



# DIVA

## Tâche 4.2.1 – Evaluation technique et environnementale des procédés de filtration membranaire

AOUT 2015

**SEVERINE CARRETIER, MARC HERAN,  
SAMUEL ELMALEH ET ALAIN  
GRASMICK**

Institut Européen des Membranes  
Université de Montpellier 2  
Place E. Bataillon  
34095 Montpellier Cx 05



Institut  
Européen des  
Membranes





## **Remerciements**

Ce travail a été réalisé par Mme Séverine Carretier dans le cadre de son doctorat préparé au sein de l'école doctorale Sciences des procédés-Sciences des aliments, spécialité : Génie des procédés, et de l'unité de recherche Institut Européen des Membranes (UMR 5635) de l'Université MONTPELLIER II. Son manuscrit s'intitule : INTÉRÊTS DES PROCÉDÉS MEMBRANAIRES DANS LE POST-TRAITEMENT DES DIGESTATS LIQUIDES ET VALORISATION DES CO-PRODUITS.

## Table des matières

Remerciements .....	3
---------------------	---

### L4.2.1.3 Analyse des caractéristiques et de l'intérêt d'une étape tertiaire de nitrification .....

Etude expérimentale de l'étape de dessalement par NF et OI des digestats post-nitrifiés et du perméat en sortie de Bioréacteur à Membranes

#### I. MATÉRIEL ET MÉTHODES

<u>I.1 Caractéristiques des suspensions à séparer par procédés membranaires .....</u>	<u>7</u>
---	----------

<u>I.2. Quantification des sels minéraux .....</u>	<u>7</u>
--	----------

<u>I.3 Pilote de séparation membranaire.....</u>	<u>8</u>
--	----------

<u>II. RESULTATS.....</u>	<u>9</u>
---------------------------	----------

<u>II.1 Filtrabilité des suspensions .....</u>	<u>9</u>
--	----------

<u>II.2 Etude de la rétention des composés ioniques</u>	<u>11</u>
---	-----------

### L4.2.1.5 Approche industrielle des procédés membranaires.....

<u>I. APPROCHE INDUSTRIELLE : Clarification par Ultrafiltration .....</u>	<u>14</u>
---	-----------

<u>I.1 Approche énergétique .....</u>	<u>14</u>
---------------------------------------	-----------

<u>I.2 Surface membranaire .....</u>	<u>15</u>
--------------------------------------	-----------

<u>I.3 Conclusion .....</u>	<u>17</u>
-----------------------------	-----------

<u>II APPROCHE INDUSTRIELLE : Extraction d'eau Nanofiltration et Osmose Inverse .....</u>	<u>18</u>
---	-----------

<u>II.1 Approche énergétique .....</u>	<u>18</u>
--	-----------

<u>II.2 Surface membranaire .....</u>	<u>20</u>
---------------------------------------	-----------

<u>II.3 Conclusion .....</u>	<u>23</u>
------------------------------	-----------

### L4.2.1.3: Etude expérimentale de l'étape de dessalement par NF et OI des digestats post-nitrifiés et du perméat en sortie de Bioréacteur à Membranes

---

## I. MATÉRIEL ET MÉTHODES

Comparaison des digestats post - nitrifiés et du perméat en sortie d'un Bioréacteur à Membranes (BàM) nitrifiant traitant les eaux usées de types urbaines (noté BàM) par nanofiltration et osmose inverse.

### I.1 Caractéristiques des suspensions à séparer par procédés membranaires

Deux types différents de perméat 300 kDa de digestats : AGRI 2 et TERR fournis par notre partenaire IRSTEA de Rennes ont été comparés à un perméat en sortie d'un BàM nitrifiant traitant les eaux de types urbaines (IEM) (noté BàM dans les résultats). La concentration en nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ) dans le perméat du BàM (0,04  $\mu\text{m}$ ) a été réajustée avec du nitrate de potassium en poudre afin que les digestats post-nitrifiés et le perméat aient des concentrations en nitrates similaires dans le but de comparer leur filtrabilité et leur performance épuratoire en terme d'azote.

**Tableau 1 : Caractéristiques des digestats post-nitrifiés d'IRSTEA de Rennes et du perméat en sortie du BàM (Thèse Yu YANG, Élimination de l'azote en bioréacteur à membranes sous faible rapport DCO/N : cinétique et modélisation, 2014)**

	AGRI 2	TERR	BàM
Concentration initiale en $\text{NH}_4^+$ ( $\text{gN.L}^{-1}$ )	2,9	4,39	0,07
Forme et concentration de l'azote en sortie de traitement ( $\text{gN/L}$ )			
$\text{NH}_4^+$	0	0,2	0,0001
$\text{NO}_2^-$	0,3	3,1	0,015
$\text{NO}_3^-$	2,4	0,3	0,001
Sommes des fractions en sortie	2,7	3,6	0,016

### I.2. Quantification des sels minéraux

Le dosage du cation  $\text{NH}_4^+$  a été déterminé par chromatographie ionique (CI) Waters. Elle comprend un système d'injection Waters 2707, une pompe de circulation, une colonne de séparation, un éluant qui assure le transport des espèces et un système de détection Waters 2414. Dans le cas de la CI, la colonne de séparation est composée d'une résine échangeuse d'ions. Cette méthode nécessite une dilution et une préfiltration des échantillons (filtre seringue Accell plus QMA® de Waters à 0,45  $\mu\text{m}$ ) avant injection au chromatographe pour éliminer toutes particules et traces de protéines qui pourraient interférer. En sortie de colonne, chaque espèce est séparée et donne un signal de conductivité. L'amplitude de ce signal dépend de la conductivité équivalente de l'ion, de sa charge et de sa concentration. Un étalonnage au préalable avec des solutions connues permet de déterminer les temps de rétention des différents éléments, puis de déterminer leur concentration par étalonnage.

Les concentrations en anions ( $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ...) sont déterminés par absorption atomique de flamme Perkin Elmer A Analyst 400, les échantillons ne sont pas préfiltrés. Les

analyses ont été faites sur des triplicatas du même échantillon dans le laboratoire Firmus, à Clermont l'Hérault.

Remarque : Pour les analyses quantitatives de composés ioniques présentées ci-dessus, les suspensions ont toutes été diluées d'un facteur minimum de 10.

