



Thèse

Présentée

Pour l'obtention

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LILLE 1

Ecole Doctorale Sciences Pour l'Ingénieur

Spécialité Génie des Procédés

Par **Manel BELDI**

*Etude et développement de média filtrants tissés pour la filtration  
et l'électro-déshydratation des milieux dispersés*

Soutenue le 22 Février 2018 devant le Jury composé de :

Mme Geneviève GESAN-GUIZIOU	Présidente
Mr Marc AUROUSSEAU	Rapporteur
Mr Jean-Yves DREAN	Rapporteur
Mme Myriam VANNESTE	Examinatrice
Mr Eugène VOROBIEV	Examineur
Roger BEN AIM	Examineur
Mme Aurélie CAYLA	Membre invité
Mr Hervé MARGERIN	Membre invité
Mme Nemeshwaree MASSIKA BEHARY	Directrice de thèse
Mme Anne PERWUELZ	Directrice de thèse

## *Remerciements*

Cette thèse a été réalisée dans le cadre du projet collaboratif DesHybou ayant débuté en 2014 pour une durée de trois ans. Je tiens donc à remercier le programme de financement des projets FUI (Fonds Unique Interministériels) ainsi que la région Haut de France ayant financé le projet. Je remercie tous les membres du consortium et en particulier les entreprises Bastien Tissages Techniques, Choquenot et Imattec.

Cette thèse est également le fruit d'une collaboration CIFRE entre l'entreprise Bastien Tissages Techniques et le laboratoire GEMTEX. Je remercie donc l'ANRT (Agence Nationale Recherche Technologie) pour le financement de ce projet de thèse. Je remercie Mr Hervé MARGERIN pour m'avoir accueilli parmi le personnel de la société Bastien et pour son encadrement, ses encouragements et sa compréhension des délais de la recherche.

Je remercie mes encadrantes et mes directrices de thèse Anne PERWUELZ et Usha MASSIKA pour leur aide et leur précieux conseils. Elles ont toujours su m'encourager et me motiver pour continuer et ne jamais baisser les bras face aux difficultés d'un projet de recherche.

J'exprime également ma gratitude envers les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer mon travail. Je remercie donc Mr Marc AUROUSSEAU, et Mr Jean Yves DREAN d'avoir accepté la lourde tâche des rapporteurs. J'adresse également mes remerciements à Mme Geneviève GESAN-GUIZIOU, Mme Myriam VANNESTE, Mr Eugène VOROBIEV et Mr Roger BENAÏM qui ont accepté d'examiner mes travaux. Enfin je remercie Aurélie CAYLA et Mr Hervé MARGERIN qui ont bien voulu participer à ma soutenance de thèse.

Je remercie également l'ensemble du personnel de l'ENSAIT et du GEMTEX et en particulier Nicolas DUMONT, Frédérick VEILLET pour leur aide sur la partie tissage de ces travaux. Je remercie également Christian CATEL pour sa bonne humeur et son aide au laboratoire.

Je remercie tout le personnel de la société Bastien Tissages Techniques pour les pauses café que j'ai pu partager avec eux, et en particulier Isabelle MARGERIN pour son soutien.

Je remercie les stagiaires qui ont travaillé sur mon projet et qui m'ont aidée à gagner un temps précieux, Perrine DERUENNES, Hanitra MALALASOA RAJONSHON, Zakaria BOUSLAMTI, Vincent ARLERY et Coraline GROS. Je remercie également Maxime CODDEVILLE pour son travail et son aide.

Je remercie également tous les doctorants et ingénieurs de la MDS (Maison de la science) Adeline, Imen, Anaëlle, Romain, Maxime, Balkiss, Abelrahman, Arthur, Juliette, Baptiste pour les pauses café, les repas à la cantine et les jeux qu'on a pu partager.

Je remercie Maman et Papa de m'avoir soutenue et encouragée tout au long de mon parcours scolaire et universitaire et pour leur amour démesuré. Je remercie ma sœur Oumaima et mes frères Oussama et Mohamed de faire partie de ma vie. Ce n'est pas évident d'être privée de sa famille six longues années pour aller jusqu'au bout dans les études.

Merci à ma belle-famille pour leur soutien.

Et enfin merci à l'homme de ma vie, mon mari et mon amour Wael. Je n'aurais pas pu aller jusqu'au bout sans ton soutien et ta patience.

## *Résumé*

Le choix de la structure du textile filtrant est primordial dans le procédé de la filtration par gâteau des milieux dispersés. L'influence des propriétés structurelles et physiques des textiles sur les performances en séparation solide-liquide a été peu abordée dans l'état de l'art. Deux milieux dispersés différents ont été étudiés : le lait caillé et les boues. Pour la déshydratation des boues, deux procédés ont été utilisés : la filtration mécanique et la filtration assistée par un champ électrique sur un filtre presse. Plusieurs tissus filtrants dont les paramètres structuraux sont très différents ont été développés dans le cadre de ce projet de thèse. La nature des fibres, la structure et la densité des fils ainsi que l'armure ont été variés. La filtration mécanique, dans un filtre presse, de trois types de milieux dispersés a été étudiée : une suspension modèle de carbonate de calcium, une suspension de sphères calibrées de PMMA et le lait caillé. L'électro-déshydratation d'une suspension modèle de Kaolin a été optimisée en utilisant un tissu conducteur comme filtre et électrode au niveau de la cathode. Afin d'optimiser la structure de ces tissus hybrides, une étude sur le lien entre la structure de ces tissus et leur résistance électrique et ionique ainsi que leur surface d'échange ionique en tant qu'électrode a été réalisée. Au vu des résultats, des tissus filtrants électrodes ont été développés. Les premiers résultats d'électrofiltration obtenus en remplaçant le filtre et l'électrode par un médium unique montrent les avantages de cette nouvelle configuration.

## *Abstract*

The choice of the filter media structure is crucial in the process of solid-liquid dispersions cake filtration. The influence of the structural and physical properties of textiles on solid-liquid separation performances has been little discussed in the state of the art. Two different suspensions have been studied: milk curd and sludge. For sludge dewatering, two processes have been used: mechanical filtration and electric field assisted dehydration on a filter press. Several filter fabrics whose structural parameters are very different have been developed in this project. The fiber nature, the weave pattern as well as the yarn structure and density were varied. The mechanical filtration, in a filter press, of three types of solid/liquid dispersions was studied: a model suspension of calcium carbonate, a suspension of calibrated PMMA spheres and milk curd. The influence of filter fabric structure on filtration kinetics was more significant for model suspensions than for milk curd. The electro-dewatering of a Kaolin model suspension was optimized by using a conductive fabric as a filter and electrode at the cathode side. In order to optimize the structure of these hybrid fabrics, a study on the link between the structural properties and electrical and ionic resistance as well as their ion exchange surface as an electrode has been carried out. In view of these results, electrode filter fabrics have been developed using a weave pattern having good filtration performances. The first electro-dehydration results obtained by replacing the filter and the electrode with a single conductive medium show the advantages of this new configuration.

# *Table de Matière*

Chapitre I	Etat de l'art .....	4
I.1.	Contexte de l'étude économique et environnementale :.....	4
I.1.1.	Contexte : .....	4
I.1.2.	Description détaillée du projet Deshybou:.....	5
I.1.3.	Problématiques et objectifs de la thèse .....	7
I.2.	Spécificités des média filtrants :.....	9
I.2.1.	Définition : .....	9
I.2.2.	Structure des média filtrants :.....	9
I.2.3.	Paramètres de fabrication des tissus :.....	10
I.2.3.1	Structure des fils :.....	10
I.2.3.2	Densité des fils : .....	11
I.2.3.3	L'armure :.....	11
I.3.	Ecoulement à travers un milieu poreux .....	13
I.3.1.	Paramètres caractéristiques des textiles tissés : .....	13
I.3.1.1	La porosité :.....	13
I.3.1.2	La dimension des pores :.....	13
I.3.1.3	Tortuosité .....	16
I.3.2.	Les théories de l'écoulement : .....	17
I.3.2.1.	Loi de Darcy :.....	17
I.3.2.2.	Régimes laminaire et turbulent: Nombre de Reynold .....	18
I.3.2.3.	Limites de la théorie de Darcy : .....	19
I.3.2.4.	Modèle de Poiseuille et sa généralisation: .....	19
I.3.2.5.	Modèle de Kozeny-Carman.....	22
I.3.2.6.	Perméabilité des média tissés :.....	23
I.4.	Théories de la filtration par gâteau: .....	25

I.4.1.	Les différentes phases de la filtration et la notion du colmatage :.....	25
I.4.2.	Filtration par gâteau sous une pression constante:.....	28
I.4.3.	Filtration gravitaire/Egouttage : .....	30
I.5.	Influence de la structure des média filtrants sur la filtration par gâteau:.....	31
I.5.1	Nature chimique des fibres .....	32
I.5.2	Structure du Fil .....	33
I.5.3	Armure .....	35
I.5.4	Nombre et taille des pores.....	36
I.5.5	Traitement de surface.....	36
I.5.6	Conclusion : .....	38
I.6.	Filtration du lait caillé : .....	38
I.6.1.	Le lait et la filtration du lait:.....	39
I.6.2.	Le lait caillé et la filtration de caillé de lait de chèvre. ....	40
I.6.2.1.	Voies de fabrication du lait caillé.....	40
I.6.2.2.	Filtration du lait caillé par égouttage : .....	41
I.6.3.	Problématiques liées à la filtration du lait caillé: .....	42
I.7.	Filtration des boues :.....	43
I.7.1.	Définition : .....	43
I.7.2.	La déshydratation mécanique dans un filtre presse:.....	44
I.7.3.	Déshydratation mécanique assistée par un champ électrique : .....	45
I.7.3.1.	Principe : .....	45
I.7.3.2.	Phénomènes électrocinétiques : .....	46
I.7.4.	Problématiques d'électro-déshydratation liées au média filtrant :.....	48
I.8.	Conductivité électrique des textiles :.....	49
I.9.	Les propriétés d'électrode des tissus .....	51
I.10.	Conclusion .....	53

Chapitre II : Matériels et Méthodes .....	61
II.1. Caractéristiques des fils utilisés .....	61
II.2. Développement et caractérisation physique des tissus filtrants .....	62
II.2.1 Caractérisations structurelles des tissus : .....	62
II.2.1.1 Mesure de la perméabilité à l'air .....	62
II.2.1.2 Mesure de la masse surfacique .....	62
II.2.1.3 Mesure de l'épaisseur .....	63
II.2.1.4 Calcul de la porosité et de la densité de pores .....	63
II.2.1.5 Estimation de la taille des pores .....	64
II.2.1.6 Microscopie optique .....	65
II.2.1.7 Profilométrie .....	65
II.2.2 Développement des tissus par le procédé du tissage : .....	65
II.2.2.1 Procédé du tissage : .....	65
II.2.2.2 Préparation du métier à tisser : .....	66
II.2.2.3 Différentes étapes du tissage : .....	69
II.2.3 Méthodologie : .....	69
II.2.3.1 Tissus Filtrants isolants : .....	70
II.2.3.2 Tissus conducteurs : .....	79
II.3. Caractérisation des propriétés filtrantes des tissus développés : .....	87
II.3.1. Filtration sous pression constante : .....	87
II.3.1.1. Caractérisation des cinétiques de filtration .....	87
II.3.1.2. Caractérisation de la résistance spécifique du gâteau de filtration : .....	89
II.3.2. Filtration gravitaire : .....	90
II.4. Caractérisation de la fonction d'électrode des tissus : .....	90
II.4.1. Mesure de la résistance électrique à l'air: .....	90
II.4.2. Développement d'un banc de test .....	91
II.4.3. Mesure de la résistance ionique des tissus .....	93

II.4.4.	Mesure de la surface d'échange des textiles électrodes.....	93
II.5.	Etude des propriétés filtre et électrode des médias tissés dans le procédé de l'électrofiltration : .....	94
II.6.	Conclusion : .....	97
Chapitre III	: Analyse de la perméabilité à l'air des tissus .....	99
III.1.	Résultats des mesures de la perméabilité à l'air : .....	99
III.1.1	Notion de la perméabilité à l'air dans les textiles : .....	99
III.1.2	Cas des tissus commerciaux : .....	99
III.1.3	Cas des tissus développés pour l'étude : .....	102
III.2.	Corrélation entre la perméabilité à l'air et la structure des tissus : .....	103
III.2.1.	Influence de la densité des fils: étude avec l'armure Cr22.....	103
III.2.2.	Influence de la taille des pores : .....	103
III.2.3.	Influence de la structure des fils : .....	106
III.2.4.	Influence de l'armure: .....	106
III.2.4.1.	Echantillons à densité de fils identiques (filés de fibres).....	106
III.2.4.2.	Echantillons à base de multifilaments texturés, étude approfondie : .....	109
III.3.	Conclusion : .....	113
Chapitre IV	: Etude de la fonction filtrante des tissus.....	116
IV.1.	Etude de la filtration d'une suspension modèle: .....	116
IV.1.1.	Tests préliminaires: Mise en place des essais de filtration.....	116
IV.1.2.	Optimisation de la suspension modèle .....	118
IV.1.2.1.	Tissus utilisés: .....	118
IV.1.2.2.	Formulations de la suspension : .....	119
IV.1.3.	Etude de l'influence des propriétés des tissus filtrants sur les performances en filtration d'une suspension modèle polydisperse : .....	123
IV.1.3.1	Influence de la structure du fil: .....	124
IV.1.3.2	Influence de la taille des pores .....	126
IV.1.3.3	Influence de l'armure : .....	128

IV.1.3.4	Conclusion:.....	129
IV.2.	Etude de la filtration par gâteau de suspensions de sphères calibrées de PMMA :	130
IV.2.1.	Cinétiques de filtration :.....	130
IV.2.2.	Résistance spécifique du gâteau :.....	131
IV.2.3.	Analyse et Discussion : .....	132
IV.2.3.1.	Répétabilité : .....	132
IV.2.3.2.	Analyse des résultats :.....	133
IV.2.3.1.	Analyse du colmatage : .....	134
IV.2.3.2.	Conclusion:.....	136
IV.3.	Conclusion :.....	137
Chapitre V :	Etude de la fonction filtrante : Egouttage du lait caillé .....	140
V.1.	Bibliographie : .....	140
V.1.1	Structure du lait :.....	140
V.1.2	Les agents de la coagulation du lait : .....	143
V.1.3	Coagulation du lait : .....	144
V.1.3.1.	Voie lactique :.....	144
V.1.3.2.	Voie enzymatique .....	145
V.1.3.3.	Coagulation mixte : .....	145
V.1.4	Le lait déshydraté .....	146
V.1.4.1.	Caractéristiques de la poudre de lait.....	147
V.1.4.2.	Différence des caractéristiques du lait frais et le lait reconstitué .....	147
V.2.	Partie expérimentale :.....	148
V.2.1	Optimisation de la fabrication du lait caillé.....	148
V.2.1.1	Reconstitution du lait à partir de la poudre.....	149
V.2.1.2	Maturation .....	149
V.2.1.3	Coagulation.....	149

V.2.1.4	Caractérisation du caillé :	150
V.2.2	Mise en place du banc de test d'égouttage.....	150
V.2.3	Caractérisation des performances en filtration :	151
V.2.3.1	Les cinétiques de la filtration :	151
V.2.3.2	Le gâteau de filtration :	151
V.2.3.3	Le filtrat :	152
V.2.3.4	Le colmatage des filtres :	152
V.2.4	Mise en place du protocole de caractérisation du colmatage des tissus par les protéines laitières .....	152
V.2.4.1	Préparation des tissus :	152
V.2.4.2	Caractérisation des protéines sur une surface textile.....	153
V.2.4.3	Présentation des échantillons testés .....	157
V.3.	Résultats :	159
V.3.1	Caractéristiques du caillé :	159
V.3.1.1	Evolution du pH :	159
V.3.1.2	Observations microscopiques :	159
V.3.2	Egouttage du lait caillé.....	161
V.3.2.1.	Filtration du lait reconstitué :	162
V.3.2.2.	Filtration du lait caillé fermier.....	165
V.3.2.3.	Synthèse :	170
V.3.3	Etude de l'adhésion des protéines sur des surfaces textiles:.....	171
V.3.3.1	Etude préliminaires :	171
V.3.3.2	Etude de l'adhésion des protéines caractérisée avec la méthode colorimétrique: 173	
V.3.3.3	Etude de la désorption :	178
V.4.	Conclusion .....	179

Chapitre VI : Etude de la fonction électrode des tissus conducteurs .....	183
VI.1. Introduction: .....	183
VI.2. Caractérisation électrique des tissus :.....	183
VI.2.1 Mesure de la résistivité électrique à l'air des tissus:.....	183
VI.2.1.1 Tissus isolants : .....	183
VI.2.1.2 Tissus conducteurs: .....	184
a. Mesures de la résistivité électrique surfacique et volumique:.....	185
b. Analyse et discussion : .....	189
VI.2.2 Mesure de la résistivité ionique : .....	193
VI.2.3 Caractérisation de la surface d'échange des tissus conducteurs .....	194
VI.2.3.1 Influence de la conductivité de la solution électrolyte:.....	194
VI.2.3.2 Influence du pourcentage des fibres conductrices :.....	196
a. Tissus à base des fils d'argent:.....	196
b. Tissus à base des fils d'Inox:.....	197
VI.2.3.3 Influence de l'armure : .....	197
VI.3. Conclusion :.....	199
Chapitre VII :Développement des tissus filtrants électrodes pour l'électrofiltration	
202	
VII.1 Introduction:.....	202
VII.2 Etude de l'influence des propriétés structurales et électriques des tissus filtrants :	
202	
VII.2.1 Description des conditions des essais : .....	202
VII.2.2 Résultats : .....	202
VII.3 Tissus filtres et électrodes :.....	204
VII.3.1 Description des conditions des essais : .....	204
VII.3.2 Propriétés des tissus utilisés: .....	204
VII.3.3 Etude de la répétabilité des tests d'électrofiltration: .....	205

VII.3.4	Effet du champ électrique sur le débit d'écoulement, la siccité et la résistance spécifique du gâteau: .....	206
VII.3.5	Influence du tissu électrode sur l'électro-déshydratation:.....	207
VII.3.5.1	Écoulement du filtrat:.....	207
VII.3.5.2	Influence de la structure de la cathode filtrante: .....	209
VII.3.5.3	Siccité des gâteaux .....	210
VII.3.5.4	Mesures du pH et de la température à l'anode et à la cathode :.....	211
VII.3.5.5	Consommation énergétique:.....	212
VII.4	Conclusion: .....	215
	Conclusion générale	217

# *Nomenclature*

## **Lettres latines :**

A : surface d'échange des électrodes ( $m^2$ )

$C_b$  : concentration de la boue (g/l)

$C_{abs}$  : coefficient d'absorption de la lumière

$C_{diff}$  : coefficient de diffusion lumineuse

$C_f$  : concentration du filtrat (g/l)

d : distance entre les électrodes (m)

D : diamètre des particules (m)

$d_{fc}$  : densité fils de trame

$d_f$  : diamètre des fibres (m)

$d_{ft}$  : densité fils de trame

$d_p$  : densité de pores par unité de surface ( $m^{-2}$ )

e : épaisseur du tissu ou du média (m)

$E_f$  : indice de filtration (%)

$E_i$  : consommation énergétique instantanée (KWh)

$E_i^s$  : consommation énergétique spécifique (KWh/l)

h : hauteur de la suspension (m)

I : intensité électrique (A)

k : constante de Kozeny

K : perméabilité du média ou constante de Darcy ( $m^2$ )

l : distance réelle parcourue (m)

L : longueur du capillaire (m)

$M_g$  : masse totale du gâteau humide (kg)

$M_{gs}$  : masse du gâteau sec (kg)

$M_s$  : masse surfacique du tissu ( $g/m^2$ )

$n$  : nombre de pores par unité de surface ( $m^{-2}$ )

$P$  : pression (Pa)

$Q$  : débit d'un fluide ( $m^3.s^{-1}$ )

$r$  : rayon d'un capillaire (m)

$R$  : résistance électrique ( $\Omega$ )

$R_{em}$  : résistance électrique moyenne de la solution ( $\Omega.cm^{-1}$ )

$R_f$  : réflectance à une longueur d'onde  $\lambda$

$R_i$  : résistivité ionique de la membrane ( $\Omega$ )

$R_m$  : résistance à l'écoulement du média filtrant ( $m^{-1}$ )

$R_{sat}$  : résistance ionique de la membrane saturée par l'électrolyte

$R_s$  : résistivité électrique surfacique ( $\Omega$ )

$R_v$  : résistivité électrique volumique ( $\Omega.cm$ )

$r_s$  : résistance spécifique volumique du gâteau ( $m^{-2}$ )

$S$  : surface filtrante du média ( $m^2$ )

$Si_g$  : siccité du gâteau (%)

$S_v$  : surface spécifique dans le média ( $m^{-1}$ )

$t$  : temps (s)

$U$  : tension électrique (V)

$v$  : vitesse d'écoulement du fluide ( $m s^{-1}$ )

$V$  : volume filtrat ( $m^3$ )

### **Lettres grecques :**

$\alpha$ : résistance spécifique du gâteau ( $\text{m.kg}^{-1}$ )

$\beta$ : résistivité électrique de l'électrolyte ( $\Omega.\text{m}$ )

$\varepsilon$  : la porosité (%)

$\tau$  : tortuosité

$\mu$  : viscosité dynamique du fluide ( $\text{Pa.s}$ )

$\rho_f$  : masse volumique des fibres ( $\text{g/cm}^3$ )

$\rho_m$  : masse volumique moyenne des fibres ( $\text{g/cm}^3$ )

$\sigma$ : conductivité électrique de l'électrolyte ( $\text{S.cm}^{-1}$ )

$\Phi$  : fraction volumique en fibres

$\phi_p$  : diamètre du pore (m)

$\phi_{fc}$  : diamètre du fil de chaîne (m)

$\phi_{ft}$  : diamètre du fil de trame (m)

$\rho$  : masse volumique ( $\text{g.cm}^{-3}$ )

## **Introduction Générale**

La filtration des suspensions aqueuses solide-liquide est un procédé utilisé dans plusieurs domaines comme l'environnement, l'industrie pharmaceutique, l'industrie agroalimentaire, la chimie, le nucléaire, *etc.* Dans la plupart des cas, cette séparation solide-liquide est réalisée grâce à une membrane poreuse permettant la rétention des particules solides et l'évacuation du liquide. Ces membranes sont essentiellement des membranes fibreuses comme les membranes nontissées obtenues par des procédés différents (voie sèche, voie fondue, électrospinning, *etc.*) ou des tissus obtenus par le procédé du tissage de fils de natures différentes (fils fibreux, fils métalliques, *etc.*).

