

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ de BLIDA 1

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GENIE DES PROCEDES

Spécialité : Génie de l'Environnement

Intitulé du mémoire

**Approche analytique intégrée du colmatage
des membranes d'osmose inverse usagées**

Présenté par :

Melle : ASNOUN Fella

Melle : MERDJI Nesrine

Diriger par :

Mr Boutoumi Houcine

Mme Yahiaoui Fatima Zohra

Soutenu le 12/ 07 / 2021 devant le jury composé de :

Pr.M.W.NACEUR

K. CHANANE

F.Z.Yahiaoui

H. BOUTOUMI

Professeur U.S.D, Blida

M C A ; U.S.D, Blida

Attachée de recherche,UDES

M C A ; U.S.D, Blida

Président du jury

Examineur

Encadreur

Co-Encadreur

Année universitaire 2020/2021

Résumé :

L'objectif de ce travail est d'effectuer une autopsie sur deux membranes épuisées de deux stations de dessalement de l'eau de mer par osmose inverse à savoir celle de Fouka utilisant une membrane de marque Hydranautics et celle d'El Hamma fonctionnant avec une membrane de marque LG Chem, Tous les tests effectués sur ces deux membranes ont révélé un endommagement via les tests au bleu de méthylène, à la Rhodamine B et de Fujiwara. Cependant les analyses basées sur la microscopie électronique (MEB), la diffraction de l'énergie (EDX), la diffraction des rayons X, la spectroscopie à transformée de Fourier (IRTF), la perte au feu, l'utilisation des solutions de rinçage à base d'acide nitrique, d'acide sulfurique, d'acide chlorhydrique, d'hydroxyde de sodium et d'eau osmosée étaient unanimes sur la saturation des membranes en composés minéraux et organiques en plus de la démonstration de l'état endommagé et dégradé des surfaces des deux membranes.

Mots clés : Osmose inverse, membrane, Hydranautics, LG Chem, autopsie, caractérisation.

Abstract:

The objective of this work is to perform an autopsy on two exhausted membranes of two seawater desalination plants by reverse osmosis, namely the one of Fouka using a Hydranautics brand membrane and the one of El Hamma operating with an LG Chem brand membrane. All the tests performed on these two membranes have revealed a damage via the methylene blue, Rhodamine B and Fujiwara tests. However, analyses based on electron microscopy (SEM), energy diffraction (EDX), X-ray diffraction (XRD), Fourier transform spectroscopy (FTIR), loss on ignition, the use of nitric acid rinsing solutions, sulphuric acid, hydrochloric acid, sodium hydroxide and osmotic water were unanimous on the saturation of the membranes in mineral and organic compounds in addition to the demonstration of the damaged and degraded state of the surfaces of the two membranes.

Keywords: Reverse osmosis, membrane, Hydranautics, LG Chem, autopsy, characterization.

الملخص

الهدف من هذا العمل هو إجراء تشريح على غشاءين مستنفدين من محطتين لتحلية مياه البحر بالتناضح العكسي، وهما غشاء فوكة باستخدام غشاء العلامة التجارية (HYDRANAUTICS) وغشاء الحامة الذي يعمل بغشاء ماركة (LG CHEM)، جميع الاختبارات التي تم إجراؤها كشفت عن تلف هته الاغشية، و هذا عن طريق اختبارات أزرق الميثيل والرودامين ب وفوجيوارا، و انحراف الطاقة (MEB) . ومع ذلك، فإن التحليلات القائمة على المجهر الإلكتروني (EDX) والتحليل الوظيفي لتحويل فورييه (IRTF) والتنظيف باستعمال حمض النيتريك، وحمض الكبريتيك، وحمض الهيدروكلوريك، وهيدروكسيد الصوديوم ومياه التناضح العكسي أجمعوا على تشبع الأغشية بالمركبات المعدنية والعضوية بالإضافة إلى بيان الحالة التالفة وتدهور أسطح الغشاءين

الكلمات المفتاحية: تشريح، التناضح العكسي، الغشاء، HYDRANAUTICS ، LG CHEM.

REMERCIEMENTS

Avant tout, nous remercions Dieu tout-puissant qui nous a accordé la santé et le courage pour mener ce travail jusqu'au bout.

Nous tenons à remercier le directeur de L'UDES ainsi que le directeur de la division FTEER d'avoir accepté notre demande de stage et on remercie également Mme TIGRINE, chef d'équipe DDESM, pour nous avoir donné l'occasion de réaliser notre travail au sein du laboratoire DDESM et toute l'aide qu'elle nous a apportées.

Nos remerciements s'adressent également vivement et chaleureusement à monsieur BOUTOUMI .H pour nous avoir soutenues tout au long de ce travail, en lui témoignant notre reconnaissance pour son caractère sérieux, sa patience et ses conseils.

On remercie également Mme YAHYAOUILF pour son assistance tout le long de la période de notre stage et pour avoir partagé avec nous ses riches connaissances.

Nous n'oublierons pas les membres de toute l'équipe du laboratoire DDESM de l'Udes et le laboratoire de Génie chimique du département de génie des procédés, faculté de technologie de l'université de BLIDA.

Nous remercions aussi les membres de jury pour avoir accepté d'examiner et de juger ce travail.

Nos remerciements s'adressent à nos familles pour leurs encouragements et soutiens et à tous ceux qui ont contribué à ce travail de près ou de loin.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail a

Mes chers parents

Mon frère et mes sœurs

Ma minette

A mon meilleur ami Ghano

Mon binôme

Mes ami(e)s

Tous ceux qui m'ont aidé durant cette période.

Fella

Dédicace

C'est avec un grand plaisir que je dédie cet humble
travail aux

Personnes les plus chères à mon cœur, mes parents qui
m'ont soutenu tout le long de mes années d'étude.

Mon frère Khaled et ma sœur Hadil

Ma Manina

À toute la famille Merdji et Amrouche

Mon binôme

Mes ami(e)s

À tous ceux qui m'ont encouragé et aidé de près et de
loin dans ce travail.

Nesrine

Sommaire

Résumé

REMERCIEMENTS

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction	1
Chapitre 1 : Revue bibliographique	3
1 Généralités sur les membranes :	6
1.1 Définition de la membrane :	6
1.2 Classification des membranes :	6
1.2.1 Selon la nature :	6
1.2.2 Selon le mécanisme de séparation :	8
1.2.3 Selon la morphologie :	10
1.3 Types de modules :	12
1.3.1 Module plan :	12
1.3.2 Module tubulaire :	13
1.3.3 Module fibre creuse :	14
1.3.4 Module spirale :	15
1.4 Mode de filtration :	15
1.4.1 La filtration tangentielle	15
1.4.2 La filtration frontale :	16
1.4.3 Filtration flux constant :	16
1.4.4 Filtration pression constante :	16
1.5 Procédés membranaires :	17
1.5.1 La nanofiltration NF :	17
1.5.2 La microfiltration MF	18
1.5.3 Ultrafiltration UF:	19
1.5.4 Osmose inverse OI :	19
2 Le colmatage :	22
2.1 Définition du colmatage :	22
2.2 Types de colmatage :	22

2.2.1	Le colmatage externe :	23
2.2.2	Le colmatage interne :	23
2.2.3	Biologique :	23
2.2.4	Colloïdal :	24
2.2.5	Entartrage :	24
2.2.6	Organique :	24
2.3	Indice de colmatage :	25
2.3.1	Silt Density Index (SDI):	25
2.3.2	Indice de colmatage modifié (MFI) :	26
2.4	Mécanisme du colmatage :	26
2.4.1	Le blocage des pores :	26
2.4.2	Formation du gâteau :	27
2.5	Autopsie membranaire :	27
2.6	Nettoyage des membranes :	27
Chapitre 2 : Matériels et méthodes.....		29
1	Stations de prélèvement:	29
1.1	Station de dessalement de Fouka:	29
1.2	Station de dessalement El Hamma :	30
2	Autopsie de la membrane :	32
2.1	Evaluation externe (visuelle) :	32
2.2	Evaluation interne :	33
2.2.1	Tests d'intégrité:	33
2.2.2	Analyse des composés organiques par la perte en feu :	33
2.2.3	Analyses chimiques :	33
3	Rinçage chimique :	34
3.1	Variante 1 :	34
3.2	Variante 2 :	34
4	Les analyses physico-chimiques :	34
4.1	Le potentiel d'hydrogène (pH) :	34
4.2	La conductivité :	35
4.3	La turbidité :	35
4.4	Les méthodes titrimétriques :	35
Chapitre 3 : Résultats et discussion.....		37

1.	Résultats de l'inspection visuelle :	37
2	Résultats de l'inspection interne :	38
2.1	Tests d'intégrité :	38
2.1.1	Test au Bleu de méthylène :	38
2.1.2	Test au Rhodamine B :	39
2.1.3	Fujiwara test :	40
3	Taux d'Humidité de colmatant :	42
4	Taux des cendres :	42
5	Résultats des analyses chimiques :	43
5.1	Résultats de la microscopie électronique à balayage MEB :	43
5.2	La spectrométrie à dispersion d'énergie (EDX):	44
5.3	Résultats Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) :	46
5.4	Résultats La Diffraction des Rayons X (DRX):	48
6	Résultats du rinçage chimique :	50
6.1	Résultats variante 1:	50
6.1.1	La Conductivité:	50
6.1.2	Total des solides dissous(TDS):	52
6.1.3	%NaCl:	54
6.2	Résultats variante 2 :	56
7	Les résultats physicochimiques :	57
7.1	Conductivité :	57
7.2	Le pourcentage NaCl (%NaCl) :	58
7.3	La dureté totale (TH total):	58
7.4	Calcium (Ca ²⁺) :	59
7.5	Chlorures (Cl-) :	60
7.6	Titre alcalimétrique complet (TAC) :	61
7.7	La turbidité :	61
8	Analyses physico-chimiques de l'eau d'mer	62
	Conclusion générale :	63
	Références bibliographique	65
	Annexes	71

Liste des figures

Figure 1:Pores de membranes d ultrafiltration.....	7
Figure 2:Membrane composite en polyamide composée de trois couches	8
Figure 3:Principe de fonctionnement d'une membrane dense.	9
Figure 4:Membrane poreuse.....	9
Figure 5:Membrane asymétrique.	12
Figure 6:Montage filtre à presse	12
Figure 7:Module plan.	13
Figure 8:Schéma de circulation des fluides	13
Figure 9:Module tubulaire.....	14
Figure 10:Type de module tubulaire	14
Figure 11:Configuration du module fibre creuse.	14
Figure 12:Module spiralé.	15
Figure 13:Filtration frontale et tangentielle.	16
Figure 14:Les procédés membranaires et leurs caractéristiques de séparation.....	17
Figure 15:Configuration de la microfiltration.	18
Figure 16: Osmose inverse industriel.....	20
Figure 17:Principe de l'osmose inverse.	21
Figure 18:Description des étapes d'une autopsie d'une membrane d'OI.	32
Figure 19:Test du Bleu de méthylène M Hyd.	39
Figure 20:Test du Bleu de méthylène M LG.....	39
Figure 21:Test au Rhodamine B.....	40
Figure 22: Test Fujiwara.	41
Figure 23: Variation des taux d'humidité.	42
Figure 24: Variation des taux des cendres.	42
Figure 25:Image du microscope électronique à balayage.	43
Figure 26:Spectre EDX M Hyd.....	44
Figure 27:Spectre EDX M LG.	45
Figure 28: La composition atomique des deux membranes M MHyd M LG	45
Figure 29 : La composition en poids des deux membranes M Hyd M LG.....	46
Figure 30:Spectre IRTF M Hyd.	47
Figure 31: Spectre IRTF LG.	47
Figure 32: Spectre DRX de M Hydr.	48
Figure 33:Spectre DRX de M LG.	48
Figure 35:La variation de la conductivité de la solution de rinçage pour la M hyd	50
Figure 36:La variation de la conductivité de la solution de rinçage pour la M LG	50
Figure 37:La variation de la conductivité de solution de rinçage eau osmosée	51
Figure 38:La variation des TDS des solutions de rinçage pour la M Hyd	52
Figure 39:La variation des TDS des solutions de rinçage pour la M LG.....	52
Figure 40:La variation des TDS de solution de rinçage eau osmosée.	53
Figure 41:La variation du % NaCl des solutions de rinçage pour la M Hyd	54
Figure 42:La variation du % NaCl des solutions de rinçage pour la M LG.....	54

Figure 43:La variation de %NaCl de solution de rinçage de l'eau osmosée.....	55
Figure 44: la perte de poids due au rinçage.....	56
Figure45: La variation de la conductivité des eaux traitées comparées à la norme.	57
Figure 46: Le pourcentage de NaCl des eaux traitées.....	58
Figure 47:La duretés totales des eaux traitées comparées à la norme.....	58
Figure 48: Les valeurs de calcium des eaux traitées comparées à la norme.	59
Figure 49:Les valeurs de chlorure des eaux traitées comparées à la norme.	60
Figure 50: Les valeurs de TAC des eaux traitées.....	61
Figure 51: Les valeurs de la turbidité des eaux traitées comparées à la norme.	61
Figure 52:Membrane Hydranautics.....	77
Figure 53:Membrane LG.....	77
Figure 54: Dispositif anti-scoping	77
Figure 55:Etat de la membrane LG	77
Figure 56:Traces de la matière organique sur M LG	78
Figure 57:Degradation de l'état de M LG	78
Figure 58: Espaceurs	78

Liste des tableaux

Tableau 1:Avantages et inconvénients des membranes organique et inorganique	7
Tableau 2:Caractéristique de la membrane M Hyd.....	30
Tableau 3:Caractéristique de la membrane M LG	31
Tableau 4:Expression de la minéralisation des eaux en fonction de la conductivité électrique	35
Tableau 5:Classification de l'eau selon la valeur du TH	36
Tableau 6:Résultats de l'inspection visuelle	37
Tableau 7:Valeurs des analyses physicochimiques des eaux de mer.....	62
Tableau 8:Probabilités des éléments chimiques par DRX M Hyd	71
Tableau 9:Probabilités des éléments chimiques par DRX M LG.....	71

Liste des abréviations

CA	Acétate de cellulose.
COT	Carbone organique total
CPS	Counts per second
DRX	Cristallographie aux rayons X.
EDTA	Ethylènediaminetétraacétique.
EDX	Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie.
FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.
HWD	Hamma water desalination Spa.
MEB	Microscopie électronique à balayage.
MEB-EDX	le microscope électronique à balayage-couplée à l'analyse par rayons X.
MF	Microfiltration.
MFI	Indice modifié du colmatage.
NF	Nanofiltration.
NTU	Formazin nephelometric unit.
OI (RO)	Osmose inverse.
PES	Polyéthersulfone.
SDI	Indice de densité du colmatage.
SWRO	Dessalement de l'eau de mer par osmose inverse.
TA	Titre alcalimétrique.
TAC	Titre alcalimétrique complet.
TDS	Les solides totaux dissous.
TFC	Thin film composite.
TH	Titre hydrotimétrique total.
UF	Ultrafiltration.

Introduction

L'eau est une des ressources les plus importantes de la planète. Mais évidemment l'alimentation en eau peut être limitée en quantité et/ou en qualité. L'importance de la limitation du point de vue qualitatif est illustrée par le fait que 97 % de l'eau de la Terre est contenue dans des océans et a une teneur en sels d'approximativement 35 000 mg/l, ce qui limite énormément l'utilisation de cette immense quantité d'eau comme source d'eau potable. Il y a 2 % de l'eau de la Terre qui se trouve sous forme de glace et dans les glaciers, tandis que 0,3% se trouvent dans l'atmosphère. Les rivières et les lacs correspondent à seulement 0,1 % de la quantité d'eau totale. Les nappes d'eau souterraine représentent seulement 0,6% de l'eau de la Terre. De plus, environ la moitié de l'eau souterraine est localisée à des profondeurs plus grandes que 800m [1].

En réalité, l'eau douce et la pluie ne sont pas uniformément distribuées à la surface de la Terre et c'est pour cette raison que la soif est devenue un phénomène planétaire. L'effet cumulé de la pollution des eaux de surface et du changement climatique font apparaître 1,2 milliard de personnes n'ont pas accès à une eau potable sûre et abordable, et près de deux sur six ne disposent pas d'installations sanitaires. Le dessalement des eaux de mer ou des eaux saumâtres constitue une des réponses possibles pour s'adapter à la pénurie croissante des ressources en eau. Il est en effet très coûteux de produire de l'eau potable à partir d'eau salée. Si les techniques de dessalement sont aujourd'hui bien maîtrisées, leur mise en œuvre requiert de grandes quantités d'énergie, coûteuses et sources douteuses d'émissions de gaz à effet de serre [2].

L'Algérie a beaucoup souffert des pénuries d'eau. Se diriger vers dessalement de l'eau de mer devient réaction évidente. Dans la dernière décennie plusieurs usines de dessalement de l'eau de mer sont installées le long de la côte méditerranéenne algérienne [3].

Plusieurs auteurs s'entendent pour dire que parmi les différentes techniques de dessalement, la filtration sur membrane a le meilleur acquis dans le domaine de la production d'eau potable grâce aux coûts énergétiques réduits[4-6].

Mais comme nous allons voir par la suite, le problème le plus aigu de la filtration membranaire est le colmatage des membranes. Le colmatage réduit la productivité des

Introduction

membranes et donc concourt à augmenter les dépenses d'énergie, à accroître la fréquence des lavages et à réduire éventuellement la durée de vie des membranes. Il s'agit donc d'un enjeu majeur.

L'objectif de ce mémoire est la caractérisation des différents agents colmatants de la membrane. C'est une réflexion de fond sur la problématique du colmatage des membranes de dessalement de l'eau de mer qui frêne considérablement l'utilisation des technologies à membranes. Il s'agira donc d'analyser et définir les espèces et les résidus les plus colmatantes, pour recommander ultérieurement les méthodes de traitement les plus compatibles.

Le premier chapitre est consacré à l'étude théorique qui regroupe un certain nombre de généralités concernant les procédés de séparation membranaire (définition, classification, caractéristique...) et les différents types de membranes, leurs utilisations ainsi que les principes de mise en œuvre sont décrites. Par la suite une section importante porte sur le colmatage des membranes, ces indicateurs et enfin le nettoyage des membranes.

Le deuxième chapitre sur les matériels et les méthodes, renseigne la présentation des deux stations de dessalements, leurs membranes utilisées, ainsi que leurs eaux filtrées, les méthodes analytiques utilisées sont présentés brièvement à la fin de ce chapitre.

Le dernier chapitre est consacré à évaluer les principaux résultats obtenus au cours de ce travail et la détermination des types des colmatants par des analyses effectuées sur les membranes.

Enfin une conclusion générale sur le problème étudié est présentée

Chapitre 1 : Revue bibliographique

Même si de nombreuses études ont été consacrées au colmatage, le colmatage demeure un phénomène complexe et encore partiellement compris. À défaut d'avoir des outils éprouvés pour prédire le comportement des membranes avec différents types d'eau, il est nécessaire de faire des études pilotes longues et coûteuses pour déterminer le potentiel colmatant des différents types de source d'eau.

En 1996 Dudley et al. ont effectué une autopsie membranaire sur un module opératoire pendant 3 ans pour identifier les principales causes du colmatage, L'autopsie a révélé la présence de niveaux élevés de bactéries et d'un biofilm/biomasse associé contenant des quantités importantes de fer [5].

Un peu plus tard en 1997 Butt et al. ont entrepris une étude pour identifier les différents types de colmatants responsables de la réduction de la durée de vie utile des membrane OI dans une usine commerciale de dessalement par osmose inverse (RO),L'autopsie de la membrane a montré que le colmatage par le fer a été la principale cause de la réduction de la durée de vie des membranes et, dans une moindre mesure, des calcium-alumino-silicates [6].

En 2005, Pontié et al, ont présentés une revue qui rapporte tous les outils analytiques utilisés pour les autopsies membranaire de dessalement afin d'identifier les colmatants et les différents prétraitements avant l'osmose inverse, et sur l'élimination de la saumure et les possibilités de réutilisation des modules d'osmose inverse pour le traitement des eaux usées [7].

En 2008 Karime et al. ont étudié la raison du colmatage de la membrane de l'usine de dessalement Zarzis,et on utilisant différentes méthodes tels que COT,MEB, IRTF ; les résultats ont montrés que la couche de colmatage est composée principalement de SiO₂, d'argile, CaSiO₃, Fe₃O₄, AlPO₄ et CaSO₄ et , de matière organique (polysaccharide, protéine) qui constituent une source de croissance microbiologique ultérieure ; c'est le problème du biofouling. Les éléments métalliques résultent de la corrosion de l'acier inoxydable et du revêtement interne des cartouches de filtre qui sont endommagés par les particules de silice

Chapitre 1: Revue bibliographique

rejetées par les filtres à sable. L'importance du dépôt de CaSO_4 et CaSiO_3 est due à la mauvaise efficacité de l'antitartre[8].

En 2010, Álvarez et al. Se sont intéressés à l'évaluation de l'efficacité des opérations de prétraitement et des opérations de nettoyage ou une autopsie membranaire a été effectuée, les résultats ont montrés que la couche de colmatage était hétérogène et était plus importante sous ou à proximité de l'alimentation et ses principaux composants étaient le quartz et l'argile, principalement la muscovite, le chlorite et l'albite. Les agents colmatants proviennent de l'affluent car le prétraitement conventionnel ne les empêche pas d'atteindre la membrane. L'absence de biofilms, d'importants dépôts organiques ou de précipitation de sel était également notable[9].

En 2013, Chesters et al. Ont discutaient des résultats historiques depuis 2002 des autopsies de membranes. 40% des autopsies ont révélé la présence de fer, 33 % d'argile et 21 % de calcium et de magnésium. La principale raison de l'échec de la membrane a montré que 27% était due à un colmatage microbiologique, 19 % étaient abrasés, 18 % oxydés, 12 % des échantillons montraient des oxydes métalliques présents sous forme de fer, manganèse et aluminium. La formation de tartre à partir de carbonate de calcium, de sulfate de calcium et de silice représentait 8% des défaillances de la membrane. Seulement 10% des membranes ont été décrites comme propres[10].

En 2017, Jiang et al. Ont présentés un article de synthèse sur les types de colmatage des membranes et les stratégies de contrôle de colmatage, en mettant l'accent sur les derniers développements et les technologies d'atténuation de colmatage sont également examinées en détail cet revue montre que le prétraitement est largement utilisé dans la pratique pour réduire la charge de l'opération d'OI suivante, aussi la surveillance en temps réel a l'avantage et le potentiel de fournir un soutien pour un nettoyage efficace et efficient. La modification de la surface pourrait ralentir le colmatage de la membrane en changeant les propriétés de surface telles que la régularité et l'hydrophile, tandis que les nouveaux matériaux de membrane et des procédés de synthèse innovants ouvrent un avenir prometteur pour la prochaine génération de membranes d'osmose inverse, avec des progrès considérables en matière de résistance au colmatage. Dans cet article de synthèse, une analyse statistique a été réalisée, afin de révéler les intérêts de la recherche en matière de contrôle du colmatage des membranes d'osmose inverse [11].

Chapitre 1: Revue bibliographique

En 2018, Ruiz-García et al. ont présentés une étude là ou des éléments de membrane d'OI opérationnel depuis 11ans colmaté provenant d'une usine de dessalement à grande échelle ont été caractérisés par la collecte de données de performance et par une autopsie de la membrane afin d'identifier les caractéristiques et le comportement d'encrassement associés à la composition inorganique de l'eau d'alimentation et aux conditions de fonctionnement, La caractérisation chimique et structurelle a été réalisée par inspection visuelle, d'analyse qualitative et par (MEB-EDX) ; Les résultats ont montré que la couche de colmatage consistait en un biofilm comprenant des diatomées Les salissures inorganiques étaient principalement constituées de carbonate de calcium et d'aluminosilicates ;Les résultats ont souligné qu'il est possible de préserver les éléments membranaires d'OI en service jusqu'à 11 ans en utilisant un prétraitement conventionnel correct avec ce type de colmatage. Cependant, la résistance de la membrane a augmenté de plus de plus de deux fois au cours de la période de fonctionnement [12].