### 1.3 Pilote de séparation membranaire

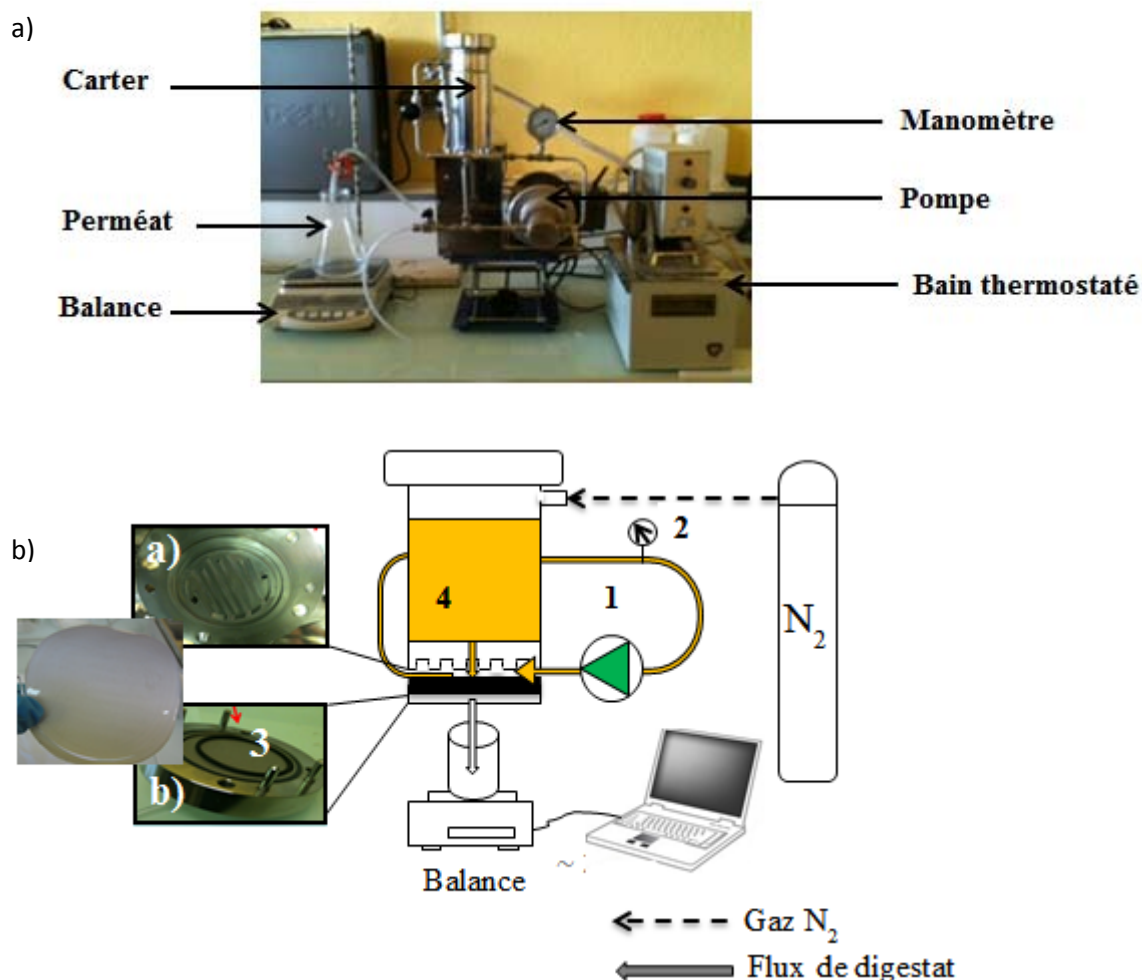


Figure 1 : Pilote (a) et schéma fonctionnel (b) de séparation pour NF et OI.

La séparation par NF et OI a été réalisée dans un pilote membranaire spécifique KOCH MEMBRANE SYSTEMS (LABCELL-F-1, EU) (Figure 1). La mise sous pression est réalisée par mise en contact de la cuve (500 mL) avec un gaz inerte ( $N_2$ ). Ensuite la suspension est recirculée tangentielle à la membrane par le biais de la pompe de circulation et d'un usinage spécifique (Fig. 1. b.a). La membrane est positionnée entre deux flasques en inox (Fig. 1. b. a et b) où elle repose sur un fritté en inox de 75 mm de diamètre. La filtration a toujours été conduite en mode tangentiel (vitesse de recirculation fixée par le constructeur de l'ordre de  $1,6 \text{ m.s}^{-1}$ ). L'étanchéité entre la membrane et la partie supérieure est assurée par un joint torique (3 dans la Figure 1.b). Les opérations de séparation ont été conduites à pression constante. Le débit de perméat peut être déduit à chaque instant par la mesure instantanée de la masse de perméat récoltée. Pour cela, une balance KERN EG 2200 (précision à 0,01

gramme) a été utilisée (Figure 1). La température du réacteur est régulée grâce à la double enveloppe du réservoir dans laquelle circule de l'eau à température contrôlée grâce à un bain thermostaté (HAAKE F 4391). Le volume mort du circuit est de l'ordre 20 mL.

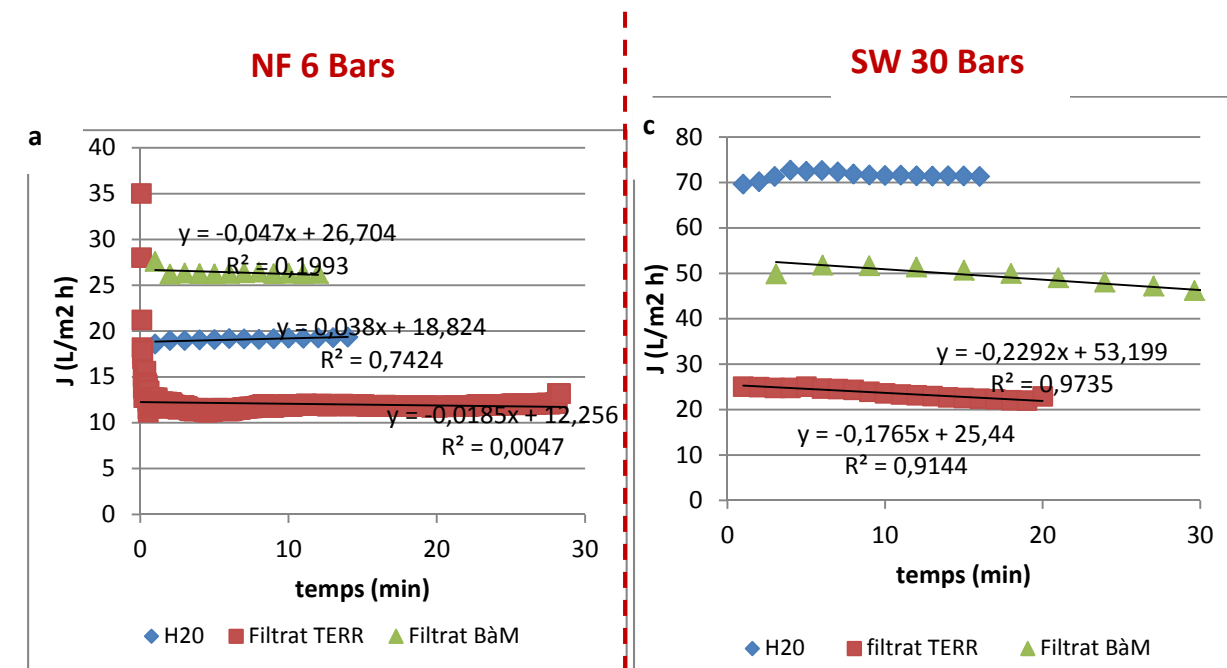
Pour ces opérations de séparation, des membranes organiques de NF 200 Da et d'OI haute pression (de sélectivité 99,75% en  $Cl^-$ ) ont été utilisées. Ces membranes sont asymétriques. Le chemin hydraulique est assimilée à neuf segments parallélépipédiques avec une longueur totale de 0,365 m et un diamètre hydraulique de  $3,43 \cdot 10^{-3}$  m ( $Re \approx 5500$ ). Ces membranes présentent toutes par ailleurs une charge de surface négative à pH neutre. Avant leur première utilisation, les membranes sont conditionnées selon un protocole défini par le constructeur (Annexe II.1). Les conditions opératoires suivantes ont été testées:

- Des pressions de 6 bars pour la NF, et de 30 bars pour l'OI
- Une température de 40°C (Température sortie digesteur)
- Un mode tangentiel.

## II. RESULTATS

### II.1 Filtrabilité des suspensions

Différentes comparaisons ont été faites, d'un point de vue de la concentration en N (0,3 ou 2,4  $gN.L^{-1}$ ), de la nature des suspensions (digestats 300 kDa nitrifiés ou perméats en sortie de BàM nitrifiant traitant les eaux usées de types urbaines), lors de la NF et de l'OIHP.



b



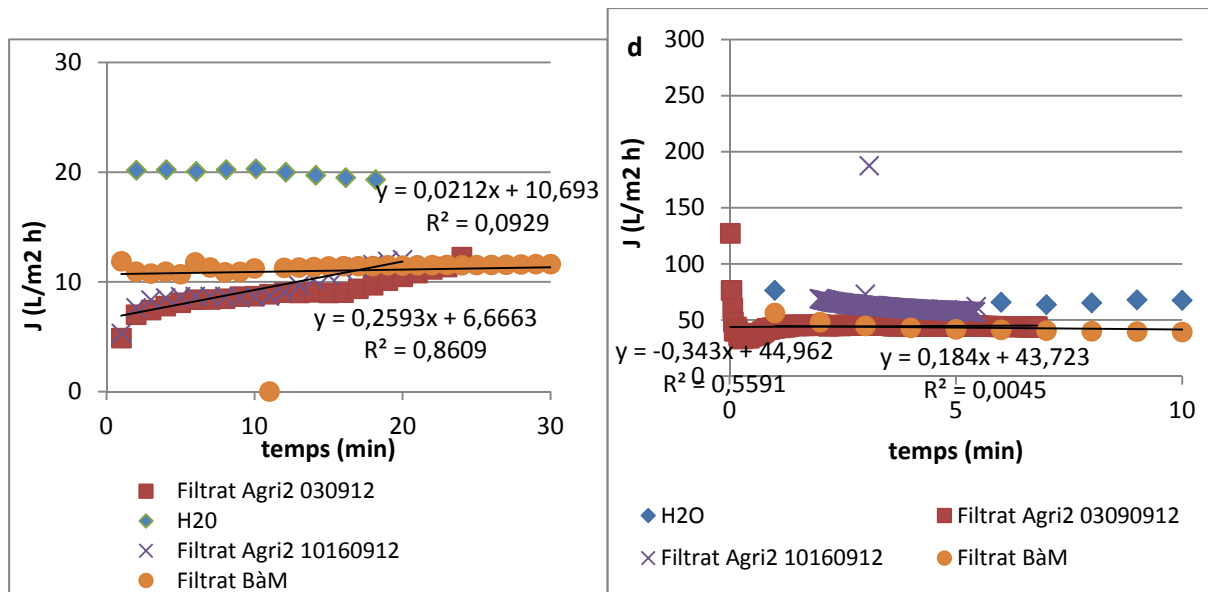


Figure 2: Flux au cours de la filtration avec la membrane NF à 40°C à 6 bars pour les échantillons à 0,3 gN.L<sup>-1</sup> (a) et avec la membrane SW à 40°C à 30 bars pour les suspensions à 0,3 gN.L<sup>-1</sup> (c), et dans les mêmes conditions pour les séparations avec les suspensions à 2,4 gN.L<sup>-1</sup> en NF (b) et OI (d).

Pour les suspensions concentrées à 0,3 gN.L<sup>-1</sup>, il est constaté que la filtrabilité du perméat en sortie de Bàm nitrifiant est deux fois plus élevée que pour le perméat du digestat nitrifié lors de l'étape d'OI (Figure 2 c). La conclusion est la même avec la membrane de NF (Figure 2 a). De plus la perte en flux avec le Bàm à 0,3 gN.L<sup>-1</sup> par rapport à celui à l'eau quelle que soit la membrane utilisée est de 1,4. Par contre pour le perméat du digestat nitrifié TERR une différence est constaté quel que soit la membrane au niveau du flux. En effet, TERR entraîne une perte de flux de 3 par rapport à celui à l'eau pour la membrane SW, tandis qu'avec la membrane de NF aucune perte de flux n'est constatée.

Les échantillons AGRI ont une filtrabilité similaires mêmes s'ils n'ont pas été nitrifiés durant la même période lors de la NF. Pour des concentrations à 0,4 gN.L<sup>-1</sup> le flux obtenu avec NF est légèrement supérieur pour le filtrat Bàm, ce qui pourrait s'expliquer par un traitement plus poussé, car cette suspension sort d'un Bàm alimenté en faible charge avec une membrane d'UF de seuil de coupure de 0.04  $\mu$ m sur lequel un biofilm modifie la sélectivité. Par contre, par séparation par OI, les filtrabilités sont confondues quelque ce soient la membrane et la nature des suspensions. Ainsi, on peut émettre l'hypothèse que la concentration en nitrate a une influence sur la filtrabilité des suspensions. Le perméat TERR permet un gain en flux supérieur au perméat AGRI 2 en NF (26,7 contre 6,7 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>), mais ce gain est inversé en OI : 25,4 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> pour le perméat TERR contre 45 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> pour AGRI 2. Ces résultats pourraient s'expliquer par des molécules de rayons ioniques supérieures à 200 Da qui viendraient colmater en surface (couche de polarisation) pour TERR, alors que pour AGRI 2 la diminution du flux serait le résultat d'un colmatage plus en profondeur, donc à des molécules de rayon égal à 200 Da pour la NF.

## II.2 Etude de la rétention des composés ioniques

Une étude de la conductivité en entrée et en sortie de la filtration a permis d'étudier l'efficacité de rétention en sels.