Dans ce projet de thèse, nous nous intéresserons à deux domaines différents pour l'étude de l'influence de la membrane textile tissée sur la séparation solide liquide : le traitement des boues industrielles et la fabrication du fromage. En effet, pour ces deux applications, un procédé de filtration solide/liquide est mis en place. L'objectif commun est d'éliminer une quantité maximale d'eau le plus rapidement possible.

La première application concerne la déshydratation des boues, une opération cruciale dans le cycle de traitement de déchets. En effet, dans plusieurs procédés industriels comme le traitement des eaux, les forages ou encore la pisciculture, une quantité considérable de boue est produite. Ces boues sont caractérisées par un pourcentage d'eau très élevée pouvant atteindre les 99%. Le traitement de ces boues représente un coût considérable. Il est donc important de les déshydrater afin de limiter leurs volumes et faciliter leur transport et leur revalorisation.

La deuxième application est la filtration du lait caillé pour la fabrication des fromages. L'objectif de cette opération est d'éliminer le « lactosérum » ou le « le petit lait » afin de ne garder que les éléments non solubles du lait qui formeront le fromage. Ce procédé présente une part de marché importante en industrie laitière et est confronté à des problématiques diverses comme la durée importante de la filtration ou encore l'incompatibilité des tissus filtrants avec les contraintes imposées à la fois par le procédé et par le milieu vivant.

Dans ces deux cas, l'étude de l'interaction entre ces deux milieux dispersés et le textile filtrant est primordiale afin d'assurer des performances en filtration optimisées.

L'étude de l'influence de la structure des textiles filtrant sur la séparation solide-liquide est réalisée au sein de deux procédés différents. Le premier étant la déshydratation mécanique où la filtration est amorcée par la pression hydraulique dans des filtres presses. Ce procédé se caractérise par une efficacité limitée pour les milieux dispersés donnant lieu à un gâteau ayant une résistance à l'écoulement élevée. Le deuxième procédé est la déshydratation assistée par un champ électrique. L'étude liée à ce procédé s'intègre dans le projet Deshybou dont l'objectif est de développer à la fois un procédé d'électro-déshydratation innovant et un tissu hybride faisant office d'électrode et de filtre.

Ce manuscrit de thèse se décline donc en 5 chapitres :

Le *Chapitre I* présente l'état de l'art lié à l'étude de l'influence des propriétés des média filtrants sur la filtration par gâteau des suspensions solide/liquide ainsi qu'au développement des tissus conducteurs. Les phénomènes physiques et électriques liés à la filtration et à l'électro-déshydratation ainsi que les spécificités des médias filtrants sont décrits. L'étude de l'égouttage du lait caillé est également introduite par la description de la structure du lait caillé ainsi que les procédés utilisés pour sa filtration.

Le *Chapitre II* détaille le développement et les propriétés structurelles des tissus filtrant étudiés dans ce projet de thèse. Le procédé de tissage ainsi que les différentes caractérisations des textiles sont décrits. Les méthodes utilisées pour la caractérisation de la fonction filtrante, des propriétés électriques ainsi que la fonction électrode en électro-déshydratation sont également décrites.

Le *Chapitre III* s'intéresse à l'étude de l'influence des propriétés structurelles des tissus sur la perméabilité à l'air. Cette première étude sur l'écoulement de l'air, nous a permis de déceler les paramètres structuraux des tissus ayant un impact sur le débit d'écoulement d'un fluide non chargé.

Le *Chapitre IV* étudie la fonction filtrante des tissus. L'influence de la structure des média tissés sur la filtration d'une suspension modèle polydisperse et sur la filtration d'une suspension de sphères calibrées de PMMA a été étudiée. Les cinétiques de filtration ainsi que le colmatage des filtres sont étudiés et liés à la structure de ces tissus. Les paramètres qui se sont avérés

influent sur la filtration sont principalement la structure des fils, la taille des pores ainsi que l'armure.

Dans le *Chapitre V*, nous avons étudié l'influence de la structure du média filtrant sur l'égouttage du lait caillé. Les cinétiques de filtration ainsi que le colmatage des tissus par des protéines laitières ont été évoqués. Un protocole permettant la détection la présence des protéines laitières dans un tissu filtrant est également développé. Le lien entre la structure du tissu et l'adhésion des protéines en son sein a été étudié.

Dans le *Chapitre VI*, nous avons étudié la fonction électrode des tissus conducteurs développés. Nous avons analysé l'influence de la structure des tissus hybrides sur leurs résistances électriques. Par la suite, un banc de test a été développé pour la mesure de la surface d'échange d'électrode des tissus. La résistance ionique a été également mesurée et liée à la structure.

Le procédé de l'électro-déshydratation est abordé dans le *Chapitre VII*. Les tissus conducteurs, développés dans le cadre de ce projet, ont été utilisés comme électrodes et filtres dans le procédé d'électro-déshydratation d'une suspension modèle de kaolin.

## **Chapitre I      Etat de l'art**

### I.1.    Contexte de l'étude économique et environnementale :

#### I.1.1. Contexte :

Ce projet de thèse CIFRE est un partenariat entre le laboratoire attaché à l'ENSAIT, le GEMTEX, et l'entreprise Bastien Tissages Techniques. L'objectif de ces travaux est d'étudier l'influence de la structure du média filtrant tissé sur la filtration et l'électro-déshydratation des milieux dispersés.

Le marché de la filtration dans le monde est en forte croissance dans tous les domaines (médical, transport, bâtiment, agro-alimentaire, etc.). La société Bastien est spécialisée dans le tissage de textiles techniques destinés à l'industrie agroalimentaire et en particulier l'industrie laitière. Bastien développe donc des média filtrants pour l'industrie fromagère et en particulier pour l'égouttage du lait caillé. En 2014, le chiffre d'affaires en France du secteur laitier a représenté 29,6 milliards d'euros, ce qui l'a classé au deuxième rang des industries agro-alimentaires (ESANE 2014). La part des produits fromagers, quant à elle, a représenté 34,7 % de l'ensemble des produits laitiers en 2016 (CNIEL, 2016). Au niveau européen et mondial, la tendance de progression est sensiblement la même. En Europe, la société Bastien fait partie des leaders de ce marché et est reconnue pour son savoir-faire depuis l'année 1950. Elle est devenue au fil du temps un interlocuteur privilégié des fabricants de fromages et participe régulièrement au lancement de nouveaux produits. L'entreprise a également des collaborations avec des fabricants d'équipements pour laiterie et fromagerie afin d'adapter ses produits à leurs matériels.

L'entreprise Bastien fait également partie du projet collaboratif Deshybou dont l'objectif est de développer des méthodes innovantes pour la déshydratation des boues. Ce projet de thèse permettra donc à l'entreprise Bastien d'envisager un nouveau marché, celui du traitement des boues.

Dans ce projet, deux milieux dispersés réels ont été étudiés : le lait caillé et les boues industrielles.

### I.1.2. Description détaillée du projet Deshybou:

Le traitement des déchets est aujourd'hui l'une des problématiques dans notre société d'un point de vue économique et écologique. Suite à l'évolution permanente des activités industrielles, la quantité de ces déchets ne cesse d'augmenter. Les industriels ont de plus en plus de difficultés à gérer leurs déchets surtout avec l'apparition de plusieurs réglementations strictes à ce sujet. Les déchets les plus problématiques sont les déchets sous forme de boue. Ces boues proviennent de plusieurs secteurs industriels comme le génie civil, le dragage, le traitement des eaux, l'agroalimentaire, l'industrie textile... Elles peuvent contenir des éléments toxiques et dangereux pour la santé humaine ainsi que l'environnement comme des métaux lourds, des micro-organismes pathogènes, des colorants, *etc.* Ces boues sont donc polluantes et peuvent induire des contaminations graves surtout au niveau des nappes phréatiques. Il est donc nécessaire de développer de nouvelles technologies afin de faciliter leur traitement.

En France, les volumes de boues municipales sont passés de 860 000 tonnes en 1998 à 1 166 050 tonnes de matières sèches en 2008, soit une progression de 36 %. Au niveau industriel français, la production de boue en 2008 était évaluée à 950 000 tonnes en matières sèches et provenait principalement de l'industrie papetière, de l'agroalimentaire, de la chimie pharmacie et du textile (Legroux et Truchot, 2009). L'objectif du traitement des boues est d'extraire une quantité maximale d'eau afin de réduire le volume et faciliter le transport, le stockage ainsi que le traitement d'incinération. Cette déshydratation est réalisée majoritairement à l'aide d'une pression mécanique sur des équipements divers comme les filtres à bougies, les centrifugeuses, les filtres à bandes ou les filtres presses.

Dans le cadre du projet Deshybou, la déshydratation sur des filtres presses est étudiée. Dans ce procédé, une pression est appliquée afin de forcer la boue à traverser une membrane en textile dont le rôle est de retenir les particules solides mais de se laisser traverser par l'eau. Ce procédé est appelé la filtration par gâteau étant donné qu'un gâteau, constitué des particules solides retenues, est construit à la surface du filtre textile. La quantité finale d'eau dans le gâteau dépend des propriétés de la boue ainsi que de sa provenance. Certaines boues présentent une résistance à l'écoulement très élevée, ce qui réduit considérablement l'écoulement de l'eau pendant la déshydratation et rend le traitement très lent et peu efficace. Les industriels peuvent avoir

recours à des solutions chimiques afin d'améliorer la filtrabilité des boues comme l'ajout de coagulants.

Le consortium du projet Deshybou est constitué de deux partenaires universitaires : l'ENSAIT et l'UTC ainsi que six partenaires industriels dont cinq PME et une grande entreprise (Figure I-1).



**Figure I-1 Le consortium du projet Deshybou**

Les objectifs du projet Deshybou sont les suivants :

- Mise en place et optimisation du procédé de la déshydratation assistée par un champ électrique dans les filtres presses ;
- Développement d'un tissu filtrant innovant ayant des performances optimisées en électro-déshydratation ;
- Transfert technologique du procédé sur un pilote semi-industriel.

Les activités innovantes de ce projet sont liées à la fois au développement du procédé et du matériau filtrant :

- Le développement d'un média filtrant conducteur assurant à la fois la fonction filtrante et celle d'électrode permettant de réduire la consommation énergétique du procédé ;

- L'application d'un système de recirculation du filtrat afin d'éviter la dégradation des électrodes sous l'effet des conditions chimiques corrosives du procédé (Desabres, 2017).

### I.1.3. Problématiques et objectifs de la thèse

L'industrie fromagère présente aujourd'hui plusieurs problématiques liées aux tissus filtrants. L'égouttage du lait caillé est une opération très longue (8 heures en moyenne). Les tissus filtrants ont tendance à se colmater par le caillé, limitant ainsi l'écoulement du lactosérum. Ce colmatage est également à l'origine du vieillissement rapide des tissus. En effet, un tissu est utilisé pour plusieurs cycles de filtration et est lavé entre deux cycles. Par conséquent, les industriels ont recours à des produits agressifs et à des températures élevées pour le lavage des filtres utilisés. Ceci engendre un coût de lavage très élevé et une consommation énergétique importante. Certains industriels utilisent le lait en poudre ou des protéines en poudre afin d'enrichir le caillé et d'augmenter le rendement fromager. En revanche, ceci rend le gâteau extrêmement collant et difficile à séparer du tissu filtrant. Une intervention supplémentaire est donc nécessaire afin de racler le gâteau qui reste collé à la surface du filtre.

Les tissus filtrants peuvent également présenter une structure poreuse qui n'est pas adaptée à la taille des particules dans le lait caillé, ce qui peut induire des pertes de matière considérables pendant le procédé de l'égouttage.

L'influence de la structure des média filtrants sur l'égouttage du lait caillé n'a pas été étudiée dans la littérature malgré le rôle primordial que joue ce matériau dans le procédé. L'objectif de ce projet est donc de comprendre l'interaction entre le lait caillé et le média fibreux. Le lien entre la structure poreuse du médium tissé et les cinétiques de l'égouttage sera étudié. Les phénomènes de colmatages sont également à étudier afin de comprendre l'origine de l'encrassement des filtres.

Le but est de proposer un tissu filtrant doté d'une structure optimisée afin de garantir le meilleur compromis entre la rapidité de la filtration et son efficacité. Ce produit doit également présenter une surface améliorée qui réduit le collage du gâteau.

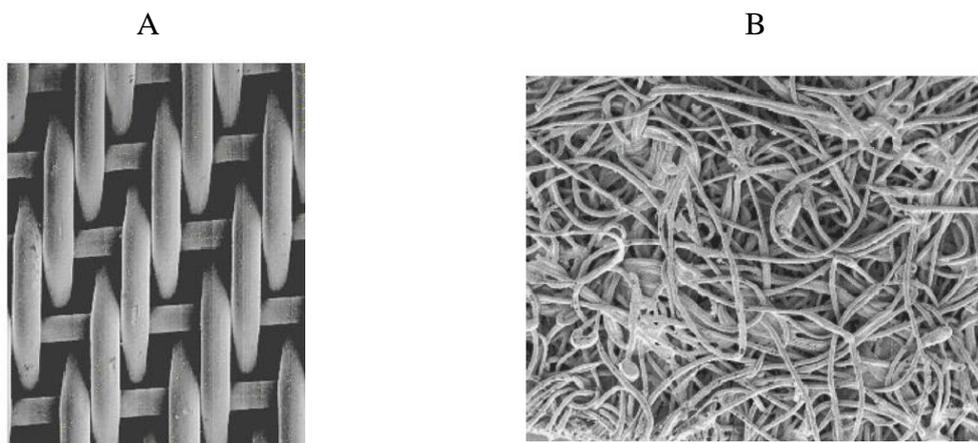
## I.2. Spécificités des média filtrants :

### I.2.1. Définition :

Le médium filtrant a été défini par Purchas (Purchas and Sutherland 2002a): « *un médium filtrant est tout matériau perméable à un ou plusieurs éléments d'un mélange, solution ou suspension et imperméable aux autres composants, sur lequel ou au sein duquel des particules sont déposées par un procédé de filtration.* ».

### I.2.2. Structure des média filtrants :

Les média utilisés en filtration sont de différentes natures. Les matériaux filtrants les plus utilisés en filtration sont les tissus ou les nontissés (Purchas and Sutherland 2002a). Dans la Figure I-2, les structures d'un tissu et d'un nontissé sont présentées. Les tissus sont des étoffes constituées de deux types de fils : les fils de chaîne, dans la direction du métier du tissage, et les fils de trame dans la direction perpendiculaire. Les tissus sont donc des structures régulières. Un tissu donné est caractérisé par 3 paramètres : la composition et la structure des fils, la densité des fils de chaîne et de trame qui représente le nombre de fils par cm, et le dessin de tissage ou l'armure. La structure des tissus peut donc être variée en modifiant ces paramètres. Ceci est détaillé dans le chapitre II. Les nontissés sont des matériaux composés de fibres entremêlées et orientées d'une manière aléatoire. La structure des nontissés est donc très hétérogène.



**Figure I-2 Les textiles les plus utilisés en filtration : les Tissus (A) et les Nontissés (B) (Tarleton and Wakeman 2010)**

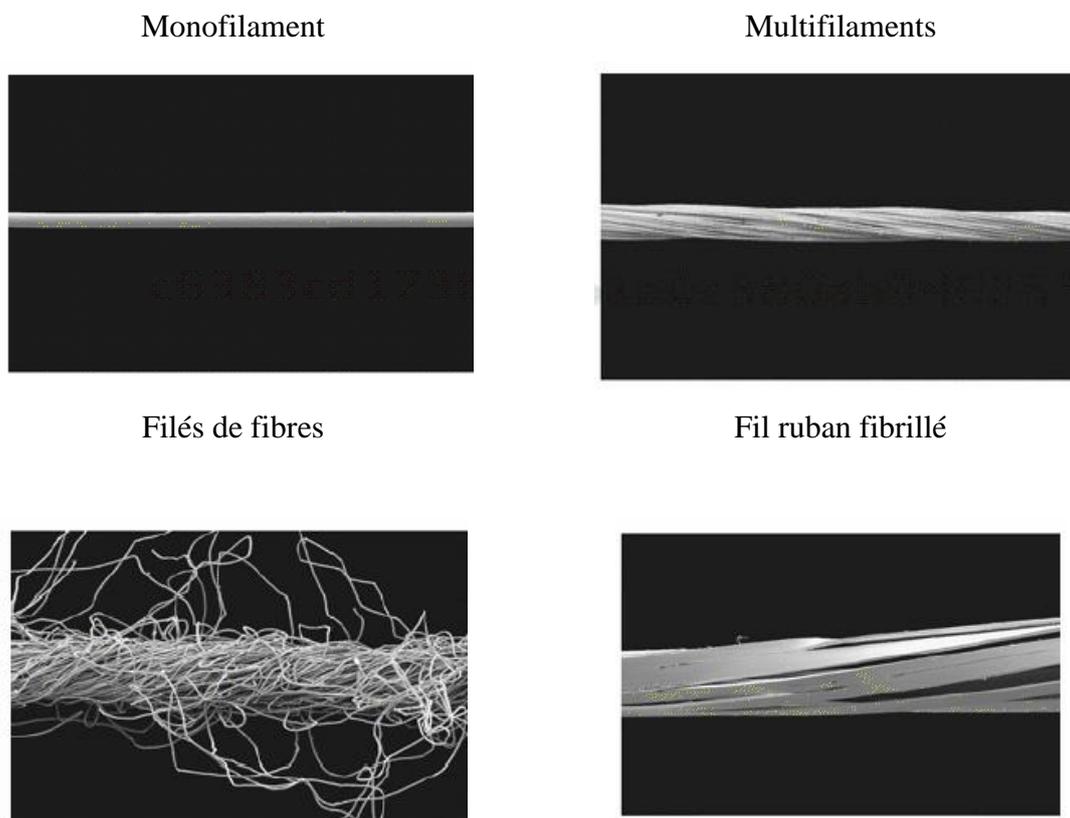
Malgré leur coût plus élevé, les tissus sont les filtres les plus utilisés en filtration dans les filtres presses compte tenu de leur meilleure résistance mécanique à haute pression. De plus, la

structure très poreuse des non tissés induit un colmatage plus élevé, ce qui rend le nettoyage des filtres en fin de cycle très difficile.

### I.2.3. Paramètres de fabrication des tissus :

#### I.2.3.1 Structure des fils :

Le premier paramètre dans un tissu est la structure des fils de chaîne et de trame. Ces deux fils peuvent être identiques ou différents. Les fils sont caractérisés principalement par le type, le titre ou la masse linéique ainsi que la torsion et par la nature chimique, la longueur et le diamètre des fibres. Le titre d'un fil correspond à la masse du fil par rapport à sa longueur et traduit son diamètre. Plus le titre est élevé, plus le fil est gros. On trouve principalement quatre types de fils : les filés de fibres, les multifilaments, les monofilaments et les fils ruban fibrillé.



**Figure I-3 Les différentes structures des fils dans un tissu (Tarleton and Wakeman 2010)**

Les filés de fibres sont des fils constitués de fibres courtes parallélisées et plus ou moins retordues développés par le procédé de filature, un procédé initialement conçu pour les fibres naturelles. Ces fibres peuvent également être des fibres synthétiques comme le polyester, le

polypropylène, le polyamide... obtenues par la découpe des filaments en petits morceaux de 40 à 100 mm de longueur après le filage. Les monofilaments sont des fibres uniques de longueur infinie obtenues à partir de polymères extrudés à travers une filière. Ces filaments peuvent avoir différents diamètres et différentes formes de sections. Les multifilaments sont des monofilaments parallélisés et rassemblés avec ou sans torsion. Les fils ruban fibrillé sont fabriqués à partir d'un film en polymère très fin, coupé en une multitude de rubans de très faibles largeurs assemblés et consolidés par une torsion légère ou importante. Ces fils se caractérisent par de grands diamètres et sont généralement utilisés pour la fabrication des tissus supports pour des filtres fins ou pour améliorer le drainage.

Le titre d'un monofilament est fixé par le choix du taux d'étirage sur la machine de filage. Le titre des filés de fibres et des multifilaments est déterminé par le choix du titre et de la densité des fibres ou des filaments respectivement ainsi que de la torsion. Plusieurs spécificités peuvent être conférées aux fils en fonction de la technologie utilisée pour sa fabrication comme la texturation ou le guipage.

#### I.2.3.2 Densité des fils :

Le deuxième paramètre dans un tissu est la densité des fils de chaîne ou de trame qui correspond au nombre de fils par centimètre. Il détermine donc l'espace entre deux fils adjacents au sein du tissu.

#### I.2.3.3 L'armure :

Le dernier paramètre est le dessin de tissage ou l'armure. Elle présente la manière avec laquelle les fils de chaîne et de trame sont entrecroisés. Les armures les plus basiques sont la toile, le sergé et le satin (Figure I-4).