En 2020, Fortunato et al. Ont réalisés une autopsie membranaire sur une usine de dessalement par osmose inverse de l'eau de mer (SWRO) à grande échelle située sur la mer Rouge pour caractériser la nature et le devenir des polluants dans le processus, cette étude a révélé la présence d'une couche colmatante hétérogène. La composition de la fraction organique de cette couche dépendait de la position du module dans le vaisseau. Les dépôts inorganiques présents dans la couche étaient principalement composés de silicate d'aluminium, de fer et de magnésium [13].

A la même période, Talantikite et al (2020). Ont étudié le phénomène d'usure de la membrane en utilisant l'analyse chimique et l'autopsie membranaire pour analyser les éléments du colmatage de l'osmose inverse d'une membrane d'OI de la station de dessalement de Cap Djenat en Algérie. Les résultats indiquent que la membrane de 1ère position présente une forte présence de colmatage composé d'un mélange de dérivés protéiques liés au biofilm, du chlorure de sodium, du fer, des aluminosilicates et d'autres éléments communément détectés sur le colmatage des membranes d'eau de mer ont été identifiés [14].

1 Généralités sur les membranes :

1.1 Définition de la membrane :

Structure, ayant des dimensions latérales beaucoup plus grandes que son épaisseur, à travers laquelle un transfert de masse peut se produire sous l'effet de diverses forces motrices [15].

Une membrane est une phase perméable ou semi-perméable, souvent sous la forme d'un film mince, constituée d'une variété de matériaux allant de solides inorganiques à différents types de polymères [16], ayant une structure poreuse avec des pores de l'ordre de 0,1 à 10 μm pour la microfiltration, 10 nm à 1 μm pour l'ultrafiltration, quelques nm pour la nanofiltration et une structure dense pour l'osmose inverse [17].

1.2 Classification des membranes :

A chaque procédé correspond un type particulier de membrane. On a cependant la possibilité de classer les membranes en différentes familles selon des critères liés à leur nature chimique à leur morphologie, au mécanisme de transfert de matière ou encore à leur mode de fabrication.

1.2.1 Selon la nature :

- **Membrane organique :**

Ces membranes sont disponibles sous forme de films de fibres creuses de diamètre intérieur de 0.5 à 2 mm, utilisées pour la microfiltration et l'ultrafiltration utilisées, sous forme tubulaire de 2 à 25 cm de diamètre[18]. Les matériaux utilisés sont généralement : acétate de cellulose, polysulfone, polyacrylonitrile, polyamide, polypropylène, acétate de cellulose, téflon, polyéthersulfone (PES)[19].

Ces membranes sont minces, de 10 μm (symétriques) à 200 μm (asymétriques ou composites), disponibles sur toute la gamme de taille de pores de l'osmose inverse à la microfiltration. Les membranes asymétriques comportent une sous-couche macroporeuse qui supporte la membrane mince [20].

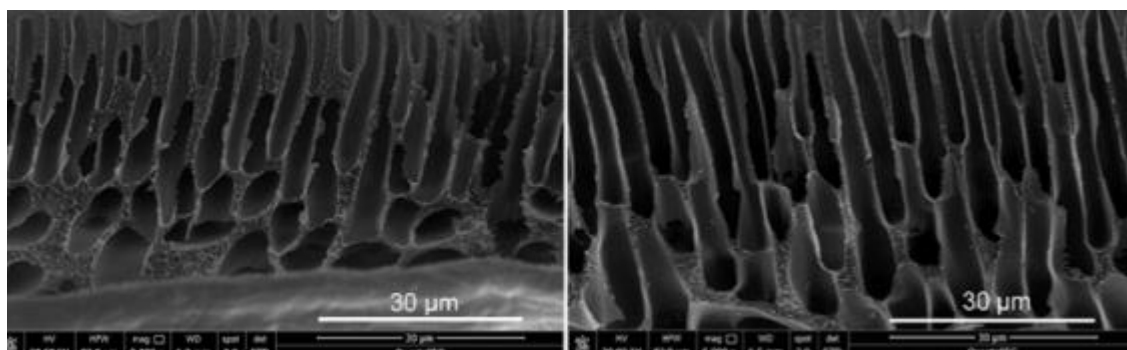


Figure 1: Pores de membranes d'ultrafiltration[20].

- **Membranes inorganique (ou minérale) :**

Elles peuvent être en céramique, en oxyde de zirconium, en carbone, ou en verre poreux. Elles sont épaisses, de 2 à 3 mm, et disponibles principalement sous forme tubulaire et multicanaux.

Tableau 1: Avantages et inconvénients des membranes organique et inorganique

Membrane	Avantages	Inconvénients
Organique	Leur coût est faible ou modéré, Elles sont disponibles dans toutes les configurations, tubulaires, fibres creuses, planes. Elles offrent un grand choix de seuils de coupure et de diamètres de pores.	Elles ne permettent pas la stérilisation à la vapeur. Leur pression de rupture est basse, 7–8 bars et leur durée de vie moyenne, de 1 à 2 ans.
Inorganique (Minérale)	Elles sont très résistantes à la chaleur, aux pH extrêmes, aux produits chimiques et aux fortes pressions et ont une durée de vie élevée, supérieure à 3 ans. Elles ont des perméabilités élevées. On peut les décolmater in situ par rétrofiltration. Elles sont stérilisables à la vapeur.	Leur prix sont élevés et leur volume mort important Quelques membranes sont disponibles en nanofiltration

- **Membranes composites :**

Les membranes composites (parfois dénommées TFC – Thin Film Composite) sont constituées d'un assemblage de deux ou plusieurs couches de matériaux de différentes

porosités et de différentes compositions chimiques Figure 2:Membrane composite en polyamide composée de trois couches [21]. Elles ont été développées afin d'augmenter la perméabilité des membranes en diminuant l'épaisseur de la couche active sélective. Des épaisseurs de l'ordre de 10 à 100 nm sont utilisées. Les autres couches ont une porosité croissante et permettent de garantir la tenue mécanique de la couche active. Les membranes composites sont essentiellement des membranes planes ou tubulaires de nanofiltration ou d'osmose inverse (à l'exception près d'une fibre creuse de nanofiltration).

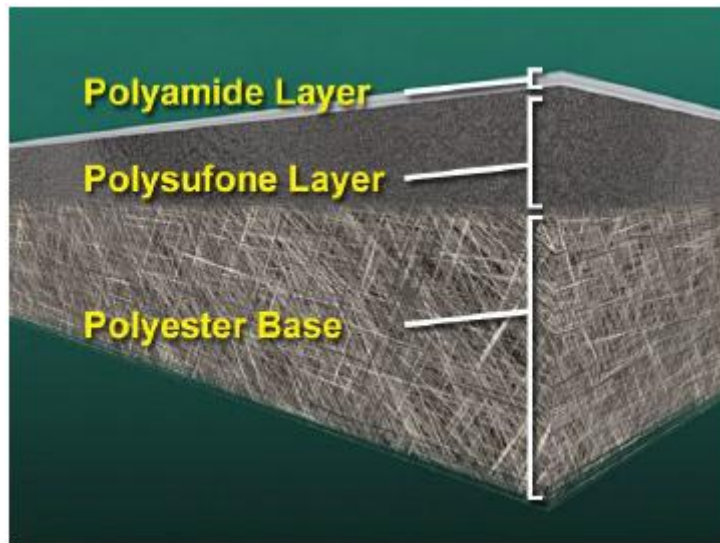


Figure 2:Membrane composite en polyamide composée de trois couches [21]

1.2.2 Selon le mécanisme de séparation :

- **Membrane dense**

On appelle membranes denses des membranes qui n'ont plus aucune porosité libre. Elles sont gonflées par le solvant mais celui-ci, fortement lié chimiquement au matériau membranaire, a perdu toutes ses propriétés de solvation ; le solvant traverse alors la membrane sans entraîner de soluté. Celle-ci se comporte comme un mélange hydro-organique ayant des propriétés de solvation particulières ; le coefficient de partage entre la membrane et la solution dépend donc de la nature et de la composition chimique de la membrane. Mais, pour que le transfert d'eau puisse avoir lieu, il est nécessaire que celle-ci soit l'un des composants de la membrane ; une membrane dense qu'on laisse sécher perd ses propriétés osmotiques, souvent d'une façon irréversible.

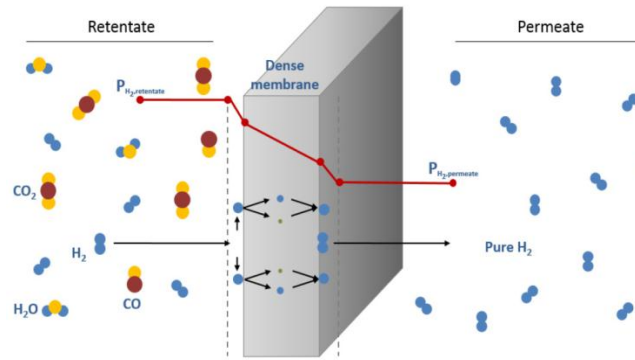


Figure 3: Principe de fonctionnement d'une membrane dense.

- **Membrane poreuse :**

On appelle membranes méso- et microporeuses celles dont les diamètres des pores sont compris, respectivement, entre 1 et 100 nanomètres ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$) et entre 0,1 et 10 micromètres ($1 \mu\text{m} = 10^{-6} \text{ m}$). Leur pouvoir sélectif est lié à la dimension de leurs pores. Le coefficient de partage des solutés ayant un diamètre supérieur à celui des plus gros pores de la membrane sera nul, tandis que les solutés beaucoup plus petits que les pores auront un coefficient de partage lié à la porosité de la membrane. Pour les solutés dont le diamètre est peu inférieur à celui des pores, le coefficient de partage sera compris entre ces deux valeurs[22].

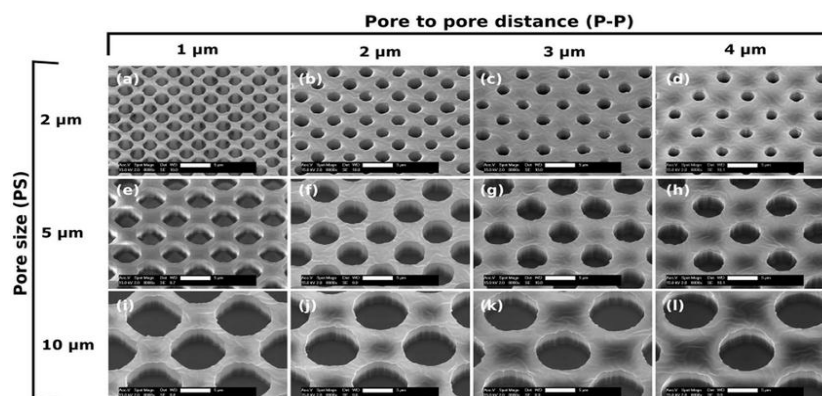


Figure 4: Membrane poreuse.

- **Membrane micro poreuse :**

Par ce terme on désigne des membranes possédant des pores dont le diamètre est de l'ordre du micromètre (0.1 à $10 \mu\text{m}$). Tant que les effets électrocinétiques sont négligeables, le

Chapitre 1: Revue bibliographique

mécanisme de transfert de matière sous l'effet de la pression est exclusivement convectif pour le solvant et celui-ci n'entraîne avec lui que les espèces dont la taille est plus petite que celles des pores (effet tamis).

- **Membranes méso poreuses :**

Ce sont des membranes dont les pores ont des dimensions de l'ordre de quelques dizaines à quelques centaines d'angströms (10 à 1000 Å). Pour le transport du solvant, au terme convectif, il convient d'ajouter un terme osmotique d'autant plus important que la taille des pores diminue. De même pour le soluté, solubilité et diffusion dans le matériau sont à prendre en compte et l'effet tamis n'est plus seul à expliquer son transfert.

- **Membranes denses :**

Lorsque les espaces libres ne correspondent plus qu'à ceux que laissent entre elles les chaînes de polymère (environ 10 pour les macromolécules contenant des cycles aromatiques ou glucosides) ceux-ci ont alors une taille voisine de celles des molécules organiques simples ou des ions hydratés. L'effet tamis devient négligeable et c'est principalement la solubilité et la diffusion qui permet de rendre compte de l'importance du transfert de matière[23].

- **Membrane échangeuse d'ions :**

Les membranes échangeuses d'ions sont constituées de gels chargés portant des charges fixes positives ou négatives. Les propriétés et les procédures de préparation des membranes échangeuses d'ions sont étroitement liées à celles des résines échangeuses d'ions.

Ils existent plusieurs matrices polymères et différents groupes fonctionnels pour conférer au produit des propriétés d'échange d'ions dont la plupart sont basés sur les zéolithes et les bentonites[24].

1.2.3 Selon la morphologie :

- **Membrane symétrique isotropes :**

Les membranes symétriques ou (homogène) sont caractérisées par une microstructure homogène dans toute l'épaisseur. Elles peuvent être poreuses ou denses[25].

- **Membranes isotropes non poreuses (dense) :**

Les membranes isotropes non poreuses denses sont rarement utilisées dans les procédés de séparation par membrane, car le flux transmembranaire à travers ces membranes relativement épaisses est trop faible pour des procédés de séparation pratiques.

Chapitre 1: Revue bibliographique

Cependant, elles sont largement utilisées en laboratoire pour caractériser les propriétés des membranes. En laboratoire, les membranes isotropes (denses) sont préparées par coulée en solution ou par pressage thermique à chaud. Les mêmes techniques peuvent être utilisées à plus grande échelle pour produire, par exemple, des matériaux d'emballage[23].

- **Membranes isotropes microporeuses :**

La structure et la fonction d'une membrane microporeuse sont très similaires à celles d'un filtre classique. Elle possède une structure rigide, très vide, avec des pores interconnectés et répartis de façon aléatoire. Cependant, ces pores diffèrent de ceux d'un filtre conventionnel en étant extrêmement petits, de l'ordre de 0,01 à 10 μm de diamètre. Toutes les particules plus grandes que les plus grands pores sont complètement rejetées par la membrane. Les particules plus petites que les plus grands pores, mais plus grandes que les plus petits pores sont partiellement rejetés, selon la distribution de la taille des pores de la membrane. Les particules beaucoup plus petites que les plus petits pores passent à travers la membrane[23].

Ainsi, la séparation des solutés par les membranes microporeuses est principalement une fonction de la de la taille des molécules et de la distribution de la taille des pores. En général, seules les molécules qui diffèrent de molécules dont la taille diffère considérablement peuvent être séparées efficacement par les membranes microporeuses[26].

- **Membranes asymétriques :**

Les membranes asymétriques sont préparées à partir d'un même matériau, elles sont constituées de deux couches superposées : une « peau » de très fine épaisseur (0,1 à 1 micron) et une sous-couche poreuse beaucoup plus épaisse (100 à 300 microns) 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 fibres creuses, 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[25].

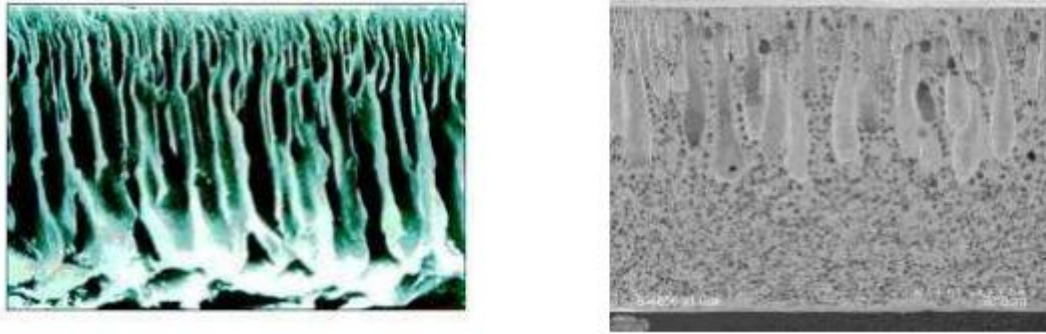


Figure 5: Membrane asymétrique.

1.3 Types de modules :

Les installations industrielles à membrane nécessitent souvent des centaines, voire des milliers de mètres carrés de membrane pour effectuer la séparation requise à une échelle utile il faut donc trouver des méthodes permettant d'incorporer de grandes surfaces de membranes dans des emballages ; ces emballages sont appelés modules de membrane[23] le choix du type du module dépend du choix du procédé de séparation, dans la pratique on trouve les modules plan, tubulaire, fibre creuse ou spiralé.

1.3.1 Module plan :

L'un des plus anciens types de module qui se présente sous forme d'empilements de compartiments constitués de plaques rainurées comportant une membrane de chaque côté ; séparées par des joints ; le tout entre 2 plaques support constituant un agencement de type filtre presse.

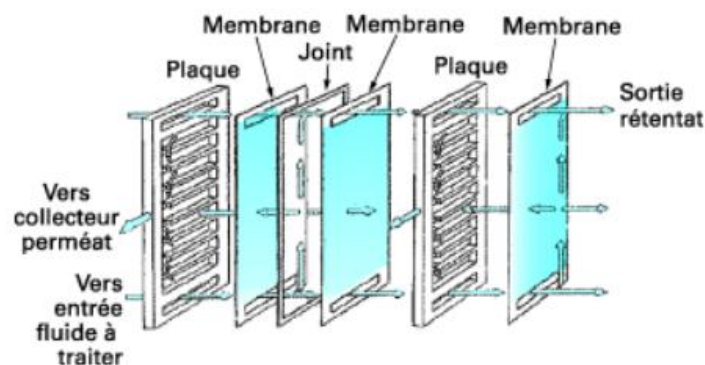


Figure 6: Montage filtre à presse [23].

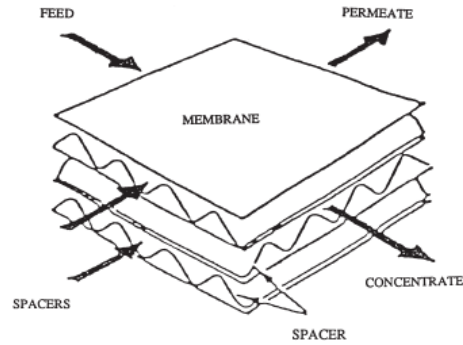


Figure 7:Module plan [23].

Le fluide circule à partir de l'espaceur d'alimentation et le perméat passé à travers la membrane pour être récolté dans l'épaceur perméat[27] .

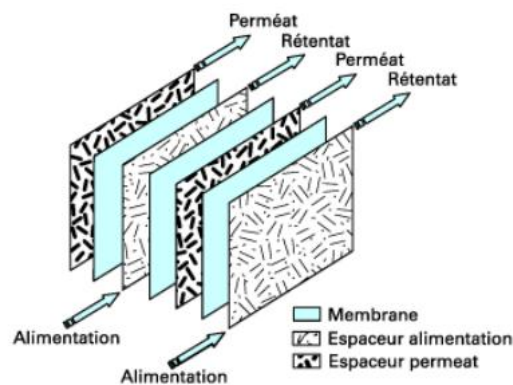


Figure 8:Schéma de circulation des fluides [23] .

1.3.2 Module tubulaire :

La membrane est enroulée sur elle-même et déposée ou directement formée à l'intérieur d'un tube support poreux d'un diamètre de 7 à 40 mm [4], ils sont disponible a la fois en membrane organique et minérales, le fluide circule à l'intérieur des tubes et le perméat est recueilli à l'extérieur des tubes.

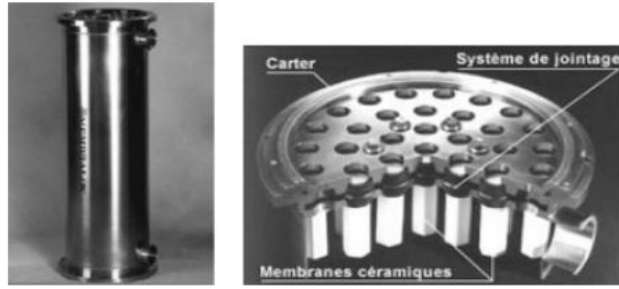


Figure 9: Module tubulaire [28].



Figure 10: Type de module tubulaire [28].

1.3.3 Module fibre creuse :

Les fibres creuses sont assemblées en parallèle suivant deux configurations :

- Configuration Int-Ext : l'eau circule à l'intérieur des fibres et le perméat est récupéré à l'extérieur des fibres. Il y a écoulement tangentiel canalisé à l'intérieur des fibres ;
- Configuration Ext-Int : l'eau circule à l'extérieur des fibres et le perméat est récupéré à l'intérieur des fibres. L'écoulement entre les fibres est libre.

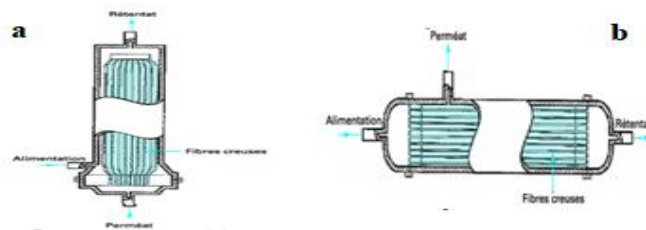


Figure 11: Configuration du module fibre creuse , a)filtration in\out b)filtration out\in [27].

Chapitre 1: Revue bibliographique

Dans les deux cas, les membranes sont assemblées en faisceaux et leurs extrémités sont noyées dans des bouchons de colle qui isolent le perméat de l'eau à traiter.

Un module industriel peut-être constitué de dizaines de milliers de fibres[4].

1.3.4 Module spirale :

Les modules spiralés sont constitués de plusieurs assemblages élémentaires enroulés en spirale. Comme pour les modules plans, les assemblages élémentaires comprennent un espaceur d'alimentation, une membrane, un espaceur de perméat et une deuxième membrane. Les membranes utilisées sont uniquement des membranes organiques qui sont suffisamment flexibles pour pouvoir être enroulées.

L'alimentation se fait sur le côté du module au niveau des espaceurs d'alimentation. Le perméat est collecté dans les espaceurs perméat et, en suivant une spirale, ressort par le tube de collecte central. Le rétentat traverse le module par les espaceurs d'alimentation et ressort de l'autre côté du module.

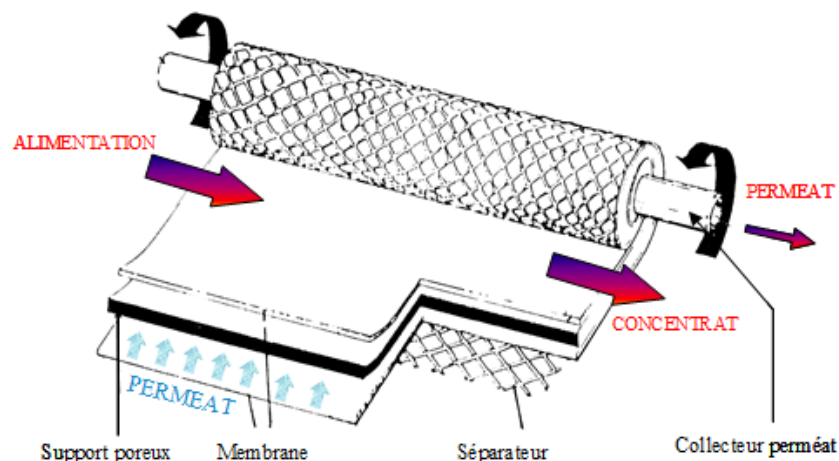


Figure 12:Module spirale [29].

