

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

UNIVERSITÉ BLIDA 1

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de MASTER EN GENIE DES PROCÉDES

Spécialité : Génie de l'Environnement

Intitulé du mémoire

Décolmatage des membranes d'osmose inverse par des extraits verts verts

Présenté par :

Melle : AMEUR ZAIMECHE SOUAD

Encadré par :

Mr : BOUTOUMI Hocine

Année universitaire 2023/2024

Résumé

Décolmatage des membrane d'osmos inverse par des extraits verts

Cette étude explore l'utilisation des extraits verts de plantes pour le décolmatage et améliorer les membranes de filtration par osmose inverse. Les extraits sont obtenus avec soin à partir des plantes comme l'inule visqueuse, la noix de pécan et le faux poivrier. Les analyses des membranes révèlent les dépôts. Les extraits sont appliqués pour le nettoyage, les analyses faites sur la solution du traitement montre l'évaluation du faux poivrier et l'inule visqueuse a éliminé les dépôts de tartes sur la membrane et les analyses XRF MEB a confirmé que la noix de pécan a été efficace pour réduire la quantité de dépôts minéraux, en particulier les sels de calcium et de magnésium ce qui permis d'obtenir une surface propre et lisse.

Les mots- clés : les extraits verts, membrane, osmose inverse, décolmatage

ملخص

فك انسداد اغشية التناضح العكسي باستخدام المستخلصات الخضراء

تركز الدراسة على استخدام المستخلصات الخضراء من النباتات لتحسين اداء و كفاءة الاغشية في عمليات التقنية با الضغط العكسي. كمرحلة أولية تم استخلاص المركبات النشطة بعناية من النباتات المختارة مثل الانولا، و جوز البقان، و اوراق الفلفل. تم تحليل الاغشية المستخدمة في عمليات التقنية با الضغط العكسي و قد اظهر وجود رواسب تؤثر على كفاءتها. تم تطبيق المستخلصات و معاينة فعاليتها في إزالة الترسبات على سطح الاغشية اظهرت النتائج الميكروسكوبية نجاعة قشور جوز البقاء في إزالة الترسبات الناتجة عن المعادن خاصة الكالسيوم و المغنيزيوم مما يعطي سطح غشاء املس و نظيف

الكلمات المفتاحية: المستخلصات الخضراء. الاغشية. التناضح العكسي. فك الانسداد

Abstract

Cleaning of reverse osmosis membranes using green extracts.

The study focuses on using green plants extracts to enhance the performance and efficiency of membrane in reverse osmosis filtration processes. In the first stage, active compounds were carefully extracted from selected plants such as inula, pecan nut, Peper nigrum. Analysis of the membrane used in reverse osmosis filtration processes revealed the presence of deposits and obstacles affecting their efficiency. Green extracts were applied to the membranes for cleaning, with results showing the effectiveness of piper nigrum and inula viscosa to eliminate the tart on the surface membrane. In addition, the results from macroscopic MEB, XRF show that pecan can eliminate elements such as magnesium and calcium.

Keywords: green extracts, membranes, reverse osmosis. Unblock the blockage

REMERCIEMENTS

En tout premier lieu, je remercie le bon Dieu, tout puissant, de m'avoir donné la force pour survivre, ainsi que l'audace pour dépasser toutes les difficultés.

Permis de mener à bien ce travail.

J'adresse mes remerciements à mon encadreur H.boutomi pour son soutien tous au long de ce projet de recherche

Je tiens également à remercier chaleureusement mon professeurs Ms. Badis

Leur enseignement a été précieux pour la réalisation de ce travail.

Mes remerciements vont aussi à les professeurs de département génie mécanique, M. Abderhman et M.Chaouchekarima, M.Salhi, dont la volonté de partager leurs expériences et leurs idées a constitué ce recherche.

Enfin, je souhaite remercier ma famille et mes amis pour leur encouragement et leur soutien inestimables pendant que je travaillais sur ce mémoire.

Dédicace

Je dédie mon travail à l'amour de ma vie celle qui m'a donné la vie, la source de la tendresse ma chère mère << louisa>> qui m'a apporté son appui durant toute mes années d'étude, pour son sacrifice et soutien qui m'a donné l'amour, le courage et la sécurité.

A mon cher père<< Said >> qui m'a entouré de tous ses encouragements et son aide durant toute la période de mes études.

A ma cher sœur Naima pour tous l'amour qui m'offrir quotidiennement

A mes chère amis témoins des étapes de ma vie, dans mon ,joie, tristesse, succès

TABLE DES MATIERES

Résumé

REMERCIEMENTS

Dédicace

TABLE DES MATIERES

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

INTRODUCTION GENERALE.....	13
1. GENERALITES SUR LES MEMBRANES	16
1.1 Définition de la membrane :	16
1.2 Classification des membranes :	16
1.2.1 Selon le mécanisme de séparation : :	16
1.2.2 Selon la structure :.....	18
1.2.3 Selon la nature :.....	19
1.3 Configuration des modules et mise en forme des membranes :	21
1.3.1 Module plane :.....	21
1.3.2 Module spiral.....	22
1.3.3 Module tubulaire :.....	22
1.3.4 Module fibre creux :.....	23
1.4 Facteurs influençant la performance des membranes :.....	24
1.4.1 Concentration du concentré :.....	24
1.4.2 Pression d'opération.....	24
1.4.3 Température d'opération	24
1.4.4 Charge microbienne	24
1.5 Mode de fonctionnement des systèmes membranaires :	25
1.5.1 Ecoulement frontal	25
1.5.2 Ecoulement tangentiel.....	25

1.6	Procédés de filtration membranaires :	26
1.6.1	Microfiltration MF :	26
1.6.2	Ultrafiltration UF :	27
1.6.3	Nanofiltration NF :	27
1.6.4	L'osmose inverse OI :	27
1.7	Filtration membranaire par l'osmose inverse :	28
1.7.1	Définition de l'osmose inverse :	28
1.7.2	Principe de l'osmose inverse :	29
1.7.3	Mécanisme de transfert :	29
1.7.4	Principales applications de l'osmose inverse [35] :	30
1.7.5	Limitation de l'osmos inverse :	31
1.8	Le colmatage.....	32
1.8.1	Définition du colmatage :	32
1.8.2	Types de colmatages :	33
1.8.3	Mécanisme de colmatage :	35
1.8.4	Indicateur de colmatages :	35
1.9	Le nettoyage et décolmatage des membranes :	37
1.9.1	Méthodes physiques de décolmatage :	37
1.9.2	Le décolmatage chimique :	38
1.10	Effet des produits de nettoyage sur le matériau membranaire	41
2.	MATERIELS ET METHODES	43
1.11	Materials :	43
1.11.1	Matériel végétale :	43
1.11.2	Produits chimiques :	47
1.11.3	Instruments utilisés :	48
1.12	Méthode :	49

1.12.1	Préparation de matériel végétale.....	49
1.12.2	Extractions des composées phénoliques.....	50
1.12.3	Détermination du rendement d'extraction :.....	52
1.12.4	Mis en évidence de polyphénol :.....	52
1.12.5	Mode opératoire des polyphénols :.....	53
1.12.6	Dosage des polyphénols :.....	53
1.13	Autopsie membranaire et application des extrait verts :.....	54
1.13.1	Station de prélèvement :.....	54
1.13.2	Présentation du Station de dessalement Skikda :.....	54
1.13.3	Caractérisation de la membrane :.....	55
1.13.4	Autopsie de la membrane :.....	56
1.13.5	Analyse des composés organiques	58
1.14	Analyse qualitative par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR)	58
1.14.1	Définition.....	58
1.14.2	Analyse de films de la membrane en polyamide.....	59
1.15	La diffraction des rayons X (DRX) :.....	59
1.15.1	Analyses microscopiques :.....	59
1.15.2	Traitement et application des extrait verts sur la surface de la membrane :...	59
1.15.3	Mode opératoire :.....	60
1.16	Analyses physicochimiques du suivi du traitement de décolmatage des membranes.....	61
1.16.1	Analyses quantitatives :.....	61
1.16.2	Le potentiel d'hydrogène (pH) :.....	62
1.16.3	La conductivité :.....	62
1.16.4	Dosage Acido-Basique des Carbonates (CO_3^{2-}).....	62

1.16.5	Mode Opérateur :.....	62
3.	RESULTATS ET DISCUSSIONS	64
1.17	Le rendement d'extraction du 03 échantillon :	64
1.18	Les résultats d'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) du trois extrait :	65
1.19	Dosage des polyphénols	66
1.20	Les concentrations de polyphénols des trois échantillons	67
1.21	Observation visuelle externe :.....	68
1.22	Observation visuelle interne :	68
1.23	Résulta de l'inspection interne :.....	69
1.23.1	Teste d'intégrité :.....	69
1.24	Résulta et discussion du traitement appliqué sur la membrane :	72
1.24.1	Résultats du potentiel (pH) :.....	72
1.24.2	Résulta de conductivité :.....	73
1.24.3	Résulta de traitement de bicarbonate :.....	74
1.25	Résulta et discussion d'analyses des solution après traitement par spectrophotométrie UV-visible :	75
1.26	Résulta et discussion d'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier(FT-IR) sur les membrane traité :	76
1.27	Résulta et discussion d'analyses par la microscopie en Balayage (MEB) du membrane traité :.....	77
1.28	Résultas et duscussion d'annalyses annalytique spectrométrie par fluorescence XRF : 78	
	Conclusion général.....	81
	ANNEXE	82
	LISTE DES SYMBOLES	84
	BIBLIOGRAPHIE	85

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

Liste des Illustrations :

Figure 1-1: Représentation schématique de la séparation par membrane	16
Figure 1-2: Principe de fonctionnement d'une membrane dense.....	17
Figure 1-3: Membrane symétrique	19
Figure 1-4: Membranes asymétriques	19
Figure 1-5: Représentation d'une membrane composite	21
Figure 1-6: Exemple d'un module plan	21
Figure 1-7: exemple d'un module spiral	22
Figure 1-8: Principe de fonctionnement d'une membrane spirale vue en coupe	22
Figure 1-9: Exemple d'un module tubulaire monocanal et multicanaux.	23
Figure 1-10: Exemple d'un module en fibres creuses	24
Figure 1-11: Modes de fonctionnement des systèmes membranaires.....	26
Figure 1-12:	26
Figure 1-13: La porosité d'une membrane ultraporeuse	27
Figure 1-14: La porosité d'une membrane nanoporeuse à base de polycyanurate	27
Figure 1-15: Solutés retenus par une membrane en fonction de la taille de pore	28
Figure 1-16: Séparation en phase liquide par perméation à travers une membrane	28
Figure 1-17: Principe de l'osmose et de l'osmose inverse	29
Figure 1-18: Représentation de la structure d'une membrane d'osmose inverse composite ..	30
Figure 1-19: Schématisation des différents mécanismes de colmatage	32
Figure 1-20: Schéma récapitulatif des principaux mécanismes du colmatage membranaire	32
Figure 1-21: Les différentes étapes de formation d'un biofilm	35
Figure 1-22: Représentation schématique des procédés de filtration et de rétrolavages	37

Figure 1-23: Efficacités comparées des rétrolavages et nettoyages chimiques.	38
Figure 2-1: Les feuilles de l'inula visqueusa.	44
Figure 2-2: feuille et coque de carya ilinoensis (noix de péchan)[....	46
Figure 2-3: feuille de faux poivrier de la région de blida.....	46
Figure 2-4 : L'extracteur bain ultrason	51
Figure 2-5: Elimination du solvant « méthanol par le rotavapeur.....	51
Figure 2-6: élimination totale de solvant.....	52
Figure 2-7:.....	55
Figure 2-8: Membrane spiral Hyd.....	56
Figure 2-9: photographie d'un Membrane coupé en disque	57
Figure 2-10: vue générale des filtres de membrane a étudiée	57
Figure 3-1: Histogramme de rendement d'extraction des trois plants	64
Figure 3-2 : résultats IR d'extrait de Faux poivrier.....	65
Figure 3-3 : résultats IR d'extrait de l'inule visqueuse	65
Figure 3-4 : résultats de IR du noix de pécan.....	66
Figure 3-5: Courbe d'étalonnage d'acide gallique.....	67
Figure 3-6: Concentration du polyphénol dans trois échantillon	67
Figure 3-7: Photographie de la surface d'un membrane colmaté humide.....	68
Figure 3-8 : vue général membrane colmaté sec.....	68
Figure 3-9: vue générale d'un séparateur a mail par le microscope optique.....	69
Figure 3-10: Test du bleu de méthylène sur la membrane	69
Figure 3-11 : Test aux rhodamines sur la membrane	70
Figure 3-12 : Test Fujiwara sur la membrane	70
Figure 3-13 : représentation graphique de Taux de cendre.	71
Figure 3-14: Variation de ph des solutions avant et après le traitement	72
Figure 3-15: variation de la conductivité avant et après traitement.....	73

Figure 3-16: la concentration des carbonates dans la solution de traitement après lavage.	74
Figure 3-17 : courbe représente les spectres d'analyses du trois solutions après traitement ..	75
Figure 3-18 : Les spectres IRTF de la membrane colmatée et traitée par les 3 solutions aqueuses	76
Figure 3-19 : Micrographe MEB, a) membrane colmatée, b) membrane colmatée traitée avec l'extrait du Faux poivrier et c) membrane colmatée traitée avec l'extrait des noix de pécan..	77
Figure 3-20 : Représentation graphique des résultats XRF des élément minérale (Al, Si, Ca, K) sur la membrane traité avec les trois extrait	78
Figure 3-21 : Représentation graphique des résultats XRF des élément minéral (P,Ci,S) sur la membrane traité	78

Liste des Tableaux

Tableau 1-1: Classification et mechanisms de transfer des membrane	18
Tableau 1-2: Avantages et inconvénients de l'osmose inverse	31
Tableau 1-3: Produits utilisés lors de nettoyages chimiques.....	40
Tableau 2-1: Classification systématique d' <i>Inula viscosa</i>	44
Tableau 2-2: Taxonomie de <i>Carya illinoensis</i>	45
Tableau 2-3: Solvants chimiques	48
Tableau 2-4:.....	48
Tableau 2-5: L'absorbance des trois échantillon.....	53
Tableau 2-6: caractéristiques de la membrane	55
Tableau 2-7: Les différentes solutions utilisées pour le traitement des échantillons des membranes d'osmose inverse colmatées.....	61

INTRODUCTION GENERALE

L'eau recouvre 71% de la surface terrestre, tandis qu'elle représente 65% de la composition corporelle humaine. Cette substance joue un rôle vital pour la plupart des formes de vie sur notre planète et également essentielle pour de nombreuses activités humaines en plein essor, telles que l'industrie (pour le refroidissement et les réactions chimiques), le tourisme (offrant des possibilités de baignade, de sports nautiques et de ski). [1]

De nombreux pays font toujours face à des problèmes d'accès à l'eau potable. La croissance démographique et la dégradation des réserves d'eau douce, causées par l'activité humaine ou les changements climatiques, compliquent la résolution de ce problème et le rendent même plus grave. [2]

Ces besoins croissants en eau potable font émerger de plus en plus de technologies de dessalement innovantes répondant à ces défis globaux liés aux besoins d'une population mondiale et de ses activités associées en constante expansion. [3]

Pour répondre aux besoins tant des individus que des industries, les chercheurs ont mis en œuvre des techniques de purification et de séparation de l'eau. Le dessalement d'eau de mer par osmose inverse (OI) constitue l'une des solutions majeures pour pallier le manque d'eau douce dans les zones côtières.

Le principal défi récurrent lors de la mise en œuvre de l'osmose inverse est le colmatage des membranes, causé par l'accumulation de matières à leur surface. Les prétraitements sont utilisés pour limiter cette accumulation de particules, de sels et de matières organiques sur les membranes, ainsi que le colmatage associé. Cependant, un problème persiste : la prévention du biocolmatage, qui se traduit par la formation et le développement d'un biofilm composé de microorganismes, de débris cellulaires et de produits microbiens. Ce phénomène réduit les performances de filtration et nécessite des nettoyages chimiques fréquents, pouvant accélérer le vieillissement des membranes et soulever des questions quant au traitement des effluents de lavage. [4]

Divers phénomènes physiques, chimiques et biologiques peuvent survenir à l'interface entre la membrane et le soluté, provoquant parfois une obstruction irréversible des pores. Ces effets entraînent des variations de perméabilité et de sélectivité. [5]

La formation de dépôts minéraux est l'un des problèmes persistants et coûteux, Ces dépôts causent des pertes économiques sévères, car ils peuvent réduire le diamètre des tubes, entraînant une diminution significative du débit d'eau. Pour résoudre ce problème, Actuellement, des extraits de plantes sont employés comme des anti scalant de ces dépôts dans le but de développer de nouveaux produits de nettoyage respectueux de l'environnement. Les extraits de plantes sont considérés comme une source extrêmement riche de composés chimiques naturels, pouvant être extraits par des procédés simples et à faible coût. [6]

Dans cette étude, l'activité anti-biofilm et anti scallent contre des souches bactériennes et l'entartre a été décrite en utilisant trois extraits verts provenant de la noix de pécan, les feuilles de poivrier et l'inule visqueuse, divers mécanismes potentiels par lesquels les extraits verts pourraient être bénéfiques pour le décolmatage des membranes.

Les composés bioactifs présents dans les extraits verts peuvent aider à dissoudre les particules et les biofilms qui s'accumulent sur les membranes, améliorant ainsi la performance de filtration, peuvent former des complexes avec les ions métalliques présents sur les membranes, facilitant leur élimination lors du décolmatage. [7]

Les composés bioactifs des extraits de plantes, tels que les polyphénols, flavonoïdes et alcaloïdes, ont des effets biologiques significatifs. Les polyphénols sont de puissants antioxydants protégeant les membranes des dommages oxydatifs. Les flavonoïdes inhibent la croissance bactérienne, réduisant ainsi la formation de biofilms, tandis que les alcaloïdes possèdent des propriétés antimicrobiennes éliminant les micro-organismes responsables du colmatage. [8]

L'objectif de ce manuscrit est d'évaluer l'efficacité des extraits verts dans l'élimination des dépôts organiques et minéraux sur les surfaces des membranes d'osmose inverse. en minimisant les impacts environnementaux et économiques par rapport aux méthodes de décolmatage traditionnelles.

Ce travail Il comporte trois parties :

La première partie présente un ensemble de généralités sur les procédés de séparation membranaire, en détaillant les différents types de membranes, leurs applications et leurs principales propriétés. Par la suite en s'attache à présenter les phénomènes de colmatage et d'entartage des membranes.

INTRODUCTION GENERALE

La deuxième partie, décrit aux matériels et méthodes, se focalise sur la préparation des plantes pour l'extraction, la description du membranes utilisées, et l'application des extraits verts sur ces membranes ainsi que tous les appareils de mesure utilisés.

Le dernier chapitre, consacre aux résultats et discussions, reproduits les principaux résultats obtenus au cours de ce travail.

Et enfin une conclusion générale avec des perspectives clôture ce travail.

CHAPITRE 01

1. GENERALITES SUR LES MEMBRANES

1.1 Définition de la membrane :

En général, une membrane se définit comme une fine couche qui permet d'arrêter ou de laisser passer sélectivement des substances dissoutes ou non, sous l'effet d'une force motrice (Figure I-4). Les critères de séparation des particules, des molécules ou des ions peuvent être basés sur des facteurs stériques (taille et forme), chimiques (nature) ou électriques (charge). [9]

En général, les constituants qui sont plus petits que les pores de la membrane sont capables de passer à travers la membrane sous l'effet d'une pression appliquée tandis que les substances et les molécules de taille plus importante sont retenues [10]

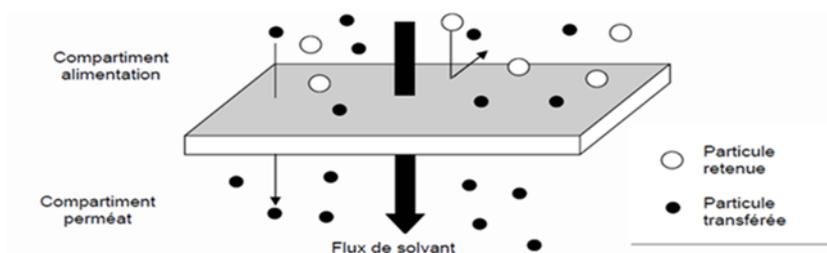


Figure 1-1: Représentation schématique de la séparation par membrane [9]

1.2 Classification des membranes :

Les membranes peuvent être classées selon les mécanismes de séparation basés sur la membrane, la structure, le matériau, et la configuration de la membrane, comme décrit dans la section suivante.