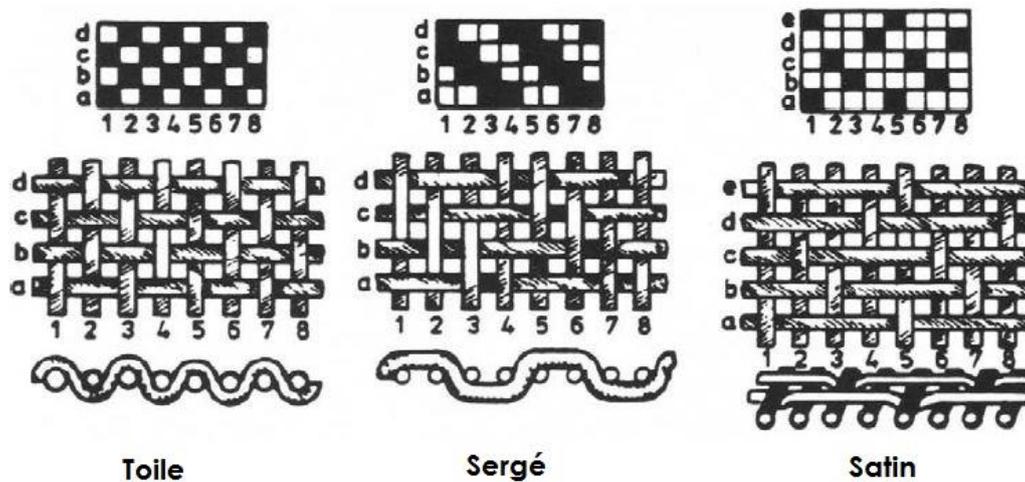


Figure I-4 Les armures basiques des tissus (Purchas and Sutherland 2002b)

Le choix de l'armure est primordial étant donné qu'il détermine le nombre d'entrecroisement entre les fils de chaîne et les fils de trame. Dans une armure, deux types d'entrecroisement sont identifiés, des pris présentés par les carrés noirs et des laissés présentés par les carrés blancs (Figure I-5). Un pris est un entrecroisement où le fil de chaîne est au-dessus d'un fil de trame tandis qu'un laissé est un entrecroisement où le fil de trame est au-dessus d'un fil de chaîne.

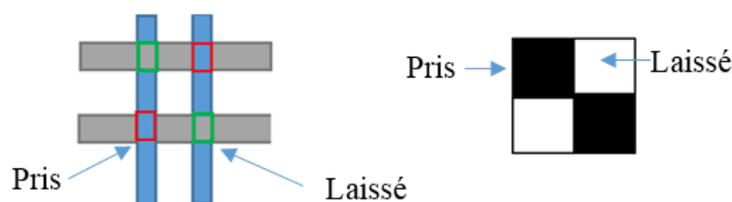


Figure I-5 Schéma d'entrecroisement entre deux fils de chaînes et deux fils de trame

L'armure définit également la longueur des flottés. Un flotté de trame (ou de chaîne) est un fil qui garde la même position par rapport à plusieurs fils de chaîne (ou de trame). La longueur des flottés est déterminée par deux paramètres dans le tissu : le CFF (Cover Firmness Factor) et FYF (Floating Yarn Factor). Ces deux paramètres sont calculés à partir d'un motif de répétition des dessins d'armures (Figure I-6). Ces facteurs ont été définis par (Morino, Matsudaira, and Furutani 2005) et utilisés pour prédire la résistance mécanique (Sankaran and Subramaniam 2012), la perméabilité à l'air (Fatahi 2012) ainsi que la porosité (Havlová 2014). Ils sont calculés à partir des équations I-1 et I-2.

## Équation I-1

$$CFF = \frac{Nc}{Ne}$$

## Équation I-2

$$FYF = \frac{a \times Nf}{Ne}$$

Avec:

Ne: le nombre d'entrecroisement des fils de chaîne et de trame dans une armure

Nc : le nombre de fois où le fil de trame change de position par rapport au fil de chaîne

a : Un coefficient calculé à partir de la longueur du flotté (nombre de fils en dessous – 1)

Nf : Le nombre de flottés ayant le coefficient a

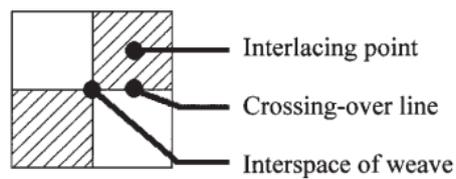


Figure I-6 Les paramètres dans un entrecroisement de fils (Morino, Matsudaira, and Furutani 2005)

### I.3. Ecoulement à travers un milieu poreux

#### I.3.1. Paramètres caractéristiques des textiles tissés :

##### I.3.1.1 La porosité :

Le premier paramètre qui caractérise un milieu poreux est la porosité noté  $\varepsilon$ . Ce paramètre est défini par le rapport du volume de vide sur le volume total du matériau poreux (Hsieh 1995).

La porosité d'un textile est donc donnée par l'Équation I-3 et définit la porosité totale, qui est la somme des porosités liées aux deux types de pores définis par la suite.

#### Équation I-3

$$\varepsilon = 1 - \frac{M_s}{e \times \rho_f}$$

où  $M_s$  est la masse surfacique du tissu ( $\text{g/cm}^2$ ),  $e$  son épaisseur (m) et  $\rho_f$  la masse volumique des fibres ( $\text{g/cm}^3$ ).

##### I.3.1.2 La dimension des pores :

Dans un média filtrant tissé, il existe deux types de pores : les micropores qui représentent les pores au sein des fils et les macropores qui résultent de l'entrecroisement des fils de chaîne et les fils de trame (Ogulata and Mezarciroz 2012) et (Turan and Okur 2013).

##### a. Pores inter-fibres ou micropores :

L'organisation des fibres à l'intérieur du fil est importante dans l'étude de la structure du textile poreux. La structure de ces micropores dépend de la taille et la forme de la section des fibres ainsi que de la torsion du fil (Karaca et al. 2012). Si les fibres ont une section ronde, les principales formes des pores, formés par des assemblages de fibres à l'intérieur du fil, sont hexagonales ou quadratiques (Figure I-7).

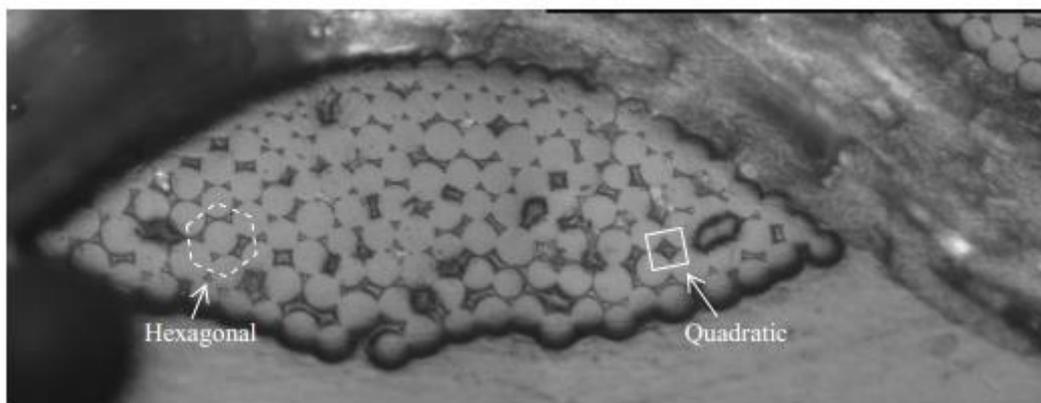


Figure I-7 Coupe transversale d'un fil de polyester dans un tissu (Xueliang Xiao 2012)

b. Pores inter-fils ou macropores :

Ces pores correspondent aux orifices entre les fils de chaîne et les fils de trame dans un tissu. Leur taille dépend de la densité des fils tandis que leur forme dépend de l'armure (Penner and Robertson 1951). Plus la densité des fils est élevée, plus ces pores sont fins. D'autre part, l'armure ou l'entrecroisement des fils détermine la géométrie du pore. Chaque armure est constituée de différents pores parmi les 4 types de pores possibles définis par (Backer 1951) et schématisés par Havlova (Havlová 2014) (Figure I-8) .

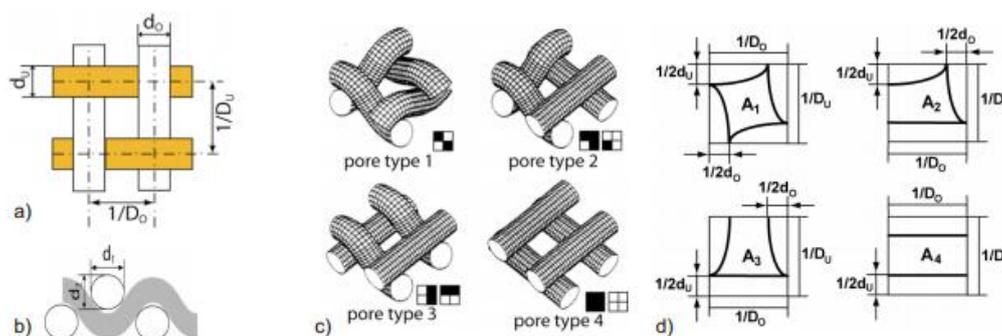


Figure I-8 Différents types de pores dans un tissu (Havlová 2014)

La structure interne des différents pores a été analysée par Backer à travers une coupe transversale qui permettait de mesurer la surface de la section du pore à différentes profondeurs du tissu (16 coupes différentes dans le sens de l'épaisseur). Les images obtenues de ces coupes sont présentées dans la Figure I-9. Ces images montrent que la surface des pores dépend de la profondeur à laquelle la mesure est réalisée dans l'épaisseur du tissu.

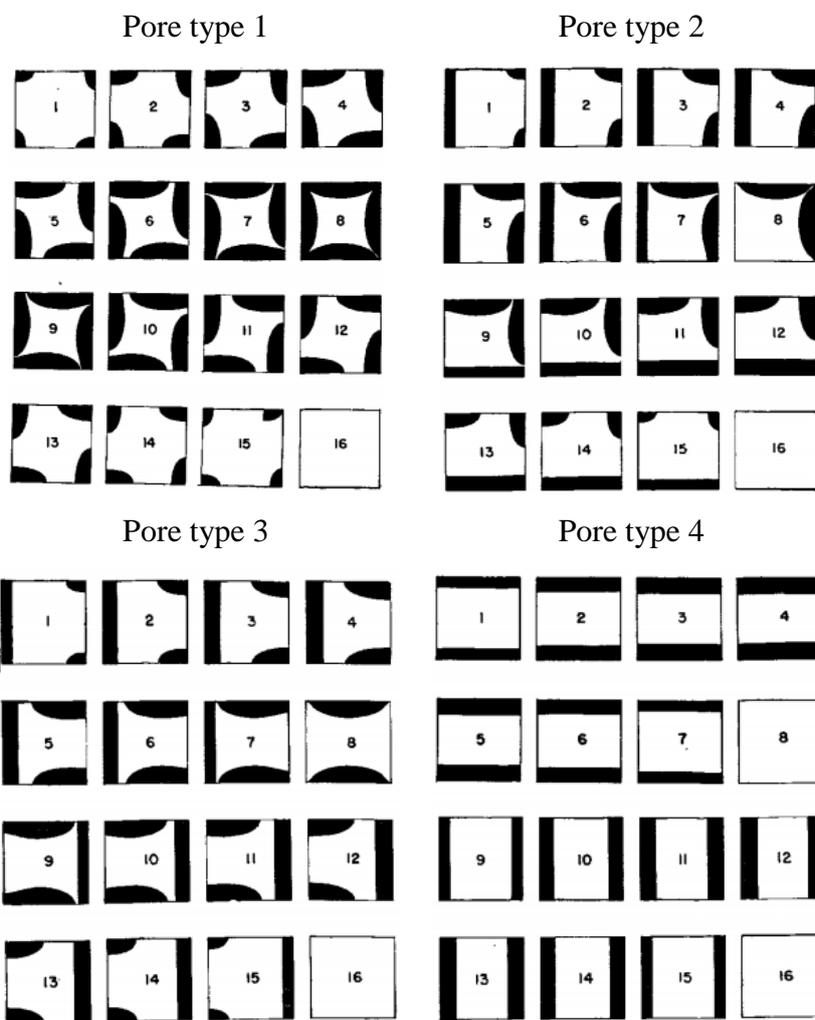
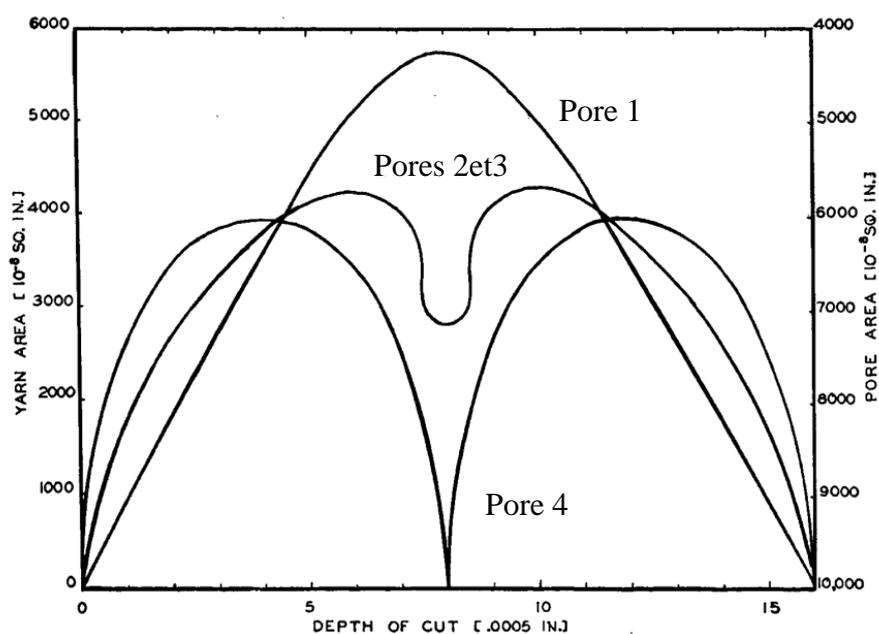


Figure I-9 Vue de dessus des différentes sections des pores, les nombres correspondent à la profondeur de la coupe (Backer 1951)

La Figure I-22 montre ces mesures. Nous pouvons constater qu'il y a trois courbes différentes. La première courbe correspond au pore de type 1. La surface du pore diminue en fonction de la profondeur jusqu'à l'atteinte d'une valeur minimale au centre du tissu. Quant à la surface du pore 4, elle atteint une valeur maximale au centre du tissu où les deux fils de chaînes et les deux fils de trame sont simplement déposés l'un sur les autres sans aucun entrecroisement. Cette étude montre qu'au sein du tissu, les pores 1 sont les plus étroits et que les pores 4 sont les plus larges.

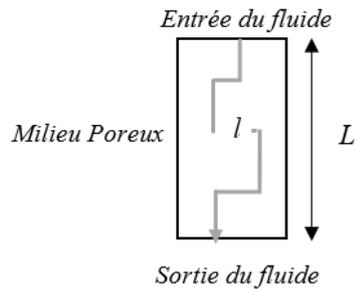


**Figure I-10 Surface de la section des pores en fonction de la profondeur de la coupe (Backer, 1951)**

Cette approche a été reprise dans plusieurs études notamment par Lu et al. en 1996 où les auteurs confirmaient que la structure compacte du pore de type 1 induisait un écoulement de fluide plus faible (Lu et al. 1996).

### I.3.1.3 Tortuosité

La tortuosité  $\tau$  d'un milieu poreux évalue l'écart entre la distance réelle parcourue par un fluide en son sein  $l$  et son épaisseur  $L$  (Figure I-11).



**Figure I-11 Illustration du facteur de tortuosité**

Ce facteur a été défini par différents auteurs par la relation suivante (Dilluen 1991):

**Équation I-4**

$$\tau = \frac{l}{L}$$

Notons que certains auteurs ont parfois défini la tortuosité par le rapport de la longueur parcourue du liquide par la longueur apparente du capillaire (Bear 1972). Au sein des média filtrants tissés, nous considérons que l'écoulement a lieu majoritairement à travers les pores inter-fils et que ces pores sont des tubes droits.

**I.3.2. Les théories de l'écoulement :**

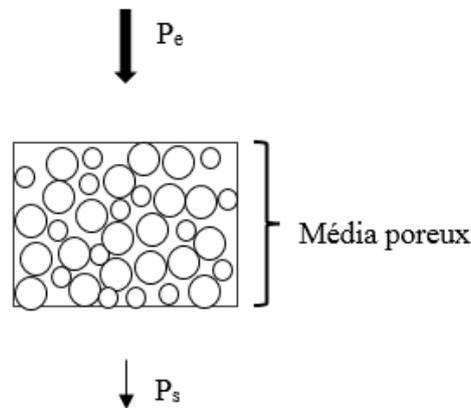
**I.3.2.1. Loi de Darcy :**

La loi de Darcy définit l'écoulement d'un fluide à travers un milieu poreux en fonction de la perte de charge, sous un régime laminaire. Cette perte de charge est due aux frottements entre le fluide et les parois du solide constituant le média. La constante de proportionnalité dépend de la perméabilité et de l'épaisseur du média:

**Équation I-5**

$$\frac{Q}{S} = \frac{K \Delta P}{\mu e}$$

où  $Q$  ( $\text{m}^3/\text{s}$ ) est le débit volumique du fluide,  $S$  ( $\text{m}^2$ ) est la surface de la section du média poreux,  $\Delta P$  (Pa) est le gradient de pression,  $e$  est l'épaisseur du média,  $\mu$  (Pa.s) est la viscosité dynamique du fluide et  $K$  ( $\text{m}^2$ ) est la perméabilité du média appelée également la constante de Darcy.



**Figure I-12 Ecoulement d'un fluide à travers un milieu poreux**

### I.3.2.2. Régimes laminaire et turbulent: Nombre de Reynold

Les différents régimes d'écoulement, laminaire et turbulent ont été mis en évidence par Reynolds en observant l'écoulement d'un liquide dans un tube transparent. Afin de visualiser la structure de l'écoulement, un liquide coloré a été introduit à l'entrée du tube. Il a été donc observé que l'écoulement du colorant comportait deux phases principales :

- Ecoulement laminaire : Au début, pour les faibles vitesses, le filet coloré était parfaitement rectiligne jusqu'à la sortie du tube. Aucun mélange entre le liquide coloré et le liquide transparent n'a été observé ;
- Ecoulement turbulent : A partir d'une certaine valeur de vitesse d'écoulement, le filet coloré se mettait à onduler et s'épaississait progressivement vers l'aval de l'écoulement. Lorsque la vitesse augmentait, les ondulations s'amplifiaient et une zone apparaissait en aval où le colorant se dispersait totalement dans le liquide transparent. Cette zone de mélange s'étendait vers l'amont en même temps que la vitesse du fluide croissait.

Reynolds a montré, en utilisant différents liquides et différents diamètres de tubes, que la transition laminaire-turbulent dépend à la fois de la vitesse du fluide  $v$  ( $\text{m.s}^{-1}$ ), de sa viscosité dynamique  $\mu$  (Pa.s), de la masse volumique du fluide  $\rho$  ( $\text{kg.m}^{-3}$ ) et du diamètre du pore sous forme de tube  $\phi_p$  (m). Cette relation est le nombre de Reynolds  $Re$  exprimé dans l'Équation I-6 (Charpentier, 1999).

#### Équation I-6

$$Re = \frac{\rho v \phi_p}{\mu}$$

La valeur critique du nombre de Reynolds qui caractérise la transition laminaire-turbulent peut varier légèrement avec certaines conditions expérimentales (géométrie de l'entrée du tube par exemple).

#### I.3.2.3. Limites de la théorie de Darcy :

L'approche de Darcy a été généralisée aux écoulements à plus grande vitesse par Ergun en introduisant un terme quadratique. Une corrélation entre la perte de charge à travers un lit de sphères et sa porosité a été proposée à travers l'Équation I-7 :

#### Équation I-7

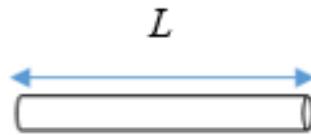
$$\frac{\Delta P}{e} = \frac{150 \mu v (1 - \varepsilon)^2}{D^2 \varepsilon^3} + \frac{1.75 \rho v^2 (1 - \varepsilon)}{D \varepsilon^3}$$

Où  $v$  ( $\text{m.s}^{-1}$ ) est la vitesse d'écoulement du fluide,  $\mu$  (Pa.s) est la viscosité dynamique du fluide,  $\varepsilon$  est la porosité du média poreux,  $\rho$  ( $\text{g.cm}^{-3}$ ) est la masse volumique du fluide et  $D$  (m) le diamètre des particules composant le média (Charpentier, 1999).

Pour la suite, compte tenu des faibles dimensions des pores, nous considérerons que nous sommes en régime laminaire.

#### I.3.2.4. Modèle de Poiseuille et sa généralisation:

Dans le cas d'un régime laminaire et constant d'un fluide non compressible, Poiseuille a proposé un modèle qui décrit l'écoulement dans un pore assimilé à un tube cylindrique.



**Figure I-13** Modèle d'un capillaire cylindrique

Cette loi, décrite par Sutera (Sutera and Skalak 1993) lie le débit d'écoulement  $Q$  ( $\text{m}^3/\text{s}$ ) au gradient de pression  $\Delta P$  (Pa), la viscosité du fluide  $\mu$  (Pa.s), la longueur du capillaire  $L$  (m) ainsi que le rayon du tube  $r$  (m).

**Équation I-8**

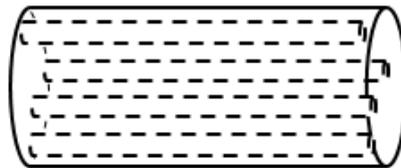
$$Q = \frac{\pi r^4}{8 \mu} \frac{\Delta P}{L}$$

Cette loi était généralisée à un écoulement à travers un réseau de  $n$  capillaires cylindriques parallèles. L'expression du débit d'écoulement est donc:

**Équation I-9**

$$\frac{Q}{S} = \frac{n \pi}{8 \mu} \frac{\Delta P r^4}{L}$$

Avec  $n$  le nombre de ces canaux par unité de surface (Nicolas 2003).



