



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

**UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCEN**

# MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

**MASTER EN CHIMIE**

**Spécialité: Chimie Analytique**

Par :

**M<sup>elles</sup> ALLAL Fatima Ferial & DIB Nihal Yasmine**

Sur le thème

---

## **Rétention par nanofiltration de Cu(II) en milieu acétate : Optimisation du procédé**

---

Soutenu le 08 Octobre 2020 à Tlemcen devant le jury composé de:

Mr Oukebdane Khalil	MCA	Université de Tlemcen	Président
Mr Abderrahim Omar	Professeur	Université de Tlemcen	Examinateur
Mr Belkhouche Nasr Eddine	Professeur	Université de Tlemcen	Examinateur
Mr DIDI Mohammed Amine	Professeur	Université de Tlemcen	Rapporteur

*Laboratoire des technologies de séparation et de purification (LTSP)*  
BP 119, 13000 Tlemcen - Algérie

Année Universitaire : 2019 ~ 2020



## *Remerciements*

*Nous tenons à rendre grâce à DIEU qui nous a donné la force et les capacités pour réaliser ce travail, et à exprimer notre profonde et sincère gratitude à tous ceux qui, de près ou de loin, ont œuvré pour la réalisation de ce manuscrit.*

*Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire des Technologies de Séparation et de Purification « L.T.S.P » de l'Université Abou Bekr BELKAID de Tlemcen, sous la direction de monsieur **DIDI Mohamed Amine**, Professeur à l'Université de Tlemcen. Que notre encadreur veuille bien trouver ici l'expression de notre profonde gratitude pour l'accueil qu'il nous a réservé dans son laboratoire et la sollicitude constante qu'il nous a témoigné lors de l'accomplissement de ce travail. Nous le remercions d'avoir pris en charge avec efficacité et ténacité le suivi de ce travail. Nous lui exprimons notre profonde gratitude pour le soutien scientifique qu'il nous a accordé, mais surtout pour sa disponibilité toutes les fois que le besoin se faisait sentir, pour l'écoute consentie et la clarté de ces relations humaines.*

*Nous adressons également nos remerciements à monsieur **Oukebdane Khalil** maître de conférences à l'Université de Tlemcen de nous avoir fait l'honneur de présider ce jury.*

*Que nos examinateurs monsieur **Abderrahim Omar** et monsieur **Belkhouche Nasr Eddine** professeurs à l'Université de Tlemcen reçoivent par ces mots, nos remerciements pour avoir agréablement accepté de juger ce travail.*

*Nous remercions infiniment mademoiselle **Aoufi Boutheyna** pour son soutien et son orientation, ainsi que pour tous ses conseils.*

*Un grand merci, à tous les enseignants du laboratoire «**LTSP**», pour la sympathie qu'ils nous ont témoignée pendant ces deux années d'études de master.*



## *Dédicaces*

*Je remercie tout d'abord mon DIEU le tout puissant qui m'a donné la volanté, la force et le dévouement pour réaliser ce modeste travail.*

*Je dédie ce mémoire aux enseignants et professeurs qui ont marqué mon parcours universitaire.*

*A mes collègues de master chimie analytique.*

*A ma très chère maman, **BOUCHAOUR Malika**. En ce jour mémorable, pour moi ainsi que pour toi, reçoit ce travail en signe de mon profond amour. Puisse le tout puissant te donner santé, bonheur et longue vie afin que je puisse te combler à mon tour. Tu n'as cessé de m'encourager et me soutenir durant toutes les années de mes études. Tu es toujours présente quand il le fallait, que dieu te garde pour nous ma chérie.*

*A mon héros papa **ALLAL Mhamed**. Autant de phrases et d'expressions aussi éloquents soient-elles ne sauraient exprimer ma gratitude et ma reconnaissance. Tu as su m'inculquer le sens de responsabilité et de confiance. Que dieu t'accorde santé, bonheur, quiétude de l'esprit et te protège de tout mal.*

*A mes très chers frères **Adel, Djamil et Remzi**, à ma belle sœur **Fazia**, à toute la famille sans exception, qui m'ont donné de leur volanté et force pour continuer mes études.*

*Mes remerciements vont à ma chère cousine **Ibtissem** qui était toujours présente pour moi.*

*Mon binôme, **Dib Nihal Yasmine**, le travail avec toi est un plaisir je ne te remercie jamais assez. Que dieu te préserve le meilleur dans ton avenir.*

*Je vous adore...*

*Feriel*



## *Dédicaces*

*Je remercie mon DIEU le tout puissant qui m'a donné la volanté, la force et le dévouement pour réaliser ce modeste travail que je le dédie avec un cœur ouvert, un énorme plaisir et une immense joie :*

- *A mes chers parents DIB Abdellah & AZZOUNI Latífa ; pour leur patience illimitée, leur tendresse, leur sacrifice, leur soutien et leurs prières continues et sans relâche durant toutes mes années d'études.  
'Que Dieu leur donne bonheur et longue vie'*
- *A mon cher frère Nizar et mes chères sœurs Norhene et Nermíne ;  
pour leur amour et leurs encouragements permanents.  
'Puisse Dieu le tout puissant exaucer tous leurs vœux'*
- *A ma grande famille, qui est à mes côtés dans le bonheur et le malheur.*
- *A mes enseignants et mes enseignantes, à qui je serai toujours reconnaissante.*
- *A mes amis (es) surtout mon binôme Allal Fatíma Ferial, à qui je souhaite une vie pleine de joie et de succès.*
- *A tous ceux qui me sont chers.*

*Je vous aime ...*

*Nihal*

# Sommaire

Liste des symboles et abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale	1

---

## PARTIE THEORIQUE

---

### Chapitre I : Revue sur les membranes

I. Introduction	2
II. Procédés membranaires	2
II.1. Définition	2
II.2. Classification des membranes	3
II.2.1. Suivant le mécanisme de séparation	3
II.2.2. Suivant la morphologie	3
II.2.3. Suivant la nature chimique	3
II.3. Performances des membranes	5
II.3.1. Le flux de perméation ( $J_p$ )	5
II.3.2. La perméabilité de la membrane ( $L_p$ )	5
II.3.3. La résistance hydraulique ( $R_m$ )	6
II.3.4. La sélectivité ( $R$ )	6
II.3.5. Le taux de conversion ( $Y$ )	6
II.3.6. La durée de vie	6
II.4. Domaines de filtration des procédés membranaires	6
II.5. Modules membranaires	8
II.5.1. Modules plans	8
II.5.2. Modules tubulaires	9
II.5.3. Modules spiralés	9
II.5.4. Modules à fibres creuses	10
II.6. Système de filtration par membrane	11
II.6.1. Filtration frontale	11
II.6.2. Filtration tangentielle	11
III. Phénomènes de polarisation de concentration et de colmatage	12

III.1. Polarisation de concentration	12
III.2. Colmatage	12
IV. Nettoyages des membranes	13
Références bibliographiques	15

## **Chapitre II : Aspects théoriques sur le cuivre**

I. Introduction	17
II. Historique	17
III. Origine	17
IV. Définition et propriétés physico-chimiques	18
V. Les états d'oxydation du cuivre	19
VI. Applications	20
VII. Les alliages de cuivre	21
VIII. Effets du cuivre sur les systèmes biologiques	21
IX. Toxicité	21
Références bibliographiques	22

---

## **PARTIE EXPERIMENTALE**

---

### **Chapitre III : Matériels et Méthodes**

I. Introduction	23
II. Réactifs chimiques	23
III. Appareillage	23
IV. Préparation des solutions	23
IV.1. Effets de la concentration et de la pression	23
IV.1.1. Préparation d'une solution de cuivre à 50 ppm	23
IV.1.2. Préparation d'une solution de cuivre à 75 ppm	24
IV.1.3. Préparation de la solution du PAN à $10^{-3}$ mol/L	24
IV.2. Effet du pH	24
V. Méthodes d'analyse	24
V.1. Étalonnage	24
V.2. Analyse par spectrophotométrie UV-Visible	25
VI. Montage expérimental	26
VI.1. Equipement pilote	26
VI.2. Manipulation du pilote de nanofiltration	26
VI.2.1. Mise en marche du pilote	27
VI.2.2. Mise en arrêt du pilote	27
VI.3. Procédure d'extraction	28

## **Chapitre IV : Résultats et Discussion**

I.	Introduction	29
II.	Analyse par UV-visible	29
III.	Etude de la prédominance des espèces	30
IV.	Extraction de Cu (II) par Nanofiltration	30
	IV.1. Mesure de la perméabilité hydraulique	30
	IV.2. Effet du pH	31
	IV.3. Effets de pression et de concentration	34
	IV.4. Effet de la conductivité	38
	IV.5. Effet de la pression sur la température	39
	Références bibliographiques	41
	Conclusion générale	43
	Annexes	44
	Résumé	

## Liste des symboles et abréviations

<b>Å</b>	Angström
<b>A</b>	Absorbance
<b>bar</b>	Unité de pression
<b>C</b>	La concentration de la solution (mol/L)
<b>C<sub>0</sub></b>	La concentration de la solution initiale
<b>C<sub>p</sub></b>	La concentration dans le perméat
<b>C<sub>r</sub></b>	La concentration dans le retentât
<b>cm</b>	Centimètre
<b>°C</b>	Degré celsius
<b>ΔP</b>	Pression transmembranaire effective
<b>Δπ</b>	Pression osmotique (Pa)
<b>ε</b>	Le coefficient d'absorption molaire (L.mol <sup>-1</sup> .cm <sup>-1</sup> )
<b>g</b>	Gramme
<b>h</b>	Heure
<b>J<sub>p</sub></b>	Flux de perméation
<b>J<sub>v</sub></b>	Flux du solvant (L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )
<b>K</b>	Kelvin
<b>KJ</b>	Kilojoule
<b>L<sub>p</sub></b>	Perméabilité membranaire (m. s <sup>-1</sup> .Pa <sup>-1</sup> ou L. h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> .bar <sup>-1</sup> )
<b>L</b>	Litre
<b>l</b>	La longueur de cuve en cm
<b>λ<sub>max</sub></b>	Langueur d'onde maximale
<b>m</b>	Mètre
<b>m<sup>2</sup></b>	Mètres carré
<b>m<sup>3</sup></b>	Mètres cube
<b>M</b>	Masse molaire (g/mol)

*Liste des symboles et abréviations*

<b>MF</b>	Microfiltration
<b>mg</b>	Milligramme
<b>mL</b>	Millilitre
<b>mm</b>	Millimètre
<b><math>\mu\Omega</math></b>	La viscosité du perméat
<b><math>\mu\text{L}</math></b>	Microlitre
<b><math>\mu\text{m}</math></b>	Micromètre
<b><math>\mu\text{s}</math></b>	Microsiemens
<b><math>\mu</math></b>	Micro Ohm
<b>nm</b>	Nanomètre
<b>NF</b>	Nanofiltration
<b>OI</b>	Osmose inverse
<b>pHi</b>	pH initial
<b>ppm</b>	Partie par million
<b>Pe</b>	La pression d'entrée de la membrane
<b>Ps</b>	La pression de sortie de la membrane
<b>Qa</b>	Débit volumique d'alimentation
<b>Qp</b>	Débit volumique de perméat
<b>Qr</b>	Débit volumique de retenta
<b>R%</b>	Taux de rejet (Taux de rétention)
<b>Rm</b>	Résistance hydraulique
<b>s</b>	Second
<b>S</b>	Surface de la membrane
<b><math>\sigma</math></b>	Coefficient de réflexion de la membrane
<b>T</b>	Température
<b>UF</b>	Ultrafiltration
<b>V</b>	Volt
<b>Y</b>	Taux de conversion

# Liste des figures

## **Chapitre I : Revue sur les membranes**

Figure 1: Schéma d'une membrane solide sélective.

Figure 2: Vue microscopique d'une membrane organique (Polyacrylnitrile).

Figure 3: Vue microscopique d'une membrane céramique à base d'alumine.

Figure 4: Domaines d'applications des différentes techniques membranaires.

Figure 5: Schéma du principe de la nanofiltration.

Figure 6: Module plan (plaque).

Figure 7: Schéma du module tubulaire.

Figure 8: Schéma du module spiralé.

Figure 9: Schéma du module à fibres creuses.

Figure 10: Schéma de la filtration frontale.

Figure 11: Schéma de la filtration tangentielle.

Figure 12: Représentation schématique du phénomène de polarisation de concentration.

Figure 13: Mécanismes de colmatage.

## **Chapitre II : Aspects théoriques sur le cuivre**

Figure 1: Mine de Chuquicamata (plus grande mine de cuivre au monde).

Figure 2: Le cuivre à l'état natif.

Figure 3: Les états d'oxydation du cuivre en poudre.

Figure 4: Les applications principales du cuivre.

Figure 5: Pièce de monnaie (75% Cuivre + 25% Nickel).

## **Chapitre III : Matériels et Méthodes**

Figure 1: Spectre Uv-Visible de PAN(1) et de son complexe avec Cu(II) (2).

Figure 2: Vues face et arrière du pilote de nanofiltration (MP72).

Figure 3: Schéma de principe.

## **Chapitre IV : Résultats et Discussion**

Figure 1: Courbe donnant l'absorbance en fonction des concentrations de Cu (II).

Figure 2: Fractions d'espèces du Cuivre en fonction du pH.

Figure 3: Variation du flux de solvant en fonction de la pression.

Figure 4: Variation de la rétention du cuivre (II) en fonction de la pression à (50ppm).

Figure 5: Variation de la rétention du cuivre (II) en fonction de la pression à (75ppm).

Figure 6: Variation de la rétention du cuivre en fonction de la pression  $\text{pH}_i = 3$ .

Figure 7: Variation de la rétention du cuivre en fonction de la pression  $\text{pH}_i = 4$ .

Figure 8: Variation de la rétention du cuivre en fonction de la pression  $\text{pH}_i = 5$ .

Figure 9: Variation de la conductivité en fonction du pH pour  $[\text{Cu}]_0 = 50$  ppm.

Figure 10: Variation de la conductivité en fonction du pH pour  $[\text{Cu}]_0 = 75$  ppm.

Figure 11: Variation de la température en fonction de la pression pour  $[\text{Cu}]_0 = 50$  ppm.

Figure 12: Variation de la température en fonction de la pression pour  $[\text{Cu}]_0 = 75$  ppm.

# Liste des tableaux

## **Chapitre I : Revue sur les membranes**

**Tableau 1:** Avantages et inconvénients des membranes organiques selon leur composition.

**Tableau 2:** Comparaison entre les différents types de modules.

**Tableau 3:** Solutions de nettoyage préconisées.

## **Chapitre II : Aspects théoriques sur le cuivre**

**Tableau 1:** Les caractéristiques physico-chimiques du cuivre.

## **Chapitre III : Matériels et Méthodes**

**Tableau 1:** Les solutions étalons pour le Cuivre (II).

## **Chapitre IV : Résultats et Discussion**

**Tableau 1:** Résultats des expériences.

# **Introduction générale**

La pollution de l'eau pose un problème majeur à l'humanité, vue la diversité des sources et des caractéristiques d'espèces polluantes, les principales sont les rejets industriels, urbains et agricoles, générées par l'activité humaine.

La grande difficulté étant que les métaux lourds ne sont pas biodégradables et ont tendance à s'accumuler dans des organismes vivants (poissons, mollusques, légumes,..etc.) consommés par l'homme. Pour ces soucis, les lois environnementales sont devenues plus sévères.

De nombreux procédés sont utilisés pour purifier les eaux contaminées par les métaux lourds, tels que l'extraction par solvant, la précipitation, l'échange d'ions, l'absorption et l'extraction liquide-liquide.

Actuellement, l'extraction par les techniques membranaires est la méthode de traitement des rejets industriels et d'épuration des eaux usées la plus employée.

La technique de nanofiltration est une technique écologique.

Dans ce contexte, nous avons entrepris l'étude de l'extraction du Cu (II) par nanofiltration, avec l'optimisation des principaux paramètres régissant de telles opérations comme : le pH, la concentration initiale et la pression.

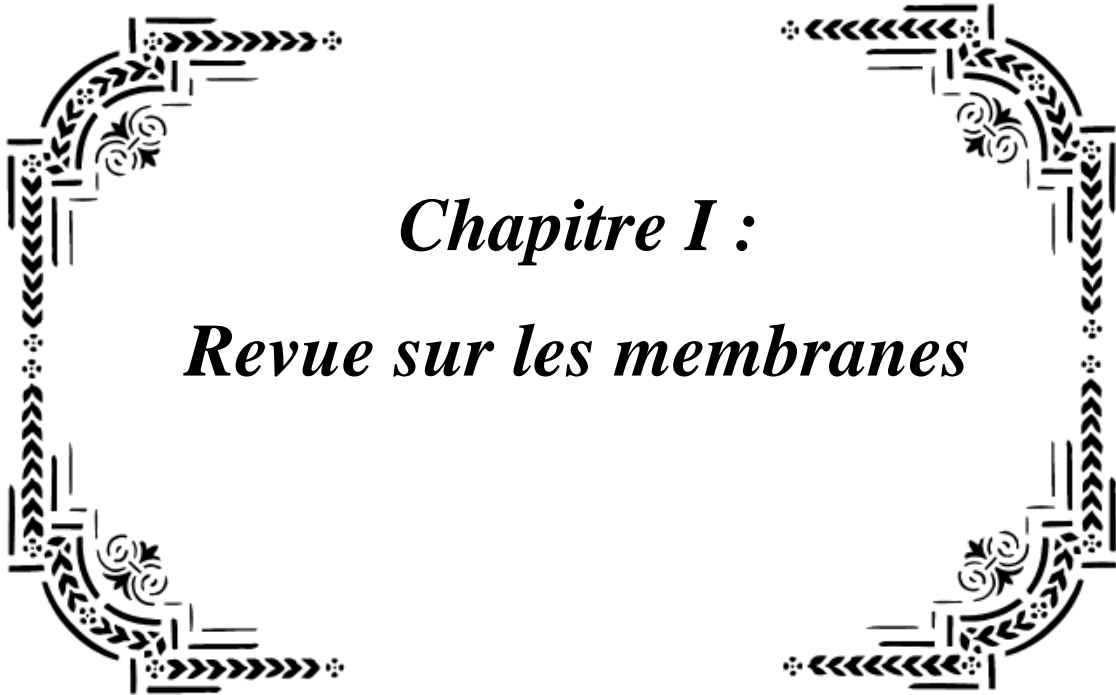
Dans cette étude, la concentration a été déterminée par UV-visible en utilisant la PAN comme complexant du Cu (II).

