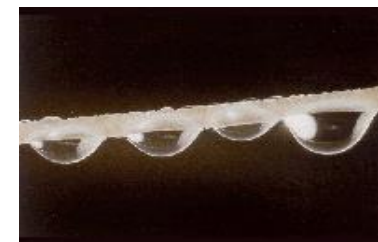


*Station d'eau potable (24 000 m<sup>3</sup>/jour) de ROUEN avec 4\*24 modules de 125 m<sup>2</sup> de surface. Mise en service 2000 (photo [www.aquasource.fr](http://www.aquasource.fr))*



*Unité de microfiltration pour le traitement de lactosérum*



*Fibres creuses d'ultrafiltration*

**Patrice BACCHIN**  
Enseignant Chercheur  
Procédés de Séparation et Membranes

Université Paul Sabatier  
Laboratoire de génie Chimique  
31 062 TOULOUSE Cedex 9  
Tel : 05 61 55 81 63 Fax : 05 61 55 61 39  
Email : [bacchin@chimie.ups-tlse.fr](mailto:bacchin@chimie.ups-tlse.fr)  
Web : <http://lgc.inp-toulouse.fr>



## **Sommaire**

**Généralités (15 min)**

**Les techniques membranaires (45 min)**

**Notions sur le colmatage et la sélectivité (60 min)**

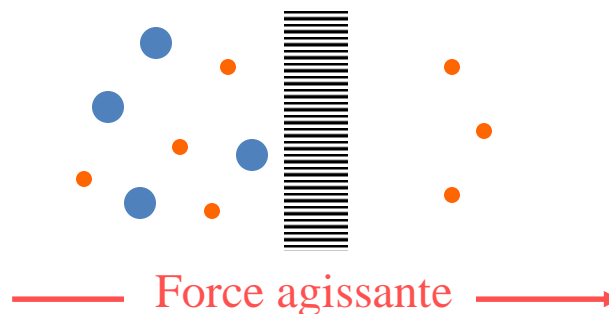
**Mise en œuvre des procédés (90 min)**

**Choix d'un procédé adapté et conduite des essais (15 min)**

**Annexe :**

**Exemples d'applications en pharmacie et bio-médical**

**Membrane** : barrière permselective entre deux phases  
(réduction du mouvement d'un soluté ou d'un fluide)



$$\nabla \mu = RT \nabla \ln a + v \nabla P - z F \nabla E$$

activité
pression
champ électrique

*Microfiltration*  
*Ultrafiltration*  
*Nanofiltration*  
*Osmose inverse*

Force contraire      Force agissante

*Electrodialyse*

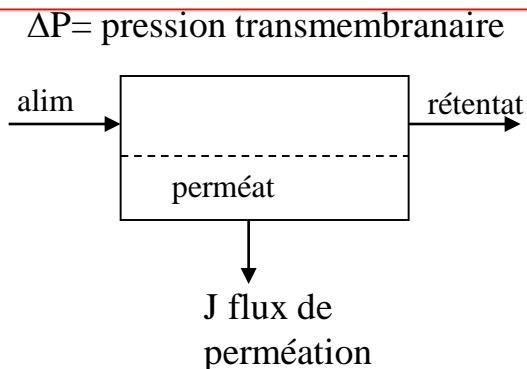
Force contraire      Force agissante

*Pervaporation*  
*Dialyse*

Force agissante      Force contraire

### Filtration membranaire

*Microfiltration*  
*Ultrafiltration*  
*Nanofiltration*  
*Osmose inverse*



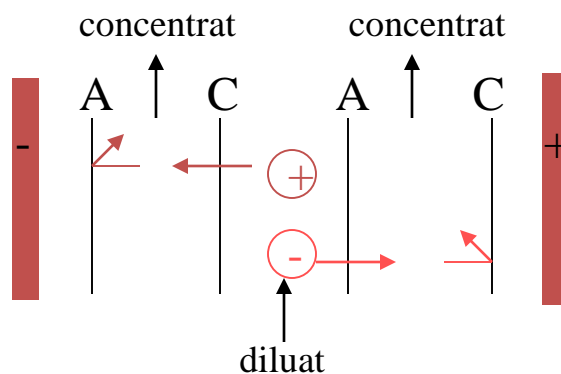
### Applications

Clarification  
Traitement d'eau  
et d'effluent  
Dessalement

### Procédés concurrents

Décantation  
Floculation/  
sédimentation  
Distillation

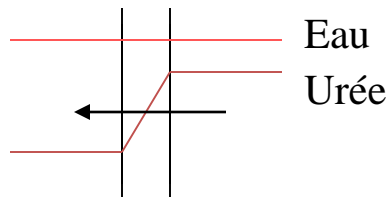
*Electrodialyse*



Dessalement  
Valorisation  
de produits  
alimentaires

Résine échangeuse  
d'ions

*Dialyse*



*Pervaporation*

Dialyse rénale  
Extraction  
d'arôme

Précipitation  
Extraction  
liquide/liquide

Agro alimentaire

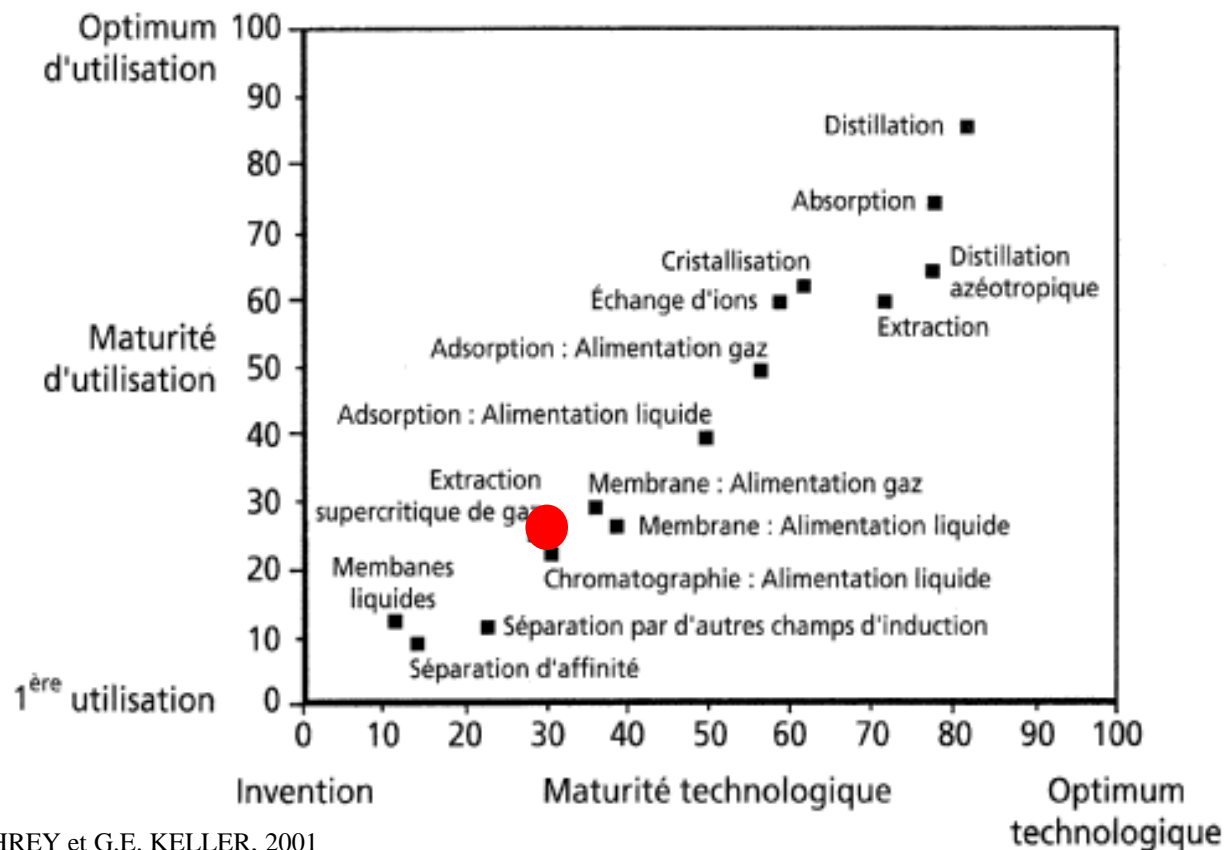
Biomedical

Pharmacie

Environnement

Matériaux

### La filtration membranaire : un procédé mature en plein développement industriel



J.L. HUMPHREY et G.E. KELLER, 2001

*Etapes du développement industriel de l'ultrafiltration pour la potabilisation*

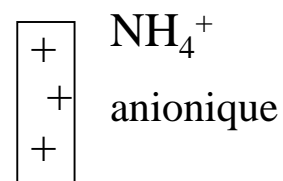
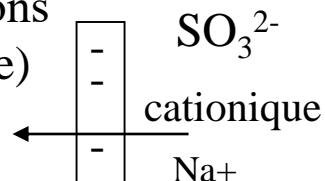
Amoncourt	1989	240 m <sup>3</sup> /j (1 <sup>ère</sup> mondiale)
Fillière	1994	2 000 m <sup>3</sup> /j
Rouen	2000	24 000 m <sup>3</sup> /j
Moscou	2005	275 000 m <sup>3</sup> /j

### Les membranes ... de la structure à la fonction

Structure



échangeuse d'ions  
(structure gréffée)

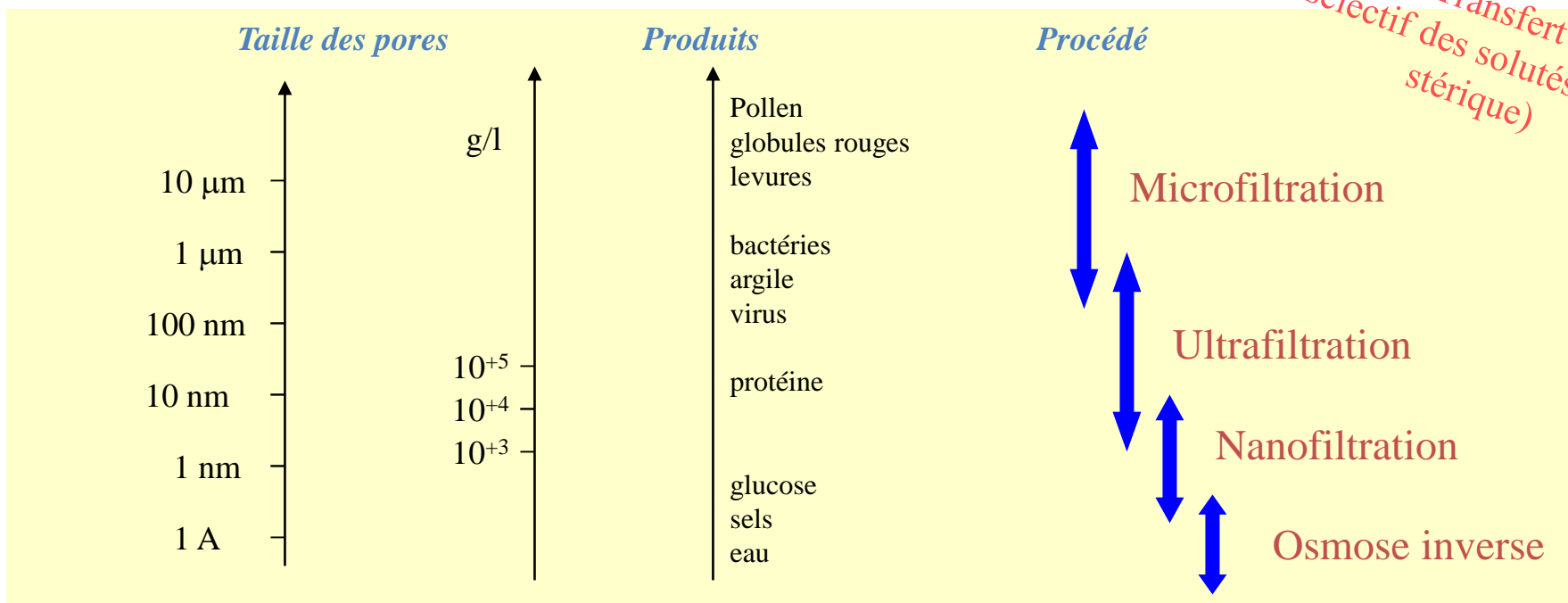


Transfert  
sélectif des ions  
(effet électrostatique)



Tamis (structure poreuse)

Transfert  
sélectif des solutés (effet  
stérique)



Membrane dense

Matériau hydrophile

Transfert  
facilité de l'eau (effet  
hydrophile)

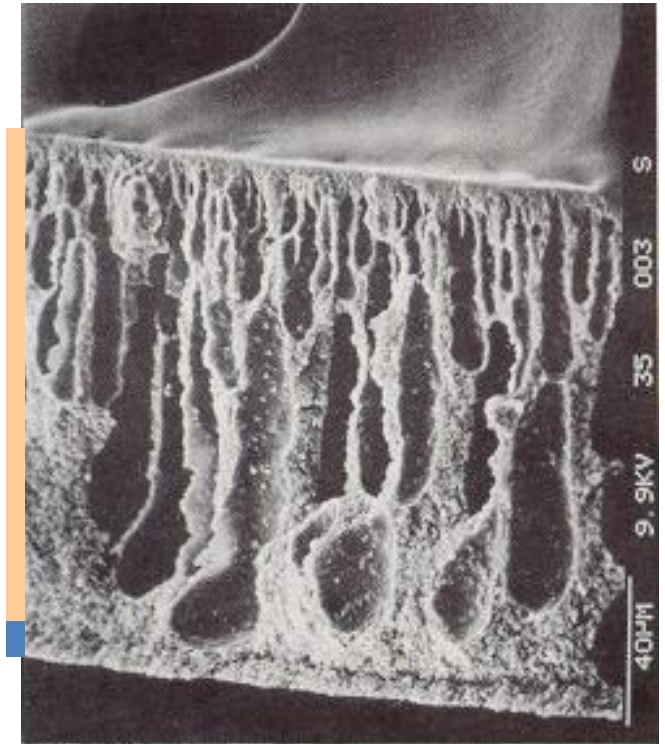
### Les matériaux membranaires

Matériau **synthétique**      organique      (acétate de cellulose, polysulfone ...)  
   minéral      (ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, alumine)

### Asymétrique

support macroporeux  
(pour la tenue mécanique)  
peau ou couche superficielle  
(pour la sélectivité)

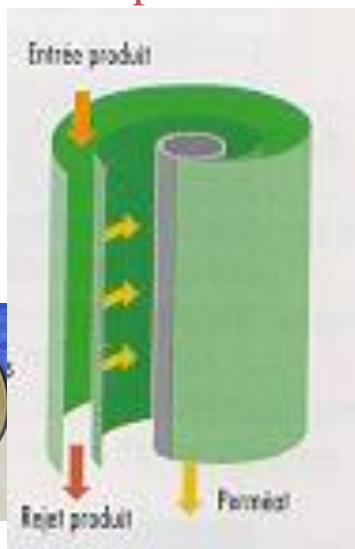
*Assurer une bonne sélectivité avec une faible résistance au transfert tout en ayant une bonne tenue mécanique*



### Les modules membranaires

#### Plan

#### Spirale



<http://www.dow.com/liquidseps>

#### Tubulaire

$\Phi_{int}$  1 cm



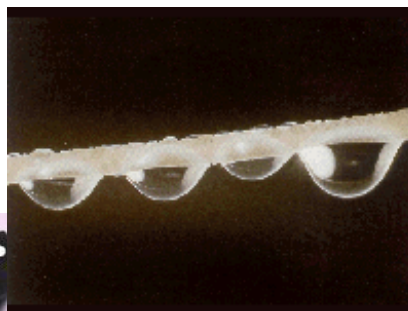
[www.orelis.com](http://www.orelis.com)  
[www.exekia.fr](http://www.exekia.fr)



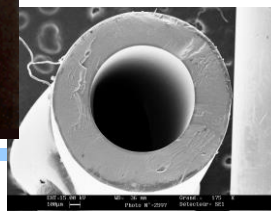
[www.tami-industries.com](http://www.tami-industries.com)

#### Fibre creuse

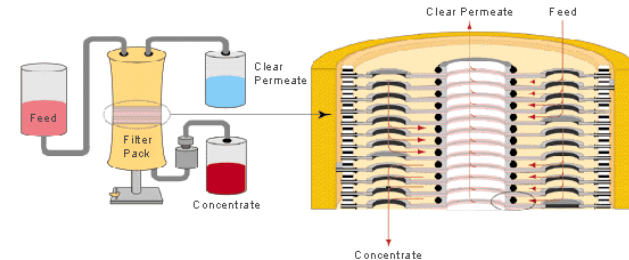
$\Phi_{int}$  0,1-1 mm



[www.aquasource.fr](http://www.aquasource.fr)



#### Disque vibrant



[www.vsep.com](http://www.vsep.com)



### Les paramètres de fonctionnement d'un procédé à membrane

Pression  
Trans-Membranaire

$$\Delta P = \frac{P_E + P_S}{2} - P_P \Rightarrow \text{Force agissante}$$

ou PTM

Débit tangentiel

$$Q_R \Rightarrow \text{Hydrodynamique}$$

Pertes de charge

$$P_S - P_E \Rightarrow \text{Energie de balayage}$$

Energie

### Efficacité de la séparation

Flux de perméation

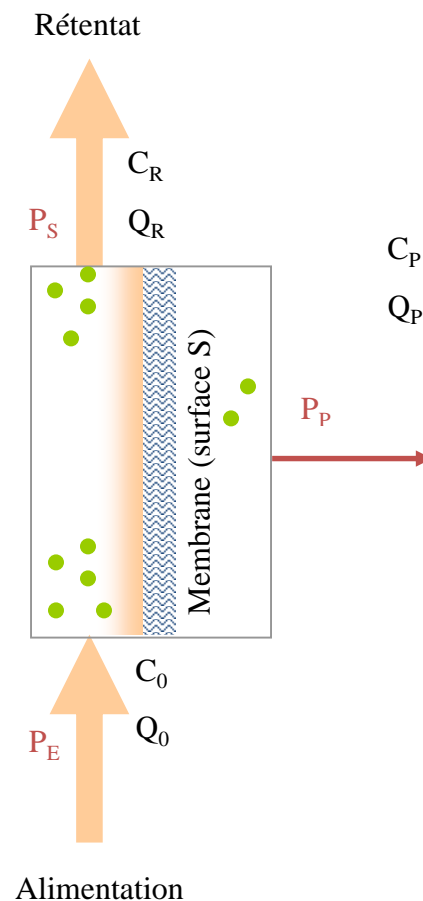
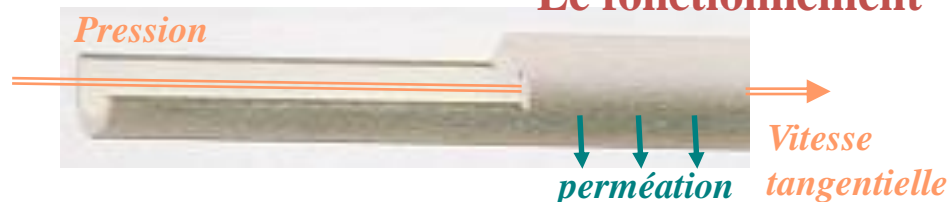
$$J = \frac{Q_P}{S} \Rightarrow \text{« Productivité »}$$