**Figure I-14** réseau capillaire cylindrique

L'expression de la constante de Darcy est donc donnée par l'équation suivante :

**Équation I-10**

$$K = \frac{n \pi r^4}{8}$$

Dans ce modèle, la porosité du média est exprimée en fonction des dimensions des canaux par l'Équation I-11:

**Équation I-11**

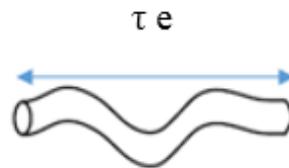
$$\varepsilon = n\pi r^2$$

En remplaçant l'expression de la porosité dans l'Équation I-10, la perméabilité de Darcy dans un réseau capillaire s'exprime donc comme suit :

**Équation I-12**

$$K = \frac{\varepsilon r^2}{8}$$

Dans les équations précédentes, la longueur des capillaires est considérée équivalente à la longueur parcourue par le fluide dans ce capillaire. Si les capillaires ne sont pas rectilignes, la notion de tortuosité est introduite et la longueur parcourue par le fluide est supérieure à la longueur du capillaire.



**Figure I-15** Modèle du capillaire tortueux

Le débit d'écoulement dans un réseau capillaire non rectiligne est donc exprimé par l'Équation I-13.

**Équation I-13**

$$\frac{Q}{S} = \frac{\varepsilon}{8\mu} \frac{\Delta P r^2}{\tau e}$$

Par analogie avec l'équation de Darcy (Équation I-5), la perméabilité ou constante de Darcy est liée à au rayon du pore par l'Équation I-14:

**Équation I-14**

$$K = \frac{r^2 \varepsilon}{8\tau}$$

### I.3.2.5. Modèle de Kozeny-Carman

A l'appui de la loi de Poiseuille, Kozeny (1927) propose de modéliser les matériaux poreux par un réseau de pores cylindriques identiques (même porosité, même surface spécifique) sous un régime laminaire. La constante de Kozeny a été déterminée empiriquement par Carman pour des porosités allant de 0,3 à 0,7. Sa valeur dépend de la forme de la section du tube. Elle prend en compte les effets de la tortuosité ainsi que les effets de frottements visqueux. Elle est de 2 pour les sections circulaires, entre 2,13 et 2,45 pour les sections elliptiques et entre 1,78 et 3 pour les sections rectangulaires (Carman 1937).

Cette loi a été étendue à des média granulaires dont les particules ont une forme sphérique. La constante de Kozeny a été estimée à 5 dans ce cas si la porosité n'excède pas 0,7 à 0,8 (Carman 1939). Pour des empilages de fibres à porosité plus élevée, la constante de Kozeny ( $k$ ) est égale à 9 pour des porosités avoisinant les 0,94 et à 22 pour des porosités égales à 0,99 (Charpentier 1999).

#### Équation I-15

$$K = \frac{\varepsilon^3}{k (1-\varepsilon)^2 S_v^2}$$

Où  $S_v$  ( $m^{-1}$ ) la surface spécifique dans le média et  $k$  la constante de Kozeny. La relation de Kozeny-Carman s'écarte nettement des résultats expérimentaux lorsque la porosité dépasse 0,7.

Dullien a exprimé la constante de Kozeny en fonction de la tortuosité des pores et d'un facteur qu'il a appelé facteur de forme de pores  $k_0$  (Dullien 1992). Il a donc exprimé la perméabilité comme suit :

#### Équation I-16

$$K = \frac{\varepsilon^3}{\tau k_0 (1-\varepsilon)^2 S_v^2}$$

Ces modèles classiques ont été développés pour des média granulaires solides composés de particules de différentes formes et tailles de faible porosité ( $<0,7$ ). Ces particules sont considérées rigides, de géométrie fixe et ayant un contact par un seul point.

Ces modèles ne sont pas compatibles avec les textiles, considérés généralement comme un empilement de fibres ordonnées (le cas des tissus) ou désordonnées (le cas d'un nontissé), dont la porosité dépasse la valeur de 0,7.

Davies a proposé un modèle exprimant la perméabilité d'un média fibreux. Contrairement à Kozeny-Carman qui considère que le milieu poreux est un réseau de capillaires parallèles, Davis suppose que le milieu poreux est un milieu anisotrope et le représente par un empilement aléatoire de fibres de différents diamètres. Ce modèle n'est valable que lorsque l'écoulement est à faible nombre de Reynolds (Équation I-6) et la porosité est très élevée ( $>0,9$ ) (Davies 1953).

#### Équation I-17

$$K = \frac{d_f^2}{16\phi^{1.5}[1+56\phi^3]}$$

avec  $d_f$  le diamètre des fibres (m) et  $\phi$  la fraction volumique en fibres.

Cependant, ce modèle n'est valable que pour un empilement aléatoire de fibres, ce qui correspond à une structure nontissée et non pas tissée.

#### I.3.2.6. Perméabilité des média tissés :

Dans les média tissés, l'écoulement du fluide a lieu principalement à travers les pores inter-fils et non pas les pores dans les fils. Ces pores peuvent être considérés comme des tubes parallèles et identiques dans le cas où les défauts d'armure sont négligés et les fils sont considérés non poreux et à section circulaire. Nous pouvons donc considérer que le modèle de Poiseuille généralisé est le plus approprié pour la représentation théorique de la perméabilité des tissus malgré le caractère fibreux des tissus et la forme non cylindrique des pores comme démontré auparavant (Backer 1951) et (Havlova 2014).

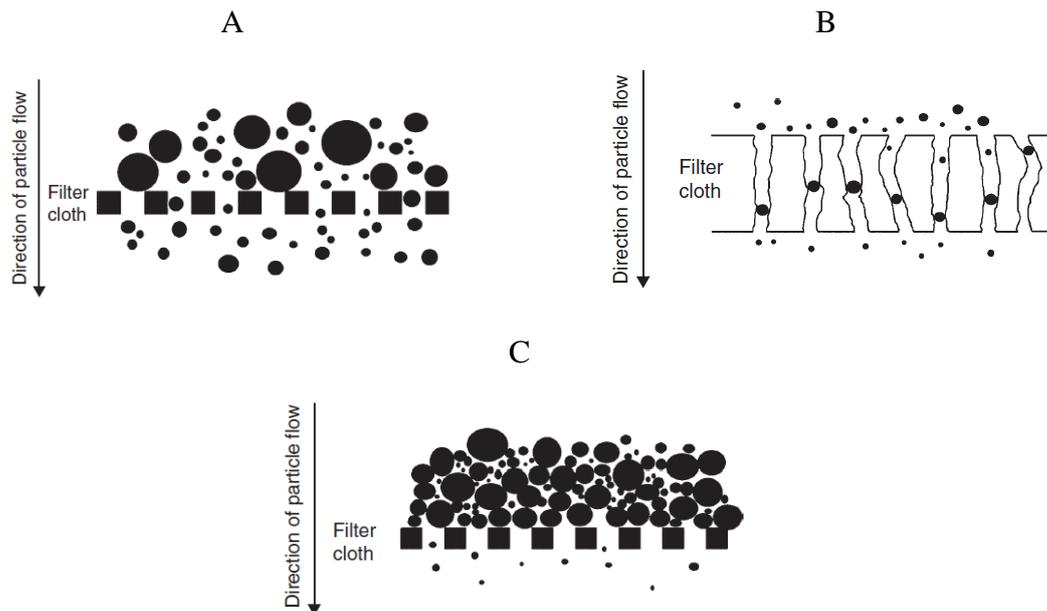
La perméabilité des tissus dépend principalement de la structure des fils ainsi que de leurs densités dans le sens de la chaîne et de la trame (Ogulata 2006). En effet le flux dominant concerne les pores entre les fils. La perméabilité dépend également de la structure du milieu poreux, et en particulier de l'armure dans le cas des tissus (Fatahi 2012).

Si le tissu est utilisé dans une application où il est soumis à une déformation comme la filtration, sa perméabilité risque d'être modifiée. Cette déformation a été modélisée par (Xiao, Long, and Zeng 2014). Pour les tissus lâches, l'entrecroisement régulier des fils crée des canaux pour l'écoulement du fluide. Ces canaux sont théoriquement identiques et répétitifs. Le flux prédominant est donc celui autour des fils surtout si la torsion du fil est importante. En revanche, pour les tissus serrés, le fluide est transféré à travers le fil. Le diamètre, l'arrangement ainsi que la fraction volumique des fibres sont les facteurs principaux qui influent sur la perméabilité (Tung et al. 2006).

#### I.4. Théories de la filtration par gâteau:

##### I.4.1. Les différentes phases de la filtration et la notion du colmatage :

La filtration des suspensions consiste à séparer les particules solides de la phase liquide. La séparation solide/liquide par un médium poreux comporte deux mécanismes différents présentées dans la Figure I-16 (Hardman 2014).



**Figure I-16 Filtration à travers un médium poreux (A) filtration en profondeur (B) et filtration par gâteau (C) (E. Hardman 2014)**

Ces phénomènes, qui interviennent quasi-simultanément dans le cas d'une suspension polydisperse, sont liés au rapport entre la distribution de la taille des particules dans la suspension et de la dimension des pores dans le médium.

- Le colmatage en profondeur (Figure I-16.B):

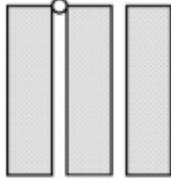
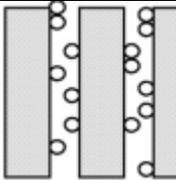
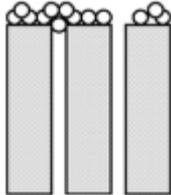
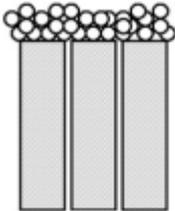
Le colmatage en profondeur est l'étape pendant laquelle la filtration n'est réalisée que par la structure du médium poreux. Les particules dont la taille est plus petite que les pores du filtre migrent dans le filtrat à travers le médium. Une partie de ces particules pénètre à l'intérieur de la structure poreuse et risque de boucher les pores. Le média filtrant voit ainsi sa résistance à l'écoulement augmenter et sa structure être modifiée (Willis et al. 1983).

- Le dépôt en surface (Figure I-16.C):

Les particules, dont la taille est plus élevée que les pores du textile filtrant, sont arrêtées à la surface de celui-ci. L'accumulation de ces particules correspond à la formation du gâteau. Dès lors, la filtration est réalisée par le filtre et le gâteau à la fois. Les fines particules sont donc retenues au sein du gâteau à partir du moment où la première couche de ce dernier est formée (Ripperger et al. 2013), ce qui permet d'augmenter l'efficacité de la filtration.

Wang a schématisé les mécanismes de blocage des pores dans le cadre d'une filtration membranaire (Tableau I.1). Dans cette étude, les modèles établis pour décrire les différents mécanismes de colmatage pendant la filtration membranaire sont résumés. Dans ces modèles, les particules sont considérées sphériques, la pression transmembranaire constante et l'écoulement perpendiculaire à la membrane. Le débit d'écoulement initial est noté  $Q_0$  et l'indice de les constantes  $k_b$ ,  $k_s$ ,  $k_i$  et  $k_c$  correspondent au phénomène de blocage correspondant (Wang 2008).

Tableau I.1 Mécanismes de blocage des pores

Type du blocage	Blocage complet	Blocage standard	Blocage intermédiaire	Filtration sur gâteau
Schéma				
Phénomène	La taille des particules est quasiment équivalente à celle du pore.	La taille des particules est légèrement inférieure à la taille des pores. Elles passent à travers celui-ci et peuvent être coincées dedans par d'autres forces.	Les particules bouchent les pores et s'accumulent sur d'autres particules.	La taille des particules est supérieure à la taille des pores. Elles se déposent à la surface de la membrane.
Modèle mathématique	$K_b V = Q_0(1 - e^{-K_b t})$	$\frac{K_s t}{2} = \frac{t}{V} - \frac{1}{Q_0}$	$K_i V = \ln(1 + K_i Q_0 t)$	$K_c V = \frac{2t}{V} - \frac{2}{Q_0}$

Le média filtrant perd donc sa perméabilité au cours de la filtration à cause du colmatage en profondeur. Dans le cas d'une filtration par gâteau d'une suspension polydisperse, ces modèles ne sont pas applicables.

#### I.4.2. Filtration par gâteau sous une pression constante:

Pendant la filtration par gâteau, l'expression de la perte de charge doit prendre en compte la perte de charge à travers le gâteau de filtration mais aussi à travers le médium (Rushton, Ward, and Holdich 1996):

##### Équation I-18

$$\Delta P = \Delta P_g + \Delta P_m$$

L'inverse de la perméabilité est la résistance spécifique. Cette grandeur est particulièrement intéressante dans l'étude de la filtration. Elle est intrinsèque, spécifique au gâteau formé et ne dépend pas de son épaisseur. Si la pression est constante pendant la filtration, la résistance spécifique moyenne du gâteau  $\alpha$  (m/kg) est décrite par l'équation de Ruth (Ruth 1946) :

##### Équation I-19

$$\frac{t}{V} = \frac{\alpha \mu w}{2S^2 \Delta P} V + \frac{\mu R_m}{S \Delta P}$$

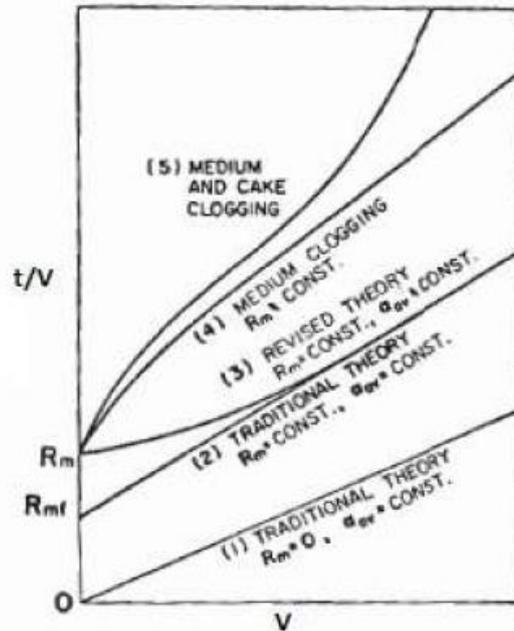
Le paramètre  $w$  représente le rapport de la masse des particules solides déposées sur le gâteau par le volume du filtrat et  $R_m$  la résistance à l'écoulement du média filtrant vierge. Cette équation est applicable sur des gâteaux faiblement compressibles et les phénomènes du colmatage en profondeur du média sont négligés (Citeau 2012).

La résistance spécifique du gâteau  $\alpha$  (m/kg) est donc déduite de la pente de la droite  $\gamma$  de Ruth selon Équation I-20 (Leclerc 1997).

##### Équation I-20

$$\alpha = \frac{2S^2 \Delta P}{\mu w} \gamma$$

La Figure I-17 présente les courbes théoriques et expérimentales typiques de la filtration par gâteau sous une pression constante, où  $t/V$  est tracé en fonction de  $V$ . La théorie de Ruth correspond à la courbe 2 où la résistance à l'écoulement du médium filtrant propre est différente de 0 et est donnée par l'ordonnée à l'origine. La pente de la droite permet d'obtenir la résistance spécifique moyenne du gâteau  $\alpha$ .



**Figure I-17 Observation de la résistance à l'écoulement initiale et après colmatage du filtre sur les courbes de filtration sous une pression constante (Tiller, Yeh, and Leu 1987)**

Dans l'étude de Lu et al., les différentes phases de filtration sont précisées sur les courbes de Ruth (Figure I-18). La forme concave de la première partie de la courbe indique la perte de particules fines au début de la filtration ainsi que le colmatage en profondeur. L'équation de Ruth n'est donc applicable que pendant la phase de filtration par gâteau où la courbe de  $t/V$  en fonction du volume  $V \left( \frac{m^3}{m^2} \right)$  est une droite.

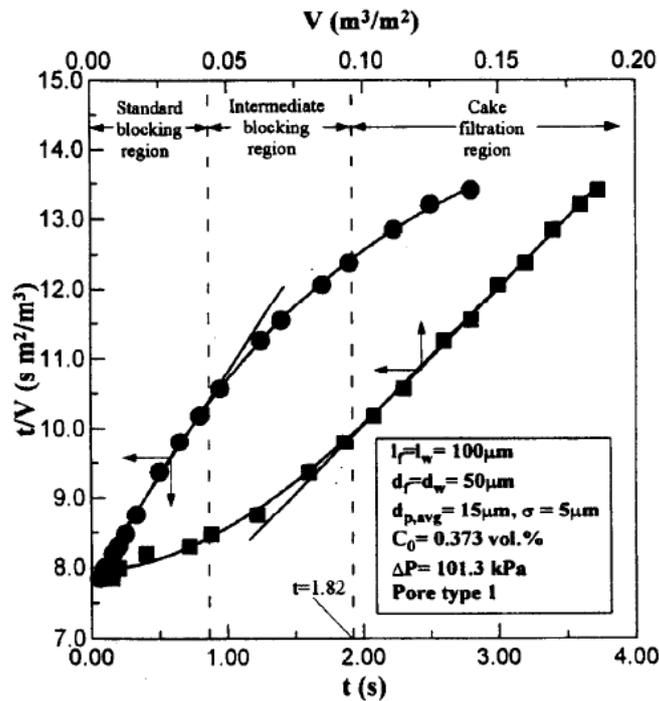


Figure I-18 Courbe typique de la filtration au cours des différentes phases de la filtration (Lu, Tung, and Hwang 1997)

Ce modèle reste largement utilisé en industrie afin de déterminer la résistance spécifique des gâteaux, même avec des matériaux très compressibles (Couturier 2002).

Cependant, il est difficile de déterminer la résistance hydraulique du médium filtrant à travers la courbe de Ruth quand sa structure évolue au cours de la filtration par le colmatage ((Hosten and San 1999) cité par (Couturier 2002)).

#### I.4.3. Filtration gravitaire/Egouttage :

La filtration gravitaire, appelée également égouttage, consiste à drainer le liquide à travers la membrane textile sans appliquer aucune pression. Le débit de filtration  $Q$  dépend de la hauteur de la suspension  $h_{\text{gat}}$  (m) au-dessus du média filtrant. Plus cette hauteur est importante, plus la pression de la suspension sur la membrane est élevée (Citeau 2012).

#### Équation I-21

$$Q = \frac{dV}{dt} = \frac{1}{\mu} \frac{S \Delta P}{r_s \times h_{\text{gat}} + R_m}$$

Où  $\Delta P$  (Pa) est le gradient de la pression,  $S$  ( $m^2$ ) est la surface filtrante,  $\mu$  (Pa.s) est la viscosité dynamique du fluide,  $r_s$  ( $m^{-2}$ ) est la résistance spécifique volumique du gâteau de filtration,  $R_m$  ( $m^{-1}$ ) est la résistance du tissu filtrant.

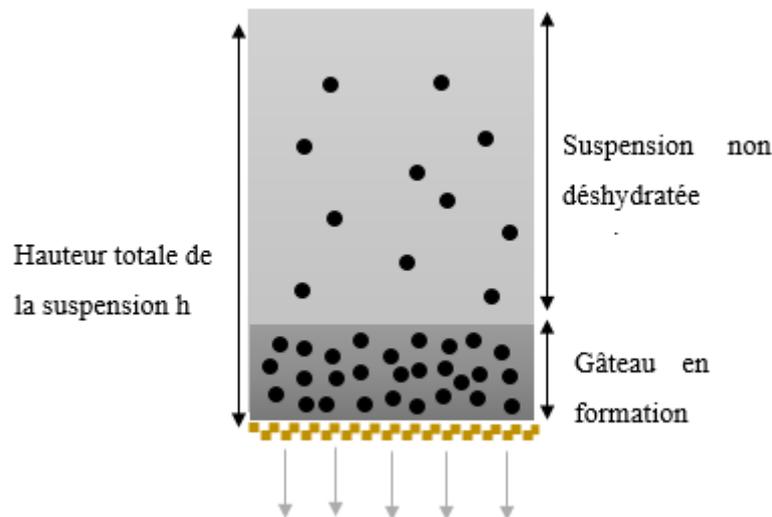


Figure I-19 Filtration gravitaire (Citeau 2012)

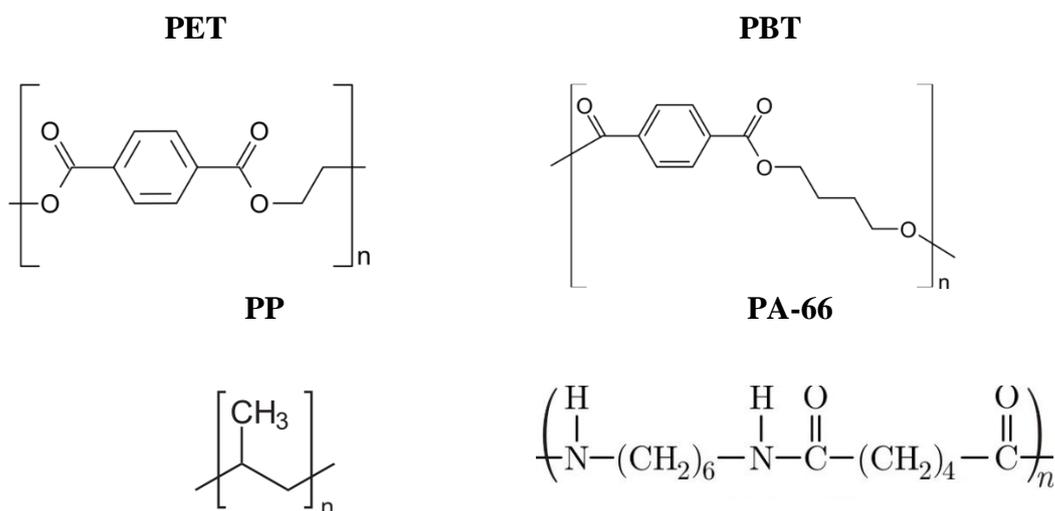
#### I.5. Influence de la structure des média filtrants sur la filtration par gâteau:

Le rôle du médium filtrant est de sélectionner les particules qui vont construire les premières couches du gâteau. Selon sa structure, les particules présentes dans la boue peuvent être retenues à la surface du tissu ou entraînées par le filtrat. Par ailleurs, le tissu filtrant doit présenter une bonne résistance aux conditions chimiques et physiques extrêmes comme l'acidité ou l'abrasion. Dans les filtres presses, le tissu est réutilisé pour plusieurs cycles de filtration, il doit donc être facilement nettoyable et résistant à l'encrassement. Le choix d'un tissu filtrant adéquat à la boue filtrée est donc primordial afin d'assurer des performances en filtration optimales.