Le manuscrit est divisé en trois parties. Une partie bibliographique qui est consacrée à un aperçu sur les techniques membranaires, et un aperçu sur le cuivre.

La partie expérimentale qui commence par une présentation des produits et des appareils utilisés, avec une description du pilote d'extraction et l'ensemble des expériences menées pour l'extraction du Cu (II) par nanofiltration.

Dans la partie résultats et discussion, on a abouti à des résultats permettant de déterminer les différents paramètres influents sur l'extraction par nanofiltration, et les conditions optimales pour avoir une bonne extraction.

Enfin, on termine notre travail par une conclusion générale.



*Chapitre I :*  
*Revue sur les membranes*

## I. Introduction

Dans ce chapitre nous présentons une étude bibliographique sur les divers domaines de filtration des procédés membranaires, à savoir leurs classifications, leurs grandeurs caractéristiques, leurs différentes configurations des modules membranaires ainsi que le phénomène de polarisation de concentration, le principe de colmatage et les procédés de nettoyage seront aussi énoncés.

## II. Procédés membranaires

Les procédés membranaires sont industrialisés à partir des années soixante et se développent encore à un rythme rapide [1]. Ils sont indispensables dans le domaine de purification et fournissent des avantages considérables par rapport aux techniques d'extraction telle que : l'extraction en phase solide (EPS) et l'extraction liquide-liquide (ELL), en particulier ; la sélectivité, la puissance d'enrichissement et le potentiel d'automatisation [2].

### II.1. Définition

Une membrane peut être décrite comme une barrière séparant deux compartiments de quelques centaines de nanomètres à quelques millimètres d'épaisseur, et permettant l'arrêt ou le passage préférentiel de certaines espèces sous l'action d'une force agissante sous différentes pressions [1]. La phase retenue est appelée le **retentât** (ou concentrât) et la phase ayant traversé la membrane est appelée le **perméat** (ou filtrat) [2] (voir Figure 1). De ce fait, les membranes sont incluses par une grande variété de matériaux et de structures qui forment autant de possibilités de configuration et de classification. Les différents critères de séparation des particules, des molécules et/ou des ions peuvent être [3] :

- La dimension et la forme.
- L'état physique.
- La nature chimique.
- La charge électrique.

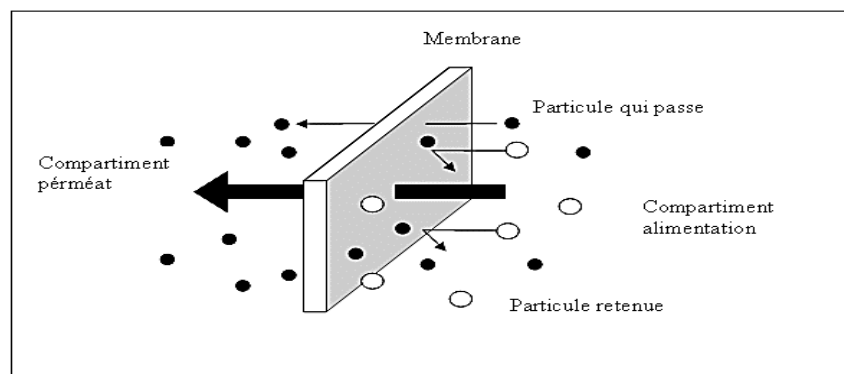


Figure 1: Schéma d'une membrane solide sélective.

## II.2. Classification des membranes

La classification des membranes repose sur plusieurs critères:

### II.2.1. Suivant le mécanisme de séparation

Les processus qui influent sur la séparation membranaire sont : le tamisage, la friction sur les parois des pores des membranes, la diffusion à travers le matériau membranaire, les forces de surface attractives ou répulsives, notamment la répulsion électrostatique. La classification la plus répandue des membranes d'après ce mécanisme de séparation est la suivante [4]:

- Les membranes poreuses: La séparation de soluté par des membranes poreuses est principalement en fonction de la taille moléculaire et de la distribution de taille des pores. Généralement, ces membranes sont fabriquées de façon à comporter une distribution des diamètres des pores qui peuvent être classés en plusieurs catégories :
  - Macropores: avec une taille supérieure à 50 nm (MF, UF).
  - Mésopores: avec un diamètre entre 2 et 50 nm (UF).
  - Micropores: avec un diamètre inférieur à 2 nm (NF).
- Les membranes non poreuses: Ces membranes peuvent être considérées comme des milieux denses employés dans la perméation de gaz, la pervaporation et l'osmose inverse (OI), où la diffusion des espèces a lieu dans les volumes libres situés entre les chaînes moléculaires du matériau des membranes [5].
- Les membranes échangeuses d'ions: sont considérées comme un type spécial des membranes non poreuses.

### II.2.2. Suivant la morphologie

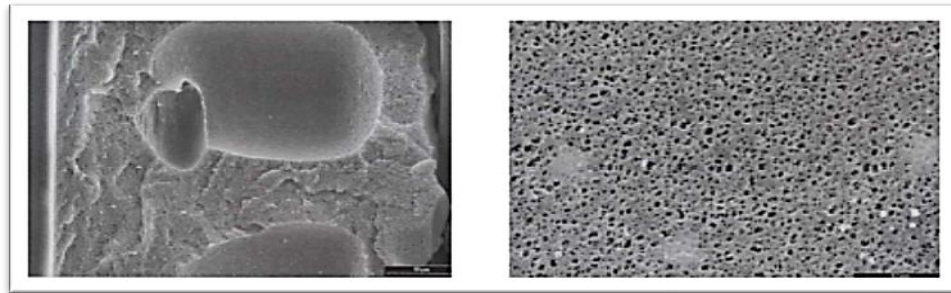
Les membranes sont classées en trois types en fonction de leur structure [5]:

- Membranes à structure symétrique (ou isotrope): ces membranes denses (ou poreuses) ont la même structure sur toute leur épaisseur.
- Membranes à structure asymétrique (ou anisotropes): où la structure de la membrane change d'une couche à une autre.
- Membrane liquide.

### II.2.3. Suivant la nature chimique

- Les membranes organiques: sont généralement confectionnées à partir de polymères organiques (acétate de cellulose, polysulfones, polyamides...etc.).

Les qualités de ces membranes leur confèrent une bonne adaptabilité aux différentes applications. Presque 90% des membranes d'ultrafiltration et de microfiltration sont constituées des membranes organiques [5,6].



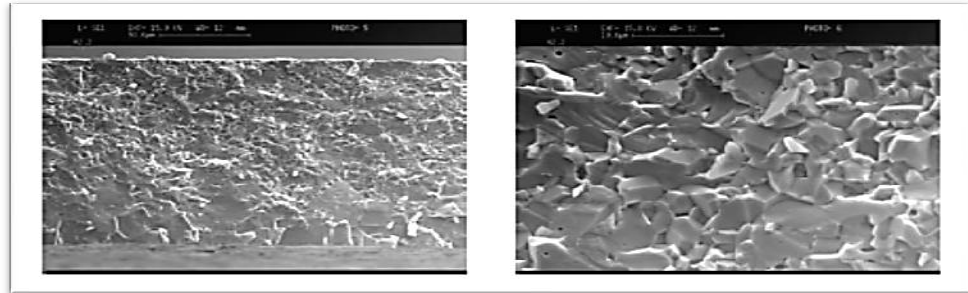
**Figure 2:** Vue microscopique d'une membrane organique (Polyacrylnitrile).

Le tableau ci-dessous représente les avantages et les inconvénients des membranes organiques selon leur composition en se basant sur plusieurs critères (perméabilité, sélectivité, stabilité chimique ou thermique et sensibilité au chlore) [7,8]:

**Tableau 1:** Avantages et inconvénients des membranes organiques selon leur composition.

Membrane	Avantage	Inconvénient
<b>Acétate de cellulose</b>	-Perméabilité élevée -Sélectivité élevée -Mise en œuvre assez aisée -Adsorption faible des protéines. => colmatage moindre.	-Sensible à la température. -Sensible au pH. -Sensible au chlore. -Sensible au compactage. -Sensible aux microorganismes.
<b>Type polyamide</b>	Bonne stabilité thermique, chimique et mécanique.	-Grande sensibilité au chlore. -Faible perméabilité.
<b>Type polysulfone</b>	-Bonne stabilité thermique et au pH. -Résistance au chlore. 5 mg/L fonctionnement normal. 50 mg/L stockage. 200 mg/L Traitement de choc.	Sensible au compactage.
<b>Matériaux acryliques</b>	-Bonne stabilité thermique et chimique. -Stockage à sec possible.	-Faible résistance mécanique. -Pores de diamètres assez élevés.
<b>Matériaux fluorés</b>	Bonne stabilité thermique et chimique.	-Faible perméabilité. -Microfiltration uniquement.
<b>Membranes composites</b>	-Bonne perméabilité et sélectivité. -Stabilité de pH : 2 à 11.	/

➤ **Les membranes inorganiques:** sont fabriquées à partir des matières céramiques (oxydes d'aluminium ou titane). Elles sont largement utilisées en raison de leur stabilité chimique, mécanique et thermique par contre elles sont friables et beaucoup plus coûteuses que les membranes organiques [9].



**Figure 3:** Vue microscopique d'une membrane céramique à base d'alumine.

➤ **Les membranes composites:** sont des membranes asymétriques avec une peau beaucoup plus fine que celle des membranes classiques non composites, elles sont caractérisées par une superposition de plusieurs couches différenciées par la nature chimique. Les membranes composites d'osmose inverse représentent 85% de l'usage mondiale des membranes [10].

## II.3. Performances des membranes

### II.3.1. Le flux de perméation ( $J_p$ )

Nommé aussi vitesse de perméation, est le rapport entre le débit volumétrique du perméation ( $Q_p$ ) et la surface effective de la membrane ( $S$ ) (équation 1) [11].

$$J_p = \frac{Q_p}{S} \quad (1)$$

### II.3.2. La perméabilité de la membrane ( $L_p$ )

Indique le flux volumique ou massique qui traverse la membrane par unité de surface membranaire, selon la loi de Darcy [11]:

-On définit la perméabilité hydraulique  $L_p$  (équation 2) qui est valable pour toutes les membranes.

$$J_v = L_p (\Delta p - \sigma \Delta \pi) \quad (2)$$

- La perméabilité d'une membrane à l'eau, est déterminée comme la pente de la droite du flux de perméation  $J_v$  en fonction de la pression transmembranaire  $\Delta P$ .

### II.3.3. La résistance hydraulique ( $R_m$ )

La résistance hydraulique d'une membrane est définie comme étant sa résistance à l'écoulement du fluide à filtrer à travers la membrane.

-La résistance d'une membrane est reliée à sa perméabilité (équation 3) [12]:

$$R_m = \frac{1}{\mu \cdot L_p} \quad (3)$$

### II.3.4. La sélectivité ( $R$ )

Symbolise le taux de rejet (dénommé aussi taux de rétention) de l'espèce que la membrane est censée retenir (équation 4):

$$R(\%) = \left( \frac{c_o - c_p}{c_o} \right) \times 100 = \left( 1 - \frac{c_p}{c_o} \right) \times 100 \quad (4)$$

### II.3.5. Le taux de conversion ( $Y$ )

Désigne le rapport entre le flux du solvant qui traverse la membrane et celui d'alimentation, il est défini par l'équation 5:

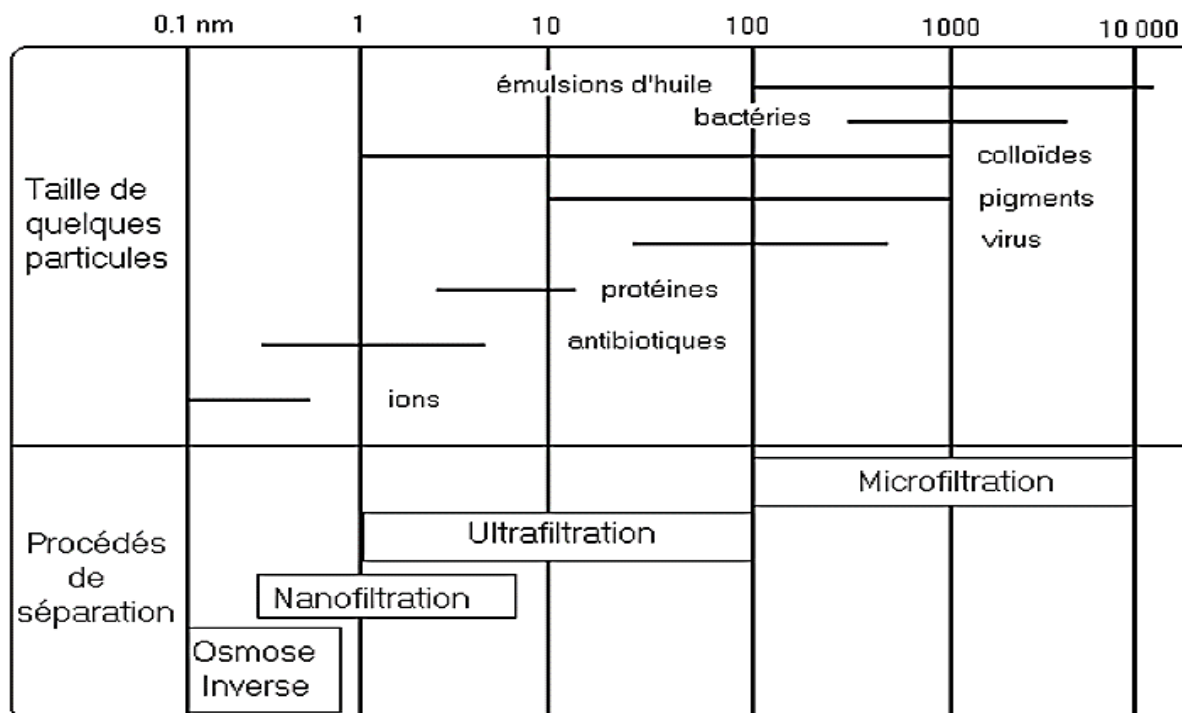
$$Y = \frac{Q_p}{Q_a} \quad (5)$$

### II.3.6. La durée de vie

Est liée à la perte de résistance mécanique, qui peut être dû à des nettoyages fréquents ou à l'utilisation des réactifs concentrés (acides, bases, détergents...) [11].

## II.4. Domaines de filtration des procédés membranaires

Les procédés membranaires sont des procédés baro-membranaires; c'est à dire que la force motrice à l'origine du transfert de la matière est due à la différence de pression de part et d'autre de la membrane. Les membranes fonctionnant sous cette force motrice sont les suivantes: **microfiltration (MF)**, **ultrafiltration (UF)**, **nanofiltration (NF)** et **osmose inverse (OI)** [15].



**Figure 4:** Domaines d'applications des différentes techniques membranaires.

### ➤ La Nanofiltration (NF)

La nanofiltration est utilisée dans la séparation de composants et l'élimination des contaminants inorganiques (les métaux lourds) ayant une taille en solution voisine de celle du nanomètre (soit 10 Å) d'où son nom. Les membranes de nanofiltration (NF) ont des performances intermédiaires entre l'osmose inverse (OI) et l'ultrafiltration (UF) [5]. Comparée à l'osmose inverse, ces membranes possèdent une structure moins dense permettant d'obtenir des flux de perméation supérieurs pour des pressions inférieures. Ce procédé a pour but d'obtenir un perméat moins polluant dont la Demande Chimique en Oxygène (DCO) sera plus faible.

- Durant la NF les ions métalliques sont éjectés par deux principes [8]:
  - Ejection par tailles.
  - Ejection par interaction électrostatique entre les ions métalliques et la membrane.
- En raison de ses qualités de séparation, elle a été étendue à plusieurs autres domaines[6]:
  - Adoucissement des eaux potables.
  - L'industrie agroalimentaire et la séparation de molécules.
  - Le traitement d'effluents: industrie du papier, du bois, de la teinture.

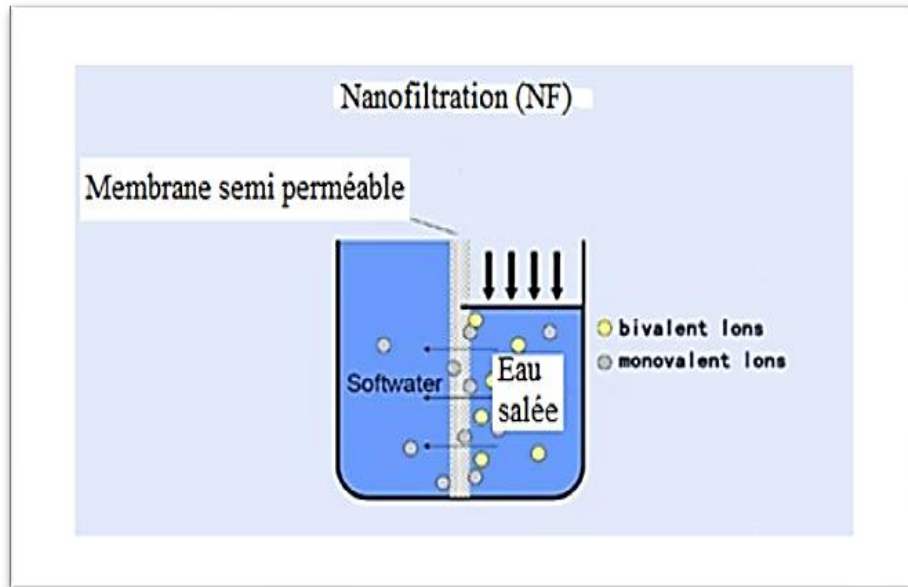


Figure 5: Schéma du principe de la nanofiltration.

