitre –III–

---

Partie expérimentale

### III.1. Elaboration des supports céramique

L'utilisation des techniques membranaires dans les pays émergents pour la dépollution se heurte à leur coût relativement élevé alors que des matériaux naturels abondants comme les argiles pouvant servir à l'élaboration de supports de membranes, existent en abondance. On a pu ainsi préparer des supports tubulaires à partir de kaolin qui présentent des qualités de porosité et de résistance mécanique satisfaisantes.

Cette partie de travail décrit l'élaboration des supports en céramique microporeux à base de kaolin et de l'utiliser dans le traitement des effluents liquides.

Le kaolin utilisé dans notre travail est fourni par l'entreprise de céramique de Ghazaouet (Tlemcen), sous forme de poudre finement broyée. C'est un produit naturel de couleur blanche disponible comportent très peu d'impuretés. Sa composition chimique et minéralogique sont regroupées dans les tableaux III.1 et III.2.

**Tableau III.1.** Composition minéralogique du kaolin.

Matériaux Minéral	Valeur (%)
Kaolinite	83
Muscovite	8
Quartz	5
Divers	4

**Tableau III.2.** Composition chimique du kaolin.

Composant	Valeur (%)
SiO <sub>2</sub>	49.4
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35.5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.9
TiO <sub>2</sub>	<0.3
K <sub>2</sub> O	1.55
Na <sub>2</sub> O	<0.1
CaO	<0.1
MgO	<0.4
pF	11.8

La préparation des supports membranaires à partir de produit argileux comporte les étapes suivantes :

- La préparation de la barbotine à partir d'une poudre (kaolin + additifs) mélangée avec une quantité d'eau convenable pour le gâchage.
- L'ajout d'un agent défloculant pour favoriser la dispersion des particules argileuses à l'intérieur de la phase liquide, ce qui permet une diminution de la viscosité de la barbotine jusqu'à une valeur adéquate.

- **Mesure de la viscosité de la barbotine**

La viscosité caractérise l'écoulement de la barbotine et elle est souvent déterminée en utilisant un viscosimètre à écoulement (type Lehmann) et un viscosimètre de torsion (type Gallenkamp). Celle-ci doit permettre une fluidité suffisante de la barbotine pour assurer un remplissage correct des moules. La viscosité de la barbotine est calculée par la formule suivante :

$$\eta = k \cdot \rho \cdot t \dots\dots\dots (III-1)$$

**Avec :**

$\eta$  : viscosité en poiseuille (Pa.s) ;

$t$  : temps d'écoulement (s) ;

$\rho$  : densité en (kg/m<sup>3</sup>) ;

$k$  : constant de l'appareil (N.m/kg).

La valeur de la viscosité trouvée est :  $\eta = 1.56$  cPo (centipoise).

Les tubes poreux de kaolin sont préparés par extrusion et présentent une géométrie tubulaire monocanale.

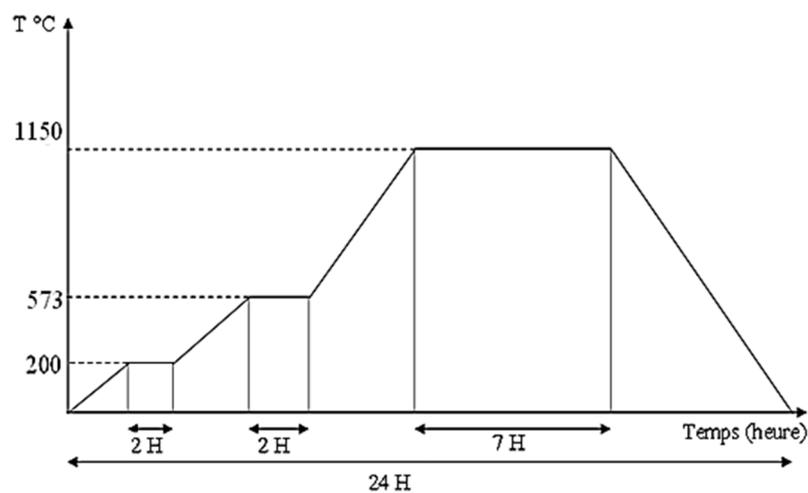
### ■ Séchage

Le séchage est réalisé à température ambiante et sert uniquement à l'élimination de l'eau qui conduit à la consolidation de la pièce crue. En effet, tous les additifs organiques présents dans la pâte céramique ont une température d'évaporation ou de carbonisation supérieure à 100°C.