L'influence des paramètres structuraux des tissus filtrants sur les performances en filtration a été étudiée dans plusieurs livres et articles scientifiques. Ces paramètres sont principalement les paramètres sélectionnés lors du tissage, à savoir la nature des fibres, la structure du fil, l'armure du tissu, la densité des fils ainsi que les paramètres physiques qui en découlent, en particulier la perméabilité et la taille des pores. Les propriétés du tissu peuvent également être modifiées par un traitement de surface après sa fabrication comme le calandrage.

## I.5.1 Nature chimique des fibres

Les tissus filtrants peuvent être composés de fibres de natures différentes. Les fibres les plus utilisées en filtration liquide sont les fibres synthétiques en polyester (PET ou PBT), polypropylène (PP) ou polyamide, principalement polyamide 6.6 (PA66).



**Figure I-20** Formule chimique des polymères principaux utilisés pour la fabrication des fibres utilisées en filtration

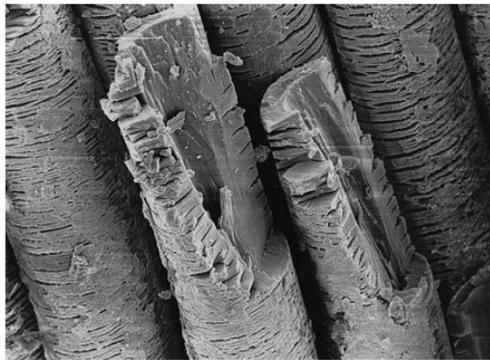
Les propriétés des fibres utilisées en filtration solide/liquide sont résumées dans la Figure I-21.

Fibre type	Density (gcm <sup>-3</sup> )	Max operating (temp °C)	Resistance to:		
			Acids	Alkalis	Oxidising agents
Polypropylene	0.91	95	E	E	P
Polyethylene	0.95	80	E	E	P
Polyester (PBT)	1.28	100	G	F	VG
Polyester (PET)	1.38	100	G	P	VG
Polyamide 66	1.14	110	P	VG	P
Polyamide 11	1.04	100	P	VG	P
Polyamide 12	1.02	100	P	VG	P
Polyvinylidene chloride (PVDC)	1.70	75	E	VG	VG
PVDF	1.78	100	E	E	G
PTFE	2.10	120+	E	E	VG
PPS	1.37	120+	VG	E	F
PVC	1.37	75	E	E	F
PEEK	1.30	120+	G	G	F
Cotton	1.5	90	P	G	F

E = Excellent, VG = Very Good, F = Fair, G = Good and P = Poor.

**Figure I-21** Résistances thermiques et chimiques des fibres textiles dans la séparation solide/liquide (E. Hardman 2014)

Tous les types de polyamide présentent une faible résistance aux acides tandis que les fibres en polyester sont sensibles aux milieux alcalins. Le polypropylène est la fibre qui présente les meilleurs atouts en filtration grâce à sa bonne résistance chimique aux milieux acides et basiques (Purchas and Sutherland 2002b). Cependant, comme les polyamides, elle a une faible résistance aux agents oxydants (Figure I-22) (Haczycki 1989) et elle est sensible aux températures qui dépassent les 90°C. Par contre, ses propriétés thermiques permettent un traitement de calandrage plus facile et plus économique (basse température).



**Figure I-22 Observation au MEB de fibres de PP endommagées par l'oxydation (Edwin Hardman 2000)**

Si les conditions de filtration sont extrêmes, d'autres fibres plus performantes et plus coûteuses sont utilisées comme la fibre de PTFE, qui a une bonne résistance aux agents oxydants, acides et bases fortes ainsi qu'aux hautes températures.

### I.5.2 Structure du Fil

La micro-porosité des fils permet d'avoir une meilleure efficacité de filtration et garantir un filtrat peu concentré en particules. En effet, les particules ne sont pas seulement retenues par le maillage du tissu mais aussi par les interstices au sein des fils. Par exemple, les fils fibreux se caractérisent par une surface spécifique élevée et une grande porosité (qui dépend de la torsion), ce qui garantit une meilleure rétention de particules dans le gâteau de filtration sans augmenter la perte de charge (E. Hardman 2014). L'utilisation des monofilaments est déconseillée si un filtrat peu concentré est nécessaire compte tenu de l'absence de cette porosité au sein des fils (Tarleton and Wakeman 2010). En effet, il a été démontré dans des études précédentes (Purchas and Sutherland 2002b) et (Tung et al. 2006) que pour les particules dont la taille est inférieure à 30 micromètres, les tissus à base de multifilaments permettent une meilleure rétention de

particules par rapport aux tissus à base de monofilaments (Purchas and Sutherland 2002b) (Figure I-23 et Figure I-24).

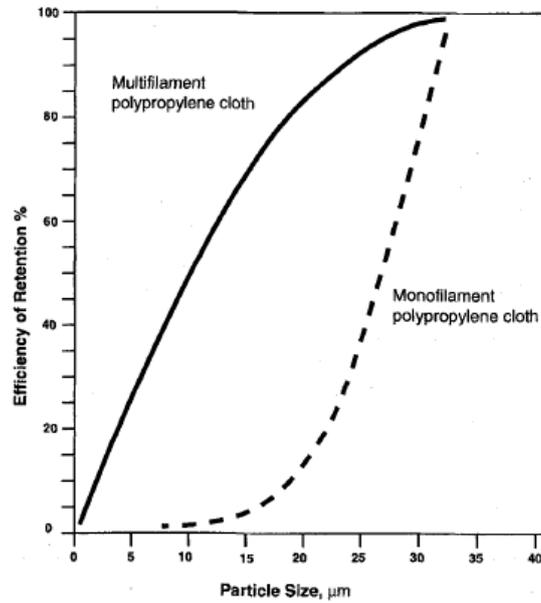


Figure I-23 Caractéristiques de rétention de particules de deux média tissés en polypropylène selon la structure des fils ((Purchas and Sutherland 2002b))

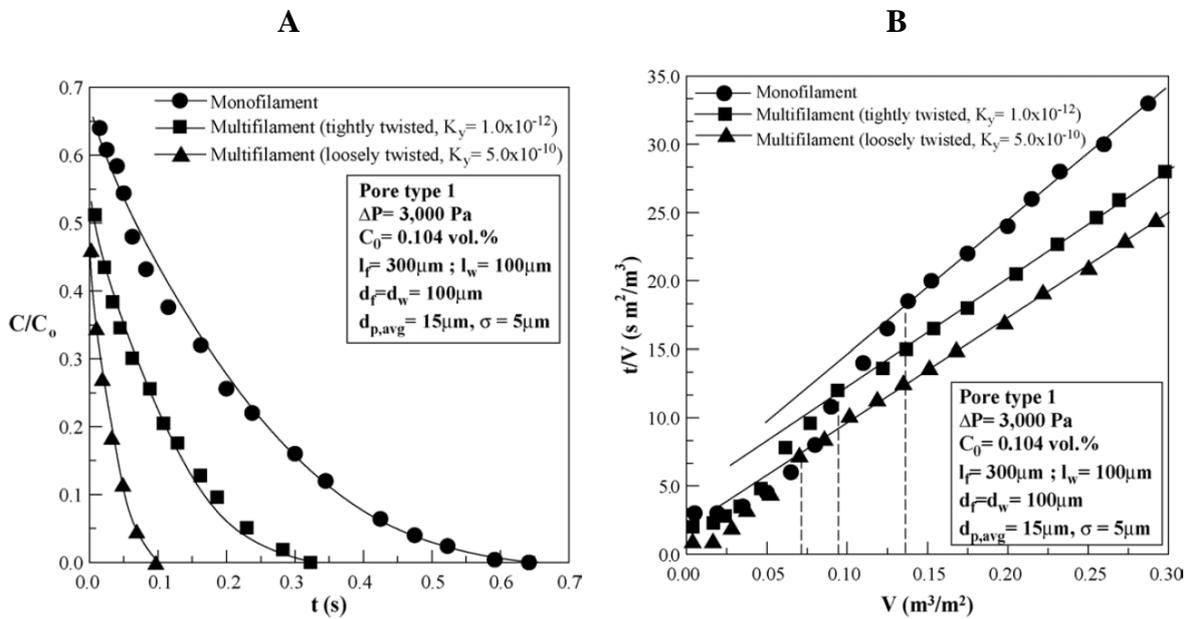


Figure I-24 Effet de la structure et la torsion du fil sur la concentration du filtrat en particules (A) et la formation de gâteau (B) (Tung et al. 2006)

Tung a également démontré que la torsion des fils fibreux réduit leur capacité à capturer des particules (Figure I-24). En effet, les micropores des fils sont bloqués par la torsion ((Karaca et al. 2012).

Cependant, les filés de fibres présentent une très mauvaise résistance à l'encrassement comparés aux fils filamenteux (Purchas and Sutherland 2002b). Le débâtissage du gâteau est également meilleur sur les tissus à base de monofilaments que sur les tissus fibreux (Tarleton and Wakeman 2010).

Pour résumer, les fils fibreux assurent la meilleure qualité de filtration mais sont moins durables. Le Tableau I.2 résume les atouts en filtration de chaque fil.

**Tableau I.2 Influence de la structure du fil sur les propriétés de filtration (Edwin Hardman 2000)**

Classement (1 le meilleur)	Concentration en particules dans le filtrat	Écoulement du filtrat	Sécheresse du gâteau	Résistance à l'encrassement	Débâtissage du gâteau	Résistance à l'abrasion
1	FF	Mono	Mono	Mono	Mono	FF
2	MF	MF	MF	MF	MF	MF
3	Mono	FF	FF	FF	FF	Mono

### I.5.3 Armure

Le choix de l'armure permet de déterminer la forme des pores des tissus comme expliqué dans la section I.3.1. Les différents pores ne permettent pas de capturer les particules de la même manière. Une étude antérieure a montré que la rétention des particules dépend de la forme des pores dans le tissu (Figure I-25.A) (Lu, Tung, and Hwang 1997). Plus le pore est étroit (pore 1), plus la résistance à l'écoulement est grande et plus la probabilité de rétention de particules et les difficultés de décolmatage sont élevées. La formation du gâteau, déterminée par le début de la partie linéaire de la courbe de Ruth, est ainsi plus rapide sur le pore 1 et plus lente sur le pore 4 (Figure I-25.B).

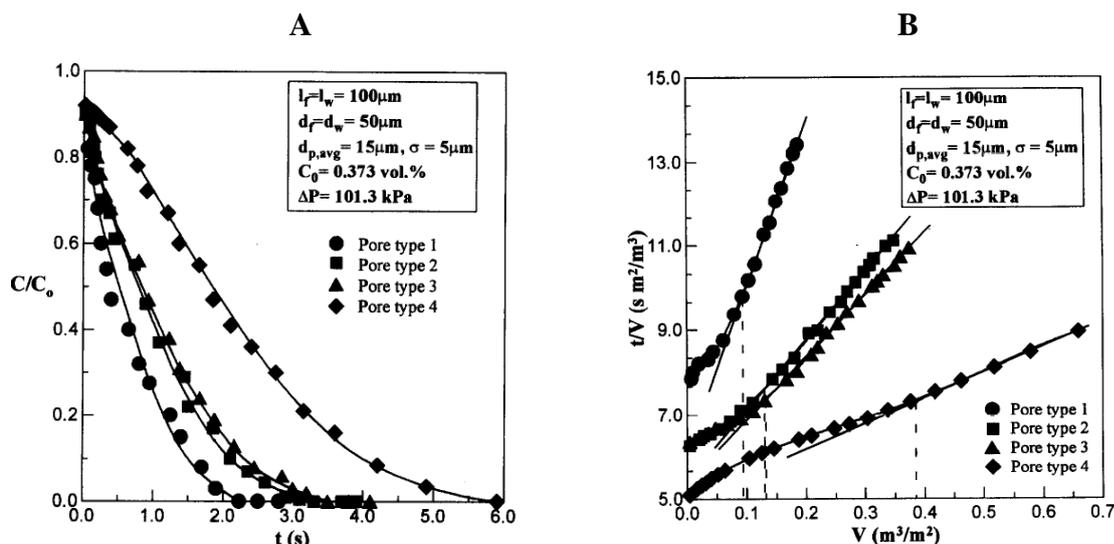


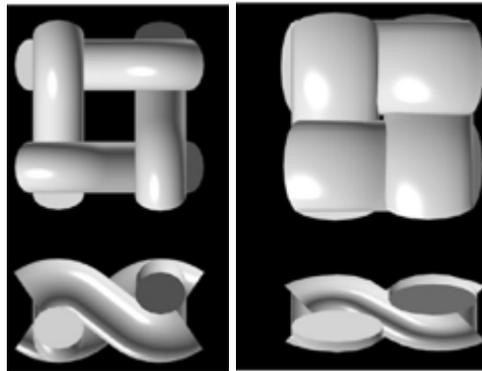
Figure I-25 Influence de la forme des pores sur le colmatage du tissu (A) et la concentration du filtrat en particules (B) (Lu, Tung, and Hwang 1997)

#### I.5.4 Nombre et taille des pores

Le nombre et la taille des pores sont déterminés par le choix de la taille des fils et de la densité de tissage. La densité maximale de tissage dépend de la taille des fils. Si la densité de tissage est importante, les pores du tissu sont plus petits et plus nombreux. Ceci permet d'améliorer l'efficacité de filtration sans trop ralentir la filtration. Il a été démontré que la durée de filtration est réduite par l'augmentation du nombre de pores de même taille (Bartholdi, Erlenmaier, and Seitz 2015).

#### I.5.5 Traitement de surface

Le traitement de surface des tissus filtrants permet de stabiliser la structure poreuse et de modifier son état de surface. Ces traitements sont le flambage, le grattage, le calandrage ou le traitement chimique (Hardman 2000). Le traitement de surface le plus utilisé dans le domaine de la filtration liquide est le calandrage. Il s'agit d'une compression à haute pression entre des rouleaux chauffants. La température du calandrage doit permettre le ramollissement des fibres. Elle est donc légèrement inférieure à leur température de fusion. Ce traitement permet de rendre la surface du tissu plus lisse et donc de faciliter le débâtissage du gâteau de filtration. Le calandrage permet également de diminuer l'épaisseur et la taille des pores (Figure I-26), ce qui modifie les propriétés filtrantes du tissu.



**Figure I-26 : Pores avant et après le calandrage (Tung et al. 2006)**

Tung a comparé un tissu non calandré, un tissu calandré à 60% et un tissu calandré à 70% (Tung et al. 2006). Plus le calandrage est important, plus le pourcentage des particules dans le filtrat est faible (Figure I-27.A). Ceci est expliqué par la diminution de la taille des pores mais surtout par la formation primitive du gâteau de filtration dans le cas des tissus calandrés (Figure I-27.B).

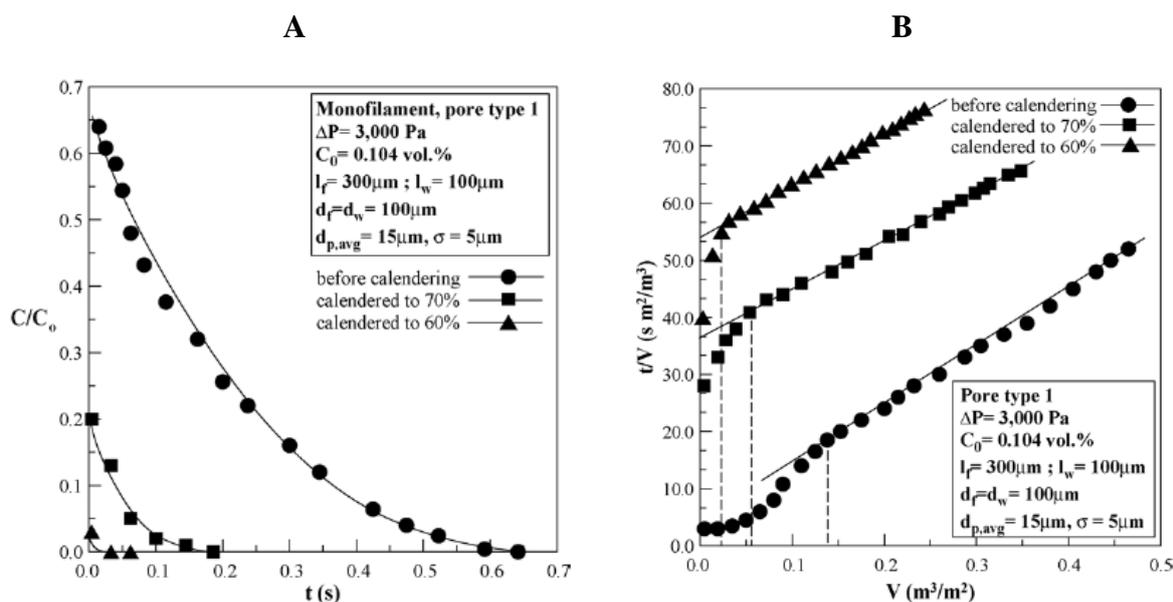


Figure I-27 Influence du calandrage sur la concentration du filtrat (A) et la formation du gâteau (B) (Tung et al. 2006)

### I.5.6 Conclusion :

Nous avons démontré, dans cette partie, par l'analyse de l'état de l'art que la structure complexe des média tissés présente un impact important sur l'écoulement des fluides et la filtration par gâteau des suspensions solide/liquide.

### I.6. Filtration du lait caillé :

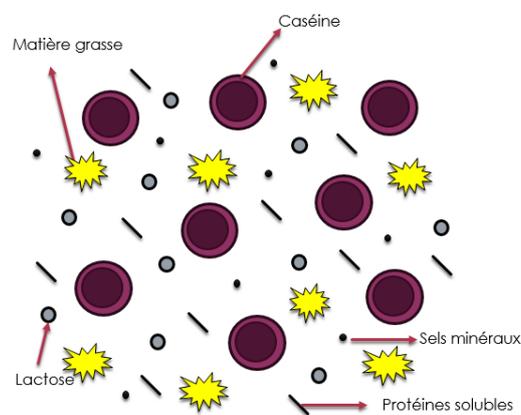
Nous étudions dans cette partie l'égouttage du lait caillé pour la fabrication du fromage de chèvre. Le lait caillé est obtenu suite à la coagulation du lait en utilisant des ferments lactiques et de la présure. Le protocole de fabrication du lait caillé détaillé est expliqué dans le chapitre V.

La fabrication du fromage se fait en 4 étapes : la pasteurisation du lait, la coagulation du lait pour le transformer en caillé, l'égouttage du caillé qui correspond à l'étape de la filtration et l'affinage qui correspond à la transformation du gâteau de filtration en fromage.

Il existe de nombreuses publications scientifiques sur la filtration du lait, une dispersion colloïdale de micelles de caséines. Les différentes méthodes de formation du lait caillé sont également décrites dans la littérature. Toutefois, très peu d'articles ont été publiés sur la filtration du lait caillé.

### I.6.1. Le lait et la filtration du lait:

Le lait est constitué d'eau, de glucides principalement représentés par le lactose, de lipides essentiellement des triglycérides rassemblés en globules gras, des protéines, des minéraux et d'autres constituants en très faibles quantités comme les vitamines et les oligoéléments (Jenness 1988). D'un point de vue physicochimique, le lait est une dispersion stable de caséines, les protéines insolubles du lait, dans de l'eau. La phase aqueuse est composée des éléments solubles : le lactose, les protéines sériques, les minéraux, les vitamines et les hormones. Ce mélange complexe contient également de la matière grasse en émulsion dans la partie aqueuse du lait (Fox 2003) (Figure I-28).



**Figure I-28 Constituant de la suspension du lait**

Les proportions de ces constituants varient en fonction de plusieurs critères, dont l'espèce (Jenness 1974), l'alimentation (Bergamaschi et al. 2016) ainsi que la saison (Guo et al. 2001.).

Les particules de cette dispersion complexe ont des tailles très variées. Le tableau suivant les récapitule.

**Tableau I.3 Taille des particules du lait (Brans et al. 2004)**

<b>Constituants</b>	<b>Taille</b>
Globules gras	0.1-15 $\mu$ m (< 3 $\mu$ m chèvre)
Bactéries	0.5-2 $\mu$ m
Micelles de caséines	20 – 300 nm (255nm chèvre)
Protéines sériques	3-6 nm
Lactose	< 1nm

La filtration du lait peut être réalisée par différentes méthodes. La centrifugation, la microfiltration, l'ultrafiltration, la nanofiltration et l'électrofiltration sont quelques exemples de méthodes utilisées pour déshydrater le lait (Kazemimoghadam and Mohammadi 2007) ; (Maltz and Shkolnik 1984) ; (Corbatón-Báguena, et al. 2015) ; (Corbatón-Báguena, et al 2014). Des membranes poreuses et des nontissés en nanofibres de différentes natures (Polyethersulfone, PVDF) ont été utilisés. Ces membranes sont facilement assujetties au colmatage, lié en partie à la formation de biofilm. Les méthodes de nettoyage et de désinfection semblent jouer un rôle sur les propriétés filtrantes des membranes colmatées (James, Jing, and Dong Chen 2003).

#### I.6.2. Le lait caillé et la filtration de caillé de lait de chèvre.

##### I.6.2.1. Voies de fabrication du lait caillé

Le traitement thermique ou la pasteurisation permettent d'éliminer les germes pathogènes du lait (Trujillo et al. 1999) et (Goudédranche et al. 2001). Le lait caillé est obtenu par deux voies différentes : une voie lactique et une voie enzymatique. La voie lactique consiste à coaguler le lait en utilisant des bactéries lactiques contrairement à la voie enzymatique où cette coagulation a lieu grâce à des enzymes. Les micelles de caséines, en suspension dans le lait, sont précipitées par l'action de l'un ou la combinaison de ces deux agents. La taille des particules est donc plus grande dans le lait caillé en comparaison avec celles du lait. Une séparation de phase entre la partie non soluble (les micelles de caséines) et la partie aqueuse (eau, minéraux, protéines sériques, bactéries...) a également lieu pendant cette étape. La coagulation peut durer entre 18 à 48 heures jusqu'à un pH final de 4,2.

