**SOCIÉTÉ HYDROTECHNIQUE DE FRANCE
SOCIÉTÉ FRANÇAISE DE FILTRATION**

Colloque d'hydraulique — 20 et 21 novembre 1985

Transfert de matière et hydrodynamique
dans les procédés de séparation par membranes

Microfiltration tangentielle

Tangential microfiltration

R. Ben Aim

Institut de la filtration (IFTS)
Agen

Après avoir rappelé les connaissances de base sur les mécanismes de filtration et les caractérisations des suspensions à filtrer, les géométries permettant de satisfaire au flux élevé de filtrat sont discutées.

After reviewing the basic knowledge relating to filtration mechanisms and the characterizations of filter suspensions, the geometries enabling the high flux of the filtered matter to be satisfied are discussed.

La microfiltration tangentielle est une technique apparentée aux techniques à membrane (osmose inverse, ultrafiltration). Elle peut constituer une réponse dans les nombreux cas où le problème posé se situe à la limite des appareils existants de séparation liquide/solide. C'est en particulier le cas lorsque le seuil de coupure souhaité descend en dessous du micron, ce qui est généralement atteint au prix de prouesses techniques (centrifugeuses à assiette à grande vitesse) ou en admettant une limitation importante du flux de filtrat compensée par un changement fréquent du média filtrant (cartouches).

La microfiltration tangentielle peut être définie comme une technique consistant à créer, au voisinage du média filtrant et parallèlement à lui, une contrainte de cisaillement telle que le dépôt des particules à séparer soit empêché ou au moins contrôlé: ceci est obtenu par un mouvement relatif de la suspension et du milieu filtrant obtenu par écoulement du liquide à filtrer ou par déplacement (le plus souvent rotation) du média filtrant (fig. 1).

A) PROBLEMATIQUE DE LA MICROFILTRATION TANGENTIELLE

La définition mérite d'être complétée en indiquant que la microfiltration tangentielle doit être considérée comme une technique de séparation de phases: contrairement à l'ultrafiltration ou à l'osmose inverse, son objectif n'est pas la séparation de constituants (molécule ou ions) d'une phase unique. Pour donner toute sa cohérence à l'approche de cette technique il est d'ailleurs préférable d'ajouter que son champ d'application concerne les particules microniques (de quelques dixièmes à quelques microns) c'est à dire le domaine de transition où le mouvement brownien commence à devenir significatif et où les forces de surface deviennent prépondérantes par rapport aux forces de volume.

La création de la contrainte de cisaillement implique une dépense énergétique.

L'amélioration technique recherchée par la filtration tangentielle ne peut-être évaluée indépendamment de cette dépense énergétique supplémentaire.

De ce fait, la mise en oeuvre du matériau filtrant et la conception des modules doivent être telles que:

- Le rapport de l'aire de la surface filtrante au volume du filtre soit aussi grand que possible,

- la dégradation d'énergie soit essentiellement le fait du frottement dans la couche

limite et du transfert d'une partie de l'énergie cinétique au filtrat.

Toutefois, ces considérations qui ont conduit dans le cas de l'ultrafiltration ou de l'osmose inverse au développement de modules fibres creuses ou de modules spirales ne peuvent conduire à un transfert direct vers la microfiltration tangentielle qui présente des caractéristiques particulières,

- suspension à traiter chargée en matières en suspension donc risques de colmatage,

- flux de filtrat relativement élevé.

- par son principe même, la microfiltration dépend dans une large mesure du milieu filtrant utilisé.

Le flux de filtrat est néanmoins influencé par d'autres facteurs tel que:

- la nature des particules en suspension (cristalline, pateuse, etc ...),
- la dimension des particules,
- la viscosité du liquide.

B - LES MEMBRANES

L'élimination des contaminants particuliers de taille inférieure au micron présents dans les liquides, est devenue possible par la mise au point de membranes microporeuses, qui peuvent être regroupées suivant leur nature et leur structure en quatre grandes familles:

1.1. Les membranes polymérisées

Ces membranes sont principalement constituées de nitrate ou d'acétate de cellulose et d'esters mixtes de cellulose (1). D'autres matériaux, de meilleure résistance chimique, peuvent ainsi être réutilisés tels que les copolymères acryliques ou le polypropylène.

Ces membranes se présentent souvent sous la forme de films fins d'une centaine de microns et nécessitent de ce fait un support mécanique associé: feutre ou non tissé lui conférant alors une structure asymétrique (2, 3) ou trame en monofilament de polyamide noyé dans le copolymère (4, 5, 6). Leur pouvoir d'arrêt peut descendre à 0,2 microns.