### ■ Cuisson

Le traitement thermique confère au produit en céramique leur taille et forme finales ainsi que leur résistance et leurs propriétés mécaniques exigées. Le traitement thermique régulier actuel qui est établi aux échantillons, en prenant en considération la température de déplacement des additifs provisoires, et la consolidation des supports. Le diagramme illustré dans la figure III-1, montre une augmentation régulière de la température jusqu'à 200°C suivi d'un palier de deux heures correspondant à l'élimination complète des matières

organiques et de l'eau restante après le séchage. Un palier à 573°C est nécessaire à la transformation de quartz  $\alpha$  en quartz  $\beta$ . Induisant des transformations liées au changement de volume et de poids. L'eau structurale est dégagée à l'intervalle de température entre 400-700°C avec la formation de la métakaolinite [1, 2]. La métakaolinite se décompose entre 900 et 950°C, et la mullite commence à se former à partir de 970 °C. Un dernier palier de température est maintenu à 1150°C, pendant sept heures suivi d'un refroidissement lent pour éviter les fissures dans le support. Durant ce palier, une bonne consolidation du support est le produit fini composé seulement de la mullite, de la cristobalite et de la phase vitreuse. Ces constatations sont confirmées par diffraction des rayons X et par les photos MEB.



**Figure III-1.** Diagramme de traitement thermique des supports membranaires [3].

## III.2. Caractérisation des supports céramiques

### III.2.1. Diffraction des rayons X

La DRX constitue une des techniques les plus utiles et les plus répandues pour l'identification des minéraux argileux. Les diagrammes de diffraction X ont été obtenus à l'aide d'un montage Bragg-Brentano dans un diffractomètre Brüker D5000 à monochromateur arrière en graphite, fonctionnant avec le rayonnement de la raie  $K\alpha_1$  du cuivre, piloté par un ordinateur et couplé à un système informatique qui permet l'exploitation automatique des résultats. l'enregistrement des données est effectué dans un domaine compris entre  $2^\circ - 70^\circ(2\theta)$ , avec un pas de  $0,02^\circ(2\theta)$ ,

La DRX des composés en poudre (dite "diffraction X sur poudre") est utilisée couramment pour la caractérisation des solides [7, 8].

La méthode consiste à soumettre le composé en poudre à un faisceau de rayons X monochromatique et à recueillir le spectre de diffraction qu'il émet. La condition de diffraction d'un rayonnement X par une famille de plans réticulaires est définie par la loi de BRAGG :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$$

Où :

$n$  : nombre entier désignant l'ordre de la réflexion.

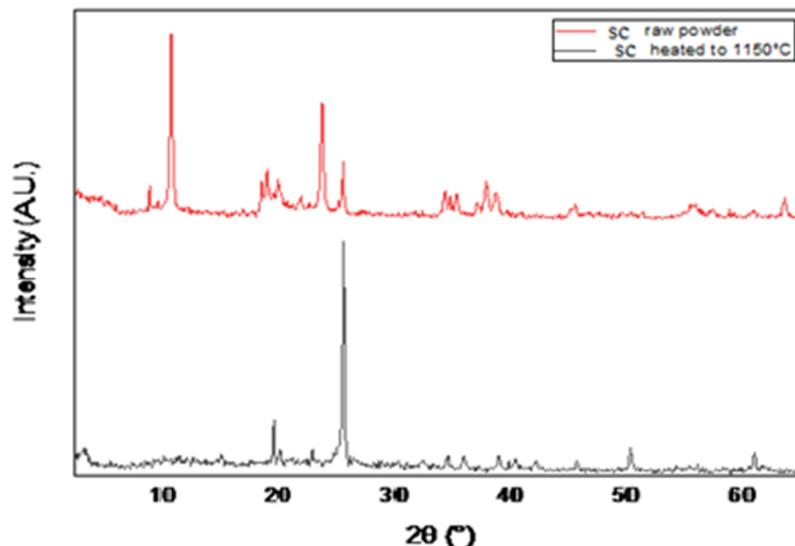
$\lambda$  : longueur d'onde du rayonnement X.