Taux de rejet

$$R = 1 - \frac{C_P}{C_0} \Rightarrow \text{« Efficacité »}$$

Taux de conversion

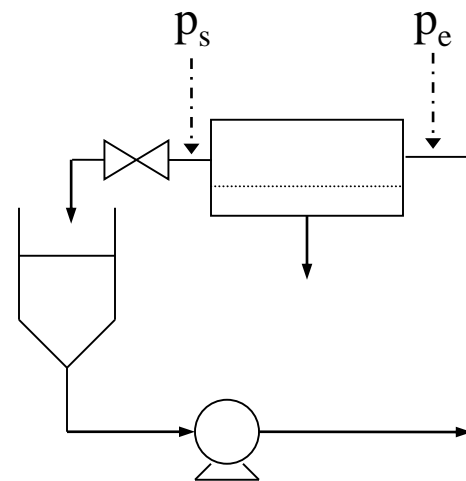
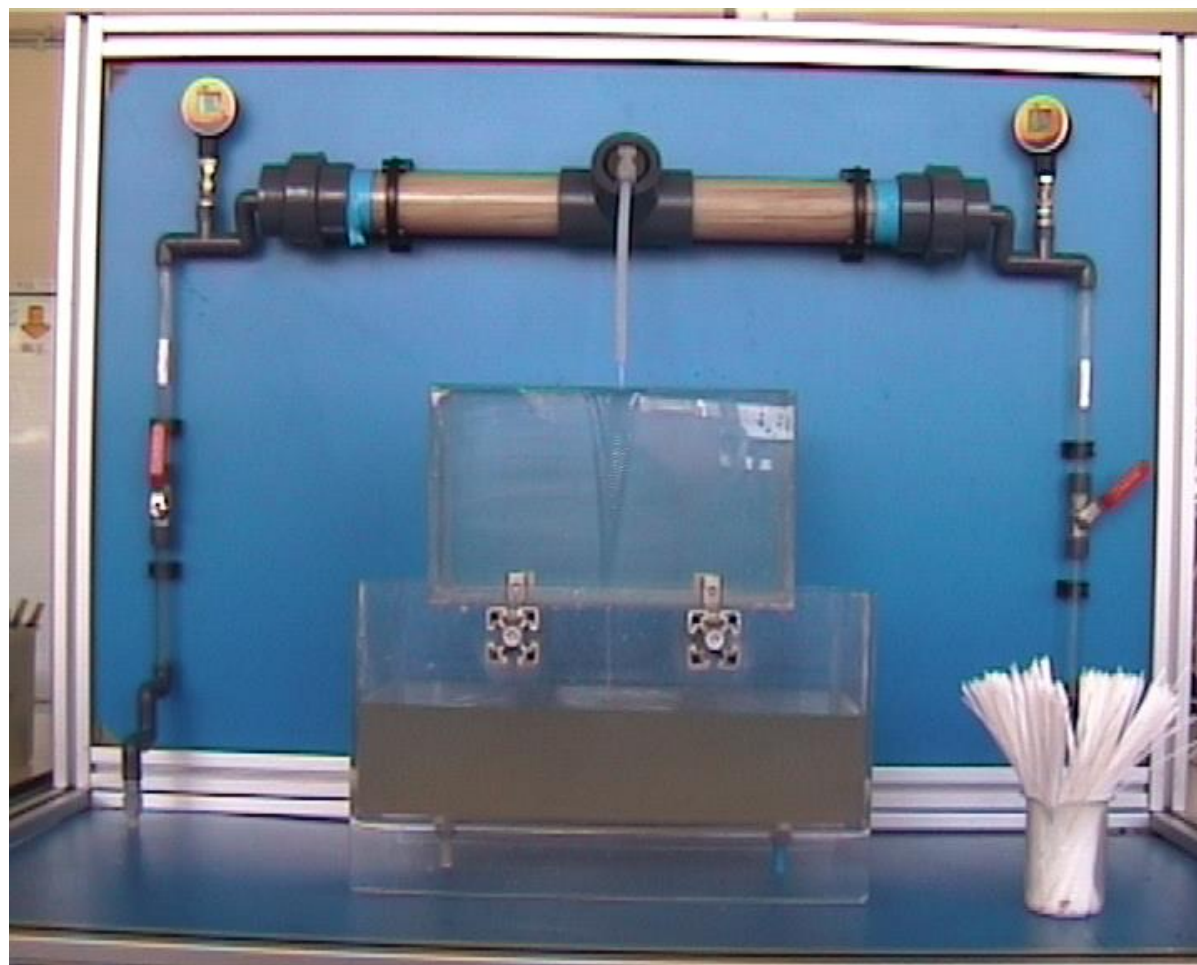
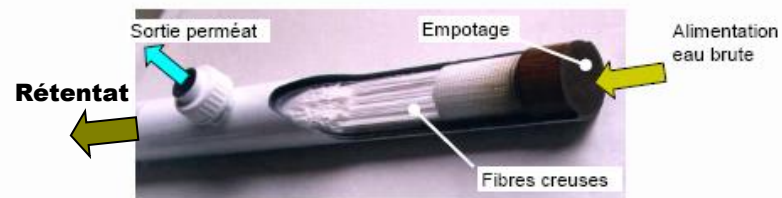
$$Y = \frac{Q_P}{Q_0} \Rightarrow \text{« Rendement »}$$



Mode frontal :  $Q_R=0$  ou mode tangentiel :  $Q_R>0$

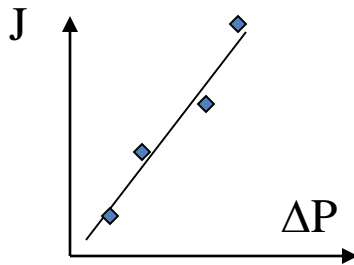
(plus d'énergie dépensée mais moins de colmatage)

Illustration : Ultrafiltration tangentielle  
sur un module de fibres creuses



### Caractérisation par perméation

#### ➔ Perméabilité au solvant

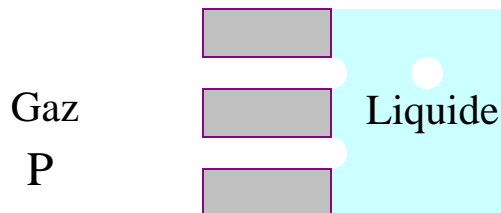


$$J = \frac{\Delta P}{\mu R_m} = \frac{L_p}{\mu} \Delta P$$

$L_p$  : perméabilité de la membrane

porosité  
taille de pores

#### ➔ Perméabilité à un gaz (ou au mercure)



$$r_p = \frac{2\gamma \cos \theta}{P}$$

taille de pore  
maximum

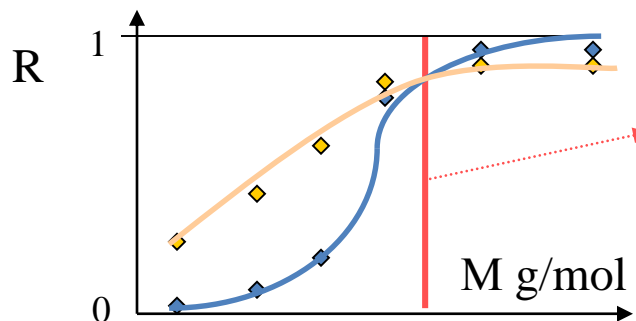
Test d'intégrité

Effet stérique

### Caractérisation par perméation

#### ➔ Perméabilité à un soluté

R taux de rejet  $R = 1 - \frac{c_p}{c_r}$

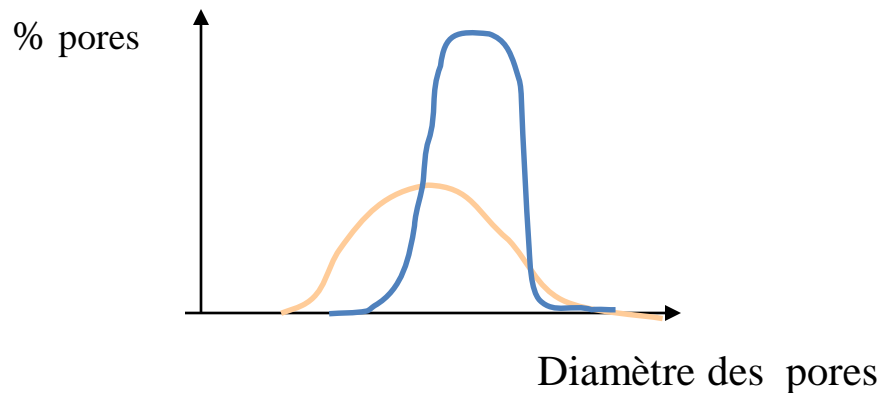


Seuil de coupure  
en g/mol (ou Da)

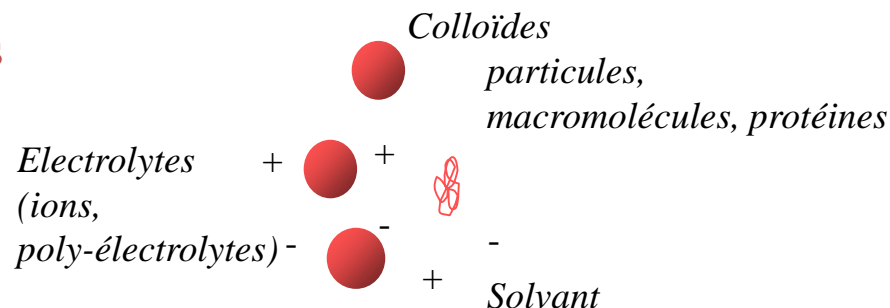
*masse molaire minimum  
d'un soluté retenu à 90 %*

Seuil de coupure

Distribution de  
taille de pore



Un fluide avec différentes échelles de taille et d'interaction ...



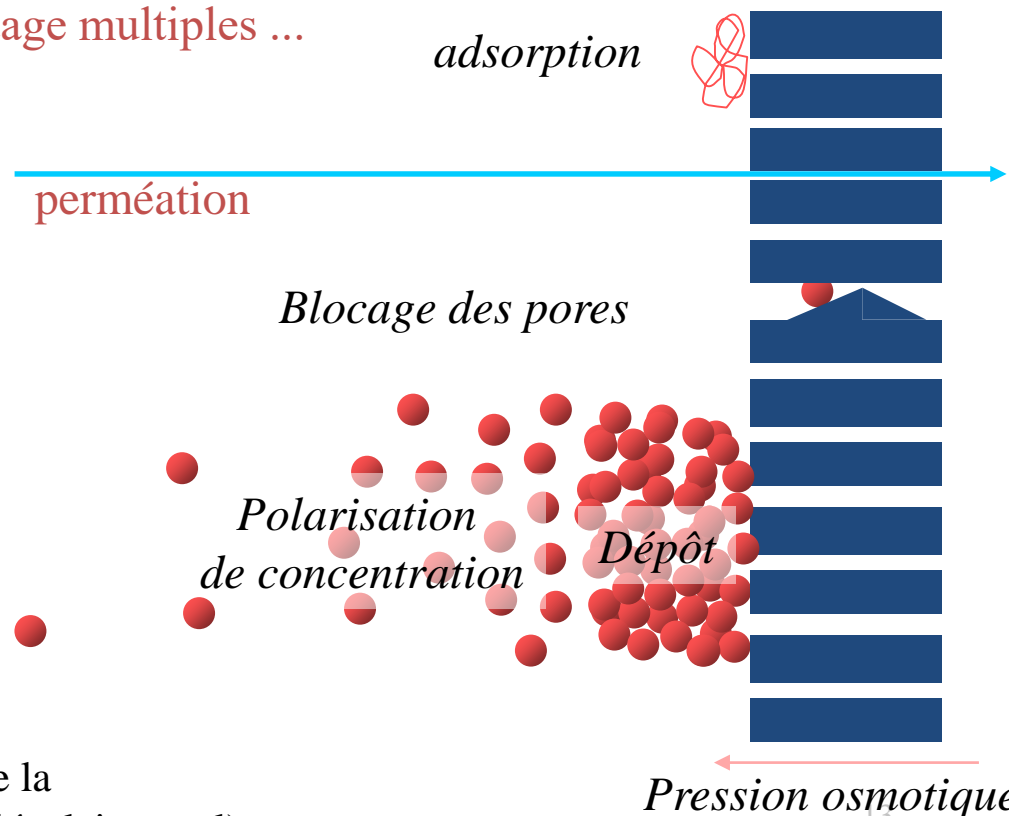
... provoque des phénomènes de colmatage multiples ...

**Adsorption** de molécules ou macromolécules présentant une affinité chimique avec le matériau membranaire

**Blocage de pore** mécanique par des particules dans la membrane

**Polarisation de concentration** : accumulation de matière réversible à la surface entraînant une contre pression osmotique

**Dépôt** irréversible de matière à la surface de la membrane (matière particulaire : dépôt, moléculaire : gel)

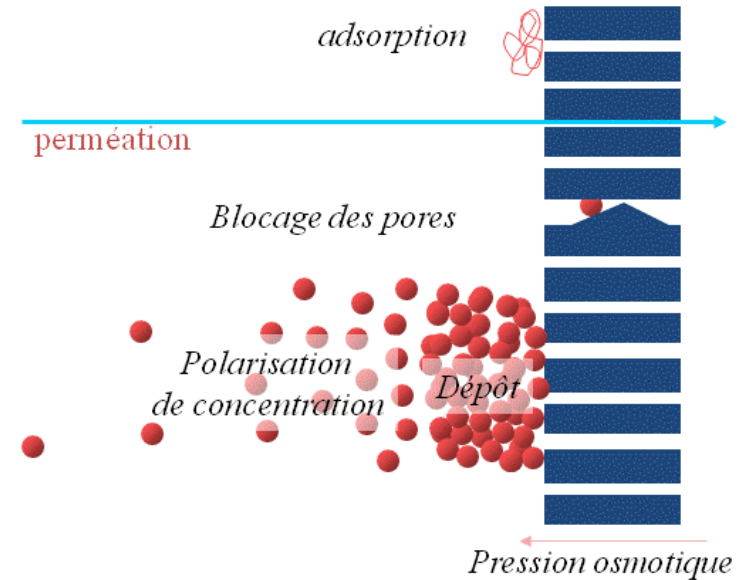


... avec différentes localisations ...

Interne *blocage de pore, adsorption*

Externe *polarisation, dépôt, adsorption*

... et différents degrés de réversibilité.



Réversible :  
par baisse de pression

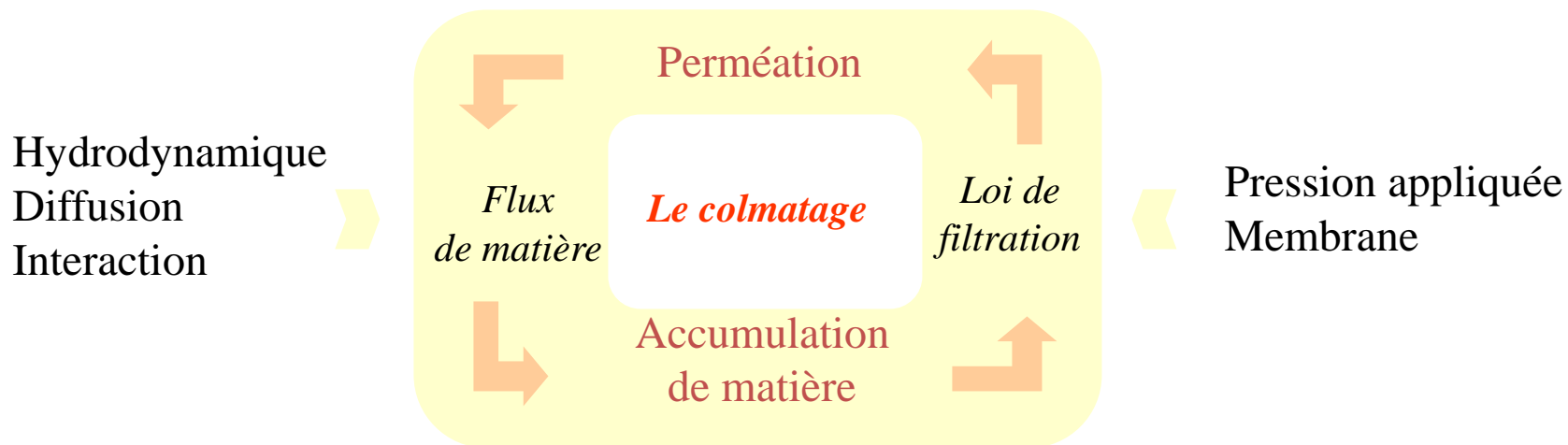
après lavage tangentiel  
après contre pression  
après lavage chimique

*polarisation, pression osmotique*

*dépôt*  
*blocage de pore, dépôt*  
*adsorption*

Degré  
d'irréversibilité

Le colmatage dépend de nombreux paramètres opératoires ....