Photo A : membrane polymérisée.

1.2. Les membranes en thermoplastiques (photo B)

Les membranes sont constituées de poudres plus ou moins calibrées dont les grains sont collés par chauffage ou liés par des agents porogènes (1, 7). Les principaux matériaux entrant dans la fabrication de ces parois poreuses sont: le PVC, le polyéthylène, le propylène, le polystyrène et les polyamides. Ce procédé de fabrication permet d'obtenir la mise en forme désirée (plaques, tubes ...) et un contrôle précis des caractéristiques de la membrane: porosité, épaisseur, distribution de la taille des pores. Leur résistance mécanique permet de les mettre en oeuvre seule sans milieu support. Leur pouvoir d'arrêt peut aller jusqu'à $0.1 \mu\text{m}$.

Photo B : Membranes thermoplastiques

1.3. Les membranes tamis (photo C)

Ces membranes en polycarbonate ont une épaisseur de 10 microns environ et possèdent des pores de diamètre parfaitement contrôlé. Elles sont obtenues par dissolution des zones de polycarbonate fragilisées par un rayonnement nucléaire; chaque faisceau de rayonnement donnant naissance à un pore cylindrique rectiligne (1, 8, 9). La finesse du film du polycarbonate confère à ces membranes une très faible résistance mécanique.

Photo C : Membranes tamis

1.4. Les membranes frittées (photo D)

Le matériau de base peut être fibreux ou granulaire. Seul le frittage de grains permet cependant à l'heure actuelle d'atteindre des seuils de filtration inférieurs au micron. Les membranes en céramique frittée ont une structure asymétrique (10): elles sont formées par la juxtaposition de couches d'autant plus minces que le diamètre de pores est faible. La matrice, d'une épaisseur de quelques centaines de microns est constituée de grains d'une dizaine de microns. On déposera ensuite à la surface de cette matrice une couche de quelques dizaines de microns de grains plus fins pour atteindre des pouvoirs d'arrêt de 0.1 micron. L'emploi de céramique confère à la membrane, généralement fabriquée sous forme tubulaire, d'excellentes propriétés chimiques thermiques et mécaniques.

Le PTFE peut se fritter comme un métal pour obtenir des membranes hydrophobes de pouvoir d'arrêt descendant à 0.1 micron. (7)

Photo D : Membrane en céramique frittée

Le choix des membranes est fonction de nombreux paramètres, le premier d'entre eux étant la dimension des pores: quelque soient ses autres caractéristiques, la membrane devra d'abord arrêter les particules indésirables tels que les microorganismes lors de la stérilisation froide de liquides pharmaceutiques ou alimentaires ou microparticules lors de la production d'eau ultrapure pour l'industrie des composants électroniques.

II) METHODES DE CARACTERISATION

2.1. Distribution des diamètres de pores par porométrie au mercure

Diverses méthodes permettent d'accéder à la distribution de la taille des pores d'un volume poreux (11), elles sont cependant peu utilisées pour caractériser les milieux filtrants:

- la microscopie électronique ne permet pas l'analyse d'un échantillon assez significatif

(imprégnation, coupe microtonnique, surface observée de quelques microns carrés) et nécessite une analyse minutieuse des photos obtenues. (12)

. la diffusion de rayonnement X ne permet pas l'étude de très petits pores ($< 200 \text{ \AA}$) et est d'une mise en oeuvre complexe.

. l'absorption gazeuse, méthode couramment employée pour la mesure de la surface spécifique ne donne accès à la distribution des dimensions de pores qu'à travers un modèle représentatif du milieu poreux et couvre une gamme de dimension de pore moins étendue que la porométrie au mercure (13)

. la thermoporométrie est une technique délicate à mettre en oeuvre qui reste de ce fait d'un usage rare. Ses résultats s'accordent cependant bien avec ceux des méthodes précédemment citées (13').

2.1.1. Rappels de principe

La porométrie à mercure est basée sur la propriété du mercure de ne pas mouiller la membrane (angle de contact supérieur à 90° et tension superficielle voisine de 480 dynes/cm). Si les pores sont considérés comme des cylindres de diamètre (d), la pression nécessaire pour que le mercure pénètre dans un pore de diamètre d est donnée par:

$$P = \frac{4 \gamma \cos \theta}{d} \quad (1)$$

où γ est la tension superficielle et θ l'angle de contact du mercure avec le solide.

