

N ° d'ordre 07/2012-M/GP

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE HOUARI
BOUMEDIENE
FACULTE DE GENIE MECANIQUE ET DE GENIE DES PROCEDES**



MEMOIRE

Présenté pour l'obtention de MAGISTER

En : GENIE DES PROCEDES

Spécialité : Génie de l'Environnement

Par : HAMDACHE Abderrazaq

Sujet

**MODELISATION DE L'ULTRAFILTRATION DES HUILES
DE COUPE DANS UNE CELLULE AGITEE EN BATCH**

Soutenu publiquement le 03/04/2012 devant le jury compris de :

S. CHIKH	Professeur à l'USTHB	Président
M. BELKACEM	Professeur à l'USTHB	Directeur de mémoire
D. ABDESSEMED	Professeur à l'USTHB	Examineur
N. HANNOUN	Maître de Conférences/A à USTHB	Examineur

Année : 2012

Dédicaces

Avec toute l'ardeur de mes sentiments je dédie ce mémoire

A vous, ma mère et mon père

A mon très cher frère

A mes très chères sœurs et leurs maris

A mes amis

Remerciements

*Ce travail de recherche a été réalisé au sein du Laboratoire des Sciences de Génie des Procédés Industriels, dirigé par Madame **G. NEZZAL**. Je tiens à la remercier d'avoir bien voulu m'accueillir dans son laboratoire de recherche.*

*Je remercie vivement Monsieur **M. BELKACEM** mon directeur de mémoire, Professeur à l'USTHB, pour m'avoir proposé ce sujet, pour son aide, ses critiques, ses suggestions et ses encouragements, qui ont été pour moi d'un grand apport.*

*Je tiens à remercier Monsieur **S. CHIKH**, Professeur à l'USTHB pour avoir accepté de présider le jury. Merci monsieur pour vos conseils et votre aide.*

*J'adresse mes remerciements à Monsieur **D. ABDESSEMED**, Professeur à l'USTHB pour avoir accepté d'examiner ce mémoire et de participer au jury, j'exprime ma vive reconnaissance et mon profond respect.*

*J'exprime tous mes remerciements à Monsieur **N. HANNOUN**, Maître de conférences à l'USTHB pour avoir accepté d'examiner ce travail.*

Un grand merci à toutes les personnes qui, de près ou de loin ont contribué à la réalisation de ce travail.

Résumé

Cette étude a pour objectif la modélisation de l'ultrafiltration d'une macro-émulsion dans une cellule en batch agitée ainsi que l'étude de l'influence de l'agitation et d'autres paramètres comme la concentration initiale de la solution et la pression de travail. Les résultats numériques sont comparés avec des résultats expérimentaux pour confirmer les modèles d'ultrafiltration proposés.

Pour la résolution numérique, nous avons utilisé la méthode des volumes finis fondée sur des maillages fixes pour la discrétisation spatiale et temporelle des équations aux dérivées partielles paraboliques.

Cette méthode nous a permis de résoudre de manière stable et rapide les équations différentielles avec des conditions aux limites différentes.

Afin de modéliser le phénomène de polarisation de concentration pendant l'opération d'ultrafiltration des huiles de coupe, nous avons effectué des expériences qui nous ont permis de déduire que la pression a peu d'influence sur le flux de perméat.

La concentration initiale a une grande influence sur l'opération, l'augmentation de cette concentration implique la diminution de la diffusion ce qui entraîne une augmentation de la résistance de la couche de polarisation.

Nous avons proposé et étudié deux modèles, le premier modèle basé sur des conditions aux limites pour lesquels on suppose que la concentration de la solution au niveau de la surface de la membrane reste constante durant toute l'opération d'ultrafiltration par contre pour le deuxième modèle, on considère que cette concentration est variable.

Les modèles proposés vérifient les résultats expérimentaux obtenus et permettent de prévoir un flux d'ultrafiltration indépendant de la pression de travail ; ce qui est confirmé par l'expérience.

Nous avons également constaté que l'épaisseur de la couche de polarisation est proportionnelle à la vitesse de l'agitation, l'épaisseur de la couche de polarisation reste toujours inférieure à l'épaisseur de la couche limite hydrodynamique.

Abréviation

E/H	Eau dans l'huile
H/E	Huile dans l'eau
MF	Microfiltration
NF	Nano filtration
SC	Seuil de coupure
TR	Taux de rétention
UF	Ultrafiltration

Caractères romains

\vec{A}	le vecteur d'aire de la surface	m^2
A_f	l'aire de l'interface f ($ \vec{A} = A_x\vec{i} + A_y\vec{j} $ en 2D)	m^2
b	demi-hauteur de canal	m
C	concentration	%
C_g	concentration en huile au niveau de la membrane,	%
C_p	concentration dans le perméat.	%
C_{SA}	concentration d'un soluté dans l'alimentation.	kg/m ³
C_{SP}	concentration d'un soluté dans le perméat.	kg/m ³
d_g	diamètre des gouttelettes d'huile	m
D_{if}	coefficient de diffusion	J/pa.s.m
d_p	diamètre des pores	m
grad ϕ	le gradient de ϕ	m^{-1}
J	débit du solvant par unité de surface	$l/m^2.s$
J_{lim}	Le flux maximal que l'on peut atteindre, lorsque la concentration en soluté sur la membrane est égale à C_g	$l/m^2.s$
J_p	flux de perméation	$l/m^2.s$
K	coefficient de transfert de matière.	$J/pa.s.m^2$
k_b	la constante de Boltzman	$J. K^{-1}$
L	longueur du canal	m
L_p	perméabilité	m^{-1}
L_{p0}	Perméabilité de la membrane au solvant	$L.h^{-1}.m^{-2}.bar^{-1}$
M	masse molaire	kg.mole ⁻¹

m_d	la masse particulaire déposée par unité de surface membranaire.	kg
N	flux de matière	$l/m^2.s$
N_{faces}	le nombre de faces (interfaces) du volume de contrôle.	
N_p	nombre de pore par unité de surface.	
Q_0	débit initial	l/s
Q_c	débit de concentrat	l/s
Q_p	débit de perméat	l/s
r	rayon de pore moyen	m
R	constante des gaz parfaits	$J.K^{-1}.mole^{-1}$
R_a	Résistance due à l'adsorption	m^{-1}
R_b	Résistance due au blocage des pores	m^{-1}
R_d	Résistance due au dépôt en surface	m^{-1}
R_m	Résistance de la membrane	m^{-1}
R_p	Résistance de polarisation de concentration	m^{-1}
S	la surface effective de la membrane	m^2
S_Φ	le terme source (la source de Φ par unité de volume).	m^{-3}
T	température	K
t	Temps	s
U_0	vitesse moyenne d'écoulement	m/s
W	vitesse d'agitation	rpm
Y	taux de conversion	%

Caractères grecs

ΔP_m	Pression transmembranaire effective	bar
ϕ	La variable dépend	%
$(\vec{\nabla}\phi)_n$	La valeur de $\vec{\nabla}\phi$ normal (perpendiculaire) à l'interface f	%
Γ_ϕ	Le coefficient de diffusion de la grandeur ϕ	$J/pa.s.m$
\vec{v}	La vectrice vitesse ($\vec{v} = v_x\vec{i} + v_y\vec{j}$)	m/s
v_f	Le flux de masse à travers l'interface f .	l/m^2s
δ	L'épaisseur de la couche polarisée.	m
ΔP	Pression transmembranaire	bar

ΔX	Epaisseur de la couche active de la membrane	m
μ	Viscosité du solvant à la température de l'expérience	Pa.s
ρ	La densité du fluide	Kg/l
$\Delta \Pi$	Pression osmotique	bar
Φf	La valeur de $\Phi_{\text{transférée}}$ par convection à travers l'interface f .	%

Liste des tableaux

Tableau I. 1 : Aspect des émulsions	5
Tableau IV. 1: Caractéristiques de l'huile utilisée.	42
Tableau IV. 2: Les différentes expériences classées selon les conditions opératoires.....	44
Tableau IV. 3: Coefficients de l'équation de viscosité en fonction de la concentration.....	45
Tableau IV. 4: Valeurs de la viscosité réelle et corrélées	45
Tableau IV. 5: Coefficient de l'équation de simulation de flux.....	47
Tableau IV. 6: L'épaisseur de la couche limite hydrodynamique.....	53
Tableau IV. 7: L'épaisseur de la couche limite hydrodynamique et la couche de polarisation.	58
Tableau IV. 8: Valeurs de α et β à différentes concentrations initiales.....	61

Liste des figures

Figure I. 1: Représentation de la structure chimique d'un tensioactif	3
Figure I. 2 : Cisaillement d'une gouttelette par deux veines liquides en mouvement l'une par rapport à l'autre.	6
Figure I. 3 : Type d'huile soluble.....	8
Figure I. 4: Représentation schématique de la séparation par membrane.....	12
Figure I. 5: Différentes techniques de filtration en fonction de diamètre des pores	13
Figure II.1: Mise en œuvre de la filtration frontale.....	15
Figure II.2: Mise en œuvre de la filtration tangentielle.....	16
Figure II.3: Caractérisation de la sélectivité d'une membrane d'ultrafiltration.	18
Figure II.4: Schématisation des différents mécanismes de colmatage d'une membrane d'UF.	21
Figure II.5: Evolution du flux de perméat en fonction du temps.	23
Figure II.6: Evolution du profil de concentration à l'intérieur de la couche limite de polarisation de concentration.	25
Figure II.7: Profil de concentration a) avec le flux J en filtration tangentielle pour une vitesse de circulation donnée – b) au cours du temps t en filtration frontale.	26
Figure II.8: Variation du flux avec la pression appliquée.....	28
Figure II. 9: Schéma de la cellule d'ultrafiltration et l'évolution de la concentration en soluté dans une cellule agitée en batch.	29
Figure II. 10: Formation de la couche de gel.	33
Figure III. 1: Le flux en fonction de temps pour les différents schémas.....	39
Figure III. 2: Organigramme de calcul.....	40
Figure IV.1: Cellule d'ultrafiltration frontale.	41
Figure IV.2: Variation du flux en fonction de la pression	43
Figure IV.3: La viscosité de l'émulsion en fonction de la concentration	44
Figure IV.4 : Coefficient de diffusion en fonction de la concentration de l'émulsion	46
Figure IV.5: Variation des flux de perméat expérimentaux et simulés en fonction du temps.....	48
Figure IV.6: Variation du flux en fonction de la concentration en huile à ($\Delta P=1$ bar ,3bars et $W=300$ rpm).....	50
Figure IV.7: Variation de la concentration de gel en fonction de la vitesse d'agitation.	51
Figure IV.8: Schéma de l'écoulement au voisinage d'un disque tournant.....	52
Figure IV.9: Schéma de la cellule agitée utilisé par N.O. Becht et Col.	53
Figure IV.10: Organigramme de calcul de l'épaisseur de la couche de polarisation (δ)	55
Figure IV.11: Profil de la concentration en fonction de la distance et du temps à $C_0=4\%$, $W=0$ rpm et $\Delta P=2$ bars.....	56

Figure IV.12: Variation de δ en fonction du temps et de la vitesse d'agitation pour $C_0=4\%$	56
Figure IV.13: La variation de δ en fonction de la vitesse de l'agitation	57
Figure IV.14: Variation de la couche limite hydrodynamique et la couche de polarisation en fonction de la vitesse de l'agitation.	58
Figure IV. 15: Schéma d'explication de calcul de $\left. \frac{\partial c}{\partial x} \right _{x=\delta}$	59
Figure IV.16: Variation de $\ln(Rp)$ en fonction de $\ln(M_h)$ pour $W= 0$ rpm et $C_0= 4\%$	60
Figure IV.17: Profil de la concentration en fonction de la distance et du temps pour $C_0=4\%$, $W=0$ rpm et $\Delta P= 2$ bars.	61
Figure IV.18: L'évolution de concentration dans la couche de polarisation à $C_0=4\%$, $W=100$ rpm et $\Delta P= 2$ bar.	62
Figure IV.19: Représentation spatiale de l'évolution de la concentration dans la couche de polarisation à $C_0=4\%$, $W= 100$ rpm et $\Delta P= 2$ bars.	62
Figure IV.20: Variation de Flux en fonction du temps pour différentes pression à $C_0= 4\%$..	63
Figure IV.21: Variation de Flux en fonction du temps pour des concentrations initiales différentes ($\Delta P= 2$ bars).	64
Figure IV.22: Variation de flux en fonction du temps pour différentes vitesse d'agitation ($P= 2$ bars, $C_0= 4\%$).	65
Figure IV.23: Variation de la concentration au niveau de la surface de la membrane en fonction du temps et de l'agitation à $C_0=4\%$, et $\Delta P= 2$ bars.	67
Figure IV.24: Profil de la concentration en fonction de la distance et du temps à $C_0=4\%$, $W= 0$ rpm et $\Delta P= 2$ bar(a :deuxième modèle, b : premier modèle)..	68
Figure IV.25: profil de la concentration en fonction de la distance et du temps à $C_0= 4\%$, $W = 100$ rpm et $\Delta P= 2$ bar.	68
Figure IV.26:L'évolution de concentration dans la couche de polarisation à $C_0=4\%$, $W=100$ rpm et $\Delta P= 2$ bars.	69
Figure IV.27:Représentation spatiale de l'évolution de concentration dans la couche de polarisation à $C_0=4\%$, $W= 100$ rpm et $\Delta P= 2$ bars.	69

Table des matières

Introduction générale	1
I.1 TENSIOACTIFS ET EMULSION STABILISEE	3
I.1.1 Tensioactifs	3
I.1.1.1 Structures chimiques	3
I.1.2 Classes des tensioactifs	3
a) Les tensioactifs anioniques	3
b) Les tensioactifs cationiques	4
c) Tensioactifs non ioniques :	4
d) Les tensioactifs amphotères	4
I.1.3 Les émulsions	4
I.1.3.1 Différents types d'émulsion	4
I.1.3.2 Aspect des émulsions	4
I.1.3.3 Formation des émulsions	5
I.2 Fluide de coupe	6
I.2.1 Classification	7
I.2.2 Formulations Générales	8
I.2.2.1 Huiles de base	9
I.2.2.2 Émulgateurs (tensioactifs et cotensioactifs)	9
I.2.2.3 Inhibiteurs de corrosion	9
I.2.2.4 Agents antimousse	9
I.2.2.5 Les biocides (ou agents biorésistants)	10
I.2.2.6 Agent mouillant	10
I.2.2.7 Additifs anti-usure	10
I.2.2.8 Agent extrême pression (EP)	10
I.2.2.9 Les colorants	10
I.2.2.10 Les produits odorisants et les parfums	10
I.2.2.11 Eau	10
I.3 Procèdes de traitement des fluides de coupe usés	11
I.3.1 Procèdes physico-chimique	11
I.3.2 Procèdes par voie thermique	11
I.3.3 Procèdes à membranes	11

II.1 DEFINITION ET PRINCIPE	14
II.2 Principes de mise en œuvre des membranes	15
II.2.1 La filtration frontale	15
II.2.2 Écoulement tangentiel	15
II.3 CLASSIFICATION DES MEMBRANES	16
II.3.1 Classification d’après le mécanisme de séparation	16
II.3.2 Classification d’après la structure	17
II.3.3 Classification d’après la nature chimique	17
II.4 CARACTERISATION DES MEMBRANES	17
II.4.1 Définition du taux de conversion	18
II.4.2 Sélectivité d’une membrane (taux de rétention ou seuil de coupure)	18
II.4.3 La perméabilité d’une membrane (Lp)	19
II.4.4 Résistance de la membrane	20
II.5 MECANISMES DE COLMATAGE	20
II.5.1 Le colmatage par dépôt de particules en surface	21
II.5.2 Le blocage des pores	22
II.5.3 L’adsorption	22
II.6 CONSEQUENCES DU COLMATAGE SUR LE PROCEDE	22
II.7 LA MODELISATION DU COLMATAGE	23
II.7.1 Modèle des résistances hydrauliques en série	23
II.7.2 Modèle du colmatage particulaire en filtration frontale	24
II.8 POLARISATION DE CONCENTRATION	24
II.9 MODELISATION D’ULTRAFILTRATION	27
II.9.1 Modèles sans polarisation	27
-Modèle des pores	27
II.9.2 Modèle avec polarisation de concentration	28
II.9.2.1 Modèle de LEE	28
II.9.2.2 Modèle du film	30
II.9.2.3 modèle de la pression osmotique	32
II.9.2.4 Modèle du gel	33
II.10 CONCLUSION	33
III.1 INTRODUCTION	35
III.2 MODELISATION	35
- Equation gouvernante	35

- Maillage	35
- Discrétisation	35
III.3 REGIME TRANSITOIRE.....	38
III.4 DIFFERENTS SCHEMAS DE LA FONCTION A(P)	39
IV.1 PARTIE EXPERIMENTALE	41
IV.1.1 Principe de fonctionnement.....	41
IV.1.2 Membrane utilisée.....	41
IV.1.3 Type d’huile utilisée	42
IV.1.4 Détermination de la perméabilité de la membrane neuve.....	42
IV. 2 CORRELATION DES DIFFERENTS RESULTATS EXPERIMENTAUX.....	43
IV.2.1 Les différentes expériences simulées	43
IV.2.2 Corrélation de la viscosité de l’émulsion.....	44
IV.2.3 Corrélation de coefficient de diffusion	45
IV.2.4 Corrélation du flux d’ultrafiltration	46
IV.3 RESULTATS ET INTERPRETATIONS.....	48
IV.3.1 Influence de l’agitation sur la concentration de gel	48
IV.3.2 Couche limite hydrodynamique.....	52
IV.4 DETERMINATION DE L’EPAISSEUR DE LA COUCHE DE POLARISATION (δ).....	53
IV.5 MODELISATION.....	58
IV.5.1 PREMIER MODELE	58
IV.5.1.1 Calcul de $\left. \frac{\partial C}{\partial x} \right _{x=\delta}$ par ajustement linéaire.....	59
IV.5.1.2 Calcul des valeurs d’alpha (α) et de beta (β)	60
IV.5.1.3 Profil de concentration au niveau de la couche de polarisation.....	61
IV.5.1.4 Validation du modèle	63
-Pression	63
-Concentration initiale en huile.....	64
-Vitesse d’agitation	65
IV.5.1.5 CONCLUSION	65
IV.5.2 DEUXIEME MODELE.....	66
IV.5.2.1 Variation de la concentration au niveau de la surface de la membrane	67
IV.5.2.2 Profil de la concentration dans la couche de polarisation	68
CONCLUSION GENERALE	70

Introduction

Introduction générale

L'usinage des métaux est réalisé sur des machines-outils. Ce type d'opérations, qui met en contact de manière dynamique une pièce métallique et un outil, conduit à des phénomènes importants de frottements qui se traduisent par une élévation de la température et une usure de l'outil de coupe.

Afin de limiter ces phénomènes, les industries de transformation des métaux ont recouru aux fluides de coupe. Ces derniers arrivent à faible débit, en continu, sur l'interface outil-pièce à usiner pour remplir les fonctions suivantes:

- refroidir l'outil de coupe et la pièce à usiner pour éviter toute déformation de ceux-ci,
- lubrifier l'interface copeau-outil afin de réduire les frottements, ce qui diminue ainsi la puissance consommée,
- éliminer les copeaux et les impuretés pour limiter les risques de détériorations de la surface usinée des pièces,
- protéger de la corrosion les pièces usinées ainsi que l'outil de coupe.

Le développement des industries mécaniques et métallurgiques, les nouvelles contraintes liées à l'usinage de nouveaux alliages de dureté plus élevée, conduisent à une demande sans cesse croissante de nouvelles gammes de produits de plus en plus sophistiqués et performants.

Au fil du temps, ces fluides de coupe perdent leur efficacité, et leur rejet même sous forme diluée est dangereux pour le milieu naturel. Il faut donc les traiter pour réduire leur toxicité.

De nombreuses techniques sont appliquées dans ce traitement, en particulier une technique de séparation membranaire, qu'est l'ultrafiltration. Cette technique est l'objectif de notre étude.

L'ultrafiltration est désormais devenue un procédé de séparation très utilisé pour la concentration et la séparation de molécules de masse moléculaire comprise entre 500 et 80000. Elle est très couramment utilisée dans l'industrie notamment pour la récupération de sous-produits de grande valeur de même que dans le domaine du traitement des eaux.

Un grand nombre d'étude a été publié sur les diverses applications de l'ultrafiltration de même que dans le domaine théorique des transferts de matière à travers les membranes.

Le but essentiel de cette étude est de trouver le modèle qui estime le mieux, l'évolution de la concentration dans la couche de polarisation dans le cas d'ultrafiltration d'une émulsion d'huile de coupe dans une cellule agitée en batch. Cette étude nous permettra de comprendre l'influence de certains paramètres sur le flux de filtrat.

La modélisation de la polarisation de concentration nécessite la modélisation de la diffusion-convection présente dans la couche limite adjacente à la membrane. La résolution en utilisant l'approximation de la couche limite nécessite la résolution simultanée du profil de vitesse et concentration au voisinage de la surface de la membrane. La solution des équations différentielles gouvernant le phénomène requière l'incorporation du modèle approprié de transport de soluté à travers la membrane comme conditions aux limites.

Il n'existe pas une procédure simple pour le traitement de ce type de problème, la concentration à la surface de la membrane varie en fonction du temps et/ou la position axiale.

Une solution analytique pour ce type de problème est à exclure, et donc, la prédiction de la chute du flux n'est possible qu'avec une simulation détaillée du problème.

Chapitre I
Problématique

I.1 TENSIOACTIFS ET EMULSION STABILISEE

I.1.1 Tensioactifs

Un tensioactif ou agent de surface, appelé aussi surfactant, est défini comme étant une substance chimique ayant en générale un radical hydrophile (groupement polaire), et un radical hydrophobe (chaîne hydrocarbonée) [1].

I.1.1.1 Structures chimiques

Les molécules tensioactives comportent deux parties de polarités différentes [2].

Une partie, peu polaire, à un caractère hydrophobe ou lipophile, elle est soluble dans l'huile et insoluble dans l'eau. L'autre partie, plus polaire, a un caractère hydrophile [3].

La molécule tensioactive est souvent schématisée comme suit [1]:

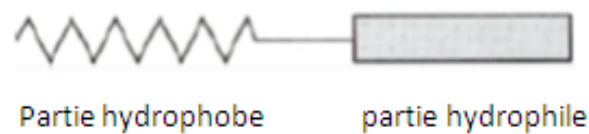


Figure I. 1: Représentation de la structure chimique d'un tensioactif.

I.1.2 Classes des tensioactifs

Les agents tensioactifs sont classés en fonction de la nature de la partie hydrophile. Puisque celle-ci gouverne leurs propriétés, on distingue les tensioactifs anioniques, cationiques, non ioniques et amphotères [2].

a) Les tensioactifs anioniques

Ce sont des agents de surfaces dont le groupement hydrophile est chargé négativement (COO^- , -SO_3^- , ...). Les substances anioniques sont les plus utilisées industriellement et peuvent être subdivisées en trois groupes :

- Sels d'acides carboxyliques, $\text{RCOO}^- \text{M}^+$ (savons).
- Sels d'esters d'acides sulfurique, $\text{R-OSO}_3^- \text{M}^+$ (sulfates).
- Sels d'acides sulfoniques, $\text{R-SO}_3^- \text{Na}^+$ (sulfonâtes) [4].

b) Les tensioactifs cationiques

Comportent un groupement ionique chargé positivement en solution aqueuse, ce sont généralement des sels d'ammonium quaternaire[2].

c) Tensioactifs non ioniques :

Ces agents émulseurs ne donnent naissance à aucun ion en solution aqueuse [3]. L'hydrophilie est apportée par des groupements fonctionnels non chargés (alcool, éther, ester, amide) contenant des hétéroatomes tels que l'azote ou l'oxygène[2].

d) Les tensioactifs amphotères

Ils peuvent se comporter comme des agents anioniques ou cationiques, selon le milieu [1]. Ils sont par conséquent parfois classifiés comme non ioniques.

De nombreuses substances naturelles ont des propriétés tensioactives et sont amphotères [3].

I.1.3 Les émulsions

Le terme émulsion désigne un système comprenant au moins deux liquides non miscibles, dont l'un est dispersé dans l'autre, sous une forme plus ou moins stable. Rigoureusement parlant, une émulsion est instable du point de vue de la thermodynamique, en pratique, on constate cependant des stabilités qui peuvent atteindre plusieurs années, la fabrication des émulsions est connue depuis l'antiquité, mais leur étude scientifique ne date que du début du 20^e siècle [5].

I.1.3.1 Différents types d'émulsion

Selon la nature de la phase continue, on peut distinguer deux types d'émulsions : Émulsion eau dans huile E/H si la phase continue est une phase grasse, et d'émulsion huile dans eau H/E si la phase continue est constituée d'un liquide polaire associé (d'ordinaire, il s'agit d'eau ou d'une solution aqueuse)[5].

I.1.3.2 Aspect des émulsions

L'aspect des émulsions peut être rattaché à la dimension moyenne des gouttes (Tableau I.1), L'aspect opaque (laiteux) est produit par la diffusion et la réflexion de la lumière visible. Les reflets bleutés sont dus à la diffusion inégale du spectre visible (effet

Tyndall) produit par les particules inférieures à 0,2 μm , ce qui explique aussi la couleur bleue du ciel. En cas de polydispersité, une minorité de grosses particules donne son aspect à l'ensemble de l'émulsion. Avec des phases de même indice de réfraction (au moins à une température donnée) ou avec des nano-dispersions d'huile, appelées nano-émulsions ou mini-émulsions ($50 \text{ nm} < d < 200 \text{ nm}$), on arrive à des milieux transparents ou translucides [6].

Tableau I. 1 : Aspect des émulsions

Diamètre des gouttelettes (μm)	Aspect de l'émulsion
> 1	Emulsion blanche laiteuse
De 1,0 à 0,1	Emulsion blanche à reflets bleutés
De 0,1 à 0,05	Emulsion grise semi-transparente
< 0,05	Emulsion transparente (nano dispersion)

I.1.3.3 Formation des émulsions

Sous l'effet d'un cisaillement (exemple : une agitation), deux liquides non miscibles peuvent former une émulsion. L'émulsification est accompagnée d'un accroissement considérable de l'aire interfaciale liquide-liquide. Les gouttelettes constituant la phase dispersée sont d'autant plus fines que l'action de dispersion dans la phase continue est plus énergique. L'existence de la dispersion est directement liée à l'effet d'agitation, mais dès que cette dernière cesse, les gouttes se rassemblent. Une émulsion est thermodynamiquement instable. Si la différence entre les masses volumiques des phases est suffisante, il y a démixtion et la décantation de la phase lourde donne naissance à une interface plane. L'adjonction d'additifs dans la formulation est un des moyens les plus utilisés permettant d'obtenir un système métastable au repos, c'est à dire possédant une certaine stabilité cinétique [7, 8, 9,10].

La formulation des émulsions doit prendre en compte :

- d'une part, les variables de composition (nature et proportion des phases ainsi que choix et quantité d'émulsifiant) et la température, qui conditionnent le type de l'émulsion (importance de la physicochimie des systèmes dispersés, et particulièrement de la connaissance des émulsifiants et de leurs interactions avec les deux phases en présence),
- d'autre part, la technique d'émulsification (mécanique, chimique,...), qui détermine en grande partie la qualité de l'émulsion (finesse, stabilité).

Du point de vue hydrodynamique, l'émulsification peut être obtenue en régime laminaire ou en régime turbulent [11,12]. L'émulsification en régime laminaire utilise

notamment l'écoulement forcé à travers un capillaire. L'émulsification par cisaillement doux en régime laminaire est possible lorsque les deux phases sont suffisamment visqueuses et que la fraction volumique de phase dispersée est élevée, l'énergie consommée est alors faible. Mais ce procédé requiert un temps d'émulsification pouvant atteindre plusieurs heures [6,13].

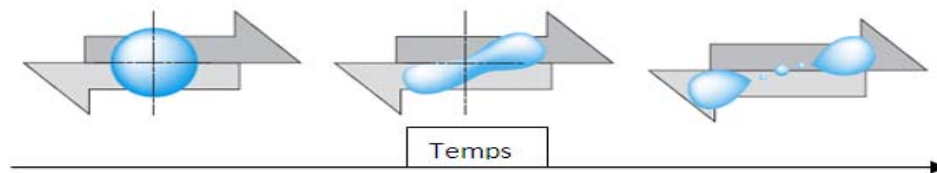


Figure I. 2 : Cisaillement d'une gouttelette par deux veines liquides en mouvement l'une par rapport à l'autre.

I.2 FLUIDE DE COUPE

Les industries de fabrication et de transformation des métaux utilisent les procédés d'usinage par enlèvement de matière afin d'obtenir des pièces finies. On distingue parmi ces procédés les opérations de sciage, tournage, fraisage, décolletage, forage, etc.

L'usinage des métaux est réalisé sur des machines-outils servant à façonner le métal ou tout autre matériau en le faisant tourner rapidement devant un outil de coupe qui sert à enlever des portions indésirables sous forme de copeau.

Comme le processus de coupe induit de fortes contraintes locales, des frottements et un dégagement considérable de chaleur, les outils de coupe doivent combiner solidité, robustesse, dureté, et résistance à l'usure aux températures élevées. Pour de nombreuses opérations de coupe, des liquides appelés fluides de coupe utilisés pour refroidir et lubrifier [1].

- **refroidissement** de l'outil et de la pièce grâce à la capacité thermique massique élevée de l'eau ;

- **lubrification** de la coupe, grâce à la teneur en corps gras du savon.

En outre, l'eau de savon était plus « mouillante » que l'eau pure, mais elle ne permettait pas d'éviter la corrosion et tachait les pièces et les machines.

L'eau de savon fut remplacée par des huiles végétales ou animales, puis par des émulsions d'huiles minérales et, enfin, par des mélanges d'huiles minérales et de matières

grasses dans lesquels on ajoute des additifs pour leur conférer des qualités supplémentaires [14].

D'autres fonctions auxiliaires sont rattachées aux deux premières :

- L'évacuation des copeaux : les fluides de coupe doivent évacuer les copeaux afin de tenir propre la zone d'opération.
- Le pouvoir anticorrosif pour les machines et les pièces pendant l'usinage [1].

On distingue deux grandes familles de fluides de coupe:

- les fluides de coupe entiers : les produits anhydres sont employés sans ajout d'eau,
- Les fluides de coupe aqueux : les produits sont livrés concentrés, ils sont utilisés à de faibles concentrations dans l'eau.

Le choix du type de fluide est fonction de l'usinage. Les fluides de coupe entiers sont préférés pour les opérations nécessitant une lubrification importante.

Dans le cadre de ce travail, on se limitera à l'étude des fluides de coupe aqueux [3].

I.2.1 Classification

Les fluides de coupes aqueux sont formés à base de certains produits (huile minérale,émulateurs, inhibiteurs de corrosion, additifs divers, etc.) [1].

Ces produits, émulsifiables en toutes proportions avec l'eau, sont couramment utilisés à des concentrations variant de 1 à 10% pour 90 à 99% d'eau.

Suivant la nature et la proportion relative des produits concentrés de départ, comme l'indique la figure I.3, on distingue trois catégories principales de fluides de coupe aqueux [15] :

- Les macro-émulsions : le concentré de base se compose d'environ 80% d'huile minérale, émulsionnées dans l'eau, elles forment des solutions très stables d'aspect blanc laiteux dont la taille des gouttelettes d'huile dispersées dans l'eau est de l'ordre de micromètre (> à 0,1 micromètres).
- Les microémulsions (ou fluides semi synthétiques) : le concentré contient peu d'huile minérale et une forte proportion d'agents émulseurs et d'agents anticorrosion. Suivant la quantité d'huile de base l'aspect peut être laiteux bleuté ou translucide.La taille de gouttelettes dispersées dans l'eau est de l'ordre de 10 à 100 nanomètres.