... et contrôle le bon fonctionnement du procédé

**Diminution du transfert  
de solvant**  
(productivité du procédé)

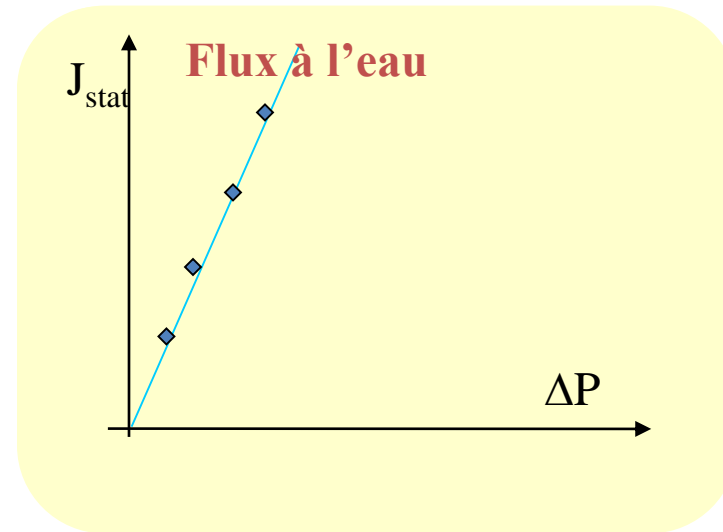
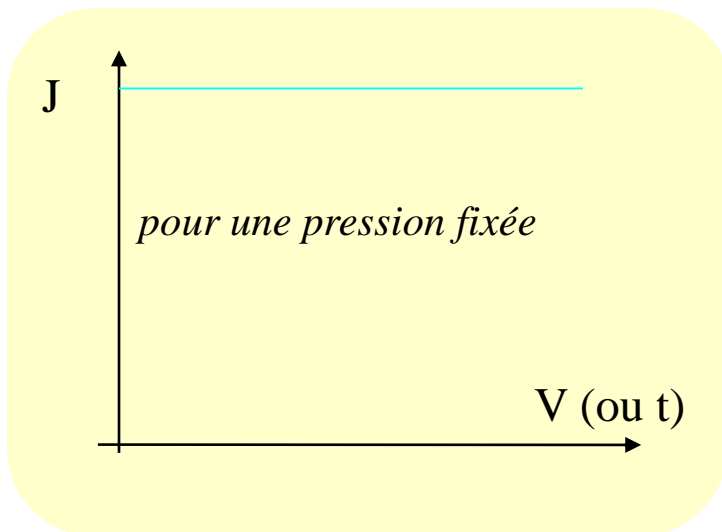
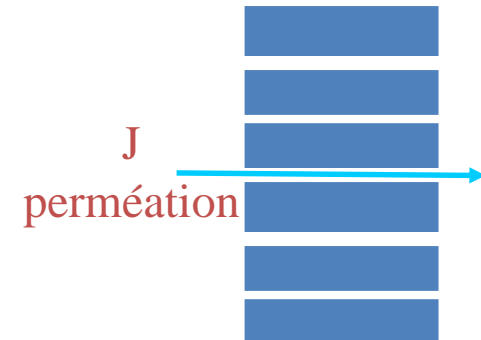
**Diminution du transfert  
des solutés**  
(efficacité du procédé)

### Le colmatage (4)

### La filtration d'eau propre !

$$J = \frac{\Delta P}{\mu R_m} = \frac{L_p}{\mu} \Delta P$$

Annotations:  
-  $J$  (m/s) : Flux de perméation  
-  $\Delta P$  (Pa) : Différence de pression  
-  $L_p$  : Perméabilité de la membrane  
-  $\mu$  (kg/(m.s)) : Viscosité = f(°C)  
-  $R_m$  (m<sup>-1</sup>) : Résistance de la membrane



La température modifie le flux de perméation

$\mu(20^\circ\text{C})=1$  cp et  $\mu(10^\circ\text{C})=1,3$  cp

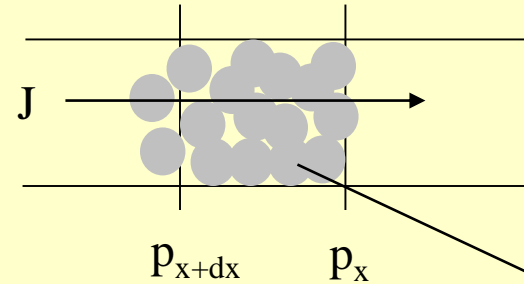


### Une limitation du transfert de solvant

#### Rappel : Ecoulement dans un (ou des) milieu poreux

→ Coeff. de perméabilité (m<sup>2</sup>)

Loi de Darcy



Milieu poreux :  
-empilement d'objet  
-matériau massif avec porosité

Intégration sur la longueur pour une membrane d'épaisseur, e

$$J = \frac{k_p}{\mu} \frac{\Delta P}{e} = \frac{L_p}{\mu} \Delta P = \frac{\Delta P}{\mu R_m}$$

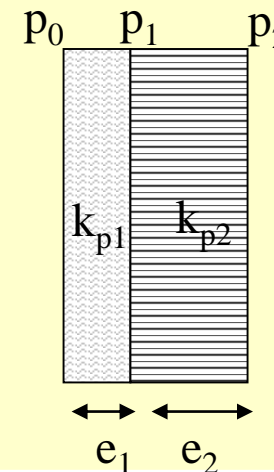
Perméabilité (m) →  $L_p$   
Résistance hydraulique (m<sup>-1</sup>) →  $R_m$

Application à un milieu poreux composite

$$J = \frac{k_{p1}}{\mu} \frac{p_0 - p_1}{e_1} = \frac{k_{p2}}{\mu} \frac{p_1 - p_2}{e_2}$$

$$J = \frac{\Delta P}{\mu \left( \frac{e_1}{k_{p1}} + \frac{e_2}{k_{p2}} \right)}$$

Principe d'additivité  
des résistances



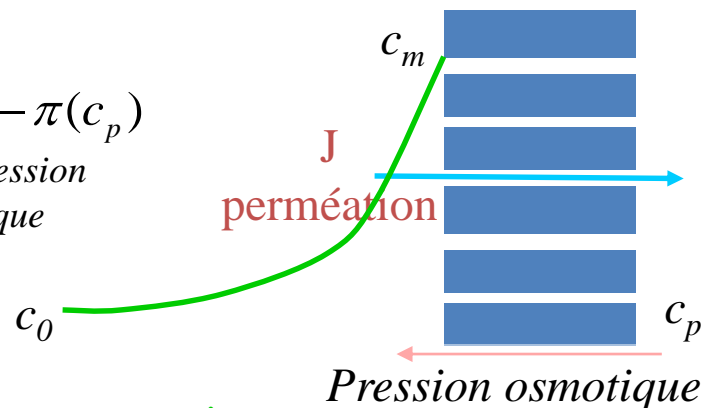
### Le colmatage (6)

La **filtration** d'un soluté (retenu par la membrane)

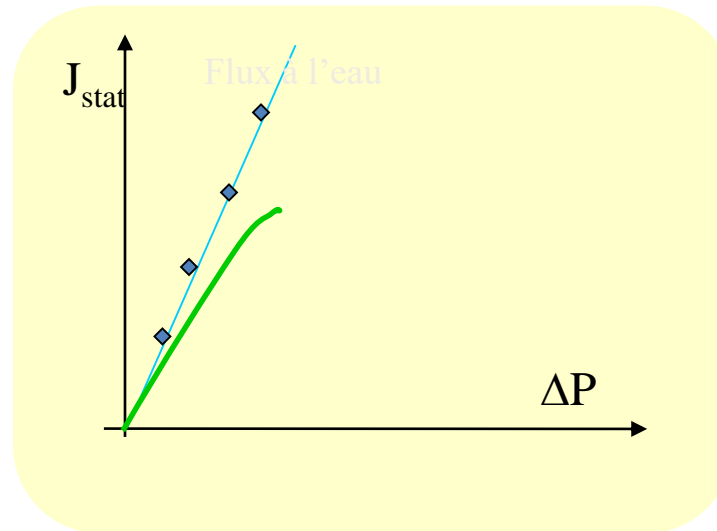
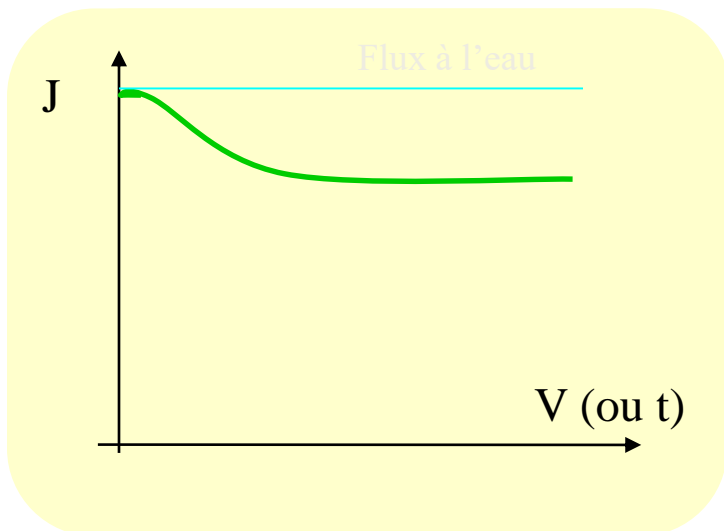
$$J = \frac{\Delta P - \Delta \pi}{\mu R_m}$$

$$\Delta \pi = \pi(c_m) - \pi(c_p)$$

Contre pression  
osmotique



*Colmatage primaire : polarisation de concentration*



### Rappels : La diffusion ...

Phénomène de transfert de la matière  
des zones concentrées vers les zones diluées :

**Sa mission** : le retour à l'équilibre  
**Ses moyens** : le mouvement Brownien

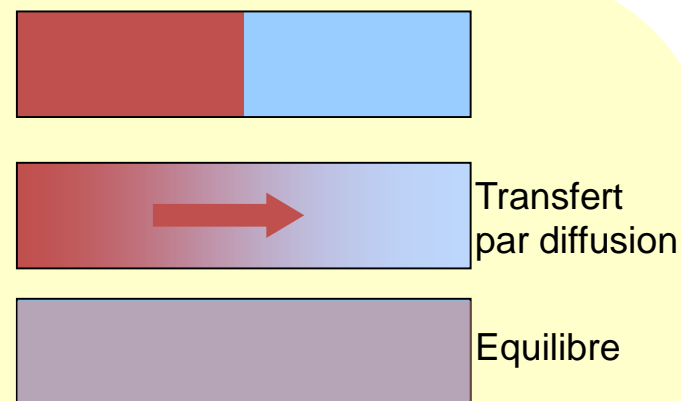
Loi de Fick : 
$$N = - D \frac{dc}{dx}$$

### ... et la pression osmotique

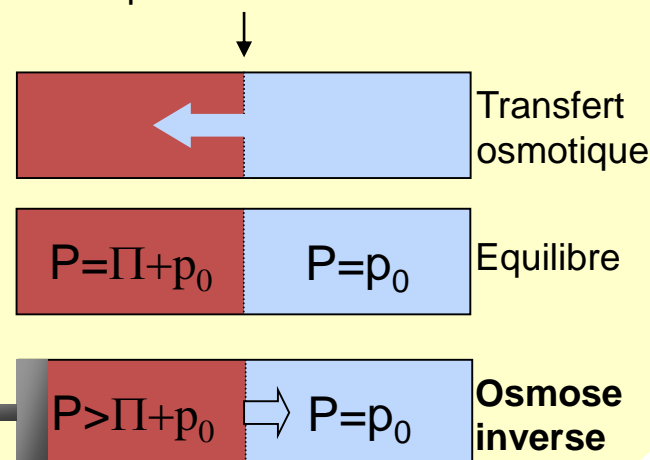
Transfert du solvant vers les zones concentrées :  
**l'osmose**

A l'équilibre : une pression osmotique compense  
la différence de concentration

Si une pression  $> \Pi$   
est appliquée



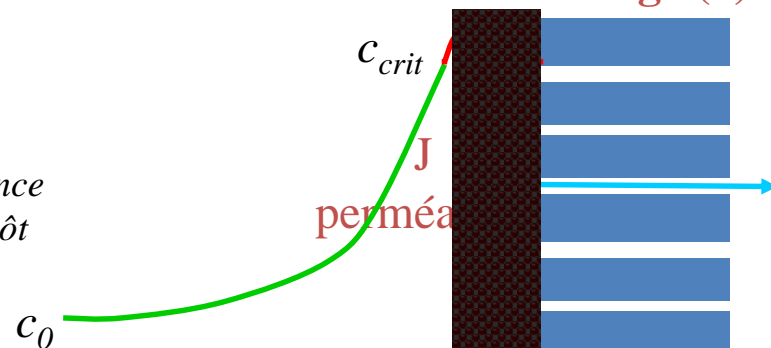
Membrane perméable au solvant  
et imperméable au soluté



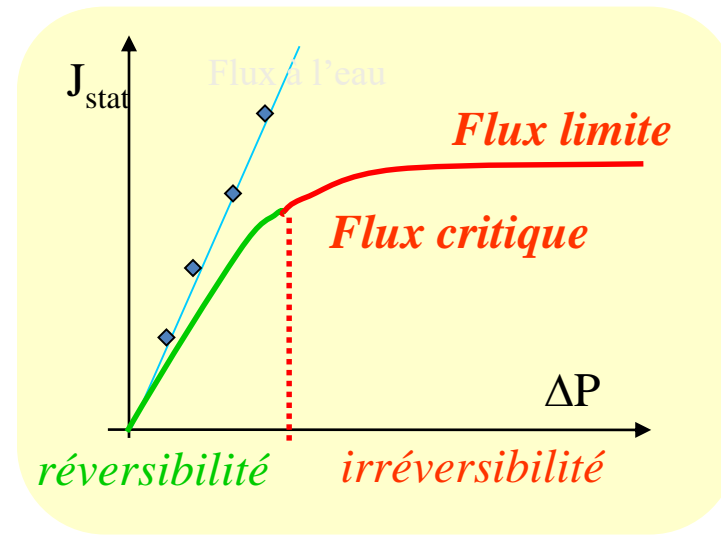
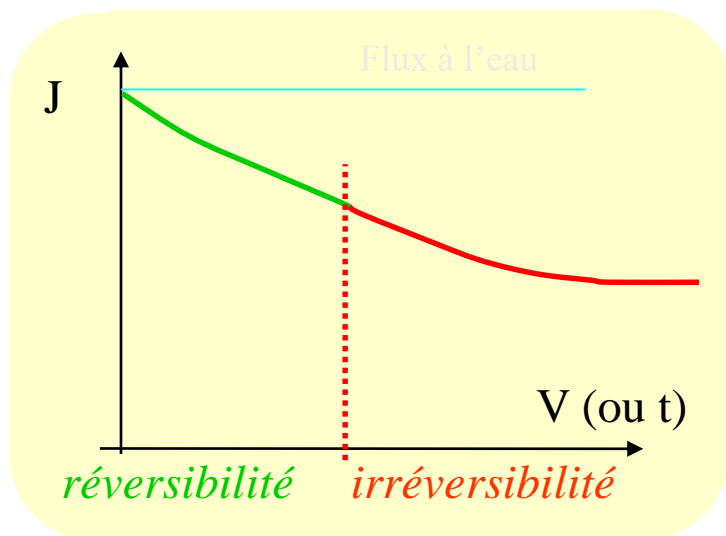
La **filtration** d'un soluté (retenu par la membrane)

$$J = \frac{\Delta P - \Delta \pi}{\mu R_m + \mu R_c}$$

Résistance  
de dépôt



*Colmatage secondaire : dépôt, gel ou précipité*



**Volume critique** : volume filtré au delà duquel le colmatage est irréversible

**Flux limite** : flux maximum accessible  
**Flux critique** : premier flux provoquant un colmatage irréversible

**Loi de filtration** : le transfert de l'eau à travers la membrane

$$J = \frac{\Delta P - \Delta \pi}{\mu(R_m + R_{ads} + R_{bl} + R_{dep})}$$

Pression osmotique

Membrane
Adsorption
Blocage
Dépôt

ions

molécules

macromolécules - colloïdes

particules

**Colmatage primaire**

**Approche pression osmotique**

$$J = \frac{\Delta P - \Delta \pi}{\mu R_m}$$

$$\pi = RTc = 30 \text{ atm (eau de mer)}$$

$$= 1 \text{ atm (colloïdes)}$$

**Colmatage secondaire**

**Approche filtration sur gâteau**

$$J = \frac{\Delta P}{\mu(R_m + R_{dep})}$$

$$R_{dep} = \alpha M_d = \alpha \int_0^t N dt$$

$\swarrow$  Résistance spécifique de dépôt  $\text{m/kg}$

$\downarrow$  Masse déposée  $\text{kg/m}^2$

$\downarrow$  Transfert de soluté  $\text{N kg/(m}^2\text{s)}$

### Polarisation de concentration

A la surface de la membrane, il y a un Flux de matière diffusif et convectif :

$$N = \underbrace{-D \frac{dc}{dz}}_{\text{diffusion}} + \underbrace{Jc}_{\text{perméation}}$$

Par intégration de l'équation de continuité :

$$\frac{c(z) - c_p}{c_0 - c_p} = e^{\frac{J}{D}z} \quad \frac{c_m - c_p}{c_0 - c_p} = e^{Pe}$$

Flux stationnaire

$$J_{stat} = \frac{D}{\delta} \ln \frac{c_m - c_p}{c_0 - c_p}$$

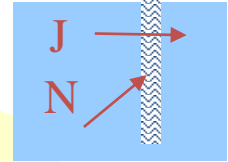
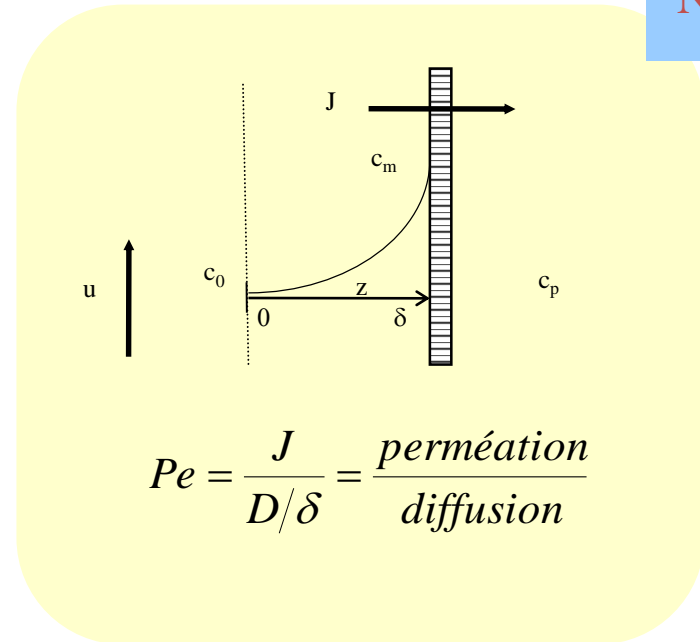
Modèle du film