L'équation (1) établie par WASHBURN en 1921 (1b) relie directement le diamètre (d) du pore pénétré par le mercure sous l'effet de la pression (P).

Les porosimètres commercialisés permettent couramment d'atteindre une pression de 2000 bars, ce qui correspond à un pore de diamètre 0,006 micron.

2.1.2. Interprétation des résultats: quelques précautions

a) influence des constantes physiques: La valeur calculée du diamètre de pore dépend directement de la valeur donnée à la tension superficielle et à l'angle de contact (11), ce qu'illustre la figure 1.

La tension superficielle dépend de la pureté du produit et de sa température. ROOTARE (11) propose la relation suivante:

$$(\gamma_{T_2} - \gamma_{T_1}) = 0,21 (T_2 - T_1)$$

Figure 1 : Effet de l'angle de contact (9) et de la tension superficielle (8) sur le diamètre des pores.

De nombreuses valeurs d'angle de contact entre le mercure et des matériaux pulvérulents sont disponibles (11,16,17). Il en est rarement de même pour les matériaux constituant les membranes de filtration. Ce paramètre peut être déterminé de façon simple à condition de disposer d'un microscope à objectif goniométrique et d'une enceinte thermostatée. Une goutte de mercure de $20 \mu\text{l}$ est déposée sur le milieu filtrant et l'on mesure l'angle formé par le plan de la membrane et la tangente à la goutte au point de contact mercure/membrane.

Les valeurs obtenues sur différentes membranes de microfiltration sont reportées dans le tableau I.

MARQUE	NATURE	ANGLE DE CONTACT 8 à 19°C
CERAVER	Alumine	140
GORE	PFTS laminé	134
NUCLEPORE	Polycarbonate	136
SARTORIUS	Nitrate de cellulose	130.5
U.G.B.	Polyamide	140

Tableau I: Angle de contact du mercure avec différentes membranes de microfiltration.

b) cylindricité des pores: Hormis les membranes tamis, les pores ne sont pas des cylindres mais des cavités plus ou moins régulières et interconnectées. L'hypothèse de cylindricité conduit à une légère translation de la courbe vers les petits diamètres (14).

c) milieux asymétriques:

Lorsque la membrane possède une structure asymétrique, l'épaisseur et le volume, poreux de la couche efficace sont très petits comparés à ceux de la couche support. L'accès à ce volume efficace nécessite alors quelques astuces techniques réduisant le volume poreux "support" (figure 2.), faute de quoi, il est totalement masqué.

figure 2a: porométrie d'un milieu filtrant asymétrique sans traitement.

figure 2b: porométrie d'un milieu filtrant asymétrique après obstruction du support.

d) nature des pores:

Le mercure pénètre tout l'espace vide ouvert de la membrane. Il n'est donc pas possible de distinguer la porosité ouverte qui assure la perméabilité du milieu de la porosité semi-ouverte où une rétention éventuelle ne peut être attribuée qu'au phénomène d'absorption.

e) défaut de structure:

Les défauts tels qu'une microperforation ou une petite population de gros pores ouverts présents dans la membrane peuvent ne pas être détectés par porométrie au mercure.

f) compressibilité du matériau:

Le matériau membraneux soumis à des pressions

élevées de mercure (plus de 1000 bars) peut se comprimer ce qui accroît le volume poreux total.

En conclusion, la porométrie à mercure est une méthode bien adaptée à la caractérisation des membranes de microfiltration. Elle donne accès à la porosité totale et à la surface spécifique; elle informe sur la structure interne du matériau, en particulier sur la distribution des diamètres de pores et permet donc d'expliquer certains phénomènes observés en filtration de fines particules.

Cependant, à cause des restrictions évoquées elle ne peut pas donner d'indications sûres, encore moins de garanties quant au comportement du filtre vis à vis de la rétention des particules microniques.

2.2. Pouvoir d'arrêt absolu ou P.A.A.

Défini comme la taille de la plus grosse particule sphérique capable de traverser le milieu filtrant dans des conditions fixées, le P.A.A. fait l'objet d'un projet de norme française (NF L41-131) appliquée à la qualification des filtres pour fluides hydrauliques.

Dans ce cas, l'objectif recherché est une filtration à un seuil supérieur au micron. Ces particules qui traversent le filtre peuvent donc être détectées au microscope optique.

Il est tout à fait possible d'étendre le champ d'application de cette méthode au domaine submicronique:

a) en utilisant pour réaliser la suspension d'essais des latex calibrés.

b) en recueillant le filtrat sur une membrane d'ultrafiltration et en recherchant la plus grosse particule passée au microscope électronique.