1.4 Mode de filtration :

1.4.1 La filtration tangentielle

Le fluide circule parallèlement à la membrane à partir d'un réservoir sous l'action d'une pompe. Seule une partie, le perméat traverse les pores de la membrane par l'effet d'une différence de pression (pression transmembranaire, ptm) tandis que le reste (rétentât) est évacué ou recyclé sur le réservoir. Les pores de la membrane vont arrêter les macromolécules et les particules de taille supérieure, tandis que les micros solutés (molécules et particules plus petites que les pores) passeront dans le perméat [20].

1.4.2 La filtration frontale :

Dans ce cas, le fluide est forcé de traverser la membrane placée perpendiculaire à l'écoulement et la concentration du retentât augmente rapidement. Ce système est surtout employé avec des fluides dilués et le colmatage de la membrane est plus rapide qu'en filtration tangentielle [20].

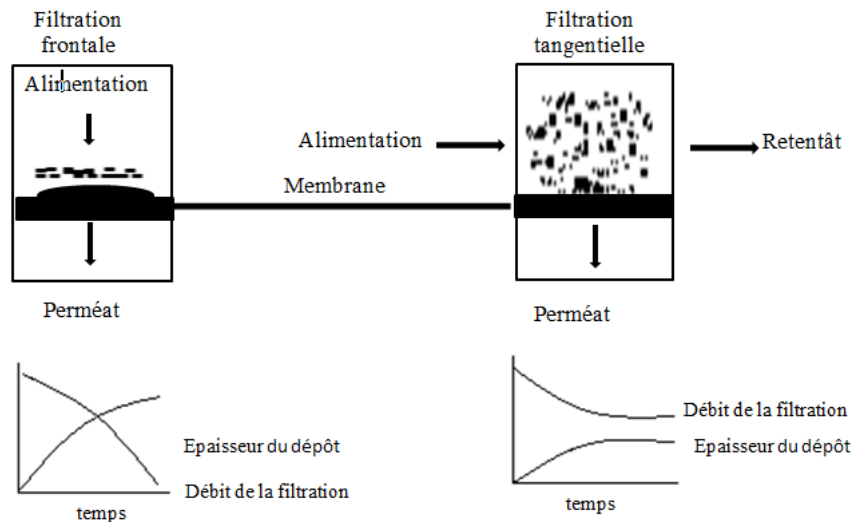


Figure 13: Filtration frontale et tangentielle.

1.4.3 Filtration flux constant :

Ces systèmes sont régulés sur la base du débit de perméat, mesuré ici également étage par étage. L'électrovanne de laminage applique une consigne au débit de perméat et augmente donc la pression moyenne de chaque étage au fur et à mesure que le colmatage augmente. Ce système est a priori divergeant car le colmatage allant en général en augmentant, la régulation du système commande une augmentation de la pression transmembranaire (ou plus rarement du débit de recirculation). Par conséquent, il doit également être contrôlé par un pressostat (ou équivalent), permettant d'arrêter l'installation sur une consigne de pression maximale, correspondant soit à la pression maximale admissible par les modules ou membranes, soit à la pression identifiée comme maximale (mais inférieure à la précédente) par des essais pilotes [30].

1.4.4 Filtration pression constante :

Les opérations menées à pression moyenne constante sont les plus courantes, car plus faciles à mettre en œuvre a priori. Ce contrôle peut s'opérer par le biais d'une vanne de laminage en sortie de module ou d'installation. Dans le cas où l'installation est alimentée par une pompe non volumétrique, une variation de contre-pression peut entraîner des variations de débits de circulation : dans ce cas, même si la pression moyenne ou la pression de sortie demeurent

Chapitre 1: Revue bibliographique

constantes, la répartition des pressions dans les modules peut varier au cours du temps et altérer le fonctionnement du système. Par ailleurs, dans le cas d'installations équipées de plusieurs modules en série, une régulation de pression par module devrait être préférée, car une pression moyenne constante sur l'ensemble de l'installation peut masquer des variations importantes de pression d'un étage à l'autre. Il faut noter que, sauf panne de régulation, un système mené à pression contrôlée est a priori stable, et peut être sécurisé au moyen d'un simple pressio-stat [30].

1.5 Procédés membranaires :

Les procédés à membranes sont utilisés pour séparer et surtout concentrer des molécules ou des espèces ioniques en solution et/ou pour séparer des particules ou des microorganismes en suspensions dans un liquide [31].

Il en existe plusieurs procédés membranaires tels que ; la nanofiltration (NF), la microfiltration (MF), l'ultrafiltration (UF) et l'osmose inverse (OI).

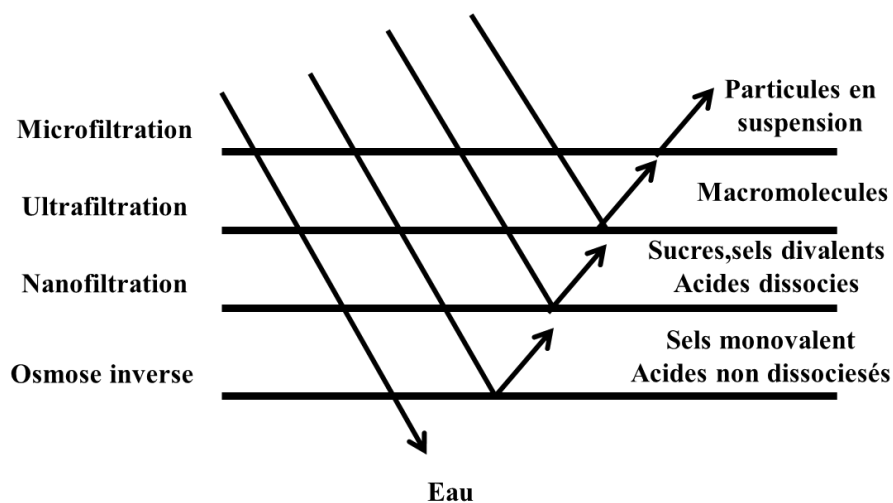


Figure 14: Les procédés membranaires et leurs caractéristiques de séparation.

1.5.1 La nanofiltration NF :

La nanofiltration est un processus cinétique et non un processus d'équilibre [32] avec des mécanismes de transport par tamisage et diffusion [24].

Une membrane de nanofiltration est une membrane artificielle poreuse, avec des pores plus grands que ceux des membranes d'osmose inverse, mais trop petits pour permettre la perméation de nombreux composés organiques [33]. Les pores ont un diamètre de l'ordre du

Chapitre 1: Revue bibliographique

nanomètre Ils sont à la limite des micropores et des mésopores. poreuse souvent porteuse d'une charge électrique fixée Ce sont, à la fois les dimensions des pores et la charge des groupements ionisés ou ionisables qui limitent le passage des substances sous l'action de la force motrice de transfert, due à un gradient de pression, essentiellement hydrostatique[34].

1.5.2 La microfiltration MF

Il est généralement défini comme l'écoulement sous pression (inferieur de 2 bar) d'une suspension contenant des particules colloïdales ou fines dont les dimensions sont comprises entre 0,02 et 10 μm à travers une membrane[24].

Le procédé de microfiltration est réalisé dans deux types de configurations : en Dead end et en Cross Flow.

Cross Flow est un procédé de séparation solide-liquide en aval dans lequel une suspension s'écoule tangentiellement sous une pression modérée à travers une membrane microporeuse[24].

Dead end : (perméat) est forcée perpendiculairement à travers le filtre, tandis que toutes ou la plupart des particules sont retenues. La force motrice pour l'écoulement du perméat est la chute de pression à travers la membrane[19].

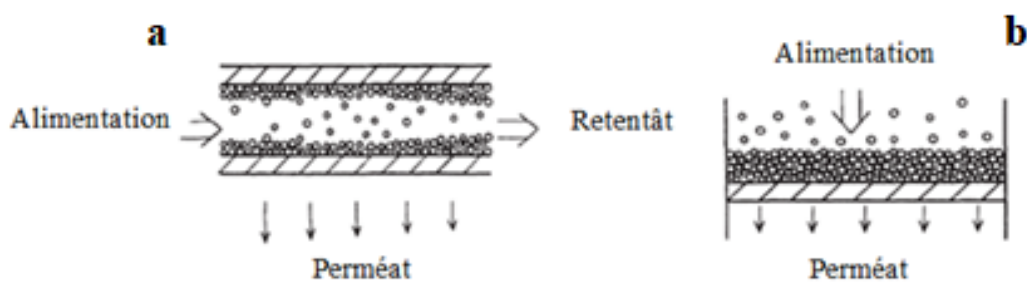


Figure 15: Configuration de la microfiltration, a) dead end filtration b) cross flow filtration.

1.5.3 Ultrafiltration UF:

Est un procédé qui utilise des membrane microporeuse avec une taille de pores allant de 1 à 100 nm[32] sous pression (entre 1 et 10 bar) qui permet de concentrer et de fractionner les solutés macromoléculaires et de séparer les espèces en suspension tels que, les biomolécules, les polymères et les particules colloïdales[24].

1.5.4 Osmose inverse OI :

La technologie de l'osmose inverse (OI) s'est beaucoup développée ces dernières années, de nouveaux types de membranes sont désormais disponibles, ce qui entraîne une augmentation de la diversité des applications. Des améliorations ont été apportées aux matériaux des membranes, les rendant plus résistantes au pH, à la température et au chlore que les membranes traditionnelles en acétate de cellulose et aussi la capacité à séparer simultanément, ou sélectivement, les solutés organiques et inorganiques des systèmes aqueux sans changement de phase permettent de réaliser des économies d'énergie substantielles et une flexibilité dans la conception des procédés de de séparation[19].

Une installation industrielle d'osmose inverse se compose généralement de trois sections distinctes qui sont illustrées à la figure 4.2. La première section est la section de prétraitement dans laquelle l'eau d'alimentation est traitée pour répondre aux exigences des fabricants d'éléments d'osmose inverse et aux exigences des bonnes pratiques d'ingénierie. Et aux exigences des bonnes pratiques d'ingénierie.

Après le prétraitement, l'eau d'alimentation est introduite dans la section d'osmose inverse. Où elle est mise sous pression et acheminée vers les éléments d'osmose inverse qui se trouvent dans des récipients sous pression. L'eau d'alimentation s'écoule la surface de la membrane, où l'eau produite traverse la membrane et où une quantité prédéterminée reste en arrière comme rejet. Le rejet est évacué vers les déchets tandis que l'eau de production est acheminée vers la section de post-traitement. La troisième section de post-traitement traite l'eau produite pour éliminer le dioxyde de carbone et ajoute des produits chimiques en fonction de l'utilisation industrielle de l'eau produite[28].

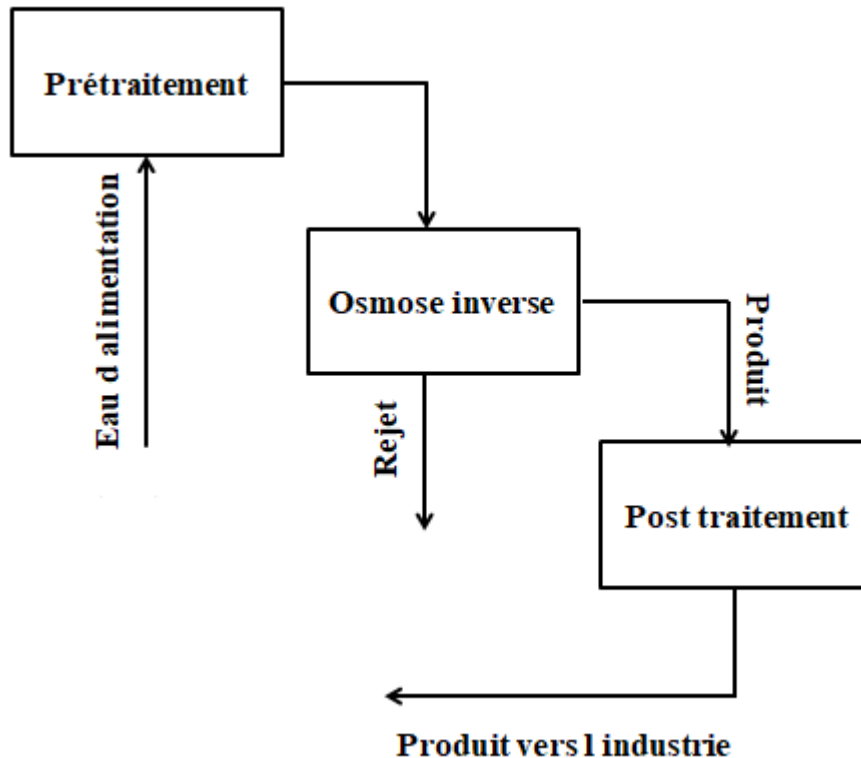


Figure 16: Osmose inverse industriel.

- **Structure et description :**

L'osmose inverse est un procédé permettant d'éliminer les solutés tels que les ions dissous d'une solution, Quand une membrane semi-perméable sépare l'eau d'une solution concentrée d'ions, l'eau se déplace à travers la membrane dans la solution concentrée grâce à l'osmose pour égaliser la concentration de l'eau ou s'équilibrer. L'eau continue à s'écouler jusqu'à ce qu'une pression osmotique suffisante s'établisse côté de la solution concentrée pour empêcher l'écoulement de l'eau vers le haut du gradient de concentration. Lorsqu'une pression supérieure à la pression osmotique le flux s'inverse. Ce processus est appelé "osmose inverse" et donne une solution saline concentrée du côté de l'alimentation de la membrane et une solution presque pure de l'autre côté de la membrane ; en fait, l'eau est pressée et s'écoule à travers la membrane sous pression[32].

La membrane OI a une structure anisotrope (également appelée asymétrique) : elle est constituée d'une couche de peau extrêmement fine (100-500 nm d'épaisseur) avec une texture microporeuse très fine et, par-dessus, une sous-couche de support spongieuse beaucoup plus épaisse avec des pores beaucoup plus grands. et d'une sous-couche de support spongieuse,

beaucoup plus épaisse, dont les pores sont beaucoup plus grands. Dans le cas des membranes RO en acétate de cellulose (CA) du type Loeb-Sourirajan, par exemple, les pores de la couche de peau ont été estimés, sur la base des résultats d'expériences de diffusion d'eau titrée, à moins de d'eau titrée, comme étant inférieurs à 0,8 nm (8 Å) de diamètre, et la taille des pores de la sous-structure est de l'ordre de 100 à 400 nm[24].

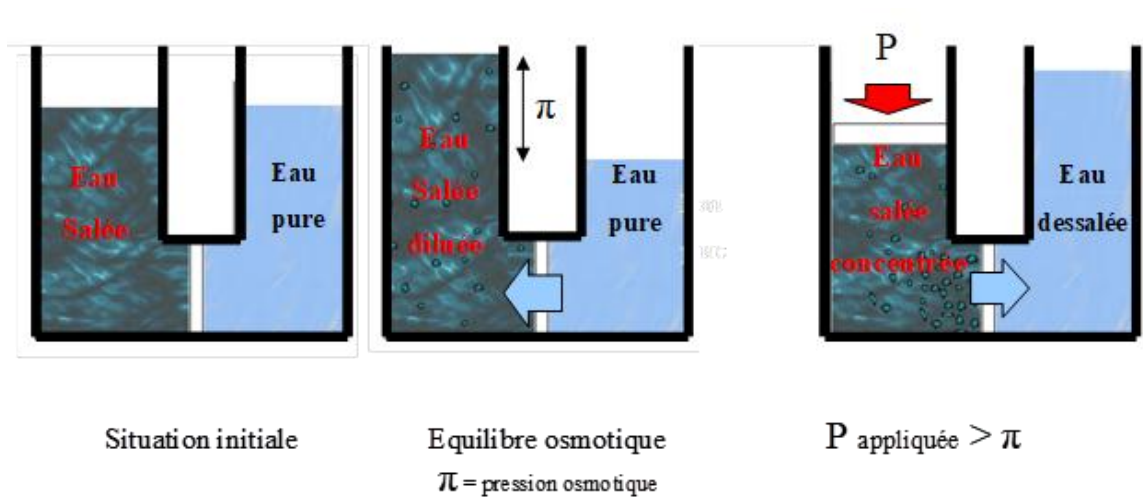


Figure 17: Principe de l'osmose inverse.

- **Applications:**

Cette technique est utilisée pour la déminéralisation des eaux (dessalement de l'eau de mer et des eaux saumâtres, production d'eau ultrapure) ; pour la concentration de solutions (concentration de jus de fruits par exemple)[35].

- **Facteurs influençant l'efficacité de l'osmose inverse :**

Malgré tout le prétraitement et l'attention portée à l'hydraulique du système, la plupart des systèmes d'OI finissent par présenter une dégradation des performances, qui se manifeste par une perte de débit du perméat, une perte de rejet des sels ou une augmentation de la perte de charge[36].

Ces performances sont généralement compromises par la polarisation de la concentration et le colmatage[29].

1.5.4.1.1 Polarisation de concentration :

Ce phénomène décrit l'augmentation des espèces solides retenues ou de la concentration de solutés à la surface de la membrane[24].

Ces espèces ont tendance à former une couche à la surface de la membrane. Selon le type de solide, cette couche peut être assez visqueuse et gélatineuse. Ainsi, une résistance supplémentaire au passage du perméat est rencontrée, en plus de celles de la membrane et de la couche limite[29].

1.5.4.1.2 Colmatage :

Les problèmes de colmatage ont été la raison la plus importante de l'acceptation relativement lente de la technologie des membranes à ses débuts. Heureusement, des progrès substantiels ont été réalisés au cours des dernières années[33] ;

Le colmatage résulte de nombreux facteurs tels que les conditions opératoires, la membrane en elle-même, et de la solution à traiter et les principaux mécanismes de colmatage des membranes sont l'adsorption des composants de l'alimentation, le bouchage des pores, l'interaction chimique entre les solutés et le matériau de la membrane, la formation de gel et la croissance biologique[29].

2 Le colmatage :

2.1 Définition du colmatage :

Le colmatage des membranes est dû à des interactions physiques et chimiques complexes entre les différents constituants du colmatant dans l'alimentation et entre ces constituants et la surface de la membrane[37].

Le transport de masse peut conduire à la fixation, à l'accumulation ou à l'adsorption indésirables à la surface de la membrane ou à l'intérieur de ses pores, ce qui entraîne une diminution du flux de perméation et le rejet de sel [38].

2.2 Types de colmatage :

Le colmatage peut être divisé en colmatage externe et encrassement interne, en fonction des lieux d'encrassement, Les mécanismes d'encrassement des membranes à basse pression (c.-à-d. MF et UF) sont en quelque sorte différente de ceux des membranes à haute pression (c.-à-d. NF et RO). Pour la MF et l'UF, l'adsorption et le colmatage des pores sont plus fréquents, alors que pour les membranes NF et RO, le colmatage de surface est comparativement plus fréquente en raison de la nature relativement compacte et non poreuse de la membrane RO[11].

2.2.1 Le colmatage externe :

Est un "colmatage de surface", qui implique trois mécanismes distincts : (1) la formation de tartre, c'est-à-dire la cristallisation hétérogène de sels minéraux sur la membrane ; (2) la formation de gâteau, c'est-à-dire l'accumulation de solides rejetés sur la membrane ; et (3) la formation de biofilm, c'est-à-dire la colonisation du module de la membrane par des micro-organismes viables. Plusieurs mécanismes d'encrassement de surface peuvent fonctionner simultanément, produisant des effets synergiques ou antagonistes. Les trois formes d'encrassement externe sont influencées par les conditions d'exploitation, la chimie de la solution, la température, les propriétés de la membrane et la géométrie du module tandis que la formation de biofilms est en outre régie par le potentiel de croissance biologique de l'eau d'alimentation. Le colmatage externe est minimisé par le prétraitement et est atténué par le nettoyage[39].

2.2.2 Le colmatage interne :

Est une modification de la structure de la membrane due à d'un compactage physique ou d'une dégradation chimique - chacun de ces facteurs altèrent le transport des solutés et des solvants. La dégradation chimique se produit lorsqu'un produit chimique spécifique attaque la structure du polymère. Par exemple, une exposition continue au chlore favorise le passage du sel au fil du temps. La compaction physique se produit lorsque les membranes polymériques sont soumises à des pressions hydrauliques élevées pour générer et maintenir un flux d'eau produit souhaité. Les macro-vides et les micro-vides dans la structure de la membrane peuvent s'effondrer lorsqu'ils sont exposés à des pressions dépassant leurs modules élastiques. Le colmatage interne dû à la dégradation par le chlore et à la compaction physique est en grande partie irréversible.

En termes de types de colmatants, le colmatage peut également être classé en colmatage : biologique (bactéries, champignons), colloïdal (argiles, floccs), entartrant (précipités minéraux) et organique (huiles, polyélectrolytes, humiques)[40].

2.2.3 Biologique :

c'est le processus d'adhésion et de prolifération des micro-organismes à la surface des membranes[11] qui peut se produire par le dépôt, la croissance et le métabolisme de cellules bactériennes ou de floccs sur les membranes[37]. En d'autres termes c'est la fixation des micro-organismes à la surface de la membrane., grâce à l'interaction entre les cellules et les membranes ;les microbes attachés sont capables d'utiliser les matières organiques provenant de l'eau d'alimentation ou les matières organiques rejetées par les membranes pour se

reproduire et former un film biologique extracellulaire ou biofilm qui augmente la résistance de la membrane ;Il est également noté que le biofilm augmente la pression osmotique, ce qui réduit la force motrice nette à travers la membranes [41].

2.2.4 Colloïdal :

Les colloïdes sont omniprésents dans les eaux naturelles et de traitement, la taille de ces particules varie de quelques nanomètres à quelques micromètres, Le modèle de la couche de gel décrit l'accumulation de colloïdes à la surface de la membrane, qui forment un gâteau qui augmente la résistance à l'écoulement de l'eau à travers la membrane[41].

Les salissures colloïdales communes peuvent être divisés en deux types, à savoir les agents d'encrassement inorganiques et les macromolécules organiques les minéraux de silicate d'aluminium, la silice, les oxydes/hydroxydes de fer tandis que les macromolécules organiques présentes dans l'eau sont principalement constituées de matières comme les polysaccharides, les protéines et certaines matières organiques naturelles[11].

2.2.5 Entartrage :

Les sels peu solubles tels que CaCO_3 , CaSO_4 et SiO_2 peuvent précipiter à la surface de la membrane lorsque leur concentration dépasse les limites de solubilité et réduire ainsi le débit de produit à travers la membrane[42].

Le tartre est causé par la précipitation des sels métalliques dissous dans l'eau d'alimentation sur la surface de la membrane. Au fur et à mesure que l'eau exempte de sel est éliminée dans le perméat, la concentration d'ions dans l'eau d'alimentation augmente jusqu'à ce que la limite de solubilité soit dépassée. Le sel précipite alors à la surface de la membrane sous forme de tartre [23].

De plus, l'entartrage formé par la précipitation de sels sur la surface de la membrane est souvent causé par le carbonate de calcium (CaCO_3), le sulfate de calcium (CaSO_4), la silice (SiO_2) et l'hydroxyde de fer ($\text{Fe}(\text{OH})_3$) dans le processus SWRO[43].

2.2.6 Organique :

Un colmatant organique commun est la matière organique naturelle, qui est un mélange hétérogène complexe de différentes macromolécules organiques provenant de la dégradation et de la décomposition d'organismes vivants ; Un autre polluant organique est la matière organique résiduelle dans les effluents des stations d'épuration des eaux usées. La capacité des encrassant organiques à encrasser les membranes comprend leur affinité pour la membrane de

l'OI, leur poids moléculaire et leur fonctionnalité. Les groupes fonctionnels négatifs sur les polyélectrolytes organiques peuvent être repoussés par les surfaces chargées négativement des membranes d'OI. Une plus grande densité de charge sur la surface de la membrane est souvent associée à une hydrophilie plus élevée. Comme la plupart des membranes d'osmose inverse sont constituées de polymères hydrophobes, les matières organiques présentes dans l'eau d'alimentation ont tendance à être adsorbées préférentiellement sur les surfaces de la membrane[24].