Le fromage de chèvre est généralement obtenu à partir d'un caillé ayant subi deux étapes : une acidification avec les ferments lactiques suivie par l'ajout de présure à un pH 6,4 et à 20°C pour former un caillé structuré (Neyers 1996). Le caillé de lait de chèvre est donc obtenu par une coagulation dite mixte. Le fromage de chèvre fait partie de la catégorie des fromages à pâte molle et à croûte fleurie (Zeller 2005). Il existe deux grandes sortes de fromages de chèvre, selon leur mode de fabrication :

- *fromage de chèvre présure*: fromage affiné de type Camembert avec une texture souple, fondante et onctueuse et un goût peu typé (sauf à partir de lait cru).
- *fromage de chèvre lactique* : fromage affiné de texture cassante, légèrement fondante avec un goût plus typé.

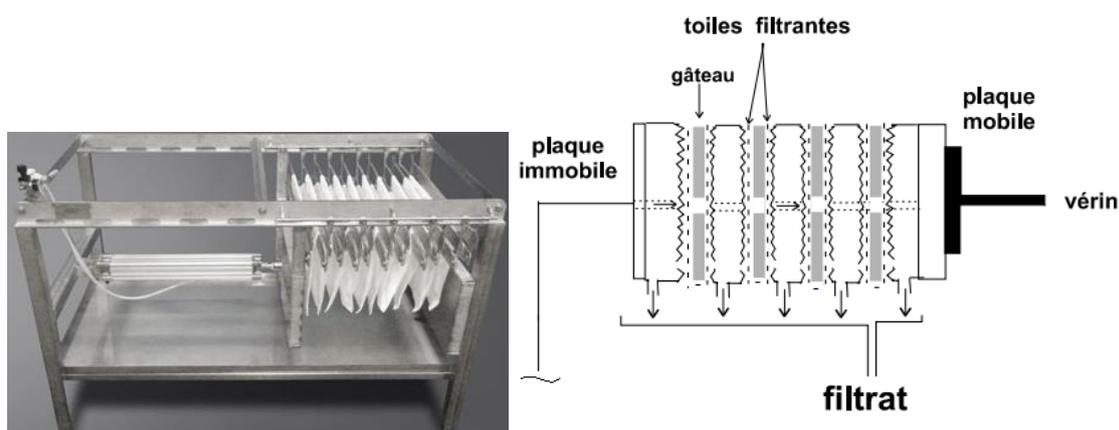
#### I.6.2.2. Filtration du lait caillé par égouttage :

C'est une étape importante dans la transformation fromagère qui consiste à séparer le lactosérum (la partie aqueuse du lait caillé) des constituants non solubles du lait (micelles de caséines, matière grasse) par la filtration du caillé.

L'égouttage est le résultat de la contraction naturelle ou provoquée par une action mécanique du caillé qui permet d'expulser l'eau et les particules fines (Goudédranche et al. 2001) à travers une membrane filtrante. Le procédé d'égouttage utilisé dépend des différents types de fromage. Pour le fromage à pâte type présure, l'égouttage est effectué par des actions physiques énergétiques comme la centrifugation ou le pressage dans des moules. Pour le fromage à pâte lactique, l'égouttage traditionnel est utilisé. Cette technique consiste à séparer le coagulum du lactosérum par gravité avec de légères actions mécaniques dans un filtre en textile. L'écoulement du sérum est simple et limité mais spontané. Un caillé lactique s'égoutte spontanément et donne une pâte de grande plasticité sans aucune cohésion (Saurais 1973). L'égouttage peut durer entre 6 et 12 heures selon le fabricant et le type du caillé.

Le caillé de lait de chèvre est un caillé fragile et très friable. L'égouttage du lait caillé de chèvre se fait encore dans des filtres en textiles, contrairement au lait caillé de vache où le filtre textile est remplacé par des moules en plastique ou en inox. Le filtre presse utilisé, présenté dans la Figure I-29, est appelé filtre presse berge. Ce procédé permet une séparation liquide/solide optimale. Il consiste à suspendre à un rail des filtres textiles, qu'on appelle des poches, remplies

du caillé à filtrer. L'égouttage se fait par gravité dans un premier temps, puis quand le débit du filtrat atteint son minimum, les poches sont pressées les unes contre les autres à l'aide d'une pression appliquée sur par l'intermédiaire de plaques en inox et un vérin pneumatique (Goudédranche et al. 2001). Cette pression est généralement de 4 à 5 bars mais certains industriels l'augmentent progressivement. Cette étape permet d'accélérer l'écoulement du filtrat afin d'obtenir l'extrait sec final souhaité. Les filtres textiles sont nettoyés après la filtration pour être réutilisés pour le prochain cycle d'égouttage.



**Figure I-29** Filtre presse Berge

### I.6.3. Problématiques liées à la filtration du lait caillé:

Les problématiques industrielles liées à l'égouttage du lait caillé sont multiples. En effet, le débit de filtration est très réduit à cause de la formation d'un gâteau caractérisé par une résistance hydraulique élevée ainsi que le colmatage du tissu filtrant. Ceci est l'origine d'une filtration très longue. L'écoulement du filtrat est également bloqué par la formation d'un biofilm à la surface du tissu filtrant. Ce colmatage induit généralement un débâtissage difficile du gâteau de filtration. La force d'adhésion entre le filtre et le gâteau de filtration peut être supérieure à la force de cohésion au sein du gâteau lui-même, ce qui engendre une rupture au niveau de la structure du gâteau au lieu d'un décollement parfait de la surface du tissu. Des morceaux de gâteau peuvent donc rester collés au filtre induisant une opération de débâtissage supplémentaire.

La deuxième problématique de la transformation fromagère est liée au vieillissement des tissus filtrants. En effet, si le lavage des filtres n'est pas correctement réalisé, les protéines lactières

adhèrent à leur surface et s'accumulent au fur et à mesure des cycles de filtration. Les tissus jaunissent au cours du temps et leur efficacité de filtration diminue à cause de l'encrassement des pores par les différents dépôts de particules.

### I.7. Filtration des boues :

La boue est le deuxième milieu dispersé dont la filtration sera étudiée dans ce projet de thèse.

#### I.7.1. Définition :

La boue est une suspension aqueuse solide/ liquide qui se caractérise par son origine (déchets urbains, agro-industrie, industrie chimique, forage, pisciculture ...), sa composition, sa siccité, qui correspond à la fraction massique entre la matière solide et le liquide, et ses propriétés physicochimiques (pH, conductivité, potentiel zéta...). Les boues des stations d'épuration en présentent un volume important et contiennent entre 95% et 99% d'eau. La composition et la siccité de ces boues dépendent principalement de la nature de l'effluent ainsi que du type de traitement (primaire, biologique secondaire, décantation...).

**Tableau I.4 Compositions et siccités des boues issues des stations d'épuration (Amorce 2012)**

Type de boue	Boues primaires	Boues biologiques (boues secondaire ou boues activées)	Boues mixtes	Boues physico- chimiques
<b>Origine</b>	traitement primaire par décantation	traitement biologique secondaire	traitement primaire et secondaire	décantation après traitement avec un réactif
<b>Composition et siccité</b>	matière inorganique	composés organiques avec un petit pourcentage de composés inorganiques	mélange de boues primaires et de boues biologiques	
	couleur grise siccité 5%	boue granulaire, de couleur brun-jaunâtre, pulvérulente et de décantation difficile siccité 1-2%	siccité 5%	siccité 4-5%

Ces boues ne se filtrent pas de la même manière compte tenu des différences au niveau des caractéristiques physicochimiques. Il est donc nécessaire d'adapter le procédé de déshydratation ainsi que la membrane filtrante à chaque boue.

### I.7.2. La déshydratation mécanique dans un filtre presse:

La filtration des boues est une étape intermédiaire du circuit du traitement entre l'étape du conditionnement chimique (épaississement, stabilisation) et l'étape du traitement final (séchage, incinération, compostage...).

Le filtre presse fonctionne sous pression, séparant la phase liquide de la phase solide afin d'obtenir un gâteau de filtration un filtrat. Il est constitué de plateaux et d'éléments serrés avec un vérin hydraulique (Figure I-30). Les tissus filtrants sont disposés sur les plateaux. Les plateaux forment donc des chambres de filtration. Le dépôt de matière sur le filtre entraîne une perte de charge à l'écoulement du filtrat qui provoque une montée en pression pouvant aller jusqu'à 20 bars (Figure I-31). Lorsque la filtration est terminée et on procède alors au débâtissage. Les plateaux sont écartés pour libérer le gâteau solide. Le lavage des tissus filtres s'effectue après plusieurs cycles de filtration, avec une fréquence variable suivant le type d'application. Le média filtrant est un paramètre clés dans les filtres presses, déterminant les performances de filtration (Wakeman 2007).

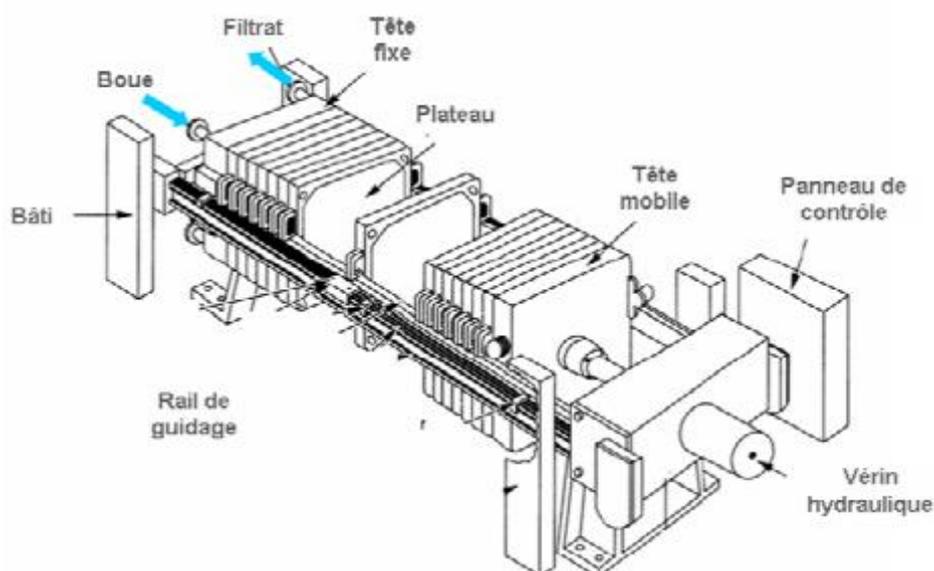


Figure I-30 Schéma d'un filtre presse par Choquenot (Citeau 2012)

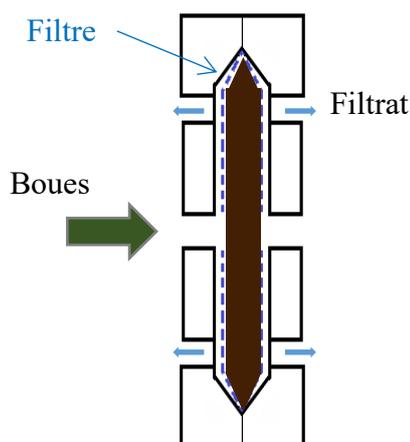


Figure I-31 Chambre de filtration (Choquenot)

### I.7.3. Déshydratation mécanique assistée par un champ électrique :

#### I.7.3.1. Principe :

La déshydratation mécanique peut s'avérer insuffisante pour obtenir la siccité finale souhaitée. Ceci est le cas des boues qui se caractérisent par un gâteau ayant une résistance hydraulique très élevée. La déshydratation mécanique est ainsi trop longue et souvent, un traitement thermique est nécessaire afin d'atteindre une siccité satisfaisante, ce qui mène une consommation énergétique très élevée. Afin d'améliorer la filtrabilité de ces boues, un procédé combinant la déshydratation mécanique sous pression à la déshydratation par un champ électrique a été développé (Yoshida 1993) ; (Citeau 2012). A cet effet, une électrode est placée dans la chambre de filtration entre le médium filtrant et le plateau (Figure I-32).

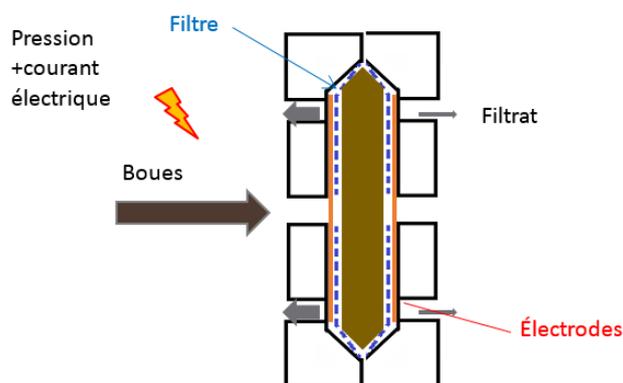
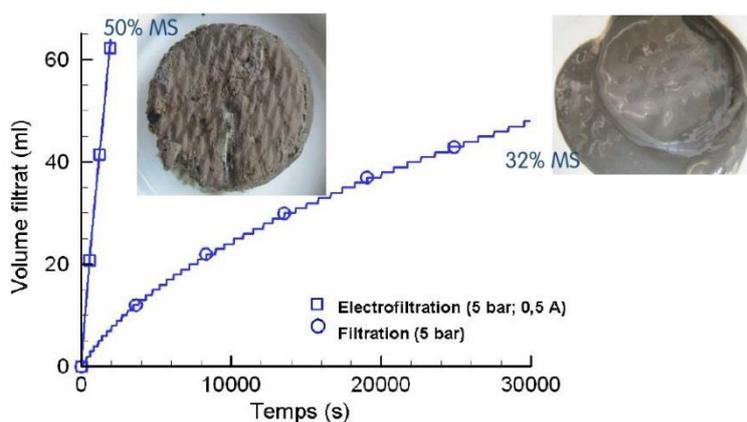


Figure I-32 Chambre de filtration avec des électrodes (Choquenot)

Les travaux réalisés par Citeau ont démontré que l'utilisation d'un champ électrique permet d'avoir un gâteau de filtration plus sec dans un temps réduit. En effet, Citeau a comparé le procédé de filtration classique dans un filtre presse au procédé d'électrofiltration comme le montre la Figure I-33. La même boue a été filtrée par ces deux procédés séparément. Sans l'application du champ électrique, la siccité du gâteau de filtration était seulement de 32% après 8h de filtration. Par contre, une siccité de 50% a été obtenue en seulement 40 min grâce à l'application d'un courant électrique dans la cellule de filtration (Citeau 2012). Le courant électrique a donc permis d'accélérer l'écoulement de l'eau à travers le gâteau de filtration et d'obtenir un gâteau plus sec rapidement. Les phénomènes électrocinétiques sont décrits ci-dessous.



**Figure I-33 Effet de l'application d'un champ électrique sur la siccité du gâteau dans un filtre presse (Citeau 2012)**

#### I.7.3.2. Phénomènes électrocinétiques :

Pendant l'électro-déshydratation, différents phénomènes ont lieu simultanément (Figure I-34) :

##### a. L'électrophorèse:

C'est le mouvement des particules chargées par rapport à un liquide stationnaire. Les particules des boues se déplacent vers l'anode si elles sont chargées négativement (ou vers la cathode dans le cas opposé). Cela dépend du potentiel zéta des particules (Desabres 2017). Ce phénomène permet d'accélérer la formation du gâteau sur l'une des électrodes (Yang, Chen, and Yeh 2011).

## b. L'électro-migration:

C'est la migration des ions dans une solution vers le pôle de charge opposée. Les ions présents dans la boue vont eux aussi se déplacer grâce au champ électrique. Leur mouvement dépend de leur mobilité ionique (Mahmoud et al. 2010). Ce phénomène est considéré comme un cas particulier de l'électrophorèse lorsque la taille des particules avoisine le zéro.

## c. L'électro-osmose:

Ce phénomène correspond au déplacement de l'eau liée aux particules dans le sens opposé à celui des particules de boues (Coelho et al. 1996). L'électro-osmose induit ainsi un flux de liquide.

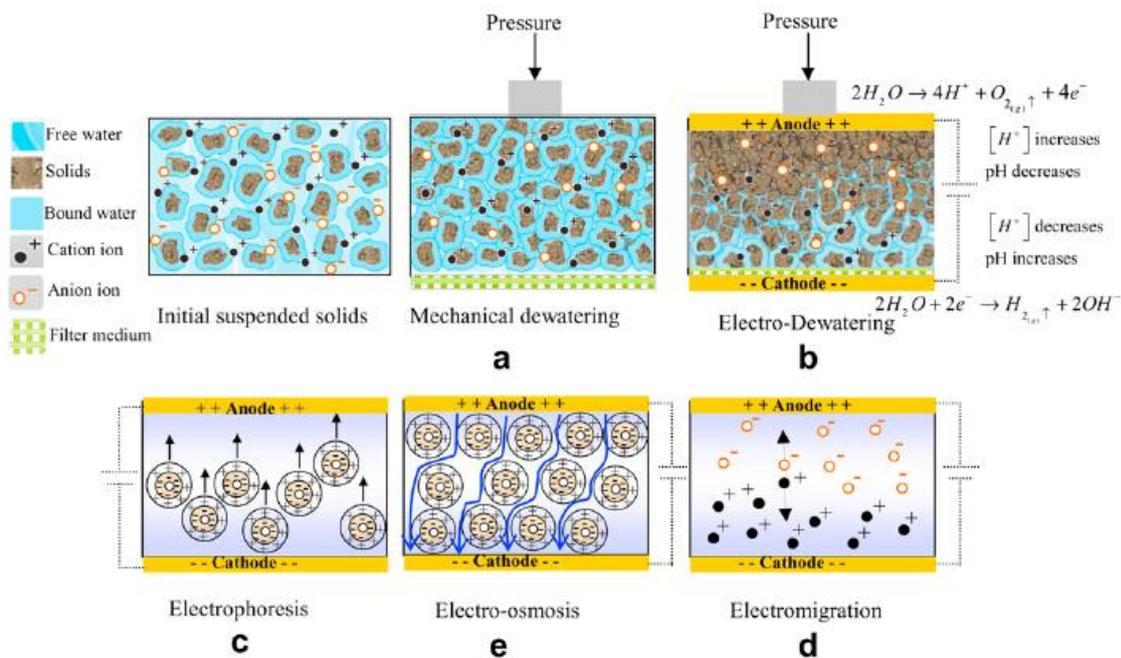


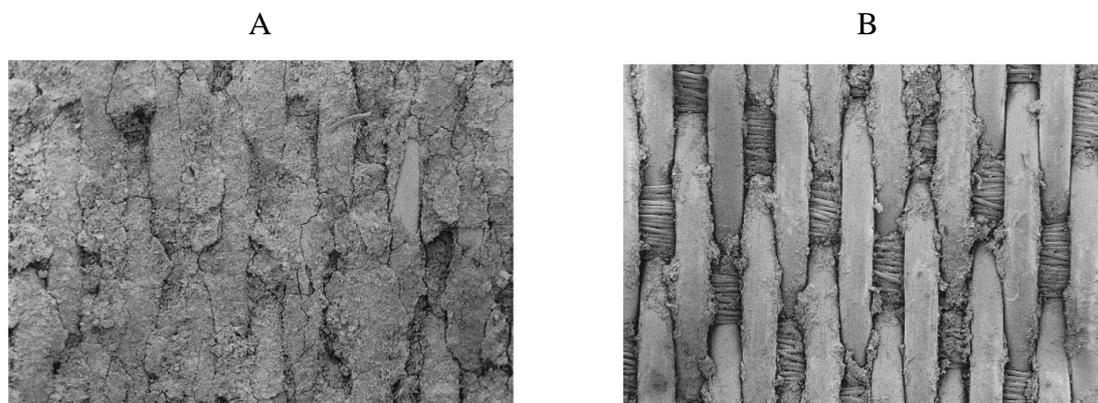
Figure I-34 Phénomènes électrocinétiques pendant l'électrofiltration (Mahmoud et al. 2011)

Enfin, des réactions électrochimiques se produisent également au niveau des électrodes, en particulier l'électrolyse de l'eau qui produit de l'oxygène et des protons  $H^+$  (baisse du pH) à l'anode et produit de l'hydrogène et des anions  $OH^-$  à la cathode (élévation du pH).

#### I.7.4. Problématiques d'électro-déshydratation liées au média filtrant :

L'influence des média dans les filtres presse a été peu étudiée. Or ces média conditionnent à la fois la qualité de filtration ainsi que sa cinétique et influent sur la structure du gâteau (Yu et al. 2010).

L'altération de la structure poreuse des média filtrants par le colmatage est l'une des problématiques majeures en filtration surtout qu'ils sont utilisés dans plusieurs cycles de filtration. Les particules peuvent encrasser les pores du médium induisant ainsi une baisse de sa perméabilité. La Figure I-35 montre qu'une partie du gâteau peut rester collée à la surface du filtre après l'étape du débâtissage. Quelques particules restent fixées sur les fils et dans les pores même après le lavage du filtre (Figure I-35.B). Il est donc important de sélectionner un filtre qui présente une surface permettant une faible adhésion avec les particules filtrées afin de faciliter le décolmatage et d'éviter l'encrassement des pores (Wang, Li, and Huang 2007).



**Figure I-35 Colmatage des média filtrants : avant lavage (A) et après lavage (B) (Edwin Hardman 2000)**

Dans le procédé d'électrofiltration développé par Citeau (Citeau 2012), les filtres n'ont pas été optimisés. En particulier, leur influence sur le champ électrique et la qualité de la déshydratation induite n'est pas encore connue. La détermination des paramètres du tissu qui vont influencer sur le champ électrique est l'un des objectifs de cette thèse.

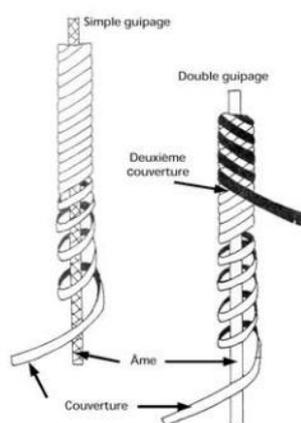
D'autre part, l'idée du projet Deshybou est aussi de remplacer les filtres et les électrodes par des média qui assureront à la fois les fonctions filtre et électrode. Pour cela, il est nécessaire de maîtriser les paramètres qui permettent de rendre un tissu conducteur et lui conférer la propriété d'électrode.