## II.5. Modules membranaires

Les différents types de géométrie des modules ont été commercialisés en : modules plans, tubulaires, spiralés et fibres creuses. Leur utilisation est fonction de leur application, de leur maintenance et de leur facilité de montage et de nettoyage [5].

### II.5.1. Modules plans

Le système de feuilles plates offre une conception très robuste mais coûteuse : Les membranes sont constituées d'un empilement en mille-feuilles séparées par des cadres intermédiaires qui assurent la circulation des fluides. Elles sont disposées parallèlement les unes aux autres et sont séparées par des grilles ou support (Figure 6) [13].

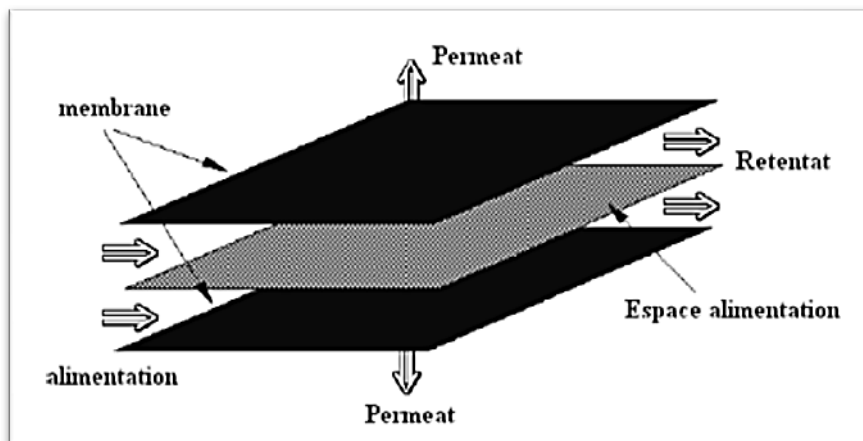


Figure 6: Module plan (plaque).

### II.5.2. Modules tubulaires

Ayant une conception simple, les modules tubulaires sont pratiquement utilisés dans les laboratoires pédagogiques, à cause de la facilité de calculer le nombre de Reynolds et d'établir l'état théorique des coefficients de transfert de masse. Ces modules sont constitués d'une ou plusieurs membranes inorganiques ou organiques de forme tubulaire, ayant des diamètres internes entre 4 et 25 mm (Figure 7) [8,15].

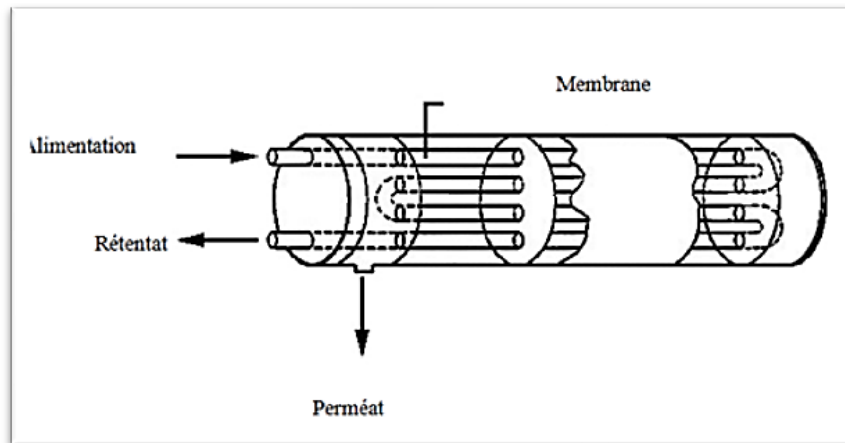


Figure 7: Schéma du module tubulaire.

### II.5.3. Modules spiralés

C'est un module particulier de membranes planes qui sont enroulées autour d'un tube poreux qui recueille le filtrat, l'ensemble est incorporer dans une enveloppe cylindrique dont les sections donnent accès à l'entrée de l'alimentation et à la sortie du rétentat. Les modules sont composés d'un tube sur lequel sont enroulés successivement une membrane, une grille fine, une autre membrane et une grille plus grossière (Figure 8) [13].

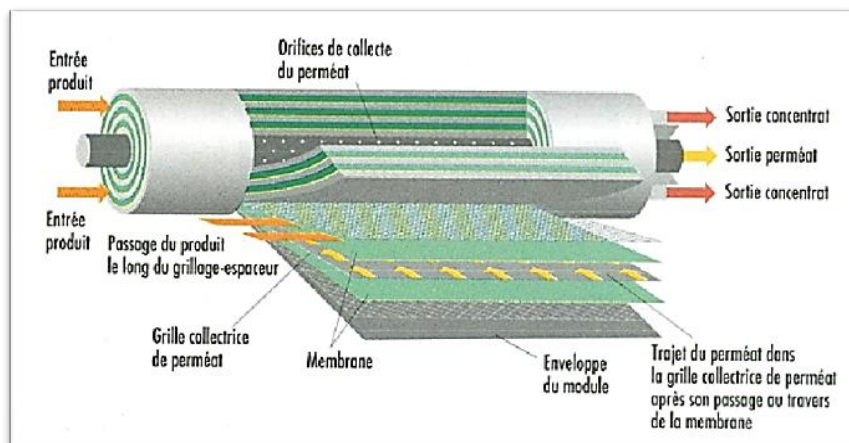
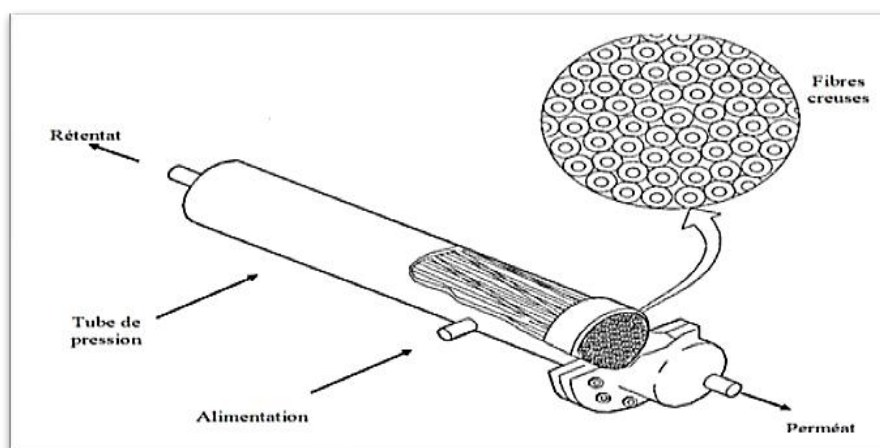


Figure 8: Schéma du module spiralé.

### II.5.4. Modules à fibres creuses

Les modules en fibres creuses sont principalement de nature organique qui ne possèdent pas de support textile (autosupportées). Les membranes sont souvent composées de différentes couches: un support et une sous-couche poreuse qui assurent la résistance mécanique de la membrane, et à la surface une couche active (peau) qui caractérise les propriétés de la membrane (flux, sélectivité... etc). Ce type de modules est peu coûteux mais sert à filtrer des fluides peu visqueux présentant de faibles risques de colmatage (Figure 9) [16,17].



**Figure 9:** Schéma du module à fibres creuses.

Le tableau ci-dessous représente la comparaison entre les différents types de modules [18]:

**Tableau 2:** Comparaison entre les différents types de modules.

Caractéristiques	Plans	Tubulaires	Spiralés	Fibres Creuses
Compacité (surface membranaire /unité de volume): $m^2/m^3$	100 à 400	10 à 30	300 à 1000	9000 à 30 000
Diamètre de passage du liquide d'alimentation (ou diamètre hydraulique): mm	1 à 5	12,5 à 20	0,8 à 1,2	0,5 à 1
Remplacement des membranes	Membrane par feuille	Membrane à l'intérieur de tube	Cartouche spiralé	Module complet
Type de prétraitement nécessaire	Moyen	Très simple	Moyen	Très important

## II.6. Système de filtration par membrane

Les procédés membranaires fonctionnent de deux façons :

### II.6.1. Filtration frontale

Dans une filtration frontale, le fluide à traiter passe perpendiculairement à la surface de la membrane (Figure 10) [19]. Ce mode d'utilisation a pour inconvénient l'apparition d'une couche à la surface, appelée « gâteau de filtration ». Cette couche diminue la perméabilité, après un certain temps la membrane aura donc besoin d'être nettoyé.

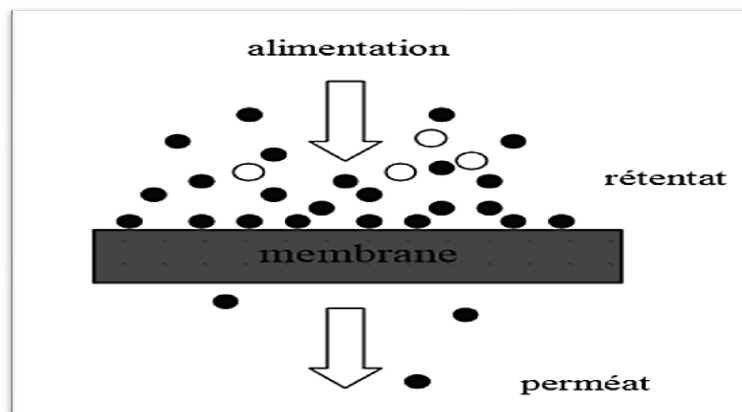


Figure 10: Schéma de la filtration frontale.

### II.6.2. Filtration tangentielle

Dans une filtration tangentielle, le fluide d'alimentation circule parallèlement à la surface de la membrane (Figure 11). Seulement une petite partie de l'eau d'alimentation est utilisée pour la reproduction du perméat alors que la plus grande partie de l'eau quitte le module. Bien que plus coûteuse en énergie, la filtration tangentielle permet de ralentir la diminution du débit de filtration [20].

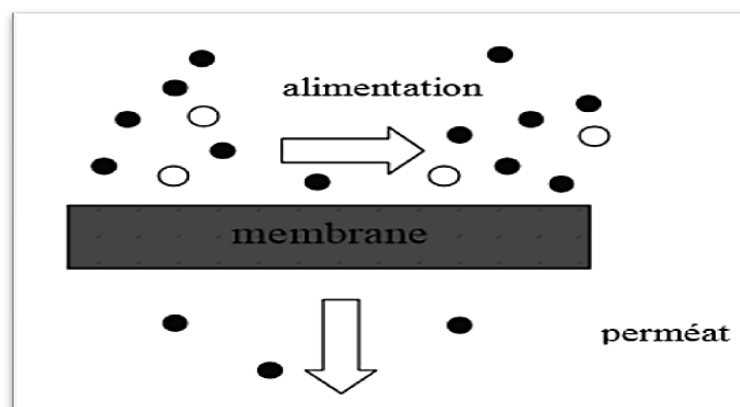


Figure 11: Schéma de la filtration tangentielle.

### III. Phénomènes de polarisation de concentration et de colmatage

#### III.1. Polarisation de concentration

Lors d'une opération de filtration, les espèces retenues (ions, macromolécules, colloïdes, particules) peuvent s'accumuler progressivement à la surface de la membrane sous l'effet de la pression, il s'établit donc un gradient de concentration entre la surface de la membrane et le sein de la solution d'alimentation, ceci engendra un flux diffusionnel dans le sens opposé au flux convectif (Figure 12). Ce phénomène appelé « polarisation de concentration » est réversible et disparaît lors de l'annulation de la pression transmembranaire [15].

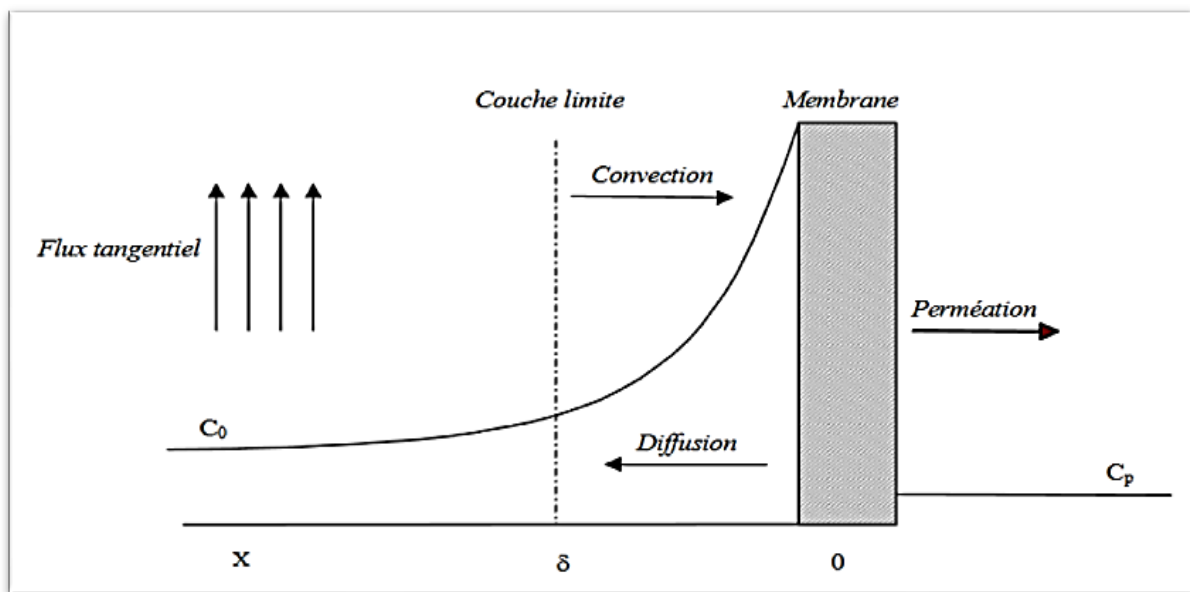


Figure 12: Représentation schématique du phénomène de polarisation de concentration.

#### III.2. Colmatage

- Le colmatage des membranes est l'ensemble des phénomènes qui interviennent dans la modification des propriétés filtrantes d'une membrane.
- L'origine de colmatage dépend de plusieurs paramètres [21]:
  - Concentration trop élevée.
  - Présence de matières en suspension qui se placent sur la surface des membranes.
  - Réaction d'adsorption entre certaines molécules et le matériau membranaire.
- Les conséquences les plus problématiques sont [15]:
  - Une durée de vie des membranes plus courtes.
  - Perte de la productivité (diminution de la conversion).
  - Diminution du taux de rejet (diminution de la sélectivité).

- Plusieurs mécanismes de colmatage peuvent être différenciés : polarisation de concentration; l'adsorption; le dépôt de matière et blocage de pores (Figure 13).

Dans l'expérimental, le contrôle du colmatage est optimisé en agissant sur l'hydrodynamique du système : filtration tangentielle, vitesse de circulation et l'ajout de promoteurs de turbulence au voisinage de la membrane [21].

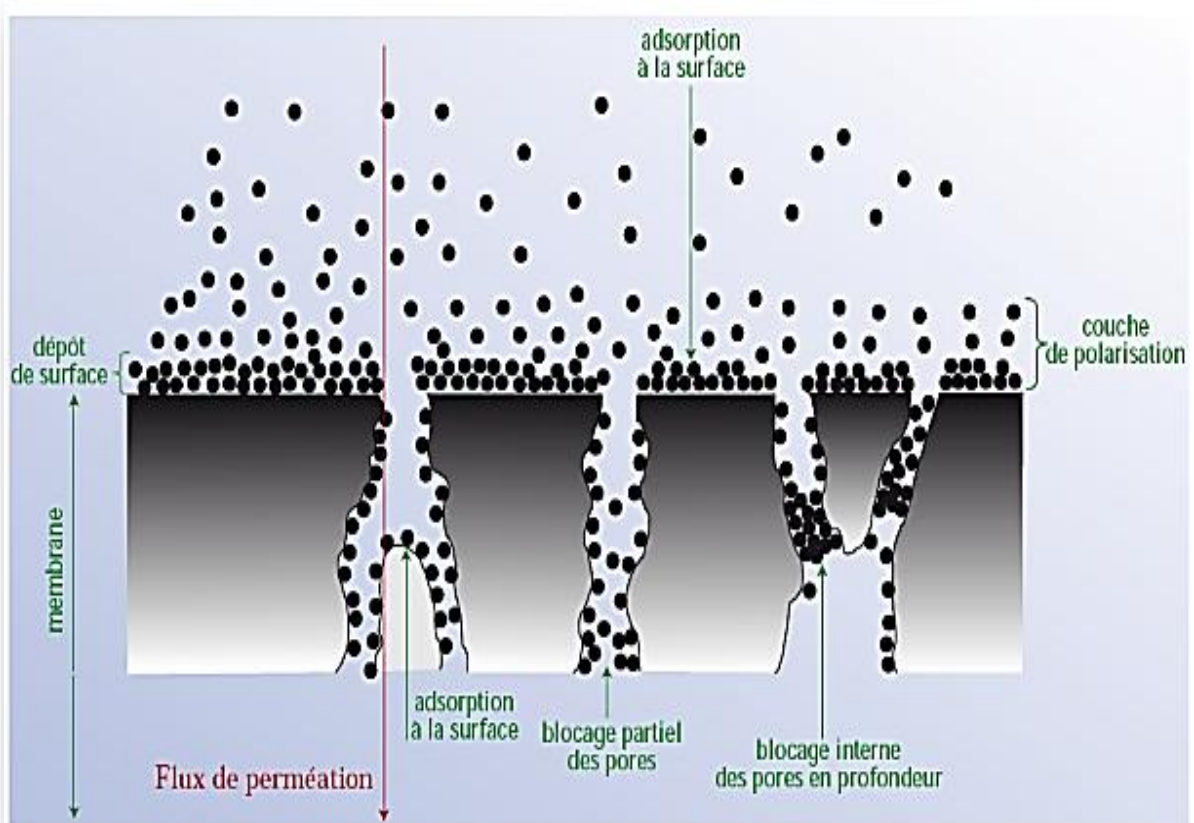


Figure 13: Mécanismes de colmatage.