Ces matières organiques se composent généralement de substances humiques, de polysaccharides, de protéines, de lipides, d'acides nucléiques et d'acides aminés, d'acides organiques, et de composants cellulaires[11].

2.3 Indice de colmatage :

Pour caractériser le colmatage des membranes d'osmose inverse, différentes méthodes ont été développées pour évaluer le potentiel de colmatage d'une eau. Les plus utilisées sont les suivantes l'indice de densité du colmatage (SDI) et l'indice modifié du colmatage (MFI)[44].

2.3.1 Silt Density Index (SDI):

Le SDI est un test empirique initialement mis au point par Dupont Permassep pour caractériser le potentiel d'encrassement de leurs éléments en fibres fines creuses[45].

Ce test est typiquement appliqué aux eaux à faible potentiel de colmatage, telles que les eaux prétraitées qui alimente l'OI ou la NF. La méthode pour déterminer le SDI est donnée dans la norme ASTM D4189-95 ; et il est réalisé en alimentant de l'eau à travers une membrane filtrante de 0,45 μm dans un flux dead-end à une pression constante de 207 kPa. Les intervalles de temps $|t_i|$ nécessaires pour filtrer un volume spécifique, V , est enregistré[46]. La valeur SDI est alors calculée comme suit :

$$\text{SDI} = \frac{100\%}{t_f} \left(1 - \frac{t_1}{t_f} \right) = \frac{\%P}{t_f} \quad (1)$$

Où **SDI** est l'indice de densité du limon (%/min), t_f est la durée de de filtration écoulé (min) après le début de la collecte des 500 premiers ml, t_1 est le temps nécessaire pour collecter les premiers 500 ml et t_2 est le temps nécessaire pour recueillir les seconds 500 ml après 15 minutes (ou moins). Si le taux de colmatage **%P** est supérieur à 75%, une période plus courte t_f doit être prise en compte, par exemple 10, 5 ou 2 min.

En réorganisant les formules, on peut facilement montrer que le SDI mesure la baisse du taux de filtration exprimée en "pourcentage" par min[45].

2.3.2 Indice de colmatage modifié (MFI) :

C'est un test qui estime le potentiel de colmatage d'une eau, basé sur la théorie de la filtration sur gâteau et peut être utilisé pour modéliser la diminution du flux ou l'augmentation de la pression pour maintenir une capacité constante dans le système d'une membrane[44].

L'essai MFI est réalisé de manière similaire à l'essai SDI en appliquant une pression constante de 207 kPa dans une filtration en dead-end utilisant une membrane de 47 mm de diamètre avec une taille de pores de 0,45 μm [46]

La valeur MFI est alors calculée comme suit :

$$MFI = \left(\frac{\mu_{20}}{\mu_T}\right) X \left(\frac{\Delta P}{\Delta P_0}\right) \tan\alpha \quad (2)$$

μ_{20} c'est la viscosité de l'eau à la température 20°C (Pa.s), μ_T la viscosité de l'eau à la température de la solution (Pa.s), ΔP c'est la pression Transmembranaire appliquée (kPa), ΔP_0 : Pression Transmembranaire à 210 kPa $\tan\alpha$: Pente de la partie linéaire de la courbe de $f(V)=t/V$; La valeur recommandée du MFI pour un fonctionnement acceptable de l'osmose inverse est comprise entre 0 et 2 s/L²[46].

2.4 Mécanisme du colmatage :

La diminution du flux dans la filtration sur membrane est le résultat de l'augmentation de la résistance de la membrane par le blocage des pores de la membrane et la formation d'une couche de gâteau à la surface de la membrane[47].

Le blocage des pores et la formation du gâteau peuvent être considérés comme deux mécanismes essentiels de l'encrassement des membranes.

2.4.1 Le blocage des pores :

La chute initiale rapide du flux de perméat peut être attribuée à un blocage rapide des pores de la membrane. Le flux maximal de perméat se produit toujours au début de la filtration parce que les pores de la membrane sont propres et ouverts à ce moment-là. Le flux diminue lorsque les pores de la membrane sont bloqués par des particules retenues. Les pores sont plus susceptibles d'être partiellement bloqués et le degré de blocage des pores dépend de la forme et de la taille relative des particules et des pores. Le blocage est généralement plus complet lorsque les particules et les pores sont similaires en forme et en taille ; Le blocage des pores

est un processus rapide comparé à la formation d'un gâteau puisque moins d'une couche de particules est suffisante pour obtenir un blocage complet. augmente la résistance de la membrane [23].

2.4.2 Formation du gâteau :

C'est une baisse supplémentaire du flux après le blocage des pores ,due à la formation et à la croissance d'une couche de gâteau à la surface de la membrane, lorsque la quantité de particules retenues augmente ;cette couche crée une résistance supplémentaire à l'écoulement du perméat et cette dernière augmente avec la croissance de l'épaisseur de la couche de gâteau ;par conséquent, le flux de perméat continue de diminuer avec le temps[47].

2.5 Autopsie membranaire :

L'autopsie des membranes est l'une des méthodes les plus courantes pour identifier la nature et l'origine de colmatage des membranes d'OI ; Cette méthode est une procédure destructive éprouvée pour évaluer l'état des membranes et diagnostiquer leur perte de performance[48].

L'autopsie membranaire comprend l'exécution séquentielle d'une série de tests standard dans des conditions de laboratoire sur des éléments membranaires prélevés sur des trains d'OI dont les performances sont compromises[49].

Elle comprend généralement l'inspection physique de l'extérieur de l'élément, la dissection de l'élément et l'examen de son intérieur, suivis d'une série de tests physiques, chimiques et microbiologiques effectués sur la membrane et les dépôts de surface afin d'élucider les différents types de défauts de la membrane et l'identité des dépôts[48].

Cependant, les autopsies de membrane n'ont pas été suffisamment pratiquées, malgré tous les avantages palpables qui peuvent en être tirés. Les raisons invoquées sont la nature destructive de l'autopsie de la membrane qui rend l'élément inutilisable par la suite, les coûts associés à la réalisation de l'autopsie et au remplacement de la membrane, le temps de l'autopsie pour arrêter les perturbations opérationnelles immédiates.

2.6 Nettoyage des membranes :

Un bon système de prétraitement est essentiel pour obtenir une longue durée de vie de la membrane d'osmose inverse, mais le prétraitement doit être accompagné d'un programme de nettoyage approprié ; En général, cela se fait une ou deux fois par an, mais plus souvent si l'alimentation est une eau à problème. Comme pour le prétraitement, la procédure spécifique

Chapitre 1: Revue bibliographique

de nettoyage est en fonction de la chimie de l'eau d'alimentation, du type de membrane et du type d'encrassement[23].

Les membranes d'OI sont généralement nettoyées séparément à pH faible et élevé, en fonction du type de colmatant de la membrane ; Les minéraux de tartre et les matières colloïdales inorganiques sont mieux éliminés par des nettoyeurs à faible pH, tandis que les matières organiques et le colmatage biologique sont mieux éliminés par des nettoyeurs à pH élevé. Les biocides sont utilisés pour minimiser et contrôler la croissance des bactéries et des biofilms qui en résultent. Les membranes spiralée composites typiques en polyamide sont assez résistantes aux nettoyeurs acides, mais sont plus susceptibles d'être endommagées par un pH élevé[50].

Un régime de nettoyage typique consiste à rincer les modules de la membrane en faisant recirculer la solution de nettoyage à grande vitesse à travers le module, suivi d'une période de trempage, suivie d'un second rinçage, et ainsi de suite[23].

Chapitre 2 : Matériels et méthodes

Dans ce chapitre, les deux stations de dessalement (Fouka et El hamma) sont présentées ainsi que les travaux à savoir l'autopsie des membranes, les méthodes analytiques des eaux filtrées, leurs descriptions, en plus des protocoles et des réactifs chimiques utilisés pour le nettoyage des deux membranes.

1 Stations de prélèvement:

Les membranes usagées utilisées dans ce travail ont été procurée de deux stations de dessalement : la station de dessalement de Fouka et celle d'El Hamma.

1.1 Station de dessalement de Fouka:

La Station de Dessalement d'Eau de Mer de Fouka est l'une des 13 projets décidés par le gouvernement Algérien au début des années 2000 qui faisait suite à 20 ans de sécheresse, qui se situe a Hai l Maouz commune de Fouka .Tipaza mise en service en Juillet 2011[51], avec une production de 120.000 m³ /j d'eau potable destinée à l'Ouest de la Wilaya d'Alger et l'Est de la Wilaya de Tipaza[52].

Le système d'osmose de la station est constitué de 9.072 membranes identiques disposées en parallèle dans 6 filières de production d'une capacité unitaire de 20.000 m³/jour pour une production nette totale de 120.000 m³/j[51].

Les membranes utilisées sont les membranes Hydranautics SWC 4 MAX.

Tableau 2:Caractéristique de la membrane M Hyd

Caractéristique	Membrane RO
Fabriquant	Hydranautics
Model	SWC 4 MAX
Matériau de la membrane	Polyamide composite
Configuration	Spirale
Flux (m ³ /j)	27.3
Pression (MPa)	8.27
Rejet de sel (%)	99.8
Poids vierge	16,4Kg
Temps d'opération	6ans

1.2 Station de dessalement El Hamma :

HWD abréviation de «Hamma Water Desalination Spa» est une société de projet créée pour le dessalement de l'eau de mer par osmose inverse sur le site «Les Sablettes» de la circonscription d'Hussein-dey, commune de Belouizdad, Alger mise en service en février 2008 [53] ;avec une production de 200.000 m³/j d'eau potable , Pourvoir aux 25% des besoins quotidiens en eau potable de la population algéroise[52].

La station est constituée de neuf modules d'Osmose Inverse à simple passage avec une production unitaire de 25,100 m³/j d'eau potable. Huit modules sont en production tandis que le neuvième est en attente «Standby»[53].

Les membranes utilisées sont les membranes LG Chem SW 400 (34) R.

Tableau 3:Caractéristique de la membrane M LG

Caractéristique	Membrane RO
Fabriquant	LG Chem
Model	LG SW 400 (34)R
Matériau de la membrane	Thin-film nanocomposite (TFN) polyamide composite
Configuration	Spirale (8pouces)
Flux (m ³ /J)	34
Pression (MPa)	8.27
Rejet de sel (%)	99.8
Poids vierge	16,4Kg
Temps d'opération	7ans

2 Autopsie de la membrane :

Dans ce travail, nous avons réalisé une autopsie membranaire, L'autopsie des membranes est l'une des méthodes les plus courantes pour identifier la nature et l'origine du colmatage des membranes d'osmose inverse. Cette méthode comprend l'exécution séquentielle d'une série de tests standards dans des conditions de laboratoire sur des éléments membranaire colmaté. La procédure d'autopsie de la membrane comprend les activités suivantes :

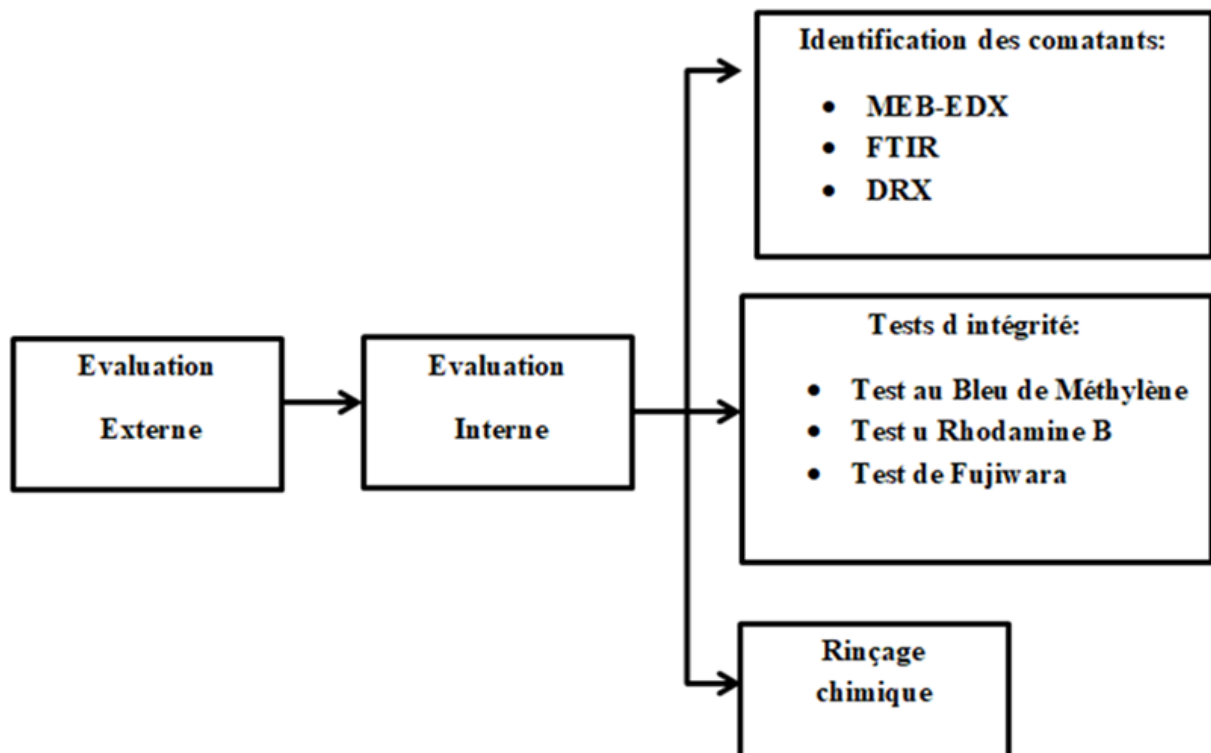


Figure 18:Description des étapes d'une autopsie d'une membrane d'OI.

2.1 Evaluation externe (visuelle) :

Par la recherche des dommages physiques à diverses parties de l'élément, y compris le joint de saumure, l'enveloppe extérieure, le tube de perméat et toute preuve de télescopage de la membrane. Nous recherchons ensuite des signes d'encrassement grossier sur les bords de la membrane roulée dans le capuchon d'extrémité. L'encrassement dans cette zone peut restreindre le débit d'eau à travers toute la membrane.

2.2 Evaluation interne :

L'élément est démonté par retrait des bouchons d'extrémité et la coque en fibre de verre qui protège la membrane déroulée.

Une fois que les membranes sont ouvertes sur leur longueur et déroulées en feuilles de membranes individuelles, la surface interne des feuilles de membranes est inspectée visiblement pour détecter toute contamination de surface ou d'accumulation de débris, de biofilm et de tartre sur la surface de la membrane RO.

Cela permet d'effectuer une série de tests spécifiques.

2.2.1 Tests d'intégrité :

Un certain nombre de tests ont été effectués afin de vérifier les dommages physiques et chimiques de la membrane. Le test au bleu de méthylène a été effectué pour détecter si la membrane est endommagée, le test au Rhodamine B a été effectué pour déterminer si la membrane a été endommagée par exposition à un oxydant ou par une sorte d'attaque physique, puis le test de Fujiwara a été utilisé pour détecter les niveaux significatifs de composés polys halogénés.

2.2.2 Analyse des composés organiques par la perte en feu :

Le but de ce test est d'identifier le colmatage organique à la surface des membranes. Pour ce test, un échantillon de l'encrassement est prélevé à la surface de la membrane OI et son poids est mesuré. Après la mesure, l'échantillon est d'abord séché à 110°C (taux d'humidité) puis chauffé à 550°C (taux de cendres). Le poids du résidu de calcination de l'échantillon est calculé en pourcentage du poids initial. Si la perte de poids lors de l'allumage est supérieure à 35%, ce résultat est indicatif d'un encrassement organique. Une perte supérieure à 50% signifie un fort colmatage organique.

2.2.3 Analyses chimiques :

L'analyse par le microscope électronique à balayage-couplée à l'analyse par rayons X à dispersion d'énergie (MEB-EDX) (Quanta 650) est utilisé dans notre étude pour obtenir une vue générale et détaillée de la surface de la membrane (extension du colmatage, marques d'abrasion, etc.) et pour obtenir une détermination élémentaire de la composition du colmatage.

Chapitre 2: Matériels et méthodes

Nous avons utilisé la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) (SHIMADZU FTIR-8900) qui identifie les groupes fonctionnels caractéristiques afin d'identifier les composants organiques et inorganiques du colmatage.

La diffractométrie de rayons X (DRX) (Rigaku SmartLab) a été utilisée pour caractériser la structure cristallographique et la taille des grains.

3 Rinçage chimique :

Différents protocoles de nettoyages ont été testés sur les feuilles plates pour les coupons des membranes afin de voir leurs efficacités.

3.1 Variante 1 :

Après découpage de la membrane en tranches de films membranaires (10x7 cm²) à traiter, une série de solutions sont préparées pour le décolmatage des films, avec solution d'acide sulfurique a 2% en solution, solution d'acide nitrique a 2%, de base d'hydroxyde de sodium a 2% et de l'eau osmose.

3.2 Variante 2 :

Après découpage de la membrane en tranches de films membranaires (50x4 cm²) à traiter, une série de solutions sont préparées pour le décolmatage des films, avec solution d'acide hydrochlorique a 0,1N, solution d'hydroxyde de sodium à 0,1N et de chlorure de sodium a 0,1N.

4 Les analyses physico-chimiques :

Plusieurs analyses qualitatives ont été effectuées durant la réalisation de cette étude. Toutes ces analyses visent à nous renseigner sur la qualité d'eau et sur les performances de séparation des membranes tout au long du processus de filtration par osmose inverse.

Les analyses qualitatives des paramètres qui ont été réalisés, les appareils qui ont permis de faire ces analyses et les méthodes standards qui ont été appliquées sont présentés brièvement ci-après et leurs détails sont donnés en annexe.

4.1 Le potentiel d'hydrogène (pH) :

C'est un paramètre physique qui correspond à la concentration d'ions hydrogènes (H⁺) présents en solution dans l'eau. Il détermine l'acidité ou l'alcalinité de l'eau, et il traduit la

Chapitre 2: Matériels et méthodes

balance entre acide et base sur une échelle de 0 à 14. La valeur 7 étant le pH neutre, il a été mesuré à l'aide d'un multi paramètre de paillasse de la marque HANNA.

4.2 La conductivité :

La conductivité est la mesure de la capacité d'une eau à conduire un courant électrique et d'avoir très rapidement une idée sur la concentration des sels dissous dans l'eau. Une concentration élevée traduit soit des pH anormaux soit le plus souvent une salinité élevée. Elle conduira à un entartrage des conduites si l'excès est dû aux ions de calcium ; elle a été mesurée à l'aide d'un multi paramètre de paillasse de la marque HANNA ; Notons que cet appareil permet également de mesurer les solides totaux dissous (la TDS).

Tableau 4: Expression de la minéralisation des eaux en fonction de la conductivité électrique

La conductivité ($\mu\text{s}/\text{cm}$)	La minéralisation de l'eau
Conductivité < 100	Très faible
100 < conductivité < 200	Faible
100 < conductivité < 333	Moyenne
333 < conductivité < 666	Moyenne accentuée
666 < conductivité < 1000	Importante
Conductivité > 1000	Elevée

4.3 La turbidité :

La turbidité désigne la teneur d'une eau en particules suspendues qui la troublent. On mesure la turbidité en unités de turbidité néphalométriques (NTU) à l'aide d'un turbidimètre.

La turbidité peut s'échelonner de moins d'une NTU à plus de 1 000 NTU.

À 5 NTU, l'eau est visiblement trouble ; à 25 NTU, elle est noirâtre.

4.4 Les méthodes titrimétriques :

- **Le titre hydrotimétrique total TH (dureté totale) :**

La dureté d'une eau est liée à la nature géologique des terrains traversés et reflète sa teneur en sels de calcium et de magnésium. Elle s'exprime par le titre hydrotimétrique (TH), mesuré en degré français ($^{\circ}\text{f}$).

Tableau 5: Classification de l'eau selon la valeur du TH

Valeur du TH	Type d'eau
TH < 5°F (50 mg/L de CaCO ₃)	Eau très douce
De 5 à 12°F (50 - 120 mg/L de CaCO ₃)	Eau douce
De 12 à 24°F (120 - 240 mg/L de CaCO ₃)	Eau dure moyenne
De 24 à 36°F (240 - 360 mg/L de CaCO ₃)	Eau dure
> à 36°F (360 mg/L de CaCO ₃)	Eau très dure.

- **Le titre alcalimétrique (TA) :**

Il permet de connaître les teneurs de l'eau en ions carbonates (CO₃²⁻) et des ions hydroxydes (OH⁻) présentes dans l'eau. Si le pH d'une eau est inférieur à 8,2 le TA est nul.

- **Le titre alcalimétrique complet (TAC) :**

Mesure la teneur de la totalité des minéraux en hydroxydes (OH⁻), en carbonates (CO₃²⁻), et en bicarbonates ou hydrogénocarbonates (HCO₃⁻) alcalins et alcalinoterreux.

- **Dosage des chlorures [Cl⁻] :**

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution de nitrate d'argent en présence de chromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge caractéristique du chromate d'argent.

- **Dosage de calcium [Ca²⁺] :**

Le calcium est dosé en milieu basique par une solution d'EDTA en présence de murexide. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte violette.

Chapitre 3 : Résultats et discussion

Le troisième chapitre de ce mémoire est consacré à la présentation des résultats obtenus après les analyses physicochimiques effectués, les nettoyages des membranes des deux stations et la détermination des types des colmatants par des analyses effectuées sur les membranes.

1. Résultats de l'inspection visuelle :

Les résultats de l'inspection visuelle des deux membranes sont regroupés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 6: Résultats de l'inspection visuelle

	M Hyd	M LG
Intégrité du logement externe	Bon état	Bon état
Poids (kg)	16,4	14,6
Présence de particules / dépôts	Oui	Oui
Dispositif anti-scoping	Couleur vire vers le jaune	Couleur vire vers le jaune
Présence d'odeur	Non	Non
Présence de colmatage /particules	Couche de couleur orange/brun	Couche de couleur jaune\brun et la présence de trace de matière organique
État de l'espaceur	Bon état	Présence de dépôt
Couleur de la	Jaunâtre	Jaunâtre

Chapitre 3: Résultats et discussions

membrane		
Force de collage	Bonne	Bonne
État des enveloppes	Bonne	Quelque fissure et froissement
Présence de télescopage	Non	Début du côté de la sortie

2 Résultats de l'inspection interne :

2.1 Tests d'intégrité :

2.1.1 Test au Bleu de méthylène :

Ce test est utilisé pour vérifier si ce colorant a été rejeté ou adsorbé, sur la surface de la membrane.

Si la surface de la membrane est uniformément décolorée avec une très légère coloration bleue/violette, cela indique que l'intégrité de la membrane est intacte. Si la membrane est physiquement endommagée, alors le colorant appliqué sera absorbé sur les zones endommagées de la surface de la membrane et/ou le long des lignes de colle, si elles sont endommagées, et formera des taches violettes très visibles.

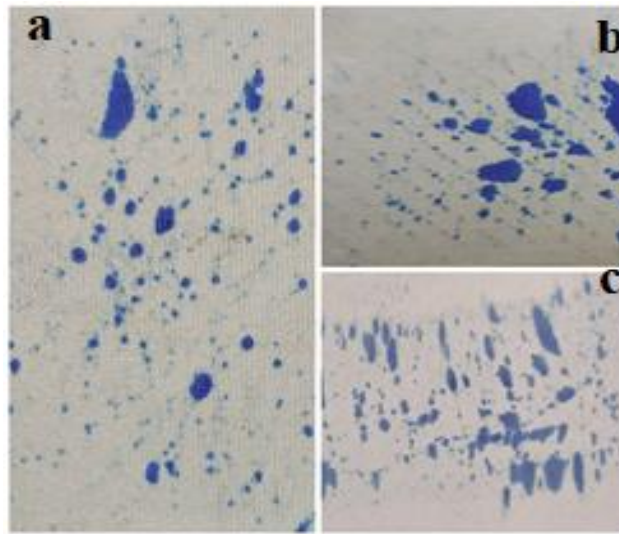


Figure 19: Test du Bleu de méthylène M Hyd (a) coté alimentation, (b) milieu et (c) sortie.