1.2.1 Selon le mécanisme de séparation :

1.2.1.1 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

CHAPITRE 1 : GENERALITES SUR LES MEMBRANES

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. [11]

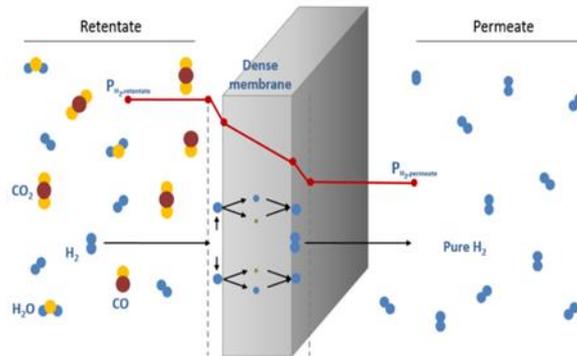


Figure 1-2: Principe de fonctionnement d'une membrane dense

1.2.1.2 Membrane poreuse :

Pour les membranes poreuses, le taux de transport et la sélectivité sont principalement déterminés par le flux visqueux et le tamisage par taille. Cependant, les interactions entre les solutés et la surface des pores peuvent affecter les performances de la membrane. Par exemple, les membranes NF microporeuses rejettent les substances chargées grâce au potentiel de Donnan[12]. Les membranes méso- et macroporeuses peuvent utiliser l'adsorption sélective comme mécanisme de séparation, avec les adsorbants à membrane d'affinité étant un cas notable [13] Théoriquement, les barrières poreuses peuvent permettre des séparations continues très précises basées sur la taille, la forme et les groupes fonctionnels des solutés [14]

Tableau 1-1: Classification et mécanismes de Transfer de la membrane [13]

<i>Membrane barrier porosity</i>	<i>Transfer mechanism</i>		
	<i>Viscous flow/size exclusion</i>	<i>solution/diffusion</i>	<i>Electrochemical exclusion</i>
Non-porous		Reverse Osmosis (RO) Pervaporation (PV) Gas separation (GS)	Electrodialysis (ED)
Microporous pore diameter $d_p \leq 2$ nm	Nanofiltration (NF)	Nanofiltration (NF)	Dialysis (D)
Mesoporous pore diameter $d_p = 2-50$ nm	Ultrafiltration (UF)	Dialysis	Electrodialysis
Macroporous pore diameter $d_p = 50-500$ nm	Microfiltration (MF)		

1.2.2 Selon la structure :

Cette classification ne tient compte que de la structure physique de la membrane. On distingue trois types (membranes isotropes ; membranes anisotropes ; membranes composites) [15]

1.2.2.1 Membranes isotropes (symétriques)

Appelées aussi membranes de première génération. Leurs propriétés structurales restent constantes tout le long de leur épaisseur. Elles ont besoin d'une haute pression de travail pour arriver à faire passer l'eau tout le long de la pellicule membranaire [16]

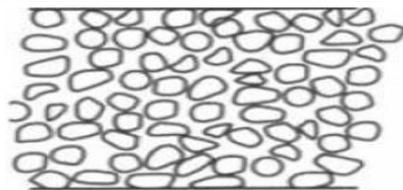


Figure 1-3: Membrane symétrique [15]

1.2.2.2 Membrane asymétrique :

Également appelées membranes de deuxième génération, ces membranes présentent une structure dont les pores augmentent en diamètre de la surface vers l'intérieur. Elles sont couramment utilisées car elles nécessitent des pressions de fonctionnement plus faibles.

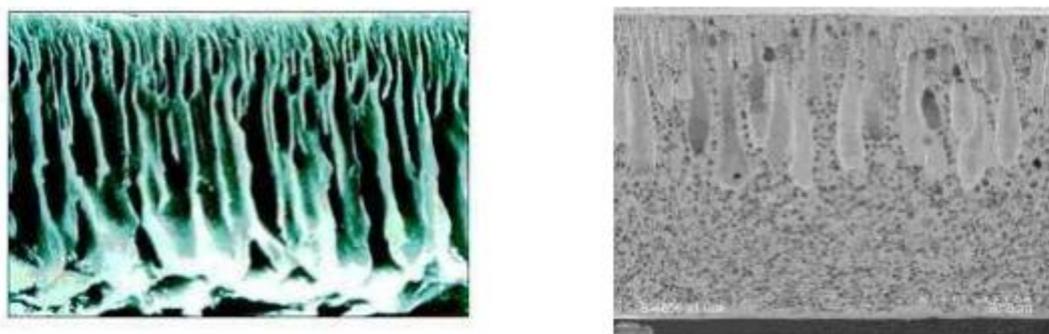


Figure 1-4: Membranes asymétriques [16]

1.2.3 Selon la nature :

1.2.3.1 Membrane organique :

Les membranes polymères représentent la plus grande proportion des membranes actuellement installées. Divers polymères sont utilisés pour répondre aux exigences de coupure de poids moléculaire, ou pour obtenir la résistance souhaitée au colmatage et aux performances lorsqu'elles sont en contact avec un fluide de processus spécifique. Les membranes organiques sont généralement fabriquées à partir de polymères naturels ou synthétiques. Parmi les matériaux courants, on trouve l'acétate de cellulose, le polysulfone, les polyamides aromatiques et le polyacrylonitrile [17] [18]

1.2.3.2 Membrane inorganique (minérale) :

Les membranes peuvent être fabriquées à partir de matériaux inorganiques tels que la céramique, les métaux et le verre. Elles se divisent en deux catégories principales : les

CHAPITRE 1 : GENERALITES SUR LES MEMBRANES

membranes denses (métaux, matériaux hybrides organiques-inorganiques, oxydes conducteurs mixtes) et les membranes poreuses (céramiques). Les méthodes de fabrication incluent le procédé sol-gel, la déposition chimique en phase vapeur assistée par plasma et la synthèse hydrothermale. Les membranes inorganiques sont utilisées dans des conditions extrêmes, résistant à des températures élevées (jusqu'à plus de 1000 °C pour certaines céramiques) et aux attaques chimiques, avec une longue durée de vie. [18] Cependant, elles peuvent être moins compétitives en termes de coût, de propriétés des pores et de capacité de modification de surface, ce qui limite leur adoption comme supports de membranes d'affinité.[17]

1.2.3.3 Membrane échangeuse d'ions :

Une membrane échangeuse d'ions est une membrane artificielle comportant des micropores, caractérisée par la présence de sites chargés. Ce sont ces groupements fixés ionisés ou ionisables qui permettent à la membrane de distinguer les petites substances ioniques qui voudraient la traverser sous l'action d'une force motrice, comme un champ électrique, un gradient de concentration ou un gradient de pression [14]

1.2.3.4 Membrane composites :

Les membranes composites se distinguent de deux couches différentes : une fine couche dense de 0,01 à 0,1 μm sur un film microporeux d'environ 100 μm . Elles se distinguent des membranes asymétriques par un procédé de fabrication en deux étapes, ce qui leur confère plusieurs avantages : un taux de perméation plus élevé, un meilleur taux de rejet et une perte de pression réduite. [17]. Les matériaux des couches de support et dense peuvent être optimisés pour maximiser le flux d'eau et minimiser la perméabilité aux solutés. Les membranes TFC, adaptées à l'osmose inverse et à la nanofiltration, offrent un flux élevé et un taux de rejet des sels important. [13]

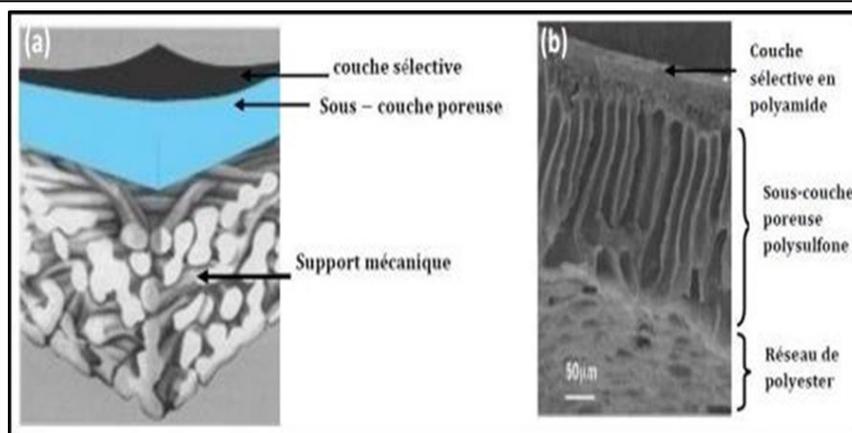


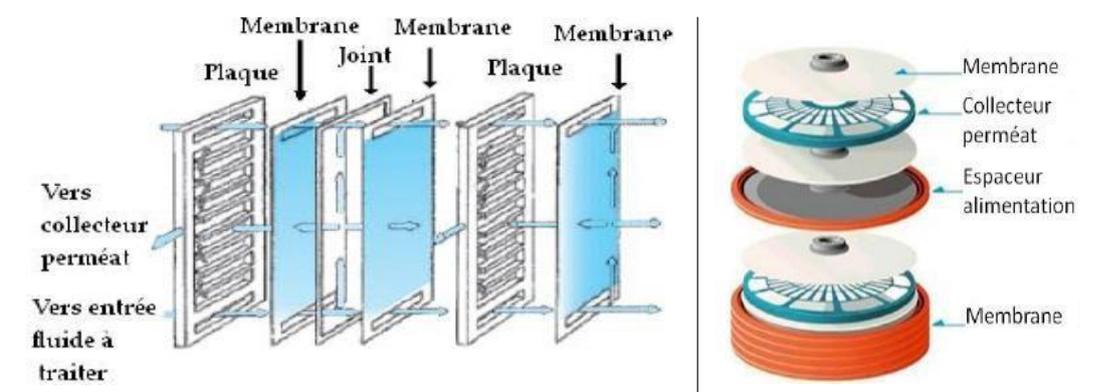
Figure 1-5: Représentation d'une membrane composite [13]

1.3 Configuration des modules et mise en forme des membranes :

Les principaux modules de filtration employés sont les suivants : « Module Plane, Module Spirale, Module Tubulaire, et Module à Fibre Creux » :

1.3.1 Module plane :

Le module plan est une forme simple utilisée pour la filtration, comportant une ou plusieurs membranes. Il présente des coûts d'installation et de fonctionnement élevés en raison de sa faible densité de membranes et des difficultés d'étanchéité [19]. Malgré la possibilité de remplacer individuellement les éléments, la durée de vie courte des membranes augmente les frais de maintenance. Les conceptions modernes tolèrent des pressions élevées ($PTM > 100$ bar), mais leur usage reste limité pour les technologies baromembranaires. [20]



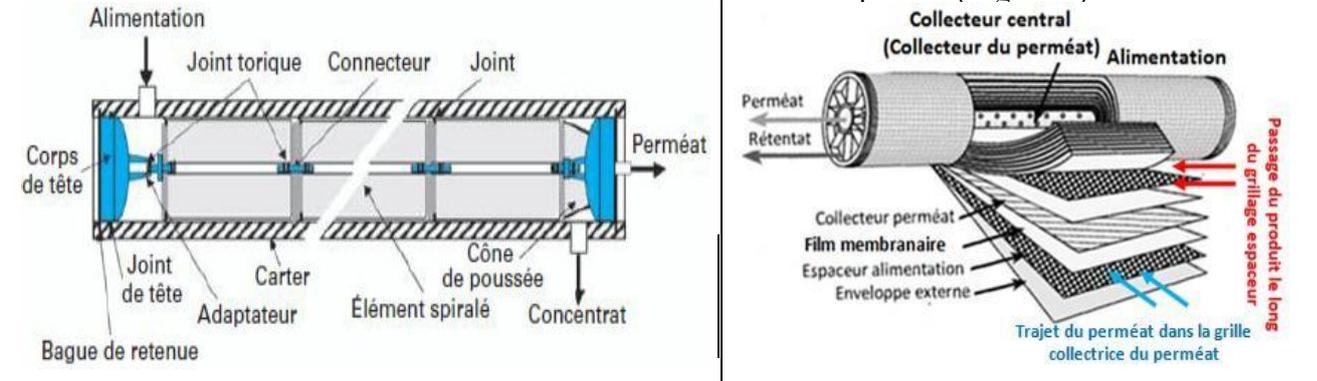
a. Module plan : montage de type filtre-
presse [21]

b. Module plan à cadres de filtration
empilés [20].

Figure 1-6: Exemple d'un module plan [13]

1.3.2 Module spiral

Ceux-ci constituent l'essentiel du marché de membranes actuelles. Il s'agit de plusieurs couches de membranes enroulées autour d'un axe tubulaire macroporeux (Figure I.).



a. Schéma d'assemblage d'élément spiralé au sein d'un module

b. Module spiralé

Figure 1-7: exemple d'un module spiral [22]

Dans ce cylindre multicouche, le filtrat suit un parcours en spirale jusqu'au tube central, tandis que la solution d'alimentation circule de manière axiale



Figure 1-8: Principe de fonctionnement d'une membrane spirale vue en coupe [23]

1.3.3 Module tubulaire :

Les membranes tubulaires, soutenues par une couche intérieure, présentent un écoulement de l'intérieur vers l'extérieur. Malgré leur faible adhérence à la couche de support, elles ont un diamètre de 5 à 15 mm et sont enveloppées de fibre de verre renforcée ou de coques en PVC ou acier inoxydable. Leur conception permet de minimiser le risque de colmatage et facilite le

CHAPITRE 1 : GENERALITES SUR LES MEMBRANES

nettoyage. Cependant, leur faible densité de remplissage entraîne des coûts élevés par module [23]

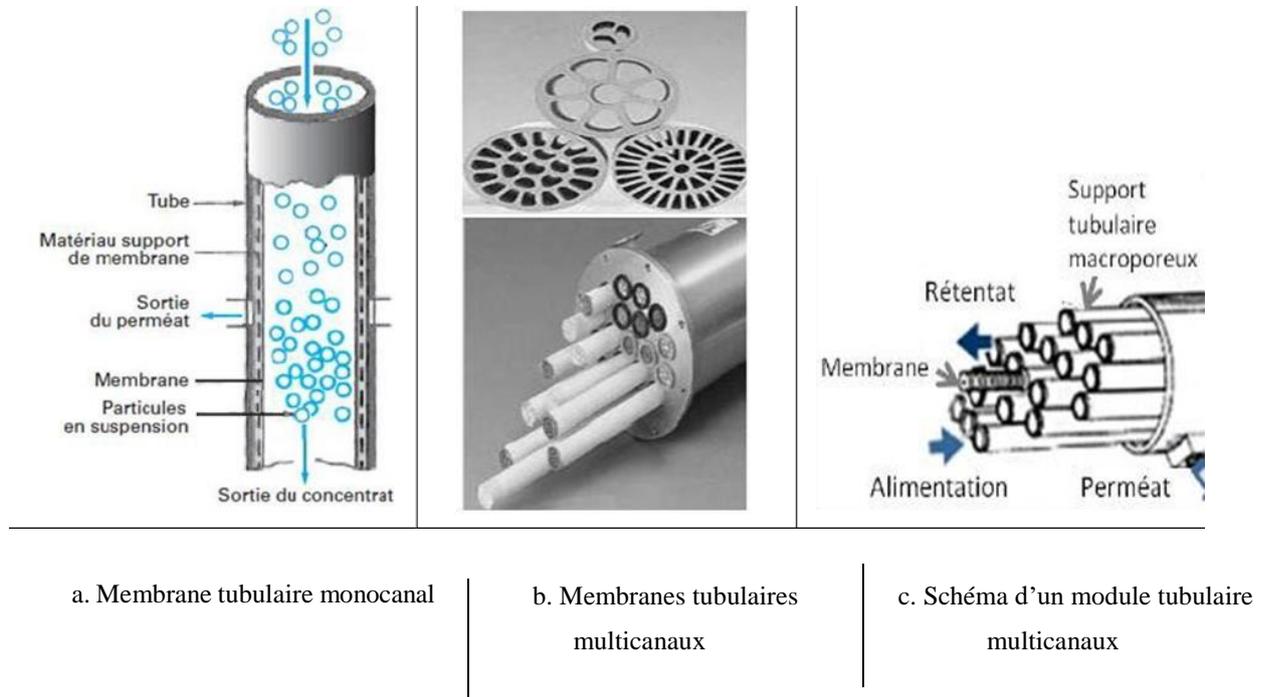
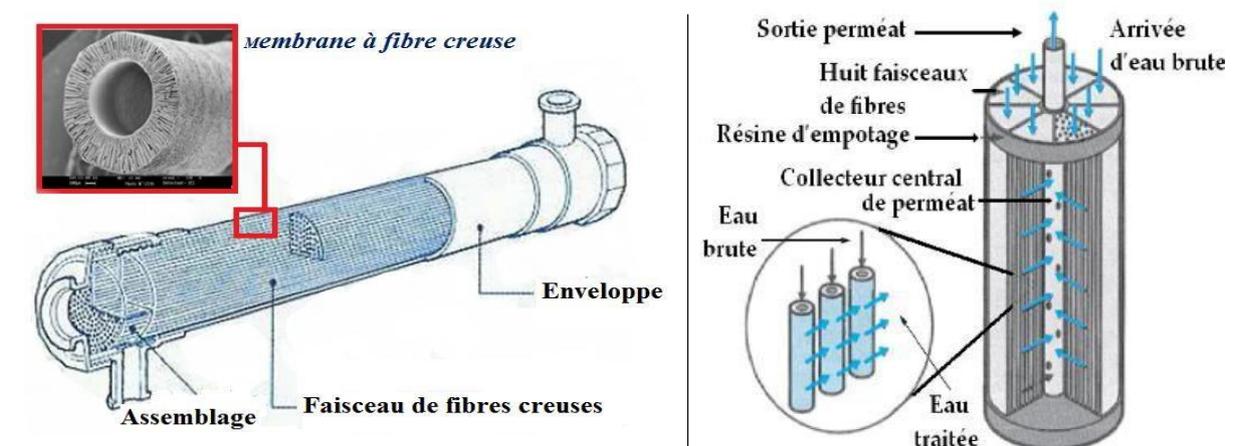


Figure 1-9: Exemple d'un module tubulaire monocanal et multicanaux. [20]

1.3.4 Module fibre creux :

Les membranes à fibres creuses, avec un diamètre inférieur à 2 mm, sont autoportantes et peuvent fonctionner avec un écoulement de l'intérieur vers l'extérieur ou inversement. Elles présentent un risque élevé de colmatage et sont adaptées au traitement de l'eau faiblement chargée en solides en suspension [24]. Leur densité de remplissage est très élevée, chaque cartouche contenant plusieurs centaines de fibres [25]. Les modules efficaces se caractérisent par une haute densité de remplissage, un bon contrôle de la polarisation de concentration et de l'encrassement, de faibles coûts d'exploitation et de maintenance, et une production rentable. [26]



a. Schéma d'un module en fibres creuses à peau interne].
b. Modules à fibres creuses (Module MICROZA)

Figure 1-10: Exemple d'un module en fibres creuses[21]

1.4 Facteurs influençant la performance des membranes :

La performance des membranes peut varier avec le temps, principalement en raison de leur colmatage. De plus, plusieurs facteurs influencent le débit de filtration, soit la quantité de filtrat extrait de la sève d'érable par unité de temps [27] :

1.4.1 Concentration du concentré :

Plus le concentré est riche en éléments dissous, plus la pression qui s'oppose au passage de l'eau à travers la membrane est élevée, réduisant ainsi le taux de filtration à une pression d'opération constante [27].

1.4.2 Pression d'opération

La pression d'opération contrebalance celle générée par les éléments dissous dans le concentré. À concentration égale, une pression d'opération plus élevée augmente le taux de filtration, bien qu'elle soit limitée par la résistance mécanique du module. Travailler constamment à la limite supérieure de cette pression, ou la dépasser, peut entraîner le colmatage ou la compaction de la membrane [27].

1.4.3 Température d'opération

La température de la sève d'érable affecte plusieurs propriétés physico-chimiques de la solution et de la membrane. Une température plus élevée augmente le taux de filtration. Cependant, des températures au-delà des recommandations du fabricant peuvent altérer les caractéristiques fonctionnelles et la résistance mécanique des membranes en plastique [27].

1.4.4 Charge microbienne

Les microorganismes présents dans la sève d'érable se concentrent dans le concentré et adhèrent à la surface de la membrane, formant un biofilm qui obstrue progressivement le passage du filtrat puis la circulation du concentré. La performance de la membrane peut être

évaluée en mesurant certaines propriétés globales du filtrat, ce qui permet d'estimer son efficacité en termes de rétention [27].