#### IV. Nettoyages des membranes

Cette procédure est destinée pour limiter le colmatage irréversible de perméabilité, et par le fait même, à augmenter la durée de vie des membranes. Les principales techniques de nettoyage sont nombreuses [5,15]:

- Le rinçage vers l'avant et vers l'arrière.
- Le rétrolavage à l'eau ou à l'air.
- Le nettoyage mécanique avec une balle de mousse (seulement pour les modules tubulaires et pour le colmatage dû à la Matière Organique Naturelle des eaux de surface).
- Le nettoyage chimique de la membrane en utilisant des solutions chimiques appropriées.

Les solutions généralement employées sont présentées dans le tableau ci-dessous, mais il faut s'assurer d'abord qu'elles sont compatibles avec la membrane à nettoyer [22].

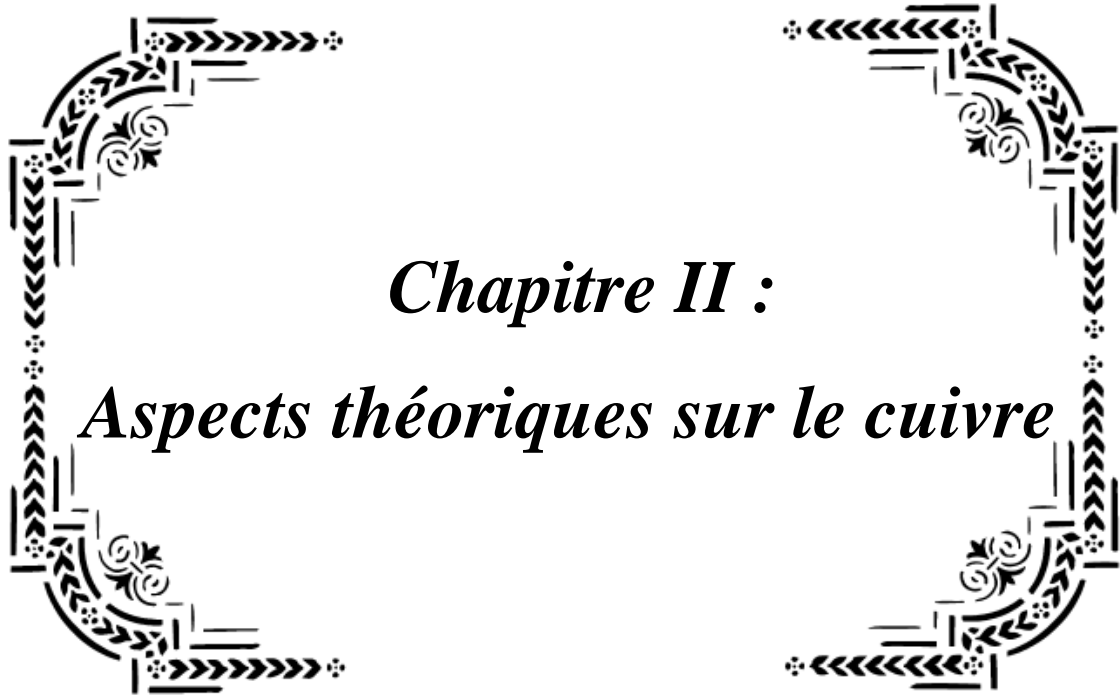
**Tableau 3:** Solutions de nettoyage préconisées.

<b>Type de dépôt</b>	<b>Type de solution de nettoyage</b>
Dépôts carbonates, Hydroxydes	Solutions acides (acide citrique, acide chlorhydrique)
Dépôts organiques	Solutions basiques (soude caustique)
Dépôts organiques, Protéines	Solutions de détergents (avec ou sans enzymes)
Dépôts biologiques dus à des développements bactériens	Solutions oxydantes (chlore)

## Références bibliographiques

- [1] Prasad, R., K. K. Sirkar, Membrane-Based Solvent Extraction. « Membrane handbook ». New York: Chapman & Hall, 1992..
- [2] Ghidossia, Rémy, Damien Veyreta, Philippe Moulinb. « Estimation des pertes de charges dans des fibres creuses: Production d'eau potable par ultrafiltration ». 17ème congrès français de mécanique, 2005.
- [3] Audinos, Rémy, Pierre Isoard. « Glossaire des termes techniques des procédés membranaires », 1986.
- [4] Tamas, Adrian Paul. « Étude comparée du colmatage en nanofiltration et en ultrafiltration d'eau de surface », 2004.
- [5] Metaiche Mehdi. « Optimisation des Systèmes de Dessalement par Osmose Inverse: conception, paramètres de fonctionnement », 2006.
- [6] Berland Jean-Marc, Juery Catherine, Les procédés membranaires pour le traitement de l'eau, Document technique n°14 du Direction de l'Espace Rural et de la Forêt (Ministère de l'agriculture, de l'alimentation, de la pêche et des affaires rurales- France), 2002.
- [8] Maurel Alain. « Osmose inverse et ultrafiltration. II Technologie et applications ». Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés 3, 1989.
- [9] Hamlaoui, M. L., R. Kherrat, M. Marrakchi, N. Jaffrezic-Renault, et Alain Walcarius. « Development of an ammonium ISFET sensor with a polymeric membrane including zeolite », 2002.
- [10] Wagner Jorgen, Membrane filtration Handbook: Practical Tips and Hints, Edition Osmonics, 2001.
- [11] Pontié M, Rumeau M, Letellier P, Sarrade S, Schrive L. Les techniques séparatives à membranes – Théorie, applications et perspectives, Paris : Union Internationale pour les applications de l'électricité, 2001.
- [12] Belfort, Georges, Robert H. Davis, Andrew L. Zydney. « The behavior of suspensions and macromolecular solutions in crossflow microfiltration », 1994.
- [13] P. Aptel, P. Moulin, F. Quemeneur : Les Cahiers du CFM n°2. Club Français des Membranes, 2002.
- [14] Renaudin Viviane, Le dessalement de l'eau de mer et des eaux saumâtres, dossier pluridisciplinaire sur l'eau du site Culture Sciences-Chimie, 2003.
- [15] Alain Maurel, Osmose Inverse: Technologie, Manuel du cours en tensif sur 'techniques à membranes et dessalement de l'eau de mer et des eaux saumâtres:

- principes et état de l'art, Tunis, 2004.
- [16] Baker Richard W., Membrane Technology and Applications, John Wiley & Sons Edition, 2004.
- [17] Boutheyna Aoufi, Mohamed Amine Didi. « Removal of Copper (II) and Iron (III) mixture by pilot Nanofiltration ». european chemical bulletin 5, 2017.
- [18] Maurel Alain., Osmose Inverse et Ultrafiltration: II- Technologie et Application, Techniques de l'Ingénieur, Imprimerie Strasbourgeoise, 1996.
- [19] Cabane, B., M. Meireles, P. Aimar. « Cake collapse in frontal filtration of colloidal aggregates: mechanisms and consequences », 2002.
- [20] Reis, Robert van, Skand Saksena. « Optimization diagram for membrane separations », 1997.
- [21] Bessiere, Yolaine, Patrice Bacchin, Nouhad Abidine. « Evaluation du colmatage de fibres creuses en mode frontal: détermination des conditions critiques pour un fonctionnement durable », 2005.
- [22] Metaiche, M. « Technologie membranaire ». Université de Bouira, 2014.



*Chapitre II :*  
*Aspects théoriques sur le cuivre*

## **I. Introduction**

Un métal est un élément chimique, issue fréquemment d'un minerai doté d'un éclat particulier, bon conducteur de chaleur et d'électricité, ayant des caractéristiques de dureté et de malléabilité, s'associant facilement avec d'autres éléments pour construire des alliages utilisables par l'homme [1].

On appelle les métaux lourds, les éléments métalliques présents dans les différents compartiments de l'environnement, caractérisés par une masse volumique élevée. On dit alors que ces métaux sont présents « en traces » [2].

Les éléments traces sont essentiels au déroulement des processus biologiques mais à de très faibles quantités, deviennent toxiques à fortes concentrations. C'est le cas du: cuivre(Cu), fer(Fe), zinc(Zn), cobalt(Co), manganèse(Mn)...etc. [1,2]

Ce chapitre se limitera alors à donner la définition de l'élément **cuivre (Cu)**, à savoir son historique, son origine, ses propriétés, ses états d'oxydation, ses alliages, ses applications, ses effets sur les systèmes biologiques et enfin sa toxicité.

## **II. Historique**

Le cuivre est majoritairement utilisé par l'homme sous forme de métal car il est naturellement présent dans la croûte terrestre d'environ 550 millions de tonnes depuis l'Antiquité [3].

Des objets en cuivre furent découverts en Iran datant de plus de 5000 ans avant Jésus-Christ, de même que des mines de cuivre qui étaient exploitées au Moyen-Orient, dans les Balkans et sur l'île de Chypre. En raison de ses nombreuses propriétés, il fut utilisé dans la fabrication de plusieurs objets comme les boussoles, les balances et les montres [4].

## **III. Origine**

Naturellement, le cuivre peut présenter une quantité assez modeste dans la composition de la croûte terrestre d'environ 0,01% (55 grammes de cuivre en moyenne dans une tonne de roche) sous forme de traces mélangées à d'autres minerais, comme le pyrite de cuivre ou Chalcopyrite ( $\text{CuFeS}_2$ ), Bornite ( $\text{Cu}_3\text{FeS}_3$ ), Chalcosite ( $\text{CuS}$ ) et Cuprite ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ); qui doivent être essentiellement traités pour fournir du métal brut, lequel peut ensuite être affiné pour atteindre une qualité convenant à l'usage souhaité [5].



**Figure 1:** Mine de Chuquicamata (plus grande mine de cuivre au monde).

#### IV. Définition et propriétés physico-chimiques

Le cuivre est un métal de transition rouge orangé, brillant, noble, ductile, malléable, peu oxydable, susceptible d'un très beau poli, peu cher, très répandu et non toxique [6] (Figure 2).



**Figure 2:** Le cuivre a l'état natif.

Les caractéristiques physico-chimiques du cuivre sont résumées dans le tableau suivant [7,8]:

**Tableau 1:** Les caractéristiques physico-chimiques du cuivre :

Caractéristiques	Valeurs	Caractéristiques	Valeurs
Nombre atomique	29	Isotopes	$^{63}\text{Cu}$ , $^{65}\text{Cu}$
Masse atomique	63,546 g.mol <sup>-1</sup>	Nombre de période	4
Etat physique	Solide	Nombre de groupe	11
Point de fusion	1084,62 °C	Configuration Electronique	[Ar] 3d <sup>10</sup> 4s <sup>1</sup>
Point d'ébullition	2562 °C	Etat d'oxydation	+1, +2, +3
Rayon atomique	1,291 Å	Energie de 1ère ionisation	745,49 KJ/mol
Electronégativité	1,9 V	Energie de 2ème ionisation	1957,93 KJ/mol
Volume molaire	7,11 cm <sup>3</sup> /mol	Energie de 3ème ionisation	3554,64 KJ/mol
Densité	8960 (293K)	Enthalpie de fusion	13 KJ/mol
Résistivité électrique	1,673 μΩ.cm	Enthalpie d'évaporation	306,7 KJ/mol
Structure cristalline	CFC	Potentiel standard	+0,522 V (Cu <sup>+</sup> /Cu) +0,345 V (Cu <sup>2+</sup> /Cu)

## V. Les états d'oxydation du cuivre

La chimie du cuivre est riche à cause de ces multiples états d'oxydation possibles: 0 (forme métallique), +1, +2, +3 et la stabilité relative de chacun est sensible à l'environnement [9].

Le cuivre(I) possède une configuration électronique d<sup>10</sup> donnant généralement des composés incolores, sensibles à l'air et à l'humidité, peuvent être disproportionnés pour donner des espèces de cuivre(II) et cuivre(0). Par contre, les composés de cuivre(II) qui ont une configuration électronique d<sup>9</sup> et se caractérisent par une couleur bleue ou verte, montrent plus de stabilité dans l'air [10].

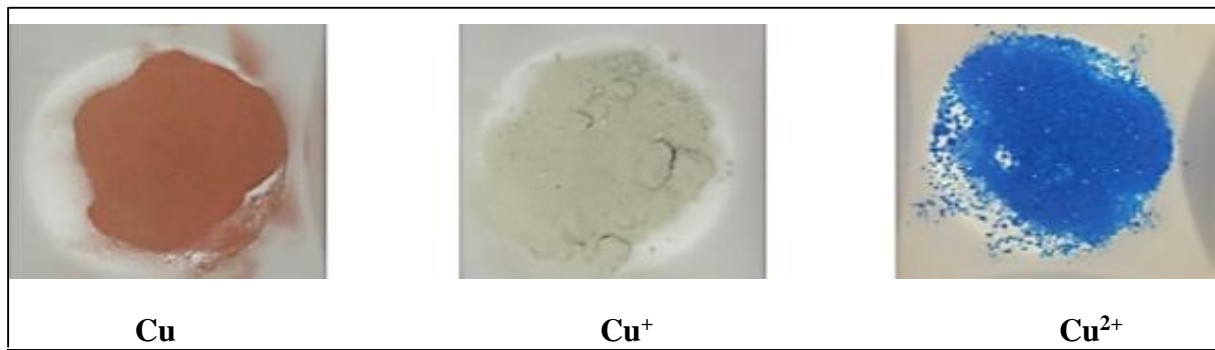


Figure 3: Les états d'oxydation du cuivre en poudre.

## VI. Applications

Le cuivre est un élément nécessaire à la vie, il présente des différentes propriétés mécaniques, thermiques et électroniques. C'est l'un des meilleurs conducteurs de chaleur et d'électricité car il présente une résistivité électrique très faible. Il est largement utilisé dans : [11,12]

- La fabrication de matériels électriques : fils, transformateurs et enroulements des moteurs dynamos (Figure a).
- La plomberie et les équipements industriels (Figure b).
- L'automobile et en chaudronnerie (Figure c).

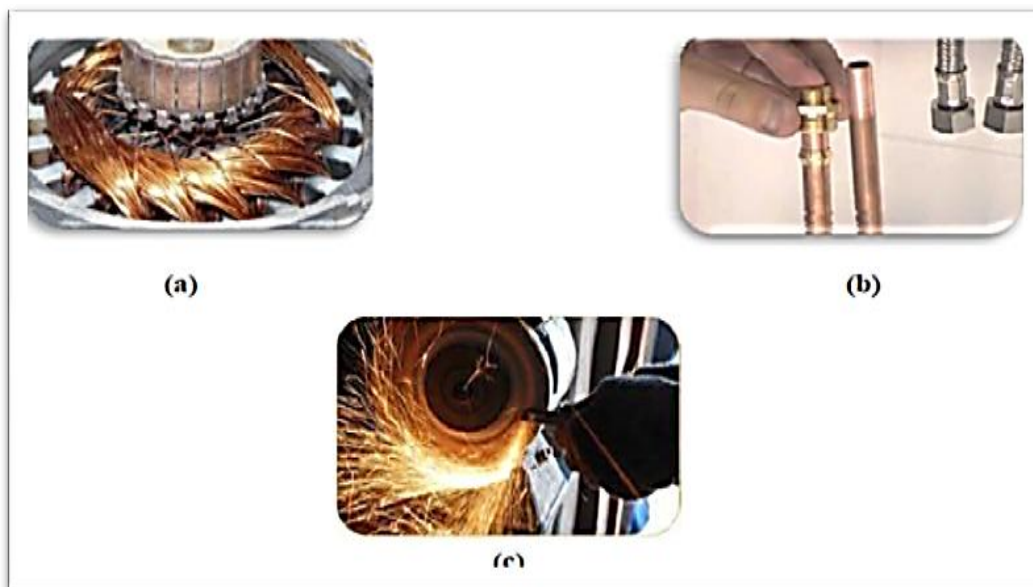


Figure4: Les applications principales du cuivre.

## VII. Les alliages de cuivre

En métallurgie, plusieurs alliages sont produits à partir du cuivre en le combinant à d'autres métaux pour augmenter ses propriétés physiques comme le laiton (cuivre et zinc), le bronze (cuivre et étain), le maillechort (cuivre, nickel et zinc) [13]. Ces mélanges, malgré leur faible conductivité électrique ils sont plus durs, plus durables et présentent une résistance à la corrosion meilleure que le cuivre pur [14].



**Figure 5:** Pièce de monnaie (75% Cuivre + 25% Nickel).

## VIII. Effets du cuivre sur les systèmes biologiques

L'organisme d'un nourrisson possède trois fois plus de cuivre qu'un adulte, d'où son importance pour le métabolisme. Il est un élément indispensable à de nombreux processus vitaux tels que le transfert d'électrons, la gestion des métaux, la régulation du cholestérol et le transport de l'oxygène et parfois il est impliqué dans des activités catalytiques [15].