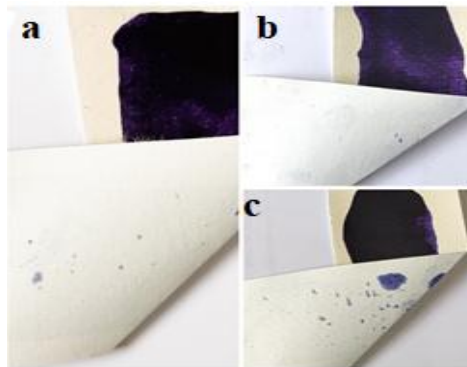


Figure 20: Test du Bleu de méthylène M LG (a) cotée alimentation, (b) milieu et (c) sortie.

Le bleu de méthylène étalé sur la membrane épuisée de la station de Fouka et celle d'El Hamma au niveau de l'entrée, du milieu et de la sortie, a diffusé du côté du perméat synonyme d'une confirmation de l'état défectueux de la membrane.

2.1.2 Test au Rhodamine B :

Le test au Rhodamine B est pratiqué pour la détection de dommage causé par exposition à un oxydant ou par une sorte d'attaque physique.

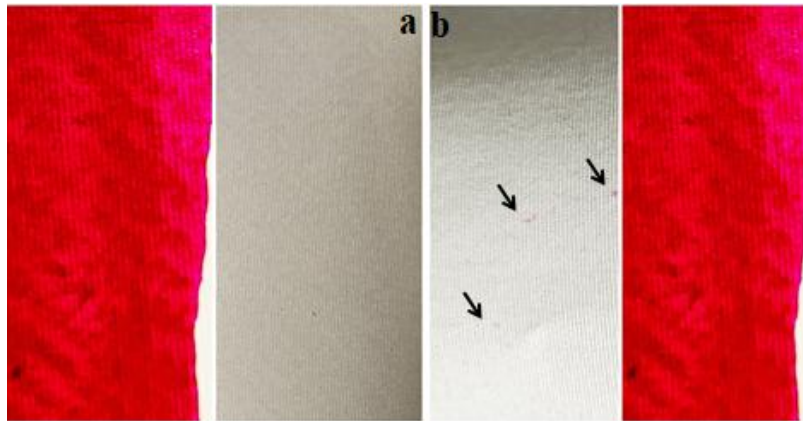


Figure 21: Test au Rhodamine B a) M Hyd, b) M LG.

D'après les résultats du test au Rhodamine B, nous remarquons que le colorant n'a pas diffusé du côté du perméat dans la membrane Hydranautics de la station de dessalement de Fouka, à l'encontre de la membrane colmatée LG d'El Hamma où la Rhodamine B a diffusé au côté perméat.

2.1.3 Fujiwara test :

Le test de Fujiwara est appliqué depuis plusieurs années pour déterminer les dommages importants des polyamides par la combinaison de composés halogénés avec le réseau polymère du polyamide aromatique des membranes d'osmose inverse, cette méthode est essentiellement basée sur la réaction de la pyridine dans un environnement fortement alcalin composé de NaOH, qui produit une coloration rose au cours du test symbole de présence d'halogène dans la solution ; Ce test est uniquement qualitatif (par exemple, il ne fournit qu'une réponse positive ou négative concernant l'exposition aux oxydants) et ne quantifie pas l'ampleur de l'exposition ; et selon la manière dont il est effectué, peut même produire des résultats erronés.



Figure 22: Test Fujiwara a) M Hydr, b) M LG.

D'après la figureFigure 22: Test Fujiwara a) M Hydr, b) M LG le test Fujiwara n'as pas donné de coloration rose ce qui peut se traduire par l'absence de composer halogénés dans les deux membranes usager des deux stations de dessalement.

3 Taux d'Humidité de colmatant :

L'essai de perte au feu (LOI) est une méthode courante et largement utilisée pour estimer la teneur en matières organiques des matières polluantes.

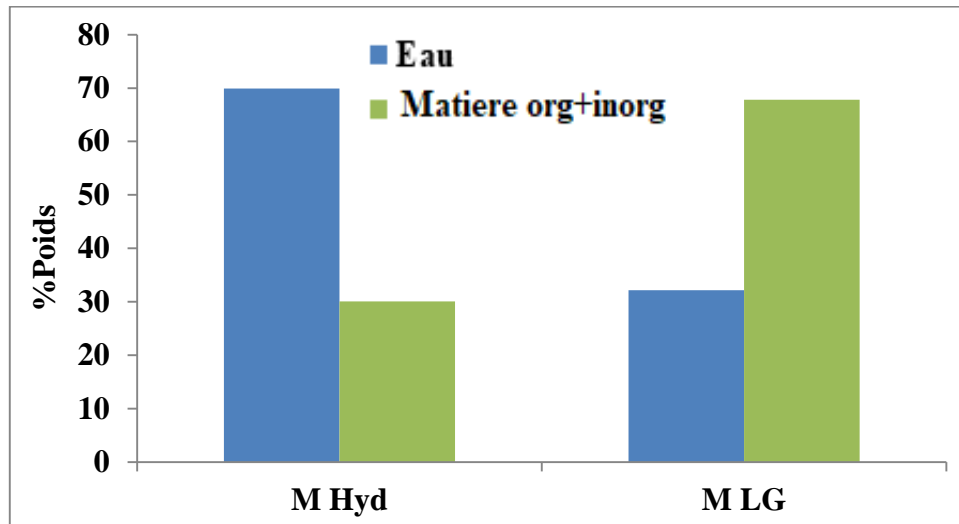


Figure 23: Variation des taux d'humidité.

La membrane épuisée de la station de Fouka est constituée de 70 % d'eau, et cela peut être dû au fait que la membrane est récemment mise hors service et qu'elle était toujours humide ; par contre celle de la station d'El Hamma ne contient que 30%.

4 Taux des cendres :

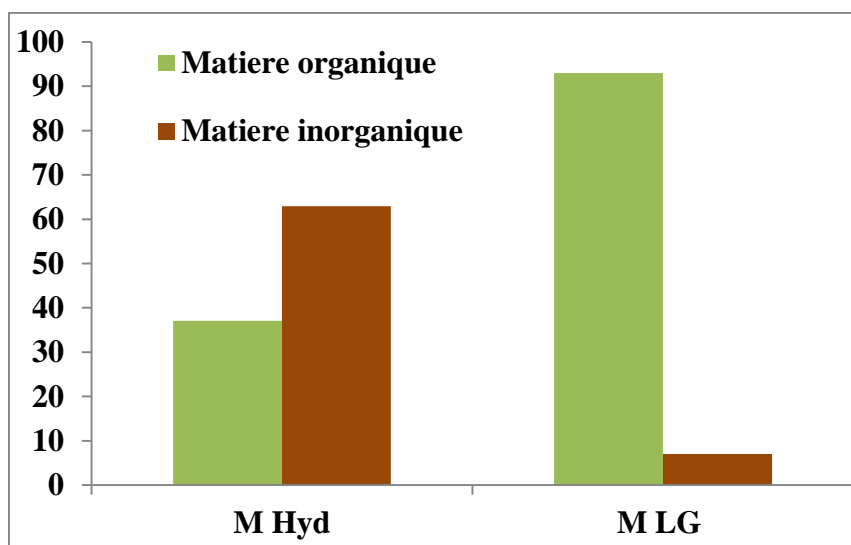


Figure 24: Variation des taux des cendres.

Chapitre 3: Résultats et discussions

La membrane colmatée de la station de Fouka est riche en matières inorganique avec un taux de 65%, en revanche la station d'El Hamma, est constituée de 95% de matières organiques, ce qui confirme que la coloration verte observé lors de l'inspection visuelle est en effet de la matière organique.

5 Résultats des analyses chimiques :

5.1 Résultats de la microscopie électronique à balayage MEB :

La photographie au microscope électronique à balayage (MEB) est utilisée pour évaluer visiblement l'état de la surface de la membrane et la topographie de l'encrassement de la membrane.

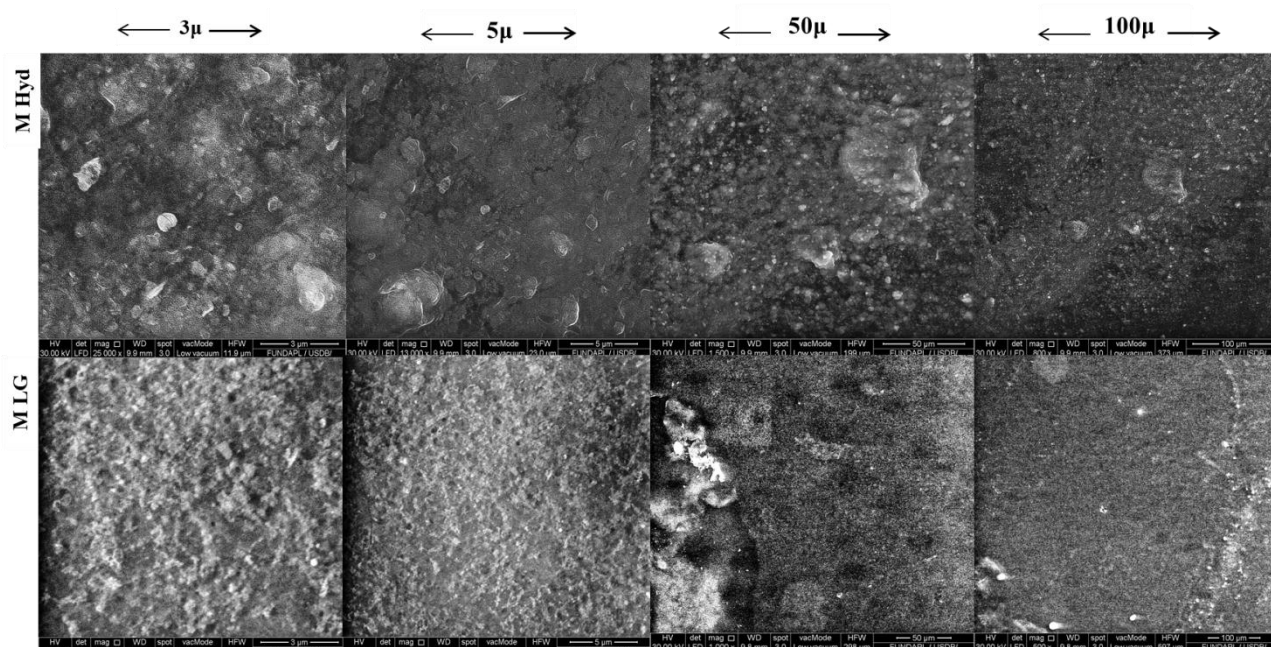


Figure 25: Image du microscope électronique à balayage a) M Hyd b) M LG.

Les Micrographes de la membrane Hydranautics utilisé à Fouka et la membrane LG utilisé à EL Hamma sont différents.

La membrane LG est caractérisée par la présence d'une couche homogène à la surface de la membrane en question, attribué au dépôt d'un film de matière organique, cependant la micrographie de la membrane hydranautics utiliser dans la station de dessalement de Fouka montre la présence de dépôt de particules sur la surface de la membrane, relative au dépôt de cristaux d'origine minérale, il faut signaler que dans une certaines parties de la membrane LG

à l'échelle de 50 micromètres la couche supérieure de la membrane est totalement absente ; laissant apparaître une porosité régulière spécifique à la couche du polysulfone.

5.2 La spectrométrie à dispersion d'énergie (EDX) :

L'équipement EDX génère des faisceaux électroniques qui frappent la surface de l'échantillon de membrane d'osmose inverse testé, ce qui provoque l'émission de rayons X à partir du matériau accumulé sur l'échantillon et, par conséquent, de générer des graphiques qui montrent les matériaux identifiés comme des pics. Chaque pic est représentatif d'un élément chimique unique. La taille du pic reflète la quantité de l'élément chimique contenu dans l'encrassement de la membrane.

Outre le graphique, l'équipement EDX génère également un tableau affichant la présence des éléments chimiques identifiés en poids qui sont représenté sous forme graphique dans les figures **Figure 28**: La composition atomique des deux membraneset **Figure 29** .

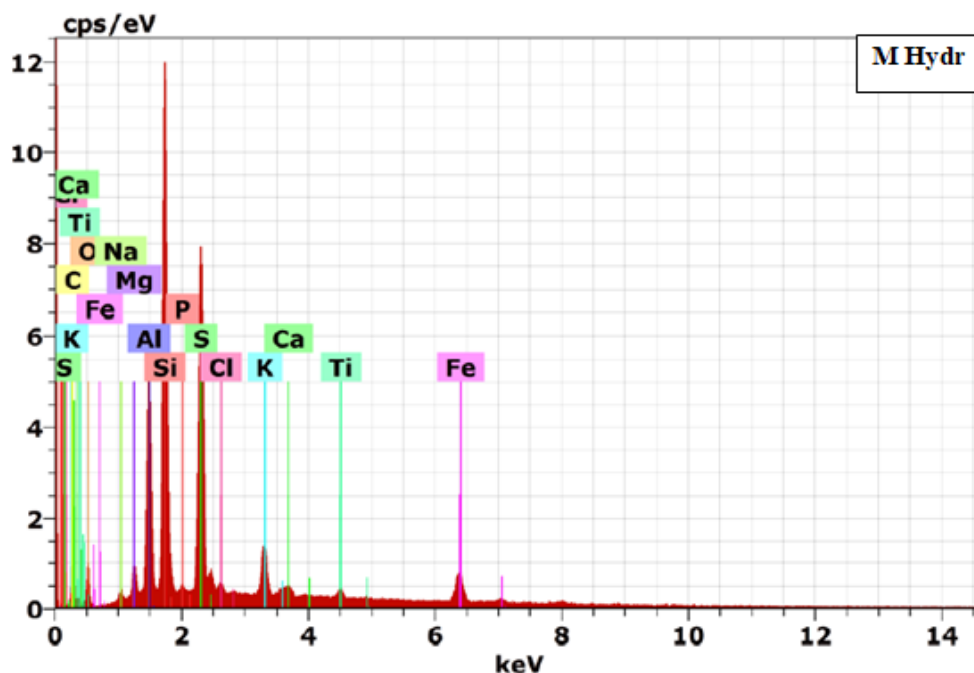


Figure 26: Spectre EDX M Hyd.

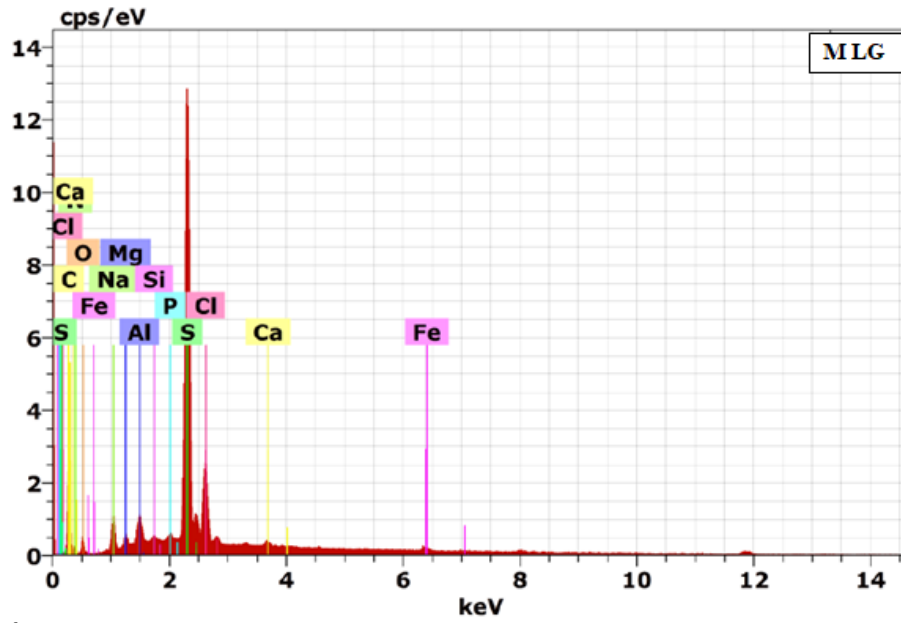


Figure 27: Spectre EDX M LG.

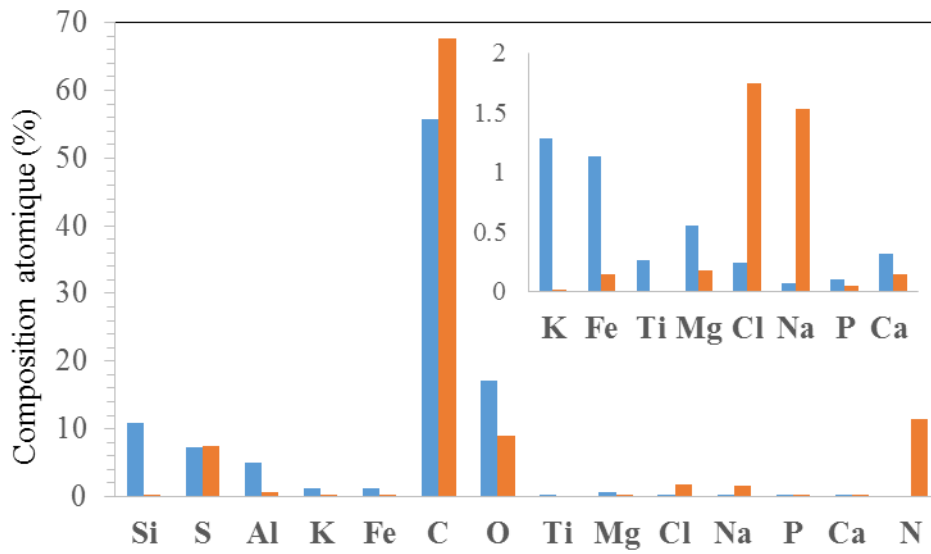


Figure 28: La composition atomique des deux membranes ■ MHyd ■ M LG

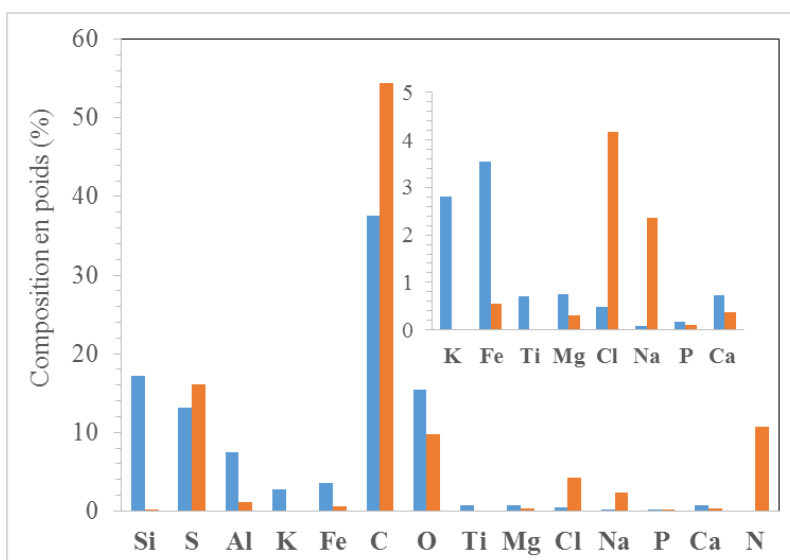


Figure 29 : La composition en poids des deux membranes ■ M Hyd ■ M LG.

L'analyse de surface EDX des deux membranes à savoir celle de la station de dessalement de Fouka et celle de la station de dessalement d'El Hamma est couronné par deux graphes dont la présence de nombre important d'éléments chimiques : carbone, oxygène et le soufre à côté du silicium par contre d'autres comme le sodium potassium magnésium le chlore et le calcium sont présent en faible quantité cependant l'élément titanium est présent dans celle de Fouka seulement.

5.3 Résultats Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) :

La spectroscopie IRTF applique un rayonnement infrarouge (IR) à travers un échantillon et, en analysant l'absorption et la transmission des IR, elle génère un spectre moléculaire de l'échantillon.

Le spectre moléculaire (connu également sous le nom de "signature moléculaire" ou "empreinte moléculaire") de chaque composé est unique et le composé présent sur la membrane d'osmose inverse peut être identifié en comparant sa signature IR à une bibliothèque de spectres de signatures IR de composés connus.

La spectroscopie FITR peut être utilisée pour identifier des encrassements organiques spécifiques tels que les polymères et les antitartres accumulés à la surface des membranes d'osmose inverse.

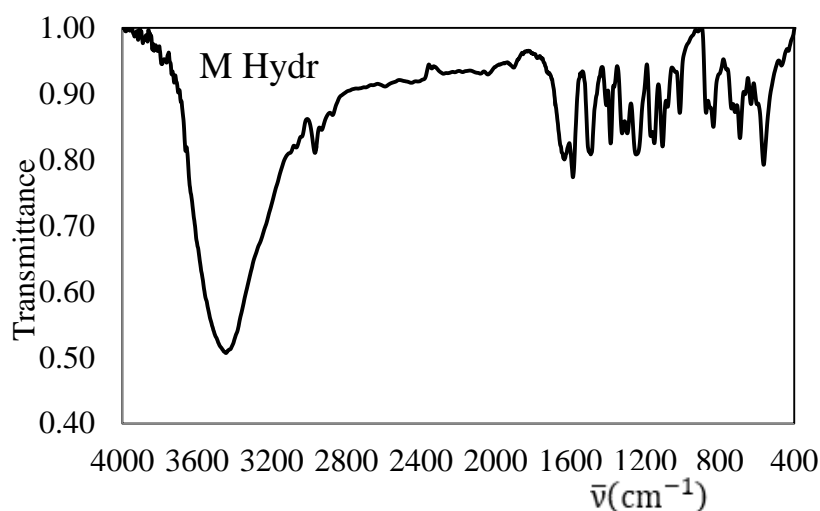


Figure 30: Spectre IRTF M Hydr.

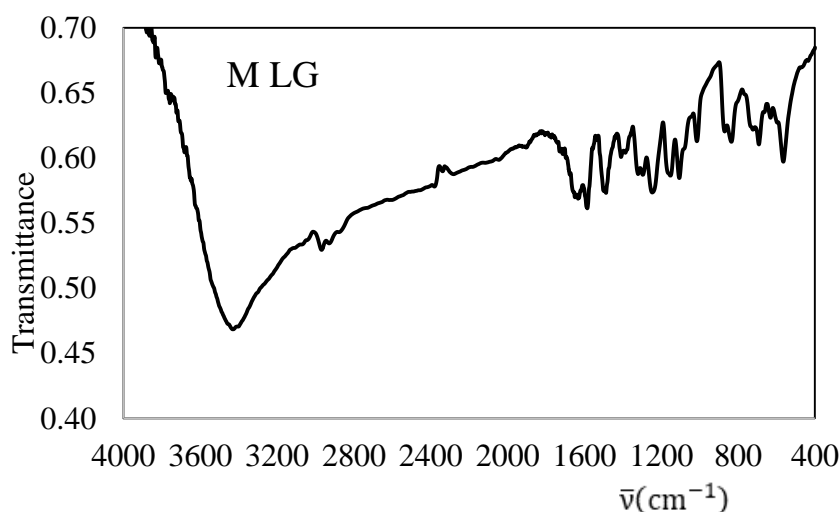


Figure 31: Spectre IRTF LG.