Flux limite

$$J_{lim} = \frac{D}{\delta} \ln \frac{c_g - c_p}{c_0 - c_p}$$

Modèle du gel

$c_g$  concentration de gélification

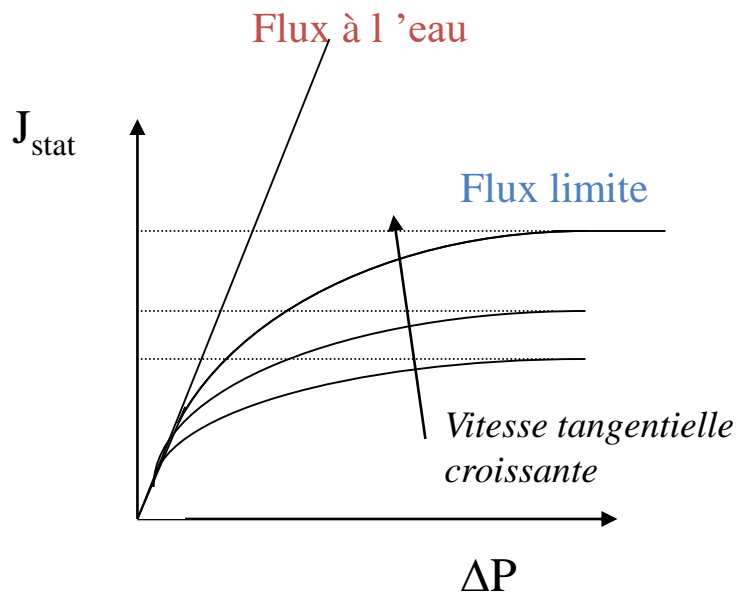


Conséquence de la couche de polarisation sur le fonctionnement du procédé

$$J_{\text{lim}} = \frac{D}{\delta} \ln \frac{c_g - c_p}{c_0 - c_p}$$

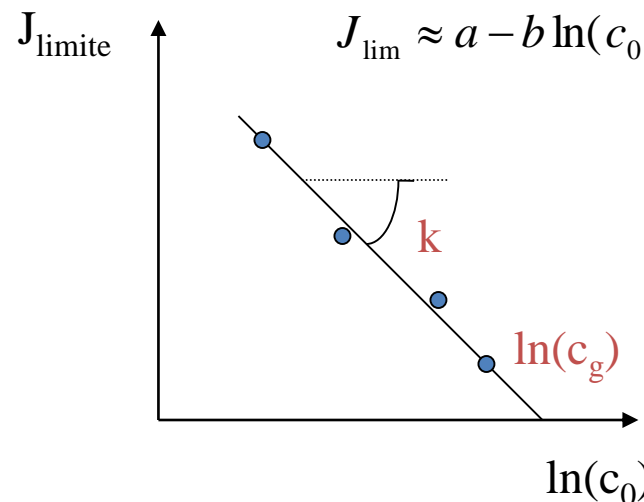
Effet de la vitesse tangentielle sur le colmatage

Effet de la concentration sur le colmatage



$$J_{\text{lim}} = \frac{D}{\delta} \ln \frac{c_g - c_p}{c_0 - c_p}$$

$$J_{\text{lim}} \approx a - b \ln(c_0)$$



### Description du colmatage primaire

Transfert de matière : Couche de polarisation  
Transfert de solvant limité par la pression osmotique

#### Accumulation de matière

$$\frac{c_m - c_p}{c_0 - c_p} = e^{-\frac{J\delta}{D}}$$

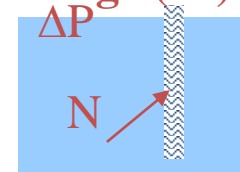
*Effet du flux sur l'accumulation*

#### Loi de filtration

$$J = \frac{\Delta P - \Delta\pi}{\mu R_m}$$

$$\Delta\pi = \pi(c_m) - \pi(c_p)$$

*Effet de l'accumulation sur le flux*



$$\frac{c_m - c_p}{c_0 - c_p} - e^{-\frac{\Delta P - \pi(c_m) \delta}{\mu R_m D}} = 0$$

Si la membrane est totalement rétentive ( $c_p=0$ )  
sinon  $c_p=c_m(1-R)$



## Application au colmatage lors de la nanofiltration de jus de fruit



Membrane :

diamètre 6 mm Longueur 1,2 m  
vitesse 0,05-0,1 m/s

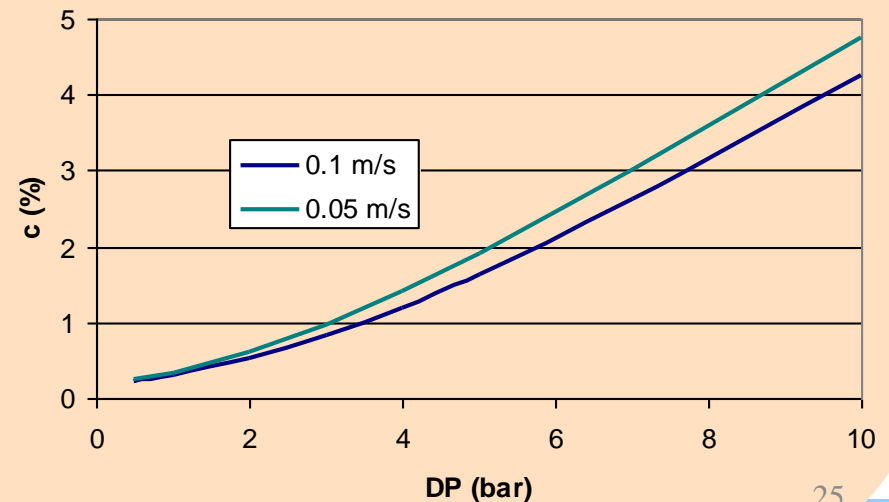
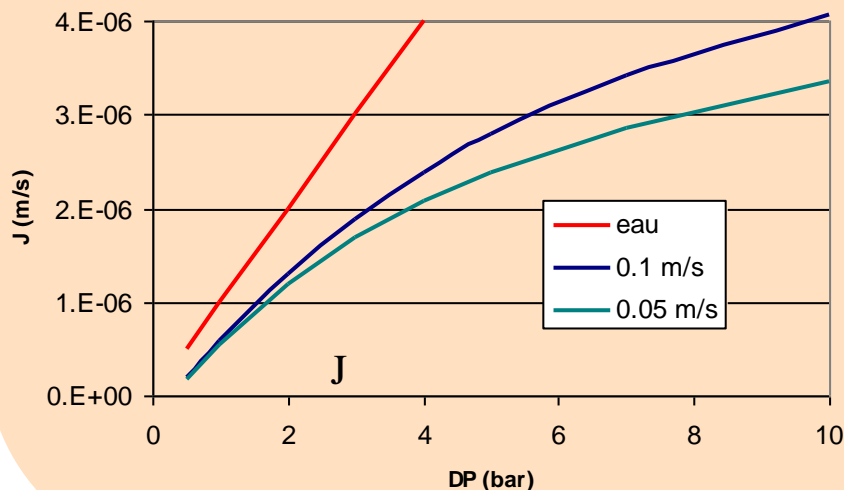
Jus de fruit :

$c$  (% massique) = 0.2  
 $\rho = 1200 \text{ kg/m}^3$   
 $\mu = 0,001 \text{ Po}$   
 $D = 7 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

$Re = 360-720$   
 $Sc = 4900$

Coefficient de transfert de matière  
 $k = D/\delta = 1.06-1.33 \cdot 10^{-6} \text{ m/s}$

### Evolution du flux de perméation, $J$ , et de l'accumulation, $c_m$ , en fonction de $\Delta P$



Tableur

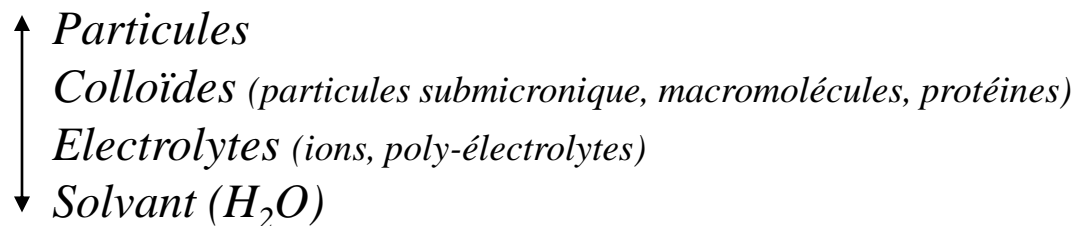
## Pour s'exercer à ces calculs

Les calculs présentés sur la diapo 25 nécessitent la résolution d'1 équation à 1 inconnu. (diapo 24). La détermination de l'inconnu,  $c_m$ , peut se faire à l'aide de la fonction valeur cible sur Excel (voir tableau). Pour valider ces calculs à l'aide d'une calculatrice, nous allons faire ici les calculs en sens inverse, c'est-à-dire en considérant une valeur de  $c_m$  de 8 % puis en calculant les conditions opératoires qui conduisent à cette valeur :

- Déterminer le flux de perméation qui doit conduire à cette concentration en appliquant la loi du film
- Déterminer la contre pression osmotique pour cette concentration à la membrane et donc la pression transmembranaire qu'il faut appliquer.
- Vérifier ces calculs par rapport aux résultats présentés dans la diapo 25

### Le fluide à traiter

Systèmes dispersés à trois échelles

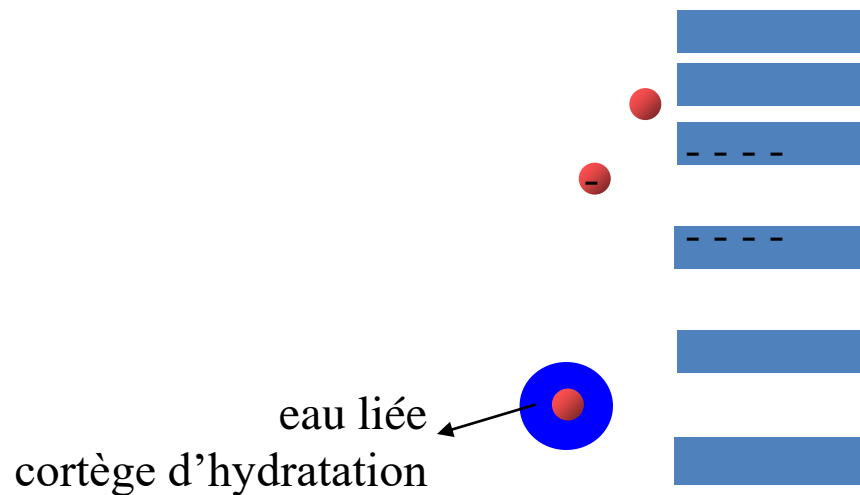


### Les phénomènes physiques engendrant la sélectivité

Rétention basée sur la taille  
(effet stérique)

Rétention basée sur la charge  
(effet électrostatique)

Rétention basée sur l'hydratation  
(effet hydrophile/phobe)

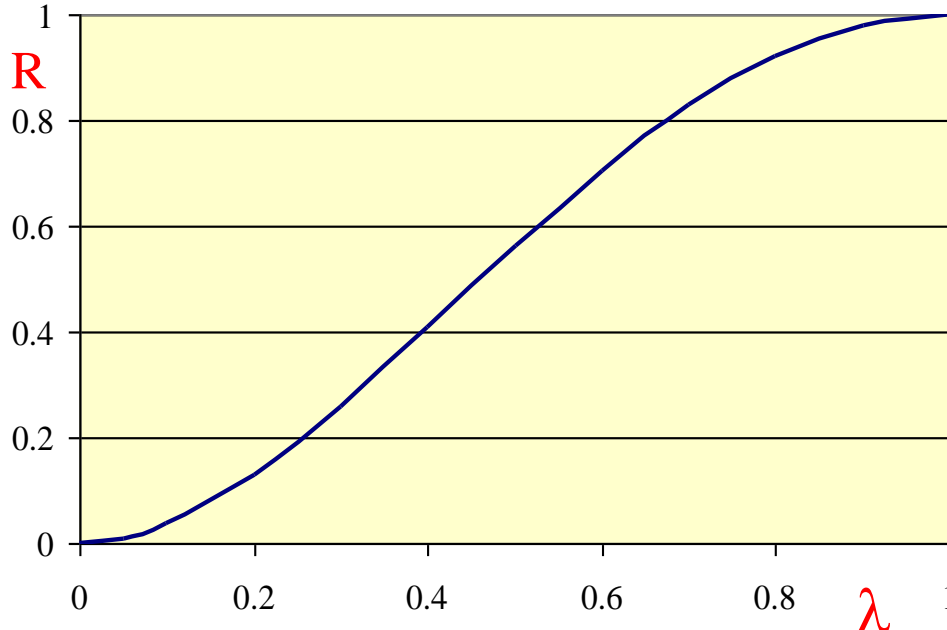
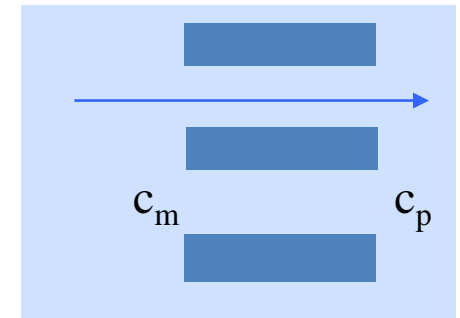


### La sélectivité / rétention stérique

$$R = 1 - \frac{c_p}{c_m} = (1 - (1 - \lambda)^2)^2 \quad (\text{loi de Ferry})$$

avec  $\lambda = \frac{r_s}{r_p}$

← rayon du soluté  
← rayon du pore



Le transfert d'un soluté 2 fois plus petit que le pore est réduit de 40 %

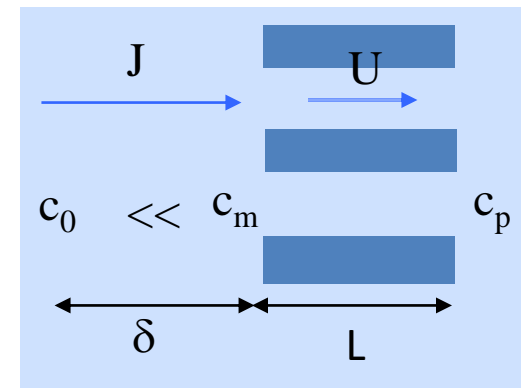


une membrane contient une distribution de taille de pore (voir diapo 11)

### La sélectivité / Effet du flux de perméation

Taux de rejet observé (expérimentalement)

$$R_{\text{observé}} = 1 - \frac{c_p}{c_0} = \frac{1}{1 + \frac{1 - R_{\infty}}{R_{\infty}} \frac{e^{Pe_{cl}}}{1 - e^{-Pe_{pore}}}}$$



Taux de rejet intrinsèque

$$R_{\text{int}} = 1 - \frac{c_m}{c_0} = \frac{1}{1 + \frac{1 - R_{\infty}}{R_{\infty}} e^{Pe_{cl}}}$$

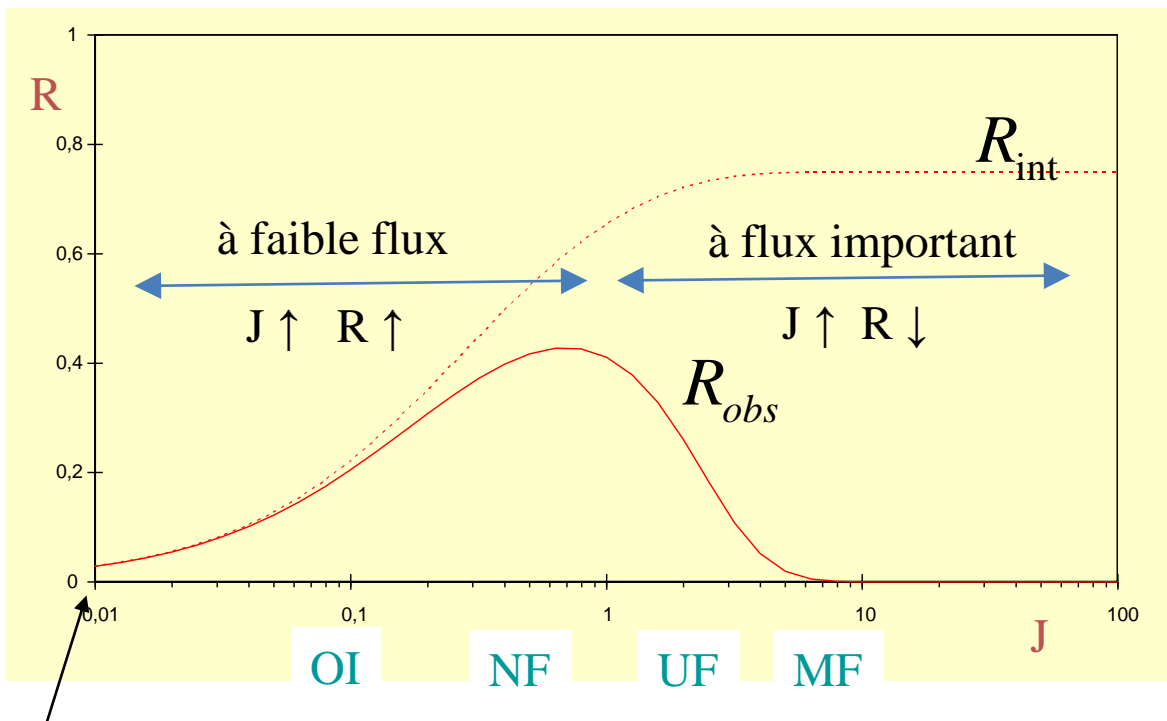
Taux de rejet infini

$$R_{\infty} = 1 - \frac{c_{in}}{c_{out}}$$

Coefficient de partage

Péclet

$$Pe_{pore} = \frac{UL}{D} \quad Pe_{CL} = \frac{J\delta}{D}$$



pas de rétention à flux nul :  
membrane permsélective

## Pour s'exercer à ces calculs

Une membrane de nanofiltration a un coefficient de partage de 0,25 par rapport à un soluté ( $D=1.10^{-12}$  m<sup>2</sup>/s). Les pores représentant 10% de la surface ont une longueur de 100 nm. La vitesse tangentielle à la membrane permettant d'obtenir une épaisseur de couche limite de 1 μm, calculer la valeur du taux de rejet que l'on pourra obtenir expérimentalement avec la membrane pour des flux de filtration  $J=10^{-7}$ ,  $10^{-6}$  et  $10^{-5}$  m/s.