1.5 Mode de fonctionnement des systèmes membranaires :

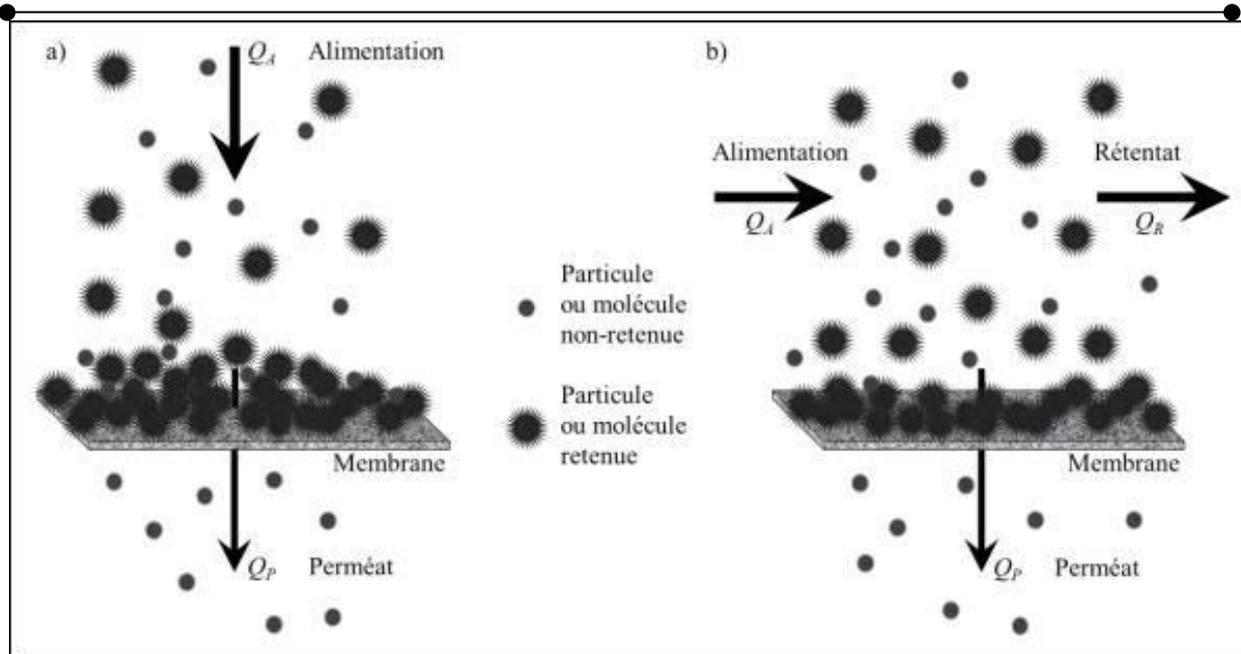
Les membranes peuvent être utilisées en filtration selon deux fonctionnements principaux : La filtration frontale (appelée aussi croisé (Dead-end filtration)) ou la filtration tangentielle (Cross-flow filtration) . Ces deux modes correspondent à deux technologies et deux approches complètement différentes de la filtration.[28]

1.5.1 Ecoulement frontal

Dans le cas d'une filtration en mode frontal, le fluide à filtrer circule perpendiculairement à la membrane. Les particules solides et les solutés sont retenus à la surface et leur dépôt entraîne une superposition de couches qui vont induire à une accumulation importante de matière à la surface de la membrane au cours de son utilisation, ce qui provoque par la suite un colmatage par la formation d'un gâteau. Ce colmatage réduira progressivement la perméabilité et engendrera un besoin de nettoyage périodique.[28]

1.5.2 Ecoulement tangentiel

Dans ce cas, la solution à filtration circule parallèlement à la membrane. Le fonctionnement du système de filtration s'effectue en continu et l'accumulation des espèces retenues à la surface de la membrane est moins importante qu'en filtration frontale. Cette configuration permet d'obtenir dans une certaine gamme de débits, des contraintes de cisaillement constantes à la surface de la membrane, et donc, de limiter le colmatage.[28]



Filtration en mode frontal (a)

Filtration en mode tangentiel (b)

Figure 1-11: Modes de fonctionnement des systèmes membranaires[28].

1.6 Procédés de filtration membranaires :

Les technologies membranaires regroupent des nombreux procédés, en phase liquide ou gazeuse, parmi lesquels on distingue ceux dénommés « baromembranaires ». La séparation en milieu liquide fait intervenir quatre familles de procédés, distincts de par la taille des molécules à filtrer et les matériaux qui composent les membranes [29]

1.6.1 Microfiltration MF :

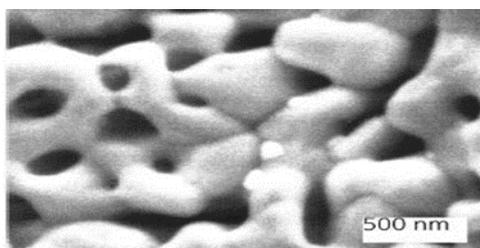


Figure 1-12:[29]

La microfiltration retient des particules de taille comprise entre 0.1 et 10 μm , telles que des bactéries, des fragments de cellules et des matières colloïdales, avec un gradient de pression de 0.1 à 1 bar. Elle est utilisée pour le traitement de l'eau potable et l'épuration bactérienne du lait, entre autres.[29]

1.6.2 Ultrafiltration UF :

L'ultrafiltration utilise des membranes avec des pores de 2 à 100 nm pour retenir des macromolécules et des virus, avec un gradient de pression de 1 à 5 bar. Elle est appliquée dans divers domaines, notamment l'agroalimentaire et la pétrochimie. [29]

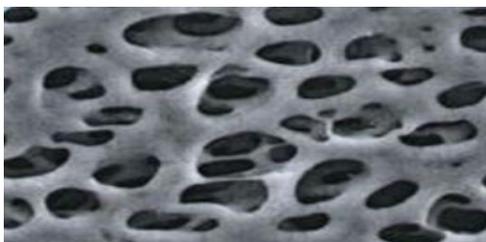


Figure 1-13: La porosité d'une membrane ultraporeuse[29]

1.6.3 Nanofiltration NF :

La nanofiltration, avec des pores de moins de 2 nm, retient des composés de faible poids moléculaire avec un gradient de pression de 5 à 30 bar. Elle est utilisée pour la concentration de matière sèche dans l'industrie agroalimentaire. [29]

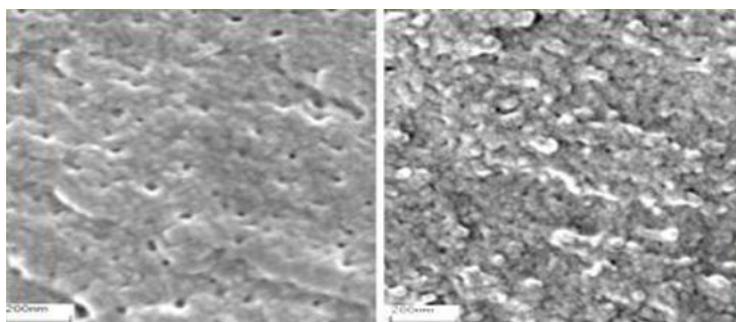


Figure 1-14: La porosité d'une membrane nanoporeuse à base de polycyanurate

1.6.4 L'osmose inverse OI :

L'osmose inverse, avec des pores très petits, retient les ions inorganiques mais n'est pas une barrière absolue pour les molécules neutres. Elle utilise un gradient de pression de 20 à 100 bar et est employée principalement pour le dessalement de l'eau de mer et la concentration de fluides alimentaires. [29]

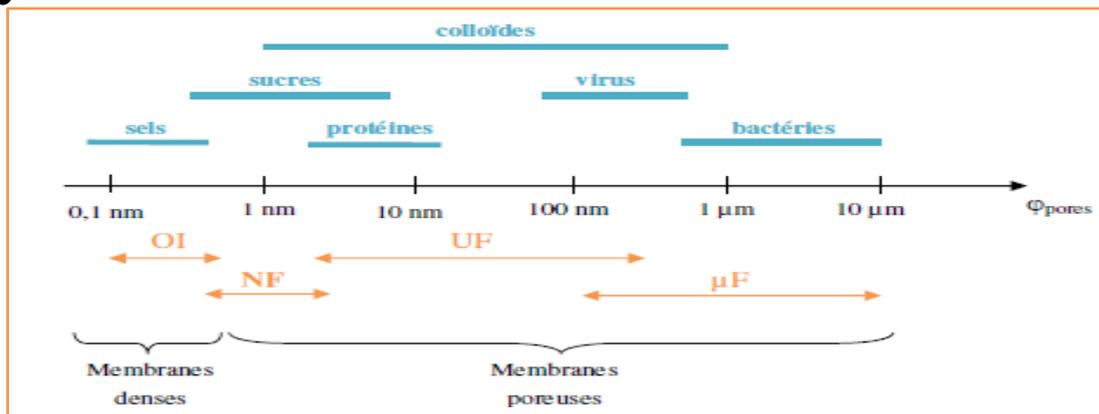


Figure 1-15: Solutés retenus par une membrane en fonction de la taille de pore [30].

1.7 Filtration membranaire par l'osmose inverse :

1.7.1 Définition de l'osmose inverse :

L'osmose inverse est un procédé de filtration tangentielle qui permet d'extraire un solvant, généralement de l'eau, par perméation sélective à travers une membrane dense sous l'effet d'un gradient de pression. Contrairement au phénomène naturel d'osmose, l'osmose inverse consiste à faire passer l'eau à travers des membranes semi-perméables en appliquant une pression différentielle, allant de la solution concentrée vers la solution diluée. Le taux d'élimination est mesuré en pourcentage de la salinité totale, avec une réduction de salinité de plus de 92% pour l'eau saumâtre et de plus de 98,5% pour l'eau de mer

L'écoulement s'effectue en continu tangentiellement à la membrane. Une partie de la solution à traiter (débit Q_0) se divise au niveau de la membrane en deux parties de concentrations différentes (Figure I-16) [31]

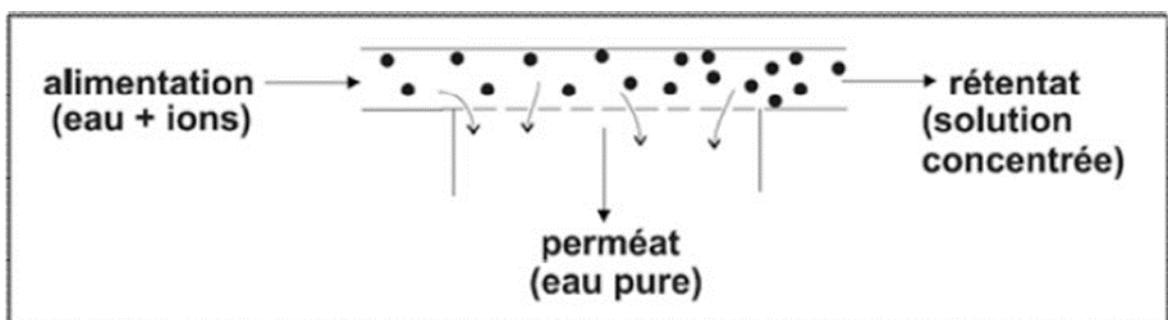


Figure 1-16: Séparation en phase liquide par perméation à travers une membrane [32]

1.7.2 Principe de l'osmose inverse :

L'osmose inverse est une technique de filtration membranaire utilisée pour séparer les composants d'un fluide. La membrane agit comme une barrière sélective, permettant le passage de certains éléments tout en retenant d'autres, en fonction de leurs propriétés respectives et sous l'effet d'une force motrice. Parmi les procédés de filtration membranaire utilisant un gradient de pression, tels que la microfiltration (MF), l'ultrafiltration (UF), la nanofiltration (NF), et l'osmose inverse (OI), cette dernière est particulièrement adaptée à la séparation des ions. [33]

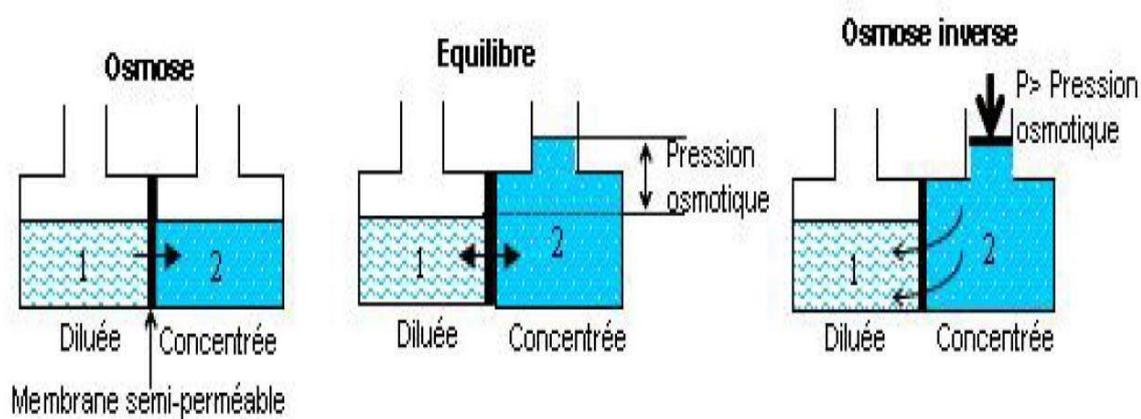
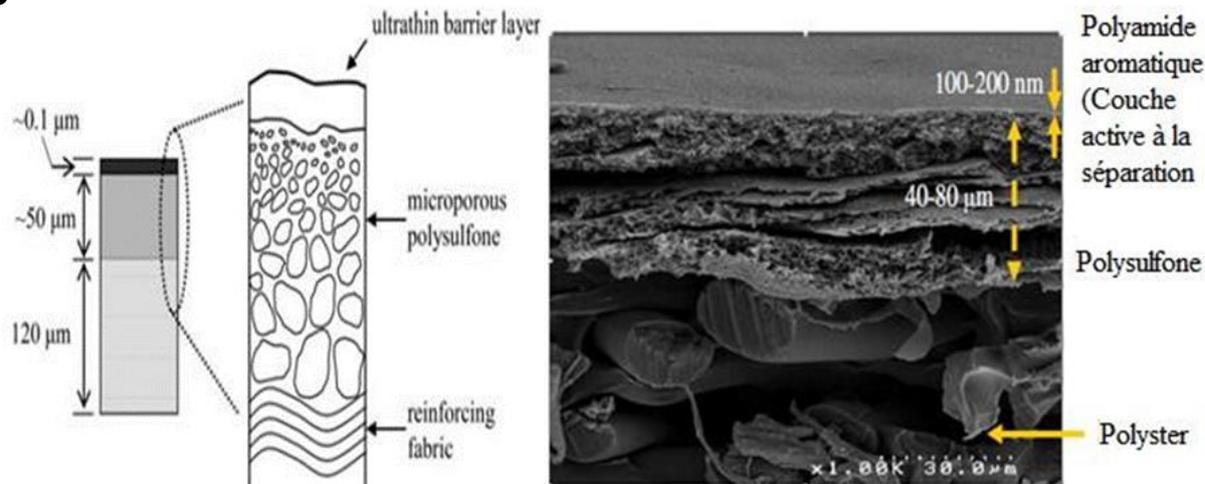


Figure 1-17: Principe de l'osmose et de l'osmose inverse [33].

1.7.3 Mécanisme de transfert :

Dans le cas de l'osmose inverse, les transferts de solvant et de soluté au travers d'une membrane semi-perméable se font par solubilisation-diffusion; toutes les espèces moléculaires (soluté et solvant) se dissolvent dans la membrane et diffusent à l'intérieur de celle-ci sous l'action d'un gradient de concentration et de pression .

- La couche active superficielle (0,1 à 0,2 μm), à permet la séparation des espèces. Elle est déposée sur le support. Le polymère le plus employé est le polyamide aromatique. Il est traité différemment selon les fabricants et les modèles employés. [33]



a. Représentation schématique de la structure d'une membrane OI composite comportant une fine couche active en surface.

b. Coupe MEB d'une membrane d'osmose inversecomposite.

Figure 1-18: Représentation de la structure d'une membrane d'osmose inverse composite [34].

1.7.4 Principales applications de l'osmose inverse [35]

Les applications de l'osmose inverse sont multiples. On distingue :

- Traitement des eaux : dessalement de l'eau de mer et des eaux saumâtres, production de l'eau ultra pure (industries électronique, pharmaceutique ...).
- Extraction de protéines du lactosérum dans l'industrie laitière.
- Elimination de pesticides et d'herbicides.
- Concentration d'antibiotiques.

✓ Les techniques présentées ont les avantages et les inconvénients suivants (**Tableau**) :

Tableau 1-2: Avantages et inconvénients de l'osmose inverse [35].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ▪ opération à température ambiante ce qui évite la dégradation des molécules fragiles dans le domaine agro- alimentaire. ▪ pas d'intervention de réactifs chimiques comme des agents d'extraction qui sont des sources de pollution. ▪ consommation énergétique faible vis à vis de la distillation pour le dessalement de l'eau. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ baisse de la perméabilité et modification de la sélectivité en cas de colmatage des membranes. ▪ sélectivité entre les espèces chimiques : "soluté" toujours inférieure à 100 %. ▪ durée de vie limitée des membranes : soit par perte de résistance mécanique soit par suite d'une mauvaise tenue aux réactifs utilisés pour le nettoyage.

1.7.5 Limitation de l'osmos inverse :

Nous définissons le colmatage comme l'ensemble des mécanismes qui limitent le flux à travers une membrane. Pour l'osmose inverse, ce phénomène peut être classé en quatre catégories [33] (Figure I.19) :

- La précipitation des composés inorganiques sur la membrane (entartrage) ;
- La formation de dépôts de particules ou de matières organiques sur la membrane ;
- La formation de biofilms et l'excrétion in situ d'exo polymères sur la membrane (bio-colmatage) ;
- L'adsorption dans la membrane.

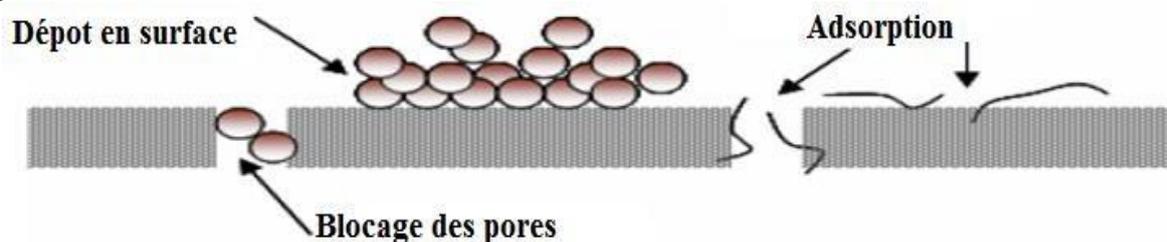


Figure 1-19: Schématisation des différents mécanismes de colmatage [33].

1.8 Le colmatage

1.8.1 Définition du colmatage :

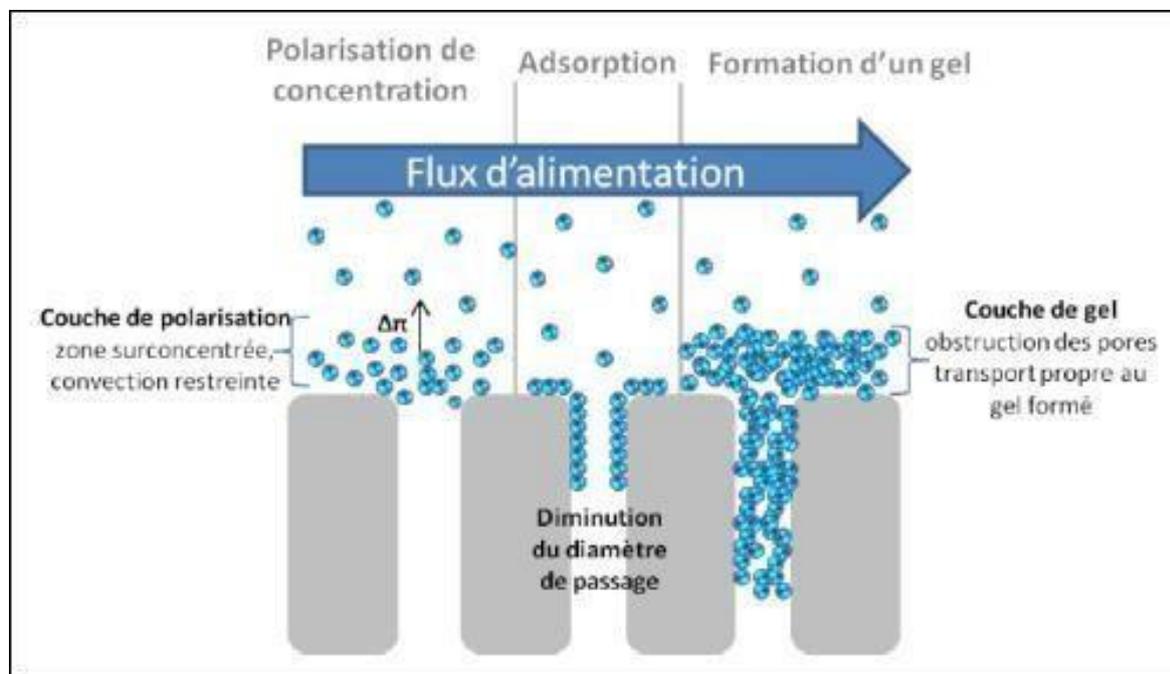


Figure 1-20: Schéma récapitulatif des principaux mécanismes du colmatage membranaire [36].

Le colmatage se définit comme un processus entraînant la perte de performance de la membrane, causée par l'accumulation de matières à sa surface [36]. Il résulte de l'interaction entre la membrane et des colmatant (substances organiques, inorganiques et biologiques) qui se déposent à la surface ou dans les pores de la membrane. Ces interactions peuvent être physiques ou chimiques et dégradent les propriétés de transfert de la membrane (perméabilité, sélectivité) de manière réversible ou irréversible.[37] Le colmatage peut être chimique (adsorption), physique (formation de gel, précipitation, dépôt de surface, blocage de pores) ou biologique (prolifération bactérienne), comme illustré en figure 1. La couche de colmatage

formée ajoute une résistance au flux, réduisant ainsi progressivement le flux de perméation des membranes colmatées. [38]

1.8.2 Types de colmatages :

Comme défini auparavant, le colmatage est l'ensemble des mécanismes qui limitent le flux à travers une membrane. Dans le cas de l'osmose inverse, le phénomène du colmatage peut se précipiter selon quatre (04) formes :

- La formation du dépôt par des particules ou des matières organiques sur la membrane
- La précipitation des composés inorganiques sur la membrane « *l'entartrage* » ;
- L'adsorption dans la membrane ;
- La formation d'un biofilm et l'excrétion in situ d'exopolymères sur la membrane « *le biocolmatage* » [33].