Les deux spectres IRTF obtenus pour les deux membranes sont constitués de deux zones bien distinctes. La première zone allant de 4000 à 1800 cm^{-1} et seconde zone couvrant le domaine 1800 à 400 cm^{-1} .

La première zone contient un pic important dans le spectre de la membrane épuisé Hydranautics et atténué pour la seconde membrane et qui s'étalent de 3500 à 3100 cm^{-1} . La forme de ce pic large est attribuée aux vibrations des liaisons N-H de la fonction amide de la couche du polyamide et autres fonctions amines N-H de la matière organique. L'ensemble des pics très faibles caractéristiques des vibrations C-H des groupements méthyles et méthylènes entre 2950 et 2850 cm^{-1} . La seconde région est identique pour les 2 membranes ou les empreintes des molécules moléculaires sont visibles. Cependant, 2 pics moyens sont

identifiés, le premier à 1750 cm^{-1} de la liaison C=O de la fonction carbonyle de l'ester attribué à la couche du polyester par contre l'autre pic situé à 1650 cm^{-1} est celui de la liaison C=O carbonyle de la fonction amide spécifique aux polyamides. En contrepartie, la couche de polysulfone peut être identifiée grâce aux vibrations de liaison S=O situé à 1310 et 1160 cm^{-1} .

5.4 Résultats La Diffraction des Rayons X (DRX):

L'objectif de l'analyse de la cristallographie aux rayons X (XRD) est de déterminer les quantités relatives d'écaillés sur les fibres, et les différentes phases dans lesquelles elles peuvent être présentes.

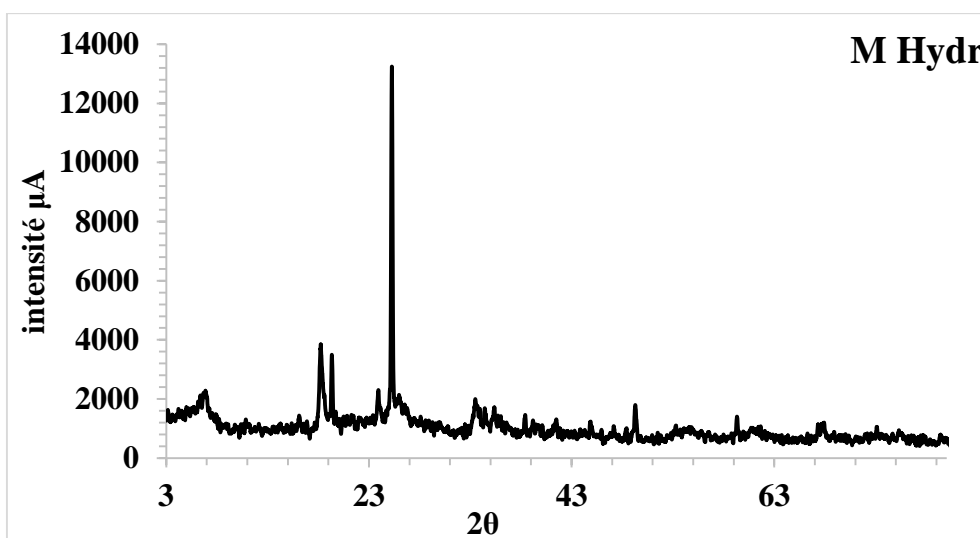


Figure 32: Spectre DRX de M Hydr.

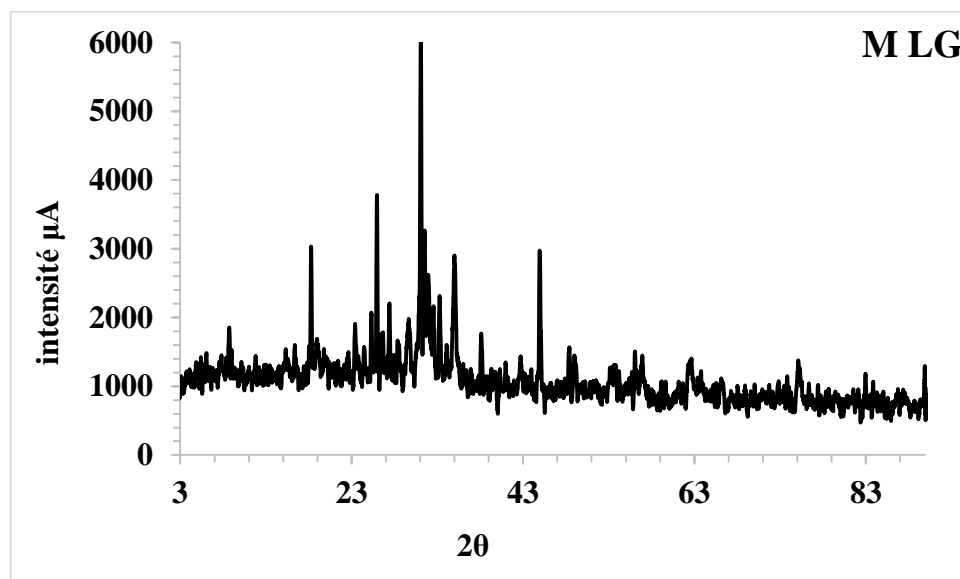


Figure 33: Spectre DRX de M LG.

Chapitre 3: Résultats et discussions

Les spectres DRX des résidus minéraux obtenus par calcination des deux membranes montrent l'existence que de composés cristallins. Les deux spectres sont différents du point de vue qualitatif et quantitatif puisque la membrane usée de la station d'El Hamma est riche en composé cristallin comparativement à celle de la station de Fouka. L'analyse de la composition grâce au logiciel XPert a permis de trouver les différents composés minéraux constituant le tartre et transformé en oxydes correspondant par calcination.

6 Résultats du rinçage chimique :

6.1 Résultats variante 1:

6.1.1 La Conductivité:

Les résultats de la mesure de la conductivité des différentes solutions de rinçage des deux membranes sont représentés dans les figures suivantes :

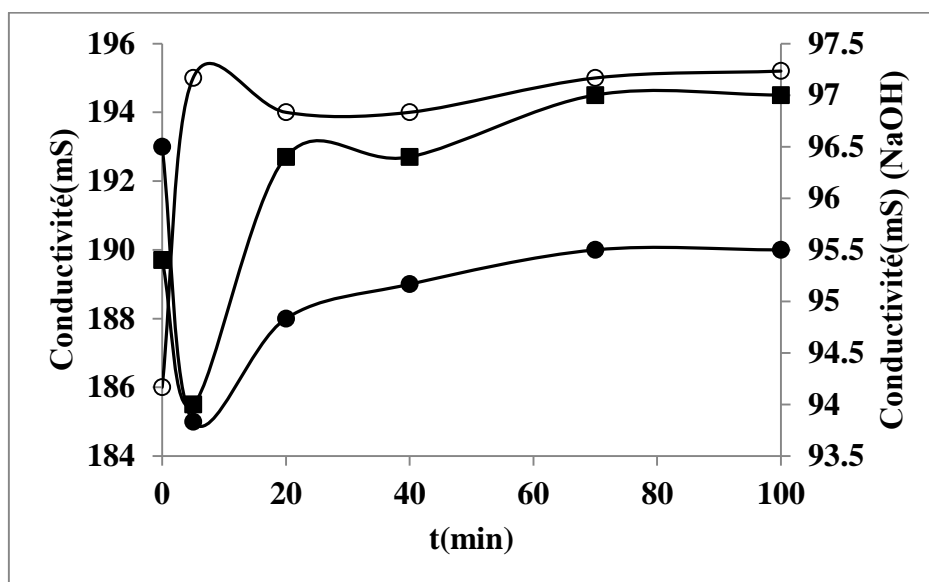


Figure 34: La variation de la conductivité de la solution de rinçage pour la M hyd ● H₂SO₄ ○ HNO₃ et ■ NaOH.

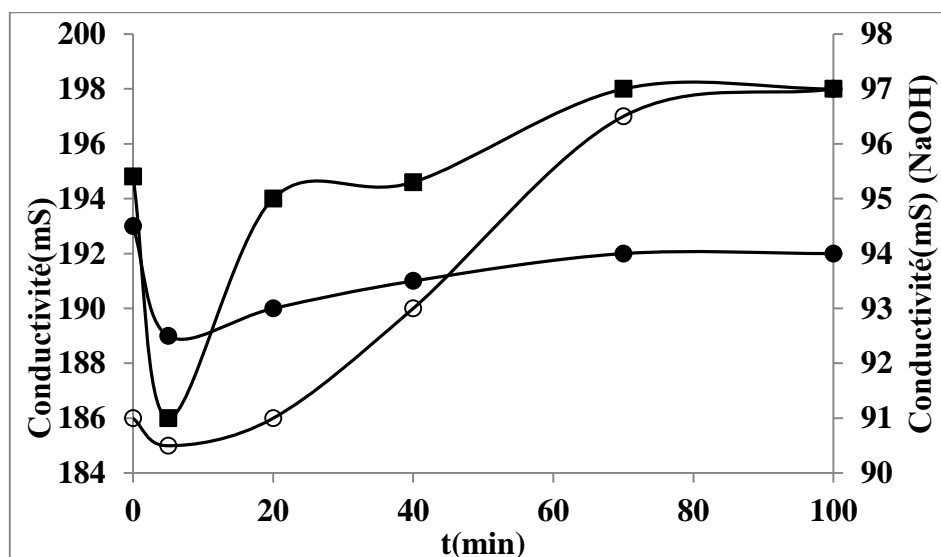


Figure 35: La variation de la conductivité de la solution de rinçage pour la M LG ● H₂SO₄ ○ HNO₃ et ■ NaOH.

Chapitre 3: Résultats et discussions

Les courbes de variation de la conductivité des solutions de rinçage de l'acide sulfurique et de l'acide nitrique sont différents mais d'allure identique. Pour l'acide sulfurique, une diminution de la conductivité est observée au début pour atteindre une valeur constante visible par le palier de la courbe, par contre pour l'acide nitrique, la conductivité augmente au début pour constante de la même façon mais avec une valeur supérieure que celle de l'acide sulfurique. Ces allures de courbes sont liées aux comportements chimiques différents de l'acide nitrique et de l'acide sulfuriques vis-à-vis des colmatants présent à la surface de la membrane.

L'allure de la courbe traduite par la variation de la conductivité en fonction du temps obtenu lors du rinçage de la membrane épuisé Hydranautics par l'hydroxyde de sodium, est caractérisé par une diminution initiale de la conductivité suivi d'une augmentation rapide pour atteindre un palier avec une valeur constante. Ce comportement est relié à la présence de substances acide réactives à la surface de la membrane.

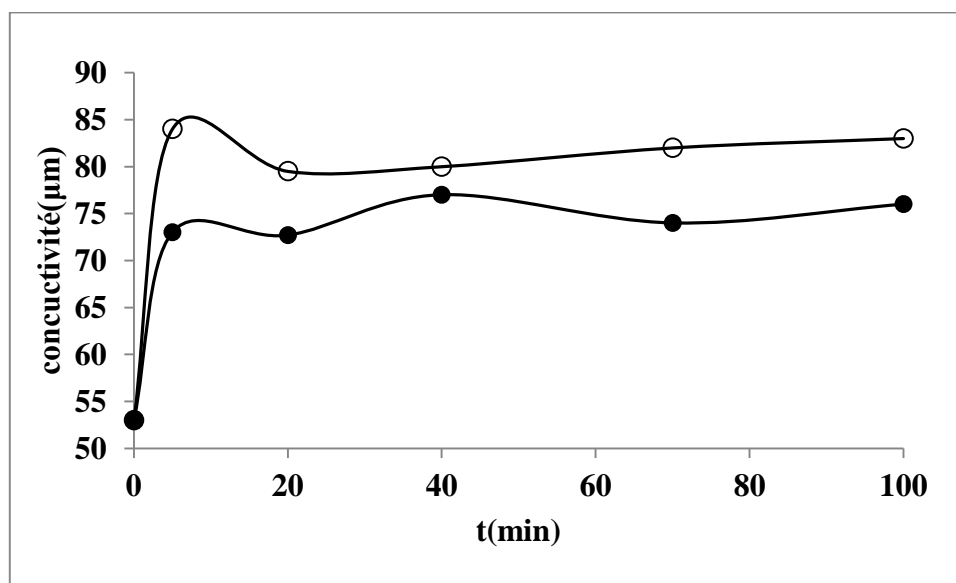


Figure 36: La variation de la conductivité de solution de rinçage eau osmosée

●MHyd ○MLG

Immersion des deux tranches des membranes LG hydranautics épuisées dans l'eau osmosée a conduit à l'augmentation de la conductivité juste au début pour atteindre un palier ou la conductivité devient constante, la diffusion des sels déposer sur les membranes se déroule avec une vitesse différente attribuer au gradient de concentration des minéraux à la surface de la membrane ces résultats montrent que la membrane LG est plus saturé que la membrane hydranautics.

6.1.2 Total des solides dissous (TDS) :

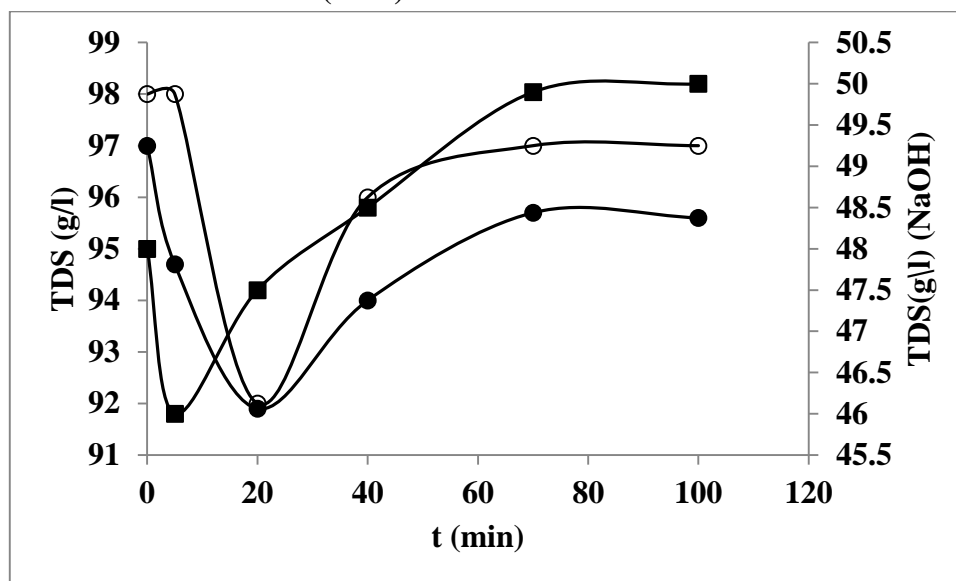


Figure 37: La variation des TDS des solutions de rinçage pour la M Hyd ● H₂SO₄ ○ HNO₃ et ■ NaOH

Le rinçage de la membrane hydranautics avec l'hydroxyde de sodium est plus rapide et plus important que le rinçage respectivement avec l'acide nitrique et l'acide sulfurique, ces résultats confirment la présence de la matière minérale basique.

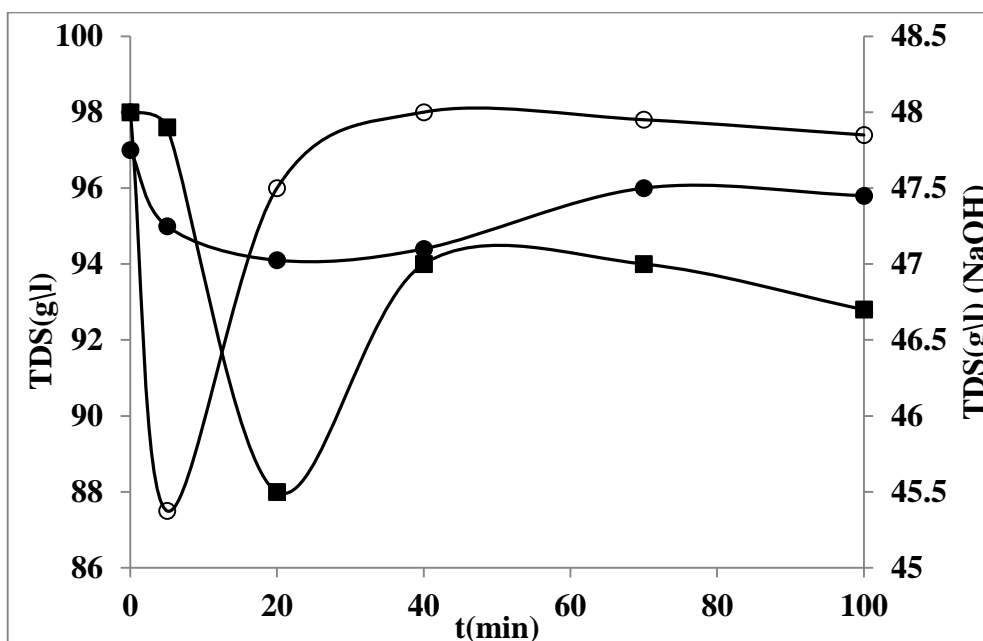


Figure 38: La variation des TDS des solutions de rinçage pour la M LG

● H₂SO₄ ○ HNO₃ et ■ NaOH.

Chapitre 3: Résultats et discussions

Le rinçage de la membrane LG avec les différentes solutions basique hydroxyde de sodium et acide (H_2SO_4 , HNO_3) conduit à une dissolution des substances minérales déposées sur la surface de la membrane LG.

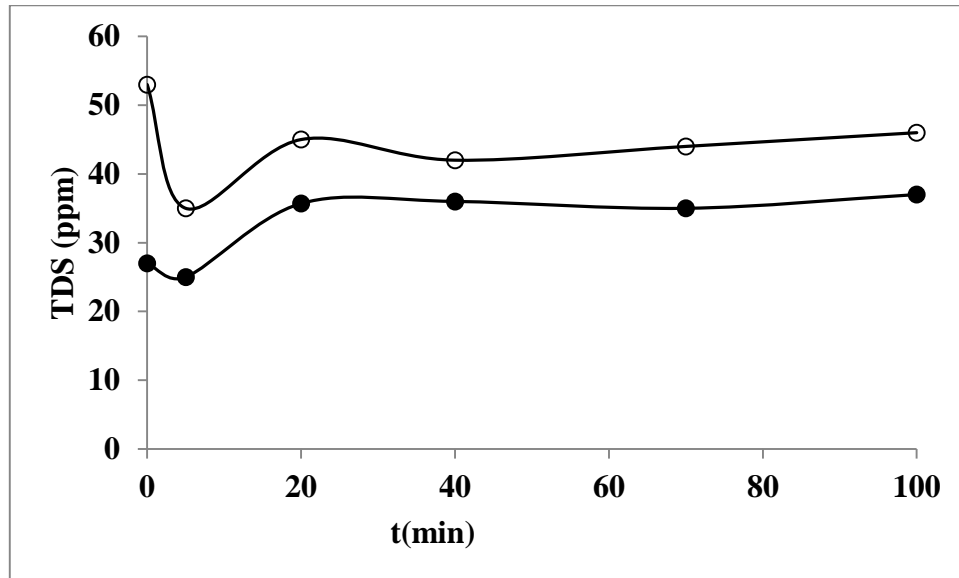


Figure 39: La variation des TDS de solution de rinçage eau osmosée ●MHyd ○MLG.

Le rinçage de la membrane avec l'eau osmosée conduit à des valeurs de TDS inférieures aux valeurs initiales de départ provoqué par la dissolution des minéraux de la surface des membranes vers la solution de rinçage ce phénomène est plus marqué pour la membrane LG que pour la membrane hydraulique.

6.1.3 %NaCl:

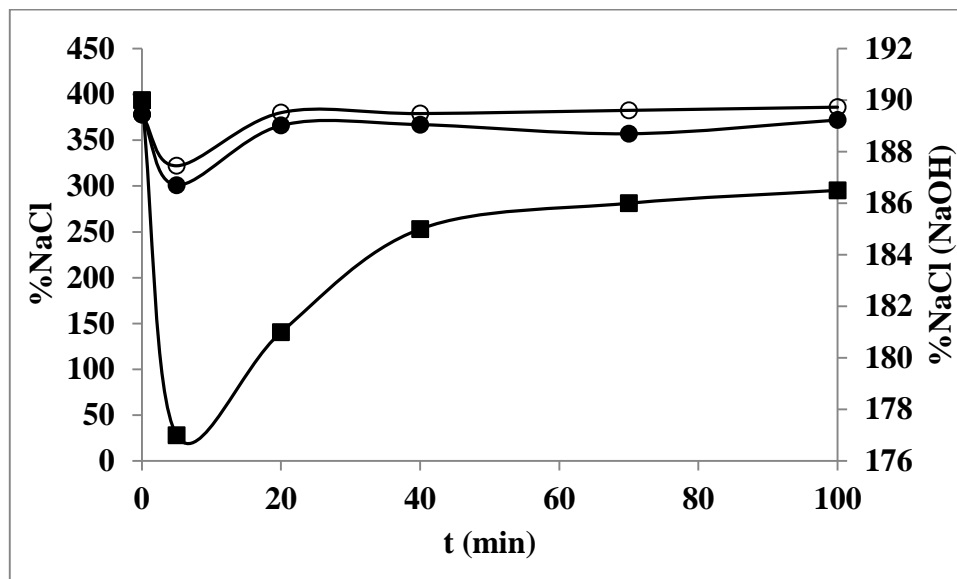


Figure 40: La variation du % NaCl des solutions de rinçage pour la M Hyd ● H₂SO₄ ○ HNO₃ ■ NaOH

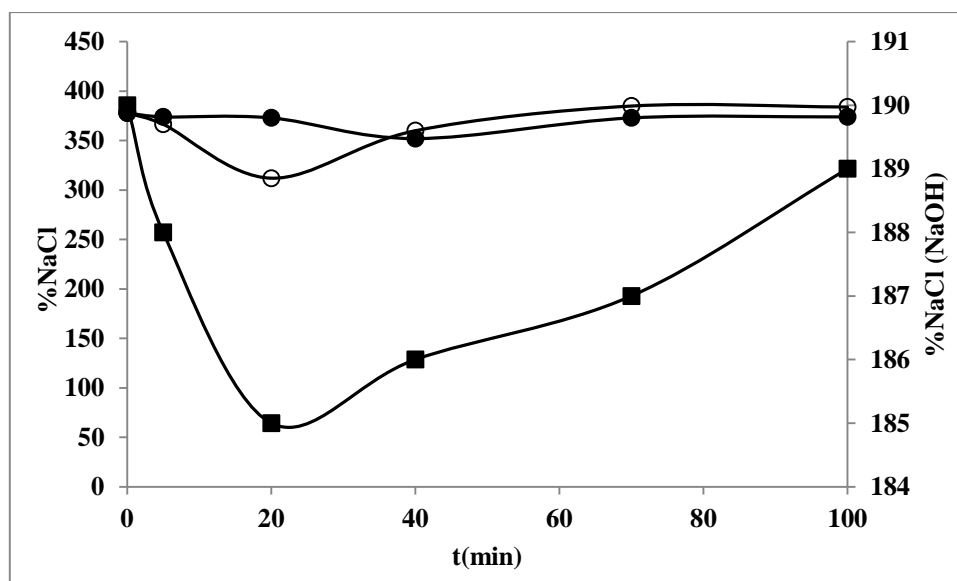


Figure 41: La variation du % NaCl des solutions de rinçage pour la M LG ● H₂SO₄ ○ HNO₃ et ■ NaOH

Les deux figures représentant le Pourcentage NaCl dans les solutions de rinçage provoquée par l'action d'acide nitrique et sulfurique et hydroxyde de sodium on le même profil.

Le pourcentage dissous dans la solution de rinçage d'NaOH et plus important par contre presque aucun effet n'a été observé dans les solutions de rinçage des deux acides.