$d_{hkl}$  : distance entre les plans réticulaires d'une même famille désignée conventionnellement par les indices de Miller  $h, k, l$ .

$\theta$  : l'angle de diffraction.

La figure III-2 présente le diagramme de diffraction de kaolin avant et après cuisson. Les pics caractéristiques de la kaolinite ( $12,3^\circ$ ,  $24,8^\circ$ ) sont principalement observés. En plus de ces principaux pics attribués à la kaolinite, les pics caractéristiques de la muscovite ( $8,9^\circ$ ,  $17,8^\circ$ ) et du quartz ( $26,5^\circ$ ).

Le Diffractogramme exploitée à ( $1150^\circ\text{C}$ ) est représenté sur la Figure -2 le spectre indique l'influence de l'état cristallin sur la forme des raies de diffraction caractéristique du support SC: des raies intenses et fines deviennent diffuses, et mal résolues, avec l'augmentation du désordre structural et des défauts d'empilement des feuillets de la kaolinite. Les pics caractéristiques de la mullite ( $27,2^\circ$ ,  $18,3^\circ$ ) sont principalement observés.



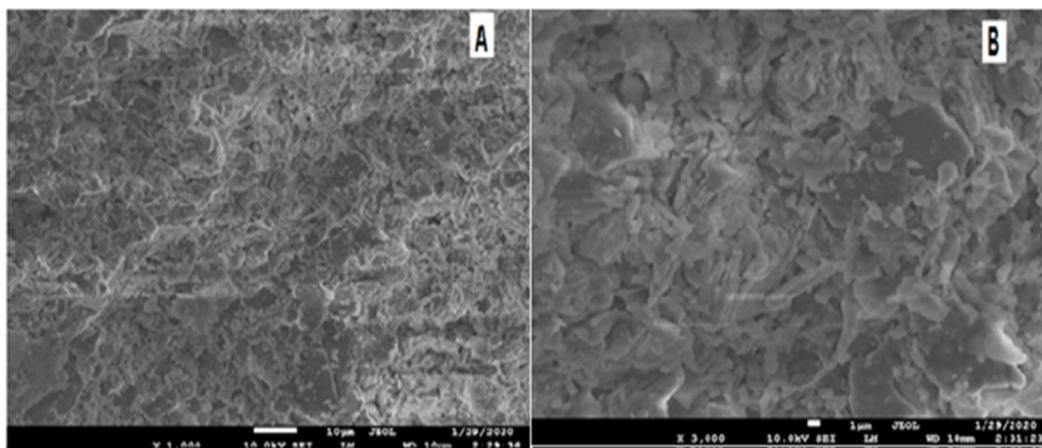
**Figure III.2.** Diffractogramme des rayons X : kaolin poudre et le support céramique

### III.2.2. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le principe de MEB consiste à utiliser les électrons émis par la surface d'un solide lorsqu'elle est bombardée par un faisceau d'électrons dont l'énergie est de l'ordre de quelques KeV. Le faisceau d'électrons émis par un filament de tungstène est d'abord accéléré puis concentré. Un dispositif intermédiaire permet au faisceau de balayer la surface à examiner. Au point d'impact, plusieurs rayonnements sont émis, mais seuls les électrons secondaires et rétrodiffusés contribuent à la formation de l'image de la topographie de l'échantillon. Cette technique apporte des informations sur la morphologie de la membrane. Les morphologies observées au microscope électronique à balayage des SC sont représentée sur la figure III-3.

L'image MEB (figure III-3.A) de la surface du support révèle une structure hétérogène, avec l'apparition des pores à différentes tailles. On observe aussi des grains distincts de tailles variables correspondant probablement à la présence de la mullite, et d'une masse vraisemblablement amorphe.