1.8.2.1 Colmatage par dépôt :

Le colmatage par dépôt peut être de deux natures différentes qui peuvent coexister [33]:

- a. **Le colmatage particulaire ou colloïdal :** des colloïdes peuvent être agglomérés et adhérer à la membrane. Les colloïdes les plus courants sont des argiles de silicate d'aluminium (0,3-1 μm) et des colloïdes de fer. Les microorganismes déposés font aussi partie de ce colmatage [33]
- b. **Le colmatage par la matière organique :** la dégradation de la matière organique produit une matrice de macromolécules appelée acide humique (des substances humiques) [33].

1.8.2.2 Colmatage par entartrage :

L'entartrage se produit lorsque des matériaux inorganiques se cristallisent à la surface des membranes, dépassant ainsi la limite de solubilité des composés inorganiques. Les dépôts les plus courants en dessalement sont principalement constitués de carbonate de calcium (de $[\text{CaCO}_3]$ sulfate de calcium $[\text{CaSO}_4]$ de sulfate de baryum $[\text{BaSO}_4]$ de sulfate de strontium (de phosphate de calcium $[\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2]$ d'hydroxyde de magnésium $[\text{Mg}(\text{OH})_2]$ et de

CHAPITRE 1 : GENERALITES SUR LES MEMBRANES

composés à base de silice. Une augmentation du taux de conversion élève la concentration en sel du côté concentrât, augmentant ainsi le risque de colmatage par entartrage. Ce phénomène peut être prévenu par divers traitements chimiques tels que l'acidification (pour modifier les équilibres calco-carboniques) ou l'utilisation d'antitartre spécifiques. Les trois principales familles de produits antitartre utilisées sont les polyphosphates, les organophosphonates et les polymères carboxyliques [39].

1.8.2.3 Adsorption :

L'adsorption, considérée comme la première étape du colmatage organique, résulte principalement des interactions acides-bases et des liaisons hydrogène entre les matières organiques et la membrane. L'adsorption peut également réduire la taille des pores, intensifiant ainsi le blocage des pores. En fonction des caractéristiques de la molécule adsorbée, ce phénomène peut entraîner une augmentation ou une diminution du flux de perméat. Par exemple, [40] ont observé une chute de flux pouvant atteindre 59% due à l'adsorption lors de la nanofiltration de solutions synthétiques de molécules organiques. À l'inverse, une augmentation du flux peut se produire en raison de l'augmentation du volume libre à l'intérieur de la membrane, causée par la répulsion entre les molécules chargées adsorbées et le matériau membranaire [41]

1.8.2.4 Biocolmatage :

Bio-colmatage, ou "biofouling", désigne le colmatage causé par des microorganismes, principalement des bactéries qui s'accumulent sur les membranes et forment un biofilm. Cette croissance nécessite des matières organiques et des nutriments, augmentant la masse cellulaire et les composés extracellulaires produits. La couche de colmatage varie en épaisseur selon les conditions hydrodynamiques et se forme sur la membrane et l'espaceur, réduisant le flux et augmentant la perte de charge longitudinale [42]

Le développement du biofilm se déroule en cinq étapes :

- 1) transport et attachement des cellules avec formation d'un film de conditionnement,
- 2) adhésion réversible des cellules avec production d'EPS,
- 3) croissance microbienne et formation de micro-colonies,
- 4) maturation du biofilm et développement des colonies,

5) détachement des colonies en réponse aux conditions hydrodynamiques, après détachement, les microorganismes peuvent coloniser d'autres surfaces [43]

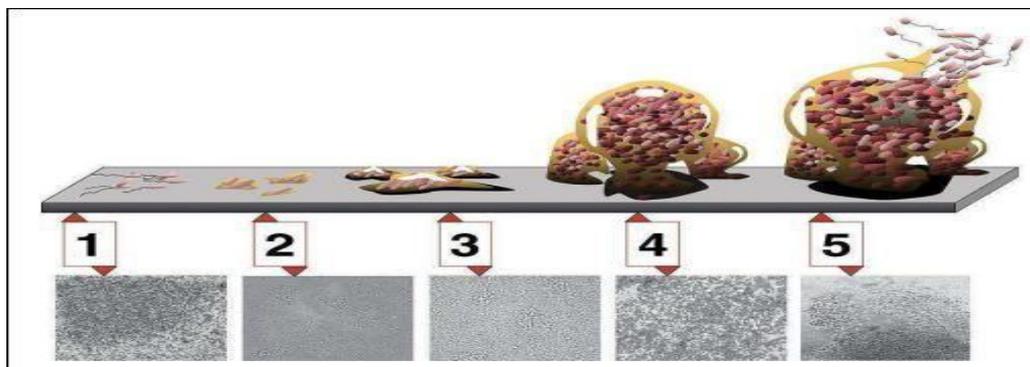


Figure 1-21: Les différentes étapes de formation d'un biofilm [43].

1.8.3 Mécanisme de colmatage :

La matière qui se dépose à la surface de la membrane peut participer à un colmatage selon différents types de mécanismes amenant à différents lois de colmatage parmi ci :

- Blocage complet des pores : toute la particule arrivante à la surface de membrane participe au blocage complet des pores
- Blocage standard : des particules se déposent sur la paroi des pores. la section de passage des pores diminue proportionnellement au volume filtré,
- Filtration sur gâteaux : les particules accumulées constituent un gâteau qui contribue à créer une résistance au Transfer additionnelle [44]

1.8.4 Indicateur de colmatages :

Pour réduire au minimum le colmatage rencontré dans l'unité de filtration et son impact, la détermination du caractère colmatant de l'alimentation est une question importante. Pour caractériser le colmatage des membranes, plusieurs indices ont été proposés tel que le SDI (Silt Density Index) ou le MFI (Modified Fouling Index). Dans un premier temps, un bref aperçu sur le principe fondamental de ces indices est présenté. [44]

1.8.4.1 Stander density indice :

L'ASTM (American Society for Testing and Materials) introduit l'indice SDI comme test standard pour déterminer le potentiel du colmatage induit par des particules. Il dépend de la

CHAPITRE 1 : GENERALITES SUR LES MEMBRANES

quantité de particules présentes dans un liquide mais également des autres composants colloïdaux

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]. La **valeur SDI est alors calculée comme suit :**

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

SDI représente l'indice de densité du limon (%/min), où t_f est la durée de filtration écoulée (min) après le début de la collecte des premiers 500 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 $\%P$ dépasse 75%, une période t_f plus courte doit être envisagée, telle que 10, 5 ou 2 minutes. En réorganisant les formules, il est facile de démontrer que le SDI quantifie la diminution du taux de filtration en pourcentage par minute.[45]

1.8.4.2 Indice modifié de colmatage (MFI) :

C'est un test qui évalue le potentiel de colmatage d'une eau, basé sur la théorie de la filtration sur gâteau. Il peut être utilisé pour modéliser la diminution du flux ou l'augmentation de la pression nécessaire pour maintenir une capacité constante dans un système de membrane [46]. Le test MFI est réalisé de manière similaire au test SDI, en appliquant une pression constante de 207 kPa lors d'une filtration en dead-end avec une membrane de 47 mm de diamètre et une taille de pores de 0,45 μm . [47]

La valeur MFI est alors calculée comme suit :

$$\text{MFI} = \left(\frac{\mu_{20}}{\mu_T} \right) \times \left(\frac{\Delta P}{\Delta p} \right) \dots\dots\dots \text{équation (2)}$$

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 [47]

1.9 Le nettoyage et décolmatage des membranes :

1.9.1 Méthodes physiques de décolmatage :

À ce stade, nous pouvons considérer les procédés hydrauliques de décolmatage comme une optimisation potentielle du fonctionnement de la filtration sur membrane. Plusieurs méthodes physiques de décolmatage existent, notamment le backflush, le backpulse et la méthode par ultrasons [48].

1.9.1.1 Backflush rétrolavage ou contre lavage :

La technique de contre-lavage ou rétrolavage (backflush) est une méthode physique de décolmatage qui consiste à effectuer des rétrofiltrations brèves et périodiques en pressurant le compartiment perméat du système membranaire. Utilisée industriellement, cette technique est parfois combinée avec un nettoyage chimique [48]

Les rétrolavages inversent le sens d'écoulement à travers la membrane (Figure I.23) et le gradient de pression, envoyant ainsi le perméat à travers la membrane pour éliminer le dépôt et les particules obstruant les pores [48]

Le « backflush » a l'avantage d'éliminer tout ou une partie du colmatage interne des pores et d'éviter le compactage de la couche d'encrassement à la surface de la membrane. L'efficacité du décolmatage dépend de la solution à filtrer, du type de colmatage (réversible/irréversible, interne/externe), ainsi que de la fréquence et de l'intensité des rétrolavages []. Cependant, les rétrolavages, quel que soit leur mode de mise en œuvre, ne permettent généralement pas de restaurer complètement et durablement la perméabilité des membranes ; il est donc courant d'effectuer des nettoyages chimiques en complément [49].

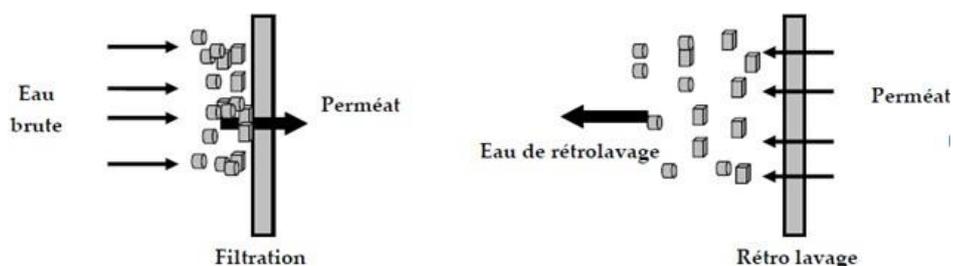


Figure 1-22: Représentation schématique des procédés de filtration et de rétrolavages [49].

1.9.1.2 Ultrason :

Une autre méthode de décolmatage utilise les ultrasons. L'intensité des vibrations des ondes ultrasonores doit toutefois être contrôlée pour ne pas détériorer la membrane. L'effet des ultrasons est relié au phénomène de cavitation : déformation, croissance et implosion de bulles formées quand une forte pression est appliquée à un milieu liquide. La destruction de cavité a une énergie suffisante pour vaincre les interactions et ainsi enlever la matière encrassant de la surface membranaire [48].

De nombreux auteurs ont montré que le nettoyage par ultrasons est efficace particulièrement dans le domaine de la laiterie

1.9.2 Le décolmatage chimique :

Le décolmatage est une étape cruciale pour maintenir autant que possible les performances hydrauliques des unités de filtration haute et moyenne pression. Les phases de rétrolavage ou backwash, réalisées à des intervalles variables, doivent être complétées par des procédures de lavage chimique ou même enzymatique. Les protocoles de nettoyage mis en place par les opérateurs, qui font partie du savoir-faire des entreprises, peuvent également varier selon les sites et le type de colmatage rencontré [48]

Lorsque la diminution des capacités de la membrane dépasse une certaine limite définie par le fabricant, des nettoyages plus approfondis doivent être effectués pour restaurer la perméabilité de la membrane (Figure I.24). [49]

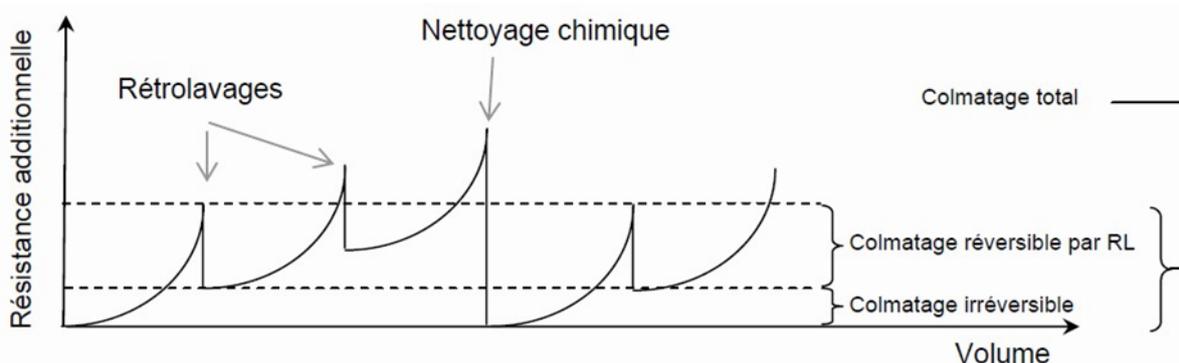


Figure 1-23: Efficacités comparées des rétrolavages et nettoyages chimiques [49].

1.9.2.1 Surfactants et détergents :

Ces composés possèdent des structures hydrophiles et hydrophobes. Ils peuvent former des micelles avec l'huile, les matières grasses et les protéines présentes dans l'eau, et neutraliser

les particules colloïdales chargées, facilitant ainsi leur résolubilisation ou leur remise en suspension. Ils sont particulièrement efficaces lorsque le colmatage est principalement dû à un biofilm.[49]

1.9.2.2 Oxydants :

Les oxydants les plus couramment utilisés pour le nettoyage des membranes sont le chlore (généralement sous forme d'hypochlorite de sodium NaOCl) et le peroxyde d'hydrogène. Ils éliminent les microorganismes par solubilisation ou hydrolyse de leurs cellules. De plus, ils provoquent l'oxydation des groupements fonctionnels (cétones, aldéhydes, acides carboxyliques, etc.), augmentant ainsi le caractère hydrophile des substances colmatantes et diminuant les forces d'adhésion entre les parties hydrophobes des macromolécules et la membrane, contribuant ainsi à son décolmatage.[48]

1.9.2.3 Agents complexant et acides :

Les agents complexant éliminent les ions, principalement les cations divalents, qui interagissent avec les matières organiques naturelles (MON) en formant des complexes. Les acides sont reconnus pour leur efficacité à éliminer les précipités inorganiques tels que les oxydes métalliques et le tartre [48]

Quelques points clés :

- En général, l'augmentation de la température améliore l'efficacité des procédés de nettoyage. Cependant, en raison de la variabilité des matériaux membranaires et des solutions filtrées, l'efficacité des nettoyages chimiques reste empirique
- L'augmentation de la concentration des enzymes n'améliore pas l'efficacité, contrairement aux détergents dont l'efficacité augmente avec la concentration
- Le rinçage des membranes peut être efficace pour éliminer les espèces colmatantes, mais il doit être réalisé à la même température que celle des produits chimiques utilisés. Sinon, il peut entraîner une compaction de la membrane

Le tableau I.4 présente les différents produits de nettoyage disponibles. Des formules commerciales complexes combinent souvent trois actions : hydrolyse alcaline et/ou enzymatique, complexation des éléments minéraux (fer et aluminium), et dispersion des matières organiques grâce à des tensioactifs anioniques, cationiques ou non ioniques [48]

Tableau 1-3: Produits utilisés lors de nettoyages chimiques[48]

Origine	Produites	Action	Inconvenient
Alcaline	<ul style="list-style-type: none"> • Hydroxide (sodium et potassium), • Polyphosphates 	<ul style="list-style-type: none"> • Saponification des graisses et solubilisation des protéines • Dispersant, émulsifiant des graisses, agent d'hydrolyse des protéines, solubilisant des carbonates. 	<ul style="list-style-type: none"> • PH > 11 dans le cas d'alcalins chlorés pour éviter la corrosion • Élément nutritif des micro-organismes.
Acide	<ul style="list-style-type: none"> • Acide nitrique, chlorhydrique, phosphorique, hydroxyacétique, gluconique, citrique, lactique, sulfamique... 	<ul style="list-style-type: none"> • Dissolution de précipités de sels minéraux. 	<ul style="list-style-type: none"> • Efficacité limitée sur les dépôts de nature organique.
Tensio-actifs	<ul style="list-style-type: none"> • Cationiques • Anioniques et non ionique 	<ul style="list-style-type: none"> • Peu d'action • Améliorent l'efficacité du nettoyage et réduisent le temps de rinçage 	<ul style="list-style-type: none"> • Inopérants à pH acides • Adsorption sur certains matériaux Membranaires

Complexant	<ul style="list-style-type: none"> • Orthophosphate, polysulfate, acide éthylène diamino tétra acétique (EDTA), sels de sodium. 	<ul style="list-style-type: none"> • Réaction avec les ions multivalents (calcium, magnésium,...) qui conduit au déplacement des équilibres de précipitation 	<ul style="list-style-type: none"> • N'ont pas de conséquence sur la dureté de l'eau.
-------------------	--	---	--

1.10 Effet des produits de nettoyage sur le matériau membranaire

L'utilisation fréquente de produits chimiques pour le nettoyage des membranes présente plusieurs inconvénients majeurs. Tout d'abord, elle entraîne une consommation élevée d'eau pour rincer l'installation. De plus, les effluents de nettoyage doivent être traités, ce qui ajoute une étape supplémentaire et des coûts. Les propriétés mécaniques des membranes peuvent également se dégrader, réduisant ainsi leur durée de vie. Bien que la nocivité des produits chimiques utilisés sur l'environnement. En raison de ces problèmes, les producteurs d'eau cherchent activement des solutions alternatives pour minimiser l'utilisation de ces lavages intensifs.

Partie expérimentale :

CHAPITRE 2

2. MATERIELS ET METHODES

1.11 Materials :

Les méthodes traditionnelles de nettoyage peuvent être coûteuses et générer des déchets chimiques. Cette étude vise à évaluer l'efficacité des extraits verts comme alternative écologique pour le décolmatage des membranes d'osmose inverse

1.11.1 Matériel végétale :

Choix des plants :

Les préoccupations environnementales croissantes et les restrictions de rejet ont poussé la chimie des antiscalent chimique vers des "antiscalent verts" qui se biodégradent facilement et ont une faible mobilité pour minimiser l'impact environnemental. [50] Cela représente un défi pour obtenir des niveaux de performance acceptables à des doses rentables. Les zn polymères biodégradables sont dégradés dans des environnements bioactifs par l'action enzymatique de micro-organismes tels que les bactéries, les champignons et les algues. [51]

Les plantes contiennent plusieurs variétés de molécules anti-radicalaires : composés phénoliques, composés azotés, vitamines, terpénoïdes, qui possèdent une forte activité antioxydant [52]

Les composés phénoliques sont des antioxydants qui ont des fonctions multiples telles que le piégeage de l'oxygène singulet, la chélation des métaux et le piégeage des radicaux libres [53]

Ils constituent une classe diversifiée de molécules phytochimiques de structures variées, et souvent combinées à d'autres substances telles que les protéines, polysaccharides et lipides[54]

Le choix a été porté sur 3 plante médicinale :

L'inule visqueuse :

C'est une plante de feuillage persistant de la famille des Astéraceae [55]. Le genre *Inula* présente plus de 100 espèces, parmi elles *Inula Helenium*, *Inula Crithmoides*, *Inula Britannica* et bien d'autres qui présentent un grand intérêt pour les scientifiques [56].

Des recherches antérieures sur les composants chimique isolé a partir l'inule visqueuse ont révèlé chez cette espece la présense de nombreux compose biologique notamment des flavonoides,terpinoïdes et constituants aussi des polyphénols [57]

La classification systématique de l'inule visqueuse :**Tableau 2-1:** Classification systématique d'*Inula visqueuse* [58]

Embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotyledones
Ordre	Campunulales
Famille	Composées
Genre	<i>Inula</i>
Espèce	<i>viscosa</i> – L

**Figure 2-1:** Les feuilles de l'*inula visqueusa*. [58]

Carya illinoensis (noix de pécan) :

Sont des noix originaires du sud des États-Unis et du Nord du Mexique, La plante contient des saponines, des alcaloïdes, des stéroïdes, des tanins, des flavonoïdes et des triterpénoïdes qui sont les principaux phytoconstituants. [59]

Classification systematique de carya illioinesis :**Tableau 2-2:** Taxonomie de *Carya illinoensis*

Règne	Plantae
Division	Magnoliopsida
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Juglandales
Famille	Juglandales
Genre	Carya
Espèce	Caryaillinoensis

Activités biologiques de Carya illinoensis :

Carya illinoensis, connue sous le nom de noix de pécan, est très appréciée pour ses activités biologiques, qui comprennent des propriétés chimiques et thérapeutiques, énumérées comme suit :

- Activité antioxydant
- Activité antimicrobienne
- Activité anti-inflammatoire
- Activité antivirale



Figure 2-2: feuille et coque de *Carya ilinoensis* (noix de péchan)[58]

Piper de nigrum la (poivrie) :

Le poivre noir, du nom scientifique *Piper Nigrum* Linnaeus, est une plante médicinale précieuse. C'est l'une des épices les plus utilisées et connue dans le monde. C'est une liane à feuillage persistant cultivée sous les tropiques. L'essentiel de la production se fait en Inde et en Asie du sud-est.

Le poivre noir (*P.Nigrum* L) appartient à la famille des pipéracées dans l'ordre pipérales. Il appartient au genre *piper* composé plus de 1000 espèces [60]



Figure 2-3: feuille de faux poivrier de la région de blida.