- Les solutions vraies (ou fluides entièrement synthétiques) : ce sont des solutions pures qui ne contiennent pas d'huile minérale, préparés avec des agents ayant des propriétés détergentes et divers additifs favorisent le mouillage de la pièce usinée. Les plus utilisés se composent de produits éthoxylés, de polyglycols et leurs esters, d'acide borique et de divers acides organiques. Mélangés avec de l'eau elles donnent des solutions transparentes de très fines gouttelettes (< à 10 nanomètres) [4].

Les fluides synthétiques et semi-synthétiques ont une durée d'utilisation plus longue par rapport aux macro-émulsions. Ces dernières présentent l'avantage d'une meilleure lubrification[3].

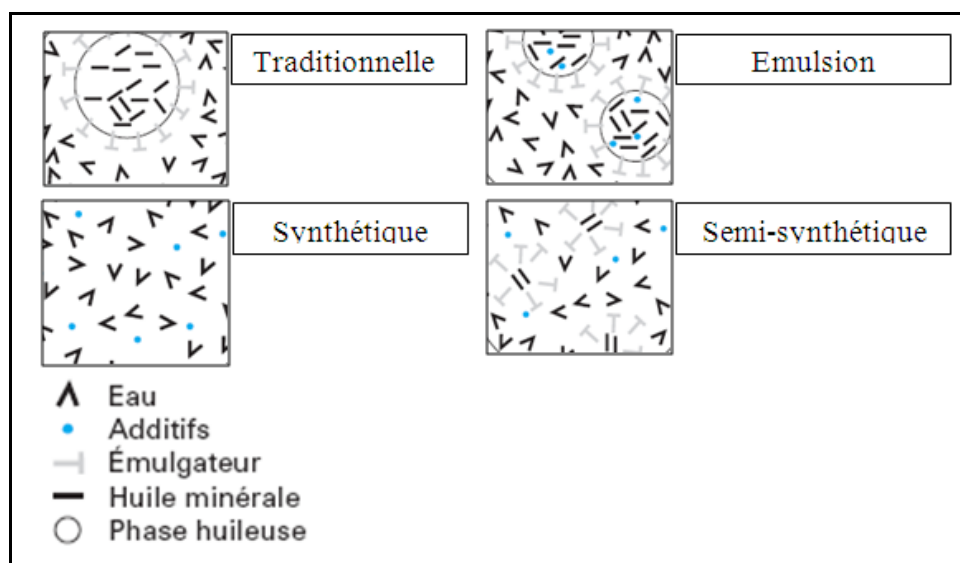


Figure I. 3 : Type d'huile soluble.

I.2.2 Formulations Générales

Les groupes de produits constitutifs les plus importants entrant dans la formulation des fluides de coupe aqueux sont les suivants [14]:

- *Huiles de base*
- *Émulateurs(tensioactifs et cotensioactifs)*
- *Inhibiteurs de corrosion*
- *Agents antimousse*
- *Les biocides (ou agents biorésistants)*
- *Agent mouillant*
- *Additifs anti-usure*
- *Agent extrême pression (EP)*
- *Les colorants*

- *Les produits odorisants et les parfums*
- *Eau.*

I.2.2.1 Huiles de base

Ces huiles minérales, de type paraffiniques, naphthéniques ou aromatiques, assument le rôle de lubrifiant [16].

I.2.2.2 Émulseurs (tensioactifs et cotensioactifs)

Ils permettent la mise en émulsion stable de l'huile dans l'eau. Il s'agit des tensioactifs généralement de type anionique, comme les savons alcalins, les savons amines, les sulfonates, ou de type ionique comme les oxydes polyéthyléniques. Les cotensioactifs possèdent les propriétés d'un alcool c'est-à-dire être partiellement soluble dans l'eau (alcool benzylique) [17].

I.2.2.3 Inhibiteurs de corrosion

Leur fonction est d'empêcher la corrosion des pièces et des machines-outils [14]. Ils constituent des couches adsorbées étanches aux produits corrosifs. Ces composés limitent les phénomènes de corrosion lors de l'usinage [3].

Les inhibiteurs de corrosion sont différents en fonction du métal auquel ils s'appliquent.

- pour les métaux ferreux: savons d'acides polycarboxyliques, imidazoline, sulfonamides, sarkosines, sulfonates et savons.
- pour les métaux non ferreux: benzotriazole, mercaptobenzothiazole [6].

I.2.2.4 Agents antimousse

Le fait d'utiliser des tensioactifs peut provoquer dans certaines conditions, l'apparition de mousses [3].

Les antimousses doivent empêcher le moussage du fluide et favoriser sa désaération. Ce sont [6] :

- des silicones (molécules complexes basées sur du silicium). Ils ont une polarité très importante et sont donc difficilement lavables. De plus, ils empêchent la peinture des pièces usinées.
- des polysiloxanes: ces silicones organo-modifiés sont compatibles avec les opérations de peinture.
- des cires.

I.2.2.5 Les biocides (ou agents biorésistants)

Ils sont incorporés dans la formulation pour limiter la contamination et la prolifération microbienne des fluides de coupe (bactéries, champignons, levures, etc.), on peut citer les dérivés de formaldéhyde et les dérivés d'hexahydrotriazine.

I.2.2.6 Agent mouillant

Il sert à augmenter les propriétés réfrigérantes du produit.

I.2.2.7 Additifs anti-usure

Leur fonction est de réduire l'usure et le coefficient de friction[6]. Ce sont des composés phosphorés ou des composés à base de zinc[3].

I.2.2.8 Agent extrême pression (EP)

On utilise le plus souvent, le soufre, le chlore, le phosphore. Ces composés réagissent sur les surfaces métalliques mobiles (pièce à usinée et outils) en formant une couche lustrant solide à haute résistance à la compression et à faible résistance au cisaillement, et qui sépare les surfaces en empêchant l'usure des outils.

I.2.2.9 Les colorants

Sont utilisés pour conférer une couleur à un produit initialement transparent, et plus particulièrement pour les microémulsions et les solutions vraies. Les plus utilisés sont la fluorescéine et l'hélianthine.

I.2.2.10 Les produits odorisants et les parfums

Sont utilisés pour masquer les odeurs désagréables de certains constituants de fluides de coupe.

I.2.2.11 Eau

Son rôle est de :

- stabiliser les formulations contenant peu d'huile minérale ;
- solubiliser les additifs hydrophiles.

I.3 PROCÉDES DE TRAITEMENT DES FLUIDES DE COUPE USES

Les émulsions stabilisées ne peuvent pas être traitées par les procédés classiques de séparation utilisés pour les émulsions non stabilisées, à savoir : la décantation, la flottation, la centrifugation, etc., ceci pour les raisons suivantes :

- les gouttelettes d'huile sont trop petites pour pouvoir se séparer par décantation,
- la présence des agents émulsifiants s'oppose à toute coalescence entre les gouttelettes d'huile du fait de l'existence d'une barrière électrique et stérique [3].

Pour réduire la toxicité des effluents, et pour régénérer les solutions qui, polluées par des huiles extérieures, forment des émulsions dans le cas des fluides synthétique, les techniques suivantes sont généralement appliquées :

I.3.1 Procèdes physico-chimique

Ces procédés consistent à déstabiliser ou casser l'émulsion au moyen de réactifs chimiques (acides, sels ou polyélectrolytes), puis à séparer par décantation, centrifugation ou flottation, la phase huileuse de la phase aqueuse [18,19].

L'inconvénient de ce procédé est le fait que l'on remplace une pollution organique par une pollution saline ou chimique [20].

I.3.2 Procèdes par voie thermique

Ces techniques consistent à évaporer l'eau contenue dans le fluide afin de concentrer la phase huileuse et ses additifs. Ces derniers constituent un résidu qui peut être brûlé par la suite ou revalorisé. La phase vapeur est séparée et condensée.

Des entraînements liquides dans les vapeurs, sous forme de fines gouttelettes, conduisent dans certains cas à la nécessité d'un traitement secondaire des effluents.

Ces procédés, qui s'adaptent aisément à la diversité des émulsions utilisées, présentent un inconvénient majeur, à savoir : une consommation d'énergie très importante. Le traitement thermique est le seul procédé utilisé pour les fluides synthétiques [21].

I.3.3 Procèdes à membranes

Ils sont considérés comme des procédés de filtration en milieu liquide qui utilisent des membranes dont les diamètres de pores diminuent progressivement, quand on passe de la microfiltration à l'ultrafiltration puis à la nano-filtration et enfin à l'osmose inverse [22].

En particulier, l'ultrafiltration qui fera l'objet de notre étude, présente les caractéristiques suivantes:

- Procédé mécanique et n'implique aucune intervention chimique.
- Sa consommation énergétique est très faible.
- Son fonctionnement est automatique.
- Son encombrement est limité[23].

De façon générale, une membrane peut être définie comme étant une couche mince permettant l'arrêt ou le passage sélectif de substances dissoutes ou non, sous l'action d'une force motrice (Figure I.4) [24].

Les différentes forces motrices sont les suivantes:

- un gradient de pression ΔP .
- un gradient de concentration ΔC .
- un gradient de potentiel électrique ΔE .
- un gradient de pression partielle Δp .
- un gradient de température ΔT .

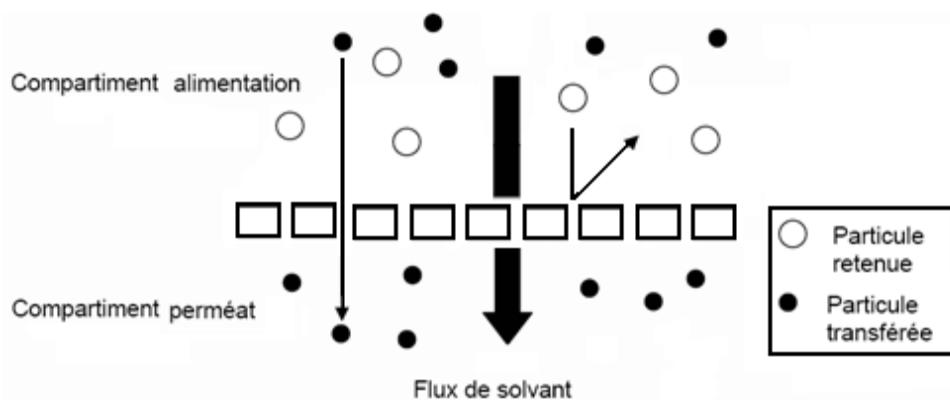


Figure I. 4: Représentation schématique de la séparation par membrane.

La phase retenue constitue alors le rétentat (ou concentrat) alors que la phase ayant traversé la membrane s'appelle le perméat (ou filtrat)[25].

Les critères de séparation des particules, des molécules et/ou des ions peuvent être[26]:

- La dimension et la forme,
- La nature chimique,
- L'état physique,

- La charge électrique [27].

Les techniques membranaires à gradient de pression, ou appelées également techniques baro-membranaires, reposent sur une différence de pression totale de part et d'autre de la membrane. On distingue parmi ces procédés :

- la microfiltration (MF)
- l'ultrafiltration (UF)
- la nano-filtration (NF)
- l'osmose inverse (OI)[25].

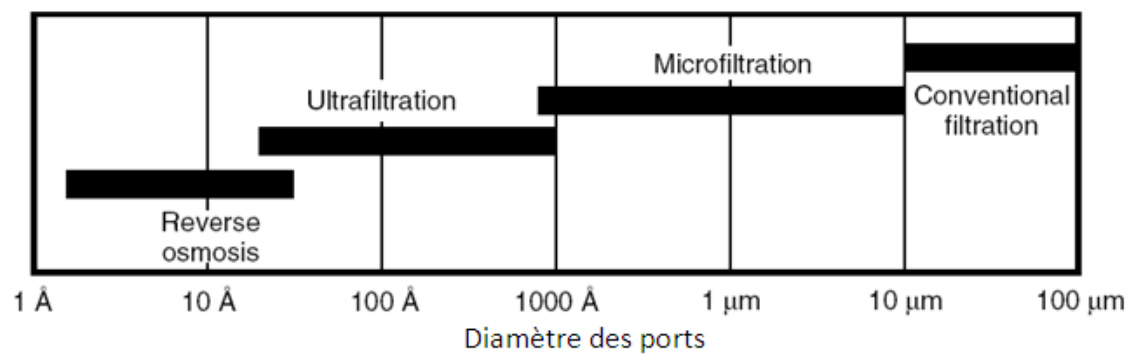


Figure I. 5: Différentes techniques de filtration en fonction de diamètre des pores [25].

La figure I.5 récapitule l'ensemble de techniques de filtration qui vont de l'osmose inverse permettant de séparer des ions minéraux de l'eau, à la filtration conventionnelle (filtre à sable) permettant de filtrer des objets dont la taille est celle du diamètre d'un cheveu.

La technique utilisée dans cette thèse est celle de l'ultrafiltration qui permet de filtrer des particules ayant la taille des protéines et qui est adaptée pour la rétention des colloïdes [28].

Chapitre II
Ultrafiltration

II.1 DEFINITION ET PRINCIPE

L'ultrafiltration (UF) peut être définie comme un procédé de séparation en phase liquide, par perméation à travers des membranes denses ou microporeuses, sous l'action d'un gradient de pression. Tout constituant dont le poids moléculaire est égal ou supérieur à un seuil caractéristique, sera retenu par cette membrane, tout constituant de poids moléculaire inférieur passera à travers [29].

L'ordre de grandeur de ce seuil est de 20 kDaltons, ce qui correspond à la rétention des macromolécules, des colloïdes et des bactéries. Le diamètre moyen des pores des membranes d'ultrafiltration est compris entre 10 Angströms et 100 Angströms.

L'ultrafiltration utilise des membranes microporeuses dont les diamètres de pores sont compris entre 1 et 100 nm. De telles membranes laissent passer les petites molécules (eau, sels) et arrêtent les molécules de masse molaire élevée. Pour cette raison, cette technique est utilisée pour l'élimination de macro-solutés présents dans les effluents ou dans l'eau à usage domestique, industriel ou médical [30, 31].

La force motrice qui provoque le transfert de matière est simplement une différence de pression, généralement inférieure à 5 bars, existant entre les deux compartiments séparés par la paroi semi-perméable [32].

En ultrafiltration, les macromolécules qui sont amenées vers la surface de la membrane par le mouvement du solvant ont tendance à s'y accumuler. En régime stationnaire, cet effet est équilibré par la diffusion qui résulte du gradient de concentration en macromolécules.

La couche limite en ultrafiltration se distingue des couches qui apparaissent dans d'autres procédés à cause du fait que les macromolécules diffusent bien plus lentement que les molécules de petite taille : le coefficient de diffusion pour une protéine est typiquement cent fois plus faible que pour un sel minéral. Pour cette raison, la couche limite en ultrafiltration n'a qu'une épaisseur de quelques microns et la concentration de macromolécules à la surface de la membrane peut atteindre cent fois la valeur qui existe au sein de la solution. On peut voir que dans le cas de l'ultrafiltration les effets de la polarisation ont une importance capitale. En effet, c'est la polarisation de concentration qui limite le rendement des appareils industriels. En plus, le degré de polarisation dans ce cas est très difficile à réduire [33].

II.2 PRINCIPES DE MISE EN ŒUVRE DES MEMBRANES

Dans cette section, nous allons décrire les deux grands types de mise en œuvre des membranes :

- L'écoulement frontal
- L'écoulement tangentiel [34].

II.2.1 La filtration frontale

Dans cette configuration, la pompe de circulation ne fonctionne pas ($Q_c=0$) et toute l'eau d'alimentation traverse la membrane. Le débit de perméat est donc égal au débit d'alimentation ($Q_a=Q_p$) et toute la charge entrante s'accumule à la surface de la membrane (Figure II.1)[25]. L'écoulement se fait dans une seule direction soit perpendiculairement à la surface de la membrane. Ce type de mise en œuvre est souvent utilisé pour des essais à l'échelle de laboratoire, dans des cellules de filtration, ayant un volume de moins de quelques litres [34]. Le mode de filtration frontale est plus simple à mettre en œuvre et implique un investissement moindre car il ne nécessite pas de vitesses importantes [35].

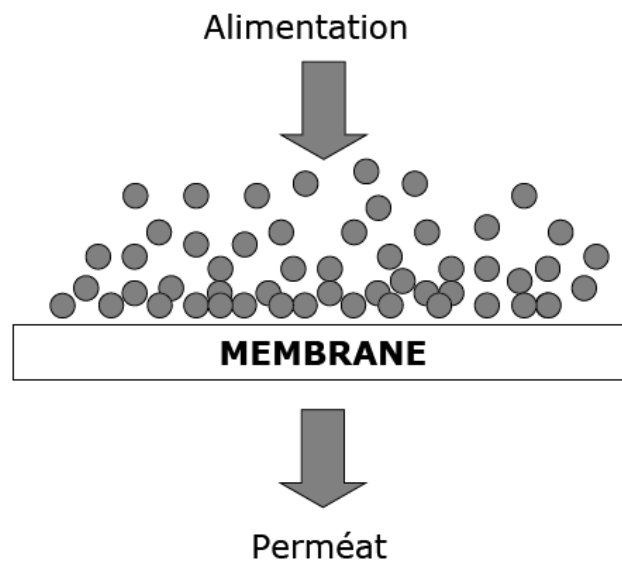


Figure II.1: Mise en œuvre de la filtration frontale

II.2.2 Écoulement tangentiel

Dans ce mode de mise en œuvre, il y a deux écoulements : un écoulement à travers la membrane qui est perpendiculaire à la surface de la membrane comme en écoulement frontal et un écoulement tangentiel à la surface de la membrane (figure II.2). Dans ce mode de mise en œuvre, il y a donc nécessairement une entrée (l'alimentation) et deux sorties (le perméat et

le courant qui correspond à l'eau qui n'est pas passée à travers la membrane et qui est appelé concentré ou rétentat)[34].

La première pompe (pompe d'alimentation) assure la mise sous pression du système tandis que la seconde (pompe de circulation) assure la circulation, dans une boucle, du débit global que voit la membrane [25].

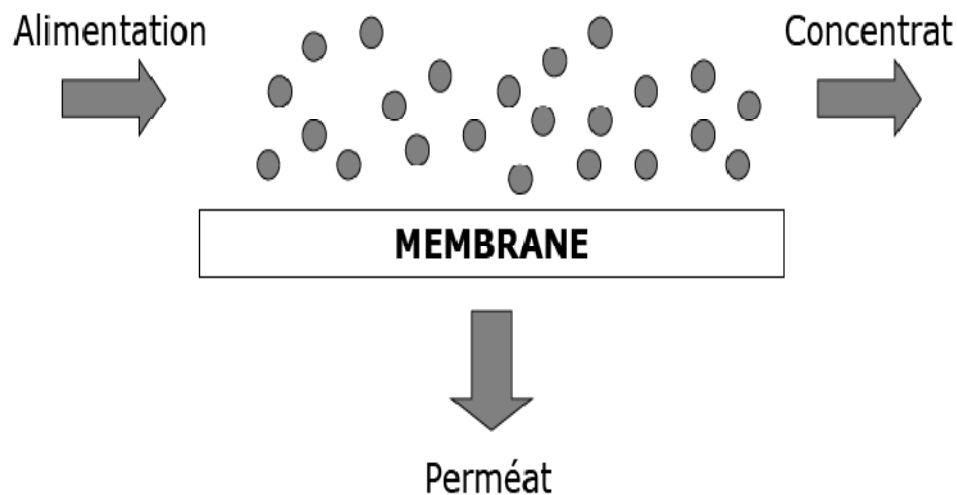


Figure II.2: Mise en œuvre de la filtration tangentielle.

II.3 CLASSIFICATION DES MEMBRANES

II.3.1 Classification d'après le mécanisme de séparation

Les mécanismes de séparation dans les membranes sont complexes et encore partiellement compris. Les processus qui jouent un rôle dans la séparation membranaire sont : le tamisage, la friction sur les parois des pores des membranes, la diffusion dans le matériau membranaire ou dans les pores des membranes, les forces de surface répulsives ou attractives, notamment la répulsion électrostatique. La classification la plus répandue des membranes d'après le mécanisme de séparation est la suivante :

- Membranes poreuses (MF, UF, NF), où les effets de tamisage et de friction jouent des rôles importants mais où les forces de surface peuvent aussi jouer un rôle important comme en NF. Les pores peuvent être subdivisés en plusieurs catégories, Macropores, plus grands que 50 nm (MF, UF); Mésopores 2 à 50 nm (UF), Micropores plus petits que 2 nm (NF).

- Membranes non poreuses (perméation de gaz, pervaporation, osmose inverse), ces membranes peuvent être considérées comme des milieux denses où la diffusion des espèces a lieu dans les volumes libres situés entre les chaînes moléculaires du matériel de la membrane[27].

II.3.2 Classification d'après la structure

La structure des matériaux permet de distinguer deux types de membranes :

- les membranes isotropes : elles ont des propriétés structurales constantes sur toute leur épaisseur ;
- les membranes anisotropes : leur structure composite varie de la surface de la membrane vers l'intérieur [36].

II.3.3 Classification d'après la nature chimique

Les membranes sont fabriquées à partir de polymères organiques et de matières inorganiques. Bien qu'il existe des membranes mixtes faites de polymères et de matériaux inorganiques (membranes polymériques avec des zéolites par exemple), la plupart des membranes disponibles commercialement sont faites à partir de polymères ou de matériaux inorganiques. Les principaux polymères utilisés pour la fabrication de membranes sont :

- dérivés de la cellulose : ces polymères considérés généralement comme plus hydrophiles sont peu coûteux et ont une faible tendance à l'adsorption ;
- polyamides ayant des propriétés thermiques et chimiques supérieures à celles des dérivées de la cellulose (quoique ces polymères soient très sensibles à certains oxydants comme le chlore) ;
- polysulfone (PS) et polyethersulfone (PES), qui ont une tendance à l'adsorption plus élevée que les membranes ci-dessus, mais avec une meilleure stabilité chimique, mécanique et thermique[27].

II.4 CARACTERISATION DES MEMBRANES

Le taux de conversion, la sélectivité, la perméabilité et la résistance des membranes, sont les principales notions qui permettent de caractériser les membranes.

II.4.1 Définition du taux de conversion

La solution à traiter (débit Q_0) se divise au niveau de la membrane en deux parties de concentrations différentes :

- une partie qui passe à travers la membrane ou perméat (débit Q_p) ;
- une partie qui ne passe pas à travers la membrane, appelée concentrât ou retentât (débit Q_c), et qui contient les molécules ou particules retenues par la membrane.

La fraction de débit du liquide qui traverse la membrane est appelée taux de conversion de l'opération de séparation :

$$y = \frac{Q_p}{Q_0} \quad (\text{II.1})$$

II.4.2 Sélectivité d'une membrane (taux de rétention ou seuil de coupure)

La sélectivité d'une membrane pour une substance donnée dépend de sa nature et de sa structure, de l'environnement chimique à proximité de la membrane et des propriétés de la substance à séparer. La sélectivité s'exprime par un taux de rétention TR ou par un facteur de sélectivité (figure II.3).

$$TR = 1 - \frac{C_p}{C_A} \quad (\text{II.2})$$

Avec: C_A : concentration de l'espèce à retenir dans la solution.

C_p : concentration de la même espèce dans le perméat.

Il y a deux valeurs particulières du TR (valeurs exprimées en pourcentages) :

- $TR = 0\%$ signifie que le soluté n'est pas du tout retenu par la membrane.
- $TR = 100\%$ signifie que le soluté est entièrement retenu par la membrane.

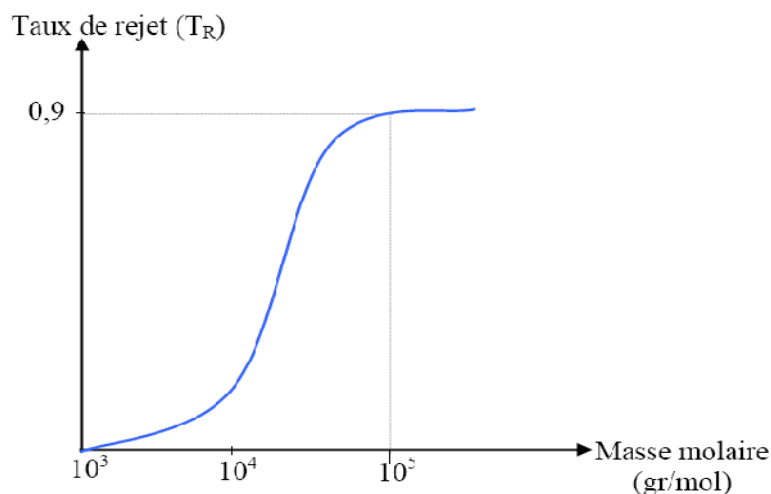


Figure II.3: Caractérisation de la sélectivité d'une membrane d'ultrafiltration.

La transmission est définie comme l'inverse du taux de rétention, Une autre caractéristique très utilisée est le seuil de coupure (SC). Le SC d'une membrane est la masse molaire du plus petit composé modèle retenu à 90 % par la membrane [37]. Donc plus le SC d'une membrane est faible et plus cette membrane peut retenir de petites molécules ou colloïdes. Le SC est mesuré en Da ou kDa (1 Da = 1 g/mole). Le SC est relié principalement à la taille de pores de la membrane, mais aussi il est beaucoup influencé par la forme de la molécule à filtrer, par sa charge, par son degré d'hydratation, par le pH et le pouvoir ionique de la solution à filtrer, par la pression d'opération et le flux de perméation ainsi que par l'élasticité et la charge de la membrane. C'est pour ces raisons qu'il existe de grandes différences entre les SC rapportés par les compagnies manufacturières de membranes et ceux observés dans la pratique, étant donné que ces compagnies donnent rarement les conditions de la mesure du SC. De plus, le SC peut être qualifié comme nominal, apparent, moyen ou encore absolu [38]. Même si le caractère du SC reste très relatif, ce paramètre est beaucoup utilisé dans la pratique car il permet de situer au moins grossièrement les membranes entre elles.

II.4.3 La perméabilité d'une membrane (L_p)

La perméabilité (L_p) d'une membrane est une caractéristique intrinsèque de la membrane et qui dépend de sa structure. De façon pratique, la perméabilité peut être définie comme étant le rapport entre le flux de perméation J_p et la différence de pression transmembranaire effective ΔP_m (équation II.3) :

$$L_p = \frac{J_p}{\Delta P_m} \quad (\text{II.3})$$

Le flux de perméation (appelée aussi vitesse de perméation) est un débit de perméation unitaire, c'est-à-dire, le rapport entre le débit volumétrique de perméation Q_p et la surface effective de la membrane S (équation II.4) :

$$J_p = \frac{Q_p}{S} \quad (\text{II.4})$$

En remplaçant le flux de perméation J_p défini par l'équation (II.4), dans l'équation (II.3), on obtient :

$$L_p = \frac{Q_p}{S \cdot \Delta P_m} \quad (\text{II.5})$$

En pratique, la perméabilité d'une membrane, est déterminée comme la pente de la droite J_p en fonction de ΔP_m .

Il faut mentionner qu'il existe des différences significatives de perméabilité entre divers coupons d'une même feuille de membrane à cause des irrégularités de fabrication. Pour cette raison, c'est la perméabilité moyenne qui est utilisée pour caractériser une membrane[39].

II.4.4 Résistance de la membrane

La résistance hydraulique (R_m) d'une membrane représente sa résistance à l'écoulement du fluide à ultrafiltrer à travers cette membrane. La résistance de la membrane est l'inverse de sa perméabilité.

$$R_m = \frac{S \cdot \Delta P}{Q_v} \quad (\text{II.6})$$

Cette relation permet de calculer de façon pratique la résistance d'une membrane à partir des mesures du flux, et de la différence de pression transmembranaire.

En supposant que les pores de la membrane soient cylindriques et rectilignes, la loi de Poiseuille permet d'exprimer la résistance d'une membrane comme :

$$R_m = \frac{8 \Delta X}{N_p \cdot \pi \cdot r_p^4} \quad (\text{II.7})$$

Où

ΔX : épaisseur de la couche active de la membrane (m).

N_p : nombre de pore par unité de surface.

r_p : rayon de pore moyen (m).

L'équation II.7, montre que la résistance de la membrane augmente avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche active de la membrane, et diminue avec sa porosité.

II.5 MECANISMES DE COLMATAGE

Le colmatage des membranes est le problème le plus aigu des problèmes rencontrés en filtration membranaire. Il découle de l'accumulation de matière à la surface des membranes. Quand un système membranaire opère à pression transmembranaire constante, la conséquence la plus problématique du colmatage est une diminution, parfois extrêmement accentuée, du flux de perméation dans le temps. D'autres conséquences directes ou indirectes du colmatage sont une diminution de la vie active des membranes, des lavages plus fréquents, et donc des consommations de produits chimiques plus importantes, ainsi que des dépenses

supplémentaires d'énergie pour compenser la baisse de perméabilité des membranes causée par le colmatage[40, 41, 42, 43,44].

Le colmatage des membranes d'UF peut être considéré comme un ou plusieurs des mécanismes suivants : (a) accumulation/dépôt de matière sur la surface de la membrane, (b) blocage des pores, (c) adsorption de molécules sur le matériau membranaire (figure II.4) [45]. Plusieurs facteurs contribuent au colmatage comme les propriétés de surface, les conditions hydrodynamiques, la force ionique et la concentration de soluté[46].

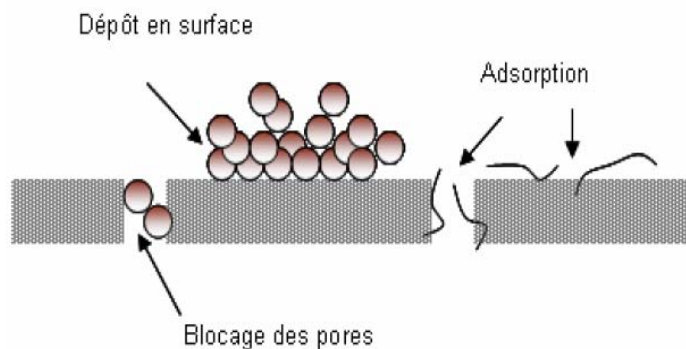


Figure II.4: Schématisation des différents mécanismes de colmatage d'une membrane d'UF.

II.5.1 Le colmatage par dépôt de particules en surface

Contrairement aux solutés, les matières en suspension dans l'eau peuvent être, selon leur taille, caractérisées par un pouvoir diffusif faible. Il en résulte que l'accumulation de matière, sous l'effet convectif de la perméation, n'est pas compensée par un flux diffusif de retour. Lorsque les forces de convection deviennent supérieures aux forces de répulsion, une déstabilisation des particules se produit et le colmatage apparaît. Il y a donc une transition de phase entre une phase dispersée et une phase condensée.

Ainsi, les particules ayant une taille supérieure à celle des pores de la membrane forment à la surface de celle-ci un dépôt communément appelé gâteau de filtration. Ce dernier constitue une couche poreuse et agit comme une épaisseur supplémentaire de membrane s'opposant ainsi au transfert de matière. La résistance hydraulique du dépôt, R_d , est proportionnelle à la masse particulaire déposée par unité de surface membranaire, m_d , par l'intermédiaire de la résistance spécifique du dépôt, α :

$$R_d = m_d \cdot \alpha \quad (\text{II.8})$$

La résistance spécifique est une propriété intrinsèque du dépôt qui dépend de sa structure. Etant donnée la taille relative des pores (0,01 μm) et des particules ($d_p = 5-6\mu\text{m}$) utilisées dans cette étude, c'est le mécanisme de colmatage par dépôt de surface qui sera considéré comme la principale contribution au colmatage, les autres phénomènes étant négligés.