### I.8. Conductivité électrique des textiles :

Les textiles conducteurs, en opposition aux textiles conventionnels isolants (Schwarz and Van Langenhove 2013), se développent avec l'émergence des textiles intelligents et leur croissance exponentielle au cours des dix dernières années (Priniotakis 2005). Les fibres et textiles conducteurs se sont développés avec le développement des applications antistatiques (Zhang 2011), de protection électromagnétique (Dhawan, Singh, and Venkatachalam 2001) ; (M. S. Kim et al. 2002) ; (Naeem et al. 2017) ; (Rubežienė et al. 2015) ; (Zhao, Hou, and Lu 2016). Ils sont utilisés comme une source d'énergie (Min 2009) ; (Santoro et al. 2017) ou comme capteur (Babusiak, Borik, and Balogova 2018) ; (Fuhrhop, Lamparth, and Heuer 2009) ; (Karuppusamy et al. 2017); (Tae-Ho Kang et al. 2006) ; (Tang et al. 2013) ; (Wu et al. 2017); (Yama, Ueno, and Uchikawa 2007). L'objectif est de développer des textiles qui conservent leurs propriétés de porosité et flexibilité élevées, mais qui sont capables de transporter des charges électriques à travers leur structure (Kirstein 2013) ; (Priniotakis 2005); (Schwarz and Van Langenhove 2013).

La conductivité électrique des matériaux textiles est à différentes échelles : la fibre, le fil ou l'étoffe. Les fibres conductrices peuvent être fabriquées à base de métaux, de carbone ou de polymères ayant une conductivité électrique intrinsèque (ICP) ou des polymères composites conducteurs (CPC). Le choix des matériaux électro-conducteurs est important et dépend non seulement de leurs propriétés électriques mais aussi de leurs caractéristiques chimiques telles que le comportement au contact de l'air à différents taux d'humidité ou d'un autre fluide. L'origine des matériaux conducteurs peut donc être classée en trois catégories: les métaux, les matériaux à base de carbone et les polymères conducteurs. Les métaux sont de bons conducteurs mais présentent des problèmes de corrosion dus à la formation d'un oxyde métallique à la surface au contact avec l'humidité. Les métaux nobles tels que l'or, le palladium ou le titane possèdent une surface résistante à l'oxydation, mais sont onéreux et difficiles à mettre en œuvre. Quant aux polymères, ils présentent des problèmes de dégradation à cause du vieillissement chimique principalement (Schwarz et Van Langenhove, 2013).

Il existe plusieurs procédés permettant de développer des fils conducteurs. L'un de ces procédés est le guipage. Il consiste à enrober un filament métallique par un ou plusieurs fils isolants.

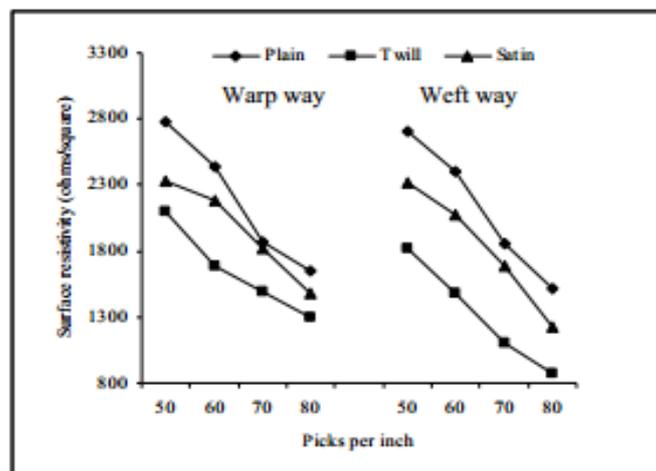


**Figure I-36 Principe du guipage (Weidmann 2010)**

Il existe également un procédé similaire pour fabriquer des filés de fibres *core-spun* où un filament métallique est enrobé de fibres courtes. Les étoffes conductrices sont composées de fibres où de fils conducteurs et peuvent être fabriquées en utilisant différentes technologies comme le tissage, le tricotage ou encore les technologies nontissés. Cependant, le tissage reste le procédé le plus utilisé à cet effet (Priniotakis, 2005). La résistance électrique ne dépend pas que de la nature de la fibre mais aussi de la structure du fil, son diamètre et sa torsion (Asanovic et al. 2007).

Afin d'apporter la fonction conductrice à un textile, il est possible de lui intégrer des fibres conductrices ou de réaliser un traitement de surface. Ueng et Cheng ont étudié l'effet de la structure des fils et du tissu sur la conductivité électrique surfacique et volumique pour l'application de la protection électromagnétique. En effet, la résistance est plus faible lorsque le pourcentage des fibres conductrices dans le fil est plus élevé. La densité des fils de chaîne et de trame conducteurs a un effet important sur la conductivité des tissus. Plus elle est importante plus la conductivité est élevée (Ueng, 2001). La résistance électrique des tissus dépend également de la structure du fil. En remplaçant des fils à base de fibres d'inox discontinues par un filament conducteur continu, la conductivité des tissus est améliorée (Cheng 2003). Neelakandan a étudié l'effet de la structure du tissu sur l'efficacité de l'enduction par un polymère conducteur (Neelakandan 2010). Les structures ayant les plus longs flottés permettent d'obtenir une meilleure conductivité avec la même enduction grâce à un dépôt de polymère

plus continu. La densité des fils influe également sur la conductivité des tissus enduits. Plus elle est importante, plus le tissu est conducteur (Figure I-37).



**Figure I-37 Influence de la densité de fils et de l'armure sur la conductivité électrique des tissus enduits (Neelakanden 2013)**

#### I.9. Les propriétés d'électrode des tissus

Les textiles conducteurs peuvent également être utilisés comme électrodes. Ils sont en cours de développement et utilisés dans différentes applications médicales comme la détection de la transpiration, l'électrocardiogramme ECG (Babusiak, Borik, and Balogova 2018); (Fuhrhop, Lamparth, and Heuer 2009); (Guidi et al. 2017); (S. Kim et al. 2008) ou encore pour la pléthysmographie d'occlusion veineuse (VOP) (Goy et al. 2013). Dans ces exemples, les différents fils conducteurs (argent, acier inoxydable...) et les électrodes textiles sont en contact direct avec la peau (Guidi et al. 2017). Les électrodes textiles peuvent aussi être utilisées dans le domaine de l'énergie. Par exemple, les matériaux d'anodes utilisés pour les piles à combustible microbiennes (PMC) sont principalement des matériaux à base de carbone, comme les feutres de carbone étant donné qu'ils ont la conductivité et la stabilité requises contre les solvants et les électrolytes (Santoro et al. 2017). Xu et al ont récemment mis au point un coton enduit de polypyrrole comme contre-électrode textile pour les cellules solaires sensibilisées aux colorants (Xu et al. 2016).

Les mesures de conductivité permettent de déterminer la surface d'échange  $A$  entre une électrode et le fluide. La conductivité ( $S \cdot m^{-1}$ ) est mesurée par l'application d'un courant

électrique (I) sur deux électrodes planaires immergées dans une solution et on mesure de la tension résultante (U). Les cations migrent vers l'électrode négative (cathode), les anions sont dirigés vers l'électrode positive (anode) et la solution se comporte comme un conducteur électrique. La résistance électrique de la solution est mesurée et notée R (Ohm) (Kissinger 1996). La conductivité de la solution,  $\sigma$ , est déduite de la mesure de résistance R par l'Équation I-22.

#### Équation I-22

$$\sigma = \frac{d}{A \times R}$$

Avec d distance entre les électrodes (m) et A la surface d'échange des électrodes (m<sup>2</sup>). La précision d'une mesure de conductivité peut être influencée par la géométrie de la cellule électrochimique. La partie du champ qui se trouve en dehors de l'espace géométrique défini par les 2 pôles de la cellule, peut affecter la mesure si elle rencontre un élément avec lequel elle interfère comme les parois du bécber (Light 2005) et (Revol-Cavalier 2011).

Westbroek et al ont développé une cellule électrochimique basée sur ce principe pour tester la qualité d'électrodes textiles à base de tricots, tissus et nontissés (Westbroek, Priniotakis, and Kiekens 2005). Cependant, il n'y a pas eu de recherches publiées pour quantifier les relations entre la structure des textiles et leurs propriétés en tant qu'électrode.

Dans le cadre du projet Deshybou, des tissus filtrants à résistance électrique réduite doivent être développés pour le procédé d'électrofiltration afin de réduire la consommation énergétique ou encore de les utiliser comme électrodes.

### I.10. Conclusion

Notre étude de l'état de l'art porte principalement sur les propriétés des média filtrants, les théories de la séparation solide liquide ainsi que les propriétés électriques des textiles. Les performances en séparation solide-liquide des tissus filtrants dans les filtres presses dépendent de la nature du fil, sa texturation, sa finesse, mais aussi de la densité de tissage et de l'armure. Des auteurs ont proposé de modéliser les pores selon 4 catégories selon l'entrecroisement des fils. Ces filtres doivent être adaptés selon les milieux filtrés : les boues ou le lait caillé. La qualité du gâteau dépend de la suspension filtrée mais aussi du tissu filtrant. Selon le rapport entre la taille des particules et la taille des pores du filtre, la sélection des particules dans le gâteau est différente. Plus les particules sont retenues à la surface du filtre, plus la cinétique est lente. L'électrofiltration est une technologie qui permet d'améliorer la siccité des boues avec une cinétique de filtration plus rapide. Cependant l'introduction d'électrode dans le filtre presse est complexe et génère des pertes d'énergie et des échauffements dans les cellules de filtration. L'introduction de tissu qui jouent à la fois le rôle de filtre mais aussi d'électrode dans le procédé d'électrofiltration nécessite de bien maîtriser à la fois les fonctions de filtres et celle d'électrode. La résistance électrique de ces tissus doit être très faible afin d'assurer le rôle de l'électrode. Malgré le progrès réalisé dans le développement des textiles conducteurs au cours des 10 dernières années, il y a peu de description des conditions requises pour leur application en tant qu'électrode.

**Références Bibliographiques:**

Asanovic K.A., et al. "Investigation of the electrical behavior of some textile materials". *Journal of Electrostatics* 65.3 (2007): 162-167.

Babusiak B, Stefan B, and Ludmila B, "Textile electrodes in capacitive signal sensing applications". *Measurement* 114 (2018): 69-77.

Backer S, "The relationship between the structural geometry of a textile fabric and its physical properties: Part IV: Interstice geometry and air permeability." *Textile Research Journal* 21 (1951): 703-14.

Bartholdi D, I. Erlenmaier. and S. Alexander, "Filter media performance and its influence on filtration results- experience, expectations and possibilities in vacuum and pressure filtration", *Filtech Congress* (2015).

Bear J, "Dynamics of fluids in porous media", 1972.

Bergamaschi M, et al. "Cheesemaking in highland pastures: Milk technological properties, cream, cheese and ricotta yields, milk nutrients recovery, and products composition." *Journal of Dairy Science* 99.12 (2016): 9631-9646.

Boues de Station d'Épuration : Techniques de traitement, valorisation et note élimination, *Publication Amorce*, DT51 (2012)

Brans G, et al. "Membrane fractionation of milk: state of the art and challenges." *Journal of Membrane Science* 243.1-2 (2004): 263-272.

Brinkman H. C, "A calculation of the viscous force exerted by a flowing fluid on a dense swarm of particles." *Flow, Turbulence and Combustion* 1.1 (1949): 27.

Çay A, Vassiliadis S, and Rangoussi M, "On the use of image processing techniques for the estimation of the porosity of textile fabrics." *Signal Processing* (2004).

Carman P.C, "Fluid flow through granular beds", *Institution of Chemical Engineers* 15 (1937):150-166

Carman P.C, "Permeability of saturated sands, soils and clays." *The Journal of Agricultural Science* 29.2 (1939): 262-273

Charpentier J.C, "Éléments de mécanique des fluides - Application aux milieux poreux", *Techniques de l'ingénieur*, 1999

Citeau M, " Combinaison innovante de traitements électriques et physico-chimiques pour améliorer la déshydratation mécanique de suspensions et boues d'origines industrielles et urbaines". Thèse de doctorat. *Université de Compiègne* (2012).

CNIEL, L'économie laitière en chiffres, édition 2017

Coelho D, et al. "Electroosmotic phenomena in porous media." *Journal of colloid and interface science* 181.1 (1996): 169-190.

Corbatón-Báguena M.J, Álvarez-Blanco S, and Vincent-Vela M.C, "Cleaning of ultrafiltration membranes fouled with BSA by means of saline solutions." *Separation and Purification Technology* 125 (2014): 1-10.

Corbatón-Báguena M.J, Álvarez-Blanco S, and Vincent-Vela M.C, "Fouling mechanisms of ultrafiltration membranes fouled with whey model solutions." *Desalination* 360 (2015): 87-96.

Couturier S, "Étude de la déshydratation mécanique assistée thermiquement " Thèse de doctorat, *Université de Bordeaux I* (2002).

Davies C. N, "The separation of airborne dust and particles." *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Management and engineering manufacture* 1.1-12 (1953): 185-213.

Desabres J, "Méthode Innovante de Déshydratation Des Boues Industrielles et Urbaines.", Thèse de doctorat, *Université de Compiègne* (2017)

Dhawan S. K, N. Singh, and S. Venkatachalam. "Shielding effectiveness of conducting polyaniline coated fabrics at 101 GHz." *Synthetic Metals* 125.3 (2001): 389-393.

Dullien F, "Porous Media : Fluid Transport and Pore Structure." *Academic Press* (1992).

ESANE, 2014: <https://www.insee.fr/fr/statistiques/2384021?sommaire=2384048>.

Fox P. F, *The major constituents of milk*. CRC Press and Woodhead Publishing Limited. Boca Raton, 2003.

Fuhrhop S, Lamparth S, and Heuer S, "A textile integrated long-term ECG monitor with capacitively coupled electrodes." *Biomedical Circuits and Systems Conference, 2009. BioCAS 2009. IEEE. IEEE, 2009*.

Goudédranche H, et al. "Procédés de Transformation Fromagère (partie 1)." *Techniques de L'ingénieur Filière de Production: Produits D'origine Animale* (2001).

Goy C. B, et al. "Electrical characterization of conductive textile materials and its evaluation as electrodes for venous occlusion plethysmography." *Journal of Medical Engineering & technology* 37.6 (2013): 359-367.

Guidi A, et al. "Validation of smart textile electrodes for electrocardiogram monitoring in free-moving horses." *Journal of Veterinary Behavior: Clinical Applications and Research* 17 (2017): 19-23.

- Guo M.R, et al. "Seasonal changes in the chemical composition of commingled goat milk." *Journal of Dairy Science* 84 (2001): E79-E83.
- Haczycki S.J, "The Behaviour of Polypropylene in Agressive Environment." Thèse de doctorat, *Université de Bradford* (1989).
- Hardman E, "High performance textiles for industrial filtration." *High Performance Textiles and their Applications*. (2014). 223-255.
- Hardman E, "Textiles in filtration." *Handbook of Technical Textiles* (2000): 316-357.
- Havlová M, "Model of vertical porosity occurring in woven fabrics and its effect on air permeability." *Fibres & Textiles in Eastern Europe* (2014).
- Hosten C, and San O. "Role of the clogging phenomena in erroneous implications of conventional data analysis for constant pressure cake filtration." *Separation Science and Technology* 34.9 (1999): 1759-1772.
- Hsieh Y.L, "Liquid transport in fabric structures." *Textile Research Journal* 65.5 (1995): 299-307.
- Fatahi I, and Alamdar Yazdi A, "Predicting air permeability from the parameters of weave structure." *Fibres & Textiles in Eastern Europe* 3 (92) (2012): 78-81.
- James B.J, Yan J, and Chen X.D, "Membrane fouling during filtration of milk—a microstructural study." *Journal of Food Engineering* 60.4 (2003): 431-437.
- Jenness R, "Biosynthesis and composition of milk." *Journal of Investigative Dermatology* 63.1 (1974).
- Jenness R, "Composition of milk." *Fundamentals of Dairy Chemistry*. Springer, Boston, MA, (1988). 1-38.
- Karaca E, et al. "Effects of fiber cross sectional shape and weave pattern on thermal comfort properties of polyester woven fabrics." *Fibres & Textiles in Eastern Europe* 3 (92) (2012): 67-72.
- Karuppusamy S, et al. "Highly conductive nano-silver textile for sensing hydrogen peroxide." *Journal of Electroanalytical Chemistry* 799 (2017): 473-480.
- Kazemimoghadam M, and Toraj M, "Chemical cleaning of ultrafiltration membranes in the milk industry." *Desalination* 204.1-3 (2007): 213-218.
- Kim M. S, et al. "PET fabric/polypyrrole composite with high electrical conductivity for EMI shielding." *Synthetic metals* 126.2-3 (2002): 233-239.

- Kim S, et al. "Influence of contact pressure and moisture on the signal quality of a newly developed textile ECG sensor shirt." *Medical Devices and Biosensors, 2008. ISSS-MDBS 2008. 5th International Summer School and Symposium on.* IEEE, (2008).
- Kirstein T, "The future of smart-textiles development: new enabling technologies, commercialization and market trends." *Multidisciplinary Know-how for Smart-textiles Developers.* (2013). 1-25.
- Kissinger P, and William R. H, eds. *Laboratory Techniques in Electroanalytical Chemistry, revised and expanded.* CRC press, (1996).
- Leclerc. D, "Filtration sur support: Aspects théoriques." *Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés*4.J3501 (1997): J3501-1.
- Legroux J. P, et Truchot C, Bilan de dix années d'application de la réglementation relative à l'épandage des boues issues du traitement des eaux usées. *CGAAER (ed.): Direction de l'Eau et de la Diversité (DEB)*, (2009), vol. 1771, p. 33pp.
- Light T. S, "Conductimetry and Oscillometry." (2005): 217-226.
- Lu W.M, Tung K.L, and Hwang K.J, "Effect of woven structure on transient characteristics of cake filtration." *Chemical engineering science* 52.11 (1997): 1743-1756.
- Lu W.M, Tung K. L, and Hwang K.J, "Fluid flow through basic weaves of monofilament filter cloth." *Textile Research Journal* 66.5 (1996): 311-323.
- Mahmoud A, et al. "Electrical field: a historical review of its application and contributions in wastewater sludge dewatering." *Water research* 44.8 (2010): 2381-2407.
- Mahmoud A, et al, "Electro-dewatering of wastewater sludge: influence of the operating conditions and their interactions effects." *Water research* 45.9 (2011): 2795-2810.
- Maltz E, and Shkolnik A, "Milk composition and yield of the black Bedouin goat during dehydration and rehydration." *Journal of Dairy Research* 51.1 (1984): 23-27.
- Min G, "Power supply sources for smart textiles." *Smart Clothes and Wearable Technology.* (2009). 214-231.
- Morino H, Matsudaira M, and Minoru F, "Predicting mechanical properties and hand values from the parameters of weave structures." *Textile Research Journal* 75.3 (2005): 252-257.
- Naeem S, et al. "Development of porous and electrically conductive activated carbon web for effective EMI shielding applications." *Carbon* 111 (2017): 439-447.
- Neelakandan R, and M. Madhusoothanan. "Electrical resistivity studies on polyaniline coated polyester fabrics." *Journal of Engineered Fibers and Fabrics* 5.3 (2010): 25-29.
- Neyers F, "Synthèse Bibliographique Sur L'égouttage Des Fromages," (1996)

Nicolas M, "Ecoulements dans les milieux poreux.", DEA mécanique énergétique, *Université de Provence, Marseille* (2003).

Ogulata R.T, and Mezarciroz S, "Total porosity, theoretical analysis, and prediction of the air permeability of woven fabrics." *Journal of the Textile Institute* 103.6 (2012): 654-661.

Ogulata R.T, "Air permeability of woven fabrics." *Journal of Textile and Apparel, Technology and Management* 5.2 (2006): 1-10.

Penner S. E, and Robertson A. F, "Flow through fabric-like structures." *Textile Research Journal* 21.11 (1951): 775-788.

Priniotakis G, "Intelligent/smart materials and textiles: an overview." *Analytical electrochemistry in textiles*, Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, Cambridge (2005): 215-243.

Purchas D, and Sutherland K, eds. "Chapter I An Introduction to filter Media", *Handbook of filter media*. Elsevier, 2002a.

Purchas D, and Sutherland K, eds. "Chapter II Woven fabric media", *Handbook of filter media*. Elsevier, 2002b.

Revol-Cavalié "Method and cell for measuring the overall concentration of ions in a bodily fluid", *brevet N° EP 2317312 A2* (2011).

Ripperger, et al.. "Filtration, 1. Fundamentals." *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, (Ed.) (2013).

Rubežienė V, et al. "Development and investigation of electromagnetic shielding fabrics with different electrically conductive additives." *Journal of Electrostatics* 75 (2015): 90-98.

Rushton A, S. W. Anthony, and G. H. Richard, *Solid-liquid filtration and separation technology*, 1996.

Ruth B. F, "Correlating filtration theory with industrial practice." *Industrial & Engineering Chemistry* 38.6 (1946): 564-571.

Sankaran V, and Subramaniam V. "Effect of weave structures on the low stress mechanical properties of woven cotton fabrics." *Fibres & Textiles in Eastern Europe* 5 (94) (2012): 56-59.

Santoro C, et al. "Microbial fuel cells: From fundamentals to applications. A review." *Journal of power sources* 356 (2017): 225-244.

Saurais Y, "Fromages de chèvre." *Le Lait* 53.525-526 (1973): 309-316.