Composition chimique :

Les métabolites secondaires sont des molécules organiques complexes synthétisés en petites quantités par les plantes médicinales. Ils sont divisés principalement en trois grandes familles: les Polyphénols, les terpènes et les alcaloïdes

De nombreuses activités thérapeutiques de cette épice sont attribuées à la présence de pipérine en dehors d'autres constituants chimiques. Alcaloïde ,flavonoïdes,Polyphénols ,L'huile essentielle, oléorésine, acide aminés libre,

Classification :

Rigne :plant
Sous règne :trachenobionta
Division :magnoliophyta
Classe : magnoliopsida
Sous-classe: magnoliidae
Ordre: piperales
Famille: piperaceae
Genre:Piper
Espèce:Piper nigrum

1.11.2 Produits chimiques :

Les différents produits chimiques utilisés durant notre expérimentation sont résumés dans

Les tableaux suivants :

Tableau 2-3: Solvants chimiques

Réactifs	Marque	Rôle
Ether de pétrole (40-60)	Sigma-Aldrich	Elimination de la phase apolaire
Méthanol (99%)	Chemopharma	Extractions des polyphénols
De bleu de bromothymol BBT	Biochem Biopharma	Indicateur coloré
Hydroxyde de sodium NaOH	Biochem Chemopharm	Titration acido-basique
Acide chlorhydrique 35-38 %	Biochem Chemopharm	Dosage de carbonats

1.11.3 Instruments utilisés :

Les principaux instruments utilisés sont cités dans le tableau suivant :

Tableau 2-4:

Instruments	Noms	Description
Spectrophotomètre UV/Visible	SHIMADZU UV1800	Un appareil qui nous permet de faire une mesure spectrométrique entre 200-800
Spectrophotomètre infra-rouge	SHIMADZU FTIR-8900	Un appareil qui nous permet de faire est de mesurer la quantité de lumière absorbée par un échantillon
Evaporateur Rotatif	HEIDOLPH	Le principe de cet appareil est basé sur la distillation simple sous vide, qui permet d'éliminer rapidement de grandes quantités de solvant

Microscope optique	Optika Microscope Italy Series	Le microscope optique est un système optique à lentilles dont le but est d'obtenir une image agrandie de l'objet observé.
--------------------	--------------------------------------	---

1.12 Méthode :

1.12.1 Préparation de matériel végétale

1.12.1.1 Récolte de la plante :

Dans ce travail, les expériences ont été réalisées l'inule visqueuse et les noix de pécan, les feuilles de poivrier provient des champs situés dans deux régions différentes de l'Algérie La région de Médéa et blida.

Les plants ont été soigneusement nettoyés pour éliminer les impuretés, les débris et les contaminants.

1.12.1.2 Séchage :

Pour le séchage de l'*Inula viscosa*, les feuilles et les fleurs ont été récoltées à maturité, nettoyées, puis étalées en une seule couche sur des plateaux. Elles ont été séchées à l'ombre dans un endroit bien ventilé jusqu'à ce qu'elles deviennent croustillantes.

Les noix de pécan ont été récoltées lorsqu'elles étaient mûres, débarrassées de leurs coques, et nettoyées pour éliminer les impuretés. Elles ont ensuite été étalées sur des plateaux et séchées à l'air libre dans un endroit bien ventilé jusqu'à ce qu'elles soient complètement sèches et croquantes.

Pour le *Piper nigrum*, les feuilles ont été récoltées à maturité, nettoyées, puis étalées en une seule couche sur des plateaux ou des grilles. Elles ont été séchées dans la tuve un à une température de 50-60°C jusqu'à ce qu'elles soient complètement sèches.

En suivant ces méthodes de séchage spécifiques pour chaque plante, on a assuré une déshydratation efficace tout en préservant leurs propriétés biologiques et thérapeutiques.

1.12.1.3 Broyage :

Une fois aux niveaux de laboratoire les feuille de l'inule, poivrier et le noix de pécan sont broyées avec un broyeur électrique, à une vitesse contrôlée pour éviter la surchauffe, qui pourrait affecter la qualité de la poudre. Pour obtenir une consistance plus fine.

1.12.1.4 Tamissage :

Après broyage, les poudres obtenues ont été tamisées à l'aide de différentes tamis (100 µm) de type AFNOR-ASTM. Un tamis avec une maille adaptée à la taille des particules souhaitées est utilisé. Les fragments plus gros qui ne passent pas à travers le tamis sont renvoyés pour un broyage supplémentaire avant d'être tamisés à nouveaux.

1.12.2 Extractions des composées phénoliques

Divers solvants organiques peuvent être employés pour l'extraction des composés phénoliques. Parmi eux, le méthanol se distingue comme le solvant optimal, car il offre un rendement d'extraction supérieur et présente l'avantage d'être plus facile à éliminer.

La méthode d'extraction qui a été utilisé, l'extraction par ultrason.

1.12.2.1 Extraction assiste par ultrason :**Principe :**

L'extraction par bain ultrasonique consiste à appliquer des ultrasons de fréquence moyenne sur le matériel végétal immergé dans un solvant (méthanol) et de l'eau distillée contenue dans le bain. Les ultrasons provoquent un réchauffement de l'eau dans le bain et facilitent la libération des composés chimiques présents dans le matériel végétal vers le solvant.

Les extraits méthanolique sont préparé par la méthode suivante :

Mode opératoire :**Délipidation :**

50 g de poudre des trois plants sont introduit chaque 'un dans un ballon , Une quantité de 270 ml d'Ether de Pétrole est versée dans ces ballon sous agitation magnétique pendant 10 min, ensuite le mélange et filtré sous vide. Le dépôt solide et récupérer pour l'extraction de polyphénols.

1.12.2.2 Extraction des Polyphénols

Tout d'abord, la poudre préalablement récupérée est introduite dans un ballon contenant 270 ml de méthanol, puis placée dans un bain ultrasonique en tenant compte des paramètres optimisés (température et durée). L'extraction dans le bain ultrasonique dure 25 minutes à une température de 80°C. Après refroidissement, le solvant méthanolique contenant les polyphénols est récupéré pour l'étape suivante.



Figure 2-4 : L'extracteur bain ultrason

1.12.2.3 Elimination du solvant :

Le méthanol des différents échantillons a été évaporées à l'aide d'un évaporateur rotatif



Figure 2-5: Elimination du solvant « méthanol » par le rotavapeur

Les extraits secs obtenus sont pulvérisés et conservés dans des boîtes pétries jusqu'à leur utilisation pour les différents tests.



Figure 2-6: élimination totale de solvant

1.12.3 Détermination du rendement d'extraction :

Le rendement des extraits méthanoliques est le rapport entre le poids de l'extrait sec et le poids du végétale en poudre utilisée. Il est exprimé en pourcentage selon la formule suivante :

$$R(\%) = \frac{p(s)}{P(p)} \cdot 100$$

Où :

Ps : Poids de l'extrait sec en gramme (g).

Pp : Poids de la poudre en gramme (g).

Screening phytochimique

Ce test phytochimique a été réalisé pour identifier le métabolite secondaire existant dans la plante. Le test est effectué sur l'extrait végétal de la poudre des feuilles des plante.

1.12.4 Mis en évidence de polyphénol :

1.12.4.1 Préparation des solutions :

Solution de solution Na₂CO₃ (7.5%) :

J'ai pesé 0,75 g de Na₂CO₃, puis je l'ai mélangé avec de l'eau distillée jusqu'à obtenir un poids total de 10 g (Na₂CO₃ + eau).

1.12.4.2 Préparation de solution de l'extrait :

0.6 g d'extrait qu'on a obtenu de chaque plant a été dissolue avec 10 ml d'éthanol.

1.12.4.3 Préparation de solution de folin :

1 ml de folin bien mélanger avec 10 ml de l'eau distillé

1.12.5 Mode opératoire des polyphénols :

0.2 ml d'extrait méthanolique d'*Inula Viscosa*, le noix de pécan et le poivrie chaque un seul sont ajoutés à 0.8 ml de la solution de carbonate de sodium Na₂CO₃ (7.5 %) après agitation 1 ml de la solution de folin- ciocalteu est ajouté à l'ensemble après 20 minutes d'incubation a l'obscurité.

L'apparition de la couleur bleue confirme la présence des polyphénols

1.12.6 Dosage des polyphénols :

Le dosage des polyphénols à l'aide du réactif de Folin-Ciocalteu est une méthode largement adoptée pour évaluer la teneur totale en composés phénoliques. Cette approche s'est répondeue dans la caractérisation des extraits végétaux provenant de diverses sources botaniques.

0,2 ml de l'extrait méthanolique dilué (250 µg/ml) ont été mélangés avec 1,5 ml du réactif de Folin-Ciocalteu (1/10). Après un repos de 5 minutes à l'obscurité, 1,5 ml de la solution Na₂CO₃ (7,5%) ont été ajoutés au mélange. Suite à une incubation de 90 minutes à 23°C, l'absorbance

Pour quantifier les polyphénols, une courbe d'étalonnage linéaire ($Y = a X$) a été établie en utilisant un extrait étalon, l'acide gallique, à différentes concentrations dans les mêmes conditions que l'échantillon. Les résultats sont exprimés en milligrammes équivalents d'acide gallique par gramme d'extrait brut (mg EAG/g EB).

$$A = \epsilon c$$

Ou ;

A ;l'absorbance

C :concentration du polyphénole

Tableau 2-5: L'absorbance des trois échantillon

Les échantillons	Pécan	Inula	Poivrie
Abs	0,7926	0,6013	0,4930

- **Conclusion :**

L'extraction par ultrasons des noix de pécan, du faux poivrier et de l'inule visqueuse présente une méthode efficace pour obtenir des composés bioactifs de ces plantes. Cette technique offre plusieurs avantages, notamment une extraction rapide, une efficacité accrue grâce à la rupture des parois cellulaires et une meilleure préservation des composés sensibles à la chaleur. Les extraits obtenus peuvent être utilisés dans divers domaines tels que l'industrie pharmaceutique, alimentaire et cosmétique, offrant ainsi de nouvelles perspectives pour l'utilisation de ces plantes dans des applications diversifiées et innovantes.

1.13 Autopsie membranaire et application des extrait verts :

L'objectif de l'autopsie d'une membrane d'osmose inverse est d'identifier et caractériser les dégradations et l'encrassements survenus durant son utilisation, afin d'optimiser son efficacité et prolonger sa durée de vie. Ce processus comprend une inspection visuelle initiale, suivie d'analyses chimiques et physiques pour identifier les dépôts incrustés, en utilisant des techniques telles que la microscopie électronique et la spectroscopie infrarouge. Les résultats obtenus permettent de concevoir un plan de nettoyage utilisant des extraits bio, des extraits de plantes, pour dissoudre les encrassements organiques et inorganique de manière écologique. Après le nettoyage, les résultats sont comparés à l'état de la membrane avant le traitement bio, évaluant l'efficacité du nettoyage bio sur la performance et la propreté de la membrane.

1.13.1 Station de prélèvement :

La membrane usagée utiliser dans ce travail a été procurée de la station de dessalement de Skikda après 5 années de filtration.

1.13.2 Présentation du Station de dessalement Skikda :

L'usine de dessalement se trouve en bordure de mer dans la région de la wilaya du Skikda, son entrée de production est mars 2009.

La capacité de production de l'unité est de 100 000 m^3 /jours, sur 5 lignes de 20 000 m^3 /jours chacune, avec une conversion de 47% cela suppose un débit de capture de 8.998 m^3 /heure.



Figure 2-7:

1.13.3 Caractérisation de la membrane :

Tableau 2-6: caractéristiques de la membrane

Caractéristique	Membrane
Fabriqueur	Hydranautics
Model	SWC5-LD
Matériaux de la membrane	Polyamide composite
Configuration	Spirale
Fleux(27.3
Pression MPA	8.27
Poids vierge	16.4kg
Temps d'opération	5 ans

1.13.4 Autopsie de la membrane :

1.13.4.1 Observation visuelle externe des membranes usées

L'observation visuelle externe vise à évaluer l'état de dégradation des différents composants de la membrane usée, notamment :

- Le joint d'étanchéité (côté rétentat et côté perméat) ;
- L'enveloppe extérieure ;
- La tête d'empotage.

Les 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.



Figure 2-8: Membrane spiral Hyd

1.13.4.2 La dissection des membranes usées :

La découpe du module, est réalisée en coupant ce dernier en disques. Les feuillets en contact avec la coque sont retirés et éliminés. Seuls les feuillets de membrane attachés aux tubes collecteurs sont conservés.



Figure 2-9: photographie d'un Membrane coupé en disque

D'après l'observation visuelle externe, on a remarqué que le disque du milieu est le plus colmaté. C'est pour cela qu'il a été choisi pour un diagnostic plus approfondi. On doit d'abord dérouler l'ensemble des membranes superposées, ensuite découper chacune d'elles

1.13.4.3 Evaluation interne :

Une fois les membranes ouvertes et déroulées en feuilles individuelles, la surface interne a été inspectée visuellement pour détecter toute contamination, accumulation de débris, biofilm ou tartre sur la membrane RO.



Figure 2-10: vue générale des filtres de membrane a étudiée

1.13.4.4 Teste d'intégrité :

Plusieurs tests ont été réalisés pour évaluer les dommages physiques et chimiques de la membrane. Le test au bleu de méthylène a été utilisé pour détecter les dommages structurels de la membrane, tandis que le test à la Rhodamine B a permis de déterminer si la membrane avait été compromise par une exposition à un oxydant ou par une attaque physique. De plus, le test de Fujiwara a été employé pour identifier la présence de niveaux significatifs de composés polyhalogénés.

1.13.5 Analyse des composés organiques

La teneur en composés organiques du foulant a été déterminée par la méthode de la perte au feu (LOI : Loss on Ignition). Cette technique, couramment utilisée, permet d'estimer la quantité de matière organique dans un échantillon. Lors du processus, la matière organique est oxydée à une température de 500-550 °C, produisant du dioxyde de carbone et des cendres. La diminution de poids résultant de cette réaction est mesurée en pesant l'échantillon sec avant et après chauffage (LOI à 105 °C), fournissant une estimation précise de la matière organique présente.

1.13.5.1 Test d'entartrage au carbonate :

Ce test permet de détecter l'entartrage au carbonate et cela en versant quelques gouttes de l'acide hydrochlorique sur d'un film de la membrane.

1.13.5.2 Techniques de caractérisation de la surface (analytiques)

1.14 Analyse qualitative par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR)

1.14.1 Définition

La lumière infrarouge (IR) est une radiation électromagnétique située dans la gamme des nombres d'onde inférieurs à 12500 cm⁻¹ (Figure II.19). Ce domaine se subdivise en trois catégories [1] :

- 12500 cm⁻¹ - 4000 cm⁻¹ : Proche IR
- 4000 cm⁻¹ - 400 cm⁻¹ : IR Moyen
- Inférieur à 400 cm⁻¹ : IR Lointain

1.14.2 Analyse de films de la membrane en polyamide

Les spectres FTIR des films de la membrane en polyamide avant traitement sont obtenus en mode adsorption. Pour ce faire, un échantillon de film est positionné sur un support. Avant l'analyse FTIR, les films de polyamide sont préalablement rincés avec de l'eau ultrapure, puis séchés dans une étuve à 27-30 °C pendant une nuit.

1.15 La diffraction des rayons X (DRX) :

L'Analyse par diffraction de rayons X (DRX) de films (2x2cm²) des membranes en polyamide avant et après le traitement, est faite en plaçant le film sur une porte à échantillon en acier inox. La diffractométrie de rayons X (DRX) a été utilisée pour caractériser la structure cristallographique et la taille des grains.

1.15.1 Analyses microscopiques :

1.15.1.1 Le microscope optique :

Un microscope optique Laica M165C est utilisé pour examiner et vérifier la microstructure et l'état de surface des échantillons, avant de réaliser les essais sur les films de la membrane et les observations au microscope électronique. Cela permet d'obtenir des grossissements plus élevés et d'explorer plus en détail les différentes zones de la surface.

1.15.1.2 La microscopie électronique à balayage (MEB) :

L'analyse par microscope électronique à balayage couplée à la spectrométrie de rayons X à dispersion d'énergie (MEB-EDX), est utilisée dans cette recherche pour obtenir une vue générale et détaillée sur la surface de la membrane. Cette méthode permet de visualiser l'extension du colmatage, les marques d'abrasion, et de déterminer la composition élémentaire du colmatage.

1.15.2 Traitement et application des extraits verts sur la surface de la membrane :

Dans cette section expérimentale, nous allons décrire le processus de décolmatage de la membrane en utilisant des extraits verts. Cette méthode vise à restaurer l'efficacité de la membrane en éliminant les encrassements accumulés de manière écologique.

1.15.2.1 Préparation de la Membrane :

Rincer la membrane avec de l'eau ultrapure pour éliminer les impuretés superficielles. Et laisser sécher pendant une nuit

1.15.2.2 Préparation de la solution de traitement :

Après avoir découpé la membrane en films de 2x2 cm pour les traiter, nous avons préparé une série de solutions pour décolmaté les films. Ces solutions incluent des extraits de trois plantes médicinales.

On prépare pour cela, les solutions de traitement comme indiquées dans le tableau 2-6 :

1.15.3 Mode opératoire :

- 0.5 grammes de chaque extrait de IN, FP, NP a été introduit dans une série de 03 bécher de 100 ml. On verse avec un volume de 50 ml d'eau distillé. On mesure leur pH et conductivité avant traitement pour les faire comparer après sans et avec les films membranaires.
- Ensuite, on introduit une des tranches de film de membrane, dans les 50 ml de solution, sous agitation magnétique continue pendant 2 h, à une vitesse de 500 tr. H⁻¹
- A la fin du traitement, on récupère les films traités qu'on rince avec l'eau ultra-pure
- 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 nuit a l'air libre.
- Après séchage, les films ont été analysés par MEB, XRF, IR et DRX. Parallèlement, la conductivité et le pH des solutions après traitement ont été mesurés, ont également été analysées par titrage acido-basique pour déterminer les carbonates libérés par le décolmatage des films des membrane,

Tableau 2-7: Les différentes solutions utilisées pour le traitement des échantillons des membranes d'osmose inverse colmatées

Traitement	La membrane	La solution de traitement
Traitement 1 (T1)	Membrane 1	0.01 N de IN versé avec 50 mL de l'eau distillé
Traitement 2 (T2)	Membrane 2	0.01 N de FP versé avec 50 mL de l'eau distillé
Traitement 3 (T3)	Membrane 3	0.01 N de NP versé avec 50 mL de l'eau distillé

1.16 Analyses physicochimiques du suivi du traitement de décolmatage des membranes.

1.16.1 Analyses quantitatives :

Les analyses physico-chimiques de la solution des extraits verts de membranes immergées ont été effectuées avant et après le traitement. Des mesures du pH, de la conductivité électrique dosage des carbonnats ont été prises pour évaluer les changements. Ces analyses permettent de déterminer l'efficacité du traitement et les interactions entre les extraits de plantes et les membranes, révélant des informations sur la dégradation des contaminants.

1.16.2 Le potentiel d'hydrogène (pH) :

Le (pH) est se Mesuré avec un multi paramètre de paillasse HANNA, indique la concentration d'ions hydrogène (H⁺) en solution, déterminant l'acidité ou l'alcalinité de l'eau sur une échelle de 0 à 14. Une valeur de 7 correspond à un pH neutre.

1.16.3 La conductivité :

La conductivité est la mesure de la capacité d'une solution à conduire un courant électrique. Et d'avoir très rapidement une idée sur la concentration des sels dissous dans la solution ,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 multiparamètre de paillasse de la marque HANNA ; Notons que cet appareil permet également de mesurer les solides totaux dissous (la TDS).

1.16.4 Dosage Acido-Basique des Carbonates (CO₃²⁻)

1.16.4.1 Réactifs Utilisés :

- **Solution de bleu de bromothymol** : indicateur coloré à 0,1 g dans 100 ml donc (0,01%).
- **Solution de NaOH** : concentration de 0,02 N.

1.16.5 Mode Opérateur :

Les carbonates des films membranaires sont dosés indirectement en mesurant les acides restants après traitement.

Pour effectuer le dosage, prélevez 4 ml des solutions à la fin de chaque traitement à l'aide d'une pipette de 5 ml et introduisez-les dans un erlenmeyer de 100 ml. Ajoutez ensuite 6 ml d'eau distillée à l'aide d'une pipette de 10 ml, puis ajoutez 2 gouttes de l'indicateur coloré, le bleu de bromothymol. Titre la solution en ajoutant goutte à goutte la solution de NaOH à 0,02 N jusqu'à ce que la couleur passe du jaune au bleu verdâtre. Notez le volume de NaOH utilisé (Vb).

Pour le dosage des solutions avant traitement, appliquez la même procédure et notez le volume de NaOH utilisé (Va). Répétez les deux titrages au moins deux fois et calculez la moyenne des volumes de NaOH utilisés.

Expression des résultats :

$$[c_{03}^{2-}] = (\text{NaOH}/2) \times [(V_b - (V_a))] / 10 \dots \dots \dots \text{Equation 03}$$

Avec : {V_b : Volume de NaOH avant le traitement (ml), V_a : Volume de NaOH après le traitement (ml)}.