II.5.2 Le blocage des pores

Il s'agit de la pénétration et du blocage, partiel ou total, des pores de la membrane par des particules sur lesquelles des composés peuvent être adsorbés ; l'importance de ce phénomène dépend de la forme et de la taille relative des pores et des particules ainsi que des conditions hydrodynamiques. Ce phénomène est important en microfiltration mais il peut être négligé en ultrafiltration pour certains fluides et les tailles de pore les plus petites (1-100 nm)

II.5.3 L'adsorption

C'est un phénomène qui implique généralement les macromolécules (comme les protéines) présentes dans le fluide à traiter et ayant une affinité physico-chimique pour le matériau membranaire. Elles s'adsorbent alors à la surface de la membrane ou dans ses pores. C'est un phénomène à long terme dont les effets résultants (réduction du nombre ou de la taille des pores et donc augmentation de la résistance au transfert de matière et modification de la charge de surface de la membrane) se produisent très lentement.

L'importance de ce phénomène dépend de la nature du couple soluté/membrane, des conditions du milieu (température, pH, force ionique) et des conditions opératoires de filtration (concentration en soluté, vitesse de recirculation, temps de contact soluté/membrane). De manière générale, l'adsorption augmente avec l'élévation de la température et diminue à fort pH[46,47].

II.6 CONSEQUENCES DU COLMATAGE SUR LE PROCÉDE

Du point de vue du procédé de filtration, le colmatage membranaire est caractérisé par ses conséquences sur le flux de perméat. Plus le colmatage est important, plus le flux de filtration est faible et donc la surface à installer est grande. En effet, l'apport continu de matière vers la surface membranaire entraîne une diminution du flux de perméat, (figure II.5).

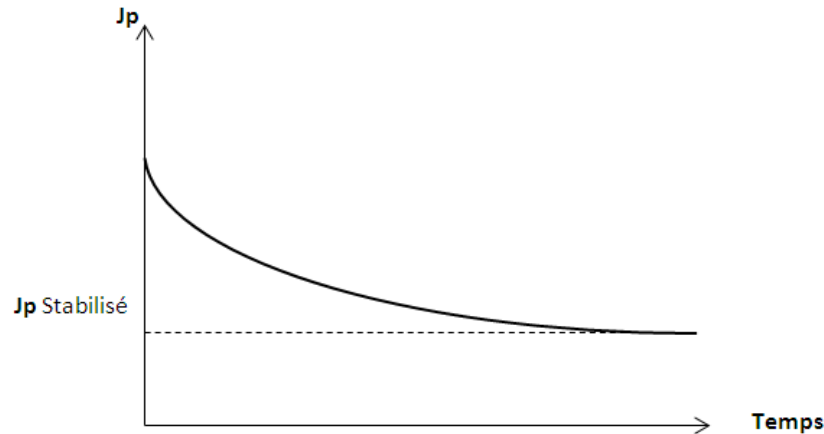


Figure II.5: Evolution du flux de perméat en fonction du temps.

Lorsque l'influence du colmatage sur la perte de productivité d'une installation est trop importante, un arrêt de la filtration a lieu afin de pouvoir restaurer les propriétés de filtration initiales de la membrane.

II.7LA MODELISATION DU COLMATAGE

Etant données la diversité et la complexité des mécanismes impliqués dans le phénomène de colmatage, de nombreux modèles ont été développés. Les plus utilisés sont introduits dans les paragraphes suivants.

II.7.1 Modèle des résistances hydrauliques en série

Lors de la filtration d'un solvant pur, la loi de Darcy est utilisée pour traduire le lien de proportionnalité entre le flux de perméat J et la pression transmembranaire ΔP :

$$J = \frac{\Delta P}{\mu \cdot R_m} = \frac{L_{p0} \cdot \Delta P}{\mu} \quad (\text{II.9})$$

Où

R_m : Résistance de la membrane (m^{-1})

L_{p0} : Perméabilité de la membrane au solvant ($\text{L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{bar}^{-1}$)

μ : Viscosité du solvant à la température de l'expérience (Pa.s)

Lors de la filtration de solutions vraies, on observe au cours du temps une diminution de la perméabilité de la membrane, due au phénomène de colmatage. Une des approches

possibles est de considérer que chacun des mécanismes conduit à une résistance au transfert s'ajoutant à la résistance de la membrane. C'est le modèle des résistances en série.

$$J = \frac{\Delta P}{\mu(R_m + R_d + R_a)} \quad (\text{II. 10})$$

Avec

R_d : Résistance due au dépôt en surface (m^{-1})

R_b : Résistance due au blocage des pores (m^{-1})

R_a : Résistance due à l'adsorption (m^{-1})

II.7.2 Modèle du colmatage particulaire en filtration frontale

La loi classique de filtration frontale a été proposée à l'origine sous la forme suivante

$$\frac{d^2t}{dV^2} = k\left(\frac{dt}{dV}\right)^n \quad (\text{II. 11})$$

Avec :

t : Temps de filtration (sec)

V : Le volume cumulé du perméat au temps t

k : Constante obtenue par la pente du graphe

n : Caractéristique spécifique du modèle.

II.8 POLARISATION DE CONCENTRATION

Lors de la filtration et sous l'effet de la pression transmembranaire, solutés et solvant sont entraînés par convection vers la membrane. Alors que le solvant passe au travers, les solutés sont partiellement ou intégralement retenus et s'accumulent à la surface de la membrane. Le gradient de concentration engendré entraîne un flux de rétrodiffusion de soluté, tendant ainsi à équilibrer les concentrations.

L'équilibre entre flux convectif et diffusif conduit à un profil de concentration sur une distance à la paroi δ correspondant à l'épaisseur de la couche polarisée (Figure II.6). La variation de concentration d'une espèce dans le temps (t) et dans l'espace (x) est décrite par la seconde loi de Fick (équation de continuité) :

$$\frac{dc}{dt} = \frac{dN}{dx} \quad (\text{II.12})$$

Où le flux de matière, N , correspond à la différence entre les particules arrivant par convection et celles repartant par diffusion :

$$N = J \cdot C + \text{Dif} \frac{dc}{dx} \quad (\text{II.13})$$

D_{if} est le coefficient de diffusion des espèces en présence, C la concentration et x la distance normale à la membrane (Figure II.6).

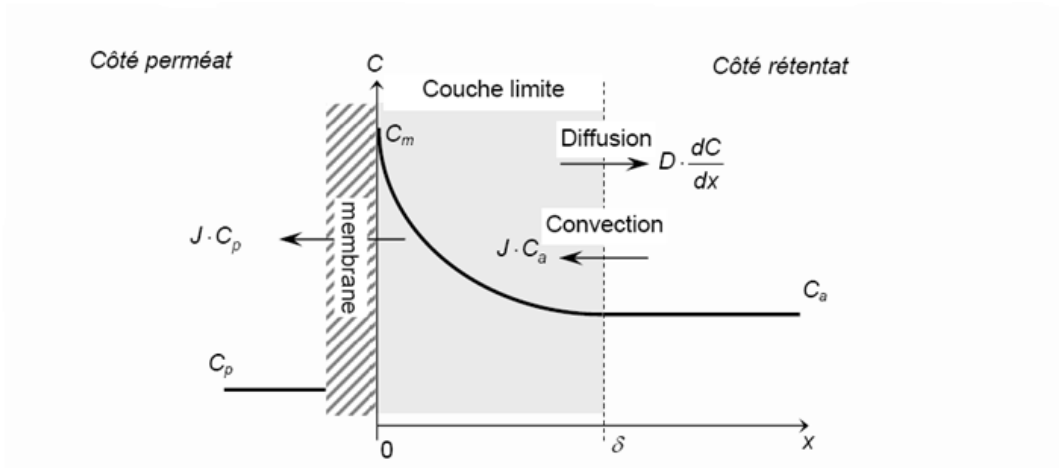


Figure II.6: Evolution du profil de concentration à l'intérieur de la couche limite de polarisation de concentration.

Le bilan de matière peut alors être établi entre le flux de soluté côté perméat et l'équilibre diffusion convection côté rétentat.

En **régime stationnaire** (filtration tangentielle), on peut décrire l'équilibre convection diffusion sur l'épaisseur de la couche limite :

$$N = J \cdot C + \text{Dif} \frac{dc}{dx} = J \cdot C_p \quad (\text{II.14})$$

Où C_p est la concentration dans le perméat. L'épaisseur de la couche polarisée, qui est assimilable à l'épaisseur de la couche limite massique, est constante au cours du temps et dépend de l'hydrodynamique du système via la vitesse de circulation tangentielle ainsi que des caractéristiques du milieu au travers de la diffusion des particules.

Le profil de concentration dans la couche polarisée dépend du flux appliqué comme indiqué dans l'équation (II.15) et la résolution de ce bilan de matière conduit au modèle du film d'une part en considérant que la diffusion est indépendante de la concentration et d'autre part en posant les conditions limites suivantes :

Pour $x=0$, $C=C_m$ et pour $x=\delta$, $C=C_0$:

$$J = \frac{\text{Dif}}{\delta} \ln \left(\frac{C_m - C_p}{C_0 - C_p} \right) \quad (\text{II.15})$$

Ainsi, en filtration tangentielle, une augmentation de flux se traduit par une augmentation de concentration.

La **filtration frontale** peut être considérée comme une limite de l'écoulement tangentiel où la vitesse de circulation serait nulle ; il est à noter que dans ce cas, un régime stationnaire ne peut être atteint ; l'épaisseur sur laquelle se développe le gradient de concentration continue alors de croître au cours du temps avec l'apport continu de matière (Figure II.7 b) et tend donc théoriquement vers l'infini. La combinaison des équations (II.12) et (II.13) permet alors de décrire l'évolution spatiale et temporelle de la concentration d'une espèce :

$$\frac{dC}{dt} = J \frac{dC}{dx} + \text{Dif} \frac{d^2C}{dx^2} \quad (\text{II.16})$$

Où le terme de gauche représente l'accumulation et celui de droite le flux de convection diffusion.

L'équation (II.16) ne possède pas de solution analytique.

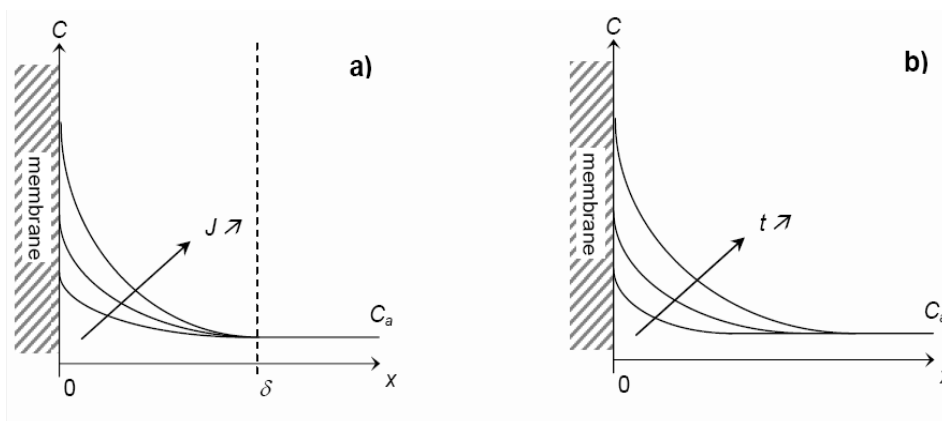


Figure II.7: Profil de concentration a) avec le flux J en filtration tangentielle pour une vitesse de circulation donnée – b) au cours du temps t en filtration frontale.

Ce phénomène de polarisation de concentration prendra une part importante à la limitation de flux dans les premiers temps de la filtration, puis, selon les conditions opératoires, induira une surconcentration à la membrane entraînant la formation d'un dépôt [36, 48,49].

II.9 MODELISATION D'ULTRAFILTRATION

II.9.1 Modèles sans polarisation

-Modèle des pores

Il est admis que le modèle plus utilisé pour décrire le passage du solvant à travers la membrane est celui des pores qui suppose que la membrane est un tamis moléculaire dont les pores sont assimilés à des canaux cylindriques et rectilignes. Le mécanisme d'ultrafiltration est de type capillaire.

Le flux du perméat est exprimé par la loi d'Hagen-Poiseuille comme suit :

$$J = \frac{N \cdot \pi \cdot r^4}{8 \cdot \mu} \frac{\Delta P}{\Delta X} \quad (\text{II.17})$$

Avec J : débit du solvant par unité de surface ($\text{l/m}^2 \cdot \text{s}$).

N : nombre de pore par unité de surface.

R : rayon de pore moyen (m).

μ : viscosité dynamique du solvant (Pa.s).

ΔP : pression transmembranaire appliquée (Pas).

ΔX : épaisseur de la membrane (m).

L'équation montre que le flux de solvant est inversement proportionnel à la viscosité, qui est-elle même fonction de la température, et à l'épaisseur de la partie active de la membrane [50], mais varie linéairement avec la pression transmembranaire et au rayon des pores de la membrane.

Du point de vue macroscopique, le solvant, en absence de soluté, suit la loi de Darcy qui s'avère d'un usage plus commode car elle ne nécessite pas d'hypothèses sur la géométrie des pores de la membrane [51].

La loi de Darcy exprime également le flux de solvant (J) en fonction de la pression transmembranaire (ΔP) et de la résistance intrinsèque de la membrane (R_m) sous la forme représenté sur l'équation II.9.

Dans le cas où le solvant est l'eau pure, il y a proportionnalité entre la densité du flux et la pression transmembranaire.

Quand une solution de macromolécules est ultra-filtrée, une accumulation de ces macromolécules apparaît au voisinage de la membrane formant ainsi une couche appelée

couche de polarisation qui est responsable à la déviation du flux en comparaison avec l'eau pure, ceci est représenté sur la figure II.8 [52] :

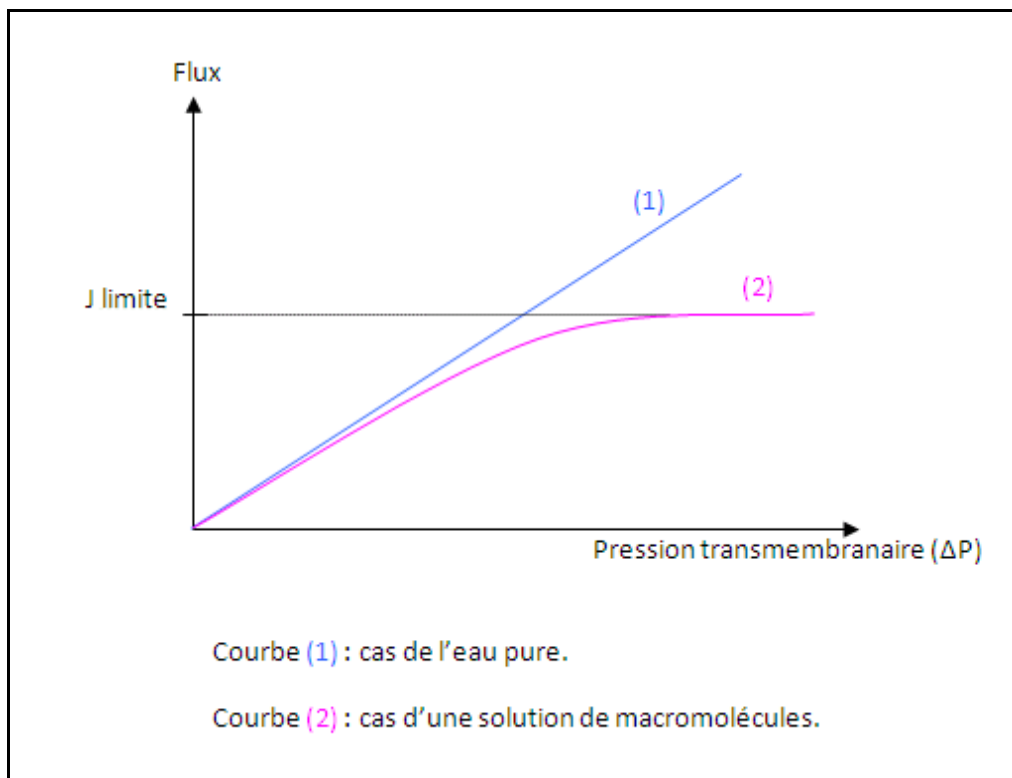


Figure II.8: Variation du flux avec la pression appliquée.

II.9.2 Modèle avec polarisation de concentration

II.9.2.1 Modèle de LEE

Lee suppose une concentration constante à la surface de la membrane égale à la concentration de gel qu'il propose de l'ordre de 40 %, aussi il suppose que le principal frein à la perméation de l'eau est l'accumulation d'une masse d'huile au-dessus de la membrane, qui intervient suivant une loi de puissance dans le terme de résistance de polarisation, ainsi il propose la relation avec deux ajustables α et β .

α et β sont des paramètres ajustables en fonction des conditions expérimentales.

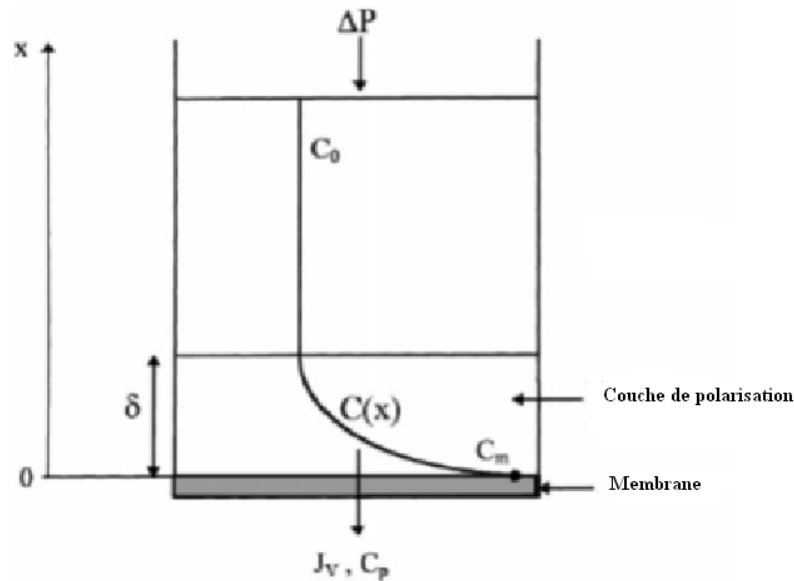


Figure II. 9: Schéma de la cellule d'ultrafiltration et l'évolution de la concentration en soluté dans une cellule agitée en batch.

La cellule est remplie de l'émulsion à traiter de concentration initiale en huile soluble C_0 . Une différence de pression ΔP de part et d'autre de la membrane permet l'écoulement à travers cette dernière d'un flux d'ultrafiltration J . L'agitation est assurée par un agitateur magnétique installé au-dessous de la cellule. La membrane de la cellule crée une résistance R_m qui conditionne le flux d'ultrafiltration. Le piégeage des microgouttelettes d'huile au niveau de la membrane crée une couche de polarisation dont le profil de concentration en huile $C(t,x)$ est schématisé sur la figure II.9.

Le bilan masse de l'huile soluble contenue dans un élément de volume situé au voisinage de la membrane peut être exprimé par l'équation générale II.16.

Si on admet que cet élément de volume est alimenté par un transport convectif correspondant au flux J sous l'action de la différence de pression ΔP et qu'il perd dans le même temps une certaine masse d'huile transportée par diffusion en sens inverse, de la zone de forte concentration correspondant à la couche de polarisation vers le reste de la solution. On suppose que la masse volumique de l'émulsion ρ et le coefficient de diffusion des microgouttelettes d'huile D_{if} sont indépendants de la concentration en huile de l'émulsion.

Les conditions limites initiales sont respectivement :

$$\begin{aligned} C(t, 0) &= C_g \\ C(t, \delta \rightarrow \infty) &= C_0 \\ C(0, x) &= C_0 \end{aligned}$$

C_g : est la concentration en huile au niveau de la membrane,

δ : est l'épaisseur de la couche de polarisation.

On admet que la concentration en huile soluble au niveau de la membrane est C_g quand débute l'ultrafiltration et reste constante par la suite. On notera M_h la masse de soluté accumulée au niveau de la couche de polarisation par unité d'aire de membrane. La vitesse d'accumulation du soluté (huile soluble) au niveau de la couche de polarisation d'épaisseur δ est égale à la différence entre le flux convectif de l'émulsion et le flux de diffusion dans la couche de polarisation.

$$\frac{dM_h}{dt} = J \cdot C_0 + D_{if} \left. \frac{\partial C}{\partial x} \right|_{x=\delta} \quad (\text{II.18})$$

Le flux d'ultrafiltration J est égal à :

$$J = \frac{\Delta P}{\mu(R_m + R_p)} \quad (\text{II.19})$$

R_p correspond à la résistance hydraulique due à la couche de polarisation et R_m à la résistance de la membrane.

Quant à la résistance hydraulique de la couche de polarisation R_p on suppose que celle-ci vérifie un modèle du type

$$R_p = \alpha \cdot \Delta P \cdot (M_h)^\beta \quad (\text{II.20})$$

Dans laquelle α et β sont des constantes [53].

II.9.2.2 Modèle du film

On commencera par présenter un modèle de la polarisation de concentration en ultrafiltration, lequel, en dépit de ses insuffisances, reste toujours le modèle le plus utilisé [3,54].

On suppose que la concentration de la solution retentât, en dehors d'un film d'épaisseur δ , garde sa valeur initiale C_0 à l'intérieur du film, la convection parallèle à la membrane est supposée négligeable et la concentration en macromolécules augmente et

trouve une valeur maximale à la Surface de la membrane. Sous des conditions de flux limite de perméation, la concentration à la membrane est partout égale à C_g , la concentration de gélification. On suppose que les propriétés de la solution sont invariantes et que la membrane retient tout le soluté macromoléculaire. ces contraintes permettent d'intégrer l'équation de Fick, ce qui donne l'équation (II.21) relation entre la vitesse limite de perméation et les deux concentrations C_0 et C_g :

$$V_{Lim} = k \cdot \ln \left(\frac{C_g}{C_0} \right) \quad (II.21)$$

Où $k = D_{if} / \delta$ est le coefficient de transfert de matière.

Porter(1972) [55] a tracé V_{lim} en fonction de $\ln(C_0)$ pour diverses valeurs du débit d'alimentation : il trouve bien des droites qui indiquent toutes une même valeur de C_g . Mais on peut se demander pourquoi la valeur de la concentration de gélification pour l'albumine est de 45% dans un appareil et de 28% dans un autre. Encore plus étonnants sont certains résultats de Strathmann (1973) [56] : analysée à l'aide de l'équation (II.22), ils indiquent que l'hémoglobine devrait se gélifier à 3,4%, ce qui est évidemment absurde.

D'autre part, Porter (1972) propose une équation pour calculer le coefficient de transfert de matière en régime laminaire, c'est l'équation de Levéque :

$$Sh = 1,62 \left(Re \cdot Sc \cdot \frac{d_h}{L} \right)^{0,33} \quad (II.22)$$

Où d_h est le diamètre hydraulique et L , la longueur du module. Ceci avec la définition classique des nombres adimensionnels :

$$Sh = K \frac{d}{L} \quad \text{nombre de Sherwood}$$

$$Re = \frac{\rho U d_h}{\mu} \quad \text{nombre de Reynolds}$$

$$Sc = \frac{\mu}{\rho d} \quad \text{nombre de Schmidt}$$

Où pour le cas particulier d'un canal à section rectangulaire :

$$K = 0,816 \left[\frac{3 U_0 d^2}{bL} \right]^{0,33} \quad (II.23)$$

Où b : demi-hauteur de canal

L : longueur du canal

U_0 : vitesse moyenne d'écoulement.

II.9.2.3 Modèle de la pression osmotique

En général, la pression osmotique des solutions diluées de macromolécules est faible. Par contre, cette pression devient plus importante avec l'augmentation de la concentration. D'après Goldsmith [57], la pression osmotique des solutions de polymères à des concentrations supérieures à 10 g/l varient entre 60 kPa et 300 kPa. Elles cessent donc d'être négligeables devant les pressions appliquées en ultrafiltration [58].

Selon cette hypothèse, l'existence d'un gradient de concentration entre la couche de polarisation et le perméat, de part et d'autre de la membrane, induit une différence de pression osmotique $\Delta\Pi$ qui s'oppose à la force agissante ΔP . Le flux d'ultra-filtrat est donnée par l'expression [59] :

$$J = \frac{\Delta P - \Delta\Pi}{\mu R_m} \quad (\text{II.24})$$

Où μ : viscosité du perméat (Pa.s)

R_m : résistance hydraulique de la membrane (m^{-1})

$\Delta\Pi$: différence entre la pression osmotique de la couche de polarisation et la pression osmotique du perméat (Pa).

La pression osmotique des solutions diluées est donnée par la loi de Van't Hoff :

$$\Pi = \frac{RT}{M} C \quad (\text{II.25})$$

Où R : constante des gaz parfaits ($8.31 \text{ J.K}^{-1}.\text{mole}^{-1}$)

T : température de la solution (K)

M : masse molaire (kg.mole^{-1})

C : concentration de la solution (kg.m^{-3})

D'après ce modèle, le flux à travers la membrane est régi par les mécanismes suivants :

- la concentration en soluté au niveau de la couche de polarisation, C_m , augmente avec le gradient de pression ΔP , par conséquent, pour de faibles gradients, la différence de pression osmotique $\Delta\Pi$ est négligeable devant ΔP , le phénomène de transfert est alors assimilé à un mécanisme de filtration et l'équation(II.25) s'exprime par la loi de Darcy.

- au-delà de la pression critique, l'augmentation de $\Delta\Pi$ compense l'élévation de ΔP , ce qui se traduit par une force motrice ($\Delta P - \Delta\Pi$) constante, la valeur du flux devient indépendante de la pression mais dépend des conditions opératoires[60].

II.9.2.4 Modèle du gel

L'accumulation des macromolécules au voisinage de la membrane conduit à la formation d'une couche de résistance plus élevée que celle de la membrane d'ultrafiltration appelée couche de gel (figure II.10).

Ce modèle est basé sur l'hypothèse que la formation du gel s'oppose au passage du fluide, et à une certaine concentration appelée concentration de gel (C_g), la densité du flux de perméat devient indépendante de la pression transmembranaire.

Le flux maximal que l'on peut atteindre, J_{lim} , est obtenu lorsque la concentration en soluté sur la membrane est égale à C_g :

$$J_{lim} = K \cdot \ln\left(\frac{C_g}{C_0}\right) \quad (II.26)$$

Où $k=D_{if}/\delta$ est le coefficient de transfert de matière[61,62].

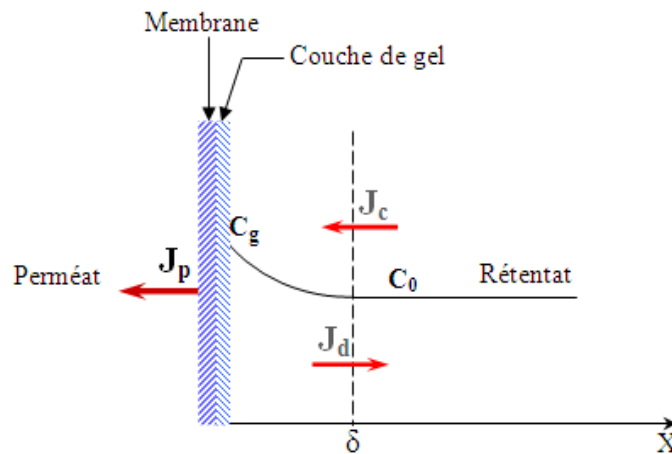


Figure II. 10: Formation de la couche de gel.

II.10 CONCLUSION

La modélisation de l'ultrafiltration des émulsions d'huile de coupe dans une cellule frontale agitée, nous permet de mieux comprendre le mécanisme de transfert ainsi que les phénomènes qui se produisent au niveau de la membrane.

Ces travaux sur l'ultrafiltration, dans une cellule agitée, d'une huile de coupe de type macro-émulsion montrent que la résistance de la couche de polarisation, d'une part augmente avec la pression et la concentration en huile et que d'autre part cette résistance varie linéairement avec la viscosité de l'émulsion.

Lors de l'ultrafiltration, un gel peut se former sur la membrane. La formation de ce gel est fonction des conditions opératoires. La théorie du gel n'est pas toujours appropriée pour expliquer la limitation du flux.

Chapitre III

Modélisation

III.1 INTRODUCTION

Le principe des méthodes numériques consiste à traduire l'équation de conservation en équation algébrique, l'information continue dans la solution exacte de l'équation différentielle est remplacée par des volumes discrets en un certain nombre de points appelés nœuds du maillage on dit alors qu'on a discrétisé la distribution de la variable dépendante. La méthode utilisée dans le cadre de cette étude, méthode des volumes finis, est présentée en annexe.

III.2 MODELISATION

- Equation gouvernante

L'équation (II.16) gouvernante pour le transfert de matière au voisinage de la membrane est une équation de type parabolique [63].

- Maillage

On utilise le plus simple maillage, le maillage uniforme soit suivant x ou par rapport au temps :

$$\Delta X = \frac{\delta}{k-1} \quad (\text{III.1})$$

$$X = (i - 1)\Delta X \text{ avec } 1 < i < k \quad (\text{III.2})$$

- Discrétisation

Considérons le système stationnaire, l'équation II.16 devient :

$$-J \frac{\partial C}{\partial x} = D_{if} \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (\text{III.3})$$

$$-J \frac{\partial C}{\partial x} - D_{if} \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} = 0 \quad (\text{III.4})$$

$$\frac{\partial}{\partial x} (-JC) - \frac{\partial}{\partial x} (D_{if} \frac{\partial C}{\partial x}) = 0 \quad (\text{III.5})$$

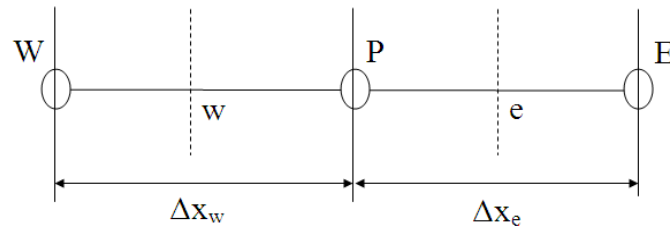
$$\frac{\partial}{\partial x} (-JC - D_{if} \frac{\partial C}{\partial x}) = 0 \quad (\text{III.6})$$

Avec
$$G = (-JC - D_{if} \frac{\partial C}{\partial x})$$

Donc :

$$\frac{\partial G}{\partial x} = 0 \quad (\text{III.7})$$

Soit le volume de contrôle suivant :



Dans le cas d'un maillage uniforme $\Delta X_e = \Delta X_w = \Delta X$

La résolution analytique de l'équation pour la région entre P et E conduit à une solution exponentielle donnée par :

$$G_e = F_e \left(C_P + \frac{C_P - C_E}{\exp(P_e) - 1} \right) \quad (\text{III.8})$$

Avec :

$$F_e = -J_e \quad (\text{III.9})$$

$$D_e = \frac{D_{if_e}}{\Delta X} \quad (\text{III.10})$$

$$P_e = \frac{F_e}{D_e} \quad (\text{III.11})$$

On considère que le coefficient de diffusion (D_{if}) est constant dans l'intervalle de 0 à δ donc $D_{if_e} = D_{if_w} = D_{if}$

Si le flux J est constant, alors $J_e = J_w = J$ donc $F_e = F_w = F$

Dans ces conditions, les équations précédentes deviennent:

$$F = -J \quad (\text{III.12})$$

$$D = \frac{D_{if}}{\Delta X} \quad (\text{III.13})$$

$$P = \frac{F}{D} = \frac{-J \Delta X}{D_{if}} \quad (\text{III.14})$$

On intègre entre (w) et (e) l'équation $\frac{\partial G}{\partial x} = 0$

$$G_w - G_e = 0 \quad (\text{III.15})$$

$$G_e = F \cdot C_P + \{D \cdot A(|P|) + \max(-F, 0)\} (C_P - C_E) \quad (\text{III.16})$$

$$G_w = F \cdot C_P + \{D \cdot A(|P|) + \max(F, 0)\} (C_W - C_P) \quad (\text{III.17})$$

En injectant les deux dernières équations dans l'équation (III.15), on aboutit à l'équation suivante :

$$G_w - G_e = F \times C_P + \{D \times A(|P|) + \max(-F, 0)\} (C_P - C_E) - F \times C_P + \{D \times A(|P|) + \max(F, 0)\} (C_W - C_P) = 0 \quad (\text{III.18})$$

Cette dernière peut être exprimée sous la forme suivante :

$$a_P C_P = a_E C_E + a_W C_W \text{ (III. 19)}$$

$$\text{Avec } \begin{cases} a_E = D \cdot A(|P|) + \max(-F, 0) \\ a_W = D \cdot A(|P|) + \max(F, 0) \text{ (III. 20)} \\ a_P = a_E + a_W \end{cases}$$

Le symbole max (a,b) représente le maximum entre les valeurs a et b.