Indices :  $Pe_{pore}=Pe_{cl}=J.10^{-6}$

# Deuxième session de cours

### La mise en œuvre de la filtration membranaire

→ choix technologique puis dimensionnement

#### Filtration tangentielle/frontale



productivité plus importante mais coût (invest. et fonct.) plus élevé  
*filtration frontale limitée à des filtrations « faciles »*  
*sur des produits à faible valeur ajoutée (ex : eau potable, filtration conv. ...)*

#### Concentration / diafiltration



le volume filtré est remplacé par un même volume d'eau  
dans l'alimentation -> *élimine les petites molécules*

#### Configuration Batch, continu, multiétagé



Flux/pression constante → choix d'après les opérations amont-aval,  
les coûts :  
investissement -> minimisation de la surface installée  
fonctionnement -> consommation énergétique  
des contraintes de production



### Configuration Batch

### Bilan matière

en concentration

$$V_0 c_0 = V_R c_R + \int_0^t Q_p c_p dt$$

$$V_0 = V_R + V_P$$

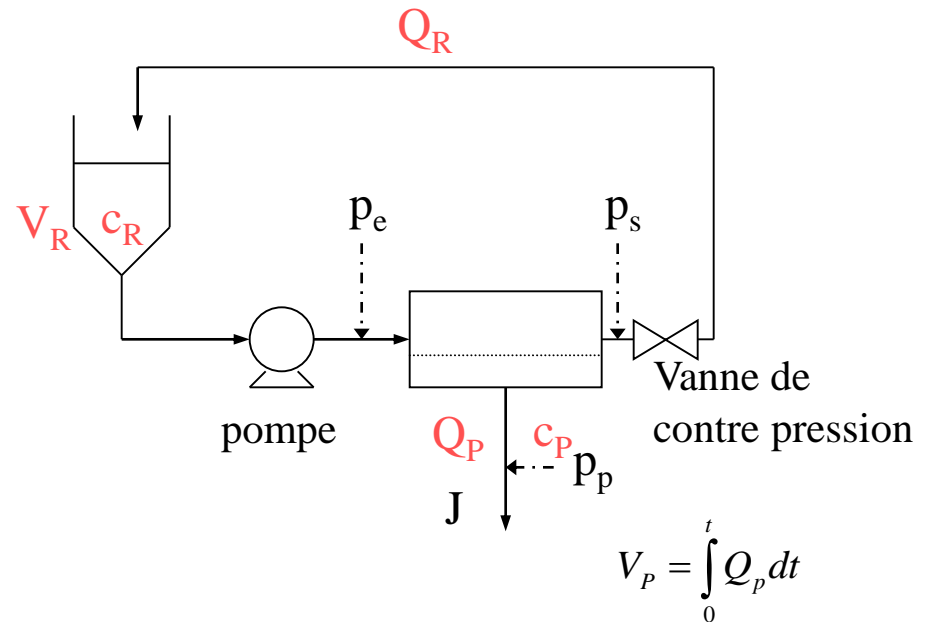
$$0 = V_R dc_R + c_R dV_R + Q_p c_p dt$$

$$\frac{dV_R}{V_R} = - \frac{dc_R}{Rc_R}$$

FC : facteur de concentration  $\rightarrow \frac{c_R}{c_0} = \left( \frac{V_0}{V_R} \right)^R \leftarrow$  FRV : facteur de réduction volumique

➡ si  $R=0$  alors  $FC=1$

➡ si  $R=1$  alors  $FC=FRV$   
( $c_R$  augmente et le colmatage augmente)



### Procédé Batch

### Dimensionnement

$$0 = V_R dc_R + c_R dV_R + Q_p c_p dt$$

$$At = \int \frac{V_R dc_R}{(c_R - c_P)}$$

$$At = V_0 \int_{c_0}^c \frac{c_0^{1/R} dc_R}{J.R.c_R^{(1+R)/R}} = V_0 \int_1^{FC} \frac{dFC}{J.R.FC^{(1+R)/R}}$$

$$\text{si } J = k \ln\left(\frac{c_g}{c_R}\right) = k \ln\left(\frac{c_g}{c_0}\right) - k \ln\left(\frac{c_R}{c_0}\right)$$

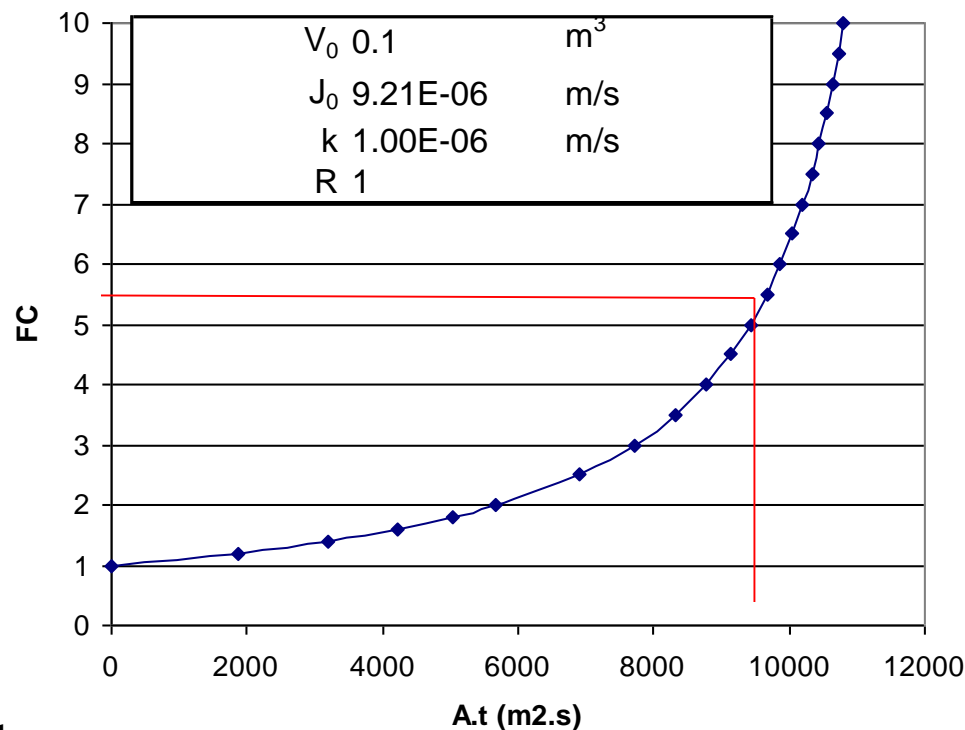
$$= a - b \ln(FC)$$

(voir diapo 24)

A.N. : Concentrer 5 fois 100 litres en  
1 heures

$$A = 2.6 \text{ m}^2$$

A (surface à installer) ↗  
si { t (temps de filtration) ↘  
J (flux de perméation) ↘  
FC (fact. de conc.) ↗



Tableur

### Configuration diafiltration Batch

### Bilan en régime discontinu

en diafiltration

$$V_0 c_0 = V_0 c_R + \int_0^t Q_p c_p dt$$

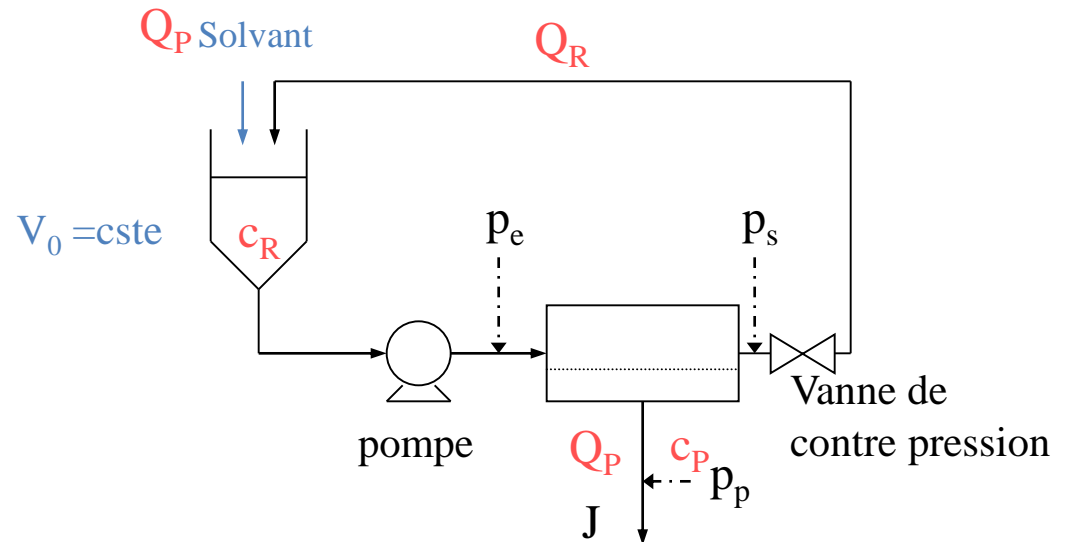
$$0 = V_0 dc_R + c_p dV_P$$

$$\frac{dc_R}{c_R} = -(1-R) \frac{dV_P}{V_0}$$

FC : facteur de concentration  $\rightarrow \frac{c_R}{c_0} = e^{-(R-1) \frac{V_P}{V_0}}$  ← Taux de diafiltration

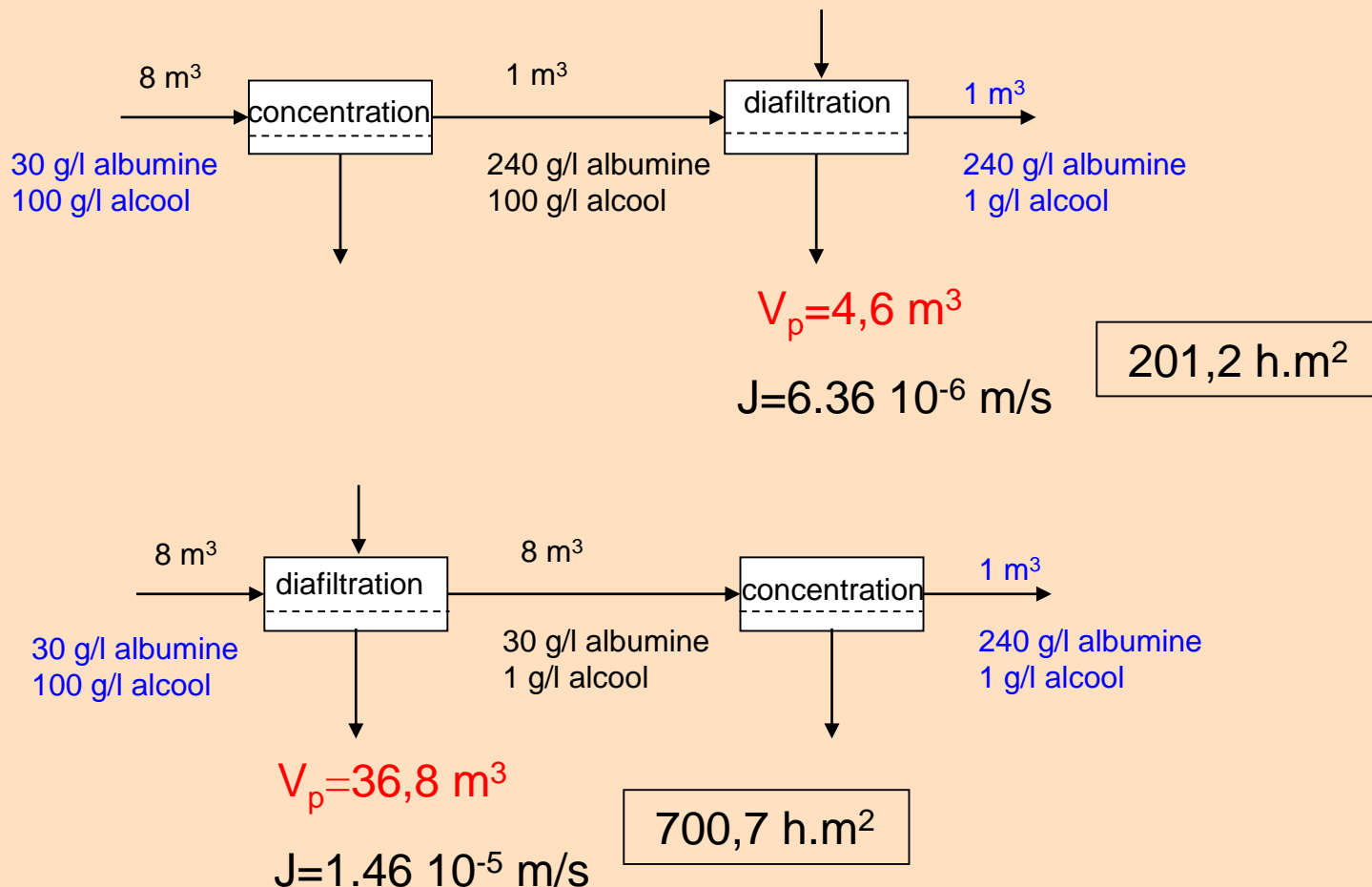
➡ si  $R=1$  alors  $FC=1$  :  $c_R=c_0$  et le colmatage est « constant »

➡ si  $R=0$  alors  $0 < FC < 1$  : la dilution varie exponentiellement avec le taux de diafiltration



**Conception de procédé** en discontinu permettant de produire 1 m<sup>3</sup> d'une solution aqueuse d'albumine comprenant 240 g/l d'albumine et moins de 1 g/l d'alcool à partir d'un mélange à 100 g/l d'alcool et 30 g/l d'albumine.

La membrane sélectionnée permet une rétention à 100% de l'albumine sans retenir l'alcool. Le flux de perméation (en m/s) suit la relation  $J = 3,27 \cdot 10^{-5} \cdot u^{0,4} \cdot c_{alb}^{-0,4}$  avec u la vitesse tangentielle (ici 4 m/s)

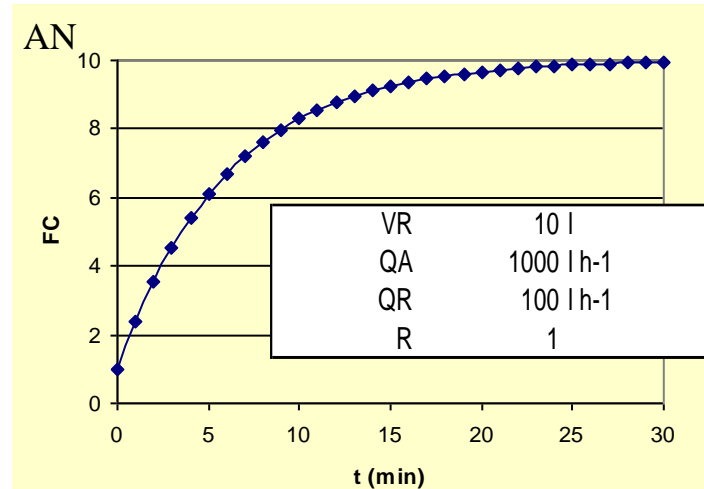
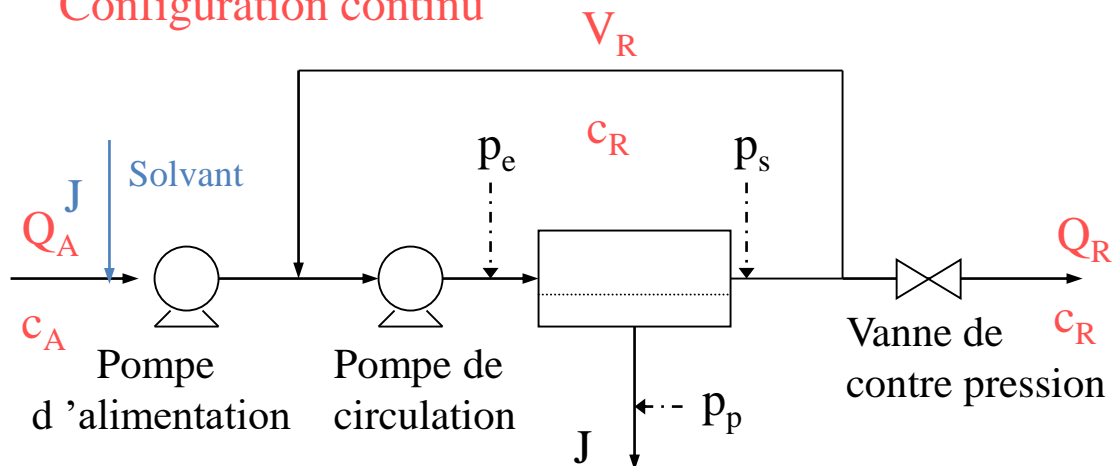