C'est cette méthode que nous présentons ici.

Il s'agit d'un essai de laboratoire exigeant de nombreuses précautions en particulier pour choisir la concentration et la distribution granulométrique de latex à filtrer. Des moyens importants doivent être mis en oeuvre tels qu'enceinte ou hotte à empoussièrément contrôlé et microscope électronique. La surface de la membrane d'UF observée au microscope électronique est très faible (quelques dizaines de millimètres carrés). Ce qui nuit à la représentativité de l'essai.

Malgré les difficultés signalées cette méthode est dès maintenant opérationnelle.

2.3. Efficacité de filtration:

De la même façon, l'efficacité de filtration, déterminée actuellement par comptage automatique des particules par classes de tailles à l'entrée et à la sortie du filtre, peut être étendue au domaine submicronique. L'essai peut être réalisé au laboratoire par filtration d'une suspension de latex monodispersés dont la concentration amont et aval est déterminée par néphélométrie, absorption lumineuse ou gravimétrie (22)

Si les latex sont polydispersés, on peut les compter au microscope électronique.

L'efficacité est parfois exprimée par un rapport de filtration, quotient du nombre de particules de taille donnée à l'amont de la membrane au nombre de particules de même taille à l'aval.

Les résultats de mesure d'efficacité pourraient judicieusement être interprétés pour déterminer le P.A.A. d'une membrane réduisant ainsi le nombre d'essais à réaliser en laboratoire.

Cette interprétation nécessite cependant que soient normalisés les méthodes d'essais d'une part, et les valeurs correspondantes de l'efficacité (99,99% p.e) ou du rapport de filtration (1 000 p.e) d'autre part.

Cette méthode est à rapprocher du test de réduction du titre bactérien qui consiste à filtrer une suspension de *Pseudomonas dimiuta* (taille moyenne 0.3 micron) en concentration suffisante (plus de 10 bact./cm² de surface testée) et à dénombrer ces organismes dans le filtrat. Le rapport des dénombrements à l'amont et à l'aval du filtre définit le TRTB (taux de réduction du titre bactérien). Selon certaines normes américaines, un filtre est stérilisant s'il réduit d'un facteur 10¹⁰ le titre bactérien. L'efficacité mesurée à partir de latex de différentes dimensions donnerait toujours une information supplémentaire.

D'autres paramètres sont utilisés pour caractériser les membranes, citons pour mémoire:

. Caractéristiques physiques:

- perméabilité à l'eau ou à l'air,
- courbe de perte de charge,
- capacité de rétention,
- mouillabilité.

. Caractéristiques chimiques et biologiques:

- inhibition de croissance bactérienne,
- taux d'extractibles
- compatibilité chimique,
- solubilité ...

III) METHODES DE CONTROLE

Les essais précédemment mentionnés mettent en oeuvre des matériels parfois sophistiqués. Ils nécessitent un personnel expérimenté et sont effectués périodiquement par les fabricants pour contrôler la qualité de leur produit. Une fois mise en place chez l'utilisateur, la membrane et son montage doivent être vérifiés pour s'assurer que l'objectif recherché (stérilité ou absence de microparticules dans le filtrat) sera atteint. Les fabricants ont développé pour cela des méthodes de contrôle simples, mises en oeuvre directement par l'utilisateur.

3.1. Point de Bulle

Défini comme étant la pression minimale de gaz nécessaire à l'apparition de la première bulle à la surface du milieu filtrant, immergé dans un liquide qui le mouille parfaitement ($\theta = 0$), le point de bulle donne une indication du diamètre du plus gros pore ouvert de la membrane.

$$d = \frac{4 \gamma \cos \theta}{P}$$

Comme pour la porométrie à mercure, le diamètre calculé sera d'autant plus fiable que γ , θ et P auront été mesurés avec précision lors de l'essai (20).

En pratique, on s'assure que la pression de première bulle est supérieure ou égale à la valeur donnée par le fabricant. Signalons que de nombreux appareils de contrôle automatique du point de bulle des membranes ou des cartouches de microfiltration sont proposés sur le marché.

Lorsque la surface de la membrane est importante, son intégrité peut être contrôlée par le débit de diffusion d'un gaz à travers l'ensemble des pores.

3.2. Débit de diffusion gazeuse

Le test consiste à mesurer le débit de diffusion d'un gaz dans le fluide qui mouille la membrane, la pression du gaz étant en général fixée à 80% du point de bulle; le débit, donné par la loi Hagen-Poiseuille est fonction de la surface totale de diffusion. L'essai de diffusion donne donc accès au diamètre moyen des pores.