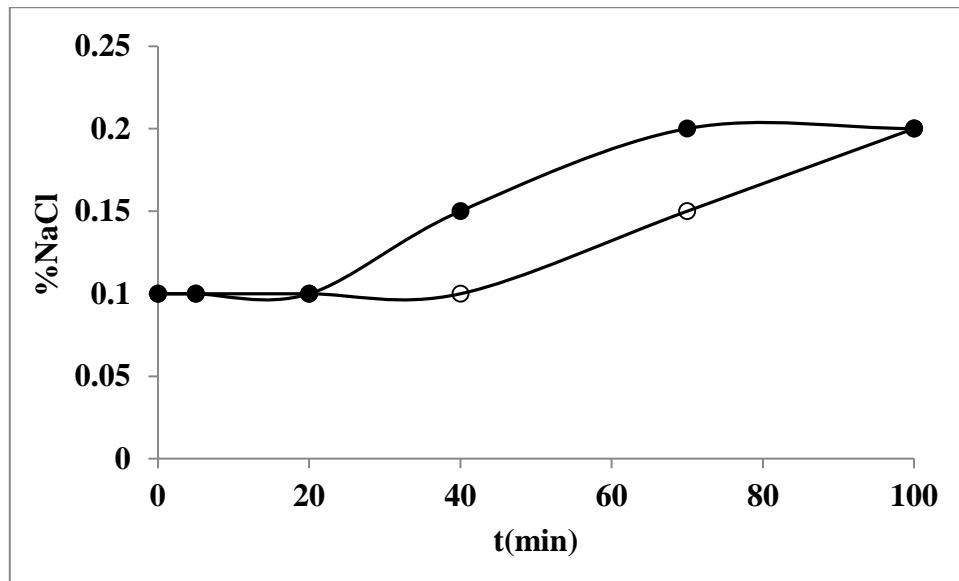


Figure 42: La variation de %NaCl de solution de rinçage de l'eau osmosée ●M Hyd ○M LG

Les deux courbes obtenues par le rinçage des deux membranes avec l'eau osmosée sont sous forme des fuseaux ayant la même initiation à un temps indiqué de 20 minutes mais la membrane hydraulique commence à diffuser plus rapidement le NaCl dans l'eau osmosée que l'autre membrane cependant le pourcentage de NaCl final atteint après 100 minutes de rinçage indiquent avec une augmentation de 0,1%.

6.2 Résultats variante 2 :

Les membranes ont été aussi rincées avec une autre variante de solution de rinçage HCl, NaCl et NaOH.

L'exploitation des résultats de ces rinçages à permet de déterminer la perte de poids engendré par l'action des 3 solutions de rinçage.

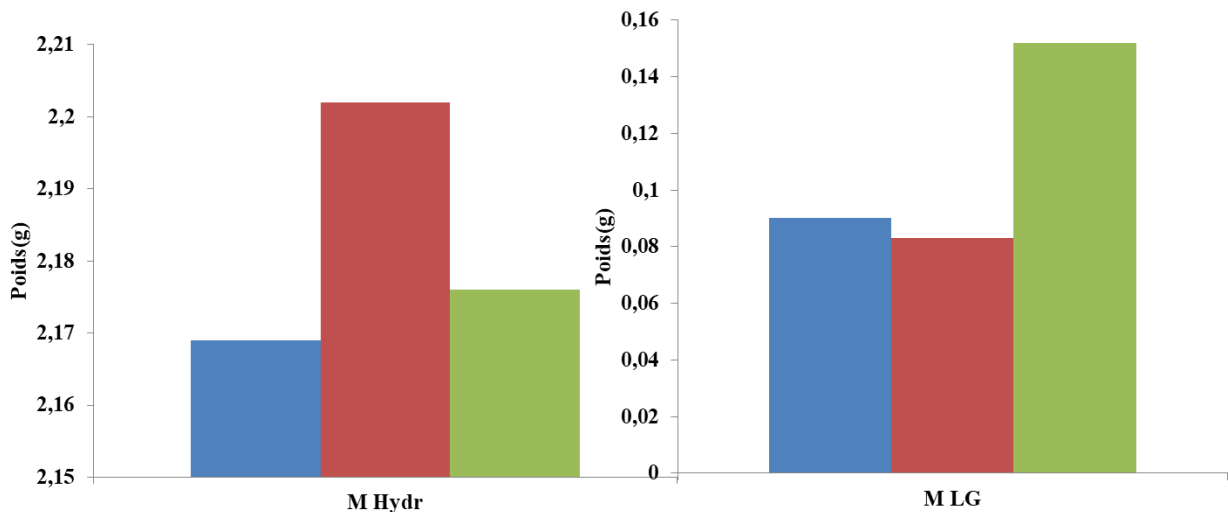


Figure 43: la perte de poids due au rinçage ■ NaCl ■ HCl ■ NaOH.

Les histogrammes de la figure relative à la membrane hydraulics et la membrane LG sont totalement différentes la membrane hydranautics la perte de poids est plus marqué pour le rinçage avec le HCl par contre pour la membrane LG la perte de poids est plus importante dans le cas de rinçage avec le NaOH ces résultats montrent que la surface de la membrane hydranautics est basique minérale en revanche la membrane LG est couverte en substance acide.

7 Les résultats physicochimiques :

7.1 Conductivité :

Les résultats de conductivité trouvés pour les eaux traitées sont présentés dans la figure suivante :

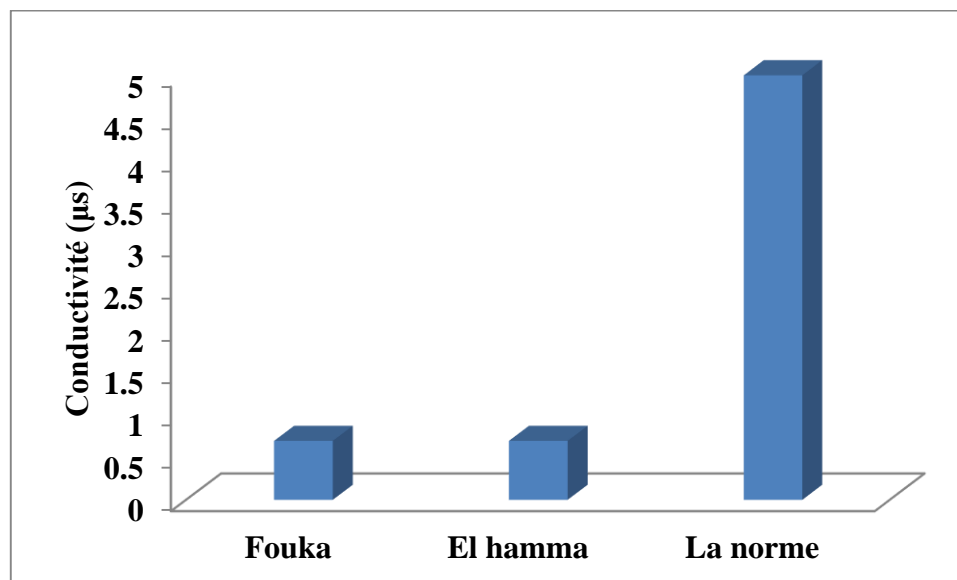


Figure44: La variation de la conductivité des eaux traitées comparées à la norme.

Pour l'examen de la qualité de l'eau, la conductivité électrique peut être utilisée comme mesure de la concentration des solutés ionisables présents dans l'échantillon, car la conductivité de l'eau est directement proportionnelle à la quantité de solides dissous dans l'eau (les sels minéraux).

Les valeurs de conductivités des eaux traitées sont inférieures à la norme (2800 µs/cm).

7.2 Le pourcentage NaCl (%NaCl) :

Les résultats du % NaCl trouvés pour les eaux traitées sont présentés dans la figure suivante :

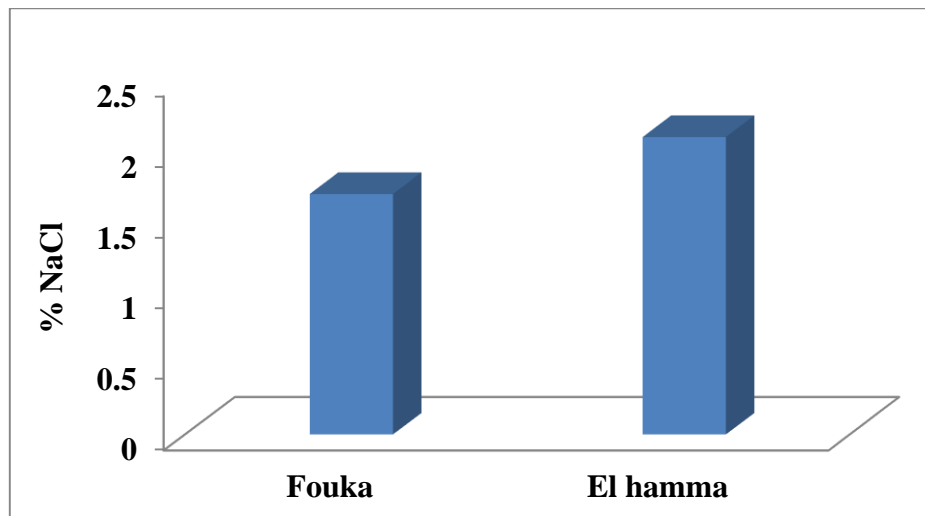


Figure 45: Le pourcentage de NaCl des eaux traitées

D'après les résultats de la figure 46 on constate que le % NaCl de l'eau filtré de la station d'El Hamma est légèrement plus élevé comparé à celle de Fouka.

7.3 La dureté totale (TH total):

Les résultats de la dureté totale trouvée pour les eaux traitées sont présentés dans la figure suivante :

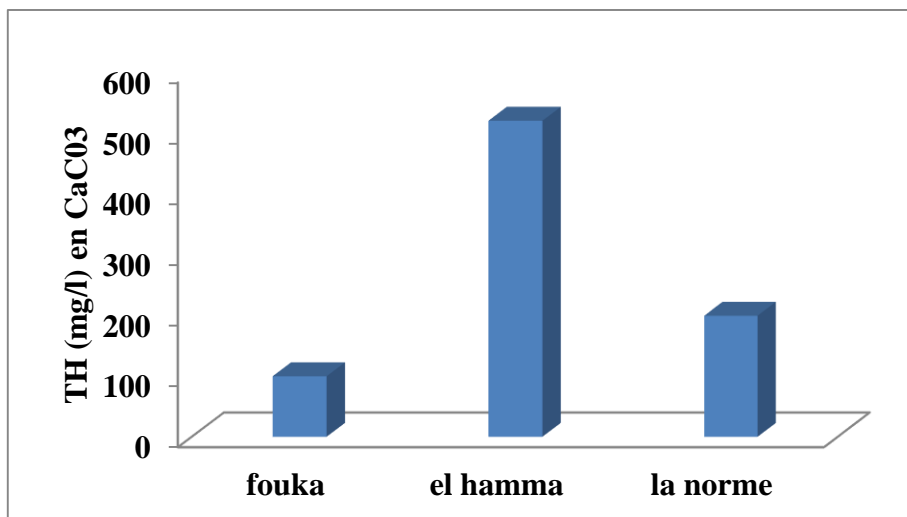


Figure 46: La dureté totale des eaux traitées comparées à la norme.

Chapitre 3: Résultats et discussions

D'après les résultats obtenus dans la figure47, on constate que :

L'eau de la station de Fouka est conforme à la norme et d'après le tableau 5 cette eau est douce.

L'eau de la station d'El Hamma dépasse la norme (200 mg/l en CaCO₃) qui traduit une grande dureté de l'eau. Cette dernière est probablement à l'origine du dysfonctionnement du procédé de traitement d'eau.

7.4 Calcium (Ca²⁺) :

Les résultats des concentrations de calcium trouvés pour les eaux traitées sont présentés dans la figure suivante :

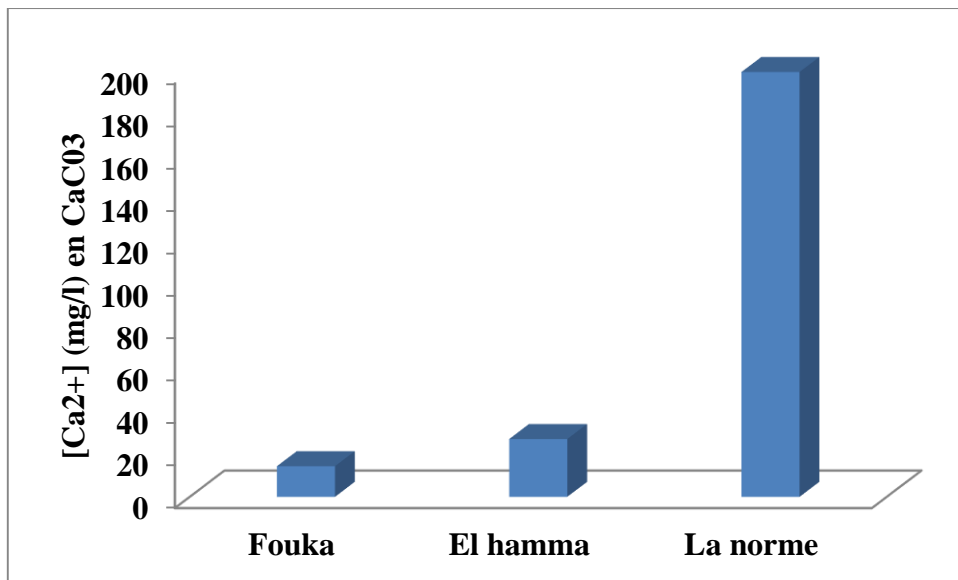


Figure 47: Les valeurs de calcium des eaux traitées comparées à la norme.

D'après la figure ci-dessus, la concentration en ions calcium des eaux des deux stations est inférieure comparée à la norme.

7.5 Chlorures (Cl⁻) :

Les résultats des concentrations des chlorures trouvés pour les eaux traitées sont présentés dans la figure suivante :

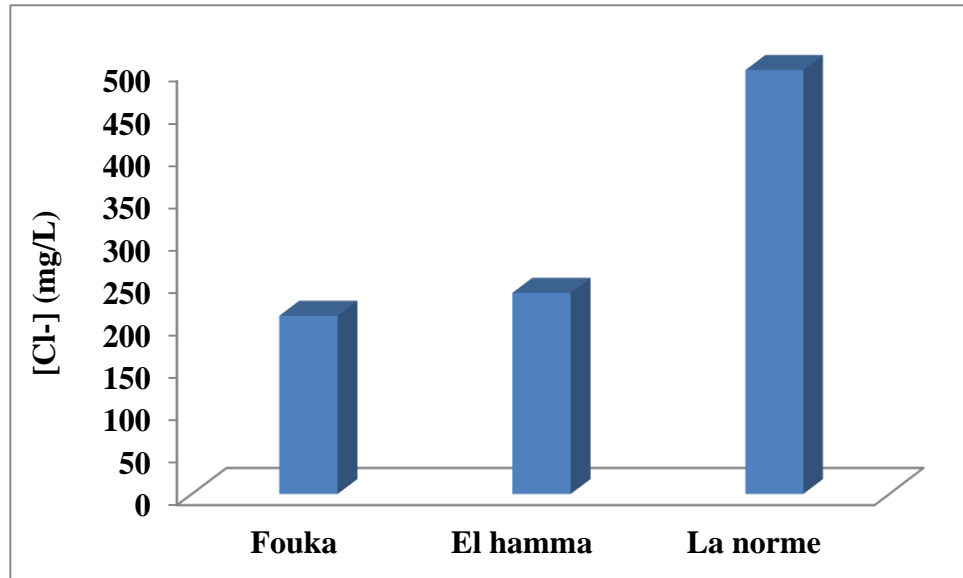


Figure 48: Les valeurs de chlorure des eaux traitées comparées à la norme.

D'après les résultats obtenus dans la figure 49, la concentration en ions chlorures dans les eaux des deux stations est inférieure comparée à la norme.

7.6 Titre alcalimétrique complet (TAC) :

Les résultats des TAC trouvés pour les eaux traitées sont présentés dans la figure suivante :

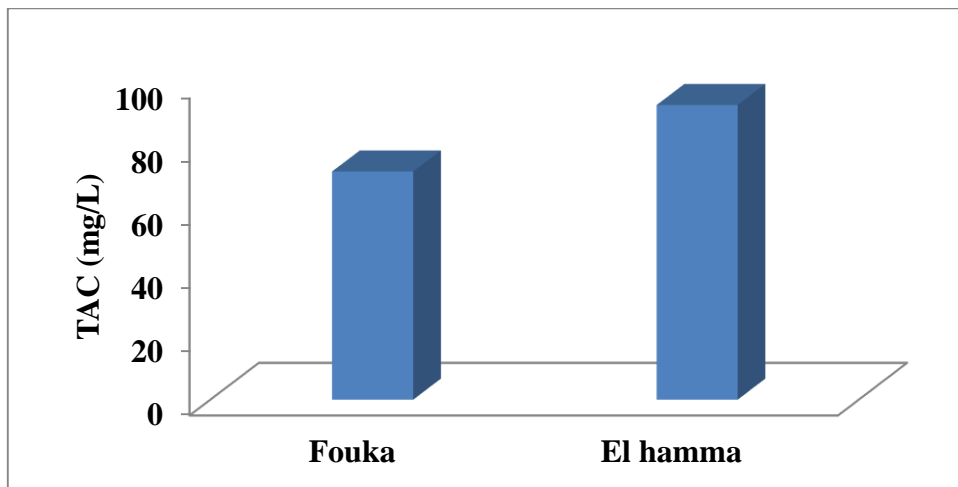


Figure 49: Les valeurs de TAC des eaux traitées.

D'après la figure 50, on remarque que le TAC d'eau d'El hamma est plus élevée que celui de l'eau de Fouka.

7.7 La turbidité :

Les résultats de la turbidité trouvés pour les eaux traitées sont présentés dans la figure suivante :

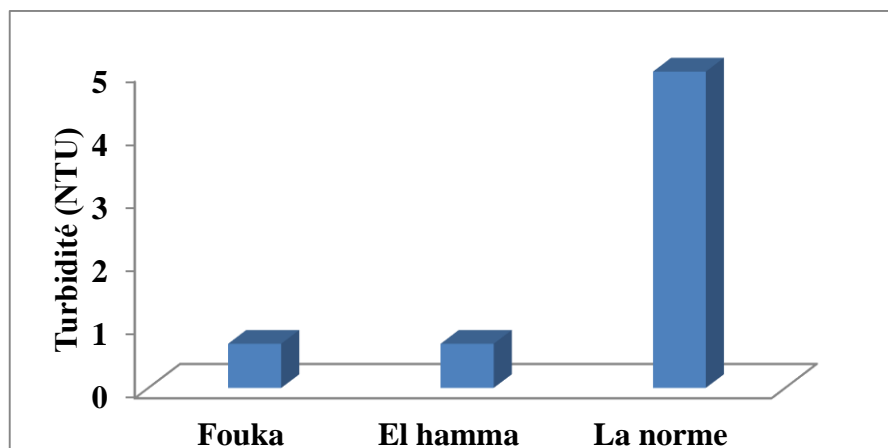


Figure 50: Les valeurs de la turbidité des eaux traitées comparées à la norme.

D'après la figure, les valeurs des turbidités des eaux des deux stations, sont inférieures comparées à la norme.

8 Analyses physico-chimiques de l'eau d'mer

Les résultats des analyses physicochimiques trouvés pour les eaux de mer sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 7: Valeurs des analyses physicochimiques des eaux de mer

	Fouka	El hamma
Conductivité (ms)	52.4	53
pH	5.4	6.9
%NaCl	101	105
TDS (g/L)	24.7	27.9
[Ca ²⁺] « mg /L » en CaCO ₃	3410.808	4509
[Cl ⁻] « mg /L »	109.19	112.03
[TAC] « mg /L »	94	113
[TA] en mg/l	19	0
Turbidité (NTU)	2.1	1.3
La dureté TH	Très dur	Très dur

Conclusion générale :

La demande accrue en eau en générale et en eau potable dans le monde et particulièrement est un défi majeur pour les pouvoirs publics à cause de la sècheresse et le développement démographique. C'est ainsi que la recherche de nouvelles voies d'approvisionnement en eau est plus qu'une nécessité comme par exemple le dessalement de l'eau de mer qui constitue une alternative pour la production de l'eau potable en utilisant l'osmose inverse surtout pour les zones côtières. Cependant, les nouvelles technologies comme l'osmose inverse sont couteux et demande un entretien particulier pour garantir un approvisionnement en eau de qualité et une longévité optimale des membranes en parfaite harmonie avec les durées requise par les fournisseurs.

Dans cette optique, les 2 membranes de marque différente Hydranautics et LG Chem fournis respectivement de la station de dessalement de Fouka et d'El Hamma ont été testées comme endommagé grâce aux tests avec le Bleu de méthylène, la Rhodamine B et celui de Fujiwara. Le taux d'humidité estimé par la technique de perte au feu est plus important pour la membrane (70%) épuisé de Fouka que celui d'El Hamma (30%) par contre pour le taux de matière organique est tout à fait contraire avec (65%) pour la membrane d'El Hamma et (30%) pour celle de Fouka. Ces résultats sont confirmés par l'analyse du taux des cendres.

L'analyse structurale grâce à la microscopie électronique via les micrographes obtenus identifié la saturation de la membrane d'El Hamma préférentiellement avec de la matière organique et celle de Fouka avec de la matière inorganique. Cependant, l'analyse de surface de ces membranes par EDX montre la présence d'un nombre important et particulier de composés minéraux sur la surface de la membrane de la station de Fouka que celle d'El Hamma avec l'identification du Titane comme colmatant sur la membrane Hydranautics. Les résultats de l'analyse IRTF montre l'épuisement avancé et l'état d'encrassement accrue de la membrane LG Chem utilisée dans la station d'El Hamma que la membrane Hydranautics de la station de Fouka. L'analyse du résidu de calcination des 2 membranes par DRX montre une saturation intense en minéraux sur la membrane exploitée par la station d'El Hamma par rapport à celle de Fouka. Tous ces résultats obtenus sont en parfaites harmonies avec les résultats obtenus lors du rinçage des 2 membranes avec des solutions prédéfinies d'acide nitrique, d'acide chlorhydrique, d'acide sulfurique, d'hydroxyde de sodium et d'eau osmosée

Conclusion générale

grâce aux mesures de la conductivité, du Total des Solides Dissous (TDS) et du taux de chlorure de sodium.

A la lumière de ces résultats, il est conseillé de suivre l'évolution de cette dégradation au fur et à mesure de l'utilisation de ces membranes pour garantir une longévité maximale des membranes et bien sur une eau de qualité. Cependant, il serait souhaitable d'associer à ces méthodes des traitements mécaniques et biologiques même en utilisant des solvants organiques.