Analyse qualitative des membranes disséquées

- Analyses par spectroscopie infrarouge
- Analyse par la diffraction de rayon X (DRX).
- Analyse par la microscopie en Balayage (MEB)
- Analyse analytique spectrométrie par fluorescence X R F

• Conclusion :

L'autopsie d'une membrane d'osmose inverse est une procédure essentielle pour évaluer et améliorer la performance des membranes utilisées dans les systèmes de purification de l'eau. Elle comprend l'analyse détaillée de la surface de la membrane pour détecter les dommages, dépôts ou autres anomalies, suivie de tests physico-chimiques pour mesurer la perméabilité, la rétention des sels et la morphologie des pores. Cette évaluation permet d'identifier les causes potentielles de dégradation et de proposer des solutions pour prolonger la durée de vie et optimiser l'efficacité des membranes dans le traitement des eaux et des effluents.

CHAPITRE 3

3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

Le troisième chapitre de ce mémoire est consacré à la présentation des résultats obtenus dans l'extraction des extraits verts et durant le traitement de décolmatage des membranes de l'osmoseur inverse, par des analyses effectuées sur les solutions des traitements et sur les membranes traitées.

1.17 Le rendement d'extraction du 03 échantillon :

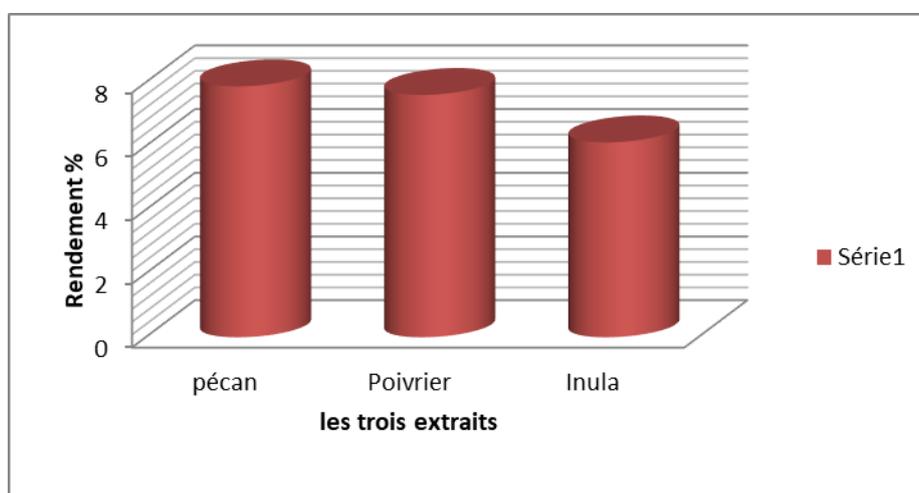


Figure 3-1: Histogramme de rendement d'extraction des trois plants

Parmi les trois plantes étudiées (Pécan, Poverie, Inula), le rendement d'extraction est le plus élevé pour le Pécan, suivi de la Poverie, et enfin de l'Inula. Cela signifie que le Pécan produit la plus grande quantité d'extrait, tandis que l'Inula en produit le moins.

1.18 Les résultats d'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) du trois extrait :

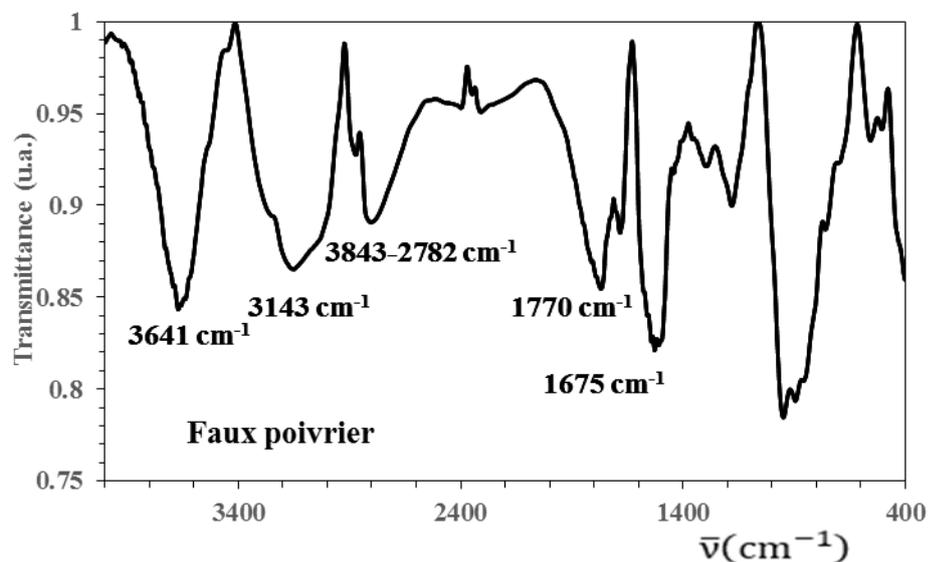


Figure 3-2 : résultats IR d'extrait de Faux poivrier

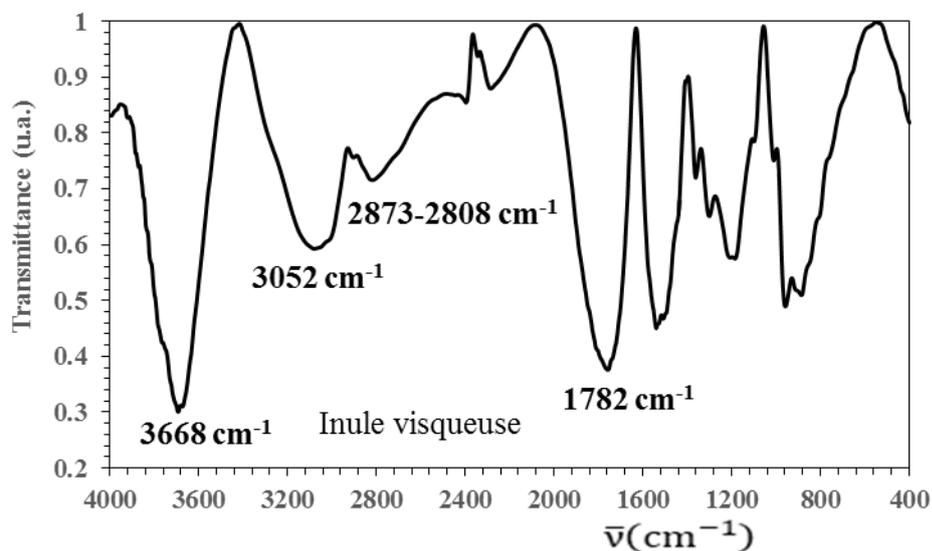


Figure 3-3 : résultats IR d'extrait de l'inule visqueuse

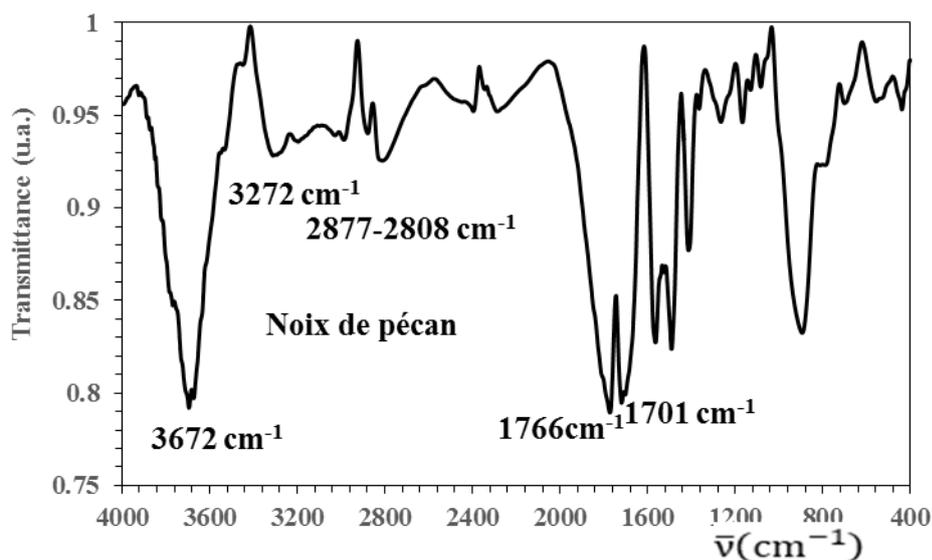


Figure 3-4 : résultats de IR du noix de pécan

Les extraits respectifs du Faux poivrier, de l'inule visqueuse et des noix de pécan possèdent des spectres IRTF caractérisé par la présence des profils semblables avec de petite différence dans la région 4000-1600 cm^{-1} par contre la zone comprise entre 1600-400 cm^{-1} représente l'empreinte des extraits. Au niveau de la région caractéristique des groupements fonctionnels, des vibrations des liaisons OH des phénols est visible au environ de 3600-3400 cm^{-1} . Des vibrations des liaisons C-H des groupements méthyles et méthylènes caractéristiques des composés organique se situent entre 2980-2850 cm^{-1} , mais le plus important dans ces spectres sont les liaisons des groupements carbonyles C=O localisés à 1770 et 1700 cm^{-1} des fonctions carboxyliques et cétones.

1.19 Dosage des polyphénols

L'analyse quantitatives des polyphénols est déterminée à partir de l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage, tracée en utilisant l'acide gallique comme standard (**Figure3-5**).

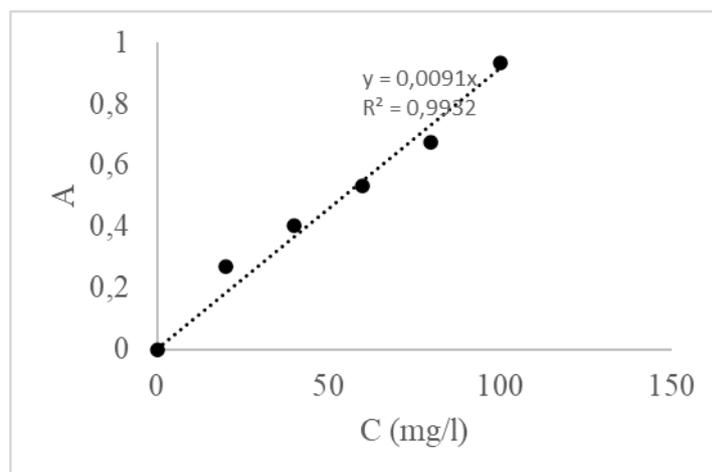


Figure 3-5: Courbe d'étalonnage d'acide gallique

1.20 Les concentrations de polyphénols des trois échantillons

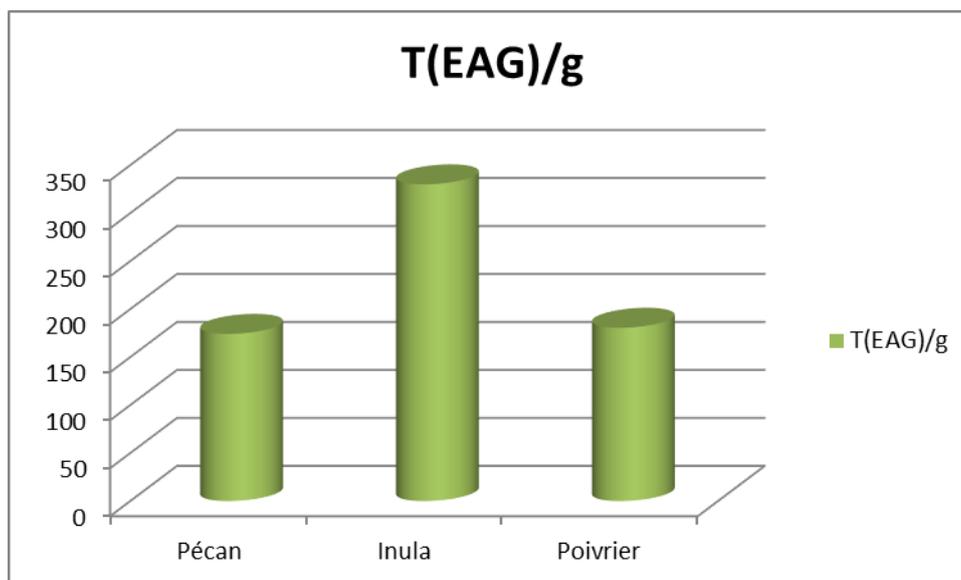


Figure 3-6: Concentration du polyphénol dans trois échantillon

Les teneurs en polyphénols des différents échantillons varient entre 174.18 et 330 mg EAG/g. La concentration la plus élevée des polyphénols a été mesurée dans l'échantillon de l'inula, avec une concentration de 330 « mg EAG/g. de noix de pecan et le poivrie sont assez riches aussi en composés Phénoliques

1.21 Observation visuelle externe :

On observe une dégradation peut résulter d'une pression de service élevée, d'un mauvais montage des modules membranaires dans les carters de pression, ou encore de l'obstruction des ouvertures des membranes par des colmatants, entraînant une surpression exercée sur celles-ci. Sur l'enveloppe extérieures et des incrustations aux extrémités de l'élément.

1.22 Observation visuelle interne :

La surface de la membrane présente des dépôts bruns, Le recouvrement de la totalité de surfaces membranaires par une couche indique la présence du colmatât, dont la nature reste encore à déterminer.



Figure 3-7: Photographie de la surface d'un membrane colmaté humide



Figure 3-8 : vue général membrane colmaté sec

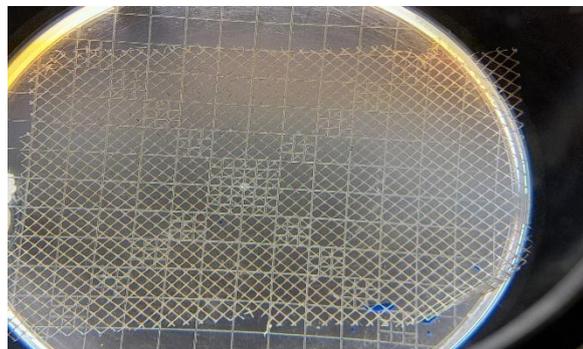


Figure 3-9: vue générale d'un séparateur à mail par le microscope optique

1.23 Résultats de l'inspection interne :

1.23.1 Teste d'intégrité :

1.23.1.1 Test au bleu de méthylène :

Le test au bleu de méthylène est réalisé pour identifier les dommages causés par des contraintes physiques ou des réactifs chimiques.



Figure 3-10: Test du bleu de méthylène sur la membrane

Le bleu de méthylène appliqué sur la membrane, confirmant ainsi l'état dégradé de la membrane.

1.23.1.2 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 3-11 : Test aux rhodamines sur la membrane

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

1.23.1.3 Test de Fujiwara :

Le test de Fujiwara est employé pour évaluer les dommages significatifs des polyamides, causés par la combinaison de composés halogénés avec le réseau polymère des polyamides aromatiques dans les membranes d'osmose inverse.



Figure 3-12 : Test Fujiwara sur la membrane

Cette méthode repose sur la réaction de la pyridine dans un environnement fortement alcalin à base de NaOH, qui produit une coloration rose clair, indiquant la présence d'halogène dans le sol.

1.23.1.4 Taux de cendre :

La perte au feu (loss on ignition test) est une méthode courante et largement utilisée pour estimer la teneur organique des dépôts. La matière organique est oxydée à 500-550 °C en dioxyde de carbone et en cendres. La perte de poids durant cette réaction est facilement mesurée en pesant l'échantillon sec (LOI à 105 °C) avant et après chauffage, ce qui est étroitement corrélé à la teneur en matière organique.

La membrane est constituée principalement de la matière inorganique avec 70,47%

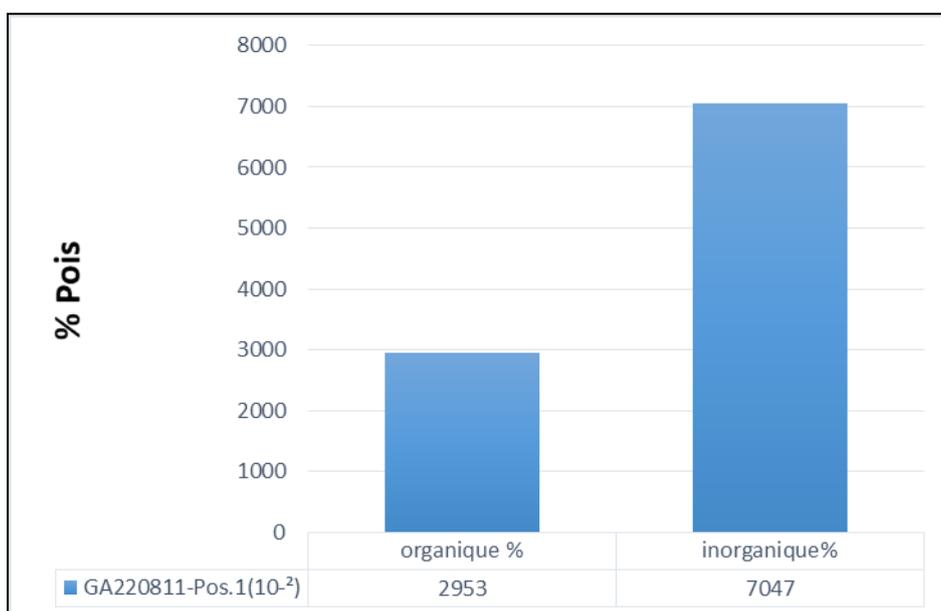


Figure 3-13 : représentation graphique de Taux de cendre.

1.24 Résulta et discussion du traitement appliqué sur la membrane :

1.24.1 Résultats du potentiel (pH) :

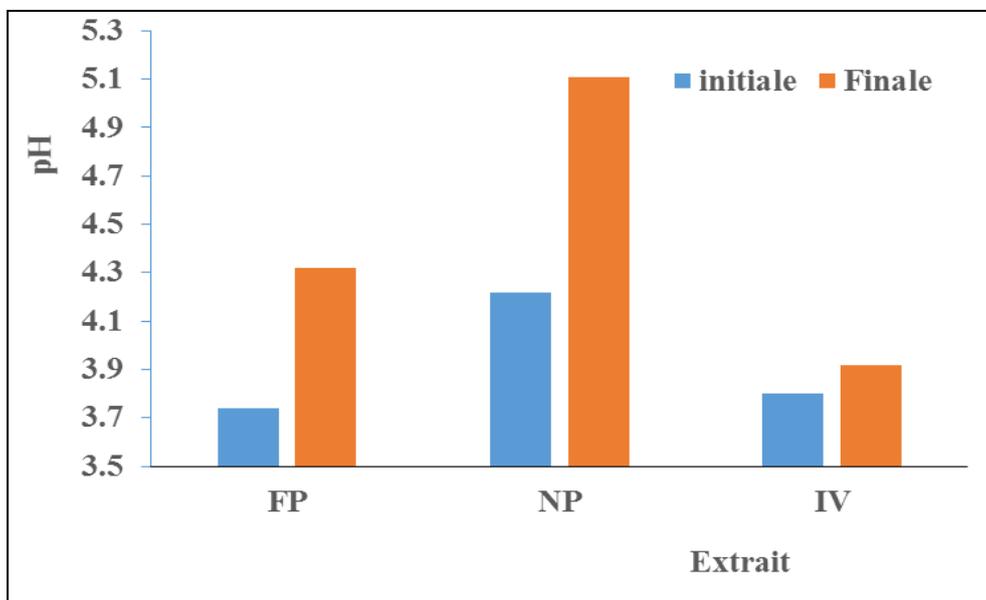


Figure 3-14: Variation de ph des solutions avant et après le traitement

Le pH des solutions des extrais du Fois de poivrier (FP); des noix de pécan (NP) et de l’Inule visqueuse (IV) sont des acides synonyme de la présence de molécules à caractère acide dans les 3 extraits. L’analyse des histogrammes permet de distingué le caractère acide marqué de la solution aqueuse de l’extrait du Faux poivrier par rapport à celui des extraits de l’Inule visqueuse et des noix de pécan. Cependant, le traitement de la membrane d’osmose inverse colmatée avec ces solutions aqueuses à base des 3 extrais ,Provoque une augmentation du pH de ces solutions traduisant ainsi une diminution des molécules à caractère acide des extraits ou une réaction de ces molécules avec des espèces présents sur les membranes traitées. Cette augmentation est plus marquée avec l’extrait des noix de pécan par rapport aux extraits du Faux poivrier et de l’inule visqueuse.

1.24.2 Résulta de conductivité :

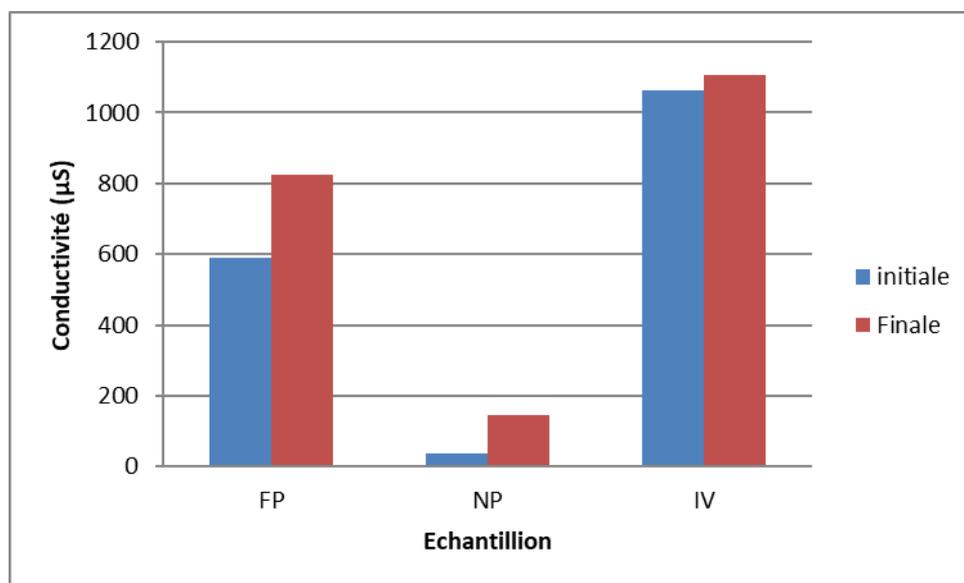


Figure 3-15: variation de la conductivité avant et après traitement

La variation de la conductivité des solutions des 3 extraits avant et après leurs contacts avec la membrane d'osmose inverse colmatée est plus marquée pour l'extrait de foie de poivrier que pour les 2 autres extraits. La quantité de paires d'ions relargués par l'extrait foie de poivrier.