C) LES MODULES

Jusqu'à présent les membranes sont mises en oeuvre:

- . soit dans des modules tubulaires ou capillaires. Une réalisation particulièrement originale est le module proposé par CERAVER.
- . soit dans des modules plans où le montage est du type filtre presse.

Un dispositif original permet d'utiliser des membranes planes pour réaliser un écoulement hélicoïdal pour minimiser la perte de charge en conservant néanmoins une surface spécifique acceptable.

D) INFLUENCE DES DIFFERENTS PARAMETRES DE FONCTIONNEMENT EN FILTRATION TANGENTIELLE

Les débits de filtrat, la qualité du filtrat ou le rapport de concentration dépendront du milieu filtrant et de la suspension initiale (concentration, température, etc ...) mais aussi des caractéristiques de fonctionnement: pression, vitesse d'écoulement et lavage à contre-courant.

1.1. Choix du diamètre des pores

Pour une suspension et un type de membrane donnés, il existe un diamètre de pores optimal comme le montre la figure 3 (tout en conservant la qualité de filtration désirée).

On constate, dans certains cas, en concentration de cellules bactériennes sur $0.2 \mu\text{m}$ et sur des membranes d'ultrafiltration, que les flux en microfiltration sont très importants initialement mais qu'ils s'équilibrent à des valeurs plus faibles qu'en ultrafiltration

Figure 3 : Microfiltration tangentielle de cellules.
Influence du diamètre des pores (6)

1.2. Influence de la vitesse d'écoulement

L'influence bénéfique de la vitesse d'écoulement est due à l'augmentation du gradient de vitesse dans la couche limite qui accroît le cisaillement et aide à garder le filtre "propre". Les vitesses dépassent rarement 4 à 5 m/s. Cette limitation résulte de plusieurs facteurs:

- . la récupération du filtrat (rapport débit de filtrat sur débit d'alimentation) qui décroît rapidement avec l'augmentation de la vitesse.
- . la consommation énergétique pour la recirculation.
- . la perte de charge dans l'écoulement principal qui devient excessive.

Figure 4: Vitesses de filtration à différentes vitesses d'écoulement

1.3. Influence de la pression

Le débit de filtrat augmente avec la pression jusqu'à une valeur limite à partir de laquelle le débit se stabilise ou diminue (figure 5).

Figure 5: Microfiltration d'un effluent primaire.
Influence de la pression.

1.4. Influence de la concentration

Une augmentation de la concentration provoque une diminution de flux. La décroissance du débit de filtrat en fonction du temps est attribuée en partie à cet accroissement. Suivant les cas le débit de filtrat en fonction de la concentration suit, soit une relation linéaire, soit une relation semi-logarithmique avec ou sans rupture de pente (figure 6).

Figure 6: Variation de la vitesse de filtration avec la concentration.

1.5. Influence de la température

Les modifications de flux de filtrat observées par un changement de température ne proviennent généralement que de la variation de viscosité du fluide (figure 7)

Figure 7: Influence de la température

1.6. Influence du lavage à contre-courant

Le lavage à contre courant périodique permet de régénérer la membrane et donc d'obtenir des débits de filtrat plus élevés qu'en régime continu (figure 8). Les temps de lavage sont de l'ordre de quelques secondes toutes les quelques minutes ou heures suivant les suspensions et la membrane.

Un lavage prolongé n'est pas nécessaire et utilise généralement un excès d'eau ou de filtrat. D'autre part, la pression est un facteur plus important pour un bon nettoyage de la membrane. Ces lavages à contre-courant ne sont pas suffisants pour une régénération complète de la membrane: les débits de filtrat diminuent progressivement et, périodiquement un nettoyage chimique est nécessaire.

Figure 8: Filtration tangentielle d'un effluent primaire (1)

E) RÔLE DE LA FRACTION COLLOIDALE DANS LE PHÉNOMÈNE DE DÉCROISSANCE DU FLUX

1.1. Suspensions synthétiques

1.1.1. Microfiltration tangentielle des colloïdes

Les difficultés de filtration industrielle de la bière (filtration transversale) sont généralement attribuées à la présence d'une fraction colloïdale dont les principaux constituants seraient les β -glucans (polymères glucidiques de haut poids moléculaire, deux millions en moyenne).

Les dextrans choisis pour la suspension synthétique dont de même nature (polymère glucidique) et de même poids moléculaire (2 millions).