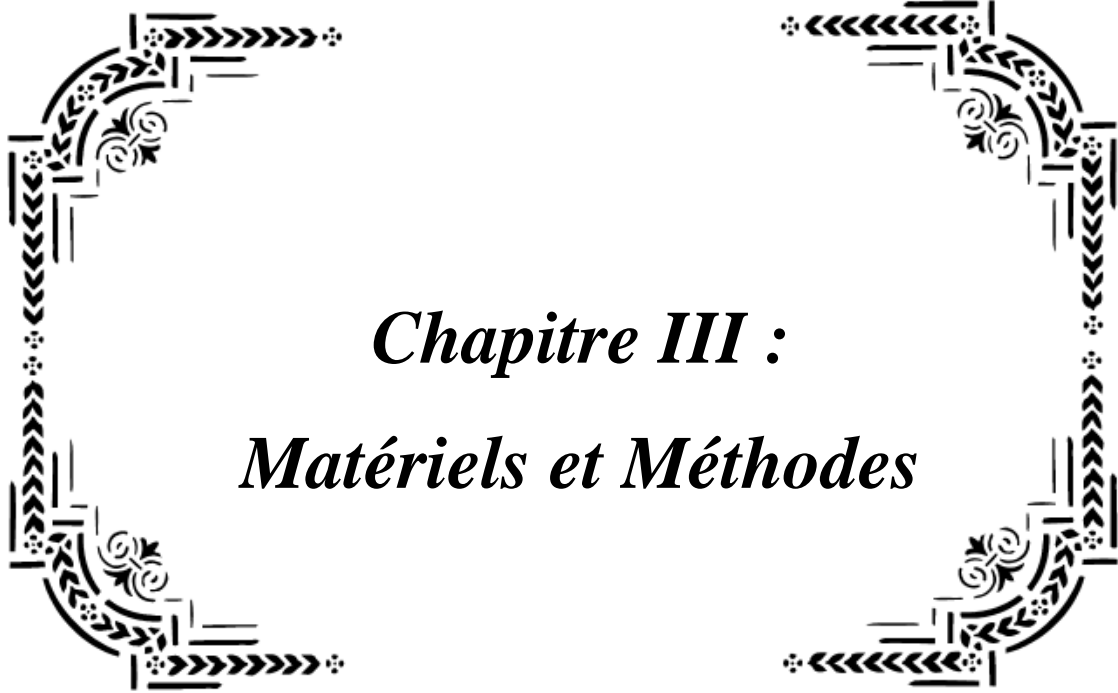
## IX. Toxicité

Le cuivre peut se trouver dans différents types d'aliments, dans l'eau, dans l'air d'où on l'absorbe chaque jour en mangeant, buvant et respirant. Cette absorption est nécessaire pour la santé, mais des quantités de cuivre excessives supérieures à 5 mg/L considérées comme norme, peuvent provoquer des problèmes de santé graves [16].

Le cuivre est un métal lourd, non biodégradable, il présente une action toxique énorme pour l'environnement, il s'accumule dans les premières couches du sol. En effet, 99% du cuivre se lie fortement aux matières organiques et aux minéraux, en cas de fortes teneurs en cuivre, il peut engendrer la structure des feuillettes d'argile [17].

## **Références bibliographiques**

- [1] Naseem, R., S. S. Tahir. « Removal of Pb (II) from aqueous/acidic solutions by using bentonite as an adsorbent ». *Water Research* 35, 2001.
- [2] Reddad, Zacaria, Claire Gerente, Yves Andres, Pierre Le Cloirec. « Adsorption of several metal ions onto a low-cost biosorbent: kinetic and equilibrium studies ». *Environmental science & technology* 36, 2002.
- [3] Simon, W. *Angew. Chem., Int. Ed.* 2005.
- [4] Matyjaszewski, Krzysztof. « Atom transfer radical polymerization: from mechanisms to applications », 2012.
- [5] Mohamed Hadoud « Contribution à l'étude des éléments chimiques en traces dans les eaux souterraines profondes de la wilaya de Biskra. Cas du cuivre et du zinc ». Université Mohamed Khider-Biskra, 2013.
- [6] Guillemin, Claude. « Contribution à la minéralogie des arsénates, phosphates et vanadates de cuivre. I. Arsénates de cuivre ». *Bulletin de Minéralogie* 79, 1956.
- [7] Umarakhunov, M., K, *Russian Journal of Physical Chemistry*, 1994.
- [8] Kim, Y.S, Choi, J.M., *Bull. Korean Chemistry*, 2003.
- [9] Prunet R., Bourdin D., et PrévotEAU D., *Structure de la matière (Chimie inorganique) Sciences et technologies de laboratoire*, 1996.
- [10] Stibrany, R. S., D.; Kacker, S.; Patil, A. (Exxon Research and Engineering), 1999.
- [11] F.A. Cotton, G. Wilkinson, *Advanced Inorganic Chemistry*, Fifth ed. John Wiley & Sons, 1988.
- [12] Hanapi.M, Norasikin.O ; selective emulsion liquid membrane extraction of Silver from liquid photographic waste industries ». PhD Thesis, Universiti Teknologi Malaysia, 2006.
- [13] Bahatta Charyya, S.N, Ganguly, B., *Journal of Colloïde and Interface Science*, 1987.
- [14] Arnaud, Dominique, Jean Barbery, Roser Biais, Bernard Fargette, Pierre Naudot. « Propriétés du cuivre et de ses alliages ». *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, 1985.
- [15] Szymanowski, J., «Hydroxyoximes and copper hydrometallurgy», CRC Press, Boca Raton, 1993.
- [16] Evano, Gwilherm; Blanchard, Nicolas., *Copper-Mediated Cross-Coupling Reactions*. John Wiley & Sons: New York, 2013.
- [17] Gilbin, Rodolphe « Caractérisation de l'exposition des écosystèmes aquatiques à des produits phytosanitaires: spéciation, biodisponibilité et toxicité. (Roujan, Hérault, France) », 2001.



*Chapitre III :*  
*Matériels et Méthodes*

## I. Introduction

On décrit dans ce chapitre les expériences effectuées ainsi que la méthode d'analyse utilisée, on s'est intéressé à l'extraction du cuivre (II) par nanofiltration dans un milieu d'acétate. Ce travail étudie différents paramètres, qui sont:

- Effet de la concentration.
- Effet de la pression.
- Effet du pH.

## II. Réactifs chimiques

Au cours de notre étude expérimentale, tous les produits chimiques utilisés étaient de qualité analytique :

L'acétate de cuivre «  $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  » de  $M = 199,65 \text{ g/mol}$  (fourni par **CARLO-ERBA**), l'acide chlorhydrique (HCl) 38% (fournis par **SIGMA-ALDRICH**) et le (PAN) : 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol de  $M = 249,27 \text{ g/mol}$  (fourni par **SIGMA-ALDRICH**) ; qui est utilisé comme indicateur de complexométrie.

## III. Appareillage

- Le dosage du cuivre (II) a été effectué sur un spectrophotomètre UV-Visible de marque **Analytik Jena Specord 210 Plus**.
- Les mesures du pH ont été effectuées avec un pH-mètre (**ADWA**).
- Une balance analytique électronique (**OHAUS**).
- Un conductimètre (**ADWA**) muni d'une électrode pour les mesures de la conductivité.
- Le pilote **MP72** muni d'une membrane de nanofiltration pour l'extraction du cuivre (Figure 1).

## IV. Préparation des solutions

### IV.1. Effets de la concentration et de la pression

#### IV.1.1. Préparation d'une solution de cuivre à 50 ppm

Dans une fiole jaugée de **5 L**, on introduit une masse d'acétate de cuivre de **6,2800 g** ( $M=199,65 \text{ g/mol}$ ) que l'on dissout dans un minimum d'eau nanofiltrée qu'on a complété jusqu'au trait de jauge. La solution est versée dans la cuve d'alimentation, puis on a ajouté l'eau nanofiltrée jusqu'à un volume total de **40 L**.

#### IV.1.2. Préparation d'une solution de cuivre à 75 ppm

Dans une fiole jaugée de **5 L**, on introduit une masse d'acétate de cuivre de **9,4205 g** ( $M=199,65 \text{ g/mol}$ ) que l'on dissout dans un minimum d'eau nanofiltrée qu'on a complété jusqu'au trait de jauge. La solution est versée dans la cuve d'alimentation, puis on a ajouté l'eau nanofiltrée jusqu'au volume total de **40 L**.

#### IV.1.3. Préparation de la solution du PAN à $10^{-3} \text{ mol/L}$

Dans une fiole jaugée de **10 mL**, on introduit une masse de **0,0024 g** du PAN ( $M= 249,27 \text{ g/mol}$ ) et on complète avec l'éthanol jusqu'au trait de jauge.

### IV.2. Effet du pH

On prépare les deux solutions de cuivre (II) (**50 ppm** et **75 ppm**). Pour chaque solution on ajuste le pH à  $\text{pH}= 3,0 ; 4,0$  et  $5,0$  avec quelques millilitres d'acide chlorhydrique.

## V. Méthodes d'analyse

### V.1. Étalonnage

Afin de doser le cuivre, on prépare une gamme d'étalons à différentes concentrations à partir d'une solution mère de **100 ppm**. Les quantités prélevées de cette solution pour la préparation et les concentrations des étalons sont indiquées dans le tableau suivant:

**Tableau 1:** Les solutions étalons pour le Cuivre (II).

Métal	$\lambda$ (nm)	Les solutions étalons											
		C(ppm)	60	55	50	45	40	35	30	25	20	15	10
Cu	554	V(mL)	6	5,5	5	4,5	4	3,5	3	2,5	2	1,5	1

## V.2. Analyse par spectrophotométrie UV-Visible

La spectrophotométrie est une méthode analytique qualitative et quantitative, qui mesure l'absorbance (ou la densité optique) d'une substance donnée, généralement en solution.

Elle permet de réaliser des dosages grâce à la loi de Beer-Lambert (équation 6) qui montre une relation de proportionnalité entre l'absorbance et la concentration, aussi bien qu'une étude structurale des complexes par l'étude des spectres d'absorption.

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot C \quad (6)$$

Avec :

A : l'absorbance.

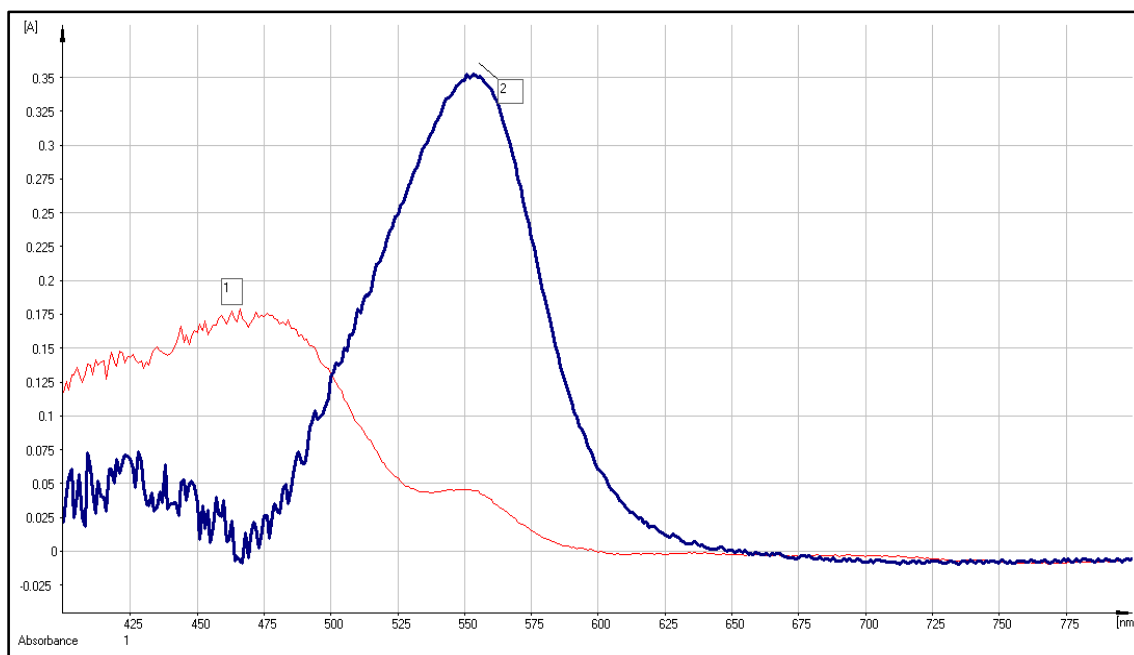
$\varepsilon$  : le coefficient d'absorption molaire en  $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$

l : la longueur de cuve en cm.

C : la concentration de la solution en mol/L.

Afin d'analyser les échantillons qui contiennent le cuivre, On prépare comme suit :

- Pour le blanc (référence) : On utilise **4mL** de la solution tampon (**pH=4,0**), on ajoute **200  $\mu$ L** d'eau distillée puis **200  $\mu$ L** de PAN.
- Pour l'échantillon : On utilise **2mL** de la solution tampon (**pH=4,0**), on ajoute **100  $\mu$ L** d'échantillon puis **100  $\mu$ L** de PAN.



**Figure 1:** Spectre Uv-Visible de PAN(1) et de son complexe avec Cu(II) (2).

## VI. Montage expérimental

### VI.1. Equipement pilote

Ce procédé de traitement des eaux est une technique de séparation par membrane dont la force motrice est un gradient de pression. Son intérêt réside dans le fait que certaines molécules ( $10^{-6}$  à  $10^{-7}$ m) et certains ions sont arrêtés, tandis que les molécules du solvant passent.



Figure 2: Vues face et arrière du pilote de nanofiltration (MP72).

### VI.2. Manipulation du pilote de nanofiltration

Pour réaliser les expériences, il faut savoir manipuler le pilote, pour cela certaines instructions et étapes s'avèrent nécessaires.

### **VI.2.1. Mise en marche du pilote**

- Avant toutes choses, il faut allumer le pilote d'un bouton **ON**, après l'avoir raccordé d'une prise électrique 230V.
- Vérifier que la vanne vidange **V1** est fermée, puis mettre la solution métallique, ou du l'eau acide pour le lavage, dans la cuve ou bac d'alimentation **B1**.

#### **Remarque:**

Toutes les vannes du circuit produit sont fermées.

- Ouvrir **V2** pour mettre la cuve ou bac d'alimentation **B1** en ligne.
- Appuyer sur le bouton bleu « **MARCHE** » pour mettre la pompe en route.
- Ouvrir **V3** pour permettre le retour à la cuve d'alimentation **B1** sans passer par la membrane.
- Ouvrir **V22** afin de recycler totalement le perméat.
- Après avoir choisir la membrane de nanofiltration, ouvrir **V7**, **V10** et **V11**.
- Ouvrir **V14** pour mettre en ligne la fin du circuit perméat.
- Ouvrir **V16** (légèrement) et pour mettre en ligne le retour du rétentat à B1.
- Ouvrir **V5** et **V15** pour pouvoir lire les pressions sur les manomètres.
- Ouvrir progressivement la vanne **V4** pour pouvoir fixer la pression voulue dans le cas contraire jouer à la fois sur l'ouverture de **V4** et sur la fermeture de **V3** afin de faire varier les pressions et le débit.
- Lire le débit de perméat sur le débitmètre **FI3**, le débit de rétentat sur le débitmètre **FI2** puis le débit d'alimentation sur le débitmètre **FI3**.
- Lire la pression d'entrée du module sur le manomètre **PI1** et la pression de sortie sur le manomètre **PI2**.

### **VI.2.2. Mise en arrêt du pilote**

- Fermer doucement **V2** afin de court-circuiter la membrane.
- Fermer totalement **V3** puis **V4**.
- Appuyer sur le bouton rouge « **ARRET** ».
- Ouvrir **V1** pour la vidange ou l'évacuation de la solution.
- Fermer les vannes suivantes : **V7**, **V10**, **V11**, **V5**, **V15**, **V14**, **V16** et **V19**.