**Tableau 10 : Concentration des ions dans le perméat obtenu par NF et OI dans des filtrats de 300kD de TERR et Agri 2 nitrifié et de perméat de BàM**

	Membranes	Cl <sup>-</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Conductivité (mS.cm <sup>-1</sup> )	pH	T (°C)
<b>TERR UF</b> (0,3 gN.L <sup>-1</sup> )	UF	1141	868	413	87,6	27,5	4,54	18,6/19,3
	NF	775	725	68,6	0,51	20,2	7,99	20,5/21,7
	OIHP	105	117	43,8	37,7	2,11	8,92	18,2/19,5
Rétention (%)	NF	32%	16%	83%	99%	27%		
	OIHP	91%	87%	89%	57%	92%		
<b>BàM</b> (0,3 gN.L <sup>-1</sup> )	UF	243	1337	56,9	79,4	4,12	7,40	21,5/20,9
	NF	124	952	0,44	7,1	2,65	7,27	21,7/22,5
	OIHP	6,2	55,1	2,2	0,92	0,1416	6,67	18,1/20,6
Rétention (%)	NF	49%	29%	99%	91%	36%		
	OIHP	97%	96%	96%	99%	97%		
<b>Agri 2 UF</b> <b>03/09/09</b> (2,4 gN.L <sup>-1</sup> )	UF	10010	13811	65,1	163	26	4,63	17,1/18,1
	NF	8324	7757	14,54	32,8	16,61	6,15	21,9/24,9
	OIHP	43,1	509	1,4	2	1,207	6,79	20/21,3
Rétention (%)	NF	17%	44%	22%	80%	36%		
	OIHP	96%	96%	98%	99%	95%		

	Membranes	Cl <sup>-</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Conductivité (mS.cm <sup>-1</sup> )	pH	T (°C)
<b>Agri 2 UF</b> <b>10-16/09/09</b> <b>(2,4 gN.L<sup>-1</sup>)</b>	UF	890	12407	26,9	138	25,3	4,57	18,7/19,1
	NF	588	8397	27,4	21,5	16,96	5,63	21,7/22
	OIHP	40,2	515	0	1,5	1,247	6,68	20,9/22,5
<b>Rétention</b> <b>(%)</b>	NF	34%	32%	0%	84%	33%		
	OIHP	95%	96%	100%	99%	95%		
<b>BÀM</b> <b>(2,4 gN/L)</b>	UF	112	6519	27,2	97	19,27	7,61	20,2/20,5
	NF	81	5952	2	2,6	17,94	4,97	22,2/22,2
	OIHP	8,2	905	0,71	7,1	2,03	6,72	22,8/22,6
<b>Rétention</b> <b>(%)</b>	NF	28%	9%	93%	97%	7%		
	OIHP	93%	86%	97%	93%	89%		

L'échantillon BàM à 0,3 gN.L<sup>-1</sup> a une conductivité très faible par rapport aux autres suspensions ce qui expliquerait la faible perte en flux par rapport aux résultats obtenus avec les autres suspensions. Quelles que ce soient la nature des suspensions, les ions polyvalents sont mieux retenus par NF que les monovalents à l'exception des phosphates qui ne sont très peu éliminés pour les deux AGRI 2. Et, les nitrates sont plus retenus pour AGRI 2 (30-40%) que pour TERR (16%). Cette différence de rétention est dépendante de la concentration des différents ions présents dans la suspension mais également de la matière organique dans laquelle les ions pourraient s'y complexer (car les perméats 300 kDa des digestats TERR et AGRI 2 ont des conductivités similaires, et élevées (25 mS.cm<sup>-1</sup>)). Ainsi le colmatage de ces suspensions seraient dû à un mix entre la matière organique et le composés ioniques restants. Une étude plus détaillée serait intéressante à poursuivre afin de mieux identifier les mécanismes contrôlant la sélectivité.

## L4.2.1.5: Approche industrielle des procédés membranaires

---

## I. APPROCHE INDUSTRIELLE / CLARIFICATION PAR ULTRAFILTRATION

Les résultats obtenus vont être exploités à travers le concept Capex/Opex. Les dépenses d'exploitation (OPEX) sont les coûts courants pour exploiter un produit ici la dépense énergétique liée à la filtration alors que les dépenses d'investissement de capital (CAPEX), se réfèrent aux coûts liés à la surface membranaire à développer pour traiter ou récupérer un flux de suspension imposé.

### I.1 Approche énergétique

La dépense d'énergie spécifique  $E_s$ , rapportée au  $m^3$  de solution aqueuse récupérée, peut être évaluée par la relation suivante :

$$E_s = \frac{\Delta P_{long} \times \frac{Q_R}{Q_P}}{\eta_{Recyclage}} + \frac{\left(\frac{FCV}{FCV-1}\right) \times \left(PTM + \frac{\Delta P_{long}}{2}\right)}{\eta_{Pf}} \quad (I.1)$$

Où  $\Delta P_{long}$  est la chute de pression longitudinale dans la boucle de recyclage, PTM la pression transmembranaire,  $Q_R/Q_P$  le rapport débit de recyclage par le débit de perméation, FCV le facteur de concentration volumique et  $\eta_p$  les rendements des pompes de filtration et de recyclage.

La Figure I.1 donne, pour différents FCV obtenus sur la membrane UF 300 kDa et différents rapports  $Q_R/Q_P$ , des estimations de besoins énergétiques, liées respectivement à la pression à exercer pour la filtration (PTM) qui est prise à  $0,3 \cdot 10^5$  Pa, et à la perte de pression dans la boucle de recirculation (recyclage) égale à  $0,024 \cdot 10^5$  Pa.