1.1.1.1. Etude de l'adsorption des dextrans sur la membrane.

Pour connaître l'influence du phénomène d'adsorption sur la résistance hydraulique de la membrane, celle-ci est mise en contact avec une solution de dextrans de concentration connue pendant une durée déterminée. La membrane est ensuite rincée à l'eau pour éliminer toute trace de solution. On constate que la nouvelle résistance apparente de la membrane augmente en fonction de la concentration de la solution et du temps de contact avec la membrane (figure 9 et 10). Après adsorption la résistance de la membrane peut être 4 fois supérieure à celle de la membrane neuve. Les caractéristiques de la membrane après adsorption sont donc différentes de celles de la membrane neuve.

Figure 9 : Résistance hydraulique de la membrane après 15 heures de trempage.

Figure 10 : Résistance hydraulique de la membrane en fonction du temps de trempage pour différentes concentrations de dextrans.

La présence d'une couche adsorbée peut modifier non seulement les caractéristiques géométriques de la membrane (dimension des pores);

mais également ses caractéristiques physico-chimiques (potentiel de surface en particulier qui a pu être déterminé par la mesure du potentiel électrocinétique après broyage de la membrane).

Il apparaît ainsi que le potentiel zéta passe de - 26 (membrane neuve) à - 42 lorsque la membrane a été au contact d'une solution de dextran à 5 g/l: il ne semble plus influencé par la concentration en dextrans au delà de cette valeur (figure 11).

Figure 11: Effet de l'adsorption des dextrans sur le potentiel zéta d'une membrane NUCLOPORE 0.2 μ m.

En microfiltration tangentielle, ces caractéristiques différentes de la membrane se traduisent par des courbes d'évolution de flux de filtrat en fonction du temps, différentes suivant le conditionnement initial de la membrane (figure 12).

Figure 12: Influence de l'adsorption préalable de dextrans sur une membrane en microfiltration tangentielle (---) membrane pré-adsorbée par trempage (—) membrane non trempée.

Ces résultats montrent l'importance de l'adsorption sur la résistance hydraulique des membranes. La simple mise en contact d'une membrane de microfiltration ($0.2 \mu\text{m}$) avec une solution de macromolécules (dextrans, $\text{pm} = 2$ millions), même de faible concentration, provoque une modification de ses caractéristiques physico-chimiques.

F) DOMAINE D'APPLICATION DE LA MICROFILTRATION TANGENTIELLE

Les domaines d'application potentielle de la microfiltration tangentielle sont très vastes

Citons:

- . le traitement de l'eau où l'on peut concevoir une filière de filtration directe sur membrane après une floculation,
- . l'épuration des eaux usées où des techniques d'ultrafiltration sont déjà utilisées à l'échelle industrielle pour concentrer la biomasse active,
- . la décontamination des liquides qui intéressent l'industrie des composants électronique comme l'industrie pharmaceutique,
- . les biotechnologies où la microfiltration tangentielle aurait sa place aussi bien pour purifier les substrats que pour concentrer la biomasse (voire pour constituer le cœur du procédé - bioréacteur à membrane -).
- . La chimie fine qui trouverait dans la filtration tangentielle la solution de problèmes difficiles tels que:
 - récupération de sels métalliques cristallisés (ZnS),
 - concentration de suspensions de latex,
 - etc ...

. les technologies propres: la microfiltration tangentielle pourrait permettre la récupération et la valorisation, par recyclage dans les procédés, de "fines" qui sont actuellement entraînées dans les effluents constituant ainsi une source supplémentaire de pollution.

CONCLUSIONS

La microfiltration tangentielle présente des caractéristiques suffisamment originales pour justifier un développement prévu par toutes les études de marché.

Toutefois dans le domaine submicronique, l'importance des effets dus à la présence d'une fraction colloïdale aboutit à une concurrence avec les autres techniques à membrane telles que l'ultrafiltration voire l'osmose inverse.

Dans le domaine des seuils de coupure plus élevés la concurrence existe avec la technique très ancienne de filtration sur lit granulaire traditionnellement limitée aux suspensions diluées mais qui grâce à un renouvellement continu du matériau pourrait s'adapter à la concentration de suspension.

Les efforts de recherche et de développement doivent tendre à définir les conditions de mise en œuvre pour profiter au mieux des spécificités de la filtration tangentielle.