On présente dans le tableau suivant la fonction $A(|P|)$ pour les différents schémas.

Tableau III. 1 : la fonction $A(|P|)$ pour les différents schémas.

Schémas	Formule de $A(P)$
Différence centrale	$1 - 0.5 P $
Upwind	1
Hybride	$\text{Max}(0, 1 - 0.5 P)$
Loi de puissance	$\text{Max}(0, (1 - 0.5 P)^5)$
Exponentiel (exacte)	$ P / [\exp(P) - 1]$

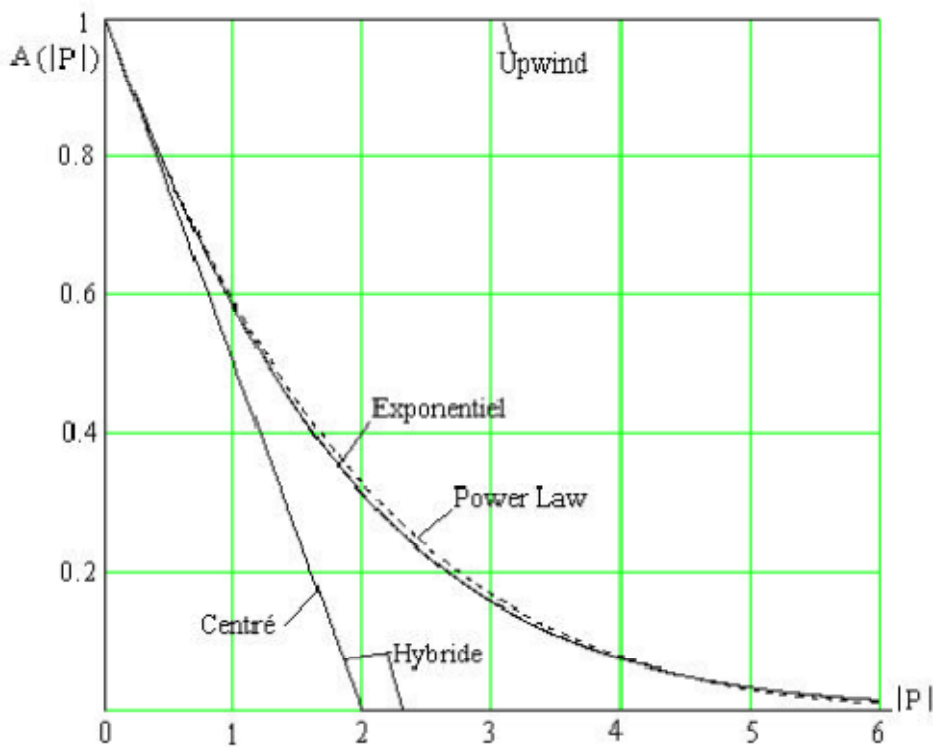


Figure III. 1 : La fonction $A(|P|)$ pour différents schémas

$$\begin{cases} a_E = \frac{D_{if}}{\Delta X} \times A \left(\frac{J \times \Delta X}{D_{if}} \right) + \max(J, 0) \\ a_W = \frac{D_{if}}{\Delta X} \times A \left(\frac{J \times \Delta X}{D_{if}} \right) + \max(-J, 0) \\ a_P = a_E + a_W \end{cases} \quad (\text{III.21})$$

$$\begin{cases} a_E = \frac{D_{if}}{\Delta X} \times A \left(\frac{J \times \Delta X}{D_{if}} \right) + J \\ a_W = \frac{D_{if}}{\Delta X} \times A \left(\frac{J \times \Delta X}{D_{if}} \right) \\ a_P = a_E + a_W \end{cases} \quad (\text{III.22})$$

III.3 REGIME TRANSITOIRE

Pour un régime transitoire, l'équation II.16 peut être représentée sous la forme :

$$\frac{\partial C}{\partial t} - \frac{\partial G}{\partial x} = 0 \quad (\text{III.23})$$

On intègre l'équation par rapport au temps et par rapport à la distance :

$$\int_t^{t+\Delta t} \int_w^e \frac{\partial C}{\partial t} dt dx + \int_t^{t+\Delta t} \int_w^e \frac{\partial G}{\partial x} dt dx = 0 \quad (\text{III.24})$$

$$\int_w^e (C_P - C_P^0) dx + \int_w^e \frac{\partial G}{\partial x} dx \times \Delta t = 0 \quad (\text{III.25})$$

$$(C_P - C_P^0) \times \Delta x + (G_e - G_w) \times \Delta t = 0 \quad (\text{III.26})$$

$$(C_P - C_P^0) \times \frac{\Delta x}{\Delta t} + (G_e - G_w) = 0 \quad (\text{III.27})$$

On utilise la valeur de $G_e - G_w$ obtenue pour le régime stationnaire. L'équation (III.27) devient alors :

$$(C_P - C_P^0) \times \frac{\Delta x}{\Delta t} + \{D \times A(|P|) + \max(-F, 0)\}(C_P - C_E) - \{D \times A(|P|) + \max(F, 0)\}$$

$$(C_W - C_P) = 0 \quad (\text{III.28})$$

Cette dernière peut être exprimée sous la forme suivante :

$$a_P C_P = a_E C_E + a_W C_W + a_P^0 C_P^0 \quad (\text{III.29})$$

Avec :

$$\begin{cases} a_E = \frac{D_{if}}{\Delta X} \times A \left(\frac{J \times \Delta X}{D_{if}} \right) + J \\ a_W = \frac{D_{if}}{\Delta X} \times A \left(\frac{J \times \Delta X}{D_{if}} \right) \\ a_P^0 = \frac{\Delta x}{\Delta t} \\ a_P = a_E + a_W + a_P^0 \end{cases} \quad (\text{III.30})$$

III.4 DIFFERENTS SCHEMAS DE LA FONCTION A(|P|)

Les différents schémas de la fonction $A(|P|)$ (représentés en annexe) ont été testés pour calculer la variation du flux en fonction de temps, ceci pour une concentration de 4% et à une vitesse de 100 rpm. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure III.2.

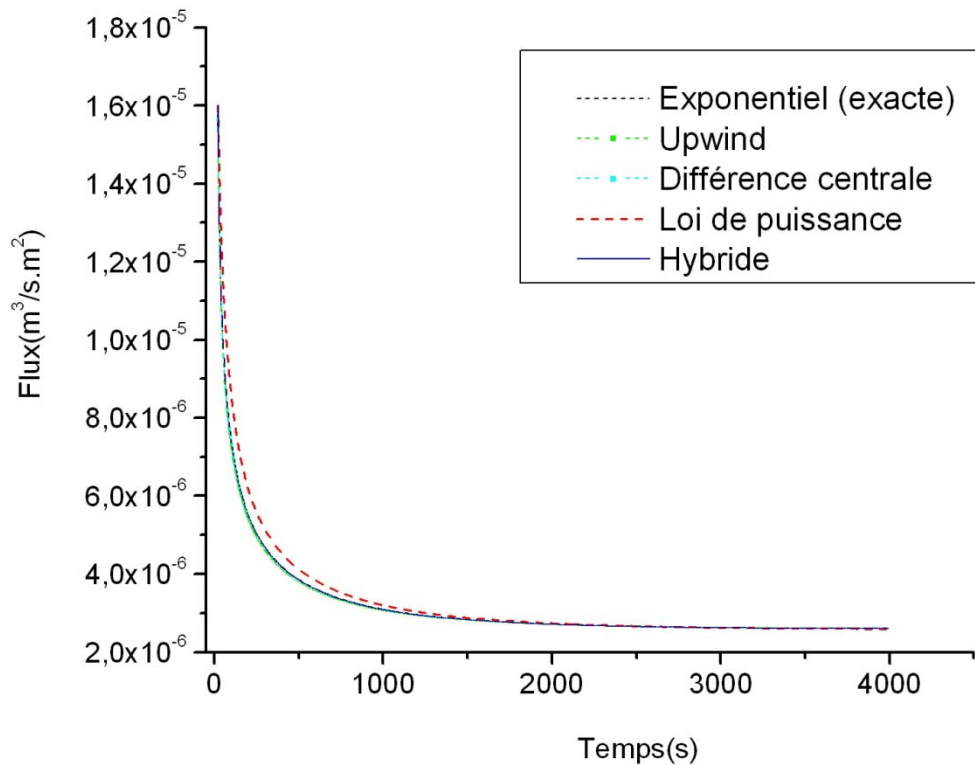


Figure III. 2: Le flux en fonction de temps pour les différents schémas.

On constate que, à part le schéma de loi de puissance qui a un écart maximale de 9%, les différents schémas conduisent à des résultats identiques. Par conséquent, pour la suite des travaux, on utilisera le schéma Upwind pour les calculs, ceci du fait de sa simplicité.

A partir de tout ce que nous avons vu dans ce chapitre on peut donc donner l'organigramme représenté dans la figure III.3 qui calcule par la méthode des volumes finis le profil de la concentration et le flux en fonction de temps de l'opération d'ultrafiltration au niveau de la couche de polarisation.

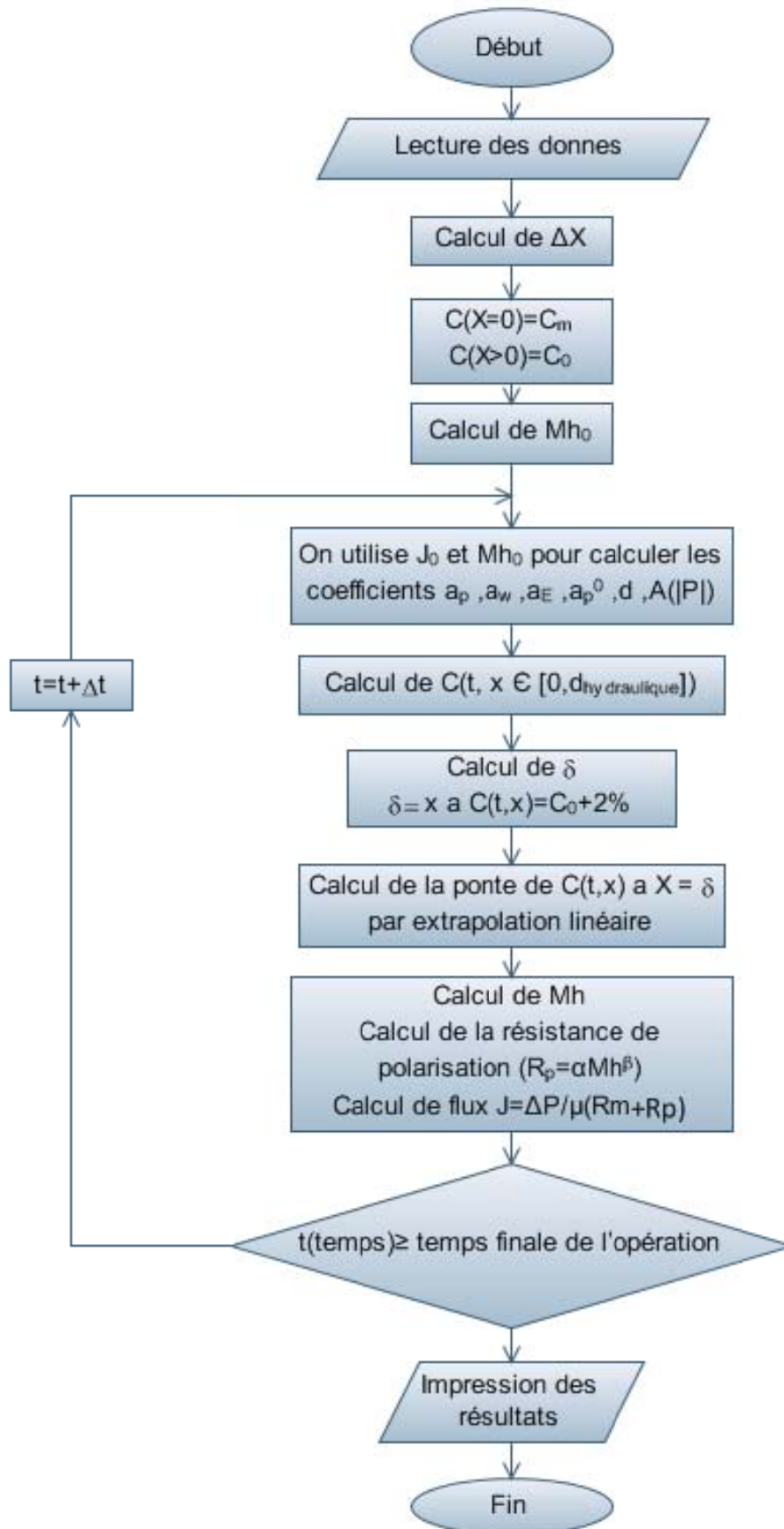


Figure III. 3: Organigramme de calcul de concentration et de flux au niveau de la couche de polarisation.

Chapitre IV

Résultats et discussion

IV.1 PARTIE EXPERIMENTALE

La partie expérimentale a consisté en l'étude de l'influence des différents paramètres (pression, concentration initiale, agitation) sur le flux du perméat lors des essais sur l'ultrafiltration d'une émulsion d'huile de coupe.

IV.1.1 Principe de fonctionnement

Les essais ont été menés dans une cellule de type Amicon schématisée sur la figure IV.1. La cellule est remplie de la solution à ultrafiltrer, le volume initial de l'alimentation est de 80cm^3 . Le volume final de concentrat est de 20cm^3 . Au-dessous de ce volume, du fait du vortex, la membrane n'est plus mouillée sur toute sa surface par le liquide.

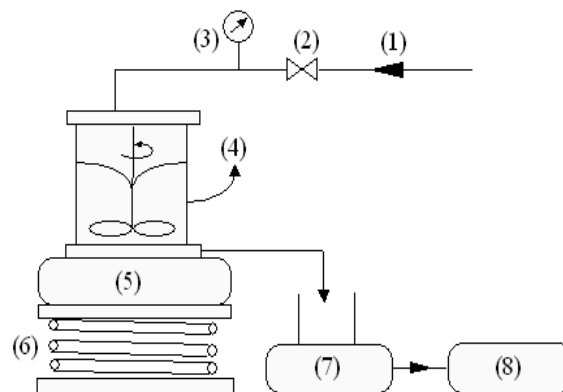
La pression opératoire est réglée par l'intermédiaire d'une vanne de détente située sur la bouteille d'azote, la lecture se fait à l'aide d'un manomètre.

La vitesse d'agitation dans la cellule est contrôlée, en faisant varier la vitesse de l'agitateur magnétique sur lequel est placée la cellule.

Le perméat sort de la cellule par un tuyau fin, tandis que la solution se concentre dans la cellule.

IV.1.2 Membrane utilisée

La cellule d'ultrafiltration est munie d'une membrane en polyacrylonitrile de type IRIS 3042. C'est une membrane plane asymétrique ayant un seuil de coupure de 50 kDa.



(1) - circuit d'azote comprimé. (2) - Vanne de réglage. (3) - manomètre. (4) - cellule d'ultrafiltration. (5) - agitateur magnétique. (6) - Support. (7) - balance. (8) - ordinateur

Figure IV.1: Cellule d'ultrafiltration frontale.

Elle a une bonne résistance chimique, mais l'utilisation à des températures élevées peut réduire la taille de ses pores. Du fait de son caractère hydrophile marqué, elle est spécialement adaptée pour les séparations huile-eau.

IV.1.3 Type d'huile utilisée

Les expériences ont été réalisées utilisant une huile de coupe produite et commercialisée par NAFTEC sous l'appellation de « TASFALOUT 22B ».

Etant sous le secret de fabrication, la composition de l'huile ne nous a pas été donnée, cependant, c'est une huile minérale de type naphthénique. Emulsionnée dans de l'eau, cette dernière forme une macro-émulsion d'aspect blanc laiteux. Elle est spécialement utilisée pour l'usinage des métaux légers et cuivreux.

Les principales caractéristiques de l'huile utilisée sont regroupées dans le tableau IV.1 :

Tableau IV. 1: Caractéristiques de l'huile utilisée.

Turbidité (2%)	26750 NTU
Densité à (15°C)	0.875/0.945
Viscosité (40°C)	40 à 60 Cst
pH (5% émulsion)	9 – 9,5
Stabilité (5%)	stable
Chaleur massique	2 kJ/kg.K.
Conductivité thermique	0.14 W/m.K.
Odeur	agréable

IV.1.4 Détermination de la perméabilité de la membrane neuve

La perméabilité de la membrane neuve est donnée par la loi de DARCY [64,65]

La figure IV.2 illustre les résultats obtenus.

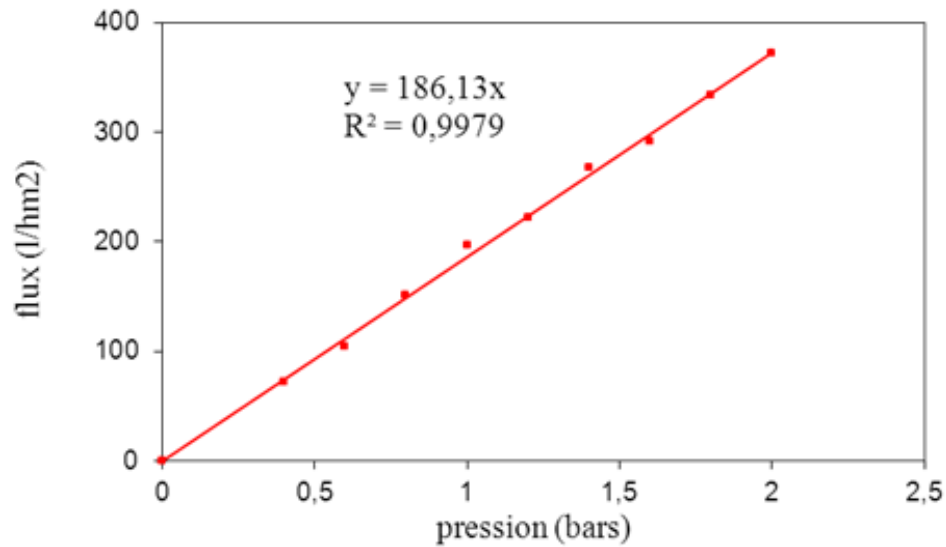


Figure IV.2: Variation du flux en fonction de la pression

L'évolution du flux en fonction de la pression suit une droite qui passe par l'origine, ce qui est confirmé à la loi de Darcy qui exprime la proportionnalité entre le flux et la pression.

La valeur de la pente de la droite

$$\frac{L_p}{\mu} = 186,13 \text{ l/hm}^2 \text{ Bar}$$

Par conséquent, la perméabilité de la membrane est :

$$L_p = 5,17 \cdot 10^{-13} \text{ m}$$

On déduit la résistance hydraulique de la membrane ($1/L_p$) :

$$R_m = 19,34 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-1}$$

IV. 2 CORRELATION DES DIFFERENTS RESULTATS EXPERIMENTAUX

IV.2.1 Les différentes expériences simulées

Le tableau IV.2 représente les différentes expériences classées selon les conditions opératoires telles que la pression (P), la concentration initiale (C_0) et la vitesse d'agitation (W).

Tableau IV. 2: Les différentes expériences classées selon les conditions opératoires

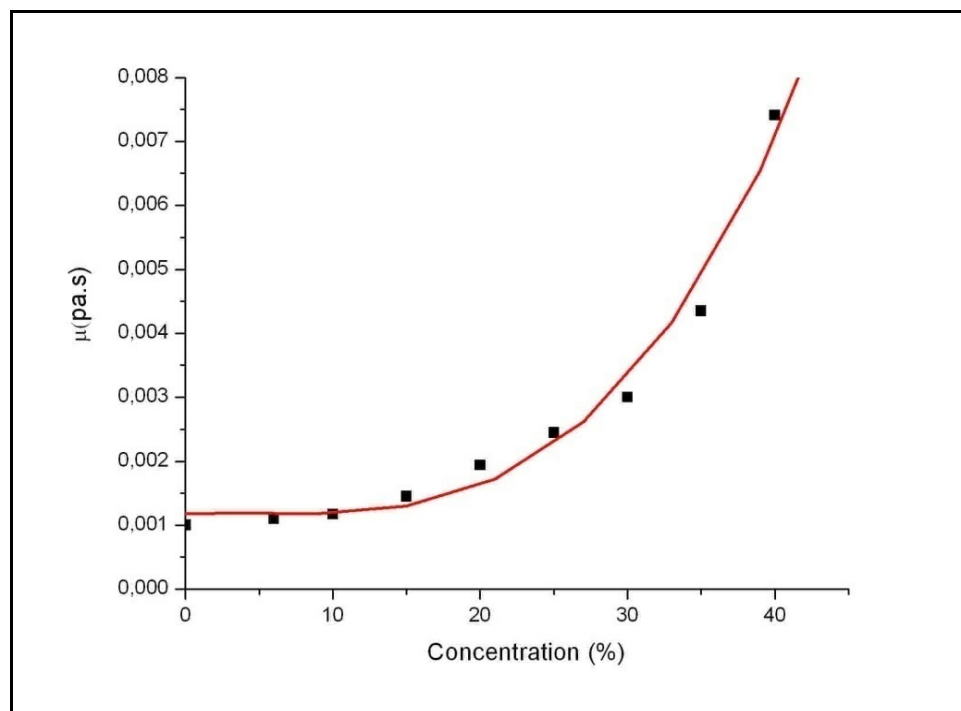
N°	P (bar)	C ₀ (%)	W (rmp)
1	1	4	0
2	2	1	0
3	2	2	0
4	2	4	0
5	2	4	100
6	2	4	200
7	2	4	300
8	2	6	0
9	3	4	0

IV.2.2 Corrélation de la viscosité de l'émulsion

La viscosité est l'une des propriétés principales des huiles de coupe de type macro-émulsions qui conditionnent leur emploi dans la majorité des cas.

La mesure de la viscosité de l'émulsion a été réalisée à l'aide d'un viscosimètre capillaire de type Ubbelohde. Comme on a observé de grandes variations de la viscosité suivant la concentration en huile de l'émulsion, plusieurs viscosimètres de diamètres de capillaires différents ont été utilisés[64]. Les résultats sont représentés sur la figure IV.3.

Ces valeurs expérimentales ont été représentées sous la forme d'un polynôme du troisième degré :

**Figure IV.3:** La viscosité de l'émulsion en fonction de la concentration

$$\mu(\text{pa. s}) = A + B1 \times C + B2 \times C^2 + B3 \times C^3 \text{ (IV. 1)}$$

Les Valeurs des coefficients A, B1, B2 et B3 regroupé dans le tableau IV.3.

Tableau IV. 3: Coefficients de l'équation de viscosité en fonction de la concentration.

Paramètre	Valeur	Erreur
A	0,00119	$1,75793 \times 10^{-4}$
B1	$4,17375 \times 10^{-6}$	$1,64577 \times 10^{-5}$
B2	$-1,83342 \times 10^{-6}$	$1,55969 \times 10^{-6}$
B3	$1,345 \times 10^{-7}$	$3,32923 \times 10^{-8}$

Tableau IV. 4: Valeurs de la viscosité réelle et corrélées

Concentration %	$\mu(\text{pa. s})$ réel	$\mu(\text{pa. s})$ corrélées
0	0,00100	0,00119
6	0,00110	0,00118
10	0,00117	0,00118
15	0,00145	0,00129
20	0,00194	0,00162
25	0,00245	0,00225
30	0,00300	0,00330
35	0,00435	0,00486
40	0,00741	0,00703

IV.2.3 Corrélation de coefficient de diffusion

Le coefficient de diffusion D_{if} est obtenu à partir de la relation de Stokes Einstein :

$$D_{if} = \frac{k_b T}{3\pi\mu d_g} \text{ (IV. 2)}$$

k_b : la constante de Boltzman ($1.38 \times 10^{-23} \text{ J. K}^{-1}$).

T : température de l'émulsion égale à 298K.

d_g : diamètre des gouttelettes d'huile égal à 110nm.

μ : viscosité dynamique de l'émulsion [Pa. s]

Pour une émulsion à 4%, la viscosité est égale à $1.1 \times 10^3 \text{ Pa.s}$. Le coefficient de diffusion est :

$$D_{if} = \frac{1,38 \times 10^{-23} \times 298}{3 \times \pi \times 1,1 \times 10^{-3} \times 110 \times 10^{-9}} = 3,61 \times 10^{-12} \frac{J}{Pa. S. m}$$

A titre comparatif, le coefficient de diffusion de BSA(bovine serumalbumin) souvent cité en ultrafiltration, qui a une masse molaire de 69 KDa et une taille égale à 3.2nm, est de l'ordre de $7,0 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ [66].

Lors de l'étude de l'influence du coefficient de diffusion sur la couche de polarisation, il est nécessaire de corrélérer D_{if} en fonction de la concentration en huile. La combinaison des équations IV. 2 et IV.3 conduit à :

$$D_{if} = \frac{K_b T}{3\pi(A+B_1 \times C+B_2 \times C^2+B_3 \times C^3)d_g} \quad (\text{IV. 3})$$

Les résultats pour les valeurs expérimentales ainsi que les valeurs corrélées sont représentés sur la figure IV.4. Le coefficient de corrélation est supérieur à 0,9.

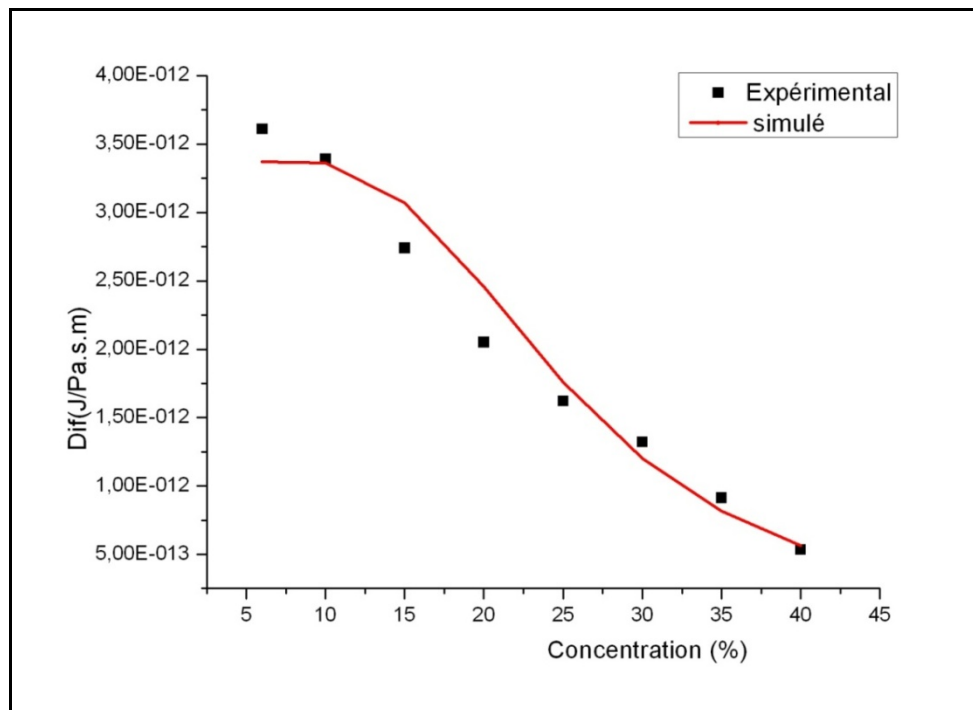


Figure IV.4: Coefficient de diffusion en fonction de la concentration de l'émulsion.

IV.2.4 Corrélation du flux d'ultrafiltration

Plusieurs études ont été faites sur l'applicabilité des équations exponentielles sur l'estimation de la variation du flux d'ultrafiltration en fonction de temps. Su-Hsia Lin et col. [67] a étudié l'applicabilité de ce type d'équations pour la simulation du flux d'ultrafiltrat en fonction de temps, ceci pour des protéines dans une cellule en batch, il a trouvé une erreur de 3% entre les résultats expérimentaux et les valeurs calculées.

De ce fait, nous avons corrélé les flux d'ultrafiltration expérimentaux à l'aide d'équations exponentielles représentées par l'équation (IV.4). Les courbes de la figure (IV.4) qui représente les résultats expérimentaux.

$$\text{Flux} \left(\frac{\text{m}^3}{\text{m}^2 \text{s}} \times 10^6 \right) = y_0 + a_1 e^{\left(\frac{t-t_0}{t_1} \right)} + a_2 e^{\left(\frac{t-t_0}{t_2} \right)} \quad (\text{IV. 4})$$

Sachant que :

$y_0, a_1, a_2, t_0, t_1, t_2$: Constantes

t : temps

Après avoir déterminé les constantes des équations, nous avons différencié analytiquement l'équation précédente et nous avons ainsi obtenu l'équation donnant le flux d'ultrafiltration en fonction du temps. Le tableau IV.5 représente les constantes des équations.

Tableau IV. 5: Coefficient de l'équation de simulation de flux

P (bar)	2	2	2	2
C0(%)	4	4	4	4
W(rpm)	0	100	200	300
y_0	1.78	2.43652	3.78	5,35
t_0	2.77	-1.14215	-10.59	3.50
a_1	11.76	13.72732	34.95	15.90
t_1	106.34	121.11255	28.11	44.05
a_2	2.36	1.82792	5.07	3.88
t_2	594.26	679.91793	301.46	430.05

La figure IV.5 représente l'évolution de flux expérimentaux et les flux calculés par les équations précédentes.

La valeur des coefficients de corrélation R^2 sont supérieures à 0.99 pour les quatre courbes, ce qui justifie le choix de la corrélation.