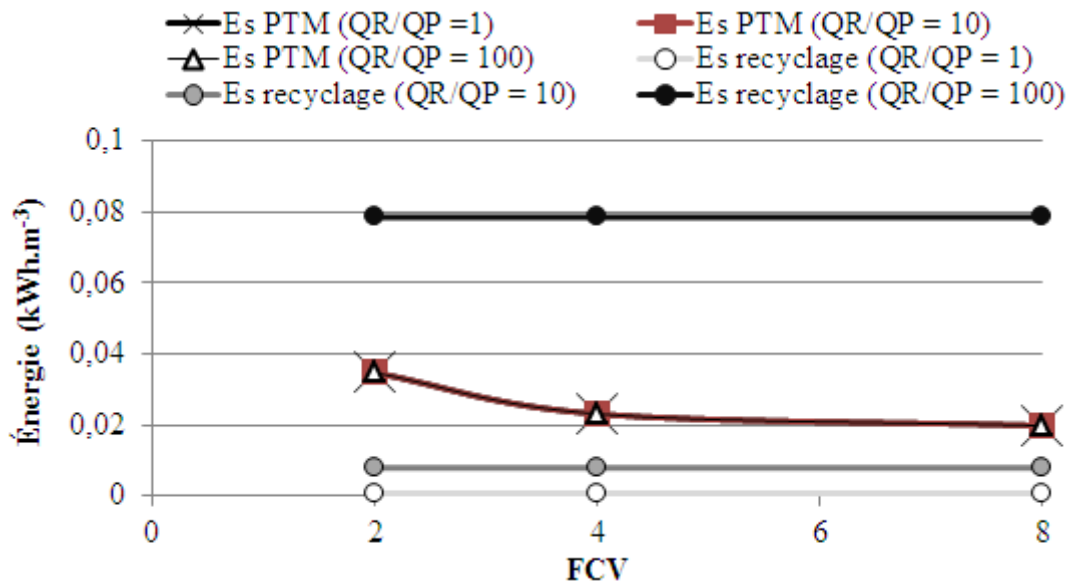


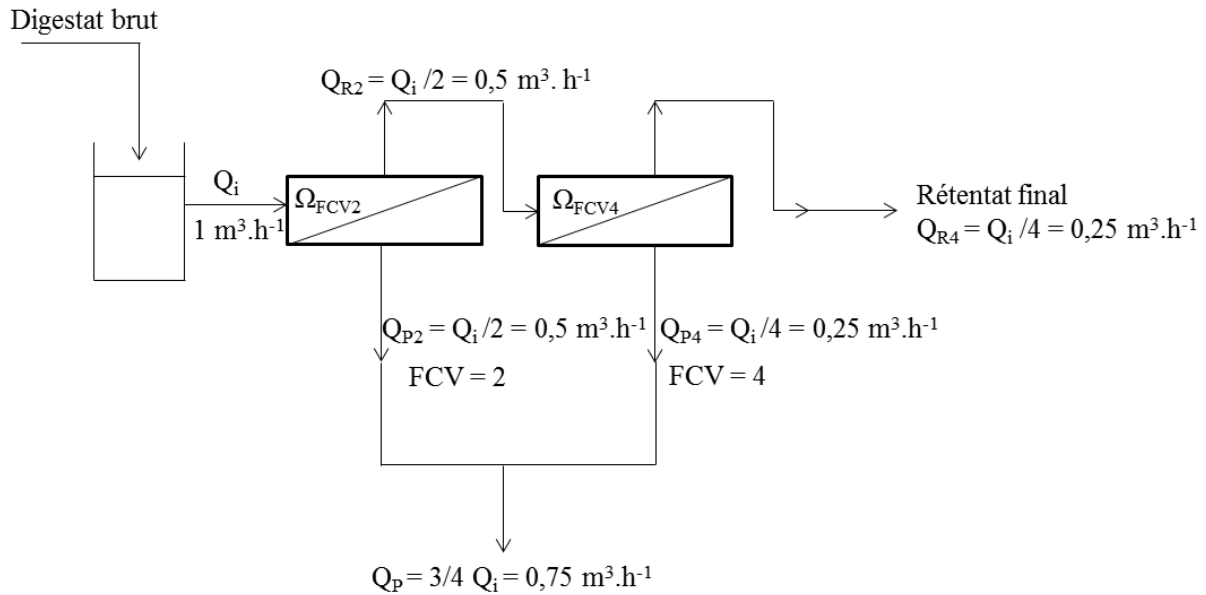
Figure I.1 : Besoins spécifiques en énergie liée à la PTM et au recyclage en fonction du FCV (membrane UF 300 kDa, PTM de 0,3 bar ; cas du traitement de la solution BIOD T4).

Dans cette opération, l'énergie de recyclage reste inférieure ou du même ordre de grandeur que l'énergie à dépenser pour la filtration (pour une PTM de 0,3 bar) tant que le rapport  $Q_R/Q_P$  reste faible 10.

A l'inverse, si le rapport  $Q_R/Q_P$  atteint ou dépasse des valeurs de 100, l'énergie de filtration devient négligeable devant l'énergie relative à l'opération de filtration proprement dite. La demande en énergie est alors directement liée à ce rapport (équation I.1 au travers du rapport  $Q_R/Q_P$  et  $\Delta P_{long}$ ), elle atteint  $0,078 \text{ kWh.m}^{-3}$  de solution filtrée pour un rapport  $Q_R/Q_P$  de 100 et peut donc dépasser  $0,78 \text{ kWh.m}^{-3}$  pour un rapport  $Q_R/Q_P$  de 1000 qui peut être très facilement dépassé pour de faibles perméabilités de membranes (faibles seuils de coupure des membranes ou importantes valeurs de FCV ou de DCO dans le rétentat).

## 1.2 Surface membranaire $\Omega$

La perméabilité de la membrane d'ultrafiltration 300 kDa utilisée comme modèle dans ce paragraphe décroît avec l'augmentation de FCV ou avec l'augmentation de la concentration en DCO dans le rétentat. Pour atteindre des FCV élevés en minimisant la perte de perméabilité avec l'augmentation progressive de FCV, le traitement des digestats peut se faire en continu avec un montage de type arbre de Noël tel que décrit la Figure I.2 ci-après.



$Q_i$  : Débit en entrée du module membranaire (1<sup>er</sup> étage)  
 $Q_p$  : Débit de perméat  
 $Q_R$  : Débit de rétentat  
 $\Omega$  : Surface membranaire

Figure I.2 : Schéma d'un montage industriel d'opération en arbre de Noël avec deux étages successifs correspondant respectivement à des FCV de 2 et 4.

Dans l'exemple choisi, pour simplifier la représentation, il a été supposé que le premier étage correspond à un FCV de 2, le second étage à un FCV global de 4.

Pour chaque étage, la perméabilité membranaire  $L_p$  est prise égale à celle qui correspond à la DCO dans le rétentat pour le FCV de l'étage considéré. En lien avec la concentration en DCO correspondante,  $L_p$  est déduite de la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** (le calcul a été fait pour le digestat BIOD T4). La surface membranaire ( $\Omega$ ) pour chaque étage peut être déduite par la relation suivante où  $Q_p$  représente le débit volumique de perméat à récupérer sur l'étage considéré :

$$\Omega = \frac{Q_p}{L_p \times PTM} \quad (I.2)$$

Notons que le produit ( $L_p \times PTM$ ) correspond à la valeur optimale de pression qui pour nos essais s'est révélée être 0,3 bar (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**).

Tableau I.1 : Estimations des surfaces membranaires pour chaque étage (fonction du FCV imposé) (ultrafiltration du digestat BIOD T4 sur 300 kDa, à 0,3 bar et  $Q_i = 1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ).

	DCO	$L_p$	$Q_p$	$\Omega_{Q_p}$	$\Omega^*$ rapporté au $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ de perméat	FCV global
	$\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	$\text{L} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{bar}^{-1}$	$\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$	$\text{m}^2$	$\text{m}^2 \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{h}$	
<b>1<sup>er</sup> étage</b> FCV = 2	35,4	45,5	0,5	36,6	73,3	2
<b>2<sup>ème</sup> étage</b> FCV = 4	51,1	29,7	0,25	28,1	112,2	4
<b>Total</b>	-	-	0,75	64,7	-	-

Le Tableau I. regroupe les valeurs de DCO,  $L_p$ ,  $Q_p$  et  $\Omega$ , relatives à chaque étage ainsi que les valeurs de surface totale et de débit total récupéré pour une configuration complète.