BIBLIOGRAPHIE

- 1 R. Rivet, Société Française de Filtration: Guide de la Séparation liquide Solide Idexpo Ed., 1979
- 2 M.S.LE and P.S.WARD, Membrane techniques and application in downstream processing, Solid Liquid Separation practice and the influence of new techniques, Leads (G.B.) 2 - 5 April 1984
- 3 Documentation Société Lainière de Sclessin
- 4 B. SCHIELE, C. ALT, Dynamic pressure filtration of highly dispersed suspension by means of microporous membranes, International Symposium on Solid Liquid Filtration, Antwerp (B), 6-7 juin 1978
- 5 R.H. KNIBBS, The development of a high flux microfilter with a wide range of applications, Filtech Conference 1981 London (G.B)
- 6 G.B. TANNY, D. HAWK, V. MERIN, Biotechnical applications of a pleated cross flow microfiltration module, Desalination 41 (1982), p.299-312
- 7 SOCIETE BELGE DE FILTRATION, La Filtration industrielle des Liquides, 2ème partie, T III, DErouaux Ed. Liège, 1975
- 8 H.W. BALLEEN and the staff of NUCLEPORE CORPORATION, Basic of filtration and separation, Nuclepore, 69 p
- 9 M.C. PORTER, selecting the right membrane Chem. Engng. Progr. (71) 12, Dec. 1975, pp 55-61
- 10 Anonyme, les céramiques poreuses et la microfiltration
- 11 H.M. ROOTARE, a review of mercury porosimetry, Advanced experimental techniques in powder metallurgy, pp 225-252, Plenum Press Ed. 1970
- 12 A.A.LIAGASTRE et C. ORR, An evaluation of pore structure by mercury penetration, J. Coll. Int. Sci., (61) 1, mars 1978, pp 1-8
- 13 D. FAVDOT, Etude structurale d'un corps poreux, Petr. et Techn., n° 273, Août Sept. 1980, p 19-29
- 14 J.E. SHIELDS and S. LOWELL, A new instrument for mercury contact angle measurement Powder Technology; 31, (1982) pp 227-229

Discussion

Président : M. G. COGNET

M. Le Président. — Je remercie M. HACHE et M. BEN AIM de nous avoir présenté la technique de microfiltration et le champ des applications de cette technique.

J'ai retenu, en particulier, que la microfiltration était le domaine où les forces physicochimiques étaient du même ordre de grandeur que les forces hydrodynamiques ce qui ajoute peut-être à la difficulté pour connaître et maîtriser ce phénomène.

Je pense qu'à la suite de ces deux interventions, un certain nombre de questions peuvent se poser. Je donne la parole aux intervenants.

M. RIOS. — Je voudrais poser une question en deux parties.

D'abord, pourrait-on avoir une explication de la chute continue du débit de perméat pour des essais menés en eau pure ?

Par ailleurs, on a parlé de phénomènes de colmatage, de polarisation; or j'ai entendu dire à diverses occasions qu'en ultrafiltration la présence de petites particules en suspension pouvait améliorer les performances. Est-ce que, en microfiltration tangentielle, la présence de particules favorise le nettoyage des dépôts colloïdaux à la paroi ?

M. BEN AIM. — Je réponds d'abord à la deuxième question.

En effet, on a fait un certain nombre d'essais sur ce qu'on pourrait appeler une microfiltration avec adjuvants, c'est-à-dire une microfiltration en présence de particules dont les caractéristiques étaient telles qu'elles ne « pouvaient » pas se déposer, donc qu'elles allaient jouer le rôle de râcleur de la paroi et de perturbateur de la couche limite.

On a obtenu des résultats qui, jusqu'à présent, ne sont pas enthousiasmants. En particulier, sur un bioréacteur à membrane auquel on a couplé une membrane d'ultrafiltration, on a étudié l'influence de ces particules en suspension et on a obtenu une amélioration, mais qui n'est pas très importante. Il faudrait peut-être monter à des concentrations beaucoup plus élevées: dans l'essai, on avait des concentrations relativement faibles, de l'ordre du gramme par litre.

En ce qui concerne le premier point, on peut dire que l'eau ultrafiltrée utilisée est de l'eau que nous produisons nous-mêmes et que l'on caractérise en particulier, par sa teneur en particules. Il reste encore quelques dizaines de particules par cm^3 dans l'eau utilisée.

On a amélioré les résultats en prenant une eau distillée ultrafiltrée.

Je pense que ceux qui travaillent sur le traitement d'eaux dans l'industrie des composants électroniques ont le même type d'expérience. Donc, l'hypothèse que l'on fait est que, dans l'eau ultrafiltrée, il reste encore suffisamment de matières en suspension pour provoquer un phénomène de colmatage que nous attribuons à un phénomène d'adsorption progressive.