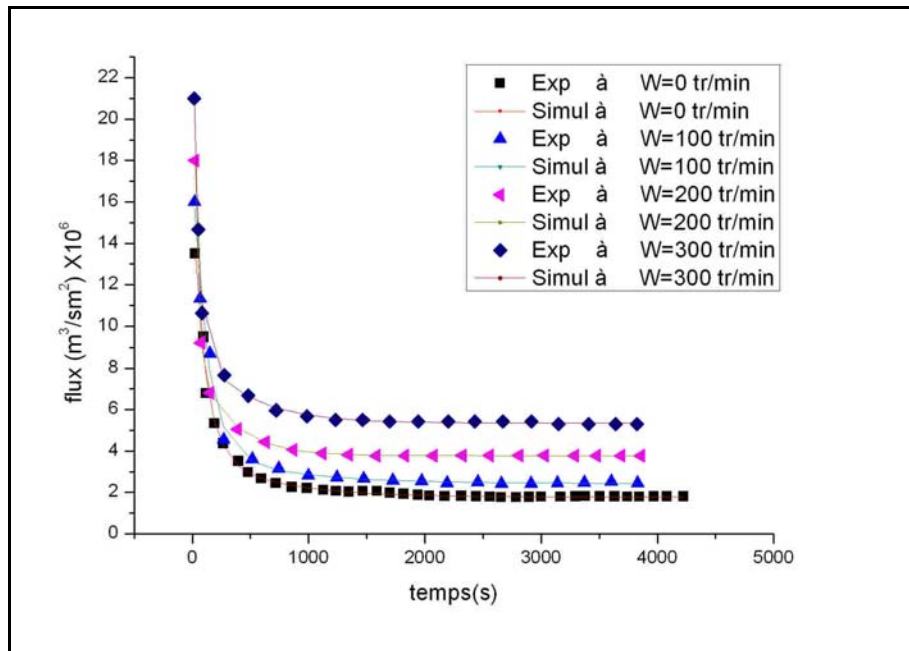


Figure IV.5: Variation des flux de perméat expérimentaux et simulés en fonction du temps.

IV.3 RESULTATS ET INTERPRETATIONS

IV.3.1 Influence de l'agitation sur la concentration de gel

La mesure directe de la concentration de l'émulsion au niveau de la surface de la membrane est complexe. Les différents travaux réalisés conduisent à deux classes différentes : l'une de ces classes suppose que la concentration au niveau de la membrane est égale à la concentration de gel dans toute l'opération d'ultrafiltration et l'épaisseur de la couche de polarisation est variable en fonction de l'agitation ; l'autre classe suppose que la concentration au niveau de la surface de la membrane est variable en fonction du temps et l'épaisseur de la couche de polarisation est constante en fonction de l'agitation.

Mahlab et col. ont fait une étude interférométrique pour mesurer le profil de la concentration au niveau de la couche de polarisation, ceci pour une solution de NaCl dans une cellule d'ultrafiltration en batch. En négligeant la pression osmotique de la solution et en utilisant la méthode des transformées de Laplace pour résoudre l'équation de transfert de matière à travers la membrane, ils ont trouvé que les résultats théoriques confirment les résultats expérimentaux [68].

Vilker et col. ont étudié l'ultrafiltration des protéines dans une cellule agitée en batch, le profil de la concentration au niveau de la couche de polarisation a été mesuré avec une technique optique [68]. L'équation de transfert de matière a été résolue par la méthode

asymptotique. Cette dernière est basée sur la pression osmotique, l'écart entre les résultats expérimentaux et les résultats théoriques est importante.

Clifton a étudié l'ultrafiltration de Dextran T70 dans une cellule où l'écoulement de fluide est laminaire[69]. Il a utilisé un interféromètre pour mesurer le profil de la concentration dans la couche de polarisation. Pour la modélisation, il a combiné les équations de Navier-Stokes et de transfert de matière. Les résultats obtenus s'écartent des valeurs expérimentales.

P. Rai et col. ont fait une étude sur l'ultrafiltration de jus de fruit dans une cellule agitée en batch [70]. Ils ont utilisé le modèle du gel pour simuler l'ultrafiltration, ceci en considérant que la concentration du fluide au niveau de la surface de la membrane est égale à la concentration de gel pendant toute l'opération d'ultrafiltration. Ils expliquent la diminution du flux d'ultrafiltration par l'augmentation de l'épaisseur de la couche de gel, ce qui conduit à une augmentation de la résistance de cette couche.

Lee considère dans leur modèle que la concentration au niveau de la surface de la membrane égale la concentration de gel durant l'opération d'ultrafiltration [53].

Debasish Sarkar et col. ont étudié l'ultrafiltration du PEG-6000 dans une cellule agitée et ont supposé que l'agitation crée un courant de la membrane vers la solution, donc un flux de convection de la couche de polarisation vers la solution[71]. Ce flux augmente avec l'augmentation de l'agitation. Ils ont trouvé que la concentration au niveau de la surface de la membrane augmente dans les premières minutes puis reste constante durant toute l'expérience.

Le modèle de Chiranjib Bhattacharjee considère que la concentration au niveau de la membrane est variable [72].

D'après ces différents résultats, on a proposé deux modèles : nous avons considéré que la concentration au niveau de la membrane est égale à la concentration de gel dans l'un et variable dans l'autre.

La concentration de gel C_g est déterminée expérimentalement en portant J_{lim} en fonction de C_0 . L'extrapolation à flux nul conduit à une valeur de C_g qui dépend des solutions à traiter et du type de membranes utilisées.

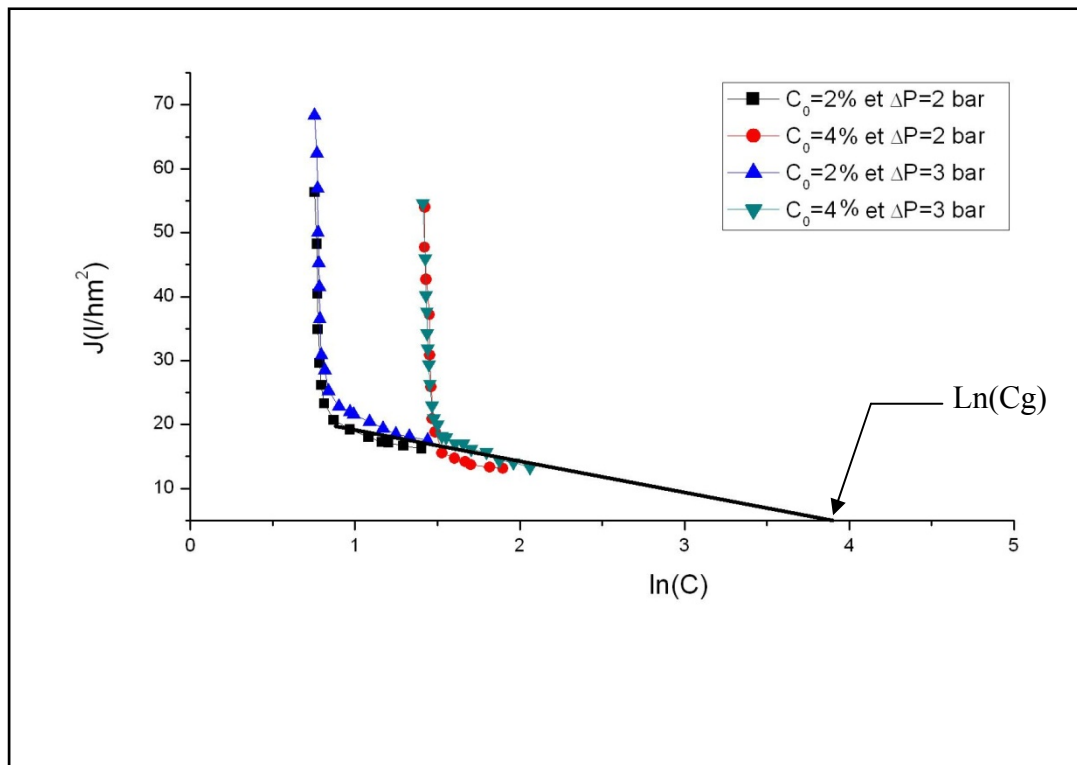


Figure IV.6: Variation du flux en fonction de la concentration en huile à ($\Delta P=1$ bar, 3bars et $W=300$ rpm)

La figure IV.6 représente les résultats expérimentaux pour deux concentrations différentes. La concentration du gel C_g est déterminée à l'aide de l'équation de la courbe de tendance du graphique :

$$\text{On a :} \quad y = 6.2573 (x) + 24,733 = 0 \quad (\text{IV. 5})$$

L'extrapolation à flux conduit à : $\ln C_g = 3,95$

Soit une concentration de gel égale à 52% en huile.

La figure IV.6 représente la variation de la concentration de gel en fonction de la vitesse de l'agitation.

D'après ces résultats, on en déduit les conclusions suivantes :

- La concentration de gel est indépendante de la pression transmembranaire et de la concentration initiale de la solution ce qui est en accord avec les résultats obtenus par différents auteurs [73,74].
- La concentration de gel au cours de l'opération d'ultrafiltration dépend de la vitesse de l'agitation, elle augmente avec cette dernière.

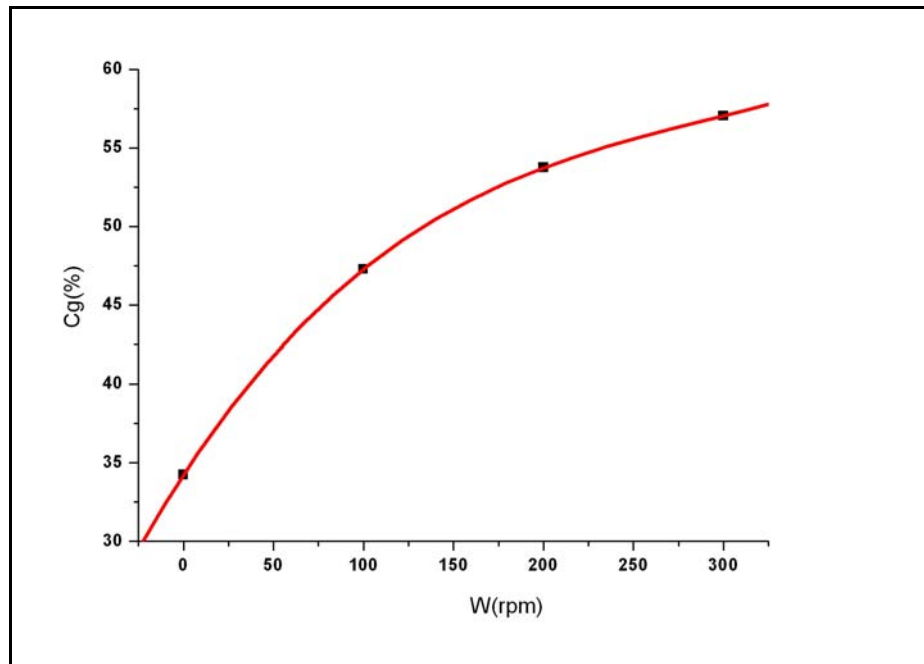


Figure IV.7: Variation de la concentration de gel en fonction de la vitesse d'agitation.

Nous avons corrélé les concentrations de gel expérimentales à l'aide de l'équation exponentielle suivante:

$$C_g (\%) = 60.28 - 26.03 \times 0.99309^W \quad (\text{IV. 6})$$

Le coefficient de corrélation est égal à 0,99.

La valeur de C_g augmente rapidement au départ et semble atteindre un palier par la suite. Il aurait été intéressant d'opérer à des vitesses d'agitation plus importantes pour confirmer ou infirmer l'existence de ce palier, ceci n'a pas pu être réalisé du fait de la création d'un vortex pour des vitesses d'agitations élevées.

Lors de l'ultrafiltration dans des cellules agitées en batch, Lipp et col. [75] trouvent en utilisant plusieurs types de membranes des valeurs extrapolées de C_g qui varient entre 30% et 40% pour une agitation de 300tr/mn.

S.Battacharjee et P.K.Bhattacharyatrouvent que la concentration au niveau de la surface de la membrane dans plusieurs cas est égale la concentration de gel (C_g) [74].

M. Belkacem [3] considère que lors de l'ultrafiltration d'une émulsion d'huile de coupe dans une cellule agitée en batch, l'augmentation de l'agitation se traduit par une diminution de l'épaisseur de la couche de polarisation. Ceci expliquerait la diminution de la résistance de la couche de polarisation avec la vitesse d'agitation.

IV.3.2 Couche limite hydrodynamique

Pour la modélisation on considérera que la couche de polarisation se situe à l'intérieur de la couche limite hydrodynamique. Par conséquent, il est nécessaire de déterminer préalablement l'épaisseur de cette dernière.

La détermination de la couche limite hydrodynamique dans une cellule agitée est complexe, on cite ci-dessous les différentes théories et auteurs qui ont fait des études sur celle-ci.

La couche limite hydrodynamique pour une cellule cylindrique agitée (figure IV.8) est calculée selon Hermann Schlichting et col. par la loi suivante [76]:

$$\delta = 4 \times \sqrt{\frac{\mu}{\rho \times W}} \quad (\text{IV. 7})$$

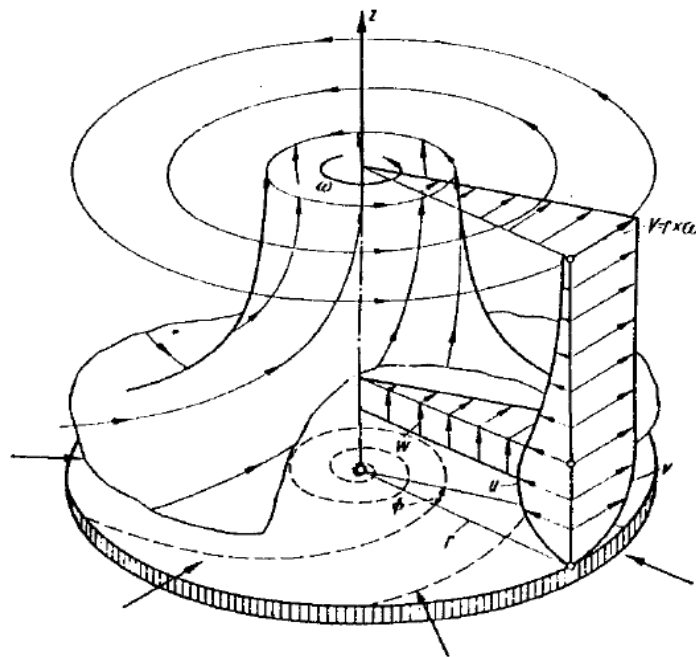


Figure IV.8: Schéma de l'écoulement au voisinage d'un disque tournant [77].

Pour une cellule d'ultrafiltration classique (figure IV.9), N.O. Becht, et col. ont donné l'expression de l'épaisseur de la couche limite hydrodynamique en fonction des conditions opératoires comme suit [77]:

$$\delta = \sqrt{\frac{\mu}{\rho \times W}} \quad (\text{IV. 8})$$

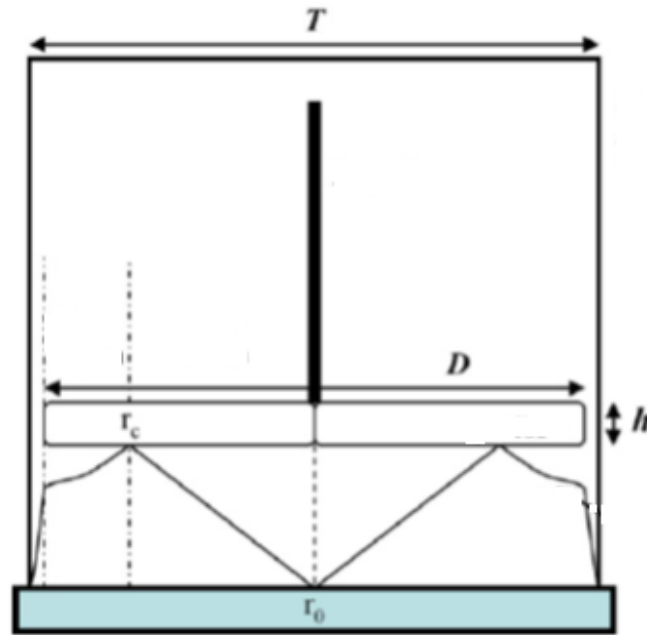


Figure IV.9: Schéma de la cellule agitée utilisé par N.O. Becht et Col.

Le tableau IV.6 représente les différentes valeurs de l'épaisseur de la couche limite hydrodynamique obtenue par ces auteurs, ceci à différentes vitesses d'agitation.

Tableau IV. 6: L'épaisseur de la couche limite hydrodynamique

Vitesse d'agitation (rpm)	L'épaisseur de la couche limite hydrodynamique (m)	
	Hermann schlichting et col.	N.o. becht et col.
100	$1,33 \times 10^{-03}$	$3,33 \times 10^{-04}$
200	$9,43 \times 10^{-04}$	$2,3610^{-04}$
300	$7,70 \times 10^{-04}$	$1,9310^{-04}$

IV.4 DETERMINATION DE L'ÉPAISSEUR DE LA COUCHE DE POLARISATION (δ)

L'épaisseur de la couche de polarisation étant limitée par celle de la sous-couche laminaire, nous considérerons comme une première approximation que l'épaisseur de la couche limite hydrodynamique est la limite supérieure pour calculer la valeur de l'épaisseur de la couche de polarisation [78,73].

À partir de l'équation gouvernante de l'ultrafiltration (II.16) et les équations obtenues à partir des corrélations du flux (IV.4), on peut calculer la concentration de l'émulsion dans la couche limite hydrodynamique en fonction du temps et de la distance.

Les conditions aux limites de la résolution de cette équation sont :

$$\begin{cases} C_1 = C_g \\ C_K = C_0 \end{cases} \text{(IV. 9)}$$

$$x \in [0, \delta_{hydrodynamique}] \text{(IV. 10)}$$

L'organigramme utilisé pour calculer l'épaisseur de la couche de polarisation pour les différentes vitesses d'agitation est représenté sur la figure IV.10.

Le profil de la concentration en fonction de la distance et du temps pour $C_0=4\%$, $W= 0$ rpm et $\Delta P= 2$ bars est représenté sur la figure IV.11.

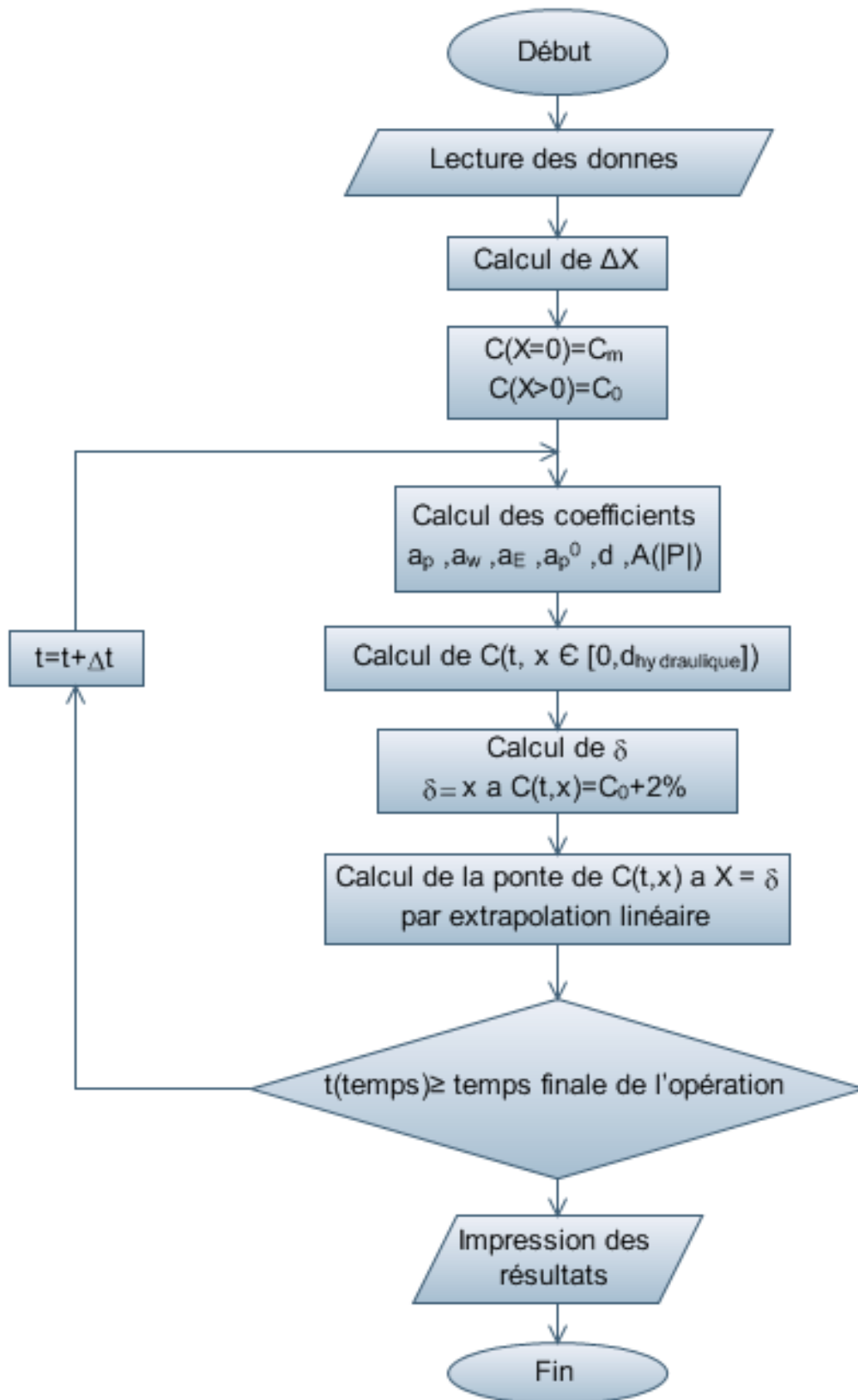


Figure IV.10: Organigramme de calcul de l'épaisseur de la couche de polarisation (δ)

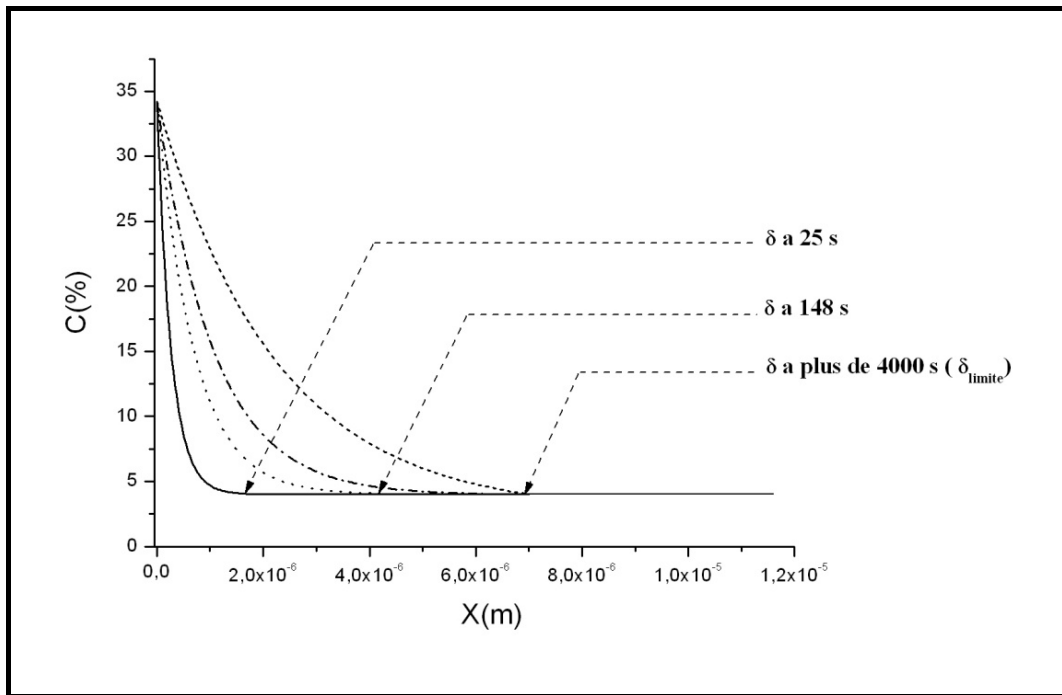


Figure IV.11: Profil de la concentration en fonction de la distance et du temps à $C_0=4\%$, $W=0$ rpm et $\Delta P=2$ bars.

La concentration au niveau de la couche de polarisation diminue au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la membrane pour atteindre la valeur de C_0 . A cette distance limite correspond l'épaisseur de la couche de polarisation (δ_{lim}).

L'épaisseur de la couche de polarisation en fonction du temps, pour différentes vitesses d'agitation, est représentée sur la figure IV.12.

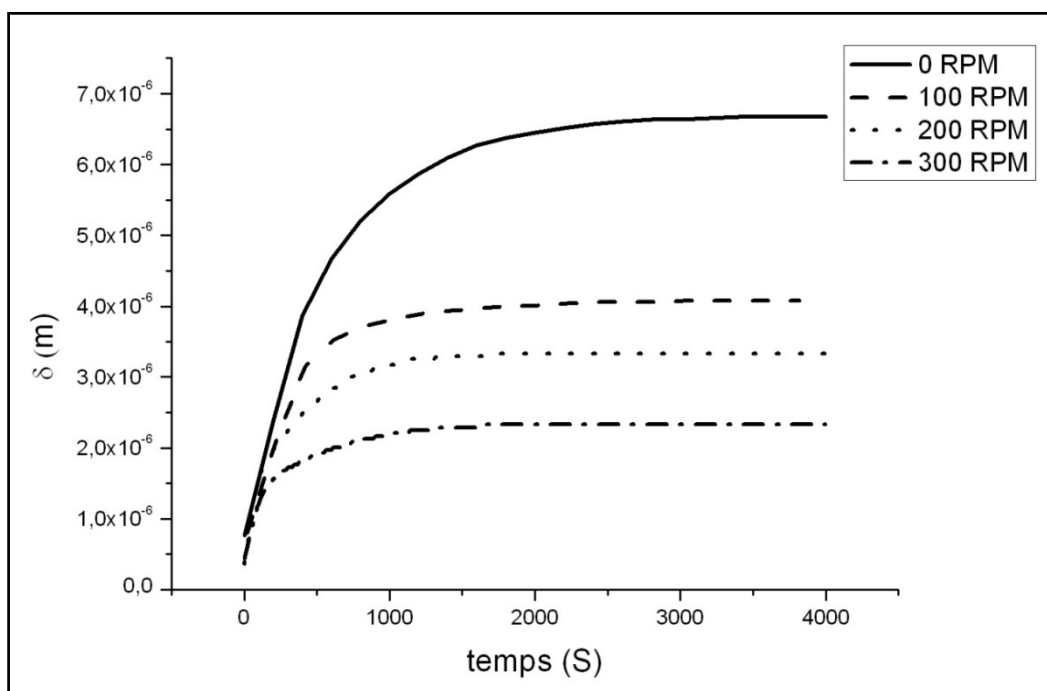


Figure IV.12: Variation de δ en fonction du temps et de la vitesse d'agitation pour $C_0=4\%$.

On constate que l'épaisseur de la couche de polarisation augmente rapidement au premier temps de l'ultrafiltration, puis se stabilise à une valeur que l'on notera δ limite, cette dernière diminue avec la vitesse d'agitation. Ces résultats sont en accord avec ceux de Debasish Sarkar et Col. qui constatent une augmentation de l'épaisseur de la couche de polarisation de 55% quand on baisse l'agitation de 63 à 54 rad /s.

A.S. Jonsson et Col. ont étudiés l'ultrafiltration sans agitation des surfactants non ionique (Triton X-100) ; ils ont trouvés que l'épaisseur de la couche de polarisation est de 10 μm . Cette valeur est du même ordre de grandeur que celle que nous avons obtenu sans agitation (6,6 μm) [79].

Nous avons reporté sur la figure IV.13 les variations de δ_{lim} en fonction de la vitesse d'agitation.

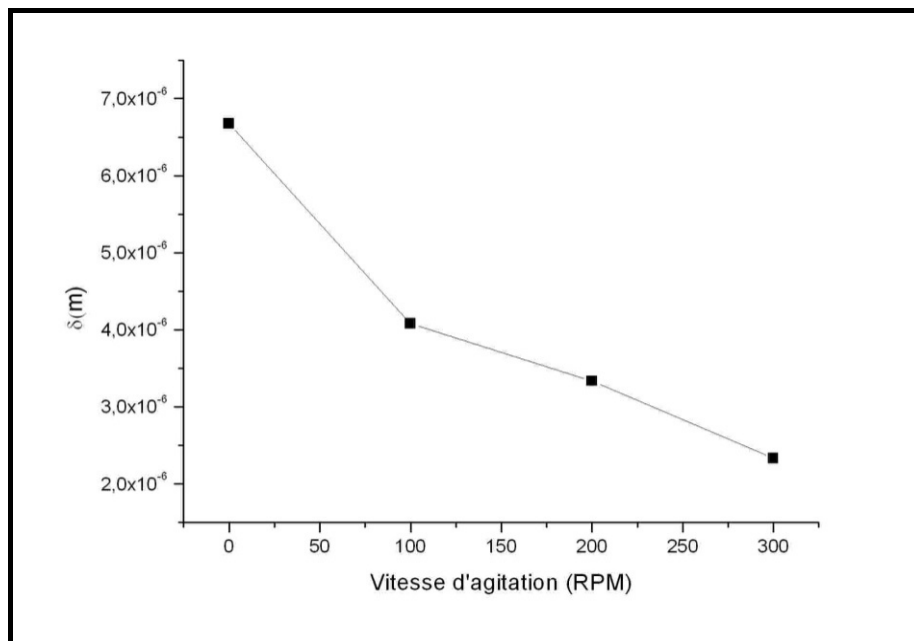


Figure IV.13: La variation de δ en fonction de la vitesse de l'agitation

Ces résultats sont en accord avec ceux de P. Rai et Col. [80]. En utilisant le modèle des résistances en série, ces derniers constatent que la résistance de la couche de polarisation représente la majorité de la résistance totale, d'autre part, la résistance de polarisation diminue avec l'augmentation de l'agitation.

S. De et col. ont étudié l'ultrafiltration de polyvinyle d'alcool dans une cellule agitée et utilisé le modèle de gel pour la simulation numérique [81, 82]. Ils ont trouvés que l'épaisseur de la couche de polarisation diminue de 80 μm à 30 μm quand ils augmentent la vitesse d'agitation de 100 à 600 rpm.

Le tableau IV.6 représente les différentes valeurs de l'épaisseur de la couche limite hydrodynamique selon Hermann schlichting et col. et N.o. becht et col. ainsi que l'épaisseur de la couche de polarisation de concentration δ_{lim} à des vitesses d'agitation différentes. Sur la figure IV.14 sont représentés les mêmes résultats sous un graphe.

Tableau IV. 7: L'épaisseur de la couche limite hydrodynamique et la couche de polarisation

Vitesse d'agitation (rpm)	L'épaisseur de la couche limite hydrodynamique (m)		couche de polarisation
	Hermann schlichting et col.	N.o. becht et col.	
100	$1,33 \times 10^{-03}$	$3,33 \times 10^{-04}$	$4,08 \times 10^{-06}$
200	$9,43 \times 10^{-04}$	$2,36 \times 10^{-04}$	$3,33 \times 10^{-06}$
300	$7,70 \times 10^{-04}$	$1,93 \times 10^{-04}$	$2,33 \times 10^{-06}$

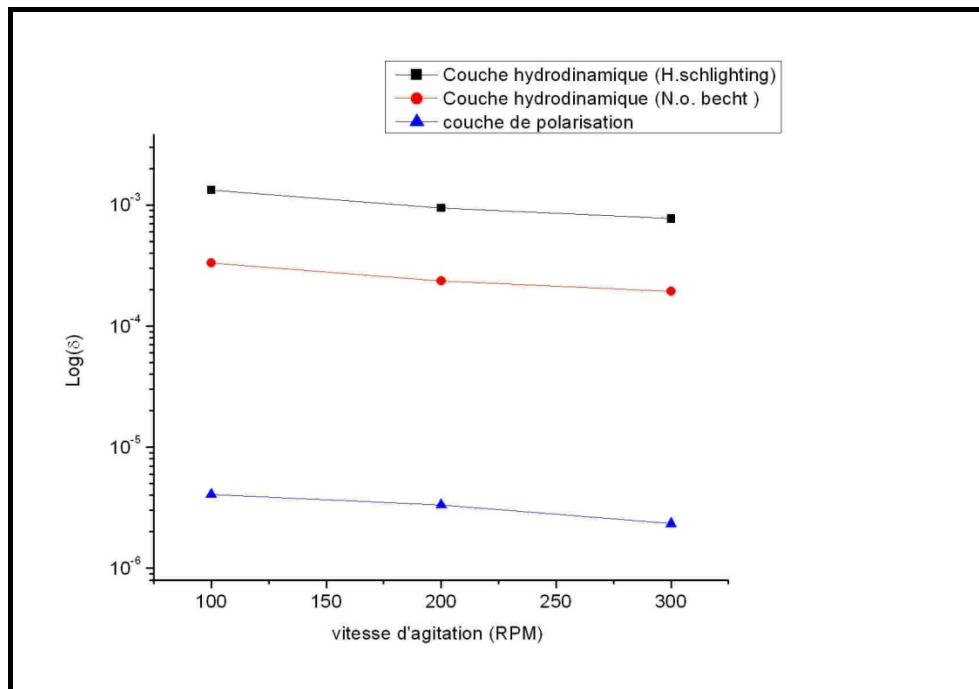


Figure IV.14: Variation de la couche limite hydrodynamique et la couche de polarisation en fonction de la vitesse de l'agitation.