Pour les deux étages, la surface à développer est alors proche de  $65 \text{ m}^2$  pour récupérer  $0,75 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  de solution filtrée à partir d' $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  de digestat.

Cette surface serait bien entendu plus importante pour traiter des suspensions plus concentrées, pour lesquelles en plus il ne serait peut-être pas possible d'atteindre un FCV de 4.

### I.3 CONCLUSION

Les approches énergétiques de l'opération montre que le rapport  $Q_R/Q_P$  est le critère essentiel du bilan énergétique, ce rapport (à vitesse tangentielle imposée) est d'autant plus important que la perméabilité de la membrane est faible (et donc que la DCO dans le rétentat ou que le FCV sont élevés).

La surface membranaire à développer est directement dépendante de la perméabilité des membranes, elle-même dépendante du seuil de coupure des membranes mais aussi de la concentration en DCO dans la suspension à traiter et donc du FCV imposé.



## II APPROCHE INDUSTRIELLE : EXTRACTION D'EAU NANOFILTRATION ET OSMOSE INVERSE

### II.1 Approche énergétique

La dépense d'énergie spécifique  $E_s$ , rapportée au  $m^3$  d'eau récupérée, peut être évaluée par la relation suivante (nous n'avons pas pris en compte l'énergie qui peut être récupérée dans le rétentat final toujours sous pression) :

$$E_s = \frac{\Delta P_{long} \times \frac{Q_R}{Q_P}}{\eta_{Precyclage}} + \frac{\left(\frac{FCV}{FCV-1}\right) \times \left(\frac{PTM + \frac{\Delta P_{long}}{2}}{\eta_{Pf}}\right)}{\eta_{Pf}} \quad (II.1)$$

Où  $\Delta P_{long}$  est la chute de pression longitudinale dans la boucle de recyclage, PTM la pression transmembranaire  $Q_R/Q_P$  le rapport débit de recyclage par le débit de perméation, FCV le facteur de concentration volumique et  $\eta_p$  les rendements des pompes de filtration ( $\eta_{Pf}$ ) et de recyclage ( $\eta_{Precyclage}$ ).

Les Figures II.1, II.2, II.3 donnent respectivement, pour différents FCV et différents rapports  $Q_R/Q_P$ , des estimations de besoins énergétiques, liés à la PTM et à la recirculation, pour les opérations de NF (PTM = 12 bars) et OIHP (PTM = 60 bars) seules d'une part, et l'opération NF+OIHP couplée.

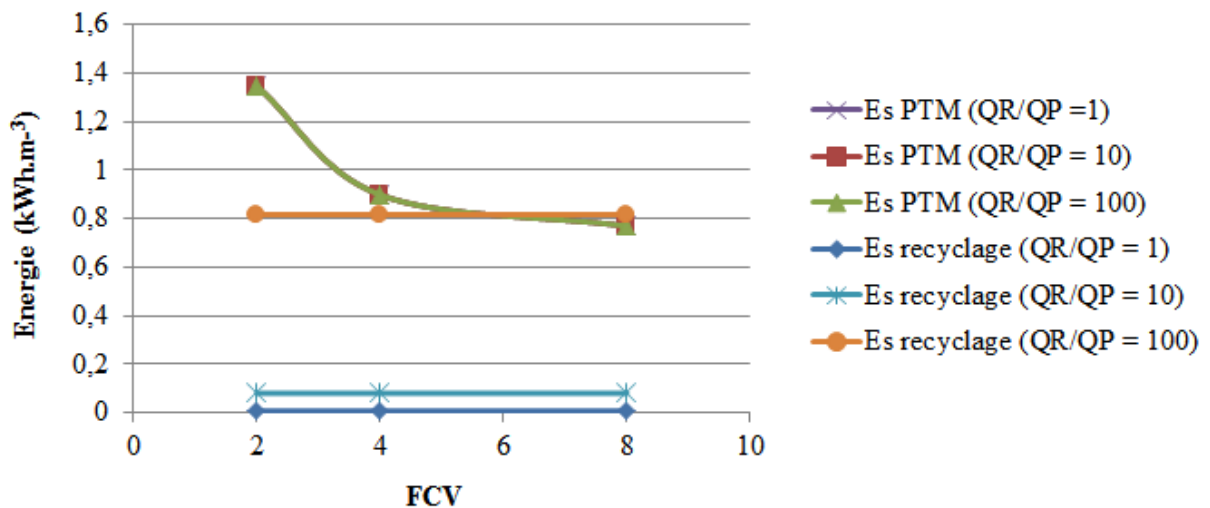


Figure II.1 : Besoins spécifiques en énergie liés à la PTM (12 bars) et au recyclage pour les étapes de séparation membranaire de l'ultrafiltrat 300 kDa en NF.

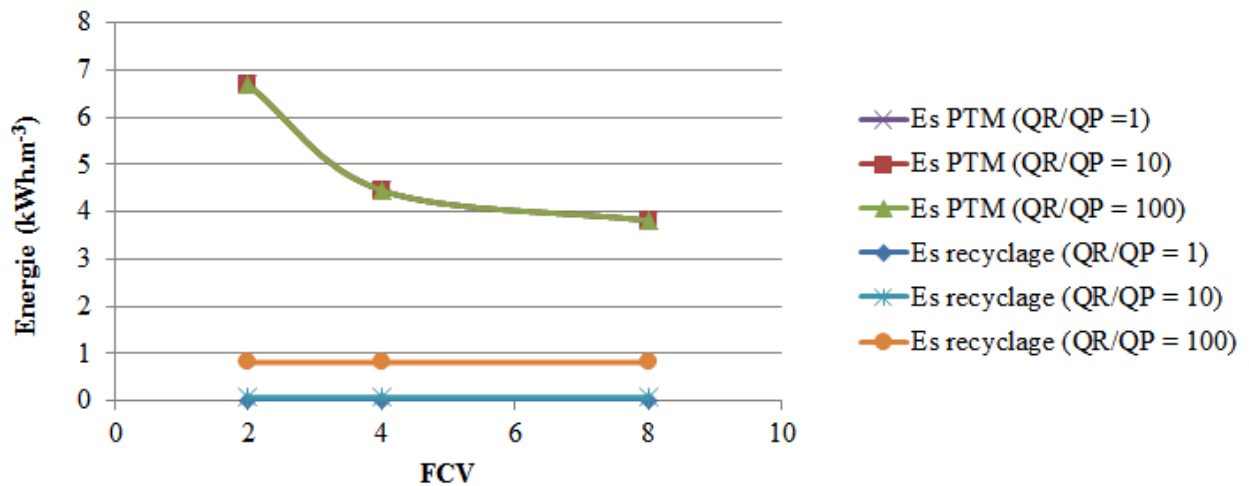


Figure II.2 : Besoins spécifiques en énergie liés à la PTM (60 bars) et au recyclage pour les étapes de séparation membranaire de l'ultrafiltrat 300 kDa avec l'OIHP.