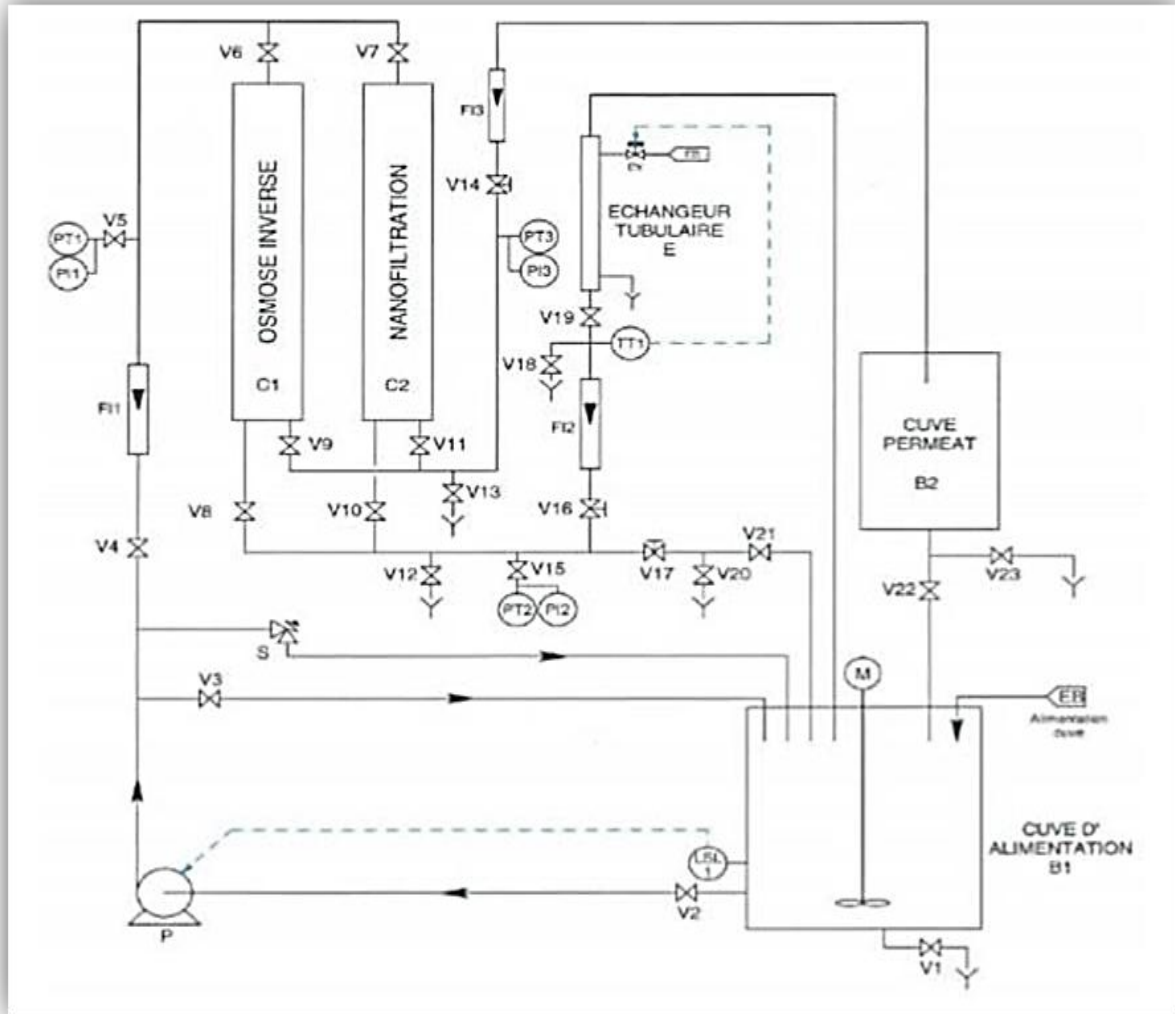
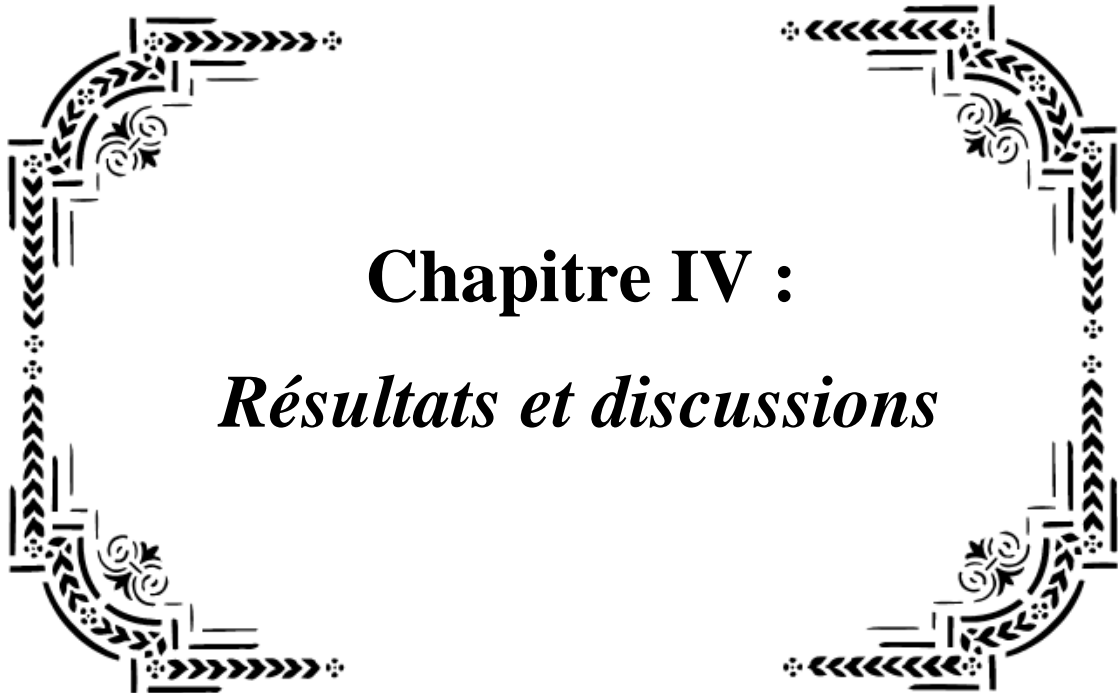


Figure 3: Schéma de principe.

### VI.3. Procédure d'extraction

Toutes les expériences ont été réalisées au Laboratoire des technologies de séparation et purification (**LTSP**). Ces expériences ont été effectuées en mode discontinu (recyclage total); le perméat et le retentât ont été renvoyés dans la cuve d'alimentation afin de maintenir une concentration constante. Les essais relatifs à l'influence de la pression ont été effectués dans la plage de **6 à 13,5 bars**. Après chaque manipulation, la membrane est nettoyée durant **10 à 15 mn** par l'eau de robinet pour la rincer et s'assurer que la solution n'y est plus dans la tuyauteries puis elle est nettoyée par une solution d'acide chlorhydrique (**HCl**) pendant **20 minutes**. Cette membrane est ensuite rincée à l'eau distillée environ **15 mn**.



**Chapitre IV :**  
*Résultats et discussions*

## I. Introduction

Notre travail porte sur l'extraction de Cu (II) à partir d'une solution acétate en utilisant le pilote de nanofiltration. Nous avons adopté la Spectrophotométrie UV/Visible en utilisant le PAN comme complexant pour le cuivre. Différents paramètres ont été étudiés tels que le pH, effet de concentrations, et effet de pression.

## II. Analyse par UV-visible

La réaction entre le PAN et Cu (II) est très rapide pour former un complexe de couleur violet, qui absorbe dans le domaine visible ( $\lambda_{\text{max}} = 554 \text{ nm}$ ). Des concentrations de Cu (II) variantes de 10 ppm à 60 ppm ont été préparées pour tracer la courbe d'étalonnage.

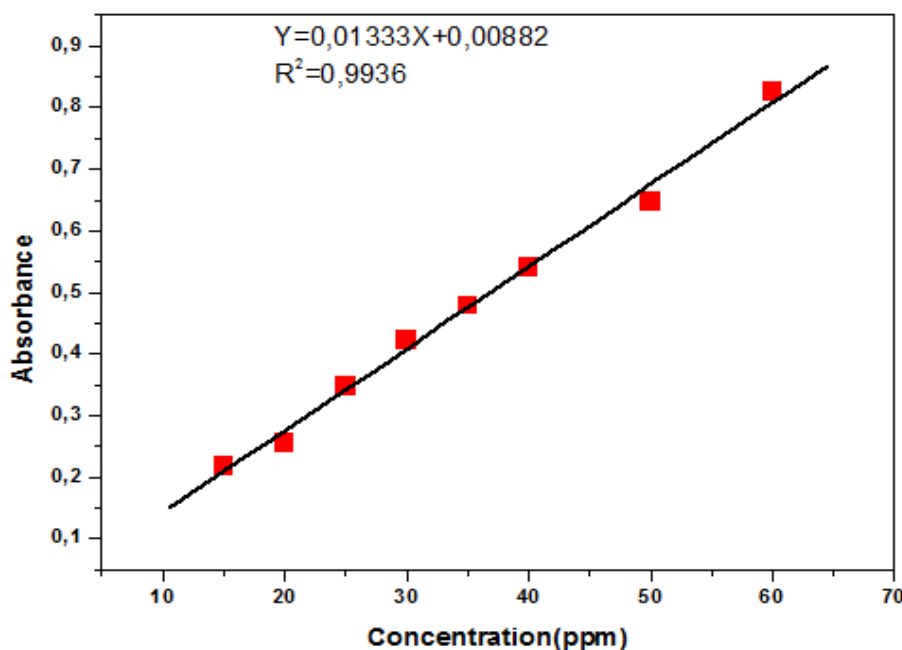
### ➤ Courbe d'étalonnage

- La courbe ci-dessous est linéaire sur l'intervalle de concentration choisi.
- La relation mathématique qui régit cette droite est de la forme:

$$\text{Abs} = 0,01333 [\text{Cu(II)}] + 0,00882 \quad (1)$$

D'où l'expression qui donne, directement, le rendement en cuivre pour n'importe quelle concentration située dans l'intervalle de concentration choisi.

$$[\text{Cu (II)}] = (\text{Abs} - 0,00882) / 0,01333 \quad (2)$$



**Figure 1:** Courbe donnant l'absorbance en fonction des concentrations de Cu (II).

### III. Etude de la prédominance des espèces

- Cette partie est consacrée à l'étude du comportement du cuivre (II) pour déterminer les espèces susceptibles d'être formées en milieu aqueux à différents pH.
- Ce travail a été effectué à l'aide du logiciel Medusa [1].
- L'ion métallique sous sa forme libre est majoritaire à des pH inférieurs à 7 pour Cu (II).
- Les métaux sont chargés positivement, leur éjection se fait loin de la membrane car la nanofiltration est basée sur la théorie de la répulsion électrostatique.

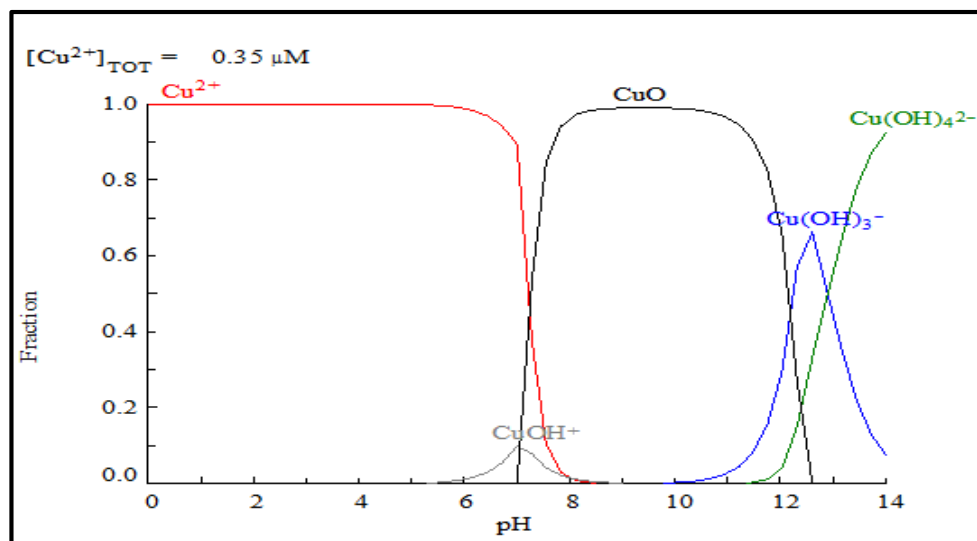


Figure 2: Fractions d'espèces du Cuivre en fonction du pH.[1]

### IV. Extraction de Cu (II) par Nanofiltration

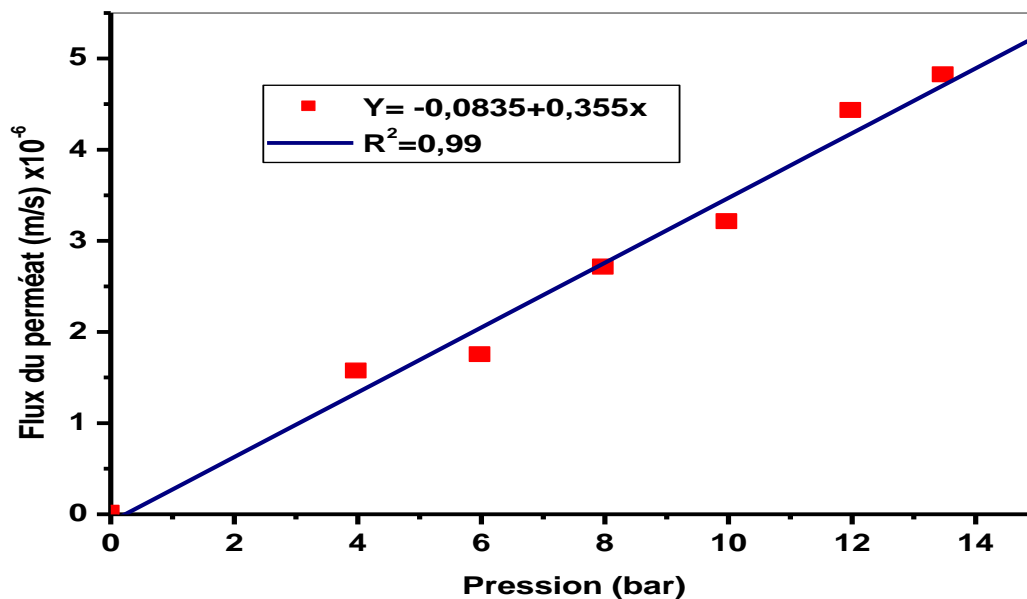
Dans cette partie, une membrane polyamide noté SNTE NF 270-2540 a été utilisée dans une extraction membranaire, pour l'extraction du Cu (II), à partir d'une solution acétate.

#### IV.1. Mesure de la perméabilité hydraulique

L'étude de la perméabilité membranaire est nécessaire afin de connaître les caractéristiques de la membrane.

La perméabilité membranaire ( $L_p$ ) a été calculée en utilisant l'équation de Darcy (Eq3).

$$J_V = L_p(\Delta P - \sigma \Delta \pi) \quad (3)$$



**Figure 3:** Variation du flux de solvant en fonction de la pression.

- D'après la figure 3, le flux de solvant (l'eau) augmente avec l'augmentation de la pression, donc il suit l'équation de Darcy (Eq 3).

- On travaille avec des solutions diluées (40 L), donc on peut négliger  $\sigma \Delta\pi$  dans l'équation (3), et par la suite la perméabilité correspond à la pente de la droite de la figure 3 :

$$L_p = 0,355 \times 10^{-6} \text{ m s}^{-1} \text{ bar}^{-1}.$$

## IV.2. Effet du pH

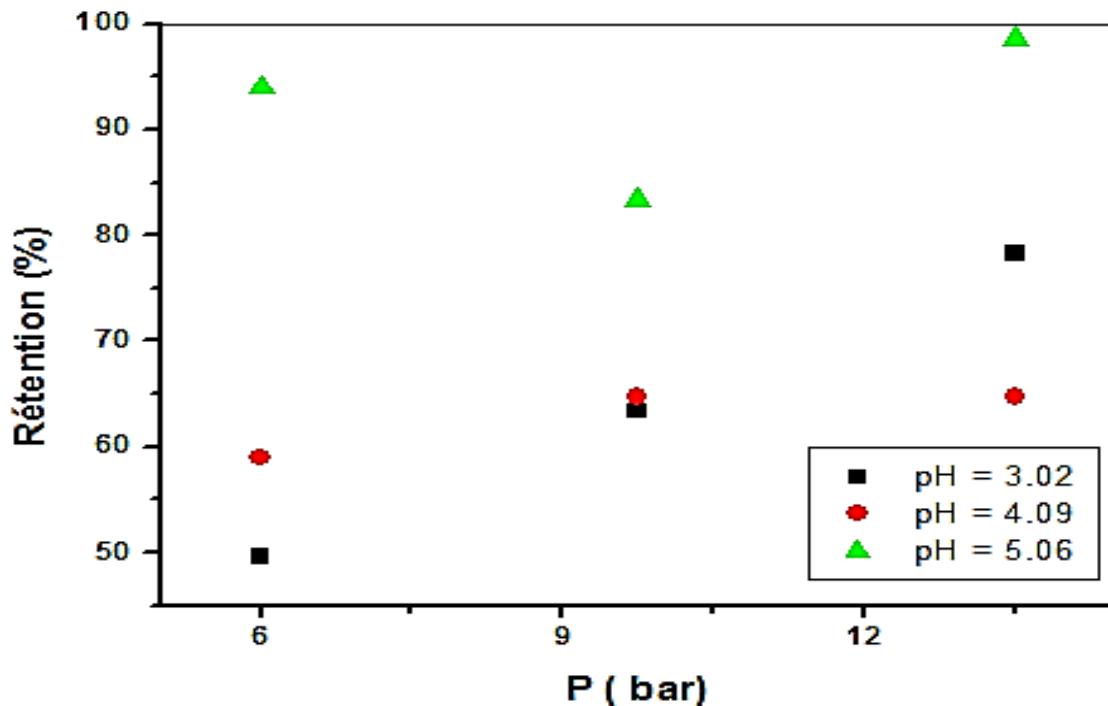
Le changement du pH est très important, affectant la concentration et la procédure d'extraction du métal, il est bien connu que la taille des pores et la charge de la surface membranaire, peut être modifiée par le changement du pH de la solution [2, 3, 7].

Pour cet effet, une solution de Cu (II) a été préparée à différents pH.

La membrane polyamide a un comportement amphotère en solution aqueuse, du fait de la formation des groupes d'ammonium ( $-\text{NH}_3^+$ ) et carboxyle ( $-\text{COOH}$ ). En fonction du pH, ces groupes sont ionisés [8].

Dans le domaine de pH (3,02 à 5,06), la membrane a une charge négative [9].

En respectant le principe d'électroneutralité, lorsque le pH augmente, la rétention du métal augmente car la densité de charge négative de la membrane augmente [10].