Des essais ont été faits sur des membranes après adsorption préalable par saturation initiale de membranes nuclépores et on a toujours observé ce phénomène de rétention.

Il reste encore un point d'interrogation sur ce type de phénomène de pré-adsorption par la membrane qui continue à avoir un taux de rejet important sur de très longues périodes de fonctionnement.

M. NEEL. — En ce qui concerne l'influence des différents paramètres que vous avez étudiés en microfiltration, a-t-on déjà fait des expériences systématiques avec des suspensions de particules qui seraient manifestement indéformables, et a-t-on pu étudier l'influence du vortex qui se forme dans la couche limite qui précède l'entrée de chaque pore ?

M. BEN AIM. — Nous avons fait une série d'essais avec des particules non déformables en nous plaçant volontairement dans un domaine de dimension supérieure, c'est-à-dire qu'on a pris

comme membrane, des toiles métalliques, de dimension 10 à 20 μm et, comme matière en suspension, des billes de verre. Et notre surprise a été que, même dans ce cas, nous n'avons pas pu caler un modèle purement hydrodynamique.

Il y a certainement bris de billes et production de « fines ». En tout cas, quand on observe l'élément filtrant, on constate qu'il y a des fines particules qui colmatent progressivement les mailles du tamis et, malgré tous les efforts que l'on a fait pour travailler au départ avec des billes de verre monodimensionnées, on a toujours eu production de fines dans le système.

Donc, pour le moment, on n'a pas été capable d'obtenir des conditions expérimentales telles que l'on puisse avoir des particules indéformables. Avec l'Institut de Mécanique des Fluides de TOULOUSE, on n'a pas réussi à vérifier un modèle purement hydrodynamique. Je pense que le fait que les particules sont déformables doit changer les choses.

M. NEEL. — Ne pourrait-on pas expérimenter avec une suspension de particules isodiamétriques obtenues à partir d'un polymère dont la température de transition vitreuse (T_g) serait, par exemple, proche de 30 °C ? En comparant les comportements de cette dispersion successivement microfiltrée à 28 °C puis à 32 °C il serait peut-être possible de mettre en évidence l'influence de la déformabilité des particules.

M. REY. — Tout à l'heure, on a parlé de 1 gramme par litre pour l'extrait-sec. Pouvez-vous donner une précision à ce sujet ?

M. BEN AIM. — C'est très variable. Pour le vin (sauf pour les moûts) le débit de concentrat peut être de quelques pour cents du débit de filtrat; on peut alors s'attendre à des concentrations relativement importantes. Néanmoins, y compris pour les concentrations de levures ou de micro-organismes, on n'a pas dépassé quelques dizaines de grammes par litre.

M. REY. — Dans la réalité on peut aller à plus de 250 g. par litre, et entre 100 et 250 g. par litre le débit chute énormément !

M. BEN AIM. — Dans le cas de suspension de micro-organismes, il y a une importante viscosité et il est certain qu'on atteint des limites de débit de ce fait; c'est ce qui a été évoqué ce matin. Quand on augmente la concentration, on augmente en même temps la viscosité.

M. REY. — Rencontre-t-on dans l'industrie de tels changements de la vitesse de circulation, toutes les 20 secondes, pour des fortes concentrations comme vous l'avez proposé ?

M. BEN AIM. — On n'a pas d'expérience sur des suspensions concentrées mais seulement sur des suspensions à quelques dizaines de grammes par litre. Le lavage à contre-courant n'est qu'une des possibilités de décolmatage de la membrane. Il y a des cas où l'on a procédé de façon différente; ce peut être simplement des fluctuations de débit, sans qu'il y ait forcément contre-lavage. On peut penser à d'autres solutions, par exemple à l'utilisation de procédés mécaniques, l'utilisation de phénomènes hydrauliques quand c'est possible, c'est-à-dire l'équivalent de coups de béliet maîtrisés.

Le Président. — Nous allons arrêter la discussion afin de laisser aux autres orateurs le temps nécessaire à la présentation de leurs exposés.

Pour conclure sur ce premier exposé, je dirai qu'il correspond en grande partie à des travaux faits dans le cadre-programme du Ministère de la Recherche et de la Technologie dont le thème est la filtration. Un Colloque donnant des informations plus détaillées aura lieu le 14 janvier 1986 au Ministère de la Recherche et de la Technologie, rue Descartes, dans l'amphithéâtre Henri Poincaré, et tous ceux qui sont intéressés sont invités à ce Colloque.