1.24.3 Résulta de traitement de bicarbonate :

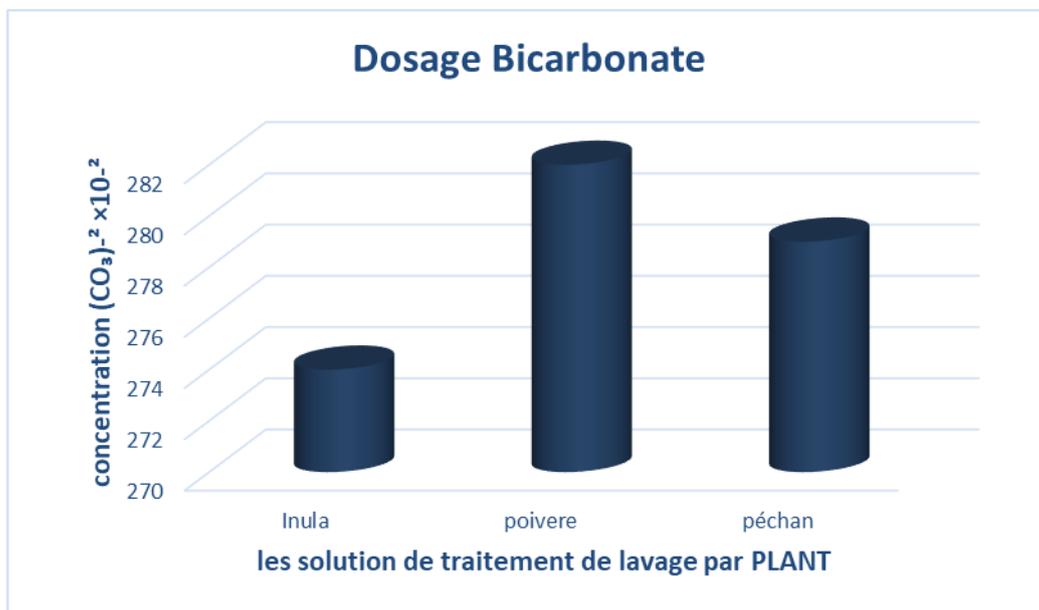


Figure 3-16: la concentration des carbonates dans la solution de traitement après lavage.

Après lavage, des fortes concentration des carbonates sont apparus dans les solution après lavage, la plus élevés est de 0,000282 mg /L.Ceci prouve que la solution le fois de poivrier et plus efficace pour dissoudre et éliminer les dépotes de tartres.

1.25 Résulta et discussion d'analyses des solution après traitement par spectrophotométrie UV-visible :

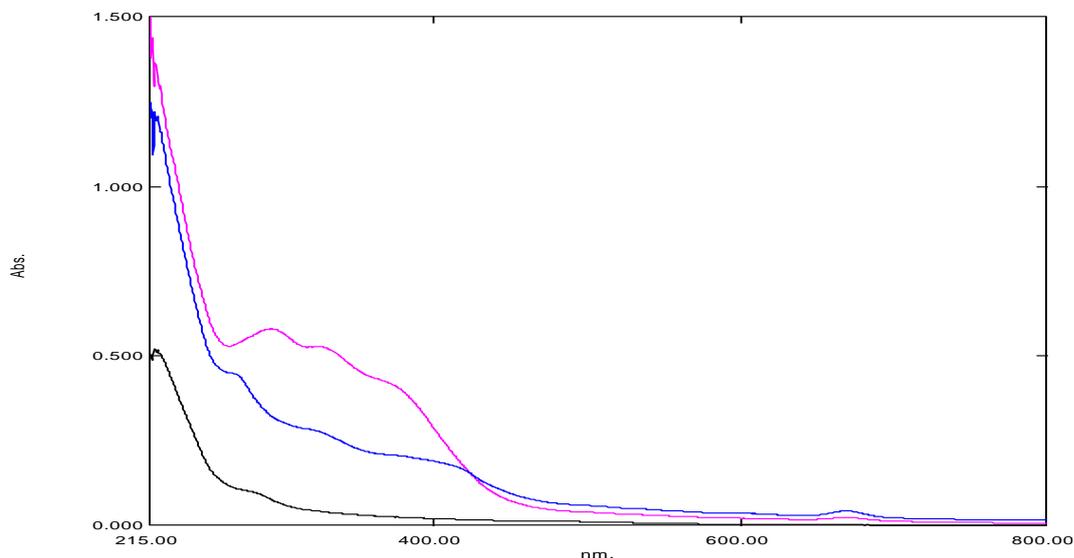


Figure 3-17 : courbe représente les spectres d'analyses du trois solutions après traitement

L'analyse des spectres UV-Vis des solutions des extraits récupérée après leurs en contacte avec la membrane d'osmose inverse colmatée sont caractérisées par leurs absorptions principales dans la région UV en dessous de 400 nm. Le spectre UV-Vis du faux poivrier est caractérisé par la présence de 3 bandes d'absorption. De l'autre coté dans l'extrait de l'inule visqueuse, les mêmes bandes sont identifiés mais dont l'intensité est moins importante par contre l'extrait des noix de pécan est pauvre en absorption et par conséquent la disparition de toutes les molécules après contacte avec la membrane d'osmose inverse colmatée

1.26 Résultat et discussion d'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) sur les membrane traité :

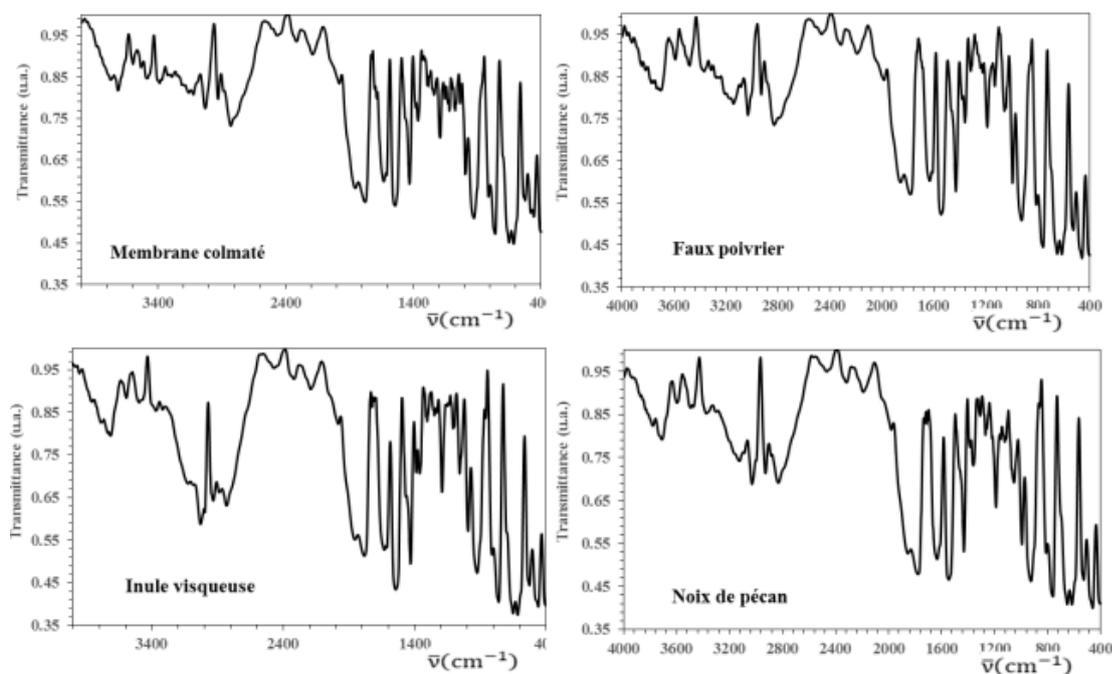


Figure 3-18: Les spectres IRTF de la membrane colmatée et traitée par les 3 solutions aqueuses

Les extraits méthanoliques respectifs du faux poivrier, de l'inule visqueuse des noix de pécan sont similaires sauf dans le cas l'inule visqueuse et d'un degré moins de la matière organique est identifiée sur les 2 spectres IRTF localisée entre 3024 et 2850 cm^{-1} .

1.27 Résultat et discussion d'analyses par la microscopie en Balayage (MEB) du membrane traité :

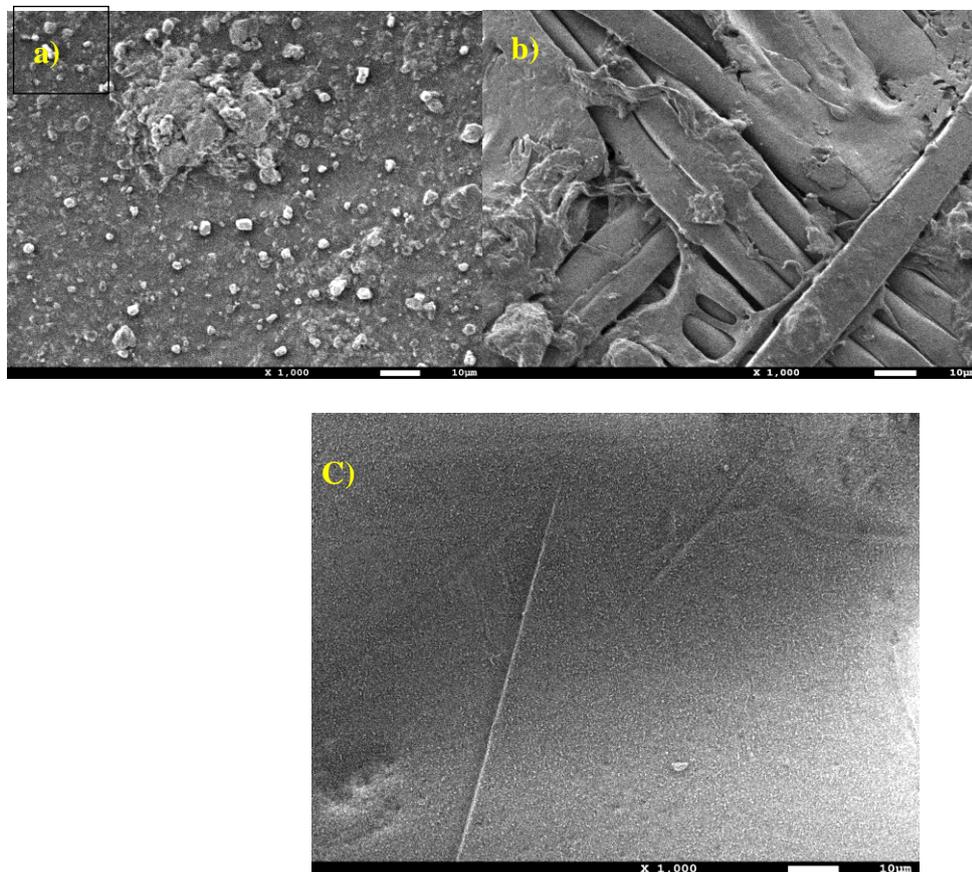


Figure 3-19 : Micrographe MEB, a) membrane colmatée, b) membrane colmatée traitée avec l'extrait du Faux poivrier et c) membrane colmatée traitée avec l'extrait des noix de pécan.

Les micrographes a), b) et c) représentent respectivement la membrane colmatée, la membrane traitée avec une solution d'extrait méthanolique du faux poivrier et celle traitée avec une solution d'extrait méthanolique des noix de pécan.

Sur le micrographe de la membrane colmatée, des dépôts sous formes agglomérat et de particules minérales sont visibles sur la surface de la membrane. Cependant, une couche sous formes de bétonnés est observée sur la surface de la membrane avec de particule solide probablement de la cellule déposée sur la membrane d'osmose inverse utilisée par contre la membrane colmatée traitée avec l'extrait méthanolique des noix de pécan a permis d'avoir une surface lisse et propre comme est visualise sur le micrographe C).

1.28 Résultats et discussion d'analyses analytique spectrométrie par fluorescence XRF :

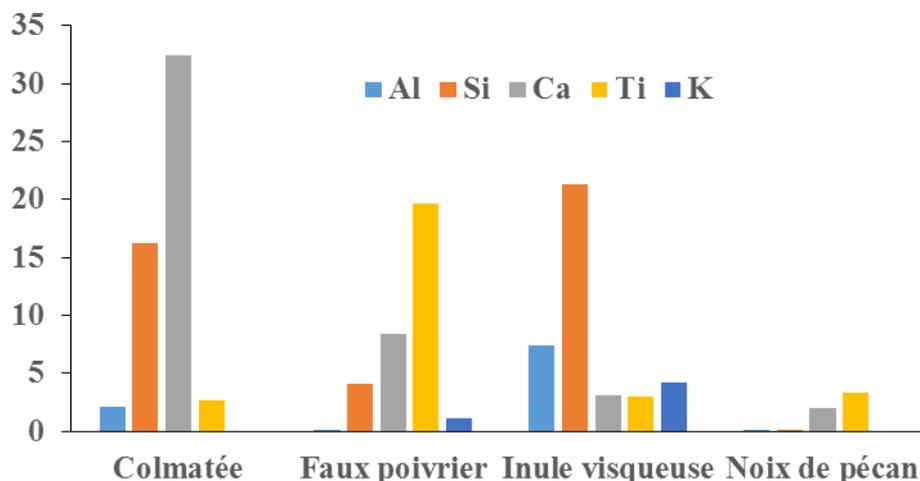


Figure 3-20: Représentation graphique des résultats XRF des éléments minéraux (Al, Si, Ca, K) sur la membrane traitée avec les trois extraits

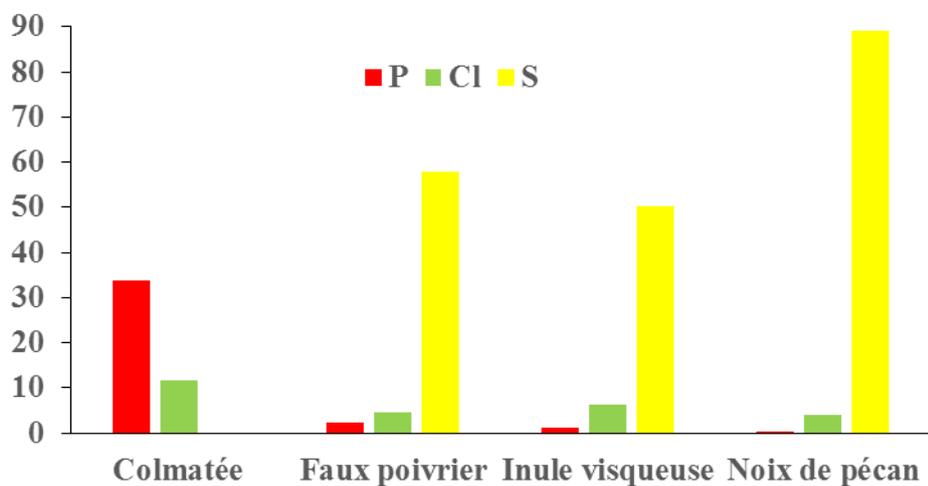


Figure 3-21 : Représentation graphique des résultats XRF des éléments minéraux (P, Cl, S) sur la membrane traitée.

L'analyse par fluorescence X a confirmé que la noix de pécan est la plus efficace pour réduire la quantité de dépôts minéraux, en particulier les sels de calcium et de magnésium.

responsable de l'entartage et pour l'inule visqueuse et le faux poivrier a montré des bons résultats pour éliminer les éléments minéraux (S, Cl).

1.29 Résultats de l'Analyse par diffraction de rayons (DRX) :

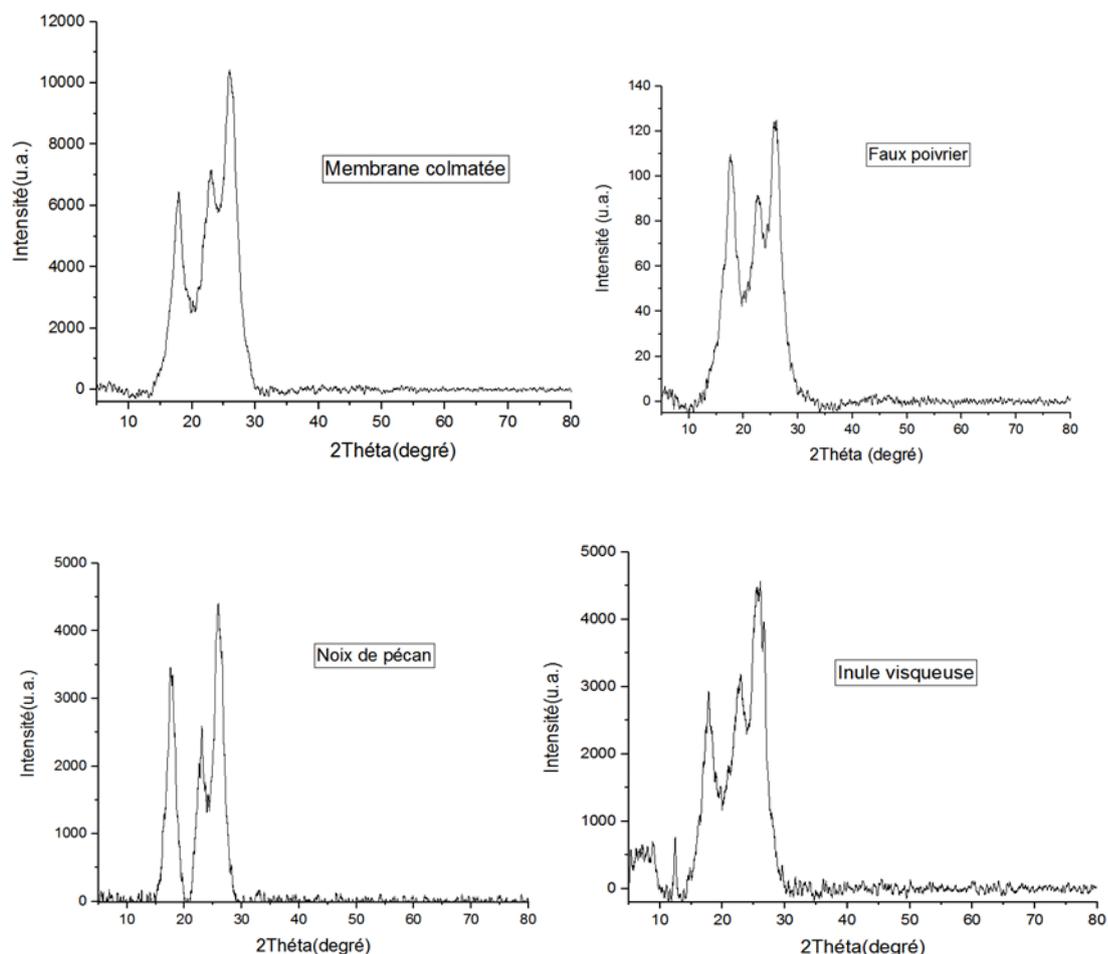


Figure 3.22 : spectre des analyses DRX sur la membrane traitée

Les spectres DRX montrent la présence de composés cristallins sur la membrane colmatée utilisée en osmose inverse et leurs intensités et leurs allures sont identiques avec de différences négligeables. Le colmatant minérale éliminé par l'intermédiaire de l'extrait du faux poivrier est plus important que celui éliminé par les extraits de l'inule visqueuse et des noix de pécan.

- **Conclusion :**

L'utilisation d'extraits de noix de pécan et d'inule visqueuse pour décolmater une membrane d'osmose inverse montre un potentiel intéressant. Ces extraits contiennent des composés bioactifs qui peuvent efficacement éliminer les dépôts organiques et minéraux qui obstruent

les pores de la membrane. Cette approche pourrait améliorer la perméabilité de la membrane et prolonger sa durée de vie en facilitant le nettoyage et la maintenance des systèmes d'osmose inverse. Des recherches supplémentaires sont nécessaires pour optimiser les concentrations et les méthodes d'application de ces extraits dans des applications industrielles spécifiques.

Conclusion général

La recherche sur le décolmatage des membranes d'osmose inverse par des extraits verts offre un potentiel significatifs pour améliorer l'efficacité et la durabilité des professeuse de purification de l'eau. En utilisant des extraits provenant de sources végétales, cette approche présent des avantage écologique, notamment en réduisent la dépendance a des produits chimique synthétique souvent utilisé dans les méthodes conventionnelles de nettoyage des membrane .