Tableur

Optimum à trouver

## La mise en œuvre du procédé Bilans et dimensionnement

### Configuration continu



### Bilan en concentration

Soit  $t_s = \frac{V_R}{Q_A}$

$$Q_A c_A - Q_R c_R - Q_p c_p = V_R \frac{dc_R}{dt}$$

$$Q_A = Q_R + Q_p$$

$$\frac{dFC}{dt} = \frac{Q_A - (Q_A - Q_p R) FC}{V_R}$$

$$\frac{dFC}{dt} = \frac{1 - \alpha \cdot FC}{t_s}$$

Limite  $Q_A \geq Q_p$

$$FC < \frac{1}{1 - R}$$

$$FC = \frac{1}{\alpha} + \left(1 - \frac{1}{\alpha}\right) e^{-\alpha \frac{t}{t_s}}$$

avec

$$\alpha = 1 - \frac{FRV - 1}{FRV} R$$

$$FRV = \frac{Q_A}{Q_R}$$

➔ Si  $t \rightarrow \infty$  alors  $FC = \frac{1}{\alpha}$

➔ si  $R=0$  alors  $FC=1$

➔ si  $R=1$  alors  $FC=FRV$

Mode opératoire : — Concentration  
— Diafiltration<sub>37</sub>

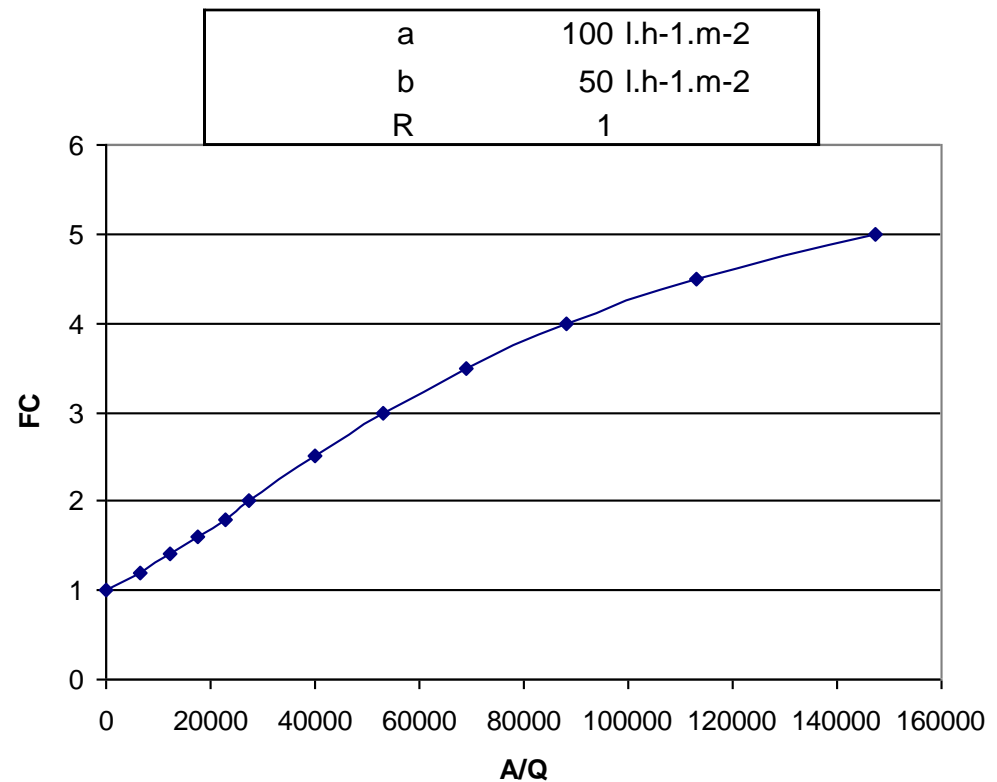
### Configuration continu

Dimensionnement (en régime stationnaire)

$$\frac{A}{Q_A} = \frac{FC - 1}{J.R.FC}$$

A.N. : Concentrer 5 fois un débit  
de 1000 l/h

$$A=41 \text{ m}^2$$



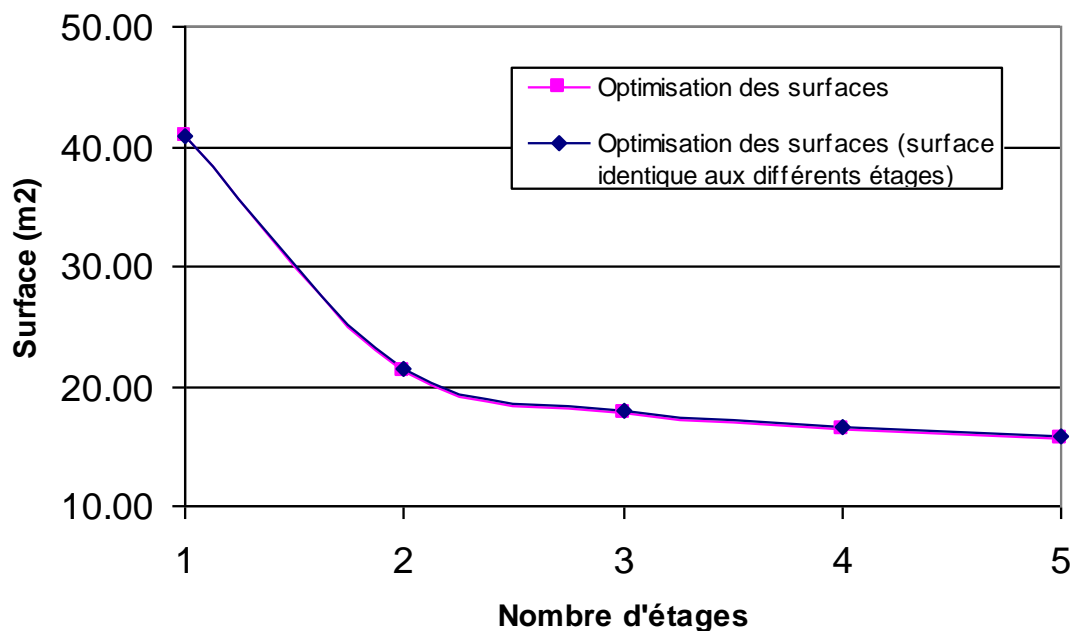
### Configuration continu multi-étagée

si  $R=1$



$$\frac{A_1}{Q_A} = \frac{FC_1 - 1}{J(FC_1) \cdot FC_1}$$

$$\frac{A_i}{Q_A} = \frac{1}{J_i} \left( \frac{1}{FC_{i-1}} - \frac{1}{FC_i} \right)$$



A.N. : Concentrer 5 fois  
un débit de 1000 l/h

Premier choix du type de membrane par contrainte extérieure  
(pH, turbidité, stérilisation, agrément ...)

### Le fluide

taille des espèces à filtrer ?

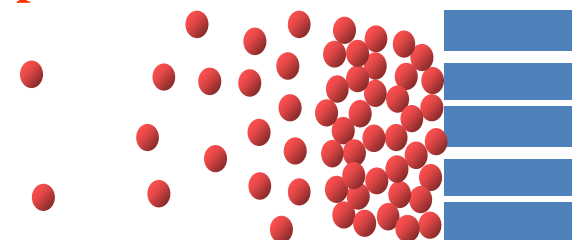
présence de macromolécules ?

choix du seuil de coupure

au plus taille espèces les plus petites à retenir et  
si possible des plus petites particules / 2  
**pour éviter blocage de pores**

choix du matériau

pour limiter affinité entre molécules  
et macromolécules et membrane  
**pour limiter adsorption**



Aide à un premier  
choix membrane/fluide



**Essais :** Filtration  $J=f(\Delta P)$  - échelle labo

**Expertise :**

Effet de la nature du fluide  
(ex : pH, concentration) sur la filtrabilité

Première comparaison de membrane

Energie ( $\Delta P$ ) nécessaire pour une certaine productivité (J)

Orientation  
sur choix de membrane  
et du fluide

Estimation  
économique  
très sommaire

**Exemple :** flux stationnaire de 20 l/(h.m<sup>2</sup>) pour 1 bar

→ Surface membranaire pour 10 m<sup>3</sup>/jrs : 20 m<sup>2</sup>

→ Énergie minimum pour séparation : 100 KJ/m<sup>3</sup> de perméat

Coût minimum  
d'investissement

Coût minimum  
de fonctionnement

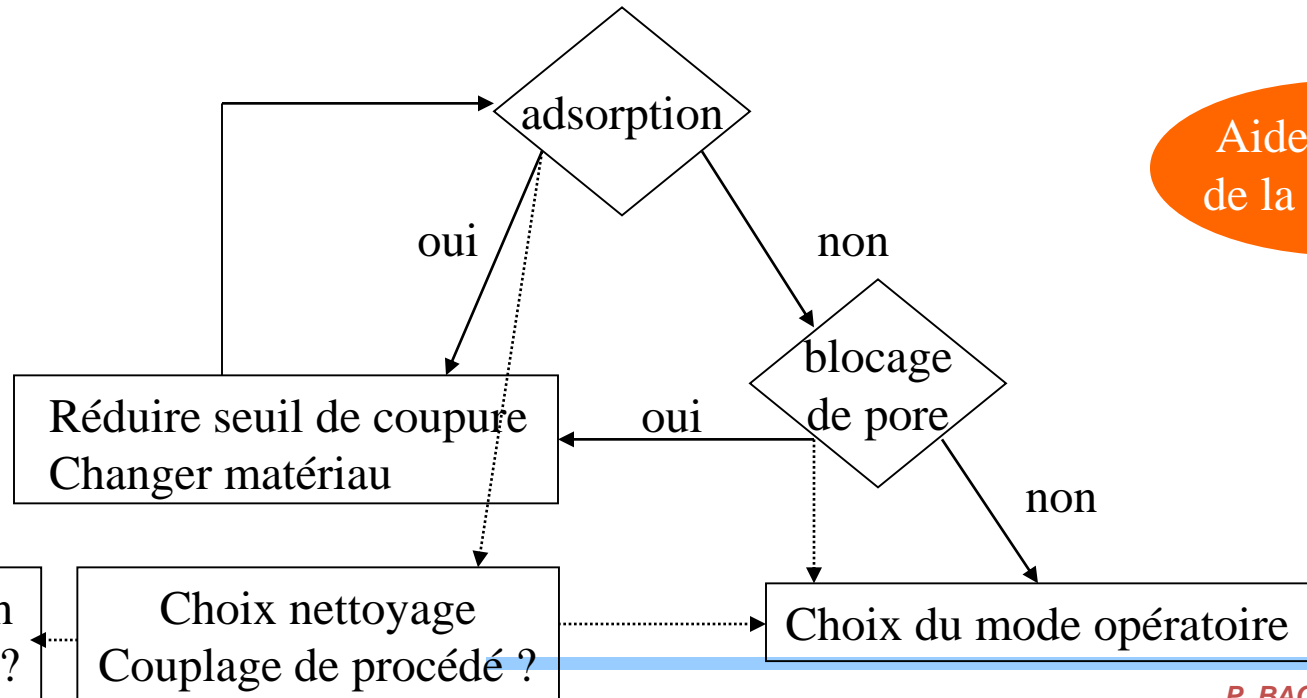
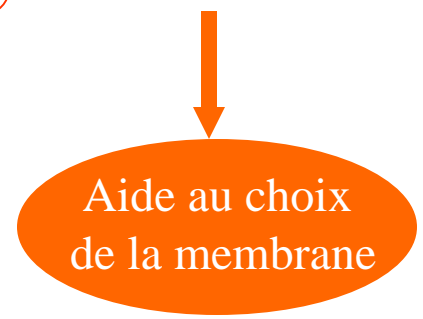
Aide à l'estimation économique du procédé  
à un premier choix fluide/membrane

**Essais** : Etude de réversibilité après filtration - échelle labo

**Expertise** : Phénomènes de colmatage limitants

Réversible :	
par baisse de pression	<i>polarisation, pression osmotique</i>
après lavage tangentiel	<i>dépôt</i>
après contre pression	<i>blocage de pore, dépôt</i>
après lavage chimique	<i>adsorption</i>

Degré d'irréversibilité et mécanisme limitant



**Essais** : essais sur pilote

**Expertise** :

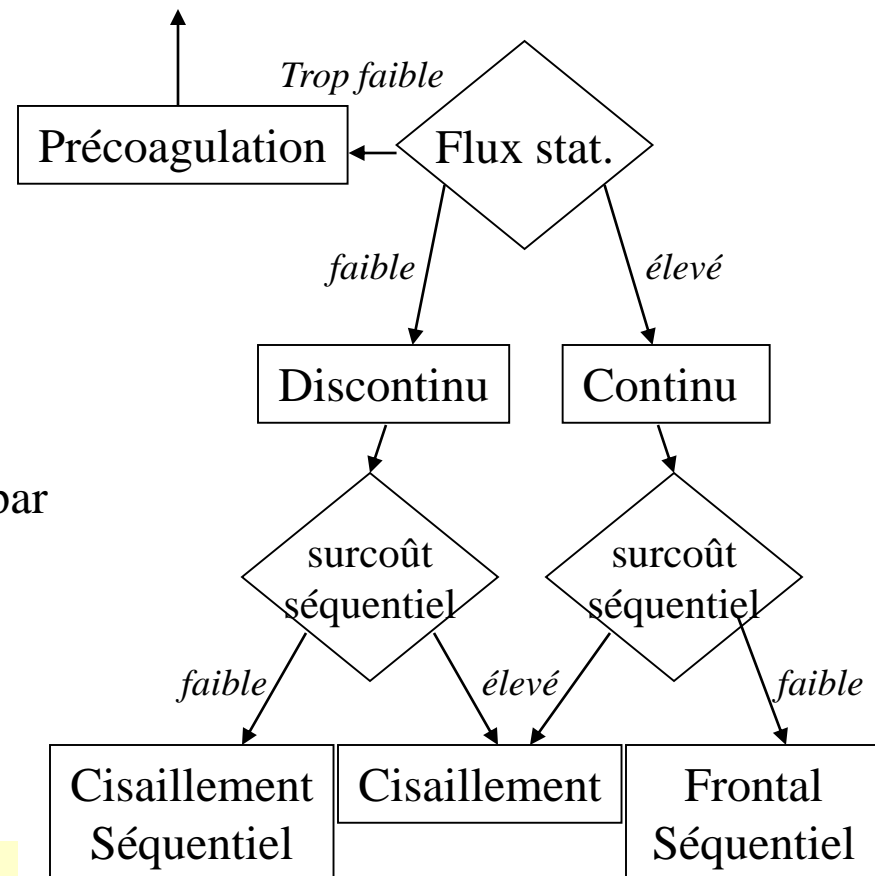
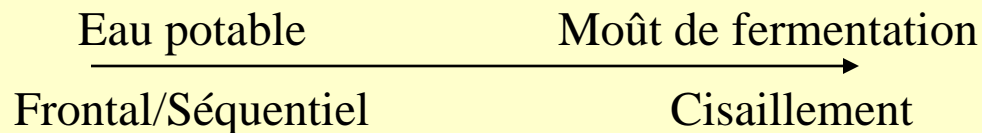
**Continu ? Discontinu ?**

Choix suivant valeur du flux stationnaire et contraintes extérieures (nettoyage ...)

**Frontal ? Cisaillement ? Séquentiel ?**

Choix par estimation du surcoût lié au cisaillement par rapport à la perte en productivité due au rétrolavage séquentiel

fortement dépendant du **colmatage**  
et donc de la concentration du fluide à séparer



Aide au choix  
du mode opératoire

### Cisaillement stationnaire ? Instationnaire ?

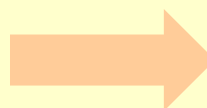
Stationnaire : écoulement tangentiel

Instationnaire : écoulement air, vibration, pulsation ...

Coût supplémentaire / productivité ?

Exemple: fibres immergées

avec  
écoulement d'air



vibration

+

écoulement tangentiel

### Flux ou pression constant ?

Flux constant :

avantage : production constante

inconvénient : système "divergent" → contrôle et régulation difficile

Pression constante

avantage : système "régulé" physiquement

inconvénient : production non constante

Aide au choix  
du mode opératoire

**Essais** : essais sur pilote - mise en évidence de conditions critiques de fonctionnement

**Expertise** :

Stationnaire :

Régime turbulent mais ne doit pas engendrer une perte de charge trop importante qui favorise une hétérogénéité de flux sur membrane (apparition de flux critique locaux)

Instationnaire :

Choix de la période

**Cisaillement** ?

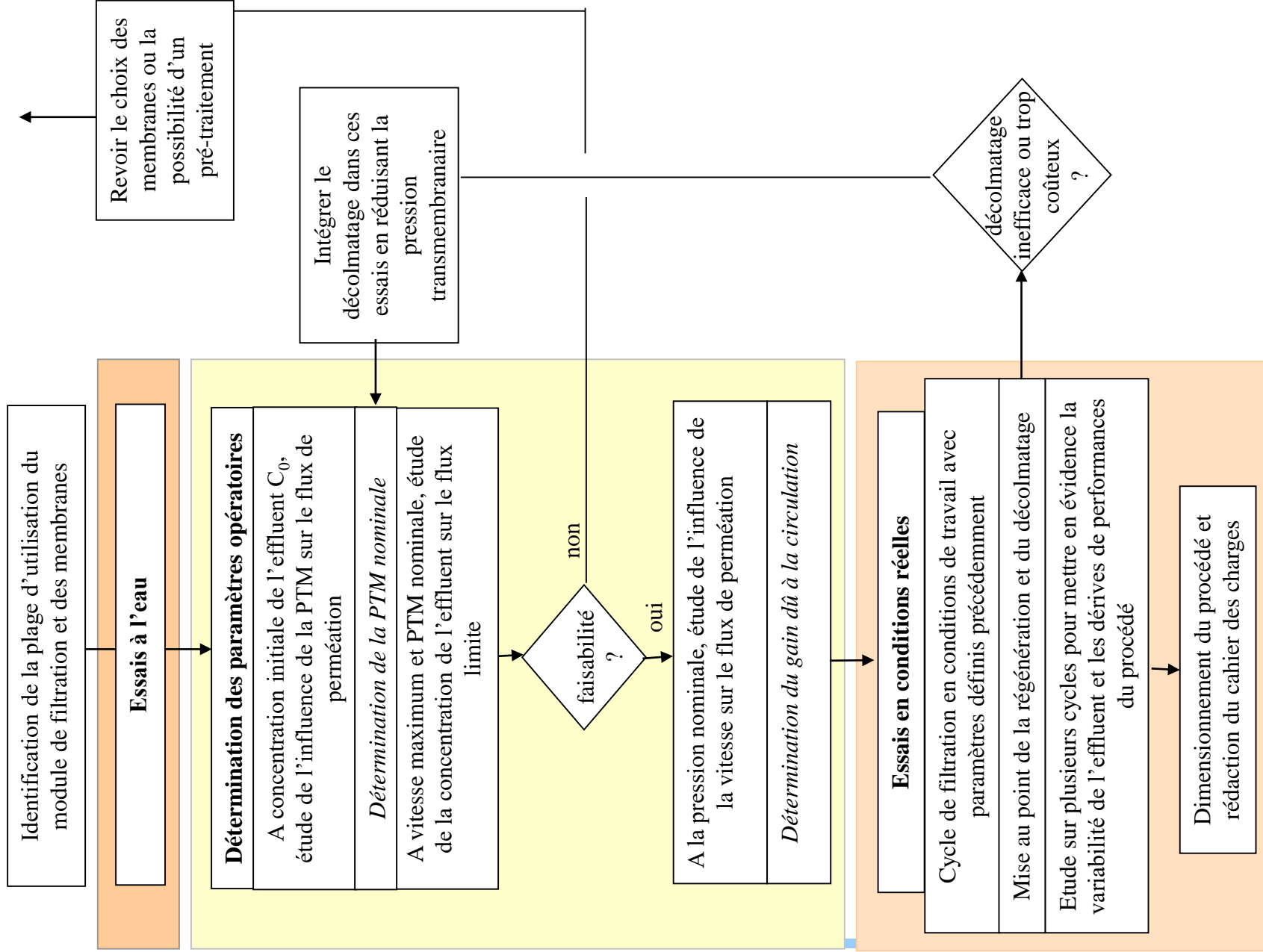
**Pression opératoire** ?