Ces résultats montrent que l'hypothèse de départ (couche de polarisation située à l'intérieur de la couche limite hydrodynamique) est confirmée.

IV.5 MODELISATION

IV.5.1 Premier Modèle

Le premier modèle est le modèle proposé par Lee qui basé sur l'équation de transfert de matière II.16.

Dans ce modèle l'évolution du flux est aussi simulée, contrairement à la plupart des modèles qui utilisent des corrélations de flux. Lee donne la formule (II.19) pour calculer la variation de flux en fonction de la résistance de polarisation [53].

Les valeurs de μ , ΔP et R_m ont été déterminés dans les paragraphes IV.1 et IV.2.

La valeur de la résistance au niveau de la couche de polarisation R_p est calculée à partir de l'équation II.20.

Les constantes α et β sont considérées comme étant indépendantes de ΔP , C_0 et de la vitesse d'agitation.

Lee a proposé une formule pour calculer l'accumulation d'huile dans la couche de polarisation (M_h) en fonction de temps donner par l'équation II.18.

Pour déterminer M_h il faut d'abord déterminer la pente de la concentration à l'interface de la solution et la couche de polarisation $\left. \frac{\partial C}{\partial x} \right|_{x=\delta}$.

IV.5.1.1 Calcul de $\left. \frac{\partial C}{\partial x} \right|_{x=\delta}$ par ajustement linéaire.

Pour calculer $\left. \frac{\partial C}{\partial x} \right|_{x=\delta}$ on a utilisé une méthode d'ajustement linéaire. Comme il est indiqué sur la figure IV.15, cette dernière est basée sur le principe suivant : On prend en considération l'intervalle où la concentration est proche de C_0 (intervalle $[C_1, C_2]$) et on détermine la pente de la courbe correspondante.

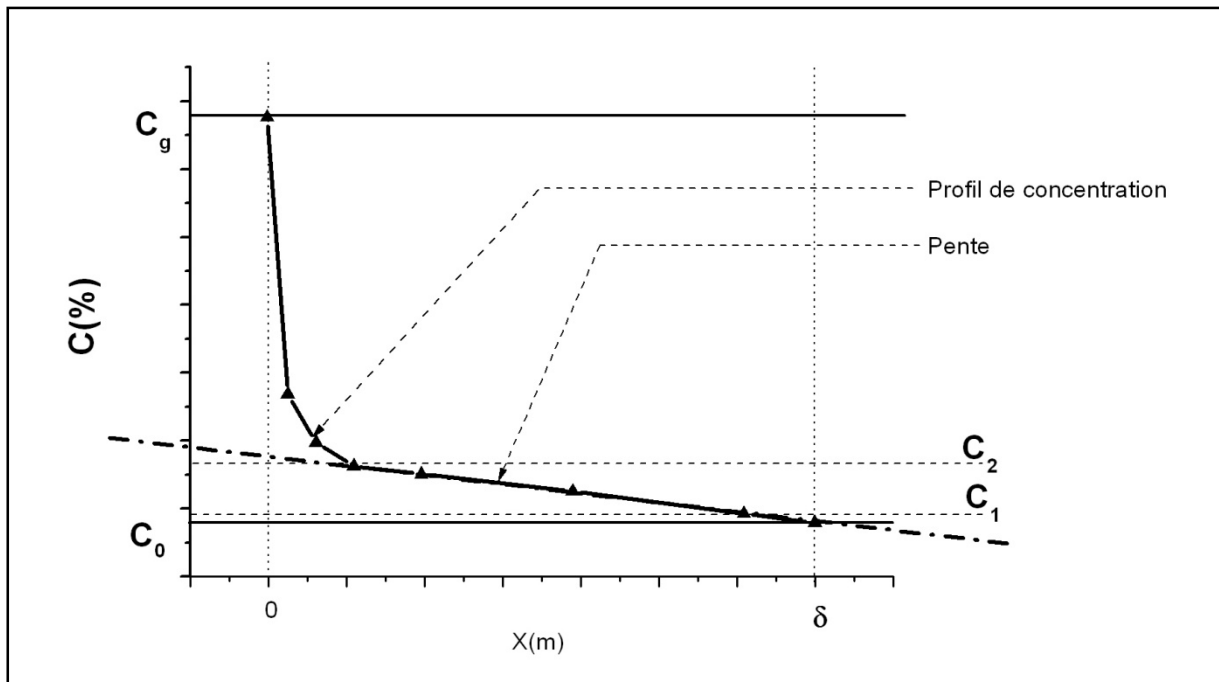


Figure IV. 15: Schéma d'explication de calcul de $\left. \frac{\partial C}{\partial x} \right|_{x=\delta}$

IV.5.1.2 Calcul des valeurs d'alpha (α) et de beta (β)

A partir de l'équation II.9, on déduit l'expression de la résistance de la couche de polarisation :

$$R_p = \frac{\Delta P}{\mu j} - R_m \quad (\text{IV. 11})$$

Pour la détermination de la valeur de M_h , on discrétise l'équation II.18, on obtient l'expression suivante :

$$M_h(t + \Delta t) = M_h(t) + (J(t)C_0 + D_{if} \left. \frac{\partial c(t)}{\partial x} \right|_{x=\delta}) \Delta t \quad (\text{IV. 12})$$

Finalement, pour déterminer les valeurs de α et β on trace la courbe $\text{Ln}(R_p)$ en fonction de $\text{Ln}(M_h)$ à une agitation nulle.

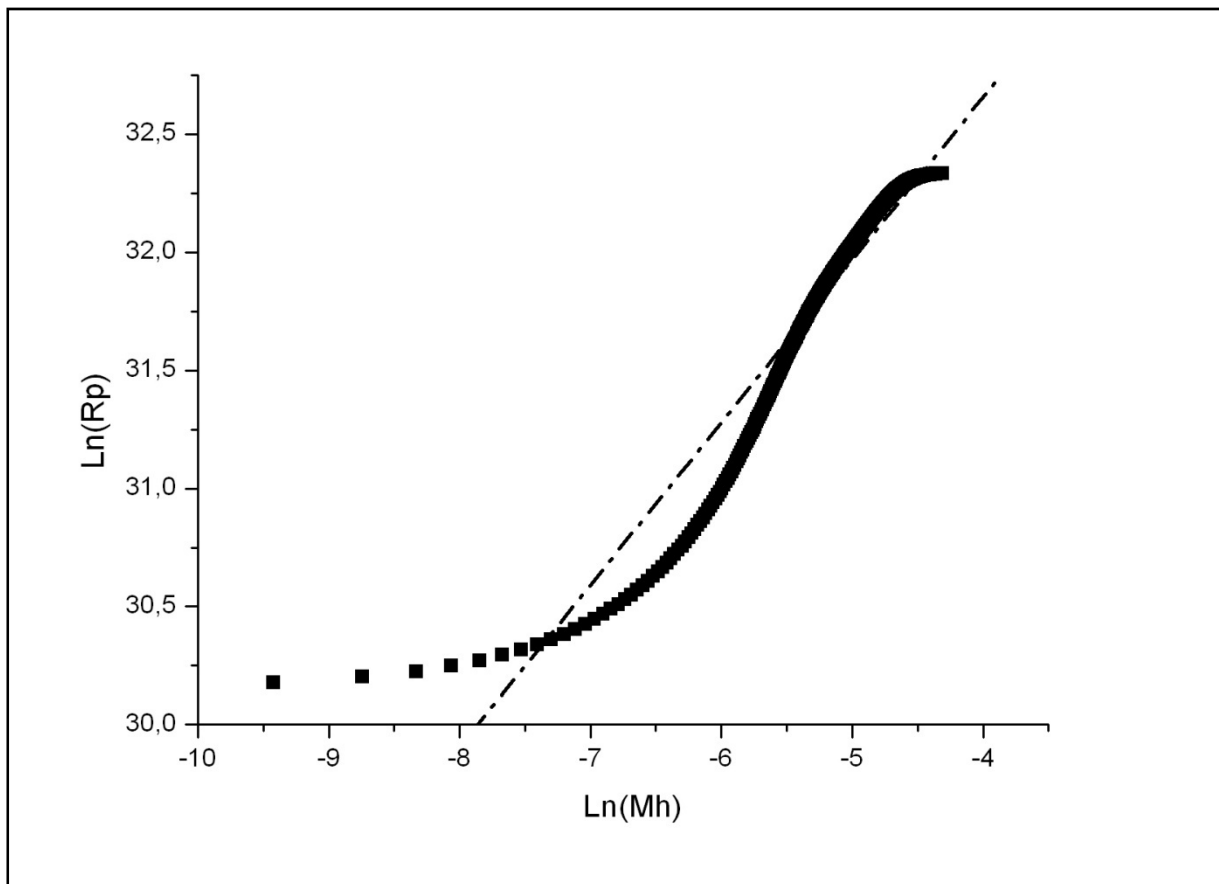


Figure IV.16: Variation de $\text{Ln}(R_p)$ en fonction de $\text{Ln}(M_h)$ pour $W=0\text{rpm}$ et $C_0=4\%$

L'intersection de la droite de tendance avec l'axe des abscisses représente la valeur de α , la pente de cette droite représente la valeur de β .

Le tableau IV.8 représente les valeurs de α et β obtenues pour différentes concentrations initiales.

Tableau IV. 8: Valeurs de α et β à différentes concentrations initiales.

Concentration initiale	Valeur de α	Valeur de β
1%	0,1705	$1,081 \times 10^3$
2%	0,1710	$1,090 \times 10^3$
4%	0,1701	$1,088 \times 10^3$
6%	0,1707	$1,085 \times 10^3$

Ces résultats montrent que les valeurs de α et β sont indépendantes de la concentration initiale de l'émulsion et sont en accord avec ceux obtenus par Lee

IV.5.1.3 Profil de concentration au niveau de la couche de polarisation

La figure IV.17 représente le profil de la concentration de l'huile au voisinage de la membrane en fonction de la distance, ceci à différents temps.

La figure IV.18 donne l'évolution de concentration dans la couche de polarisation à $C_0=4\%$, $W=100$ rpm et $\Delta P=2$ bars. La représentation spatiale de l'évolution de la concentration dans la couche de polarisation est donnée sur la figure IV.19.

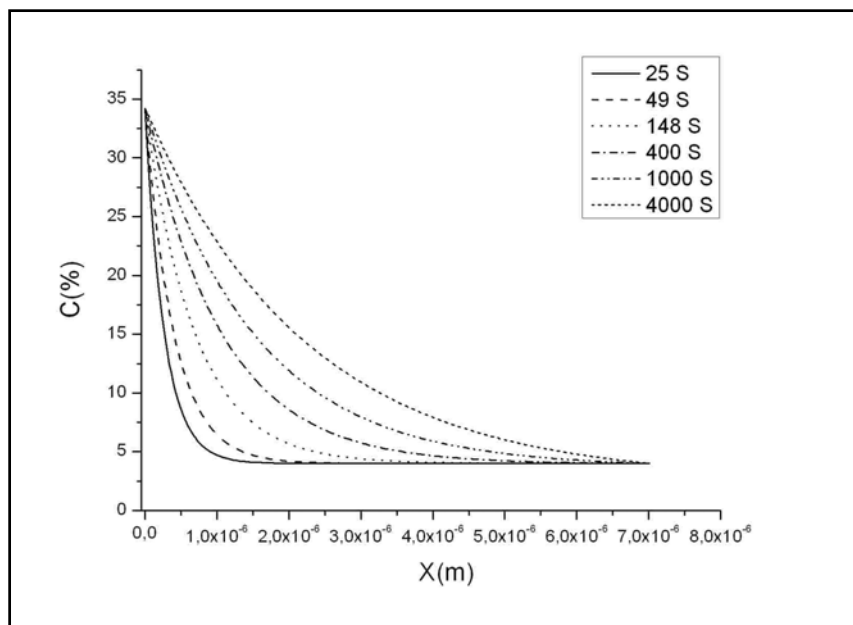


Figure IV.17: Profil de la concentration en fonction de la distance et du temps pour $C_0=4\%$, $W=0$ rpm et $\Delta P=2$ bars.

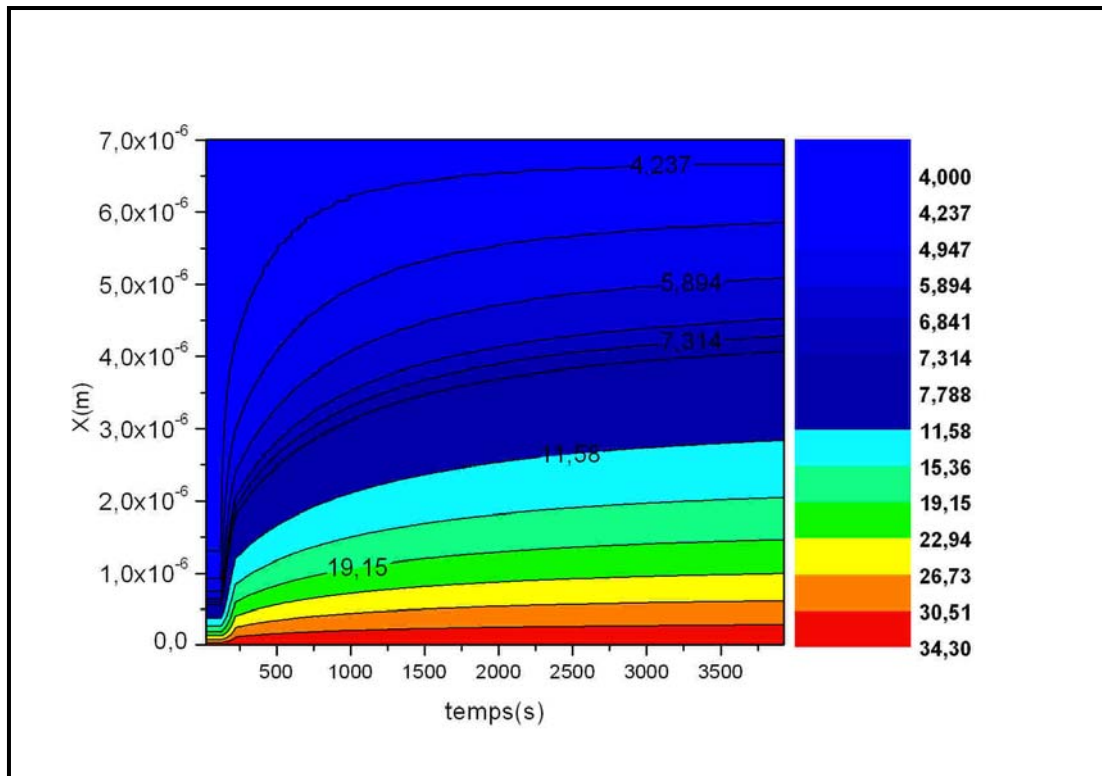


Figure IV.18: L'évolution de concentration dans la couche de polarisation à $C_0=4\%$, $W=100\text{rpm}$ et $\Delta P= 2 \text{ bar}$.

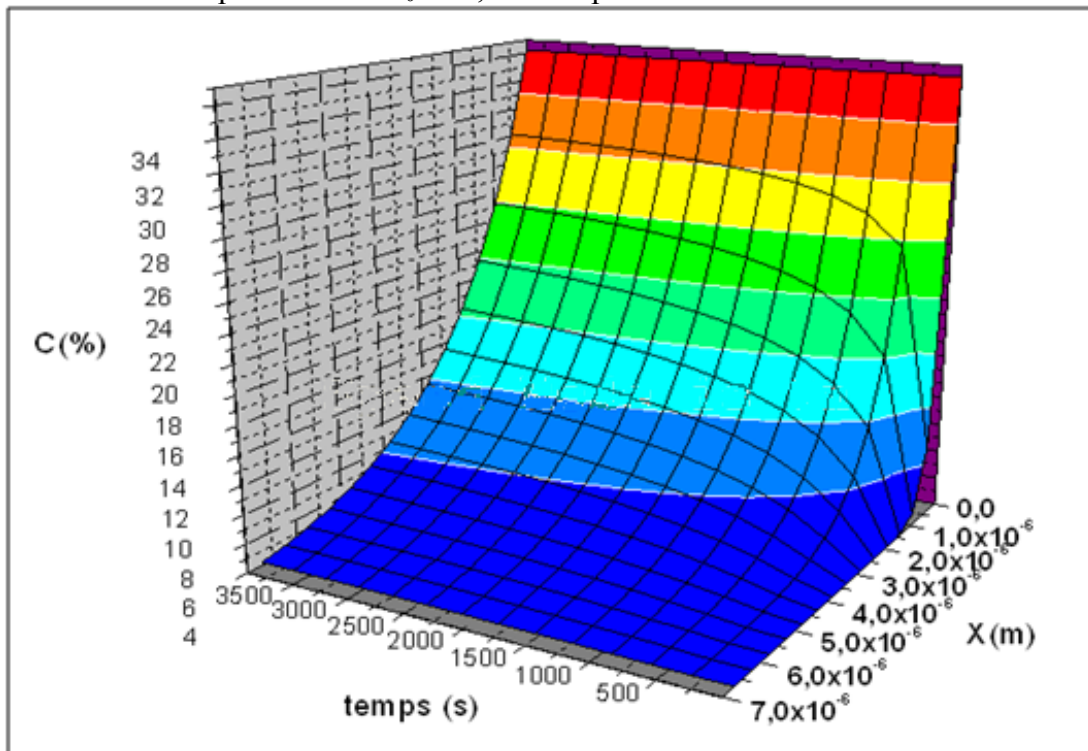


Figure IV.19: Représentation spatiale de l'évolution de la concentration dans la couche de polarisation à $C_0=4\%$, $W= 100 \text{ rpm}$ et $\Delta P= 2 \text{ bars}$.

Nous remarquons l'augmentation de la concentration d'huile en fonction de temps donc la création rapide de la couche de polarisation.

IV.5.1.4 Validation du modèle

Certains paramètres ont une influence directe sur le flux de perméat, leurs origines sont liées d'une part aux caractéristiques de l'alimentation (concentration initiale en huile, pression, pH, température, ...) et d'autre part à celles des performances de la membrane (porosité, la taille et la densité des pores, ...).

Chaque essai d'ultrafiltration a été effectué en faisant varier la pression, la concentration initiale en huile, ainsi que la vitesse d'agitation. Cela nous a permis d'identifier les principaux facteurs responsables de la diminution de la densité du flux de perméat.

-Pression

La figure IV.20 représente l'évolution des flux d'ultrafiltration expérimentaux et ceux obtenus à l'aide du modèle pour différentes pressions. L'écart entre les résultats expérimentaux et ceux simulés est inférieur à 1%.

On constate que le flux d'ultrafiltration, dans les deux cas, s'avère indépendant de la pression dès le début de l'ultrafiltration.

Cette constatation, qui rejoint celles de nombreux auteurs, est une caractéristique commune de toute ultrafiltration.

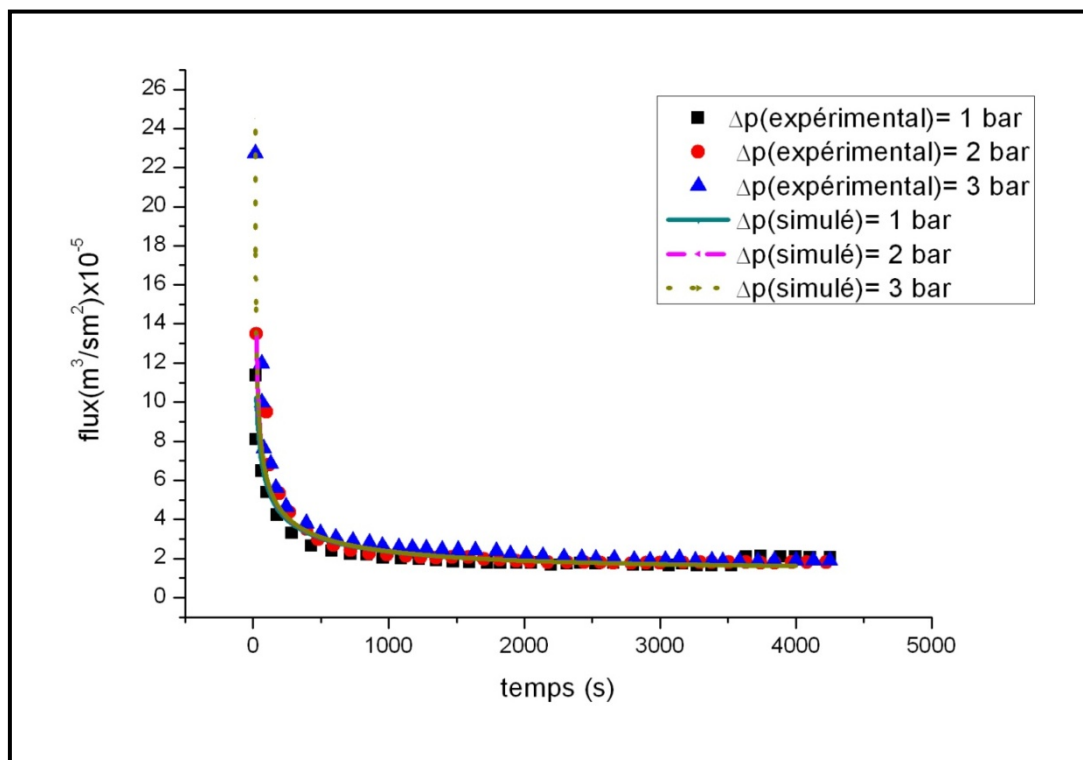


Figure IV.20: Variation de Flux en fonction du temps pour différentes pressions à $C_0=4\%$.

-Concentration initiale en huile

La figure IV.20 représente l'évolution des flux d'ultrafiltration expérimentaux et ceux obtenus à l'aide du modèle pour différentes concentrations initiales. L'écart entre les résultats expérimentaux et ceux simulés est inférieur à 1%.

Pour une pression transmembranaire constante, et des concentrations initiales en huile varier de 1% à 6%. On représente les résultats expérimentaux et simulés dans la figure suivante :

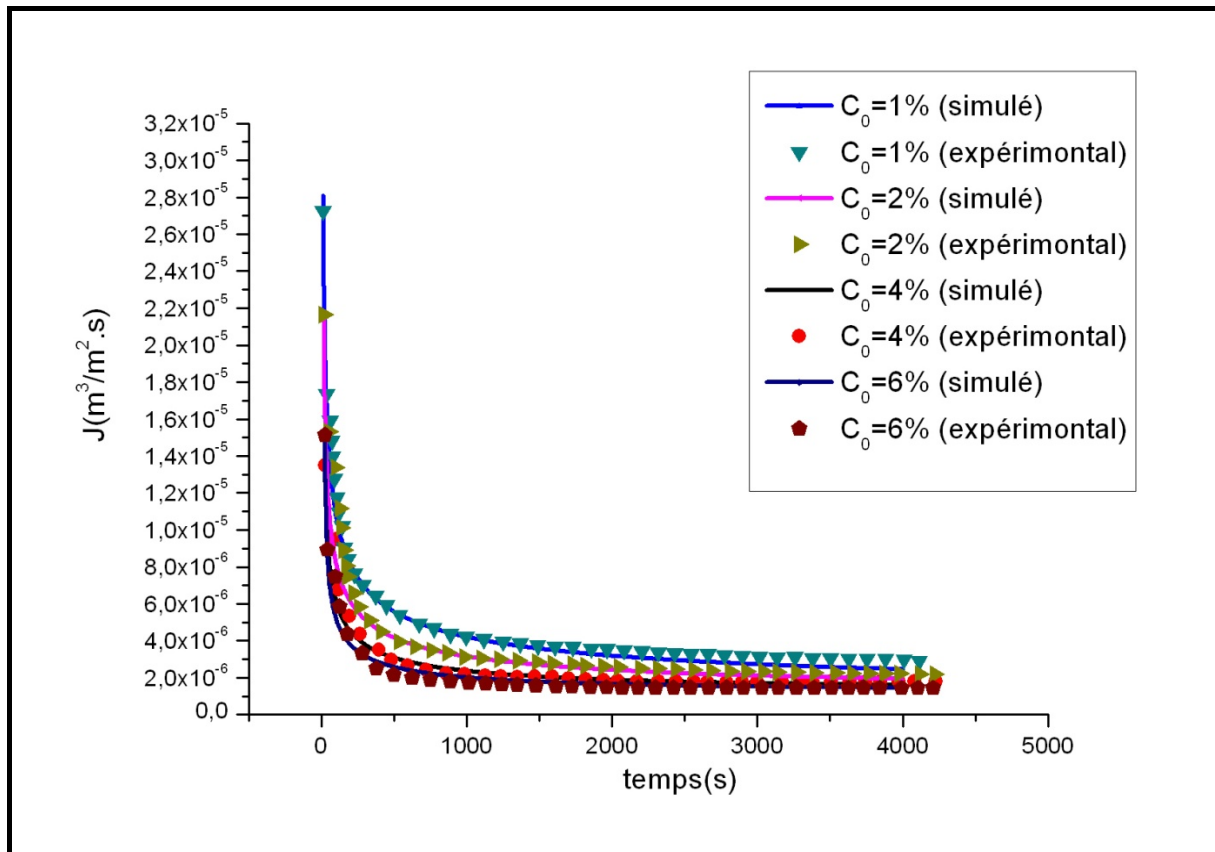


Figure IV.21: Variation de Flux en fonction du temps pour des concentrations initiales différentes ($\Delta P= 2\text{bars}$).

On note une diminution marquée du flux au fur et à mesure que la concentration en huile augmente.

- Nous remarquons aussi que le flux limite est atteint rapidement (au bout de 4 minutes) quand la concentration initiale en huile est élevée.

- Pour des faibles concentrations en huile, la solution est plus diluée, les solutés s'écoulent facilement à l'intérieur de la membrane, donc ne s'accumulent pas au voisinage de celle-ci ce qui minimise la polarisation de concentration, et par conséquent, le flux du perméat augmente.

-Vitesse d'agitation

La figure IV.22 représente l'évolution du flux en fonction du temps à des vitesses d'agitation différentes et à une pression et une concentration initiale en huile constantes ($P=2$ bars, $C_0=4\%$).

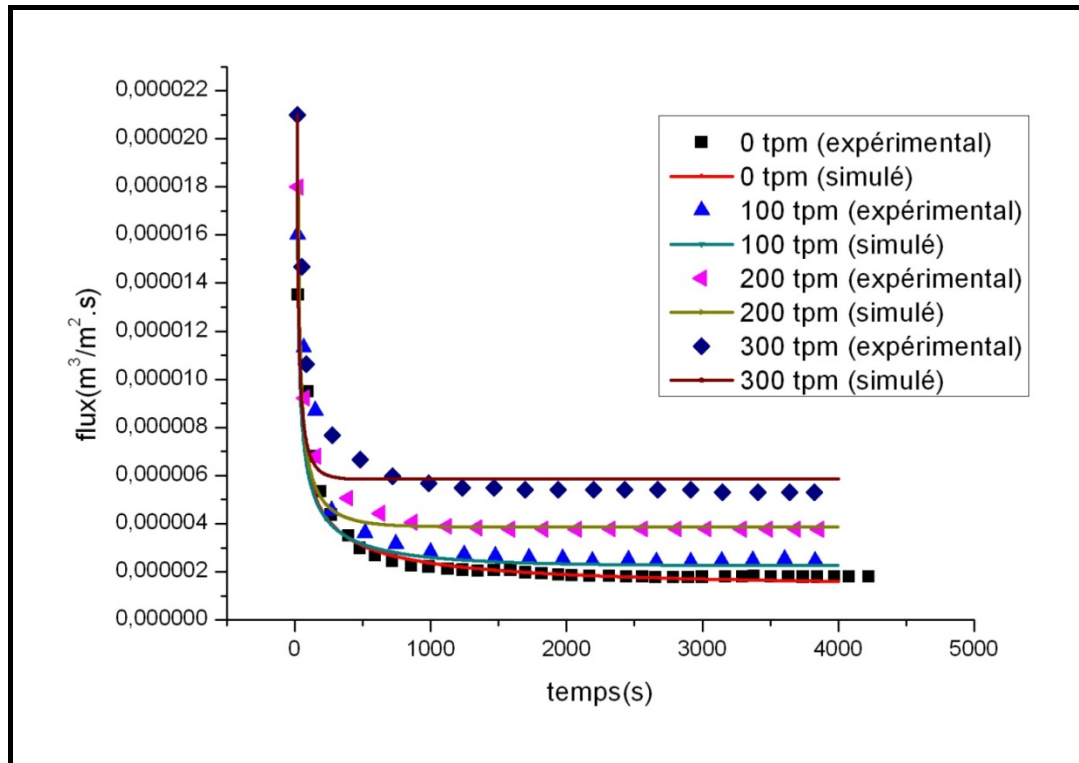


Figure IV.22: Variation de flux en fonction du temps pour différentes vitesses d'agitation ($P=2$ bars, $C_0=4\%$).

Ces résultats montrent que le modèle est représentatif pour les faibles vitesses d'agitation. L'écart augmente avec cette dernière, il est de 16% pour une vitesse égale à 300rpm.

IV.5.1.5 CONCLUSION

L'avantage de ce modèle, relativement simple, est la simulation du flux et de la concentration au niveau de la couche de polarisation en parallèle. Toutefois, ce modèle n'est pas représentatif pour des vitesses d'agitation importantes.

L'influence de coefficient de diffusion est négligeable dans ce modèle.

IV.5.2 Deuxième Modèle

Ce modèle, proposé par S. Bhattacharjee et col [66], est aussi basé sur l'équation (IV.14) de transfert de matière à travers une membrane.

La différence majeure entre ce modèle et le modèle précédent est due au fait que la concentration au niveau de la membrane est considérée variable. D'autre part, ils ont expliqué la diminution de flux de perméat par l'augmentation de la pression osmotique.

L'expression du flux est donnée par l'équation II.24 dans le paragraphe II.9.2.3.

Où $\Delta\pi$ est la différence de pression osmotique entre le concentrât et le perméat.

La pression osmotique est donnée par la loi de Van'tOff, par l'équation II.25.

Si l'on considère la pression osmotique du perméat comme étant nulle :

$$\Delta\pi = \pi_m - \pi_p = \pi_m = \frac{RT}{M} C_m \quad (\text{IV. 13})$$

Les conditions aux limites de l'opération d'ultrafiltration sont les suivantes :

a) A t = 0 s :

- Le flux (J) est égal au flux initial (J_0).
- La concentration au niveau de la membrane (C_m) est égale à la concentration initiale de l'émulsion (C_0).

b) A t >> 0 et le flux de perméat est nul :

- La concentration au niveau de la membrane (C_m) est égale la concentration de gel (C_g).