**Figure 4:** Variation de la rétention du cuivre (II) en fonction de la pression à (50ppm).

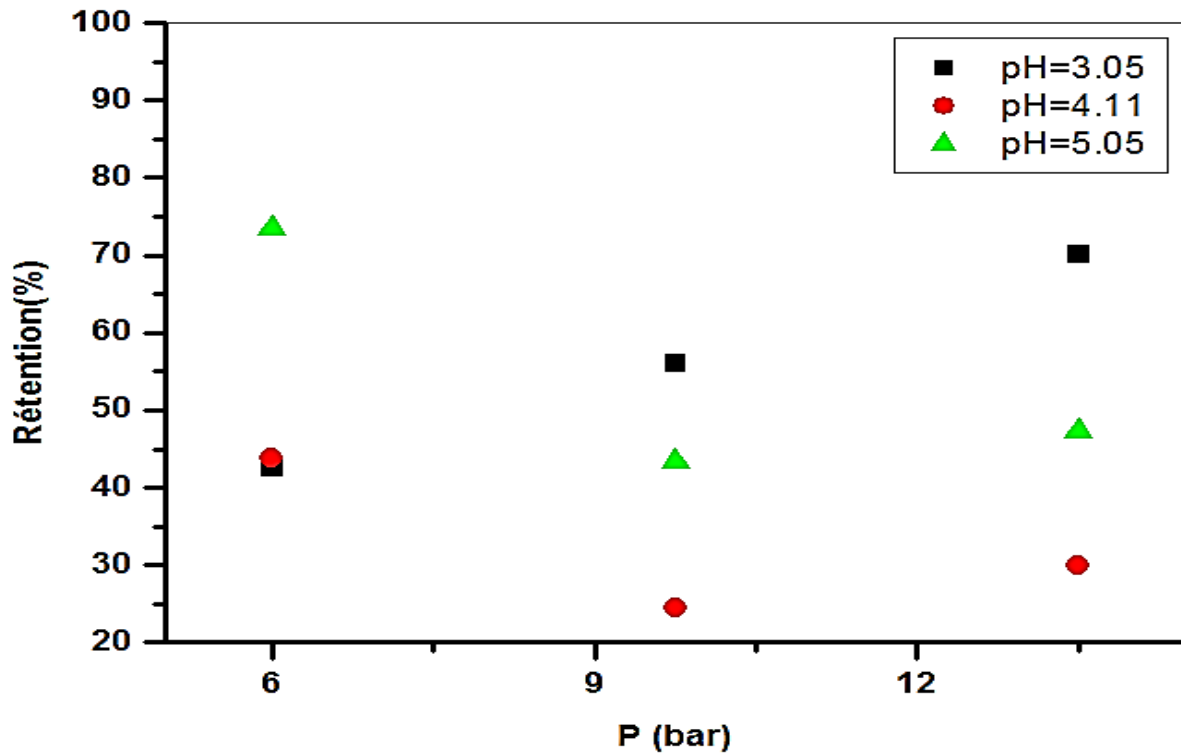
On remarque que les résultats obtenus pour la concentration de 50 ppm montrent que la rétention augmente de 49,67% à 78,29% en fonction de l'augmentation de la pression à pH = 3,02.

Quelque soit la pression pour pH= 4,09 ; on a presque la même rétention (autour de 62%).

Pour pH= 5,06 , la rétention passe de 93,94% à 83,31% pour une variation de 6 à 9,75 bars ; la pression de 9,75 bars correspond à un minimum car au delà de cette pression la rétention augmente jusqu'à 98,56 %.

La meilleure rétention du cuivre (100%) a été observée pour pH= 5,06 et la pression de 13,5 bars à  $[Cu]_0 = 50$  ppm.

**Remarque :** On travaille en recyclage total où les deux solutions de perméat et le rétentat ont été retournés au bac d'alimentation afin de garder une concentration constante.



**Figure 5:** Variation de la rétention du cuivre (II) en fonction de la pression à (75ppm).

Au vu la figure 5, les résultats montrent que pour une solution de 75 ppm, la rétention passe de 42,42 % à 70,15% pour une variation de pression de 6 à 13,5 bars à pH = 3,05.

Pour pH = 4,11 , la rétention passe de 43,92% à 24,40% pour une variation de 6 à 9,75 bars; la pression de 9,75 bars correspond à un minimum car au delà de cette pression la rétention augmente jusqu'à 30 %.

De même pour pH= 5,05 , le rendement passe de 73,55 % à 43,38%. La pression de 9,75 bars correspond à un minimum, car au delà de cette pression la rétention augmente.

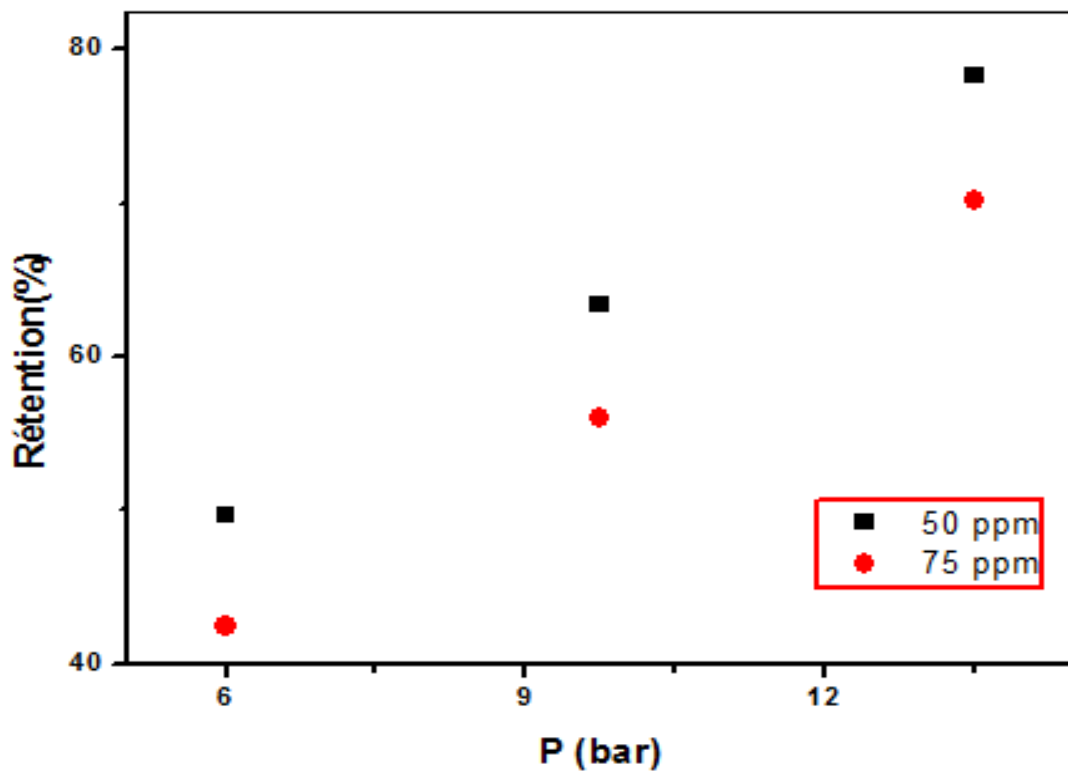
Pour  $[Cu]_0 = 75$  ppm la meilleure rétention du cuivre (73,5 %) a été observée pour pH= 5,05 et pression de 6 bars.

L'augmentation de la rétention des ions de Cu (II) pour une concentration de 50 ppm à pH = 3,02 , pH = 4,09 et une solution de 75 ppm à pH= 3,05 peut être expliquée par l'augmentation du débit d'eau due à la pression, et le transfert des ions à travers la membrane n'augmente pas de la même manière. Ainsi, l'ion sera partagé dans un volume important d'eau, ce qui signifie que la solution de perméat sera moins concentrée et donc la rétention augmente. Ce phénomène a été observé par des travaux antérieurs [11, 12].

### IV.3. Effets de pression et de concentration

Tableau 1: Résultats des expériences

<b>[Cu]<sub>0</sub></b>		<b>50 ppm</b>			<b>75 ppm</b>		
<b>Pe (bars)</b>	<b>pH</b>	<b>3,02</b>	<b>4,09</b>	<b>5,06</b>	<b>3,05</b>	<b>4,11</b>	<b>5,05</b>
<b>6</b>	<b>Rétention (%)</b>	<b>49,67</b>	<b>59,00</b>	<b>93,94</b>	<b>42,42</b>	<b>43,92</b>	<b>73,55</b>
<b>9,75</b>		<b>63,36</b>	<b>64,74</b>	<b>83,31</b>	<b>56,00</b>	<b>24,40</b>	<b>43,38</b>
<b>13,5</b>		<b>78,29</b>	<b>64,74</b>	<b>98,56</b>	<b>70,15</b>	<b>30,00</b>	<b>47,32</b>

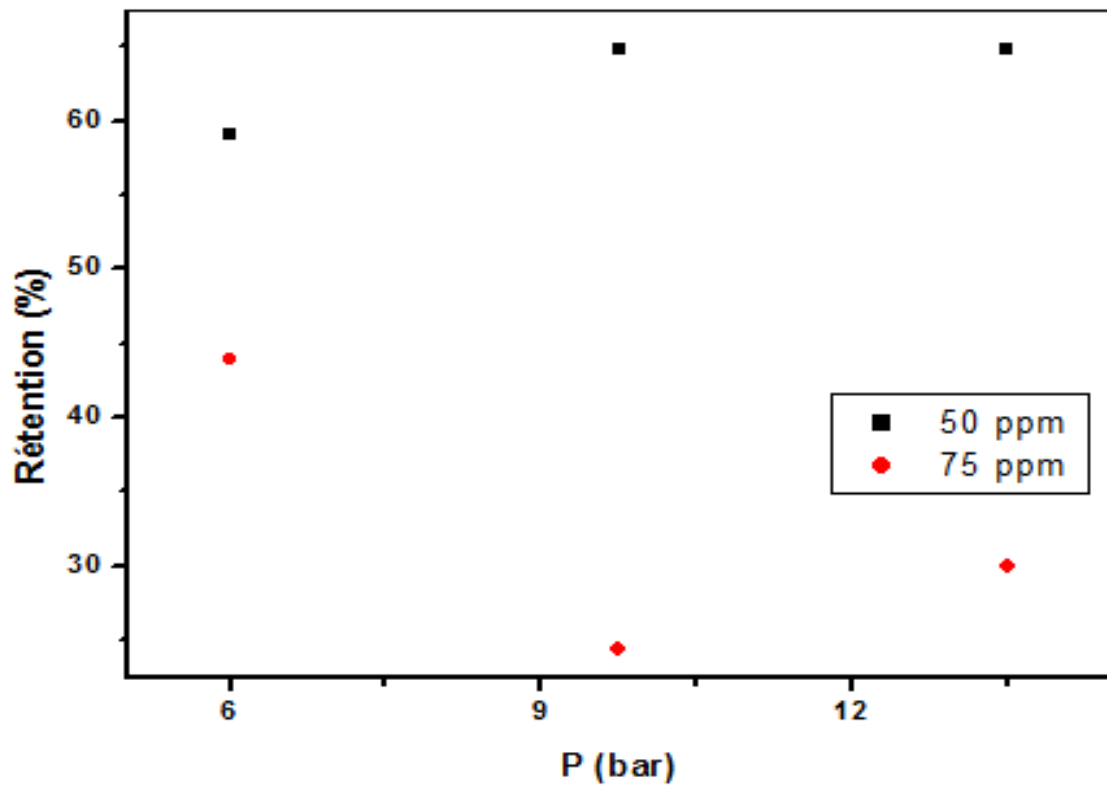


**Figure 6 :** Variation de la rétention du Cuivre (II) en fonction de la pression pour pH=3.

Au vu la figure 6, on remarque que la rétention de la solution initiale à 50 ppm augmente en fonction de l'augmentation de la pression jusqu'à (78,29%).

Pour la solution de 75 ppm la rétention passe de 42,42% à 70,15% en fonction de la pression.

La meilleure condition d'extraction est à P=13,5 bars pour la concentration de 50 ppm.



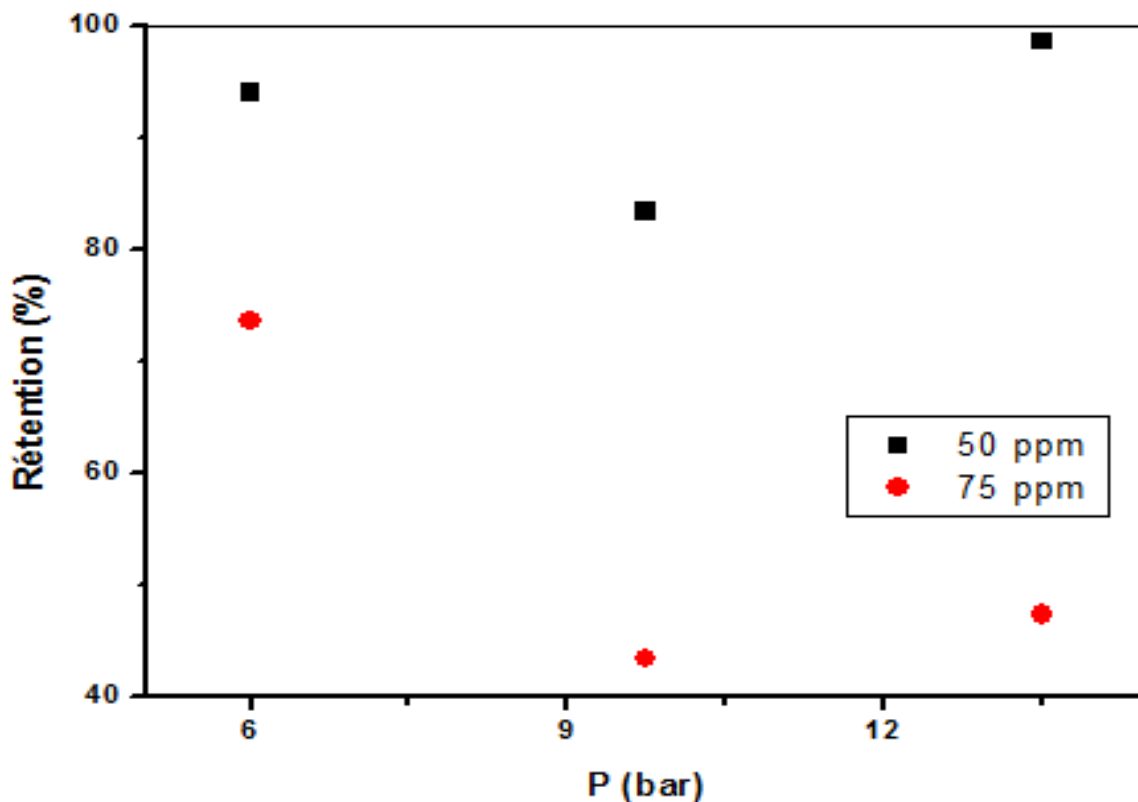
**Figure 7 :** Variation de la rétention du cuivre (II) en fonction de la pression pour pH=4.

Au vu de la figure 7, on remarque que la rétention de la solution initiale de 50 ppm varie de 59% à 64,74% pour des pressions qui varient entre 6 et 9,75 bars.

On remarque aussi que la rétention est constante (autour de 64.74%) quelque soit la pression admise.

Pour la solution contenant 75 ppm, le rendement passe de 43,92 % à 24,40%. La pression de 9,75 bars correspond à un minimum, car au delà de cette pression la rétention augmente.

La meilleure condition d'extraction est dans un milieu dont le pH=4,09 , P=9,75 bars et une concentration de 50 ppm.



**Figure 8 :** Variation de la rétention du cuivre (II) en fonction de la pression pour pH=5.

Au vu de la figure 8, les résultats obtenus montrent que pour la solution contenant 50 ppm, le rendement passe de 93,94% à 83,31%. La pression de 9,75 bars correspond à un minimum, car au delà de cette pression la rétention augmente jusqu'à 98,56%.

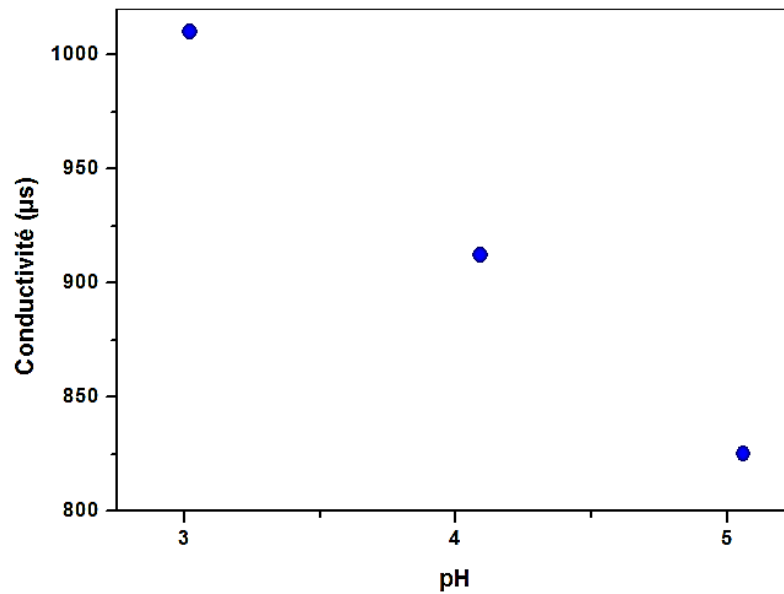
Pour la solution de 75 ppm on constate aussi une diminution de la rétention (73,55% à 43,38%) puis une augmentation jusqu'à 47,32%.

La meilleure rétention (98,56%) est obtenue avec une concentration de 50 ppm sous la pression de 13,5 bars et pH = 5,06.

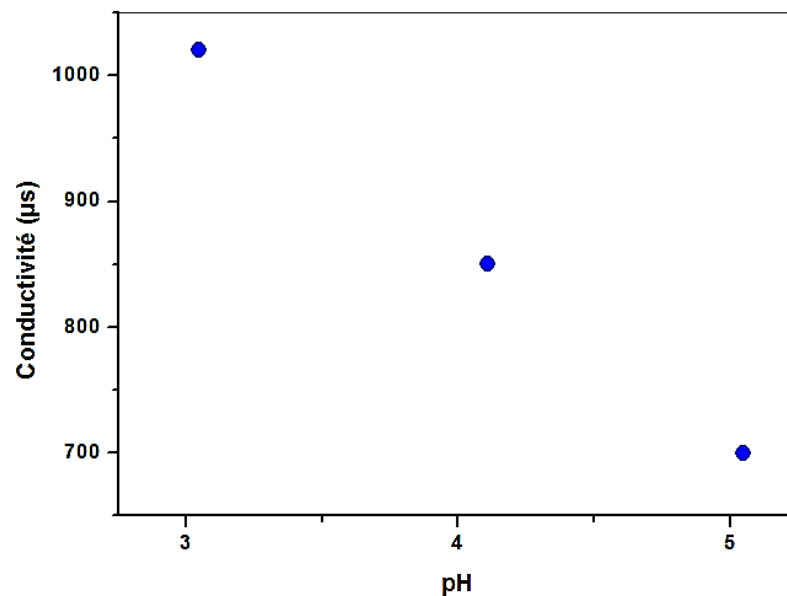
On peut conclure que quelque soit la pression admise et quelque soit le pH, la rétention **diminue** lorsque la concentration en cuivre **augmente**. Ces résultats sont en accord avec la littérature [13].