Dans le cas de la photo en profil du support (figure III-3.B), on observe une porosité plus importante due aux canaux apparents sur la micrographie, et a la porosité liée à la formation de nouvelles phases cristallines (phases intermédiaires telles que la mullite primaire...).



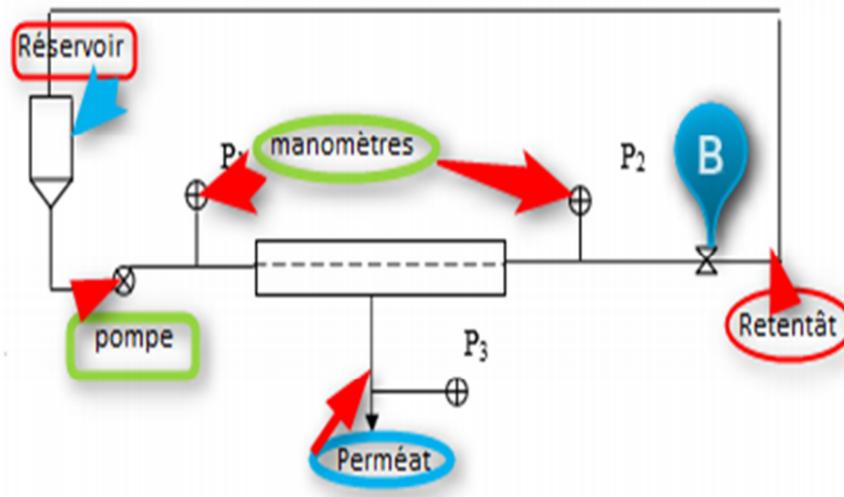
**Figure III.3.** Micrographie MEB (A) surface du support SC; (B) profil du support SC.

### III.3. Etude de la perméabilité des membranes

Le paramètre perméabilité est une propriété très importante des membranes que nous avons synthétisées, car elle conditionne l'intérêt que peut présenter leur utilisation dans la dépollution des rejets liquides. Elle indique la quantité d'eau par unité de surface et de temps qui traverse la membrane à une pression et température données.

Les tests de perméabilité sont réalisés sur les supports tubulaires élaborés au sein de notre laboratoire et dont les caractéristiques sont déterminées : (longueur=200mm et 300mm ; diamètre intérieur/extérieur= 5/9mm et 13/16mm). Le pilote utilisé est représenté par les figures III-4.

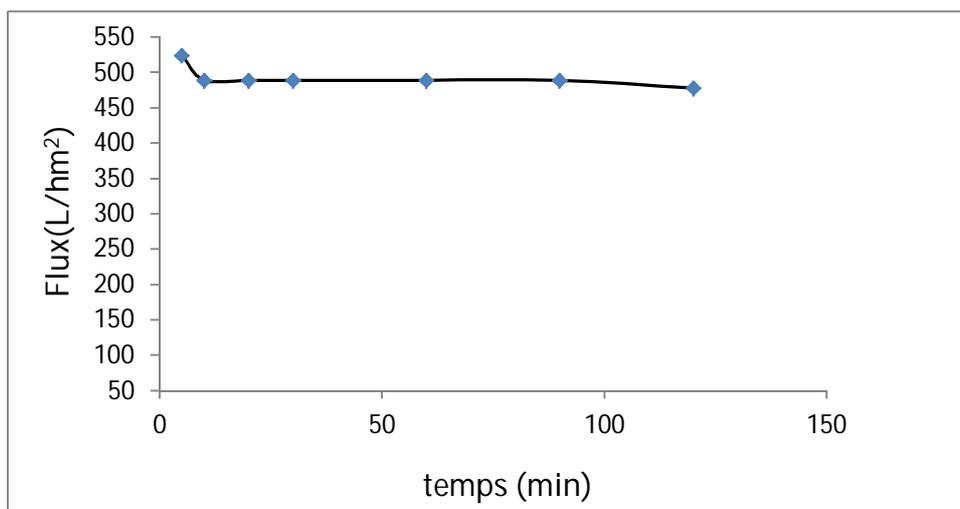
La filtration est de type tangentiel et la pression appliquée varie entre 1 et 6 bars. La solution d'alimentation est l'eau déminéralisée et l'eau de robinet. Le volume d'eau récupéré est mesuré durant 2 heures, à des intervalles de temps de 5 minutes jusqu'à 120 minutes.