A partir de l'équation (II.24) et les conditions aux limites supposées par ce modèle, on peut déduire l'équation de calcul de la concentration de l'émulsion au niveau de la membrane.

Les équations (IV.20) et (IV.13) conduisent à l'équation suivante :

$$C_m = \frac{\Delta PM}{RT} - \frac{\mu R_m M}{RT} \times J \quad (\text{IV. 14})$$

L'application des conditions aux limites à l'équation (IV.14) conduit deux équation avec deux inconnues $\frac{\Delta PM}{RT}$ et $\frac{\mu R_m M}{RT}$,

$$\begin{cases} C_0 = \frac{\Delta PM}{RT} - \frac{\mu R_m M}{RT} J_0 \\ C_g = \frac{\Delta PM}{RT} \end{cases} \quad (\text{IV. 15})$$

Pour ce système on peut démontrer aisément que la concentration de gel est égale à $\frac{\Delta PM}{RT}$ et la valeur de $\frac{(C_g - C_0)}{J_0}$ égale à $\frac{\mu R_m M}{RT}$

Ceci conduit à l'expression suivante de C_m :

$$C_m = C_g - \frac{(C_g - C_0)}{J_0} \times J \quad (\text{IV. 16})$$

L'équation (IV.16) donne l'expression de la concentration de l'émulsion au niveau de la membrane en fonction du flux de perméat. Les différents auteurs qui ont utilisés le modèle osmotique ont simulé les variations du flux en fonction du temps à l'aide d'une équation exponentielle [75] identique à l'équation IV.4.

IV.5.2.1 Variation de la concentration au niveau de la surface de la membrane

L'algorithme de calcul utilisé pour le premier modèle a été modifié. On utilise directement les corrélations du paragraphe IV.2.4 pour calculer la valeur de flux, ceci avec les nouvelles conditions aux limites pour le calcul de C_m ainsi que la concentration à l'intérieur de la couche de polarisation.

La figure IV.23 représente l'évolution de la concentration au niveau de la surface de la membrane en fonction de temps.

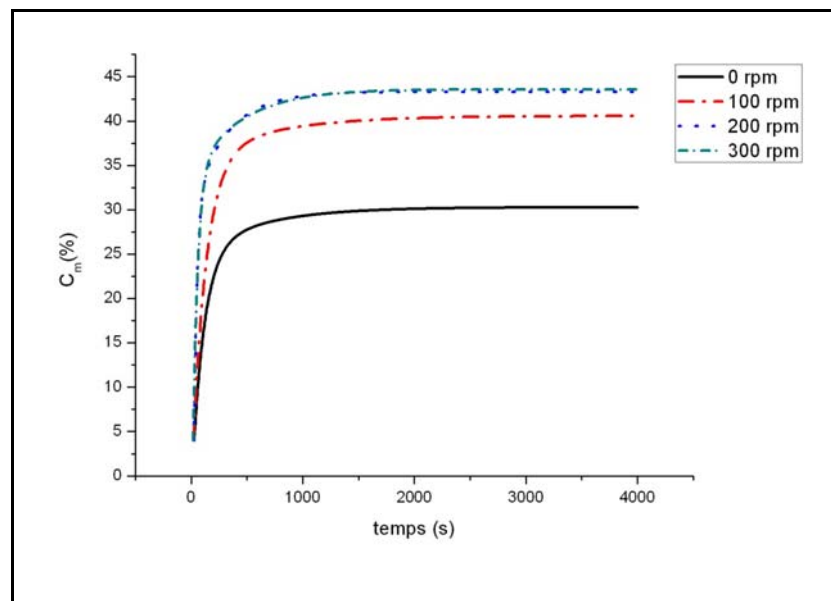


Figure IV.23: Variation de la concentration au niveau de la surface de la membrane en fonction du temps et de l'agitation à $C_0=4\%$, et $\Delta P=2$ bars.

On remarque une augmentation rapide de la concentration au niveau de la surface de la membrane aux premiers instants de l'ultrafiltration puis se stabilise à une concentration appelée C_{mf} ceci du fait de l'augmentation de la pression osmotique entre les deux côtés de la membrane. Cette concentration (C_{mf}) augmente rapidement pour faibles vitesses d'agitation puis se stabilise pour les vitesses d'agitation élevées.

Si la concentration limite à la surface de la membrane (C_{mf}) est inférieure à la concentration de gel C_g : c'est la pression osmotique qui contrôle la variation du flux de perméat. Si C_{mf} est supérieure à C_g , il y a une forte possibilité de formation d'une couche de gel, dans ce cas c'est la couche de gel qui contrôle la variation de flux.

D'après les courbes représentées sur la figure IV.23, la concentration limite à la surface de la membrane (C_{mf}) est inférieure à la concentration de gel ; par conséquent le flux de perméat est contrôlé par la pression osmotique.

IV.5.2.2 Profil de la concentration dans la couche de polarisation

Les figures IV.24 et IV.25 représentent l'évolution de la concentration dans la couche de polarisation dans une cellule sans agitation et avec agitation.

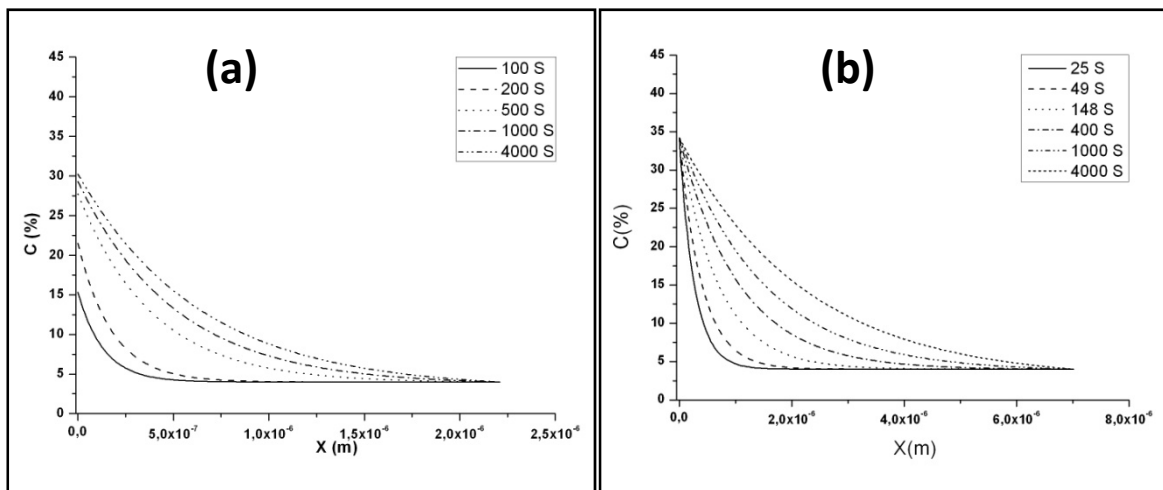


Figure IV.24: Profil de la concentration en fonction de la distance et du temps à $C_0=4\%$, $W=0$ rpm et $\Delta P=2$ bar (a : deuxième modèle, b : premier modèle).

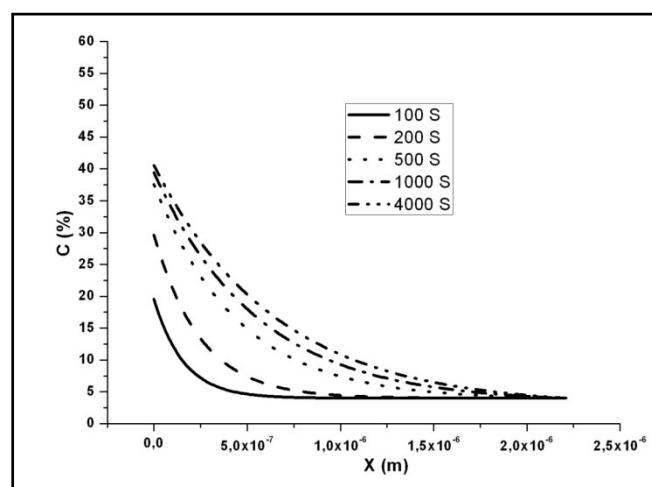


Figure IV.25: profil de la concentration en fonction de la distance et du temps à $C_0=4\%$, $W=100$ rpm et $\Delta P=2$ bar.

On remarque que la concentration finale au niveau de la surface de la membrane atteint une valeur élevée pour une grande vitesse d'agitation. Le profil de la concentration se développe très rapidement dans les premiers temps de l'opération

La figure IV.26 représente l'évolution de la concentration dans la couche de polarisation à $C_0=4\%$, $W=100$ rpm et $\Delta P=2$ bars. La représentation spatiale de l'évolution de la concentration dans la couche de polarisation est donnée sur la figure IV.27.

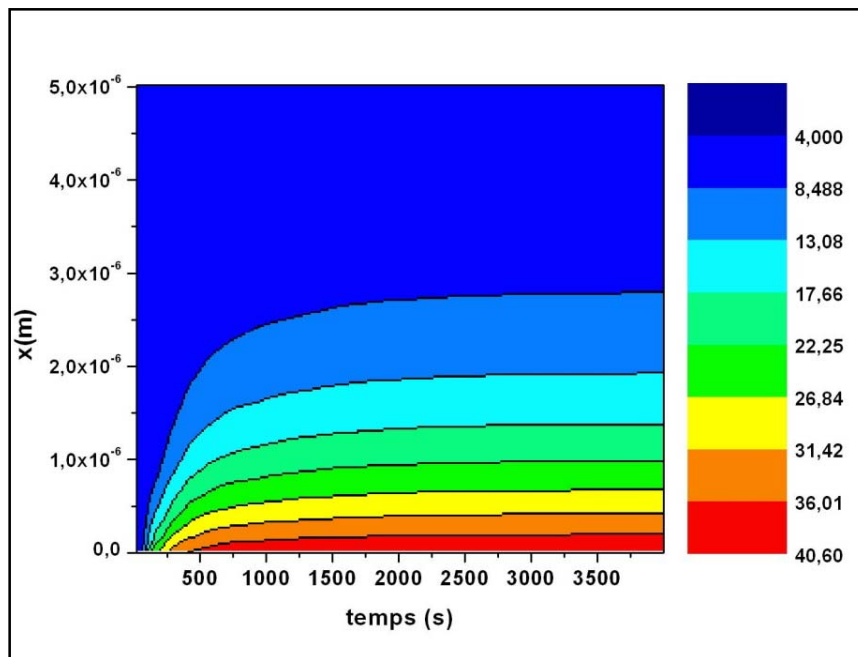


Figure IV.26: L'évolution de concentration dans la couche de polarisation à $C_0=4\%$, $W=100$ rpm et $\Delta P=2$ bars.

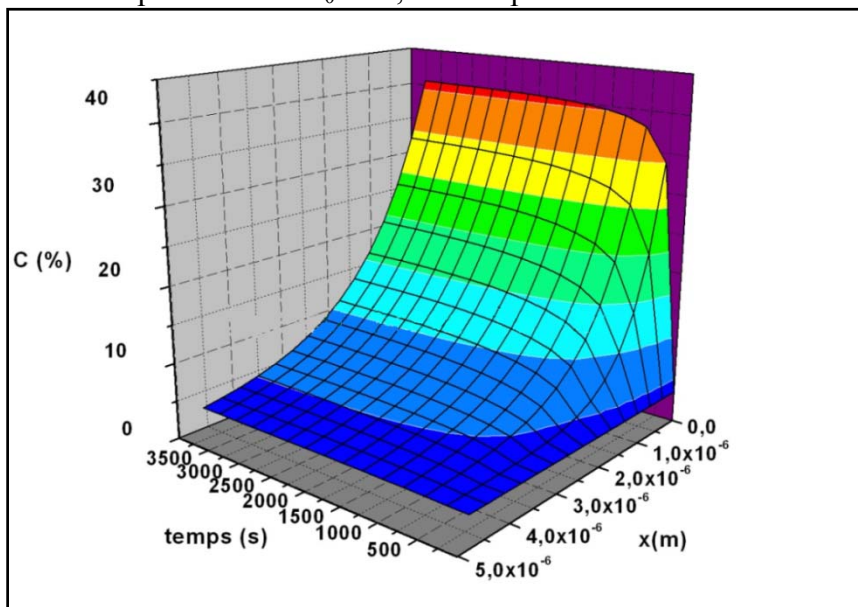


Figure IV.27: Représentation spatiale de l'évolution de concentration dans la couche de polarisation à $C_0=4\%$, $W=100$ rpm et $\Delta P=2$ bars.

La principale différence entre ce modèle et le précédent réside dans l'augmentation rapide de la concentration au niveau de la membrane. Ceci est dû au fait que le premier modèle néglige l'évolution de la concentration C_m au début de l'ultrafiltration, elle est supposée être égale à la concentration de gel durant toute l'opération.

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Cette étude a eu pour objectif la modélisation de l'ultrafiltration de macro-émulsion dans une cellule en batch agitée et étudier l'influence de l'agitation ainsi que d'autres paramètres comme la concentration initiale de la solution et la pression de travail.

Nous avons mis au point la méthode des volumes finis fondée sur des maillages fixes pour la discrétisation spatiale et temporelle des équations aux dérivées partielles paraboliques. Ce qui nous permet de contrôler la précision de calculs.

Cette méthode nous a aussi permis de résoudre de manière stable, rapide et facile nos équations avec des conditions aux limites différentes.

Afin de modéliser le phénomène de polarisation de concentration pendant l'opération d'ultrafiltration des huiles de coupe, nous avons effectué des expériences qui nous ont permis de déduire que la pression a une influence au début d'opération, cette influence devient négligeable quand la couche de polarisation s'établit.

La concentration initiale a une grande influence sur l'opération, l'augmentation celle-ci implique la diminution du flux diffusif, ce qui conduit à une augmentation de la résistance de la couche de polarisation.

Le flux limite est principalement fonction de la concentration initiale de la solution et bien sûr de la vitesse de l'agitation.

Nous avons étudié deux modèles, le premier modèle basé sur des conditions aux limites où on suppose la concentration de la solution au niveau de la surface de la membrane reste constante durant toute l'opération d'ultrafiltration par contre pour le deuxième modèle, on considère cette concentration variable.

Les modèles proposés vérifient les résultats expérimentaux obtenus et permettent de prévoir un flux d'ultrafiltration indépendant de la pression de travail ; ce que confirme l'expérience.

Nous avons également constaté que l'épaisseur de la couche de polarisation est proportionnelle à la vitesse de l'agitation, la couche de polarisation diminue avec l'augmentation de la vitesse de l'agitation, l'épaisseur de la couche de polarisation reste toujours inférieure à l'épaisseur de la couche limite hydrodynamique.

Références bibliographiques

Bibliographie :

- [1]. **G.P.Brun.** *Procédés de séparation par membranes. Transfert, techniques membranaires. Applications.* France : Masson, 1989.
- [2]. **LARPENT, Chantal.** *Tensioactifs.* France : Techniques de l'Ingénieur. K 342.
- [3]. **M.BELKACEM.** *Nouvelle methodology dans le traitement des huiles de coupe par ultrafiltration.* Toulouse , 1995.
- [4]. **Xianguo Hu, Erika Bekassy-Molnar, Andraskoris.** *Study of modelling transmembrane pressure and gel resistance in ultrafiltration of oily emulsion Desalination 163.* mars 2004. pp. 355-360.
- [5]. **BROCHETTE, Pascal.** *Émulsification Élaboration et étude des émulsions.* s.l. : Techniques de l'Ingénieur, 2008. J 2150.
- [6]. **M.KHODJA.** *Les fluides de forage : etude des performances.* France : -, 2008.
- [7]. **Griffin W.C.** in *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, 3rd ed., M.Grayson, ed. J. Wiley and Sons, New York, vol. 8, 1979, pp. 900-930
- [8]. **Tadros T.F.** *Considérations sur les aspects actuels des émulsions et dispersions, Informations Chim.*, Avril 1988, pp. 159-165
- [9]. **Friberg S.E. et Jones S.** *Emulsions, dans Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, 4e éd., J. Wiley and Sons, New York, 1994, pp. 393-412
- [10]. **Brochette, P.** *Emulsification, Elaboration et étude des émulsions. Techniques de l'ingénieur, traité Génie des procédés*, J 2, 1999
- [11]. **Walstra, P. J.** *Colloid Interf. Sci.* 27 (3), 1968, pp. 493–500
- [12]. **Walstra, P.** *Principles of emulsion formation, Chem. Eng. Sci.*, 48, 1993, pp333-349
- [13]. **Mason, T.G. et Bibette J.** *Shear rupturing of droplets in complex fluids*, *angmuir* 13 4600-4613 ,1997.
- [14]. **BROQUERIE, Benoît.** *Fluides de coupe, Huiles solubles:* Techniques de l'Ingénieur, 2008. BM 7 065.
- [15]. *Norme française NF ISO 6743/7 "Lubrifiants, huiles industrielles et produits connexes (Classe L)". Classification.* Paris 7 , 1987.
- [16]. **C. H. YANG.** *Développement de nouvelles formulations de fluides de coupe peu polluantes. Mise au point de techniques de traitement adaptées.* Toulouse : Thèse de Doctorat, 1993.
- [17]. **Marshall et coll.** *Traitement du colmatage des membranes.* France : Revue, 1993.
- [18]. **F. FALLETTI.** *Etude de la régénération par microfiltration tangentielle sur membrane minérale des fluides de coupe aqueux et des solutions aqueuses de dégraissage.* Montpellier : Thèse de Doctorat, Univ. Montpellier II, 1990.

- [19]. **W. D. ALEXANDER et P. L. MAUL.***Evaluation of a treatment system for spent machine coolants and oily wastewater:* Proc. Ind. Waste Conf., vol. 36, 1981. pp. 41 - 47.
- [20]. **T. SUZUKI, H. TSUTSUMI et A. ISHIDA.***Secondary droplet emulsion : mechanism and effect of liquid cristal formation in o/w emulsion:* J. Dispersion and Science Technology, vol. 5, n°2, 1984. pp. 119 - 141.
- [21]. **CETIM.***Guide d'emploi des fluides de coupe.* Paris : Editions du CETIM, 1979. Vol. 1.
- [22]. **M. D. DICK.***astewater treatment alternatives for used metalworking fluids:* Ontario Industrial Waste Conference, 1983. pp. 347 - 367.
- [23]. **P. SHERMAN.***Emulsion science.* London : Academic Press, 1969.
- [24]. **Yolaine BESSIERE.***Filtration frontale sur membrane : mise en evidence.* Toulouse : doctorat de l'universite paul sabatier, 2005.
- [25]. **Pierre-Jean REMIZE.***Etude des rétrolavages assistés par l'air et contrôle du colmatage résiduel. Application à la production d'eau potable en filtration frontale.* Toulouse : INSA de Toulouse, 2006.
- [26]. **AUDINOS (R.) et ISOARD (P.).** Coordonateurs. –Glossaire des termes techniques des procédés à membranes. SFF, IDEXPO Cachan (1986).
- [27]. **ADRIAN PAUL TAMAS.***Etude comparée du colmatage en nanofiltration et en ultrafiltration.* Québec : université laval, 2004.
- [28]. **Benjamin Espinasse.***Approche theorique et experimentale de la filtration.* Toulouse : these de doctorat de l'universite paul sabatier, toulouse III, 2003.
- [29]. **Chatkaew TANSAKUL.***Procédés hybrides à membranes pour le prétraitement d'eau de mer avant dessalement par osmose inverse.* Toulouse : INSA Toulouse, 2009.
- [30]. **Jean-Marc BERLAND et Catherine JUERY.***Les procédés membranaires pour le traitement de l'eau.* FRANCE : Office International de l'Eau, 2002.
- [31]. **MAUREL A** (1993), *Techniques séparatives à membranes : osmose inverse, nanofiltration, ultrafiltration, microfiltration tangentielle – Considérations théoriques*, in *Techniques de l'Ingénieur*, p.p. 1-24.
- [32]. **P. SHERMAN.***Emulsion science.* London : Academic Press, 1969.
- [33]. **MICHAL CLIFTON.***Polarisation de concentration dans divers procedes de separation a membrane.* Toulouse : ups toulouse, 1982.
- [34]. **ADRIAN PAUL TAMAS.***Etude comparée du colmatage en nanofiltration et en ultrafiltration d'eau de surface.* Québec : faculté des sciences et de génie université laval québec, 2004.
- [35]. **Julie Mendret.***Mise au point de méthodes de caractérisation du colmatage de membranes: application à la caractérisation in situ d'un dépôt particulaire en ultrafiltration frontale en lien avec les performances du procédé.* Toulouse : UPS toulouse, 2007.
- [36]. **Yolaine BESSIERE.***Filtration frontale sur membrane : mise en evidence.* Toulouse : l'universite paul sabatier, toulouse III, 2005.

- [37]. **Pontié M. et coll.**, *Les techniques séparatives à membranes – Théorie, applications et perspectives*, Paris : Union Internationale pour les applications de l'électricité, 2001, 212 p.
- [38]. **Anselme C., Jacobs E.P.**, *Ultrafiltration*, In: Water Treatment Membrane Process, Chapitre 10, McGraw-Hill, 1996, 88 p.
- [39]. **ADRIAN PAUL TAMAS**. *Etude comparée du colmatage en nanofiltration et en ultrafiltration*. Québec : faculté des sciences et de génie, 2004.
- [40]. **Jaffrin M.Y., Ding L.H.**, Couvreur Ch., Khari P., *Effect of ethanol on ultrafiltration of bovine albumin solutions with organic membranes*, In: Journal of Membrane Science no.124/1997, p. 233-241.
- [41]. **Weisner M. R. et Laine J. M.**, Coagulation and membrane separation, In Water Treatment Membrane Process, eds J. Mallevalle, P.E. Odenaal et M. R. Weisner, pp 16.1-16.12, McGraw-Hills, USA
- [42]. **Schippers J. C. et Verdouw J.**, The modified fouling index, a method of determining the fouling characteristics of water, *Desalination* 32 (1980) 137-148
- [43]. **Boerlage S. F.E., Kennedy M. D., Bonne P. A.C., Galjaard G. et Schippers J. C.**, Prediction of flux decline in membrane systems due to particulate fouling, *Desalination* 113 (1997) 231-233
- [44]. **Belfort G.** Fluid mechanics in membrane filtration: recent developments. *Journal of Membrane Science* 40(2), 1989, 123-147.
- [45]. **Laborie S., Cabassud C., Durand-Bourlier L., Laine J. M.**, Fouling control by air sparging inside hollow fibre membranes-effects on energy consumption, *Desalination* 118, 189-196, 1998.
- [46]. **Samuel POLLET**. *Caractérisation du colmatage et de l'hydrodynamique Dans les bioréacteurs à membranes : Influence de la configuration du module et de l'aération. Thèse de doctorat, Toulouse, 2009.*
- [47]. **Wetterau G. E., Clark M. M., Anselme C.**, A dynamic model for predicting fouling effects during the ultrafiltration of a groundwater, *journal of membrane science* 109, 185-204, 1996.
- [48]. **Peter G. Oduor , F.X. Casey , A. Podoll**. *Modeling of concentration polarization layer evolution and breakthrough concentrations in dead-end hyperfiltration*, *Journal of Membrane Science, USA, 2006.*
- [49]. **Syedkhateebzaidi**. *Studies on steady state and posy-steady state ultrafiltration of different solutes, thèse de l'université d'ottawa, canada, 2002.*
- [50]. **CHERYAN, M.** *Ultrafiltration and microfiltration handbook* ; Technomic Publishing Co. Inc., Lancaster, PA, USA, 1998.
- [51]. **J. P. F. Debruijn, f. N. Salazar and r. Borquez**. *Membrane blocking in ultrafiltration A new approach to fouling, Food and bioproducts processing, Chile, 2005.*
- [52]. **J.M. COULSON, J.F. RICHARDSON, J.R. BACKHURST et J.H. HARKER**. *Chemical Engineering*. 3rd edition. - : Press, Pergamon, 1977. Vol. 2.

- [53]. **Lee soo-bok, Aurelle yves, Roques henri.** *Modelisation de l'ultrafiltration des emulsions d'huile de coupe dans une cellule non agitée en batch.* toulouse, 1984.
- [54]. **Michaels, A.S.** New Separation Technique for the CPI. *Chem. Eng. Proc.* 64, 31-42 1968.
- [55]. **M. C. PORTER,** "Concentration polarisation with membrane ultrafiltration". *Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Develop.*, vol. 11, n°3, 1972, 234 - 248.
- [56]. **Strathmann H** *chem. Ing. Techn.* 825-32, 1973
- [57]. **R. L. GOLDSMITH.** *Macromolecular ultrafiltration with microporous membrane:* *Ind. Eng. Chem. Fundam.*, 1971. pp. 113 - 120. Vol. 10, n°1.
- [58]. **T. R. TRETTIN et M. R. DOSHI.** *Pressure-independent ultrafiltration - is it gel limited or osmotic pressure limited.* Washington D. C. : Synthetic membranes, Turbak A. F., American Chemical Society Press, 1981. 373 - 409.
- [59]. **S.K. Karode , T. Courtois, M. Mietton-Peuchot , B.B. Gupta.** *Protein ultrafiltration: an explanation for negative rejection, Journal of Membrane Science, France, 2000.*
- [60]. **C.foetisch,** *valorization des proteines du lactoserum par osmose inverse et ultrafiltration, lausanne ,1983.*
- [61]. **R.w.baker.** *membrane technology and applications, California, 2004.*
- [62]. **S SSablani, M F A Goosena, R Al-Belushi, M Wilf.** *Concentration polarization in ultrafiltration and reverse osmosis: a critical review, Desalination, Oman, 2001.*
- [63]. **Sumana Chatterjee , Arunava Nanda, Ranjana Chowdhury , Pinaki Bhattacharya.** *Mathematical modeling and simulation of solubility and ultrafiltration behavior of hemoglobin in a semi-batch module in the salting-in and -out regions , Biochemical Engineering Journal, India, 2003.*
- [64]. **M. Belkacem, M. Bahlouli, A. Mraoui, K. Bensadok.** *Treatment of oil-water emulsion by ultrafiltration: A numerical approach, Desalination, Algeria, 2007.*
- [65]. **Z. Kovács, M. Discacciati , W. Samhaber.** *Modeling of batch and semi-batch membrane filtration processes, Journal of Membrane Science, Switzerland, 2009.*
- [66]. **S. Bhattacharjee, Ashutosh Sharma, P.K. Bhattacharya.** *A unified model for flux prediction during batch cell ultrafiltration, Journal of Membrane Science, India, 1996.*
- [67]. **Su-Hsia Lin, Chia-Lin Hung, Ruey-Shin Juang .** *Applicability of the exponential time dependence of flux decline during dead-end ultrafiltration of binary protein solutions, Chemical Engineering Journal, Taiwan, 2008.*
- [68]. **S. Nicolas, B. Balannec, F. Beline, B. Bariou.** *Ultrafiltration and reverse osmosis of small non-charged molecules: a comparison study of rejection in a stirred and an unstirred batch cell, Journal of Membrane Science, France, 2000.*
- [69]. **J. Fernández-Sempere, F. Ruiz-Beviá, P. García-Algado, R. Salcedo-Díaz.** *Visualization and modelling of the polarization layer and a reversible adsorption process in PEG-10000 dead-end ultrafiltration, Journal of Membrane Science, Spain, 2009.*

- [70]. **P. Raia, G.C. Majumdera, S. DasGuptab, S. De.** *Modeling of permeate flux of synthetic fruit juice and mosambi juice (Citrus sinensis (L.) Osbeck) in stirred continuous ultrafiltration, LWT , India, 2007.*
- [71]. **DebasishSarkara, ChiranjibBhattacharjee.** *Modeling and analytical simulation of rotating disk ultrafiltration module, Journal of Membrane Science, India, 2008.*
- [72]. **Chiranjib Bhattacharjee.** *Analysis of mass transfer during ultrafiltration of PEG-6000 in a continuous stirred cell: effect of back transport . India : Journal of Membrane Science, 1996.*
- [73]. **S. Bhattacharjee and P.K. Bhattacharya.** *Flux decline behaviour with low molecular weight solutes during ultrafiltration in an unstirred batch cell, Journal of Membrane Science, India, 1992.*
- [74]. **Mark Pritchard, John A. Howell, Robert W. Field.** *The ultrafiltration of viscous fluids, Journal of Membrane Science, United Kingdom, 1995.*
- [75]. **S.Bhattacharjee, Ashutosh Sharma, P.K. Bhattacharya.** *Journal of Membrane Science, Department of Chemical Engineering, Indian Institute of Technology, Kanpur, india, 1995.*
- [76]. **Hermann schlichting, Klaus Gersten.** *Boundary layer theory. New York : McGRAW-HILL BOOK COMPANY, 1979.*
- [77]. **N.O. Becht, D.J. Malik , E.S. Tarleton.** *Evaluation and comparison of protein ultrafiltration test results: Dead-end stirred cell compared with a cross-flow system. UK : Separation and Purification Technology, 2008.*
- [78]. **DebasishSarkar, Apratim Bhattacharya, ChiranjibBhattacharjee.** *Modeling the performance of a standard single stirred ultrafiltration cell using variable velocity back transport flux, Desalination, India, 2010.*
- [79]. **A.S. Jonsson, B.Jonsson, H.Byhlin.** *A concentration polarization model for the ultrafiltration of nonionic surfactants, Journal of Colloid and Interface Science, Sweden, 2006.*
- [80]. **P. Rai, C. Raia, G.C. Majumdar, S. DasGupta, S. De.** *Resistance in series model for ultrafiltration of mosambi (Citrus sinensis (L.) Osbeck) juice in a stirred continuous mode, Journal of Membrane Science, India, 2006.*
- [81]. **S. De, P.K. Bhattacharya.** *Modeling of ultrafiltration process for a two-component aqueous solution of low and high (gel-forming) molecular weight solutes, Journal of Membrane Science, India, 1997.*
- [82]. **Michael w. Chudacek and anthony g. Fane.** *The dynamics of polarisation in unstirred and stirred Ultrafiltration, Journal of membrane science, Australia, 1984.*

Annexe 1

DISCRETISATION PAR LA METHODE DES VOLUMES FINIS (MVF)

Le principe des méthodes numériques consiste à traduire l'équation de conservation en équations algébriques.

L'information continue contenue dans la solution exacte de l'équation différentielle est remplacée par des valeurs discrètes en un certain nombre de points appelés nœuds du maillage.

On dit alors qu'on a discrétisé la distribution de la variable dépendant ϕ , c'est pourquoi les méthodes numériques sont appelées méthode de discrétisation.

La méthode a été décrite pour la première fois en 1971 par Patankar et Spalding et publiée en 1980 par Patankar (Numerical Heat Transfer and Fluid Flow).

Principe : La méthode des volumes finis est une technique de discrétisation qui convertit les équations de conservation aux dérivées partielles en équations algébriques qui peuvent être résolues numériquement. La technique des volumes de contrôle consiste dans l'intégration des équations aux dérivées partielles sur chaque volume de contrôle pour obtenir les équations discrétisées qui conservent toutes les grandeurs physiques sur un volume de contrôle (VC).