**Remarque :** La conductivité varie en fonction du pH pour chacune des concentrations, voir figure 9 et 10.

#### IV.4. Effet de la conductivité :



**Figure 9:** Variation de la conductivité en fonction du pH pour  $[Cu]_0 = 50$  ppm.



**Figure 10:** Variation de la conductivité en fonction du pH pour  $[Cu]_0 = 75$  ppm.

- Dans les figures 9 et 10, on remarque que la conductivité diminue une diminution continue avec la diminution de l'acidité de la solution d'alimentation.

- En générale, plus le pH augmente, l'acidité diminue et donc la conductivité diminue.
- La conductivité de la solution diminue lorsqu'on augmente les débits de perméat et du rétentat.

#### IV.5. Effet de la pression sur la température

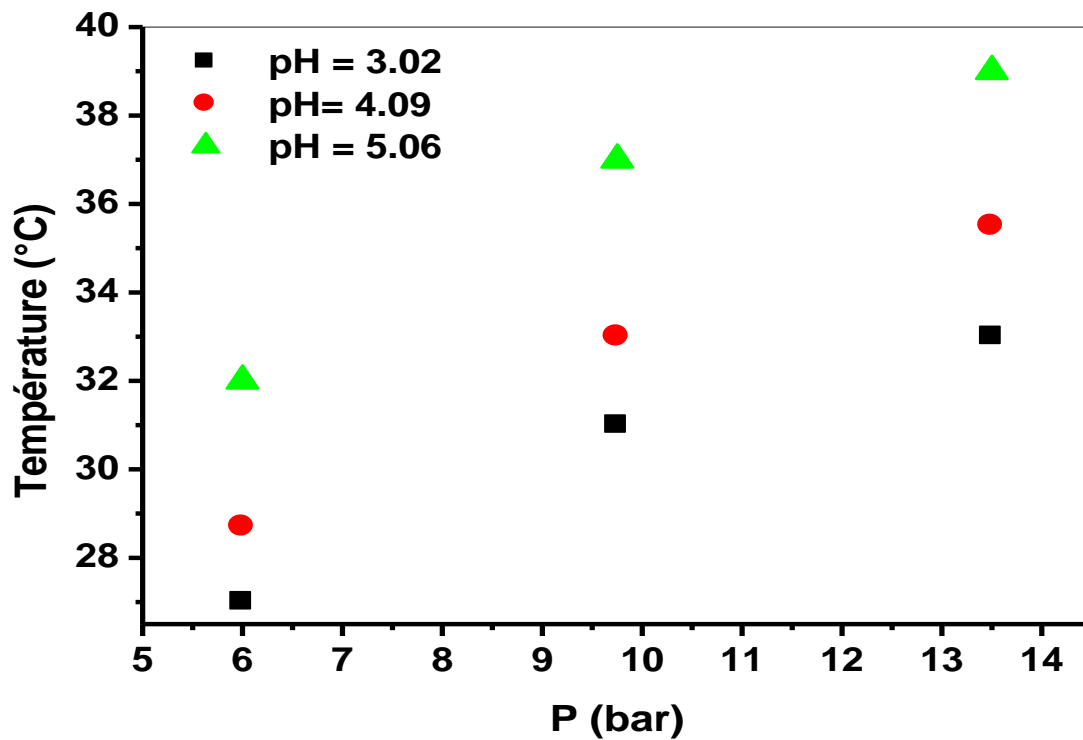
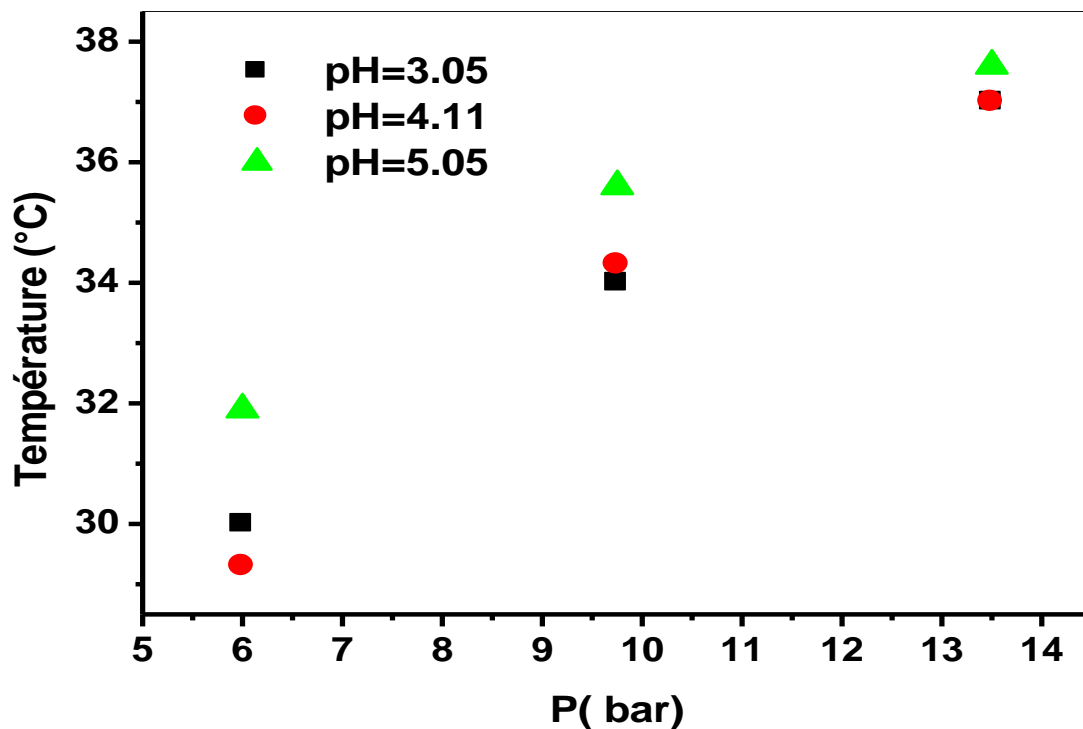


Figure 11: Variation de la température en fonction de la pression pour  $[Cu]_0 = 50$  ppm.



**Figure 12:** Variation de la température en fonction de la pression pour  $[Cu]_0 = 75$  ppm.

- Au vu des figures 11 et 12, on remarque qu'au cours du temps la température augmente par l'augmentation de la pression et du pH, d'où on remarque une forte agitation dans la cuve d'alimentation.

- Cette augmentation de la température peut être expliquée par l'augmentation du débit d'eau due à la pression.

- En ce qui concerne la stabilité thermique, la température maximale de fonctionnement des membranes NF-MP72 a été rapportée être de 45°C [14].

- La stabilité thermique est respectée dans ces expériences car la plus grande température atteinte (39°C) est inférieure à la température maximale de fonctionnement des membranes NF MP72 (45°C).

## Références bibliographiques

- [1] Puigdomenech, I. « HYDRA (hydro chemical equilibrium-constant database) and MEDUSA (make equilibrium diagrams using sophisticated algorithms) programs ». Royal Institute of Technology, Sweden. <http://www.kemi.kth.se/medusa>, 2006.0
- [2] Al-Rashdi, B. A. M., D. J. Johnson, Nidal Hilal. « Removal of heavy metal ions by nanofiltration ». *Desalination* 315 (2013): 2–17.
- [3] Wang, Zhi, Guangchun Liu, Zhifeng Fan, Xingtao Yang, Jixiao Wang, Shichang Wang. « Experimental study on treatment of electroplating wastewater by nanofiltration ». *Journal of Membrane Science* 305, n° 1-2 (2007): 185–195.
- [4] Chaudhari, Latesh B., Z. V. P. Murthy. « Treatment of landfill leachates by nanofiltration ». *Journal of environmental management* 91, n° 5 (2010): 1209–1217.
- [5] Urase, Taro, Jeong-ik Oh, Kazuo Yamamoto. « Effect of pH on rejection of different species of arsenic by nanofiltration ». *Desalination* 117, n° 1-3 (1998): 11–18.
- [6] Ballet, Guy Tiama, Lassaad Gzara, Amor Hafiane, M. Dhahbi. « Transport coefficients and cadmium salt rejection in nanofiltration membrane ». *Desalination* 167 (2004): 369–376.
- [7] Fang, Jun, et Baolin Deng. « Arsenic rejection by nanofiltration membranes: effect of operating parameters and model analysis ». *Environmental Engineering Science* 31, n° 9 (2014): 496–506.
- [8] Gherasim, Cristina-Veronica, Petr Mikulášek. « Influence of operating variables on the removal of heavy metal ions from aqueous solutions by nanofiltration ». *Desalination* 343 (2014): 67–74.
- [9] Artuğ, Gamze, Jobst Hapke. « Characterization of nanofiltration membranes by their morphology, charge and filtration performance parameters ». *Desalination* 200, n° 1-3 (2006): 178–180.
- [10] Gherasim, Cristina-Veronica, Kristýna Hancková, Jiří Palarčík, Petr Mikulášek. « Investigation of cobalt (II) retention from aqueous solutions by a polyamide nanofiltration membrane ». *Journal of Membrane Science* 490 (2015): 46–56.
- [11] Chang, Fang-fang, Wen-jun Liu, Xiao-mao Wang. « Comparison of polyamide nanofiltration and low-pressure reverse osmosis membranes on As (III) rejection under various operational conditions ». *Desalination* 334, n° 1 (2014): 10–16.
- [12] Maher, Amin, Morteza Sadeghi, Ahmad Moheb. « Heavy metal elimination from drinking water using nanofiltration membrane technology and process optimization using response surface methodology ». *Desalination* 352 (2014): 166–173.

- [13] Nguyen, Nguyen Cong, Shiao-Shing Chen, Hung-Te Hsu, Chi-Wang Li. « Separation of three divalent cations (Cu<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup>) by NF membranes from pHs 3 to 5 ». *Desalination* 328 (2013): 51–57.
- [14] Tsuru, Toshinori, Shuhei Izumi, Tomohisa Yoshioka, Masashi Asaeda. 2000. « Temperature effect on transport performance by inorganic nanofiltration membranes ». *AIChE journal* 46 (3): 565–574.

## **Conclusion générale**

- Le travail effectué dans ce mémoire concerne l'utilisation du pilote d'extraction par nanofiltration dans le laboratoire LTSP dans l'extraction des ions de cuivre.

- Notre étude expérimentale est basée sur la méthode d'extraction par membrane polyamide, en utilisant la membrane NF270-2540 pour la nanofiltration. L'étude paramétrique a été menée, en étudiant l'influence de différents facteurs tels que le pH, la pression et la concentration initiale du métal. Ceci afin de déterminer les performances de la membrane et déduire leurs conditions optimales d'extraction.

- Le flux de solvant (l'eau) augmente avec l'augmentation de la pression, donc il suit l'équation de Darcy :  $L_p = 0,355 \times 10^{-6} \text{ m s}^{-1} \text{ bar}^{-1}$ .

- La meilleure rétention du cuivre (73,5 %) a été observée pour pH=5 et la pression de 6 bars, pour  $[\text{Cu}]_0 = 75 \text{ ppm}$ .

- La meilleure rétention du cuivre (100 %) a été observée pour pH=5 et la pression de 13,5 bars, pour  $[\text{Cu}]_0 = 50 \text{ ppm}$ .

- Les résultats expérimentaux montrent que la technique de nanofiltration est un procédé de purification très prometteur pour les eaux contenant du Cu(II).

# Annexes

➤  $[Cu]_0 = 50$  ppm :

Tableau 1 :

○ Solution mère : **pH = 3,02** **Conductivité = 1010  $\mu$ s**

Pe (bars)	Ps (bars)	Q <sub>A</sub> (L/h)	Q <sub>R</sub> (L/h)	Q <sub>P</sub> (L/h)	T (°C)	pH		Conductivité ( $\mu$ s)		Rendement (%)
						Perméat	Rétentat	Perméat	Rétentat	
6	6	100	75	15	27	4,03	3,41	542	1028	49,67
9,75	9,75	200	160	33	31	3,38	3,30	679	1078	63,36
13,5	13,5	280	230	50	33	3,34	3,26	643	1146	78,29

Tableau 2 :

○ Solution mère : **pH = 4,09** **Conductivité = 912  $\mu$ s**

Pe (bars)	Ps (bars)	Q <sub>A</sub> (L/h)	Q <sub>R</sub> (L/h)	Q <sub>P</sub> (L/h)	T (°C)	pH		Conductivité ( $\mu$ s)		Rendement (%)
						Perméat	Rétentat	Perméat	Rétentat	
6	6	98	55	18	28,7	4,96	4,70	745	1010	59,00
9,75	9,75	180	140	32	33	4,86	4,70	708	1032	64,74
13,5	13,5	270	220	50	35,5	4,77	4,70	694	1100	64,74

Tableau 3 :

○ Solution mère : **pH = 5,06** **Conductivité = 850  $\mu$ s**

Pe (bars)	Ps (bars)	Q <sub>A</sub> (L/h)	Q <sub>R</sub> (L/h)	Q <sub>P</sub> (L/h)	T (°C)	pH		Conductivité ( $\mu$ s)		Rendement (%)
						Perméat	Rétentat	Perméat	Rétentat	
6	6	80	50	18	32	6,90	5,64	769	939	93,94
9,75	9,75	180	140	35	37	6,50	5,73	671	967	83,31
13,5	13,5	250	200	50	39	6,30	5,65	635	1042	98,56

➤ [Cu (II)]=75 ppm :

Tableau 4 :

○ Solution mère

pH = 3,05

Conductivité = 1020  $\mu$ s

Pe (bars)	Ps (bars)	Q <sub>A</sub> (L/h)	Q <sub>R</sub> (L/h)	Q <sub>P</sub> (L/h)	T (°C)	pH		Conductivité ( $\mu$ s)		Rendement (%)
						Perméat	Rétentat	Perméat	Rétentat	
6	6	110	100	7	30	3,92	3,11	782	1042	42,42
9,75	9,75	200	170	20	34	3,18	3,08	772	1153	56,00
13,5	13,5	290	250	32	37	3,05	3,06	782	1253	70,15

Tableau 5 :

○ Solution mère

pH = 4,11

Conductivité = 850  $\mu$ s

Pe (bars)	Ps (bars)	Q <sub>A</sub> (L/h)	Q <sub>R</sub> (L/h)	Q <sub>P</sub> (L/h)	T (°C)	pH		Conductivité ( $\mu$ s)		Rendement (%)
						Perméat	Rétentat	Perméat	Rétentat	
6	6	100	95	05	29,3	4,88	4,22	520	777	43,92
9,75	9,75	200	180	20	34,3	4,38	4,19	631	846	24,40
13,5	13,5	280	240	33	37	4,25	4,16	623	911	30,00

Tableau 6 :

○ Solution mère

pH = 5,05

Conductivité = 700  $\mu$ s

Pe (bars)	Ps (bars)	Q <sub>A</sub> (L/h)	Q <sub>R</sub> (L/h)	Q <sub>P</sub> (L/h)	T (°C)	pH		Conductivité ( $\mu$ s)		Rendement (%)
						Perméat	Rétentat	Perméat	Rétentat	
6	6	100	90	8	31,9	6	5,34	674	751	73,55
9,75	9,75	200	170	23	35,6	5,45	5,32	609	756	43,38
13,5	13,5	280	240	35	37,6	5,30	5,25	590	777	47,32

## **Résumé:**

L'intérêt de cette présente étude à l'échelle pilote est d'optimiser le procédé de séparation des ions de cuivre (II) dans un milieu acétate, par la technique de nanofiltration. Pour cela, plusieurs facteurs expérimentaux sont étudiés : la concentration initiale de la solution d'alimentation, la pression et le pH.

Les résultats obtenus ont montré que par un choix approprié des paramètres expérimentaux il est possible d'extraire la totalité du cuivre(II) de concentration totale de 50 ppm, à pH=5 et pression = 13,5 bars, ainsi pour une concentration totale de 75 ppm d'extraire (73,5%) du cuivre à pH=5 et pression = 6 bars.

Mot- clés : Membrane, Rétention, Nanofiltration, Cuivre (II).

## **Abstract:**

The interest of this pilot-scale study is to optimise the process of separating copper (II) ions in an acetate medium, using the nanofiltration technique. For this, several experimental factors are studied: the initial concentration of the feeding solution, the pressure and the pH.

The results obtained showed that by an appropriate selection of experimental parameters it is possible to extract all the copper (II) with a total concentration of 50 ppm, at pH=5 and pressure = 13.5 bar, thus for a total concentration of 75 ppm to extract (73.5%) copper at pH=5 and pressure = 6 bar.

Keywords: Membrane, Retention, Nanofiltration, Copper (II).

## **ملخص**

الهدف من هذه الدراسة هو تحسين العوامل المؤثرة على استخلاص ثنائي النحاس عن طريق تقنية الترشيح الدقيق جدا. تتمثل هذه العوامل في تركيز المحلول والضغط ودرجة الحموضة.

تظهر النتائج انه يمكن استخراج كافة النحاس من ثنائي النحاس بتركيز كلي قدر ب 50 جزء في المليون ودرجة الحموضة 5 وضغط 13.5 بار. ايضا يمكن استخراج نحاس بنسبة (100/73.5) من ثنائي النحاس بتركيز كلي قدر ب 75 جزء في المليون ودرجة حموضة 5 وضغط 6 بار.

الكلمات الافتتاحية: غشاء , احتفاظ , تقنية الترشيح الدقيق جدا, ثنائي النحاس.