**Flux élevé ou faible** ? Pression tel que flux < flux critique (approx : 70 % flux limite)

**Durée des séquences en filtration séquentielle** ?

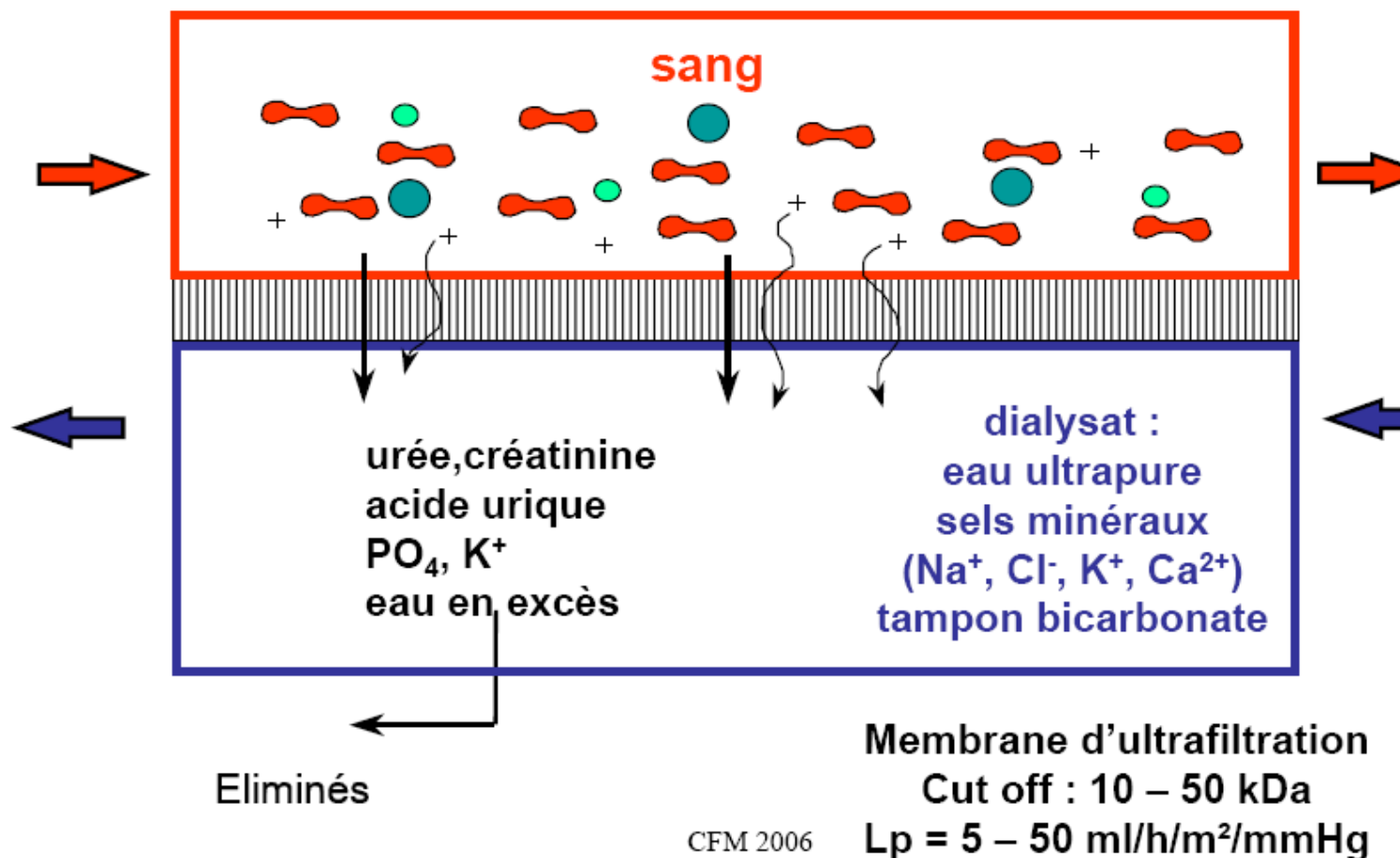
Durée tel que le volume filtré < volume filtré critique

Aide au choix  
des conditions opératoires



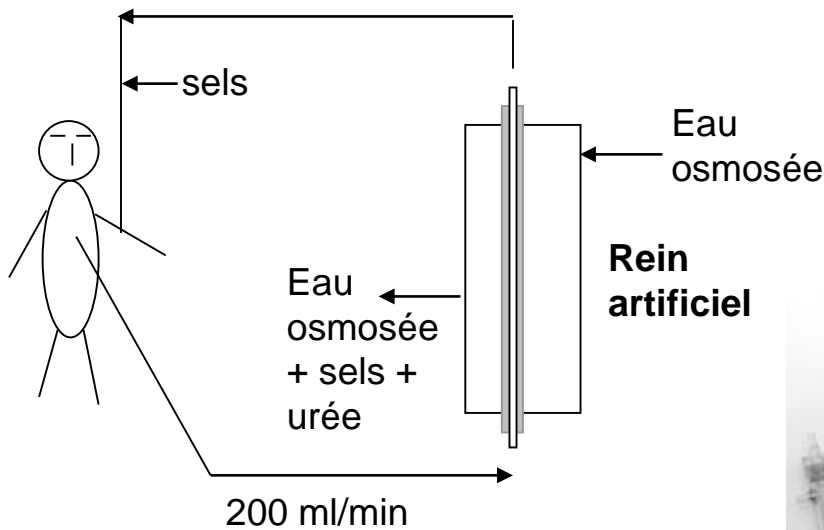
## Exemples d'applications dans les domaines pharmaceutique et biomédical

### Hémodialyse (principe)





### Hémodialyse (mise en œuvre)



Abaissement de la concentration en urée dans le sang de 3 à 0,8 g/L par diffusion de l'urée depuis le sang vers l'eau osmosée



10000 fibres  
longueur 20 cm diamètre  
externe 200  $\mu\text{m}$  épaisseur  
50  $\mu\text{m}$

**Les problèmes résolus :**  
**La biocompatibilité**  
**Le colmatage**

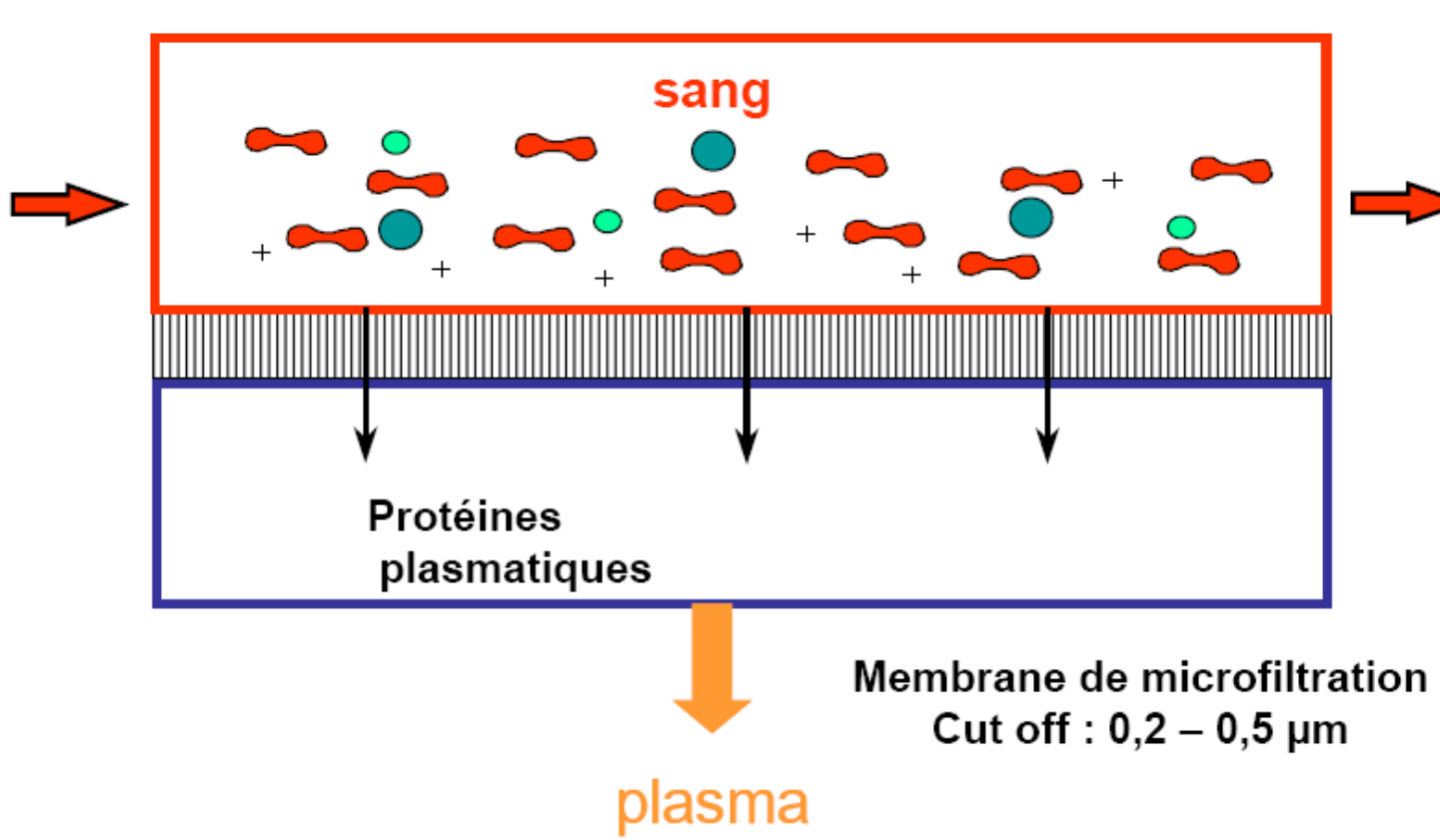
Utilisation d'un rein artificiel par dialyse (4 h)  
et de 100 m<sup>3</sup> d'eau osmosée



### Hémodialyse (mise en œuvre 2)



### Plasmaphérèse (principe)



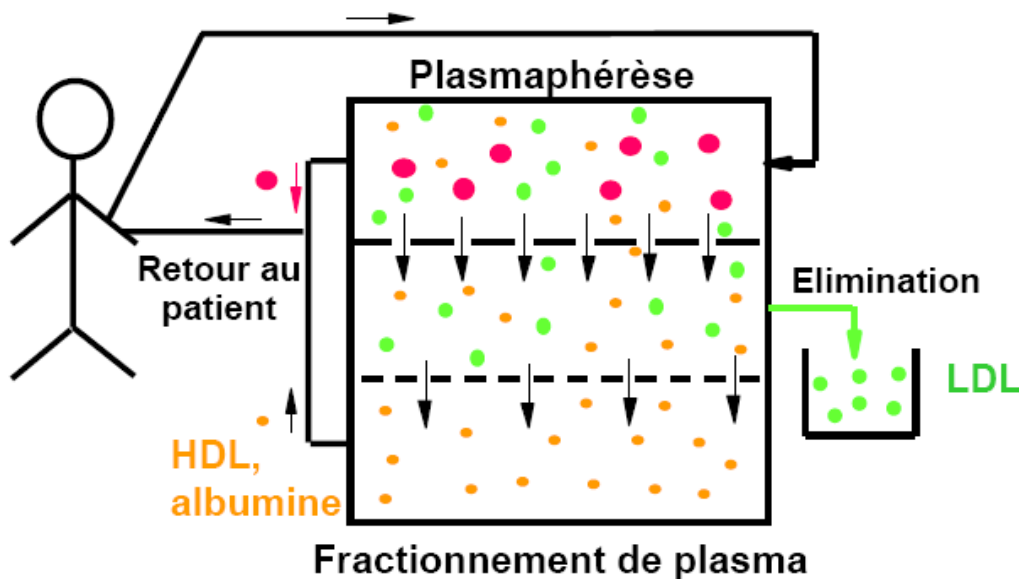
### Plasmaphérèse (applications)

Don de plasma

Echanges plasmatiques  
Traitement thérapeutique du plasma

- Maladies auto-immunes (ex :  
Lupus, Guillain-Barré)
- Hypercholestérolémie familiale

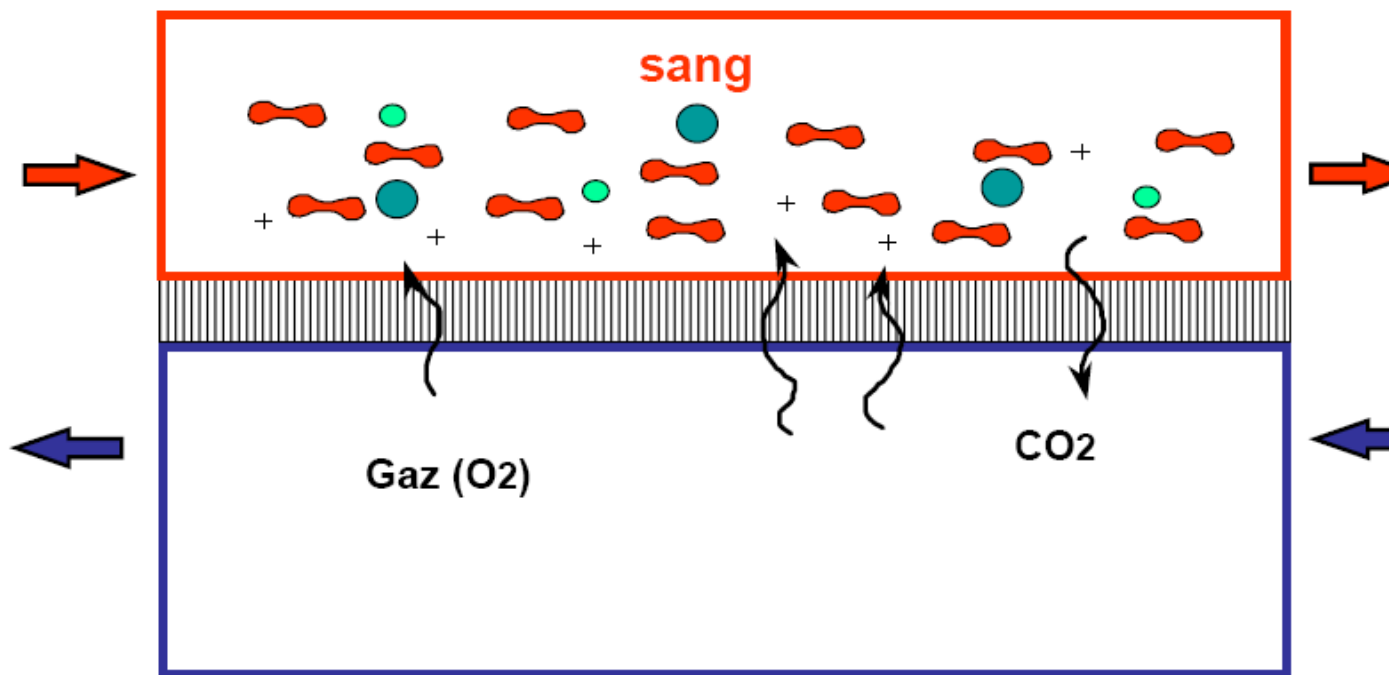
Filtration en cascade



**Les problèmes résolus :**  
**La biocompatibilité**  
**Le colmatage**

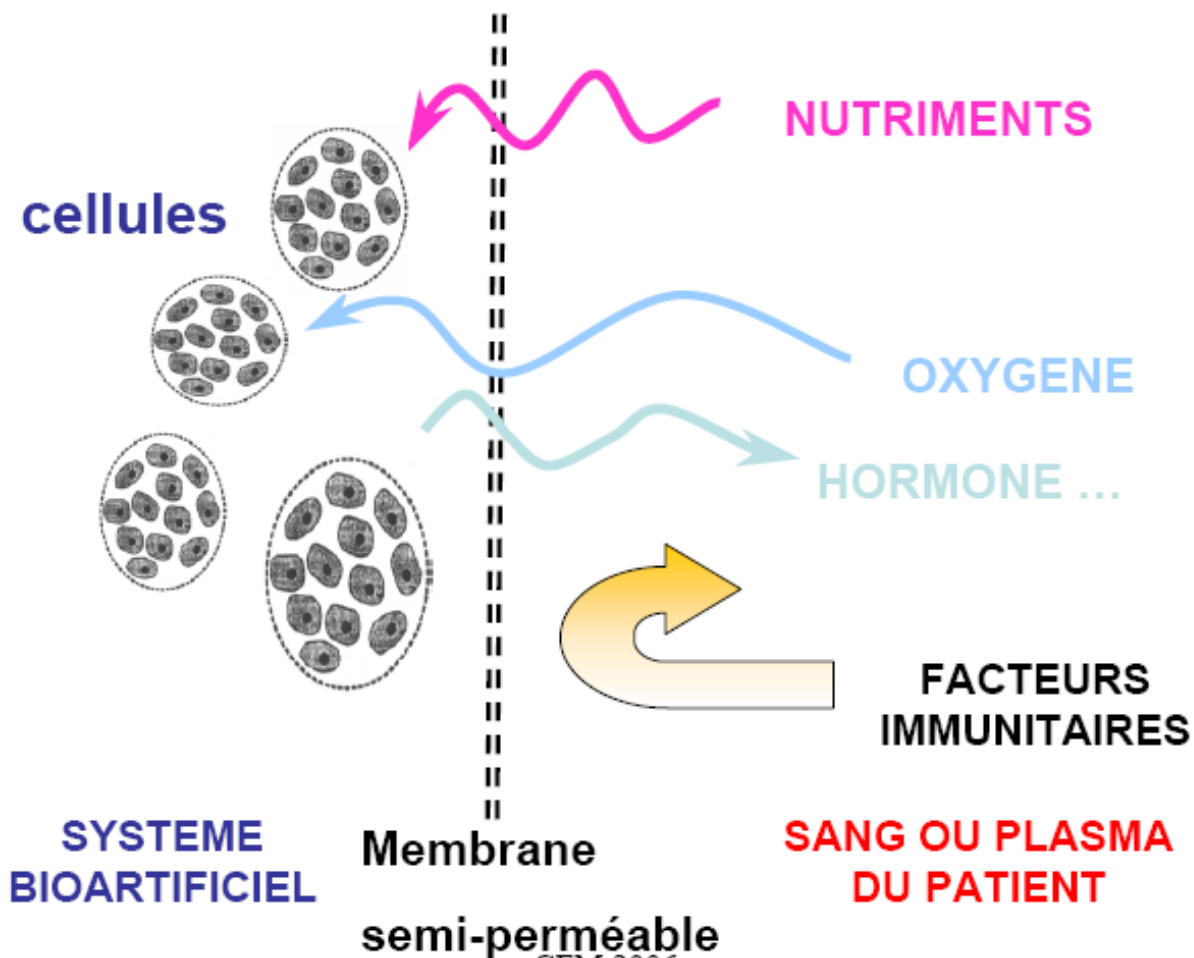
“Low-density lipoprotein”  
Mauvais cholestérol

### Oxygénateur du sang



Membrane de microfiltration  
Imperméable à l'eau

### Vers les organes bio-artificiel



*Recherche en cours menée à l'UTC Compiègne (eq. C. Legallais)*

### La filtration stérilisante : Pourquoi ?

- Préoccupation majeure
  - des organismes de Santé Publique
  - des professionnels du traitement de l'eau

#### Exemple : Epidémies d'origine hydrique récentes

Agent pathogène	Lieu	Année	Nombre de cas
<i>Escherichia coli</i>	Walkerton, Canada	2000	2300 (6 mortels)
	Cabool, USA [1]	2000	240 (4 mortels)
<i>Cryptosporidium parvum</i>	<b>Milwaukee, USA [2]</b>	<b>1993</b>	<b>403 000 (100 mortels)</b>
	Ogose, Japon [3]	1996	9000
	Dracy-le-Fort, France [4]	2001	480

Thèse N. Lebleu (Université Paul Sabatier 2007)

### Filtration stérilisante : rétention de bactérie et de virus

De liquide (seuil de coupure 0,2  $\mu\text{m}$ )



AcroPak Pall

Seuil de coupure permettant de retenir bactéries et virus

Matériaux peu sensible à l'adsorption pour ne pas modifier les propriétés des fluides bio-pharmaceutiques (sérum ...)