**Figure III.4.** Pilote de filtration

### III.3.1. Flux de perméat

Les résultats de la variation de flux en fonction du temps pour la membrane lors de la filtration de l'eau de robinet est représenté par les figures III-5.

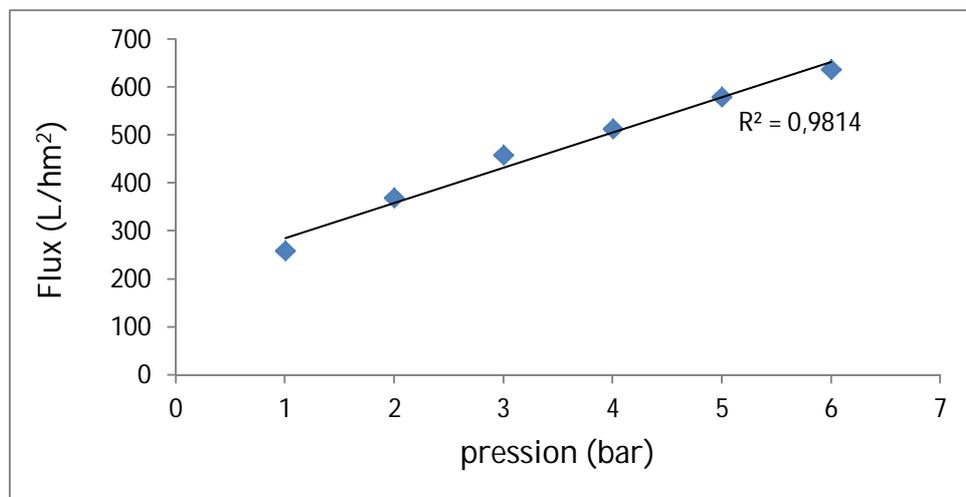


**Figure III.5.** Variation du flux de l'eau de robinet en fonction du temps à travers la membrane SC

Les résultats exhibent une diminution du flux en fonction du temps de filtration, suivi d'une stabilité du flux jusqu'à la fin de l'expérience.

La figure III-6 montre la variation du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire. Lors des essais, le concentrât est recyclé dans le bac d'alimentation, ce qui permet de travailler à concentration variable.

On observe que le flux de perméat a évolué de façon croissante avec la pression. Les flux de l'eau à travers le support SC sont de l'ordre de 258 L/h.m<sup>2</sup> à 1 bar et de 637 L/h.m<sup>2</sup> à une pression de 6 bars.



**Figure III.6.** Variation du flux de l'eau de robinet en fonction de la pression.

#### III.4. Filtration des colorants

Les tests de filtration des colorants sont réalisés sur le support synthétisé en utilisant le même pilote de filtration. La filtration est de type tangentielle sous une pression de 4 bar.

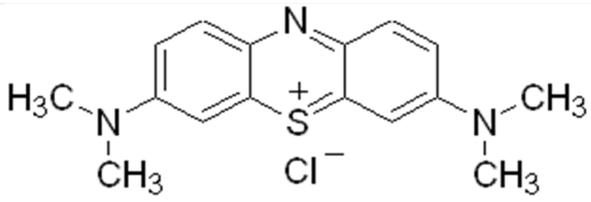
Les concentrations des perméats des colorants ont été mesurées par spectrophotométrie UV-visible. Le taux d'abattement est calculé par l'équation (III-2.).

$$Abt(\%) = \left[ 1 - \frac{C_p}{C_{initiale}} \right] * 100 \dots\dots\dots(III-2)$$