L'évaluation de l'efficacité de ces extraits et apparait par des analyses physicochimique l'augmentation du pH et de la conductivité de la solution de traitement, a montré une efficacité élevée pour dissoudre les dépôts organique et minéraux sur la membrane .l'extrait de faux poivrier est riche en pipérine et en composé phénolique a été particulièrement efficace pour éliminer les dépôts de tartre, comme il preuve la forte concentration de carbonates libérés dans la solution de traitement .

L'analyses par spectroscopie infrarouge a révélé que les extraits verts ont permis de réduire considérablement les dépôts organique sur la surface de la membrane, comme en témoigne la diminution des bandes d'absorption caractéristique des liaisons C-H et C=O les images de microscopie électronique a balayage ont montré que le traitement avec les extrait de noix de pécan et de faux poivrier a permis d'obtenir une surface beaucoup plus propre et lisse, avec une élimination significatifs des dépôts et l'analyses par fluorescence X a confirmé que les extraits verts on été efficaces pour réduire la quantité de dépôts minéraux, en particulier les sels de calcium et de magnésium .

Les perspectives de cette recherche sont prometteuses. Des efforts supplémentaires pourraient être dirigés vers l'identification des compose actifs présents dans les extraits verts et la compréhension des mécanismes sous-jacents de leur action sur les membrane. En outre, des études a plus grand échelle et des essai sur le terrain pourraient être envisage pour validé les résultats en laboratoire et explore les possibilité d'application industrielle a grand échelle.

ANNEXE

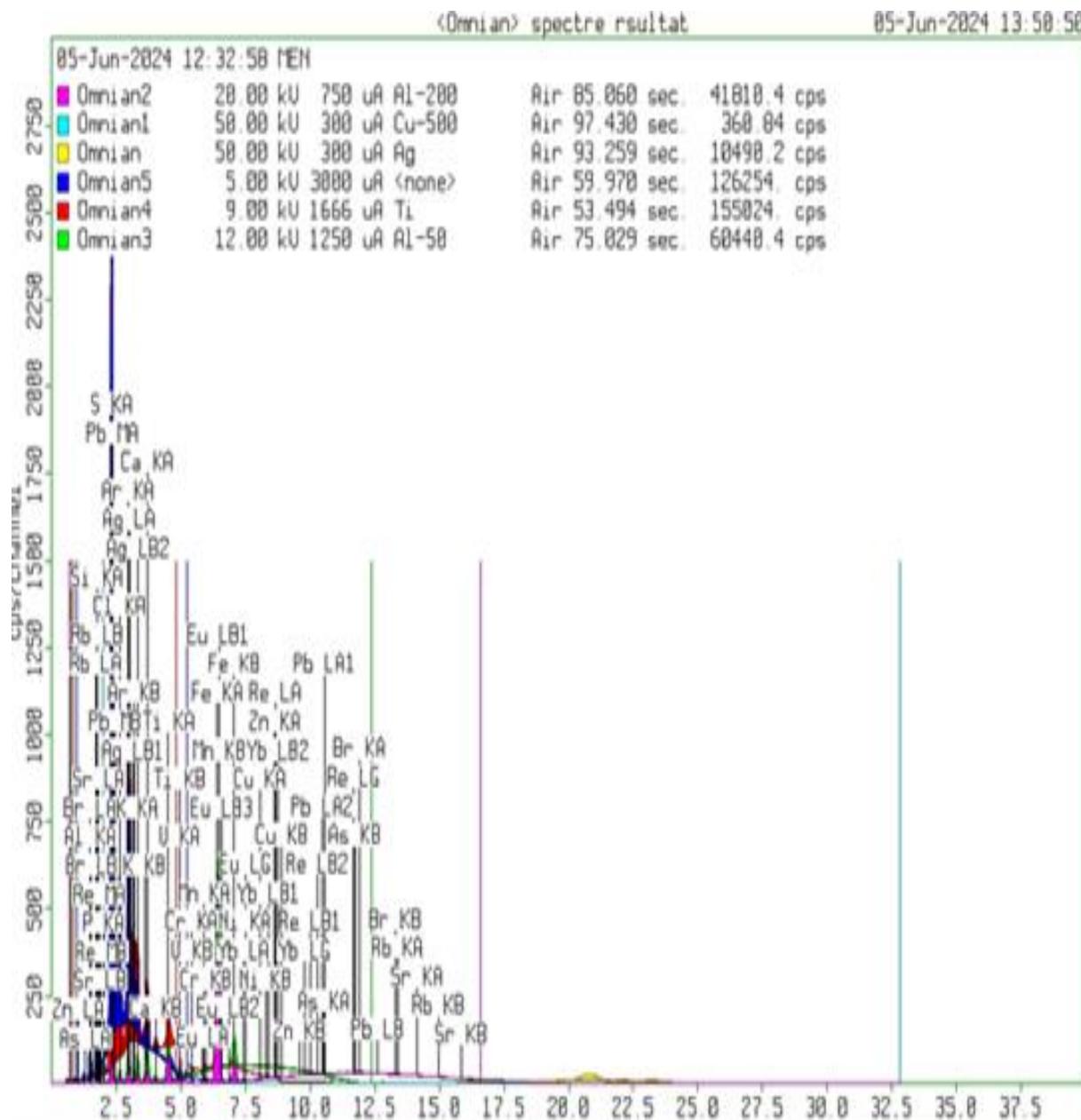


Figure: résultats spectrométrie XRF des trois plants.

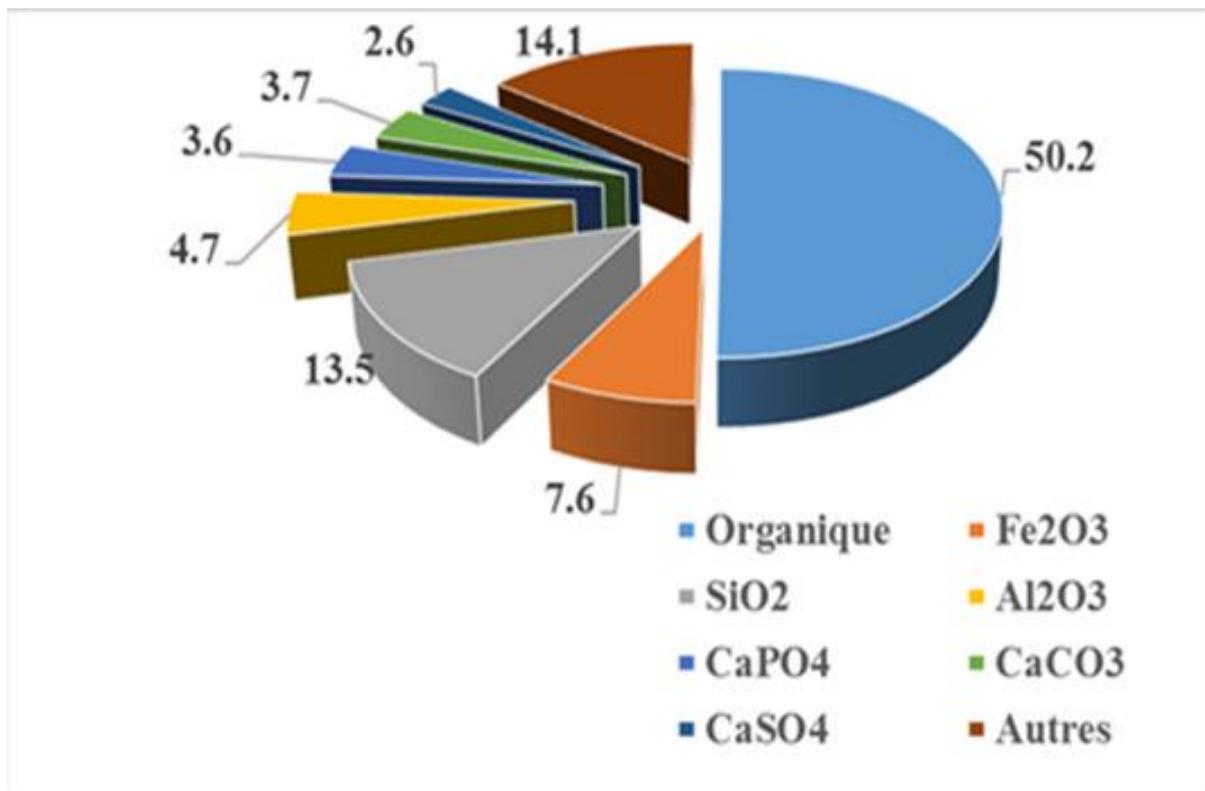


Figure : composition du colmatage des membranes d'osmose inverse pour plus de 150 autopsies

LISTE DES SYMBOLES

ASTM : American society for testing and Materials

DRX : Diffraction de rayon X

IR : Infrarouge

MEB : Microscopie électronique a balayage

MF : Microfiltration

MON : Matière organique naturelle

NF : Nanofiltration

OI : Osmose inverse

Uf : Ultrafiltration

UV : Ultra visible

SDI : Silt Density Index

MFI : Modified Density Index

ASTM : American society for Testing and Materials

BIBLIOGRAPHIE

1. MOZAS and A GHOSN''Études Anal,2013,[online].avaible, « Etat des lieux du secteur de l'eau en Algérie.
2. LAISSAOUI M. (2018). Etude et optimisation de l'hybridation solaire des installations des turbines à gaz et turbines à vapeur utilisés pour le dessalement d'eau. Thèse de doctorat, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem.
3. PHILIPPE, dessalement de l'eau de mer et des eaux saumaitre ;Encyl,l'énergie,2016
4. S.JIANG,Y.LI.B.P ;ladewing''A review of reverse osmosis membrane fouling
5. S.CHESTERS,M.ARMSTRONG.R.WILSON,andM.FAZEL, '' a studt of the physical and chemical damage on reverse osmosis membrane detected by autopsie,
6. V.LAZAROVA.S.GALLEGO,V,G MOLINA,and P.Rougé,problems of operation and main reasons for failure of membranes in tertiary treatment systeme.
7. BOUDJOUREF M. (n.d.). Etude de l'activité antioxydante et antimicrobienne d'extraits d'Artemisia campestris. Thèse de magister en biochimie appliquée, Université Ferhat Abbes, Sétif.
8. ZINEB BELARBI ,'' entartage de l'effet de certains inhibiteurs sur le pouvoir entartrant de l'eau potable de la ville de ain kebira'' these de doctorat en electrochimie des matériaux ,université de Sétif
9. BESSIERE Y. (2005). Filtration frontale sur membrane : mise en évidence du volume filtre critique pour l'anticipation et le contrôle du colmatage. Thèse de doctorat en Génie des Procédés et de l'Environnement, Université PAUL SABATIER, France.
10. BERLAND J M,and JUERY C (2002).Les procédés membranaires pour le traitement de l'eau document tzchnique n°14
11. BOUKHIAR S. (2016). Caractérisation des membranes d'ultrafiltration. Application au dessalement et à la concentration de jus de fruit. Mémoire de master en Génie des Procédés et d'Environnement, Université HASSIBA BEN BOUALI, CHLEF.
12. RUMEAU M. (n.d.). Membranes denses. Encyclopædia Universalis. Retrieved June 4, 2024, from <https://www.universalis.fr/encyclopedie/membranes-transferts/3-membranes-denses/>

13. ULBRICHT M. (2006). Advanced functional polymer membranes. *Polymer*, 47, 2217-222.
14. AUDINOS R. (1999). Différents types de membranes échangeuses d'ions. Techniques de l'Ingénieur. <https://fr.scribd.com/document/560079162/Membranes-Echangeuse-d-Ions>
15. HARRLEKAS F. (2008). Couplage des procédés membranaires aux techniques physicochimiques ou biologiques pour le traitement des rejets liquides de l'industrie textile. Thèse de doctorat en Génie des Procédés et des produits, Université Cadi, Marrakech.
16. BERLAND J. M., & JUERY C. (2002). Les procédés membranaires pour le traitement de l'eau. Document technique n°14 du fonds national pour le développement des adductions d'eau, sous la direction Office International de l'Eau SNIDE, Paris.
17. NGUYEN Q. T. (1999). Membranes organiques : mode de préparation des membranes pour les séparations spécifiques. *L'actualité Chimique*, on February.
18. CAROA J., SCHIESTEL T., WERTH S., WANG H., & NOACK M. (2006). Can inorganic membranes compete with organic ones? Perovskite hollow fibres for O₂-separation and supported H₂-selective zeolite membranes. *Desalination*, 199, 365–367.
19. SUEN S.-Y., LIU Y.-C., & CHANG C.-S. (2003). Exploiting immobilized metal affinity membranes for the isolation or purification of therapeutically relevant species. *Journal of Chromatography B*, 797, 305-319.
20. LEITNER L. (2013). Etude d'un procédé de filtration membranaire à sélectivité variable et contrôlée utilisant des membranes de polydiméthylsiloxane en milieu organique : application à la séparation. Thèse de doctorat en Génie Chimique, Université de LORRAINE, France.
21. APTEL P., MOULIN P., & QUEMENEUR F. (2003). Micro et ultrafiltration : conduite des essais pilotes, traitements des eaux et effluents. *Cahier CFM N°2*.
22. NDEYE WEMSY D. (2013). Le nettoyage : Une étape clef pour une production durable par procédé à membrane. Réflexion sur le lien entre conditions de production.

23. BOUCHARD C., KOUADIO P., ELLIS D., RAHNI M., & LEBRUN R. E. (2000). Les procédés à membranes et leurs applications en production d'eau potable. *Vecteur Environnement*, 33:4, 28-38.
24. BELGAID D. (2015). Etude comparative sur le vieillissement de membranes d'osmose inverse exploitées sur sites industriels : Mainis (Ténès), Céramit (Sidi Akkacha), Chlore (Mostaganem). Mémoire de magister en Sciences de l'Eau et Développement Durable, Université HASSIBA BEN BOUALI, CHLEF.
25. LEITNER L. (2013). Etude d'un procédé de filtration membranaire à sélectivité variable et contrôlée utilisant des membranes de polydiméthylsiloxane en milieu organique : application à la séparation. Thèse de doctorat en Génie Chimique, Université de LORRAINE, France.
26. STARHTMANN H. (1999). Membrane process for sustainable industrial growth. *Membrane technology* N° 113.
27. ARZAT A. (n.d.). La séparation membranaire : comment maintenir la performance des membranes? Siège Social et Station Expérimentale en Acériculture-142, Rang Lainesse-Saint Norbert d'Arthabaska (Québec)-G0P 1B0, centre de recherche de développement et de transfert technologique acéricole.
28. PELLEGRIN B. (2013). Analyse multi-échelle de la dégradation de membranes d'ultrafiltration en polyethersulfone / poly (N-vinyl pyrrolidone) en conditions d'usage. Thèse de doctorat en Génie des Procédés et de l'Environnement, Université de Paul Sabatier, Toulouse.
29. DIAGNE N. W. (2013). Le nettoyage : une étape-clef pour une production durable par procédé à membrane : réflexion sur le lien entre conditions de production et nettoyabilité d'une membrane PES de l'industrie laitière. Thèse...
30. ESCODA A. (2011). Etude du transfert de solutés neutres et chargés à travers des membranes de nanofiltration et caractérisation des propriétés diélectriques des nanopores. Thèse de doctorat en Sciences et Techniques, Université de Franche-Comté, France.
31. MAUREL A. (2001). Dessalement de l'eau de mer et des eaux saumâtres (1ère édition). 11, rue Lavoisier, Paris, France.

32. BENAÏSSA F.-Z. (2013). Etude sur le procédé d'osmose inverse pour le dessalement des eaux faiblement saumâtres. Mémoire de master en Technologies de Traitement des Eaux, Université ABOUBAKR BELKAÏD, TLEMCEM.
33. TANSAKUL C. (2009). Procédés hybrides à membranes pour le prétraitement d'eau de mer avant dessalement par osmose inverse. Thèse de doctorat en Génie des Procédés et de l'Environnement, Université de TOULOUSE, France.
34. ETTORI A. (2011). Vieillissement chimique de membranes d'osmose inverse. Thèse de doctorat en Génie des Procédés et de l'Environnement, Université de TOULOUSE III, France.
35. SAGNE C. (2008). Etude des mécanismes de transfert de molécules organiques en osmose inverse. Application au recyclage des condensats issus de la concentration des vinasses de distilleries. Thèse de doctorat en Génie des Procédés, Université de Montpellier II, Montpellier.
36. ABDELBAKI I. (2012). Evaluation et mise en œuvre d'un nouvel indice de colmatage modifié dans les installations d'osmose inverse. Mémoire de Magister en Génie de l'environnement, Université SAAD DAHLAB, BLIDA.
37. JANTAPORN W. (2016). Technologies membranaires innovantes pour la réutilisation des eaux. Thèse de doctorat en Génie des Procédés et de l'Environnement, Université de Paul Sabatier, Toulouse.
38. ABJED Lydia et benanoun lydia <<étude de colmatage des membrane d'osmose inverse du complexe ceval bejaia génie des procédé de l'environnement université de bejaia, 2018
39. MONNOT M. (2015). Conception d'une filière intensifiée par membrane pour le dessalement autonome d'eau de mer : Etude du prétraitement et de son effet sur le biocolmatage. Thèse de doctorat en Génie des Procédés et de l'Environnement, Université de Midi-Pyrénées, Toulouse.
40. VAN DER BRUGGEN B., BRAEKEN L., & VANDECASTEELE C. (2002). Flux decline in nanofiltration due to adsorption of organic compounds. *Separation and Purification Technology*, 29(1), 23.
41. NYSTRÖM M., KAIPIA L., & LUQUE S. (1995). Fouling and retention of nanofiltration membranes. *Journal of Membrane Science*, 98(3), 249.

42. FLEMMING H.-C. (1997). Reverse osmosis membrane biofouling. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 14(4), 382.
43. MEDEIROS A. C. A. D. P. (2016). Etude expérimentale de la formation des biofilms sous conditions hydrodynamiques contrôlées. Thèse de doctorat en Mécanique des fluides, Université Grenoble Alpes, GRENOBLE.
44. JANTAPRON, W, theses doctorat de l'université de toulouse 2016, <<technologie membranaires innovant pour réutilisation des eaux .
45. ALHADIDI A., KEMPERMAN A. J. B., BLANKERT B., SCHIPPERS J. C., WESSLING M., & VAN DER MEER W. G. J. (2011). Silt Density Index and Modified Fouling Index relation, and effect of pressure, temperature and membrane resistance. *Desalination*, 273(1), 48–56. doi:10.1016/j.desal.2010.11.031.
46. CHOI J. S., HWANG T. M., LEE S., & HONG S. (2009). A systematic approach to determine the fouling index for a RO/NF membrane process. *Desalination*, 238(1–3), 117–127. doi:10.1016/j.desal.2008.01.042.
47. SIM L. N., et al. (2018). A review of fouling indices and monitoring techniques for reverse osmosis. *Desalination*, 434(December), 169–188.
48. KÖNIG C. (2016). Les cycles et propriétés de l'eau [Article]. *Futurasciences*. Retrieved from www.futura-sciences.com.
49. ADJED L., & BENANOUNE L. (2018). Etude de Colmatage des Membranes d'Osmose Inverse du Complexe de CEVITAL-Bejaia. Mémoire de Master en Génie des Procédés de l'Environnement, Université Abderrahmane Mira, Bejaïa.
50. HASSON D., SHEMER H., & SHER A. (n.d.). State of the Art of Friendly “Green” Scale Control Inhibitors: A Review Article. Rabin Desalination Laboratory, Grand Water Research Institute, Technion-Palestine Institute of Technology, Haifa, 32000 Palestine. NESTLE PTC Marysville, R&D Center, Marysville, Ohio 43040, United States.
51. HADDOUCHI F., CHAOUCH T. M., KSOURI R., et al. (2014). Phytochemical screening and in vitro antioxidant activities of aqueous-extracts of *Helichrysum stoechas* subsp. *rupestre* and *Phagnalon saxatile* subsp. *saxatile*. *Chin J Nat Med*, 12(6), 415–422.

52. SAMARTH R. M., PANWAR M., KUMAR M., et al. (2008). Evaluation of antioxidant and radical-scavenging activities of certain radioprotective plant extracts. *Food Chemistry*, 106, 868–873.
53. DORMAN H. J. D., PELTOKETO A., HILTUNEN R., & TIKKANEN M. J. (2003). Characterisation of the antioxidant properties.
54. MONPON B., LEMAIRE B., MENGAL P., & SURBLED M. (1996). Extraction des polyphénols: du laboratoire à la production industrielle. In « Polyphénols 96 ». Edition: INRA. Bordeaux, France.
55. FAURON R., MOATTI R., & DONADIEU Y. (1984). Guide pratique de phytothérapie. Ed Maloine. Paris.
56. PELSER P. B., KENNEDY A. H., TEPE E. J., et al. (2010). Patterns and causes of incongruence between plastid and nuclear Senecioneae (Asteraceae) phylogenies. *American Journal of Botany*, 97, 856-873.
57. ANDERBERG A. A. (1991). Taxonomy and phylogeny of the tribe Inulaea (Asteraceae). *Plant Systematics and Evolution*, 176, 75-123.
58. LEROUX P., LAMENE R., & FRITZ R. (1992). *pestic.Sci.*36. p261.
59. CODEN (États-Unis): PCJHBA. (n.d.). www.tpcj.org
60. AID A. F., & ISSAM B. M. (n.d.). Screening phytochimique et conception d'un anti-inflammatoire à partir de la coquille de la noix de pécan [*Carya illinoensis*]. Mémoire master en génie pharmaceutique. Université de Blida 1.