Matériaux stérilisables

De gaz (seuil de coupure de 0,003  $\mu\text{m}$  en matériau hydrophobe)

Events de procédés

Aération de fermenteur  
-> 5000 m<sup>3</sup>/h





## Filtration stérilisante

Abattements (log) de différentes étapes de traitement vis-à-vis de *Cryptosporidium* (AFSSA, 2002).

Etape de traitement	Niveau de turbidité NTU	Elimination (réduction logarithmique décimale) de <i>Cryptosporidium et Giardia</i>
Sédimentation simple	< 1	< 0,5
Filtration simple	< 0,5	0,5 à 1
Coagulation/floculation /décantation	< 2	0,5
Décantation lamellaire	< 1,5	0,5 à 1
Coagulation sur filtre	< 0,5	2
Décantation/lit de boue pulsée	< 1	1,5 à 2
Décantation/floc lesté	< 1	1,5 à 2
Flottation	< 0,5	2 à 3
Coagulation/floculation/séparation/filtration	< 0,1	3 à 4
Filtration lente biologique	< 0,1	4
Filtration terre de diatomée	< 0,1	4 à 5
Floculation/décantation/ filtration lente	< 0,1	4 à 5
Microfiltration 0,5µm	< 0,1	> 5
Ultrafiltration	< 0,1	> 5

Log Reduction Values =  $\text{Log}(c_0/c_p)$

### Filtration stérilisante

	Kystes de protozoaires 3-10 µm		bactéries 1-2 µm		Virus 22-30 nm
	Giardia (7-14 µm)	Cryptospori- dium (4-6 µm)	coliformes streptocoques	Pseudomonas diminuta (250 nm)	Bactériophages MS2 (25 nm)
chlore	2 log max	inefficace	1 - 4 log		2 - 4 log
ozone	4 log max	2 log	1 - 5 log		> 4 log
UV	< 2 log		1 - 6 log		> 4 log
MF organique			R=1 6-8 log	<5 log	R<1 1 - 3 log
UF organique	Rétention totale R = 1 >6 log		R=1 >8 log		R=1 >7 log

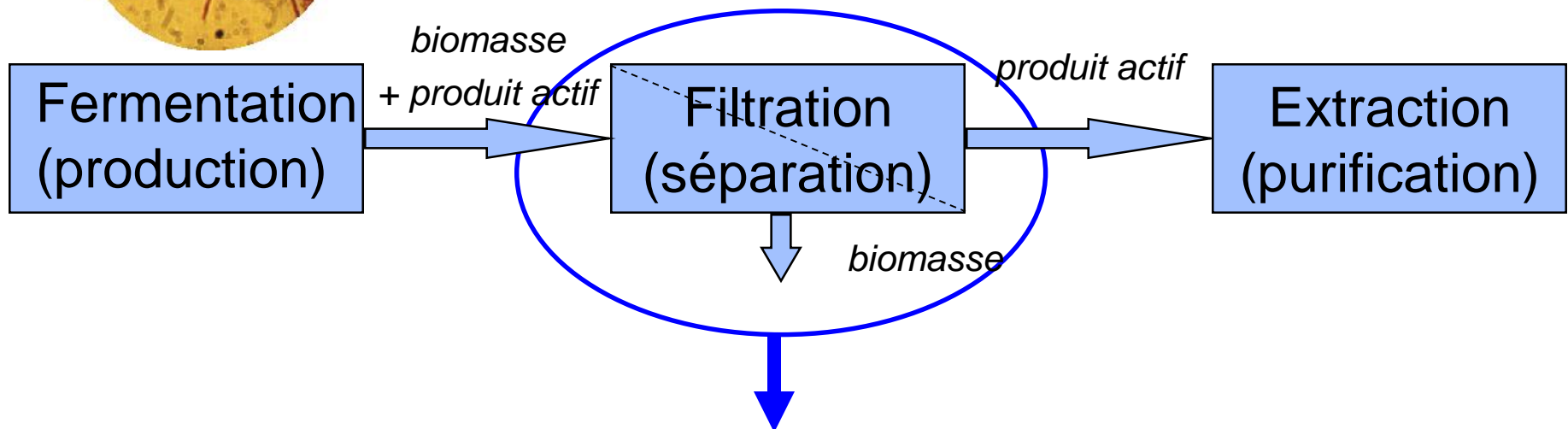
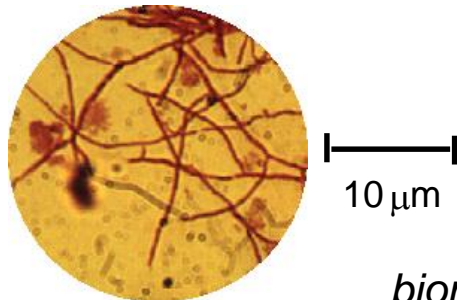
V. Mandra, I. Baudin, C. Anselme, « les techniques séparatives par membranes: procédé de désinfection »; TSM n°3 (1995) 219-227

## Filtration stérilisante

	<b>action bactéricide</b>	<b>action virucide</b>	<b>reviviscence bactérienne</b>	<b>toxicité résiduelle</b>	<b>sous-produits formés</b>
<b>chlore</b>	<b>++</b>	<b>+</b>	<b>oui</b>	<b>oui ++</b>	<b>oui ++</b>
<b>ozone</b>	<b>++</b>	<b>++</b>	<b>oui</b>	<b>oui</b>	<b>oui</b>
<b>UV</b>	<b>++</b>	<b>+</b>	<b>oui</b>	<b>non</b>	<b>non</b>
<b>MF</b>	<b>+++</b>	<b>+</b>	<b>non</b>	<b>non</b>	<b>non</b>
<b>UF</b>	<b>+++</b>	<b>+++</b>	<b>non</b>	<b>non</b>	<b>non</b>

V. Lazarova, P. Savoye, M.L. Janex, E.R. Blatchley, M. Pommepuy, « advanced wastewater disinfection technologies: state of the art and perspectives » Wat. Sci. Tech vol 40 n°4-5 (1999) 203-213

### Clarification de moût de fermentation



Application récente de l'ultrafiltration (Aventis ...) à cette étape.

**Atouts importants** par rapport aux procédés conventionnels comme la centrifugation ou le tambour rotatif :

- facilité de conduite
- pas d'ajout d'adjuvants de filtration ou flocculant
- absence de solide dans le filtrat

### Extraction / Concentration / fractionnement de protéines

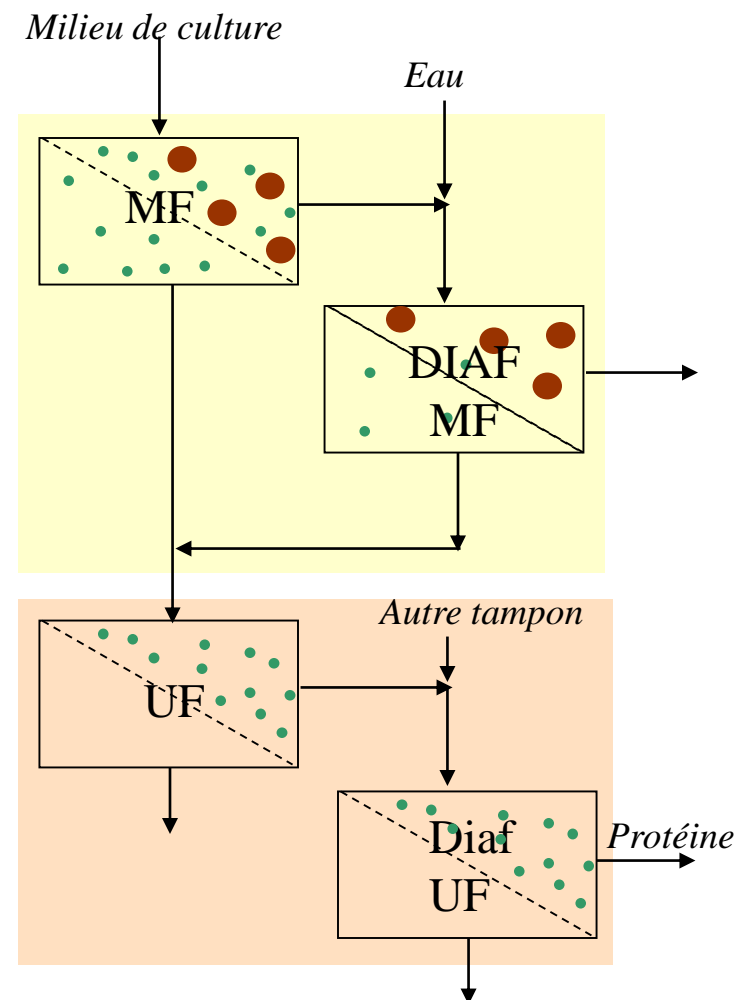
Exemple : Extraction puis purification d'une protéine recombinante (Enzyme intracellulaire) de 34 000 g/mol par filtration tangentielle (Sanofi Aventis, Labège)

#### Extraction

MF concentration cellulaire  
lavage milieu de culture / diafiltration  
Séparation cellules – débris cellulaires

#### Purification

UF concentration de la protéine  
Changement de tampon / diafiltration



### Autres applications

Concentration/fractionnement de protéines ou d'acide nucléiques

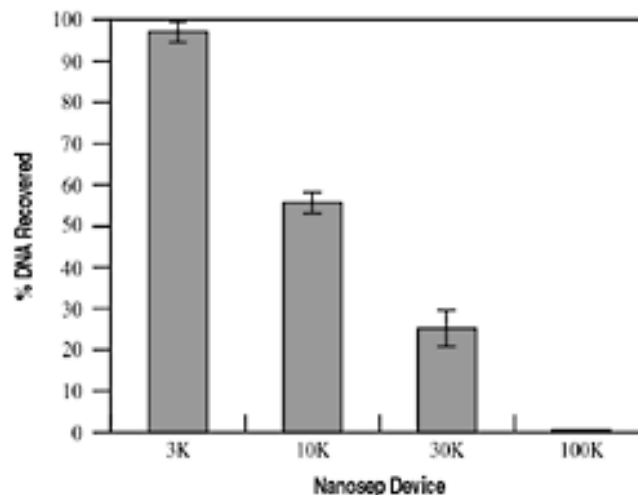
Diafiltration

Elimination de sels ou changement de solution tampon dans les milieux biologiques

Purification de gel acrylamide

Elimination des contaminants dans les réactions PCR (Polymerase Chain Reaction) pour la réplication d'ADN

Elimination de nucléotides libres



Concentration ou élimination de virus

Préparation d'échantillons avant HPLC

Chaîne du solide : précipitation/filtration/séchage

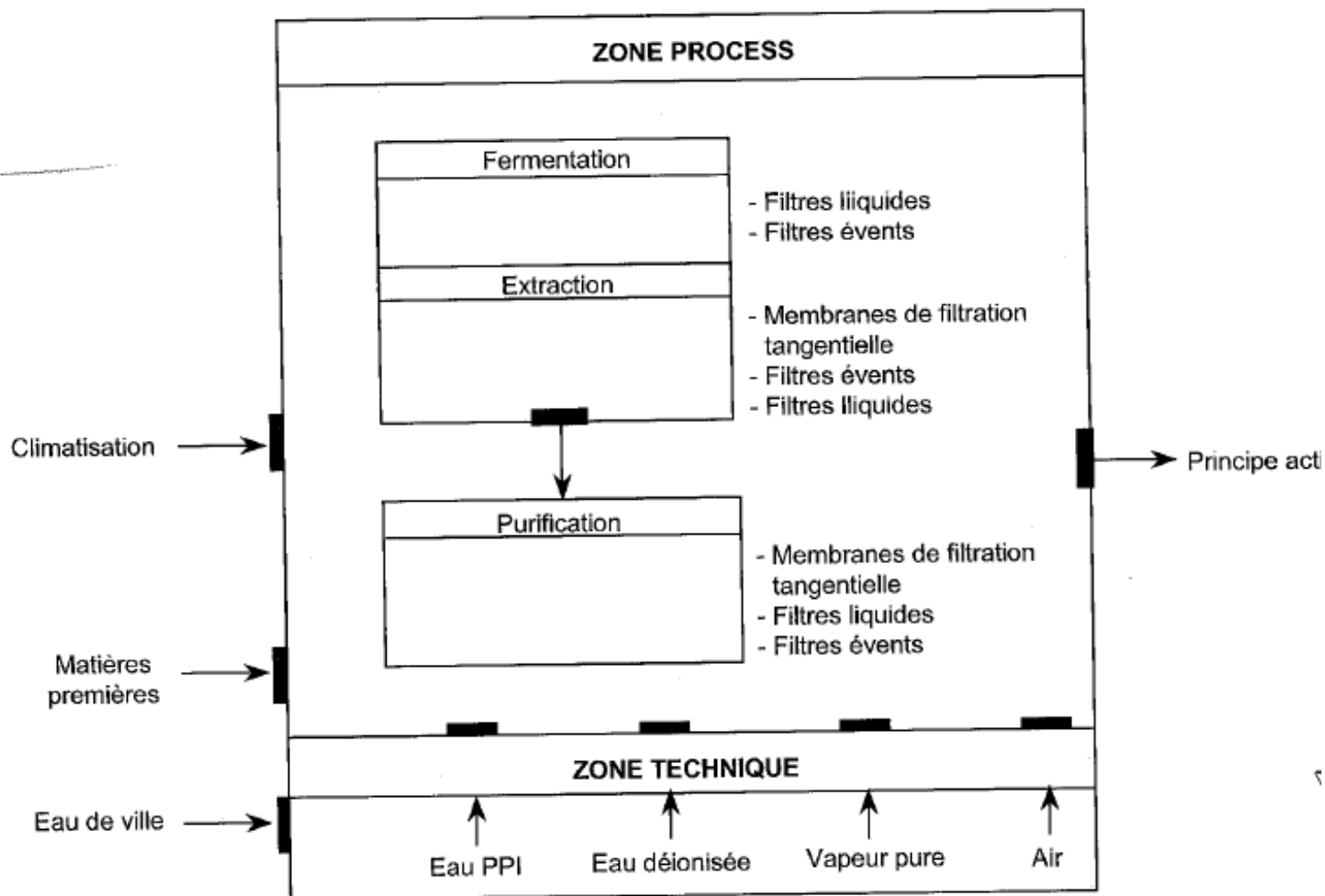
*Rétention des oligonucleotiques radiomarqués*

**Avantages les plus cités :** température de travail peu élevée  
maîtrise des contaminations  
maintien de la qualité

### La filtration membranaire occupe une place importante



### PLACE DE LA FILTRATION DANS LE PROCESS



### Encyclopédie :

Techniques de l'ingénieur - Techniques séparatives à membranes - Considérations théoriques, J 2790, A.Maurel & Osmose inverse et ultrafiltration - II Technologie et applications, J 2796, A. Maurel

### Livres :

Aptel P., P. Moulin, F. Quemeneur, Les Cahiers du CFM n°2, Micro et Ultrafiltration : conduite des essais pilotes – Traitement des eaux et effluents, CFM, 2002

Aptel P. et C.A. Buckley dans Water treatment : Membrane processes, AWWA, McGraw-Hill, 1996

Bergel A. et J. Bertrand, Méthodes de Génie des procédés : études de cas, Lavoisier, 2004

Bessiere Y., Filtration frontale sur membrane : mise en évidence du volume filtré critique pour l'anticipation et le contrôle du colmatage, Thèse de l'Université Paul Sabatier, Toulouse, 2005

Daufin G., F. Rene et P. Aimar, Séparations par membranes dans les procédés de l'industrie alimentaire, Techniques et Documentation, 1998

Howell J.A., V. Sanchez et R.W. Field, Membranes in bioprocessing – Theory and applications, Chapman & Hall, 1993

Humphrey J.L. et G.E. Keller, Procédés de séparation : techniques, sélection dimensionnement, Dunod, Paris, 2001

Mallevalle J., P.E. Odendaal et M.R. Wiesner, Water treatment : Membrane processes, AWWA, McGraw-Hill, 1996

Maurel A., Dessalement de l'eau de mer et des eaux saumâtres - Et autres procédés non conventionnels d'approvisionnement en eau douce, Tec et Doc, 2001

Mémento technique de l'eau, Degrémont, Lavoisier, Techniques et Documentation, 1995

### URL :

site du Club Français des Membranes

<http://www.cfm-membrane.com/>

Procédés électromembranaires

<http://culturesciences.chimie.ens.fr/dossiers-chimie-societe-article-TechMembranaires.html>