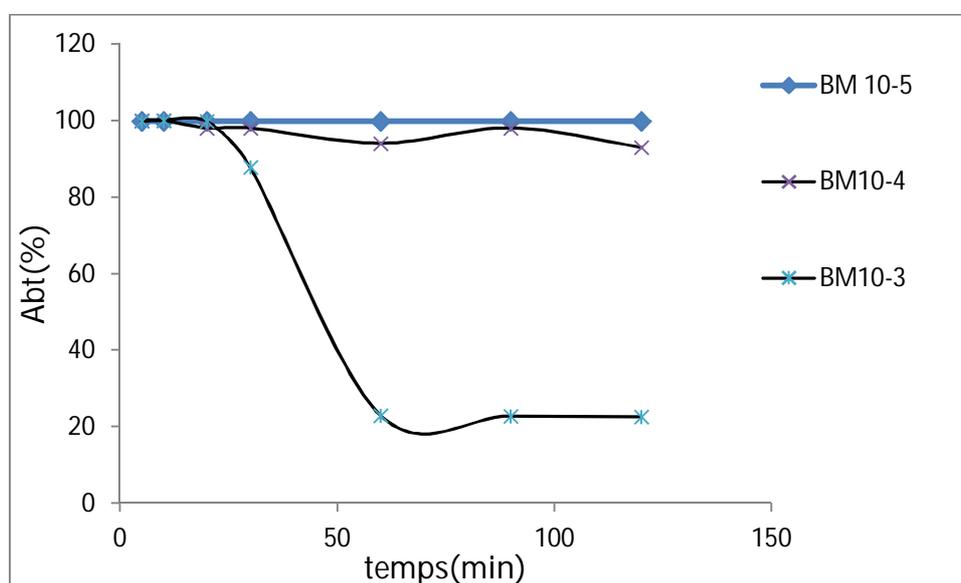
L'abattement de telles molécules par des membranes ne dépend pas seulement de la taille moléculaire, mais également des interactions de la charge entre la membrane et la solution [9]. Pour une interprétation facile, le tableau III-3 donne la formule, masse moléculaire, le pH de la solution d'alimentation et la charge BM.

**Tableau III.3.** La formule, La masse moléculaire et la charge des colorants utilisés

Colorants	Masse moléculaire (g/mol)	pH (initial)	Charge
Bleu de Méthylène	284.392	7.9	+



Le résultat de la variation du taux de rétention en fonction du temps du bleu de méthylène à travers le support SC est donné par la figure III-7.



**Figure III.7.** Variation du taux de rétention de Bleu de Méthylène à différentes concentration en fonction du temps.

On observe que le taux de rétention de bleu de méthylène, atteint 100% durant les 30 minutes de traitement. Après, il commence à diminuer jusqu'à atteindre 20%. Le taux d'élimination plus élevé est dû aux interactions des charges entre le cation bleu de méthylène (+) et les supports chargés.

Les rétentions diminuent bien avec l'augmentation de la concentration. Les positions relatives de chaque rétention sont de plus en plus en accord avec les valences des différents ions et le signe de la charge des supports. Une bonne rétention est due à la formation de la double couche électrique aux surfaces des supports chargées négativement.

**III.5. Références**

- [1] O. Z. Stern, *Electrochem*, 30 (1924) 508.
- [2] F. Duclert, Etude de divers phénomènes de colmatage limitant l'écoulement de l'eau à travers une membrane minérale microporeuse ; Thèse, Université de Montpellier II, (1990).
- [3] A.CHOUGUI et al, amélioration d'un tesson argileux par des ajoutes d'oxydes et leur application dans le traitement des effluents liquides. Mémoire de magister 2009.
- [4] N. Das, Maiti, H.S., Formation of pore structure in tape-cast alumina membranes – effects of binder content and firing temperature, *Journal of Membrane Science*, (1998)140, p.205-212.
- [5] G.W. Brindley, J. Lemmatize. *Chemistry of clay and clay minerals*. Newman. England: Longman scientific and technical, (1987) p.319.
- [6] G.W. BRINDLEY, M.NAKAHIRA. The kaolinite-mullite reaction series: I Survey of outstanding problems. II Metakaolin. IV The high temperature phase. *Journal of American Ceramic Society*, (1959) vol. 42, p311-324.
- [7] R.C. Garvie, R.H. Hanninck, R.T. Pascoe, Ceramic Steel?, *Nature*, (1975) vol. 258 p. 703-4.
- [8] F. Hamzaoui & N. Bettahar. *Cristallographie cours et exercices*, Elbayane Alger (2001). Lee et al. 2003, Huang et al. 2000, Reid et al. 2004).
- [9] J.P. Jolivet; *De la solution à l'oxyde* ; InterEdition / CNRS Editions, (1994).