Le principe de discrétisation peut être illustré en considérant l'équation de transport pour une grandeur scalaire Φ , valable pour toutes les équations d'écoulement, en régime stationnaire :

$$\int_A (\rho \phi \vec{v}) d\vec{A} = \int_A (\Gamma_\phi \text{grad} \Phi) d\vec{A} + \int_{VC} S_\phi dV \quad (1)$$

Où

ρ : la densité du fluide

\vec{v} : La vectrice vitesse ($\vec{v} = v_x \vec{i} + v_y \vec{j}$)

\vec{A} : le vecteur d'aire de la surface

Γ_ϕ : le coefficient de diffusion de la grandeur ϕ

$\text{grad} \phi$: le gradient de ϕ ($\text{grad} \phi = \vec{\nabla} \phi = \frac{\partial \phi}{\partial x} \vec{i} + \frac{\partial \phi}{\partial y} \vec{j}$ en 2D)

S_ϕ - le terme source (la source de Φ par unité de volume).

L'équation (1) est appliquée sur chaque volume de contrôle du domaine de calcul (domaine d'étude ou d'analyse). La discrétisation de cette équation donne :

$$\sum_f^{N_{\text{faces}}} \rho_f v_f \Phi_f A_f = \sum_f^{N_{\text{faces}}} \Gamma_\phi (\nabla \Phi)_n A_f + S_\phi V \quad (2)$$

Où : N_{faces} le nombre de faces (interfaces) du volume de contrôle.

Φ_f : la valeur de Φ transférée par convection à travers l'interface f .

v_f : le flux de masse à travers l'interface f .

A_f : l'aire de l'interface f ($|\vec{A}| = |A_x \vec{i} + A_y \vec{j}|$ en 2D)

$(\vec{\nabla} \phi)_n$: la valeur de $\vec{\nabla} \phi$ normal (perpendiculaire) à l'interface f

V : le volume du volume de contrôle.

Les différentes étapes de la mise en œuvre sont :

Le domaine de calcul est discrétisé en un nombre fini de points (les nœuds du maillage), autour desquels on définit des volumes élémentaires (appelés volumes de contrôle) contigus, non juxtaposés et sans discontinuités aux interfaces.

Les équations modèles, sous forme conservative, sont intégrées sur chaque volume de contrôle (VC).

Les intégrales sur un volume de contrôle en un nœud donné sont évaluées en approchant la variation de Φ par des profils ou des lois d'interpolation entre les nœuds voisins du point considéré ;

Écriture des équations algébriques en fonction des valeurs de Φ aux nœuds du maillage. Résolution du système algébrique linéaire obtenu.

Avantages

Préservation du caractère conservatif des équations sur chaque volume de contrôle (continuité des flux aux interfaces), valable pour n'importe quelle finesse du maillage.

Mise en œuvre relativement facile.

Applicable aux géométries complexes.

Temps de calcul et stockage mémoire raisonnable (matrice de type bande).

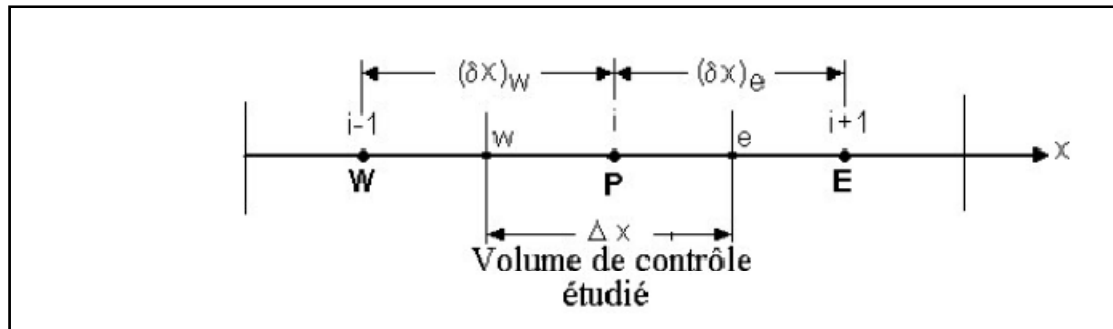


Figure 1: Maillage unidimensionnel

Où

P : Nœud considéré

W : Nœud 'West'

E : Nœud 'East'

W : interface 'West' du volume de contrôle (VC)

e : interface 'East' du VC

Δx : largeur du VC étudié

METHODE DES VOLUMES FINIS APPLIQUEE AUX PROBLEMES DE CONVECTION-DIFFUSION

L'équation de conservation sous sa forme générale est donnée par :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho\phi) + \frac{\partial}{\partial x_i}(\rho u_i \phi) = \frac{\partial}{\partial x_i} \left(\Gamma \frac{\partial \phi}{\partial x_i} \right) + s \quad (3)$$

L'équation (3) peut aussi s'écrire sous la forme :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho\phi) + \frac{\partial}{\partial x_i} \left(\rho u_i \phi - \Gamma \frac{\partial \phi}{\partial x_i} \right) = s \quad (4)$$

Si on pose :

$$J_i = \left(\rho u_i \phi - \Gamma \frac{\partial \phi}{\partial x_i} \right) \quad (5)$$

On obtient finalement :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho\phi) + \frac{\partial J_i}{\partial x_i} = s \quad (6)$$

Convection-diffusion 1D stationnaire

Equation gouvernante :

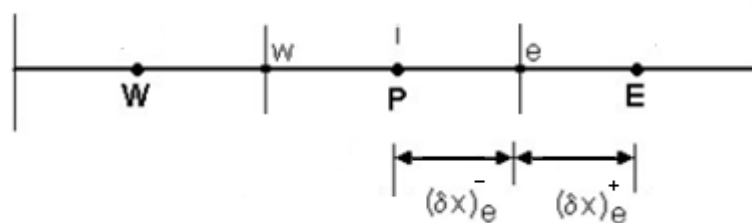
$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho\phi) = 0 \text{ Car le régime est stationnaire}$$

$i = 1$ car l'étude se fait sur un seule dimension

Donc l'équation (6) s'écrit

$$\frac{\partial J_i}{\partial x_i} = s \quad (7)$$

Considérons le volume de contrôle suivant :



La résolution analytique de l'équation (7) pour la région entre P et E conduit à une solution exponentielle donnée par :

$$J_e = F_e \left(\phi_P + \frac{\phi_P - \phi_E}{\exp(P_e) - 1} \right) \quad (8)$$

Avec :

$$P_e = \frac{F_e}{D_e}$$

$$F_e = (\rho u)_e A_e$$

$$D_e = A_e \left[\frac{\delta x_{e^-}}{\Gamma_P} + \frac{\delta x_{e^+}}{\Gamma_E} \right]^{-1}$$

A_e : Représente l'aire normal à J_e .

La discrétisation de l'équation (7) pour le volume de contrôle précédent, donne :

$$J_w A_w - J_e A_e + \bar{s} \Delta V = 0 \quad (9)$$

ΔV : Volume correspondant au volume de contrôle

La solution exponentielle (8) conduit à travers son utilisation dans l'équation (9) à des temps de calcul lents, c'est pourquoi des approximations pour le flux J ont été proposées.

L'approximation de l'équation (8) conduit à :

$$J_e = F_e \phi_P + \{D_e A(|P_e|) + \max(-F_e, 0)\}(\phi_P - \phi_E) \quad (10)$$

Le symbole max (a, b) représente le maximum entre les valeurs a et b.

Pour J_w on obtient :

$$J_w = F_w \phi_P + \{D_w A(|P_w|) + \max(F_w, 0)\}(\phi_w - \phi_P) \quad (11)$$

En portant les équations (11) et (12) dans (10), on aura :

$$[F_w \phi_P + \{D_w A(|P_w|) + \max(F_w, 0)\}(\phi_w - \phi_P)]A_w - [F_e \phi_P + \{D_e A(|P_e|) + \max(-F_e, 0)\}(\phi_P - \phi_E)]A_e + (s_c + s_P \phi_P)\Delta V = 0 \quad (12)$$

Ou encore :

$$F_w \phi_P + \{D_w A(|P_w|) + \max(F_w, 0)\}(\phi_w - \phi_P) - F_e \phi_P + \{D_e A(|P_e|) + \max(-F_e, 0)\}(\phi_P - \phi_E) + (s_c + s_P \phi_P)\Delta V = 0 \quad (13)$$

L'équation de continuité est donnée par :

$$\frac{d}{dx}(\rho u) = 0 \quad (14)$$

Discrétisée, elle devient

$$(\rho u)_e - (\rho u)_w = 0 \quad (15)$$

Pour les coordonnées cartésiennes : $a_w = a_e$, l'équation (15) s'écrit alors :

$$F_e - F_w = 0 \quad (16)$$

On multiplie (17) par ϕ_P et rajouter le tout à l'équation (14), on obtient après arrangement :

$$a_P \phi_P = a_E \phi_E + a_W \phi_W + b \quad (17)$$

$$\text{Avec} \begin{cases} a_E = D_e A(|P_e|) + \max(-F_e, 0) \\ a_W = D_w A(|P_w|) + \max(F_w, 0) \\ a_P = a_E + a_W - s_P \Delta x \\ b = s_c \Delta x \end{cases}$$

On présente dans le tableau suivant la fonction $A(|P|)$ pour les différents schémas.

Tableau 1: la fonction $A(|P|)$ pour les différents schémas.

Schémas	Formule de $A(P)$
Différence centrale	$1 - 0.5 P $
Upwind	1
Hybride	$\text{Max}(0, 1 - 0.5 P)$
Loi de puissance	$\text{Max}(0, (1 - 0.5 P)^5)$
Exponentiel (exacte)	$ P / [\exp(P) - 1]$

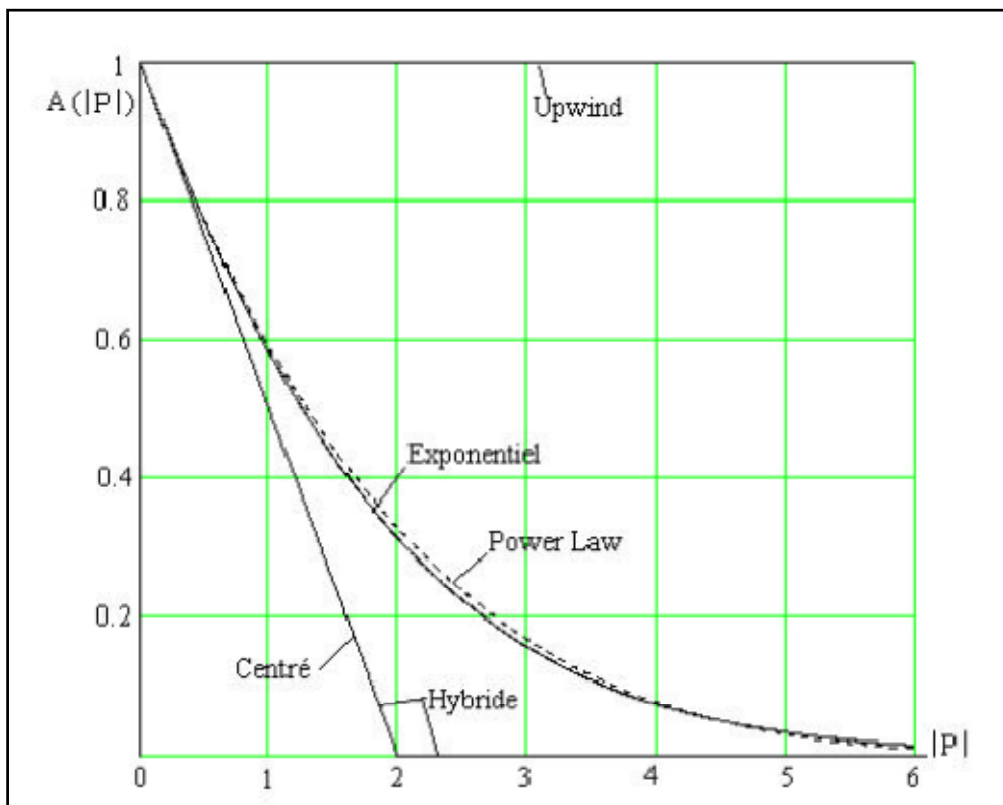


Figure 2: La fonction $A(|P|)$ pour différents schémas

EXEMPLE D'APPLICATION SUR LA METHODE DES VOLUMES FINIS

Considérons une conduction thermique unidimensionnelle stationnaire gouvernée par l'équation suivante :

$$\frac{d}{dx} \left(k \frac{dT}{dx} \right) + s = 0 \quad (18)$$

K : étant la conductivité thermique

T : la température

S : un générateur de chaleur par unité de volume

Pour trouver une expression algébrique à l'équation précédente, on utilise le maillage suivant :

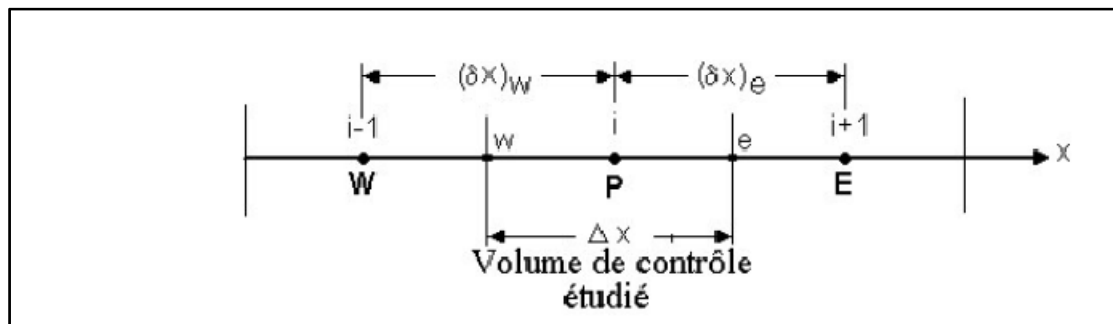


Figure 3: Maillage unidimensionnel.

Avec :

P : nœud central

W et E : nœud voisins à P

W et e : interface du volume de contrôle

Dans les problèmes thermiques unidimensionnels, on prend en général des épaisseurs unitaires suivant y et z, le volume de volume de contrôle est alors $\Delta x \times 1 \times 1$.

Intégrons l'équation de conduction précédente à travers le volume de contrôle :

$$\int_w^e \frac{d}{dx} \left(k \frac{dT}{dx} \right) dx + \int_w^e s dx = 0 \quad (19)$$

On obtient :

$$\left(k \frac{dT}{dx} \right)_e - \left(k \frac{dT}{dx} \right)_w + \int_w^e s dx = 0 \quad (20)$$

On doit considérée un profil ou une formule d'interpolation pour la variable température T afin d'évaluer les dérivées aux interfaces, si on considère le profil de la figure ci-dessous, les dérivées aux interfaces ne sont pas définies, il est alors inapproprié.

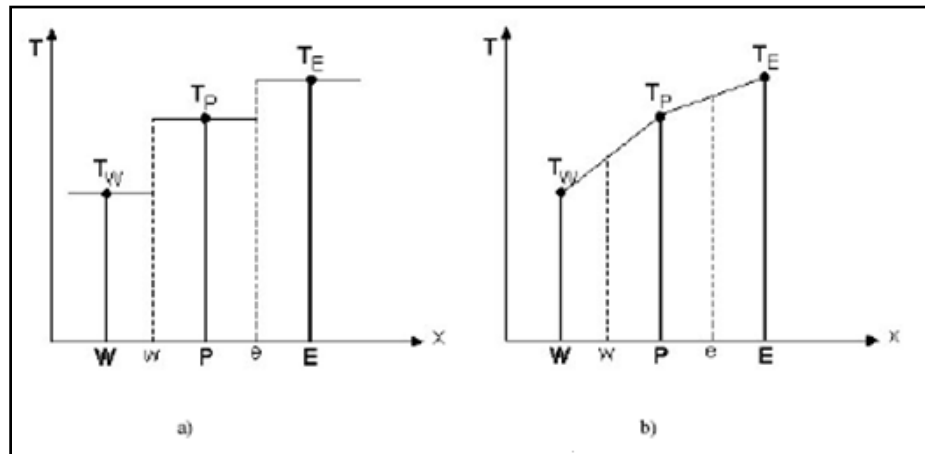


Figure 4: Choix du profil de température a) profil constant. b) profil linéaire.

Une interpolation linéaire entre deux points du maillage est mieux appropriée et les discontinuités sont levées (voire figure ci-dessus)

Ainsi si on utilise un profil linéaire pour évaluer les dérivées aux interfaces, l'équation discrétisée s'écrit :

$$\frac{k_e}{\delta x_e} (T_E - T_P) - \frac{k_w}{\delta x_w} (T_P - T_W) + \bar{s} \Delta x = 0 \quad (21)$$

Avec \bar{s} une valeur moyenne de s à travers le volume de contrôle

S peut dépendre ou non de la température, dans le premier cas on dit que s 'est non linéaire, il faut alors le linéariser

Après linéarisation \bar{s} s'écrit

$$\bar{s} = s_c + s_p T_P \quad (22)$$

Avec

s_c : représente la partie constante dans \bar{s}

s_p : est le coefficient de T_P

En arrangeant l'équation discrétisée avec l'équation discrétisée avec l'expression de \bar{s} , on obtient

$$a_P T_P = a_E T_E + a_W T_W + b \quad (23)$$

$$\text{Avec } \begin{cases} a_E = \frac{k_e}{\delta x_e} \\ a_W = \frac{k_w}{\delta x_w} \\ a_P = a_E + a_W - s_P \Delta x \\ b = s_c \Delta x \end{cases}$$

LES REGLES DE BASE

Règle 1 : consistence aux interfaces des volumes de contrôle quand une face est commune à deux volumes de contrôle adjacents, le flux de chaleur quittant un volume de contrôle à travers cette face doit être égal au flux de chaleur entrant le prochain volume de contrôle à travers la même face. Le flux de chaleur doit être alors représenté par la même expression dans les équations discrétisées pour ces deux volumes de contrôle.

Source d'inconsistance :

- Profil quadratique en T ($T=ax^2+bx+c$)
- Flux aux faces pour un volume de contrôle donné sont tous gouvernés par la conductivité thermique du nœud central k_P de ce fait le flux de chaleur à l'interface (e) est exprimé par $k_P(T_P - T_E)/\delta x_e$, quand le volume de contrôle autour du nœud (P) est considéré, alors que le flux est donné par $K_E(T_P - T_E)/\delta x_e$

Règle 2 : coefficients positifs

On avait trouvé que l'équation discrétisée s'écrit :

$$a_P T_P = a_E T_E + a_W T_W + b \quad (24)$$

Pour une situation 2D et 3D, elle s'écrit :

$$a_P T_P = \sum a_{nb} T_{nb} + b \quad (25)$$

Ou

nb : représente les nœud voisins à P.

a_{nb} et a_p : doivent être tous positifs, sinon ça aura comme conséquence une solution physique irréaliste.

Règle 3 : pente négative lors de la linéarisation du terme source

Quand le terme source est linéarisé sous la forme :

$$\bar{s} = s_c + s_p T_p \quad (26)$$

Le coefficient S_p doit être toujours inférieur ou égal à zéro. Un S_p positif peut engendrer des instabilités et une solution physique irréaliste.

Règle 4 : matrice à diagonale dominante

a_p doit être égal à la somme des coefficients des nœuds voisins $a_p = \sum a_{nb}$

D'une manière géniale $a_p \geq \sum a_{nb} \begin{cases} = \sum a_{nb} & \text{si } s_p = 0 \\ > \sum a_{nb} & \text{si } s_p < 0 \end{cases}$

Références bibliographiques

Suhas V. Patankar. *numerical heat transfer and fluid flow*. Minnesota : Taylor & Francis, 1980.

LOAN C. POPA. *Modélisation numérique du transfert thermique par la méthode des volumes finis*. Universitaria Craiova, 2002.

Annexe 2

Pour démarrer le processus de récurrence on constate que pour $i=1$ l'équation (27) est déjà sous la forme (30) et les valeurs de P_1 et Q_1 sont données par les formules suivantes :

$$P_1 = \frac{b_1}{a_1} \text{ et } Q_1 = \frac{d_1}{a_1} \quad (34)$$

Il est bien de préciser que les relations (34) sont obtenues si l'on remplace $C_1=0$ dans les relations (33).

À la fin du processus de récurrence on constate que $b_N=0$ et donc $P_N=0$ et de l'équation (30) on obtient :

$$T_N = Q_N \quad (35)$$

À ce point, on est dans la situation de démarrer le processus de substitution en arrière en utilisant la relation (30).

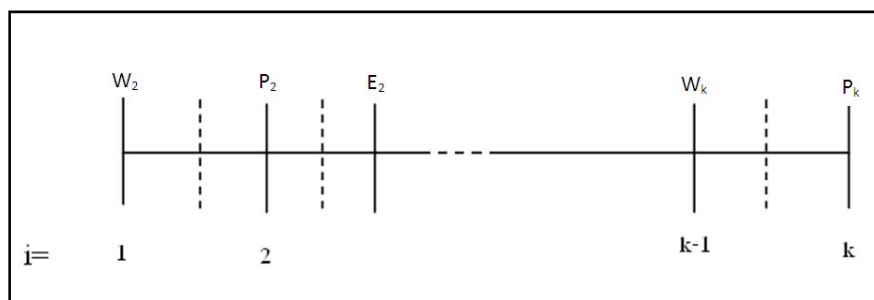
Résumé de l'algorithme

1. Calculer P_1 et Q_1 en utilisant les relations (34)
2. Calculer P_i et Q_i , pour $i=2, N$, avec les relations de récurrence (33)
3. Poser $T_N=Q_N$
4. Utiliser l'équation $T_i=P_i T_{i+1}+Q_i$ de $i=N-1$ à 1 pour obtenir $T_{N-1}, T_{N-2}, \dots, T_1$.

RESOLUTION DE SYSTEME PAR LA METHODE DE TDMA

Si on généralise l'équation suivante comme représenté dans la figure suivante

$$a_P C_P = a_E C_E + a_W C_W + a_P^0 C_P^0 \quad (36)$$



- Pour $i=2$ à $k-1$ on a le système suivant

$$\begin{cases} a_{P_2} C_2 = a_{E_2} C_3 + a_{W_2} C_1 + a_{P_2}^0 C_2^0 \\ a_{P_3} C_3 = a_{E_3} C_4 + a_{W_3} C_2 + a_{P_3}^0 C_3^0 \\ \vdots \\ a_{P_{k-1}} C_{k-1} = a_{E_{k-1}} C_k + a_{W_{k-1}} C_{k-2} + a_{P_{k-1}}^0 C_{k-1}^0 \end{cases} \quad (37)$$

Pour un maillage uniforme on trouve que

$$\begin{cases} a_{P2} = a_{P3} = \dots = a_{PK-1} = a_P \\ a_{E2} = a_{E3} = \dots = a_{EK-1} = a_E \\ a_{W2} = a_{W3} = \dots = a_{WK-1} = a_W \\ a_{P2}^0 = a_{P3}^0 = \dots = a_{PK-1}^0 = a_P^0 \end{cases} \quad (38)$$

Donc on peut écrire le système comme suit

$$\begin{cases} a_P \times C_2 = a_E \times C_3 + a_W \times C_1 + d_2 \\ a_P \times C_3 = a_E \times C_4 + a_W \times C_2 + d_3 \\ \vdots \\ a_P \times C_{K-1} = a_E \times C_K + a_W \times C_{K-2} + d_{K-1} \end{cases} \quad (39)$$

Avec

$$\begin{cases} d_2 = a_{P2}^0 C_2^0 \\ d_3 = a_{P3}^0 C_3^0 \\ \vdots \\ d_{K-1} = a_{PK-1}^0 C_{K-1}^0 \end{cases} \quad (40)$$

CONDITION AUX LIMITES

-Pour $i=1$ à K

$$C_1 = C_m \rightarrow a_P C_1 = a_P C_m$$

$$C_K = C_0 \rightarrow a_P C_K = a_P C_0$$

Donc

$$a_P C_1 = d_1 \text{ avec } d_1 = a_P C_m$$

$$a_P C_K = d_K \text{ avec } d_K = a_P C_0$$

On peut écrire le system sous forme matricielle comme suit

$$\begin{bmatrix} a_P & 0 & 0 & 0 & \cdot & \cdot & 0 \\ a_W & a_P & a_E & 0 & \cdot & \cdot & 0 \\ 0 & a_W & a_P & a_E & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & a_W & a_P & a_E \\ 0 & 0 & \cdot & \cdot & 0 & 0 & a_P \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} C_1 \\ C_2 \\ C_3 \\ \cdot \\ \cdot \\ C_{K-1} \\ C_K \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} d_1 \\ d_2 \\ d_3 \\ \cdot \\ \cdot \\ d_{K-1} \\ d_K \end{bmatrix}$$

On a donc une matrice tri-diagonale

RESOLUTION DE SYSTEME

- pour $i=1$

$$a_p \cdot C_1 = a_p \cdot C_m = d_1$$

Si on écrit l'équation sous la forme suivante

$$C_1 = p_1 \cdot C_2 + q_1$$

On trouve:

$$p_1 = 0$$

$$q_1 = a_p \cdot C_m / a_p = d_1 / a_p$$

- Pour $i=k$

$$a_p \cdot C_k = a_p \cdot C_0 = d_k$$

Si on écrit l'équation sous la forme suivante

$$C_k = d_k / a_p = C_0$$

- Pour $i=2$ à $K-1$

$$a_p \times C_2 = a_E \times C_3 + a_W \times C_1 + d_2 \quad (41)$$

$$a_p \times C_2 = a_E \times C_3 + a_W \times (p_1 C_2 + q_1) + d_2 \quad (42)$$

$$(a_p - a_W p_1) \times C_2 = a_E \times C_3 + a_W \times q_1 + d_2 \quad (43)$$

$$C_2 = \frac{a_E}{(a_p - a_W p_1)} \times C_3 + \frac{a_W \times q_1 + d_2}{(a_p - a_W p_1)} \quad (44)$$

Donc

$$p_2 = \frac{a_E}{(a_p - a_W p_1)} \quad (45)$$

$$q_2 = \frac{a_W \times q_1 + d_2}{(a_p - a_W p_1)} \quad (46)$$

On généralise

$$p_i = \frac{a_E}{(a_p - a_W p_{i-1})} \quad (47)$$

$$q_i = \frac{a_W \times q_{i-1} + d_i}{(a_p - a_W p_{i-1})} \quad (48)$$

Finalement pour calculer les valeurs de C_i on applique l'équation suivante

$$C_i = p_i C_{i+1} + q_i \quad (49)$$

Donc on trouve le système suivant

$$\left\{ \begin{array}{l} C_1 = p_1 C_2 + q_1 \\ C_2 = p_2 C_3 + q_2 \\ \cdot \\ \cdot \\ C_{K-1} = p_{K-1} C_K + q_{K-1} \\ C_K = \frac{d_K}{a_p} = C_0 \end{array} \right. \quad (50)$$

Référence bibliographiques

Rachidbennacer. *numerical methods for heat & fluid flow, paris, 2005.*

Annexe 3

AJUSTEMENT ANALYTIQUE

PRINCIPE DE L'AJUSTEMENT

On dispose d'un certain nombre de points (x_i, y_i) $1 \leq i \leq n$, formant un nuage statistique, et on cherche à traduire la dépendance entre x et y par une relation de la forme $y = f(x)$ ou $x = g(y)$ selon ce qui a un sens, ou selon ce qui nous intéresse.

S'il nous faut déterminer empiriquement f ou g , on privilégiera les modèles linéaires. Mais quelle méthode utiliser pour déterminer au mieux les paramètres du modèle ?

METHODE DES MOINDRES CARRES

Soit $y = f(x, a, b, c, \dots)$ l'équation de la courbe que l'on cherche à ajuster au nuage statistique. Nous voudrions que les erreurs entre la valeur observée y_i et la valeur ajustée $f(x_i)$ soit minimale. Appelons e_i la différence :

$$e_i = y_i - f(x_i) \quad (51)$$

e_i est le résidu de la $i^{\text{ème}}$ observation et sa valeur absolue représente la distance entre les points $M_i(x_i, y_i)$ et $P_i(x_i, f(x_i))$.

Les résidus étant positifs ou négatifs, leur somme peut être de faible valeur pour une courbe mal ajustée. On évite cette difficulté en considérant la somme des carrés des résidus (la somme de valeurs absolues n'étant pas pratique pour des développements mathématiques).

Cette somme $s(a, b, c, \dots) = \sum_{i=1}^n e_i^2$ dépend des paramètres a, b, c, \dots à ajuster. On choisira ces paramètres de manière qu'elle soit minimale. $\sum_{i=1}^n e_i^2$ est appelé variation résiduelle et nous donne une mesure de l'ampleur de l'éparpillement des observations y_i autour de la courbe d'ajustement.

CAS DU MODELE LINEAIRE D'ORDRE UN

Dans ce cas la courbe d'ajustement sera une droite d'équation $y = a + bx$. Il nous faut déterminer les deux paramètres a et b .

- La variation résiduelle s'écrit :

$$s(a, b) = \sum_{i=1}^n e_i^2 = \sum_{i=1}^n (y_i - a - bx_i)^2 \quad (52)$$

- $S(a, b)$ sera minimum lorsque $\frac{\partial s}{\partial a} = \frac{\partial s}{\partial b} = 0$

On obtient :

$$\begin{cases} \frac{\partial s}{\partial a} = -2 \sum_{i=1}^n (y_i - a - bx_i) = 0 \\ \frac{\partial s}{\partial b} = -2 \sum_{i=1}^n (y_i - a - bx_i)x_i = 0 \end{cases} \quad (53)$$

En distribuant l'opérateur \sum il vient :

$$\begin{cases} \sum_{i=1}^n y_i - na - b \sum_{i=1}^n x_i = 0 \\ \sum_{i=1}^n x_i y_i - a \sum_{i=1}^n x_i - b \sum_{i=1}^n x_i^2 = 0 \end{cases} \quad (54)$$

Ce qui conduit ainsi à deux équations dites "normales":

$$\begin{cases} na + b \sum_{i=1}^n x_i = \sum_{i=1}^n y_i \\ a \sum_{i=1}^n x_i + b \sum_{i=1}^n x_i^2 = \sum_{i=1}^n x_i y_i \end{cases} \quad (55)$$

Note: Ce système se généralise facilement aux modèles linéaires d'ordre n (courbes d'ajustement polynomiales à n paramètres). On obtient un système linéaire de n équations à n inconnues. L'utilisation des techniques matricielles facilite considérablement sa résolution.

En résolvant ce système, on obtient : la pente de la droite

$$b = \frac{n(\sum_{i=1}^n x_i y_i) - (\sum_{i=1}^n x_i)(\sum_{i=1}^n y_i)}{n \sum_{i=1}^n x_i^2 - (\sum_{i=1}^n x_i)^2} \quad (56)$$

L'ordonnée à l'origine

$$a = \frac{(\sum_{i=1}^n x_i^2)(\sum_{i=1}^n y_i) - (\sum_{i=1}^n x_i)(\sum_{i=1}^n x_i y_i)}{n \sum_{i=1}^n x_i^2 - (\sum_{i=1}^n x_i)^2} \quad (57)$$

Autres expressions pour a et b :

$$\text{On } a\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \text{ et } \bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i \quad (58)$$

Si on utilise le fait que :

$$\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) = \sum_{i=1}^n x_i y_i - \frac{(\sum_{i=1}^n x_i)(\sum_{i=1}^n y_i)}{n} \quad (59)$$

Et que :

$$\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 = \sum_{i=1}^n x_i^2 - \frac{1}{n} (\sum_{i=1}^n x_i)^2 \quad (60)$$

L'écriture de b simplifie :

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})y_i}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (61)$$

Et la première équation normale permet de déterminer a:

$$a = \bar{y} - b\bar{x} \quad (62)$$

Référence bibliographiques

ANDRE FORTIN. *Analyse Numérique Pour Ingénieurs*. Montréal : L'école polytechnique de montréal, 2001.

M.E.Davis. *Numerical Methods & Modeling for Chemical Engineers, California, 2001.*