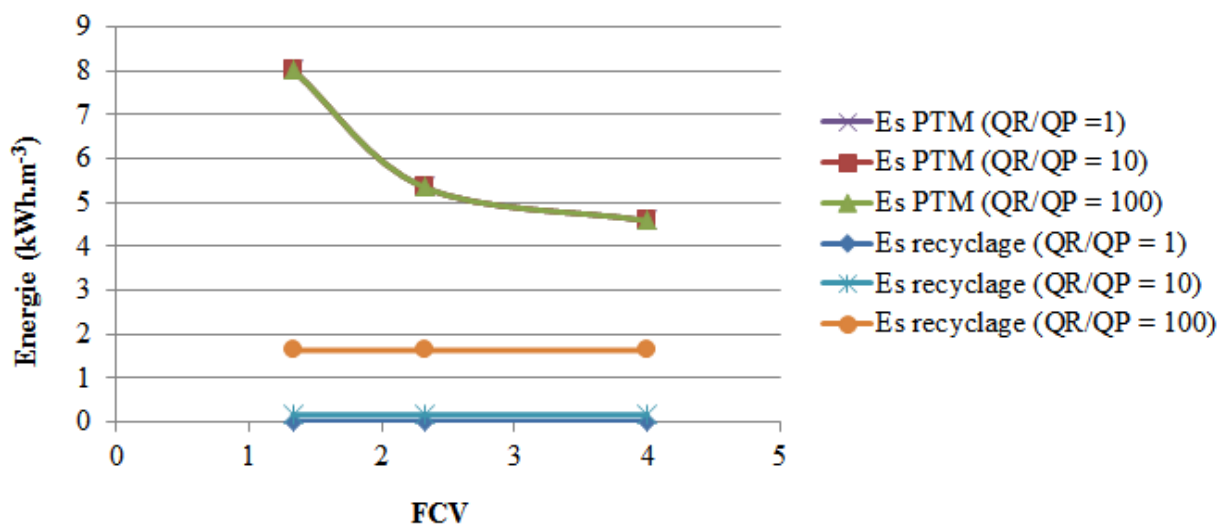


Figure II.1 : Besoins spécifiques en énergie liés à la PTM et au recyclage pour les étapes de séparation membranaire de l'ultrafiltrat 300 kDa avec l'association de NF+OIHP (cas du traitement de la solution BIOD T4).

Ces courbes montrent le poids respectif des énergies liées à la recirculation, d'une part, et l'énergie liée à l'opération de séparation proprement dite au travers la pression transmembranaire à exercer pour obliger le perméat à traverser la membrane.

Pour la nanofiltration, l'énergie de recyclage et l'énergie liée à la PTM deviennent du même ordre de grandeur dès que le rapport  $Q_R/Q_P$  s'approche de 100. Pour les valeurs plus basses de  $Q_R/Q_P$ , l'énergie de recyclage devient négligeable. Dans les exemples choisis, les besoins en énergie ne dépassent pas  $1,5 \text{ kWh.m}^{-3}$  d'eau récupérée.

Pour l'osmose inverse, l'énergie de recyclage reste nettement inférieure à l'énergie liée à la PTM, pour la PTM choisie, 60 bars et des rapports  $Q_R/Q_P$  ne dépassant pas 100. Dans les exemples choisis, les besoins en énergie ne dépassent pas  $7 \text{ kWh.m}^{-3}$  d'eau récupérée. Des ordres de grandeurs en énergie similaires ont été évalués par Semiat (2008) et Waeger *et al.*, (2010).

Dans le cas du couplage, les besoins en énergie sont simplement additionnés mais les valeurs de FCV correspondantes sur l'axe des abscisses prennent bien entendu en compte le couplage des deux opérations qui réduit le volume d'eau finalement obtenu.

Notons que les besoins en énergie diminuent avec le FCV car ils se rapportent au volume d'eau récupéré dans le perméat final qui augmente avec le FCV.

## II.2 Surface membranaire

Le traitement des digestats clarifiés peut se faire en continu avec un montage de type arbre de Noël tel que décrit à la Figure II..

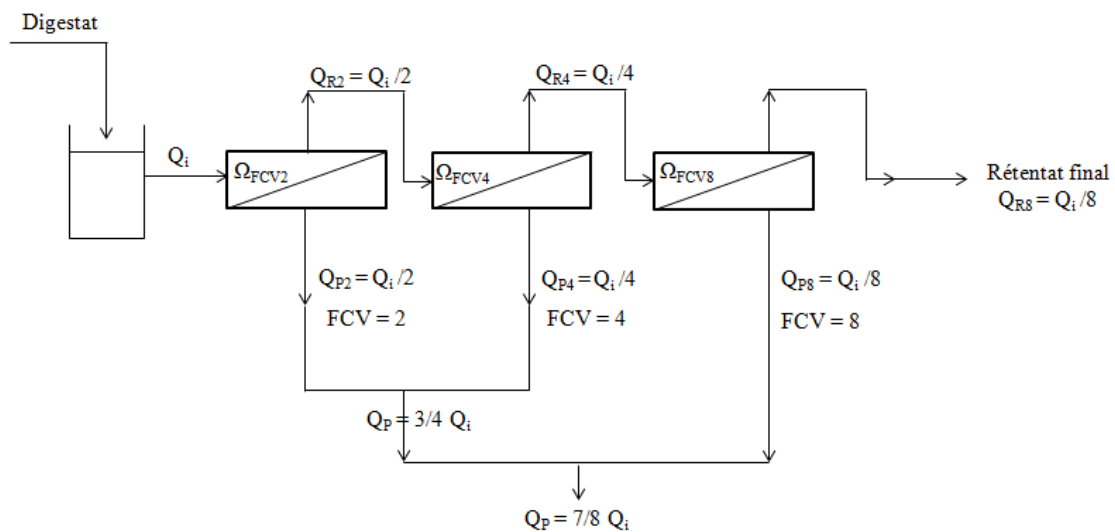


Figure II.4 : Schéma d'un montage industriel d'opération de séparation par NF (exemple donné pour 3 étages successifs avec des FCV de 2, 4 et 8 respectivement pour chacun des étages successifs).

Dans l'exemple choisi, pour simplifier la représentation, il a été supposé que le premier étage correspond à un FCV de 2, le second étage à un FCV global de 4 et le troisième étage à un FCV global de 8.