*Conclusion générale*

---

## Conclusion générale

---

Cette présente étude a pour objectif, la synthèse et l'utilisation des supports membranaires et leurs applications dans la filtration des rejets liquides.

Nous avons divisé notre étude en trois parties:

La première partie est consacrée à l'élaboration des supports membranaires.

La deuxième partie a consisté la caractérisation par les différentes méthodes à savoir :

- Analyse thermique DSC/ATG permet de suivre en temps réel l'état thermodynamique des échantillons pendant un traitement thermique en comparant l'écoulement de la chaleur dans l'échantillon à analyser à celle de l'échantillon de référence.
- La diffraction des rayons X pour permettre la détermination des phases cristallines présente.
- Le microscope électronique à balayage (MEB) pour donner des informations sur la morphologie du tesson.

Dans la troisième partie, nous avons étudié les performances de filtration des solutions colorées. Les tests de filtration, de type tangentiel sont réalisés sur des le support céramique sous une pression de 4 bar.

Les résultats obtenus sont:

1. Le flux de perméat diminue en fonction du temps pour toutes les membranes, avec une stabilité du flux vers la fin de l'expérience.
2. Le taux de rétention du Bleu de Méthylène a atteint 100%, dans un premier temps de traitement puis elle diminué en fonction de la concentration.

Les résultats obtenus montrent que la filtration par le support céramique constitue un moyen efficace pour l'élimination des colorants cationiques.

## Résumé

Les procédés basés sur la séparation par membranes connaissent dans ce cadre un bel essor. Ils semblent devenir des outils très puissants pour l'épuration et le recyclage des effluents. Les membranes minérales semi-perméables offrent grandes possibilités d'application et de début pour remplacer graduellement les techniques traditionnelles de la séparation, de la purification dans l'industrie.

Le présent travail est dédié à l'étude de la filtration sur membranaire en utilisant des supports céramiques tubulaires. Cette étude est appliquée au traitement de solutions diluées de bleu de méthylène. L'objectif de ce travail est la synthèse de quelques supports inorganique membranaires et les valoriser dans la filtration des rejets liquides.

L'efficacité de ces supports était exposée dans la partie expérimentale.

**Mots clés :** support, membrane, filtration, flux, élimination.

## Abstract

The processes based on membrane separation know in this context a great development.

They seem to become very powerful tools for the purification and recycling of effluents.

Semi-permeable mineral membranes offer great application possibilities and are gradually starting to replace traditional separation and purification techniques in industry.

This work is dedicated to the study of membrane filtration using tubular ceramic supports. This study is applied to the treatment of dilute solutions of methylene blue. The objective of this work is to synthesize a few inorganic membrane supports and enhance them in the filtration of liquid waste.

The effectiveness of these supports will be exposed in the experimental part.

**Keywords:** Support, membrane, filtration, flow, elimination.

## ملخص

في هذا السياق، تشهد العمليات القائمة على فصل الغشاء طفرة. يبدو أنها أصبحت أدوات

قوية للغاية لتنقية وإعادة تدوير النفايات السائلة. توفر الأغشية المعدنية شبه النفاذة إمكانيات تطبيق

كبيرة وبدايات لتحل محل التقنيات التقليدية للفصل والتنقية في الصناعة تدريجياً .

هذا العمل مخصص لدراسة الترشيح الغشائي باستخدام دعائم خزفية أنبوبية. يتم تطبيق

هذه الدراسة على معالجة المحاليل المخففة للميثيلين الأزرق. الهدف من هذا العمل هو تصنيع عدد

قليل من دعائم الأغشية غير العضوية وتعزيزها في ترشيح النفايات السائلة.

تمت مناقشة فعالية هذه الدعائم في الجزء التجريبي.

**الكلمات المفتاحية:** الدعم، الغشاء، الترشيح، التدفق، الإزالة.