Références bibliographique

- [1] “Igor Shiklomanov’s chapter ‘World fresh water resources’ in Peter H. Gleick (editor), 1993, *Water in Crisis: A Guide to the World’s Fresh Water Resources* (Oxford University Press, New York).,” 1993.
- [2] B. Philippe, “Le Dessalement De L’Eau De Mer Et Des Eaux Saumatres.,” *Encycl. l’énergie*, 2016.
- [3] M. Mozas and A. Ghosn, “État des lieux du secteur de l’eau en Algérie,” *Etudes Anal.*, 2013, [Online]. Available: <http://www.ipemed.coop/fr/publications-r17/etudes-analyses-c108/Etat-des-lieux-du-secteur-de-leau-en-algerie-a2150.html>.
- [4] J.-M. Berland and C. Juery, “Les procédés membranaires pour le traitement de l’eau,” *Doc. Tech. FNDAE*, 2002, [Online]. Available: https://www.oieau.org/eaudoc/system/files/documents/37/185566/185566_doc.pdf.
- [5] L. Y. Dudley and E. G. Darton, “Membrane autopsy — a case study,” *Desalination*, vol. 105, no. 1–2, pp. 135–141, 1996, doi: 10.1016/0011-9164(96)00067-7.
- [6] F. H. Butt, F. Rahman, and U. Baduruthamal, “Characterization of foulants by autopsy of RO desalination membranes,” *Desalination*, vol. 114, no. 1, pp. 51–64, 1997, doi: 10.1016/S0011-9164(97)00154-9.
- [7] K. Kecili, H. Habarou, H. Suty, J. P. Croué, and M. Pontié, “Editorial,” *Comptes Rendus Chim.*, vol. 9, no. 9, pp. 1178–1191, 2006, doi: 10.1016/j.crci.2005.12.007.
- [8] M. Karime, S. Bouguecha, and B. Hamrouni, “RO membrane autopsy of Zarzis brackish water desalination plant,” *Desalination*, vol. 220, no. 1–3, pp. 258–266, 2008, doi: 10.1016/j.desal.2007.02.040.
- [9] G. Fernandez-Álvarez, G. Garralón, F. Plaza, A. Garralón, J. Pérez, and M. A. Gómez, “Autopsy of SWRO membranes from desalination plant in Ceuta after 8 years in operation,” *Desalination*, vol. 263, no. 1–3, pp. 264–270, 2010, doi: 10.1016/j.desal.2010.06.068.
- [10] S. Chesters, M. Armstrong, R. Wilson, and M. Fazel, “a Study of the Physical and

Références bibliographiques

- Chemical Damage on Reverse Osmosis Membranes Detected By Autopsies,” *Int. Desalin. Assoc. World Congr. Desalin. Water Reuse*, pp. 13–184, 2013.
- [11] S. Jiang, Y. Li, and B. P. Ladewig, “A review of reverse osmosis membrane fouling and control strategies,” *Sci. Total Environ.*, vol. 595, pp. 567–583, 2017, doi: 10.1016/j.scitotenv.2017.03.235.
- [12] V. Lazarova, S. Gallego, V. G. Molina, and P. Rougé, “Problems of operation and main reasons for failure of membranes in tertiary treatment systems,” *Water Sci. Technol.*, vol. 57, no. 11, pp. 1777–1784, 2008, doi: 10.2166/wst.2008.241.
- [13] L. Fortunato, A. H. Alshahri, A. S. F. Farinha, I. Zakzouk, S. Jeong, and T. O. Leiknes, “Fouling investigation of a full-scale seawater reverse osmosis desalination (SWRO) plant on the Red Sea: Membrane autopsy and pretreatment efficiency,” *Desalination*, vol. 496, no. March, p. 114536, 2020, doi: 10.1016/j.desal.2020.114536.
- [14] S. Talantikite, K. Benrachedi, and A. History, “Autopsy of an old reverse osmosis membrane from Cap Djenet seawater desalination plant: case study of Algeria,” *Alger. J. Environ. Sci.*, vol. 6, no. 3, pp. 1491–1501, 2020, [Online]. Available: www.aljest.org.
- [15] W. J. Koros, Y. H. Ma, and T. Shimidzu, “Terminology for membranes and membrane processes (IUPAC Recommendations 1996),” *Pure Appl. Chem.*, vol. 68, no. 7, pp. 1479–1489, 1996, doi: 10.1351/pac199668071479.
- [16] Dr. José G. Sanchez Marcano and Professor Theodore T. Tsotsis, “Catalytic Membranes and Membrane Reactors | Wiley,” Apr. 11, 2002. <https://www.wiley.com/en-us/Catalytic+Membranes+and+Membrane+Reactors-p-9783527601981> (accessed Apr. 17, 2021).
- [17] P. Bacchin, P. Bacchin, and P. De, “Principes de base des Technologies à Membranes,” *2ème Ec. d’Eté Fr. Maghrébine“ Sci. Technol. à Membr.*, p. 7, 2005, [Online]. Available: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00201760>.
- [18] W. S. W. Ho, and T. Matsuura, *advanced membrane technology and application*. 2008.
- [19] W.S.Winston Ho, *Membrane Handbook*. Springer Science+Business Media New York 1992.

Références bibliographiques

- [20] M Jaffrin, *Procédés de filtration membranaire*, 1^{ere} édition, bookboon 2014.
- [21] W. Q. Association, “Technical application bulletin - Selenium,” *Signs (Chic)*, no. October, pp. 1–3, 2005.
- [22] “MEMBRANES, transferts-Encyclopædia, Universalis.”
<https://www.universalis.fr/encyclopedie/membranes-transferts/> (accessed Apr. 17, 2021).
- [23] R. W. Baker, “MEMBRANE TECHNOLOGY AND APPLICATIONS SECOND EDITION ohn Wiley & Sons, Ltd ”
- [24] J. C. K. Wang, *Membrane and Desalination Technologies*. 2011.
- [25] TAKABAIT Fatah, “Traitement de l’Eau de Forage par Osmose Inverse au Niveau du Complexe Agroalimentaire Cevital,” p. 13, 2012, [Online]. Available: [http://www.univ-bejaia.dz/dspace/bitstream/handle/123456789/9199/Traitement de l’eau de forage par osmose Inverse au niveau du complexe agroalimentaire Cevital.pdf?sequence=1&isAllowed=y](http://www.univ-bejaia.dz/dspace/bitstream/handle/123456789/9199/Traitement_de_l'eau_de_forage_par_osmose_Inverse_au_niveau_du_complexe_agroalimentaire_Cevital.pdf?sequence=1&isAllowed=y).
- [26] R. Noble and S. Alexander Stern, “MEMBRANE SEPARATIONS TECHNOLOGY Principles and Applications,” *Elsevier*, vol. 4, no. 4, p. 731, 1989, [Online]. Available: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/10426918908956311>.
- [27] S. D. Jean-Christophe REMIGY, “Filtration membranaire (OI, NF, UF) - Présentation des membranes et modules : Dossier complet | Techniques de l’Ingénieur,” Apr. 10, 2007. [://www-techniques-ingenieur-fr.sndll.arn.dz/base-documentaire/environnement-securite-th5/procedes-de-traitement-des-eaux-potables-industrielles-et-urbaines-42318210/filtration-membranaire-oi-nf-uf-w4090/](https://www-techniques-ingenieur-fr.sndll.arn.dz/base-documentaire/environnement-securite-th5/procedes-de-traitement-des-eaux-potables-industrielles-et-urbaines-42318210/filtration-membranaire-oi-nf-uf-w4090/) (accessed Apr. 17, 2021).
- [28] Mark C. Porter, *Handbook of Industrial Membrane Technology*, Noyes Publications. 1990.
- [29] Anil Kumar Pabby, Syed S.H. Rizvi, and Anna Maria Sastre, “Membrane Separations Chemical, Pharmaceutical, Food, and Biotechnological Applications,” 2009.
- [30] Pierre AIMAR, “Filtration membranaire (OI, NF, UF) - Mise en œuvre et performances : Performances | Techniques de l’Ingénieur.” <https://www-techniques-ingenieur-fr.sndll.arn.dz/base-documentaire/environnement-securite-th5/procedes-de->

Références bibliographiques

- traitement-des-eaux-potables-industrielles-et-urbaines-42318210/filtration-membranaire-oi-nf-uf-w4110/performances-w4110niv10002.html (accessed Apr. 17, 2021).
- [31] C. Lo, “Synthese Technique Etude Comparative Des Membranes Utilisees En Production D ’ Eau Potable :,” no. 33, pp. 1–9, 2005.
- [32] R. Singh, *Hybrid Membrane Systems for Water Purification: Technology, Systems Design and Operation*, no. January. 2006.
- [33] M. Cheryan, *Ultrafiltration and Microfiltration Handbook*. CRC Press, 1998.
- [34] Rémy AUDINOS, “Membranes semi-perméables - Membranes de nanofiltration : Mode d’action des membranes de nanofiltration | Techniques de l’Ingénieur,” Nov. 10, 2000. <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/sciences-fondamentales-th8/caracterisation-des-membranes-42644210/membranes-semi-permeables-k363/mode-d-action-des-membranes-de-nanofiltration-k363niv10001.html> (accessed Apr. 17, 2021).
- [35] Alain MAUREL, “Techniques séparatives à membranes - Considérations théoriques : Présentation générale | Techniques de l’Ingénieur,” Jun. 10, 1993. <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-operations-unitaires-genie-de-la-reaction-chimique-tiajb/archive-2/techniques-separatives-a-membranes-j2790/presentation-generale-j2790niv10001.html> (accessed Apr. 17, 2021).
- [36] P. A. Friedman, C. D. Swerdlow, and D. L. Hayes, “Troubleshooting,” *Card. Pacing, Defibrillation Resynchronization A Clin. Approach Second Ed. Second Ed.*, pp. 401–516, 2009, doi: 10.1002/9781444300659.ch10.
- [37] W. Guo, H. H. Ngo, and J. Li, “A mini-review on membrane fouling,” *Bioresour. Technol.*, vol. 122, pp. 27–34, 2012, doi: 10.1016/j.biortech.2012.04.089.
- [38] H. Sari Erkan, N. Bakaraki Turan, and G. Önkall Engin, “Membrane Bioreactors for Wastewater Treatment,” *Compr. Anal. Chem.*, vol. 81, pp. 151–200, 2018, doi: 10.1016/bs.coac.2018.02.002.
- [39] E. M. V. Hoek, J. Allred, T. Knoell, and B. H. Jeong, “Modeling the effects of fouling

Références bibliographiques

- on full-scale reverse osmosis processes,” *J. Memb. Sci.*, vol. 314, no. 1–2, pp. 33–49, 2008, doi: 10.1016/j.memsci.2008.01.025.
- [40] L. Liu, X. B. Luo, L. Ding, and S. L. Luo, “Application of Nanotechnology in the Removal of Heavy Metal From Water,” in *Nanomaterials for the Removal of Pollutants and Resource Reutilization*, Elsevier, 2018, pp. 83–147.
- [41] M. O. Huajuan, “A STUDY ON ORGANIC FOULING OF REVERSE OSMOSIS MEMBRANE,” 2009.
- [42] S. Lee, J. Kim, and C. H. Lee, “Analysis of CaSO₄ scale formation mechanism in various nanofiltration modules,” *J. Memb. Sci.*, vol. 163, no. 1, pp. 63–74, 1999, doi: 10.1016/S0376-7388(99)00156-8.
- [43] Y. M. Kim, S. J. Kim, Y. S. Kim, S. Lee, I. S. Kim, and J. H. Kim, “Overview of systems engineering approaches for a large-scale seawater desalination plant with a reverse osmosis network,” *Desalination*, vol. 238, no. 1–3, pp. 312–332, 2009, doi: 10.1016/j.desal.2008.10.004.
- [44] J. S. Choi, T. M. Hwang, S. Lee, and S. Hong, “A systematic approach to determine the fouling index for a RO/NF membrane process,” *Desalination*, vol. 238, no. 1–3, pp. 117–127, 2009, doi: 10.1016/j.desal.2008.01.042.
- [45] A. Alhadidi, A. J. B. Kemperman, B. Blankert, J. C. Schippers, M. Wessling, and W. G. J. van der Meer, “Silt Density Index and Modified Fouling Index relation, and effect of pressure, temperature and membrane resistance,” *Desalination*, vol. 273, no. 1, pp. 48–56, 2011, doi: 10.1016/j.desal.2010.11.031.
- [46] L. N. Sim *et al.*, “A review of fouling indices and monitoring techniques for reverse osmosis,” *Desalination*, vol. 434, no. December, pp. 169–188, 2018, doi: 10.1016/j.desal.2017.12.009.
- [47] H. D. and A. L. A. Abdelrasoul, “Fouling in Membrane Filtration and Remediation Methods,” *Intech*, 2013, [Online]. Available: <https://www.intechopen.com/books/advanced-biometric-technologies/liveness-detection-in-biometrics>.
- [48] G. Liu, S. Pattanayak, P. Navaneethakrishnan, and R. Woodling, “Role of membrane

Références bibliographiques

- autopsy in enhancing reverse osmosis plant operation,” *Water Pract. Technol.*, vol. 13, no. 1, pp. 106–114, 2018, doi: 10.2166/wpt.2018.020.
- [49] NIKOLAY VOUTCHKOV, *PRETREATMENT FOR REVERSE OSMOSIS DESALINATION*. Elsevier, 2017.
- [50] K. Andes, C. R. Bartels, E. Liu, and N. Sheehy, “Methods for Enhanced Cleaning of Fouled RO Elements,” *Proc. IDA World Congr. Desalin. Water Reuse*, pp. 20–25, 2013.
- [51] “Myah Tipaza.” <http://www.myahtipaza.dz/index.php/presentation-myahtipaza> (accessed Jun. 14, 2021).
- [52] “Ministère de l’Énergie | Algérie.” <https://www.energy.gov.dz/?article=projet-de-dessalement-de-lreau-de-mer> (accessed Jun. 13, 2021).
- [53] “HWD.” <http://hwd-dz.com/cms/fr/presentation/hwd.html> (accessed Jun. 14, 2021).

Annexes

Annexe 1 : Resultats DRX :

Tableau 8: Probabilités des éléments chimique par DRX M Hyd

Code de référence	Eléments	Forme chimique	% de probabilité
00-038-1479	cinabre vert	Cr ₂ O ₃	24
00-024-0072	Hématite	Fe ₂ O ₃	22
00-033-0664	ocre brûlé	Fe ₂ O ₃	15
00-035-0816	Fluorite, syn	CaF ₂	13
00-046-1045	Quartz, syn	SiO ₂	12
00-033-1161	silice	SiO ₂	12
01-077-2041	Fluorure d'erbium sodique	NaErF ₄	8
00-006-0694	Chrome, syn	Cr	7
00-006-0329	oxydes de praséodyme	Pr ₂ O ₃	6
01-075-0134	Oxyde d'uranium	UO ₂	5
00-005-0586	Calcite, syn	CaCO ₃	5
01-073-1667	Bornite	Cu ₅ FeS ₄	4

Tableau 9: Probabilités des élément chimique par DRX M LG

Code de référence	Elément	Forme chimique	le % de probabilité
00-006-0694	Chrome, syn	Cr	84
00-006-0329	oxydes de praséodyme	Pr ₂ O ₃	71
00-027-1402	Silicium, syn	Si	69
01-075-0134	Oxyde d'uranium	UO ₂	64
00-010-0173	alumine	Al ₂ O ₃	64
00-038-1479	cinabre vert	Cr ₂ O ₃	64
01-073-1667	Bornite	Cu ₅ FeS ₄	63
00-033-0664	ocre brûlé	Fe ₂ O ₃	61
01-077-2041	Fluorure d'erbium sodique	NaErF ₄	61
00-035-0816	Fluorite, syn	CaF ₂	61
00-005-0586	Calcite, syn	CaCO ₃	39
00-033-1161	silice	SiO ₂	35
00-046-1045	Quartz, syn	SiO ₂	32

Annexe 2 : Préparation de solution

Préparation des solutions de la variante 1:

- ✓ On verse le même volume de 250ml de H_2SO_4 , HNO_3 , NaOH a 2% et de l'eau osmosée dans des erlenmeyer de 250 ml pour chaque solution et chaque membrane(8 erlenmeyers). Ensuite, on introduit une des tranches de film des deux membranes, dans les 250 ml de solution, sous agitation magnétique continue, à une vitesse de 200 tr.mn-1 et à température ambiante.
- ✓ Au bout de chaque 5, 15, 20,30 min on mesure la conductivité, TDS et %NaCl à l'aide d'un multiparamètre de paillasse.

Préparation des solutions de la variante 2 :

- ✓ On verse le même volume de 250ml de HCl, NaCl et NaOH 0,1N dans des erlenmeyer de 250 ml pour chaque solution et chaque membrane (6 erlenmeyers). Ensuite, on introduit une des tranches de film des deux membranes, dans les 250 ml de solution, sous agitation magnétique continue pendant 1h, à une vitesse de 150 tr.mn-1 et à température ambiante.
- ✓ A la fin d'une heure, on retire les différents films qu'on rince avec l'eau distillée ou l'eau ultra-pure. On sèche par la suite les films pendant une 2h dans une étuve à 105°C.
- ✓ Après séchage, les films sont pesés puis remis dans la solution pour la même opération et cela jusqu' à la saturation.

Annexe 3 : Analyses physico-chimique

Analyse volumétrique de la dureté totale (TH):

- 1- Agiter délicatement le flacon de l'EDTA 0.01 N.
- 2- Remplir la burette avec l'EDTA 0.01 N
- 3- Eliminer les bulles d'air contenues dans la partie inférieure de la burette en ouvrant le robinet.
- 4- Agiter l'échantillon doucement.
- 5- A l'aide d'une fiole jaugée propre de 50 ml, introduire 50 ml d'échantillon dans un erlenmeyer propre de 250 ml.
- 6- Ajouter 4 ml de Tampon pH10 à l'aide de la pipette en plastique propre.
- 7- A l'aide de la spatule, ajouter un peu de NET jusqu'à obtenir une coloration rose-violette.
- 8- Mélanger le tout et commencer à verser l'EDTA goutte à goutte tout en mélangeant énergiquement jusqu'à la coloration bleue franche.
- 9- Noter le volume « V » de burette.

Calculs:

$$TH \text{ en } \text{mgr/l CaCO}_3 = V \times 20$$

Analyse volumétrique du (TA) et du (TAC) :

Remarque : L'échantillon doit être analysé le plus rapidement possible après son prélèvement

- 1- Agiter délicatement le flacon de HCl 0,02 N.
- 2- Remplir la burette avec HCl 0,02 N.

Annexes

3- Eliminer les bulles d'air contenues dans la partie inférieure de la burette en ouvrant le robinet.

4- Agiter l'échantillon doucement.

5- A l'aide d'une fiole jaugée propre de 100 ml, introduire 100 ml d'échantillon dans un erlenmeyer propre de 250 ml.

6- Ajouter 1 goutte de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,1 Net 3 gouttes de phénolphtaléine et puis mélanger.

7- Si une coloration rose apparaît, alors commencer à verser HCl goutte à goutte tout en mélangeant jusqu'à décoloration complète.

8- Noter le volume de burette « VI ».

9- Si il n'y a pas de coloration rose, alors « VI=0 ml »

10- Ajouter 5 gouttes de Vert de Bromocrésol dans le même erlenmeyer et mélanger, (on obtient une coloration Bleu).

11-Continuer à verser HCl goutte à goutte tout en mélangeant jusqu'à obtenir le début d'une coloration jaune.

12-Noter le volume de burette « V2 ».

13- Calculer T.A et T.A.C de la manière suivante :

Calculs :

T.A en mg\lCaCO3 = V1 × 10

T.A. Cen mgr\l CaCO3 = V2 × 10

Analyse volumétrique du chlorure (Cl⁻):

Remarque: Pour l'analyse de l'eau de mer et du concentrât, prélever 0.5 ml d'eau dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée. Transvaser le tout dans un erlenmeyer de 250 ml propre et continuer l'analyse décrite ci-dessous à partir de la ligne n°6.

Le calcul de la concentration en chlorure en mgr/l est: $(V - 0,2) \times 1418,12$

Pour les autres types d'eaux, le protocole opératoire est le suivant :

Annexes

- 1- Agiter délicatement le flacon d'AgNO₃ 0,02 N
- 2- Remplir la burette avec AgNO₃ 0,02 N
- 3- Eliminer les bulles d'air contenues dans la partie inférieure de la burette en ouvrant le robinet
- 4- Agiter l'échantillon
5. A l'aide d'une fiole jaugée propre de 100 ml,

Dans un erlenmeyer propre de 250 ml introduire 100 ml d'échantillon
- 6- Ajouter 1 ml de K₂CrO₄ avec la pipette en plastique propre et mélanger
- 7- Commencer à verser AgNO₃ 0,02 N goutte à goutte tout en agitant l'erlenmeyer jusqu'à ce que la solution prenne une couleur brune-orange.
- 8- Noter le volume de burette « V »
9. Calculer la concentration en chlorure de la manière suivante

Calculs :

$$[Cl^-] \text{ en } mg/l = (V - 0,2) \times 7,0906 \quad [Cl^-] \text{ en } mg/l CaCO_3 = (V - 0,2) \times 10$$

Analyse volumétrique du calcium (Ca²⁺) :

- 1- Agiter délicatement le flacon de l'EDTA 0.01 N
- 2- Remplir la burette avec l'EDTA 0.01 N
- 3- Eliminer les bulles d'air contenues dans la partie inférieure de la burette en ouvrant le robinet
- 4- Agiter l'échantillon doucement
- 5- A l'aide d'une fiole jaugée propre de 50 ml, introduire 50 ml d'échantillon dans un erlenmeyer propre de 250 ml
- 6- Ajouter 2 ml de NaOH 2 N à l'aide de la pipette en plastique propre

Calculs:


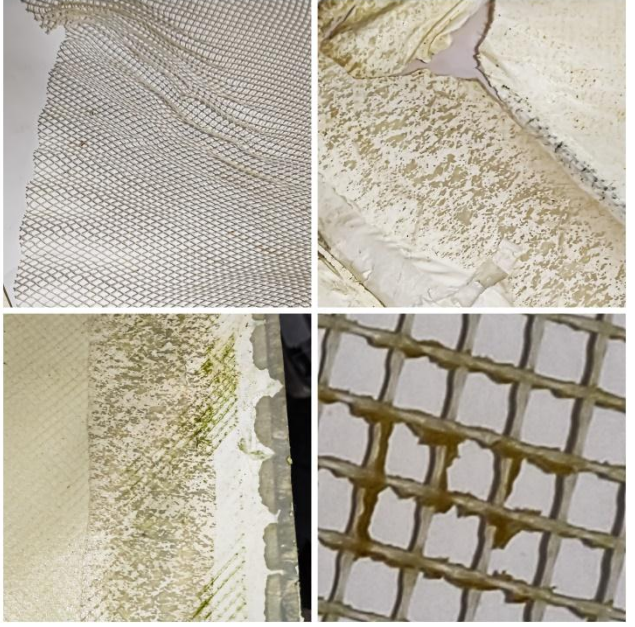
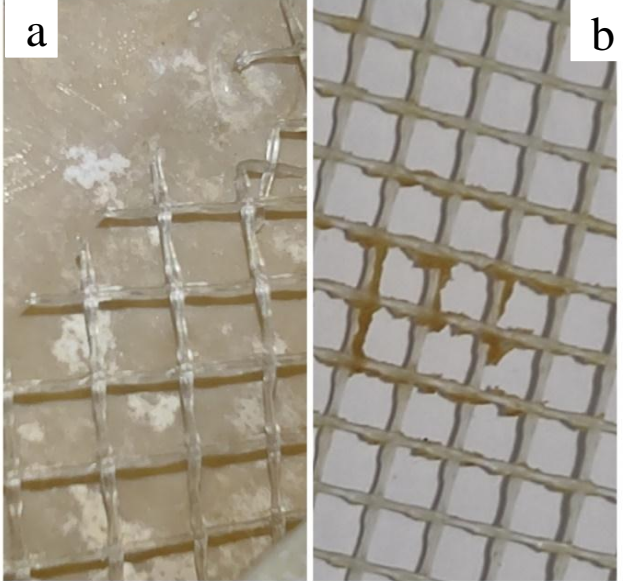
$$[Ca^{2+}]_{en\ mgr\ l} = V \times 8,016$$

$$[Ca^{2+}]_{en\ mgr\ l\ CaCO_3} = V \times 20,04$$

Annexe 4 : l'inspection visuelle :

	<p>Figure 51:Membrane Hydranautics</p>
	<p>Figure 52:Membrane LG</p>
	<p>Figure 53: Dispositif anti-scoping a)M Hydr b)M LG</p>
	<p>Figure 54:Etat de la membrane LG</p>

Annexes

	<p>Figure 55:Traces de la matière organique sur M LG</p>
	<p>Figure 56:Degradation de l etat de M LG</p>
	<p>Figure 57: Espaceurs a) M Hyd b)M LG</p>