Pour chaque étage, la perméabilité membranaire  $L_p$  est prise égale à celle qui correspond au FCV et à la conductivité CE de la solution sortant de cet étage (ce qui permet une sécurité sur

le calcul de la surface membranaire de l'étage qui reçoit une eau moins concentrée), la pression osmotique  $\Delta\pi$  est aussi estimée au regard du FCV de l'étage considéré pour le calcul de la pression effective (PTM -  $\Delta\pi$ ).

Prenant en compte les relations entre perméabilité membranaire et conditions de travail (température, pression effective et CE notamment), la surface membranaire ( $\Omega$ ) pour chaque étage peut être déduite par la relation suivante où  $Q_P$  représente le débit volumique de perméat à récupérer sur l'étage considéré :

$$\Omega = \frac{Q_P}{L_p \times (PTM - \Delta\pi)} \quad (II.2)$$

Le Tableau II.1 donne, pour les trois opérations ciblées (NF, OIHP seule et NF+OIHP couplées), des valeurs de surface des différents étages en fonction de la sélectivité de la membrane et du FCV choisi, le flux volumique de digestat traité  $Q_i$  étant supposé égal à  $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ . Ces calculs se rapportent au digestat AGRI 2 clarifié par UF 300 kDa. L'opération de NF est supposée être conduite à 12 bars, celle d'OIHP à 60 bars. Les valeurs se rapportent à un traitement de  $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  de digestat clarifié par UF 300 kDa.

Tableau II.1 : Estimations des surfaces membranaires pour chaque opération de filtration ciblée en fonction du FCV imposé (Digestat clarifié AGRI 2 T3 300 kDa).

	CE	$\Delta\pi$	$L_p$	$Q_p$	$\Omega_{Qp}$	$\Omega^*$ rapporté au $m^3.h^{-1}$ de perméat $m^2.m^{-3}.h$	FCV global	CE perméat $mS.cm^{-1}$	
	$mS.cm^{-1}$	bar	$L.m^{-2}.h^{-1}.bar^{-1}$	$m^3.h^{-1}$	$m^2$				
NF	1er étage FCV = 2	23,7	46	0,48	0,5	111	222	2	10,4
	2ème étage FCV = 4	34,4	2,6	0,39	0,25	68,7	275	4	11,2
	3ème étage FCV = 8	46,6	2,6	0,26	0,125	51,2	410	8	13,3
	<b>Total</b>	-	-	-	0,875	231	-	-	-
OIHP	1er étage FCV = 2	23,6	11	0,5	0,5	20	40	2	2,5
	2ème étage FCV = 3	42	20	0,1	0,17	42,5	250	3	7,7
	<b>Total</b>	-	-	-	0,67	62,5	-	-	-
NF+OIHP	1er étage FCV = 2	17	4,8	1	0,25	4,5	1	1,33	1,3
	2ème étage FCV = 5	30,2	15,2	0,6	0,15	5,6	40	1,66	5,2
	<b>Total</b>	-	-	-	0,4	10,1	-	-	-

NF => PTM = 12 bars,  $Q_i = 1 m^3.h^{-1}$

OIHP => PTM = 60 bars,  $Q_i = 1 m^3.h^{-1}$

NF(FCV = 2)+OIHP => PTM = 60 bars,  $Q_i = 1 m^3.h^{-1}$ , CEi = 10,4  $mS.cm^{-1}$ .

Ce tableau regroupe les valeurs de CE,  $\Delta\pi$ ,  $L_p$ ,  $Q_p$  et  $\Omega$ , relatives à chaque étage ainsi que les valeurs de surface totale et de débit total récupéré pour une configuration complète.

Dans le cas du couplage OIHP et NF, il a été supposé un FCV de 2 sur le prétraitement par NF puis deux étages successifs de FCV de 3 et 5 sur le traitement du perméat de NF par OIHP. L'opération de NF est supposée être conduite à 12 bars, celle d'OIHP à 60 bars. Les

valeurs se rapportent à un traitement de  $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  de digestat clarifié par UF 300 kDa. Le schéma des différentes configurations est donné en Annexe IV. 3.

Dans le cas d'un traitement par NF du digestat AGRI 2, il est possible d'atteindre un FCV de 8, la surface développée est alors proche de  $230 \text{ m}^2$ , avec une conductivité du perméat de 13,3. Dans le cas d'une osmose inverse haute pression directe, le facteur de concentration final est plus faible (3), en raison de l'importante conductivité du rétentat qui se répercute aussi sur la qualité du perméat. Pour atteindre un FCV de 3, la surface à développer pour traiter  $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  de solution est proche de  $60 \text{ m}^2$ , la conductivité du perméat est alors de 7,7.

Dans le cas du couplage (NF+OIHP), si la surface nécessaire pour l'OIHP est plus faible, cela est dû à la rétention partielle des ions par NF. Toutefois, l'étape de NF réduit déjà d'un facteur 2 (pour un FCV de 2 sur NF) le flux de perméat qui entre dans le pilote d'OI. Le flux et la conductivité étant plus faibles, la surface membranaire d'osmose inverse est diminuée. Toutefois, cette configuration obligera à mettre en place la surface nécessaire à l'étape de NF (soit  $111 \text{ m}^2$  pour traiter  $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ , Tableau II.1) et ne récupérer que 50% du flux en perméat et n'atteindre au global (en incluant l'étape de NF) un FCV de 1,66. La mise en place industrielle de cette configuration couplant NF et OIHP doit donc être justifiée, notamment au travers d'une qualité d'eau finale plus adéquate à une réutilisation.

### II.3 CONCLUSION

Les estimations de besoins en énergie de ces opérations montrent des valeurs dépendantes directement des pressions transmembranaires exercées, mais ces valeurs peuvent être plus ou moins significativement augmentées par les conditions de recyclage nécessaires à un mode tangentiel de séparation.

La surface membranaire apparaît directement dépendante du flux de suspension à traiter, de la perméabilité membranaire et de la pression effective de travail. Les deux derniers critères sont des fonctions inverses de la conductivité dans le rétentat. La surface membranaire à mettre en place sera donc directement dépendante de la nature du digestat, du FCV imposé et de la sélectivité de la membrane. Selon le FCV à atteindre une OIHP directe sur le digestat clarifié peut se justifier au regard des surfaces à développer, mais les rétentats très chargés en Sodium et Chlorures ne seront pas forcément valorisables sans traitement d'affinage. A l'inverse, une étape préliminaire de séparation par NF permet de mieux équilibrer les termes en ions

indésirables. Le perméat de NF gardant une conductivité élevée, il doit alors être associé avec l'OIHP pour permettre un rejet en milieu naturel (deminéralisation significative). Ensuite, il faut, avec le rétentat de NF, concentrer les ions d'intérêt dans une saumure. Il faudra alors analyser avec attention des FCV globaux atteints et les surfaces membranaires à mettre en œuvre.