- Schwarz A, and Van L, "Types and processing of electro-conductive and semiconducting materials for smart textiles." *Multidisciplinary know-how for smart-textiles developers*. 2013. 29-69.
- Sekerden F, "Effect of the constructions of metal fabrics on their electrical resistance." *Fibres & Textiles in Eastern Europe*(2013).
- Sutera S.P, and Skalak R. "The history of Poiseuille's law." *Annual Review of Fluid Mechanics* 25.1 (1993): 1-20.
- Kang T.H, et al. "Sensors on textile substrates for home-based healthcare monitoring." *Distributed Diagnosis and Home Healthcare, 2006. D2H2. 1st Transdisciplinary Conference on*. IEEE, 2006.
- Tang Ya-Wen, et al. "Using conductive fabric for capacitive EEG measurements." *IETE Technical Review* 30.4 (2013): 295-302.
- Tarleton. S, and Richard. W, *Solid/liquid separation: equipment selection and process design*. 2010.
- Tiller, Frank M., Charles S. Yeh, and W. Francis Leu. "Compressibility of paniculate structures in relation to thickening, filtration, and expression—a review." *Separation Science and Technology* 22.2-3 (1987): 1037-1063.
- Tung, Kuo-Lun, et al. "Effect of calendering of filter cloth on transient characteristics of cake filtration." *Separation and purification technology* 48.1 (2006): 1-15.
- Turan, R. B, and Ayşe. O. "Prediction of the in-plane and through-plane fluid flow behavior of woven fabrics." *Textile Research Journal* 83.7 (2013): 700-717.
- Wakeman, R.J. "Separation technologies for sludge dewatering." *Journal of hazardous materials* 144.3 (2007): 614-619.
- Wang, F, and Volodymyr V. T. "Pore blocking mechanisms during early stages of membrane fouling by colloids." *Journal of colloid and interface science* 328.2 (2008): 464-469.
- Wang, Xiao-Mao, Xiao-Yan Li, and Xia Huang. "Membrane fouling in a submerged membrane bioreactor (SMBR): characterisation of the sludge cake and its high filtration resistance." *Separation and Purification Technology* 52.3 (2007): 439-445.
- Weidmann, Daniel. *Aide-mémoire Textiles techniques*. Dunod, 2010.
- Westbroek, Philippe, Georgios Priniotakis, and Paul Kiekens. *Analytical electrochemistry in textiles*. Elsevier, 2005.
- Willis, M. S., Collins. R. M., and W. G. Bridges. "Complete analysis of non-parabolic filtration behaviour." *Chemical engineering research and design* 61.3 (1983).

Wu S, et al. "Flexible and conductive nanofiber-structured single yarn sensor for smart wearable devices." *Sensors and Actuators B: Chemical* 252 (2017): 697-705.

Xiao X, Andrew. L, and Xuesen. Z, "Through-thickness permeability modelling of woven fabric under out-of-plane deformation." *Journal of materials science* 49.21 (2014): 7563-7574.

Xiao X, *Modeling the structure-permeability relationship for woven fabrics*. Diss. University of Nottingham, 2012.

Xu Q et al, "Polypyrrole-coated cotton fabrics prepared by electrochemical polymerization as textile counter electrode for dye-sensitized solar cells." *Organic Electronics* 29 (2016): 107-113.

Yama Y, A. Ueno, and Y. Uchikawa, "Development of a wireless capacitive sensor for ambulatory ECG monitoring over clothes." *Engineering in Medicine and Biology Society, 2007. EMBS 2007. 29th Annual International Conference of the IEEE*. IEEE, 2007.

Yang G. CC, Chen M.C, and Yeh C.F. "Dewatering of a biological industrial sludge by electrokinetics-assisted filter press." *Separation and purification technology* 79.2 (2011): 177-182.

Yoshida H. "Practical aspects of dewatering enhanced by electro-osmosis." *Drying Technology* 11.4 (1993): 784-814.

Xiaoyan Y, et al. "Influence of filter cloth on the cathode on the electroosmotic dewatering of activated sludge." *Chinese Journal of Chemical Engineering* 18.4 (2010): 562-568.

Zeller B. *Le fromage de chèvre: spécificités technologiques et économiques*. Thèse de doctorat, Université de Thoulouse, (2005).

Zhang X. "Antistatic and conductive textiles." *Functional Textiles for Improved Performance, Protection and Health*. 2011. 27-44.

Zhao H, Lei H, and Y Lu. "Electromagnetic shielding effectiveness and serviceability of the multilayer structured cuprammonium fabric/polypyrrole/copper (CF/PPy/Cu) composite." *Chemical Engineering Journal* 297 (2016): 170-179.

## Chapitre II : Matériels et Méthodes

L'objectif de ce projet est d'étudier l'influence du média filtrant sur les performances en filtration des suspensions, et d'optimiser la structure de ces filtres. Nous avons d'abord commencé par l'analyse complète de quelques tissus filtrants commerciaux utilisés dans la filtration des boues ou du fromage. Par la suite, nous avons développé nos propres tissus dans les ateliers de tissage du Gemtex ou de la Société Bastien.

### Matériels

#### II.1. Caractéristiques des fils utilisés

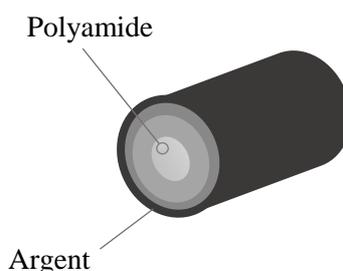
Les fils de chaîne utilisés sont des filés de fibres en polyester PET référencés FF et des fils multifilamentaires texturés en polypropylène PP référencés TMF (Tableau II-1). La texturation est un traitement réalisé sur des multifilaments afin d'améliorer leur pouvoir gonflant ainsi que l'élasticité (Weidmann 2010). Le choix de ces fils a été basé sur le fait que la texturation pourrait améliorer la capture des particules dans les interstices des fils.

Dans le sens de la trame, nous avons dans un premier temps utilisé les filés de fibres FF et les multifilaments en polyester référencés MF, puis des fils conducteurs.

**Tableau II-1** Caractéristiques des fils utilisés

Référence	Nature	Structure	Titre (dtex)	Diamètre ( $\mu\text{m}$ )
PET-FF	PET	Filé de fibres	240	370
PET-MF	PET	Multifilament	285	215
PP-TMF	PP	Multifilament texturé	280	180
Ag-MF	PA/ Argent	Multifilament	240	130
I-FF	Fil à base d'Inox	-	-	-

Pour rendre nos tissus conducteurs, nous avons utilisé des fils de polyamide 6-6 recouverts d'argent (RSTAT, France) et des fils d'inox (IMMATEC, France). Les fils Ag-Mono sont des monofilaments de polyamide enduits avec une couche d'argent et composés de 88% de polyamide 6 et de 12% d'argent. Les multifilaments Ag-MF sont composés de 10 filaments, soit 91,7% de polyamide 6-6 et 8,3% d'argent.



**Figure II-1** Fil de polyamide enduit d'argent

## **Méthodes**

### **II.2. Développement et caractérisation physique des tissus filtrants**

#### **II.2.1 Caractérisations structurelles des tissus :**

##### **II.2.1.1 Mesure de la perméabilité à l'air**

Comme vu dans le chapitre I, la perméabilité d'une membrane poreuse à un fluide est liée au débit de ce dernier (Equation I-4). La norme décrivant la mesure de la perméabilité à l'air des tissus est la NF EN ISO 9237 où la pression d'air appliquée est fixée à 198 Pa et la surface mesurée est de 20 cm<sup>2</sup>. Dans cette norme, la perméabilité à l'air est considérée équivalente au débit d'air par unité de surface. Pour la bonne reproductibilité des mesures, 10 mesures ont été réalisées sur différentes zones des tissus.

##### **II.2.1.2 Mesure de la masse surfacique**

Les mesures de la masse surfacique  $M_s$  (g/m<sup>2</sup>) ont été réalisées selon la norme NF EN 12127. Elle correspond au rapport du poids de l'échantillon par sa surface fixée par la norme (100 cm<sup>2</sup>).

##### **II.2.1.3 Mesure de l'épaisseur**

L'épaisseur du tissu  $L$  (m) a été mesurée selon la norme NF -EN- ISO- 5084 (1996-11-01). Une charge de 1 kPa a été appliquée pour la mesure. 10 mesures ont été réalisées pour chaque tissu.



Figure II-2 Testeur d'épaisseur

#### II.2.1.4 Calcul de la porosité et de la densité de pores

La porosité des échantillons  $\varepsilon$  est calculée à partir de l'Équation II-1.

#### Équation II-1

$$\varepsilon = 1 - \frac{M_s}{e \times \rho_f}$$

où  $M_s$  est la masse surfacique du tissu ( $\text{g/m}^2$ ),  $e$  son épaisseur (m) et  $\rho_f$  la masse volumique des fibres ( $\text{g/m}^3$ ).

La densité de pores  $d_p$  ( $\text{pores/m}^2$ ) est la densité des fils de chaîne multipliée par la densité des fils de trame. Par exemple, pour un tissu ayant des densités de fils de chaînes et de trames respectives de 5 fils/cm et 5 duites/cm, la densité de pores est de 25 pores/ $\text{cm}^2$  (Figure II-3).

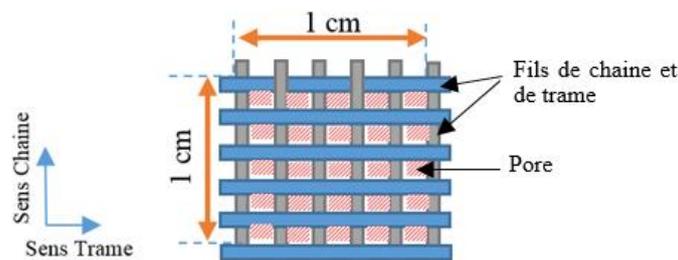


Figure II-3 Illustration du calcul de la densité de pores

#### II.2.1.5 Estimation de la taille des pores

La taille des pores des échantillons développés sur nos machines pilote et industrielle a été estimée par une méthode géométrique. La structure d'un pore est présentée dans la Figure II-4.

Nous avons considéré les pores comme des rectangles dont les dimensions sont notées a et b. En appliquant le théorème de Pythagore (Figure II-4), le diamètre du pore,  $\phi_p$ , s'exprime comme suivant :

$$\phi_p^2 = a^2 + b^2$$

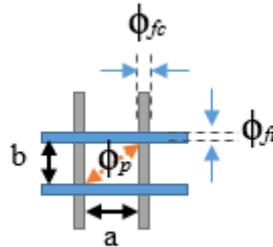


Figure II-4 Structure d'un pore

Si on considère que tous les pores dans un tissu ont les mêmes largeurs et les mêmes longueurs, les dimensions a et b s'expriment comme suivant :

$$a = \frac{1 - d_{fc} \phi_{fc}}{d_{fc}} = \frac{1}{d_{fc}} - \phi_{fc}$$

$$b = \frac{1 - d_{ft} \phi_{ft}}{d_{ft}} = \frac{1}{d_{ft}} - \phi_{ft}$$

Équation II-2

$$\phi_p = \sqrt{\left(\frac{1}{d_{fc}} - \phi_{fc}\right)^2 + \left(\frac{1}{d_{ft}} - \phi_{ft}\right)^2}$$

où  $\phi_p$ ,  $\phi_{fc}$  et  $\phi_{ft}$  sont respectivement le diamètre du pore, le diamètre du fil de chaîne et le diamètre du fil de trame, et  $d_{fc}$  et  $d_{ft}$  sont respectivement les densités des fils de chaîne et de trame.

#### II.2.1.6 Microscopie optique

Les images microscopiques ont été obtenues par un microscope binoculaire. Les clichés pris avec (grossissement  $\times 20$ ) ont été sélectionnés pour représenter les tissus. Avec ce

grossissement, nous avons réussi à avoir des images montrant tous les fils dans une unité de répétition de chaque armure ainsi que la structure de l'armure.

### II.2.1.7 Profilométrie

La topographie de surface a été mesurée avec le profilomètre à contact AltiSurf 500 présenté dans la Figure II-5. Le profil de surface est mesuré grâce au déplacement d'une pointe en diamant le long de l'échantillon. La mesure est donc basée sur le contact entre la surface de l'échantillon et la pointe. Cette pointe se déplace latéralement dans les directions x et y de façon à couvrir toute la surface de l'échantillon. L'amplitude z de la surface est détectée par la pointe et enregistrée pour chaque point de mesure de coordonnées (x,y). Une mesure est réalisée chaque 10  $\mu\text{m}$  dans les deux directions x et y. Un profil de surface en 3D est donc obtenu.



**Figure II-5 Profilomètre AltiSurf500**

## II.2.2 Développement des tissus par le procédé du tissage :

### II.2.2.1 Procédé du tissage :

Le tissage est une technologie qui consiste à entrecroiser des fils perpendiculaires les uns aux autres appelés fils de chaîne, fils dans la direction de la production, et fils de trame, dans la direction perpendiculaire, sur un métier à tisser. Le métier à tisser, présenté sur la Figure II-6, est composé d'une ensouple sur laquelle les fils de chaîne sont préalablement parallélisés à l'issue de l'étape de l'ourdissage, des cadres munis de plusieurs lisses dans lesquelles les fils de chaînes sont rentrés un par un, d'un peigne et d'une navette (ou une lance) qui permet l'insertion des fils de trame.

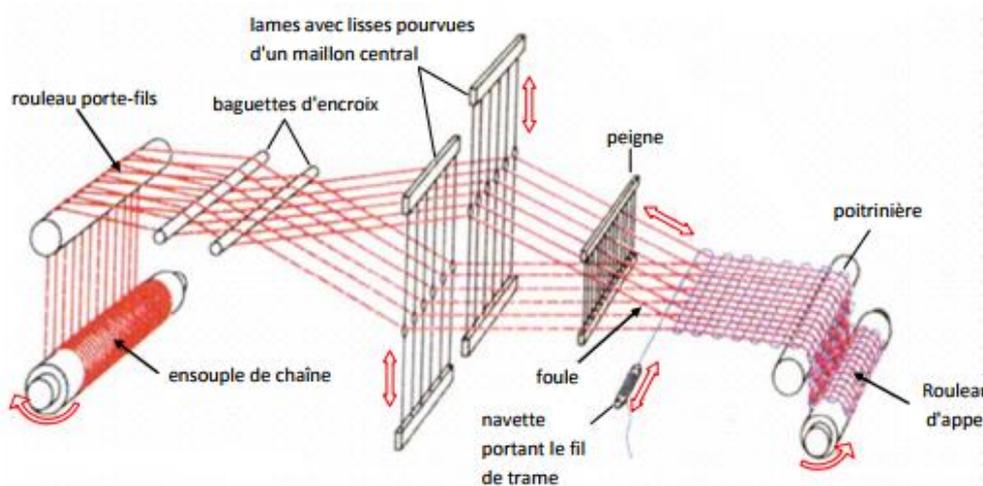


Figure II-6 Représentation schématique d'une machine de tissage (Labanieh, 2014)

### II.2.2.2 Préparation du métier à tisser :

Afin de préparer le métier à tisser, plusieurs étapes sont à respecter :

#### a. L'ourdissage :

Le but de cette étape est de préparer l'ensouple de fils qui sera par la suite placée en amont du métier à tisser. Les fils de chaînes sont enroulés parallèlement sur l'ensouple sous une même tension. L'ourdissage utilisé pour cette étude est un ourdissage sectionnel sur cantre.



Figure II-7 Ourdissoir sectionnel cantre

#### b. Préparation des cadres sur le métier à tisser :

Cette étape consiste à placer un nombre suffisant de lices sur les cadres. Le nombre de ces lices dépend de la largeur du tissu, de la densité de fils de chaînes souhaitée ainsi que du nombre de cadres. Par exemple, si la densité de chaîne est fixée à 40 fils /cm sur 50 cm de largeur et 16 cadres, il faut mettre  $40 \times 50 / 16$  lices soit au minimum 125 lices par cadre.

Le choix du nombre de cadres dépend des armures à réaliser. Ceci correspond au nombre de fils qui constituent une unité de répétition du motif. Par exemple, pour une toile, il faut au minimum deux cadres tandis que pour un satin de 5, au minimum 5 cadres sont nécessaires.

c. Le rentrage :

L'ensouple préparée est placée sur le métier à tisser. Chaque fil de chaîne est ainsi rentré dans une lice. Sur la Figure II-8, un exemple de rentrage suivi de 32 fils sur 16 cadres. Les fils sont fixés les uns derrière les autres successivement du premier cadre jusqu'au 16ième cadre et ainsi de suite.

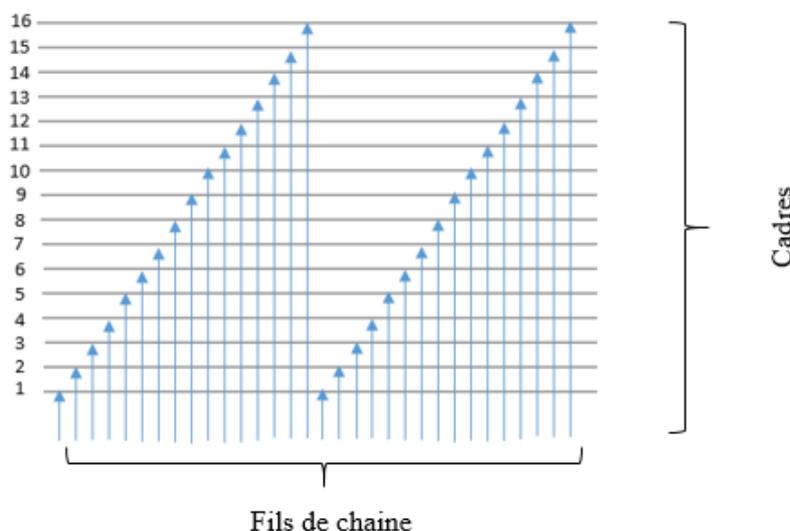


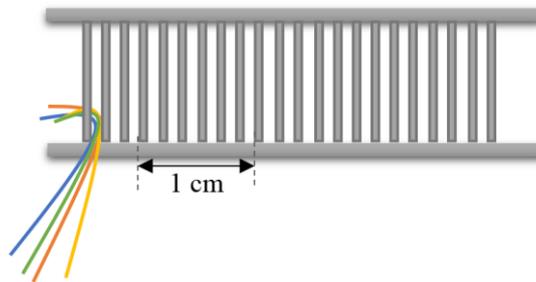
Figure II-8 Rentrage suivi sur 16 cadres

d. L'installation du peigne :

Un peigne est un élément métallique composé de plusieurs compartiments, qu'on appelle des broches séparés, par des tiges qu'on appelle des dents (Figure II-9). Il est caractérisé par le nombre de broches par centimètre. Plus le nombre de broches par centimètre est élevé, plus les dents sont fines. Dans le développement des tissus filtrants, le choix du peigne est primordial.

En effet, un peigne grossier peut créer des traces dans le tissu et former de larges pores qui peuvent influencer la qualité de la filtration.

Une fois que les fils de chaîne sont rentrés dans les lices et le choix du peigne est réalisé, chaque fil de chaîne est inséré dans une broche. Le nombre de fils par broche est choisi selon la grosseur des fils, la densité des fils de chaîne ainsi que le nombre de broches/ cm. Dans notre cas, nous avons choisi d'insérer 4 fils par une broche.



**Figure II-9 Peigne 6 broches par cm**

A l'issue de ces étapes, on obtient des fils de chaînes parallélisés et installés sur la machine.

### II.2.2.3 Différentes étapes du tissage :

L'opération du tissage consiste à insérer des fils de trames dans le métier à tisser sur lequel sont installés les fils de chaîne.

Le cycle du métier à tisser est composé de 4 mécanismes :

a. L'ouverture de la foule

L'ouverture de la foule est assurée par le mouvement des cadres. Selon l'armure souhaitée, les cadres se séparent en deux groupes : un groupe soulevé et un groupe baissé.

b. L'insertion de la duite

Sur les métiers à tisser pilotes utilisés dans ce projet, les fils de trame sont insérés entre les fils de chaîne grâce à des navettes.

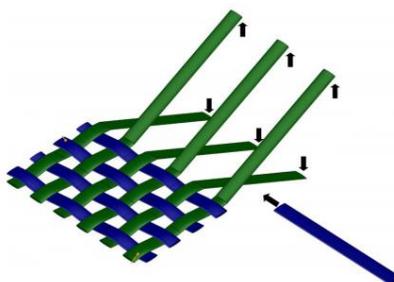


Figure II-10 Ouverture de la foule et insertion des duites (Labanieh, 2014)

c. La fermeture de la foule

Tous les fils de chaîne retrouvent leur position initiale.

d. Le tassage par le peigne

Cette étape est nécessaire pour rapprocher les fils de trames et assurer une bonne cohésion du tissu final.

### II.2.3 Méthodologie :

Les tissus utilisés dans ce projet de thèse ont été fabriqués sur des machines pilotes et industrielles. Plusieurs campagnes d'essais ont été réalisées afin de varier la structure des tissus. Les fils de chaîne et de trame, l'armure ainsi que la densité de tissage ont varié.

Dans un premier temps, nous avons utilisé les machines industrielles. Nous avons gardé une même configuration de fils de chaîne et varié les fils de trame ainsi que leur densité. En effet, le changement de la configuration des fils dans le sens de la chaîne sur les machines industrielles est très long et peut durer plusieurs jours, d'où notre choix.

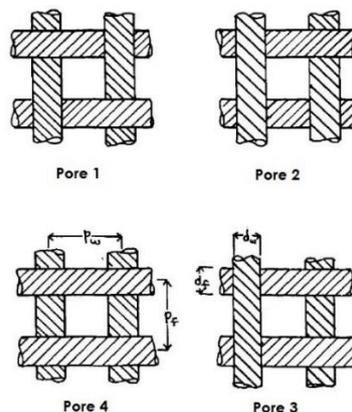
Nous avons par la suite utilisé une machine à tisser pilote dont la laize est de 50 cm afin de varier les fils de chaînes. Ces tissus ont été principalement destinés à la filtration des boues. Nous avons également fait varier la structure et la densité des fils de trame ainsi que l'armure des échantillons.

Enfin, nous avons utilisé la machine à tisser industrielle afin de développer les tissus filtrants et électrodes pour l'électro-déshydratation des boues.

#### II.2.3.1 Tissus Filtrants isolants :

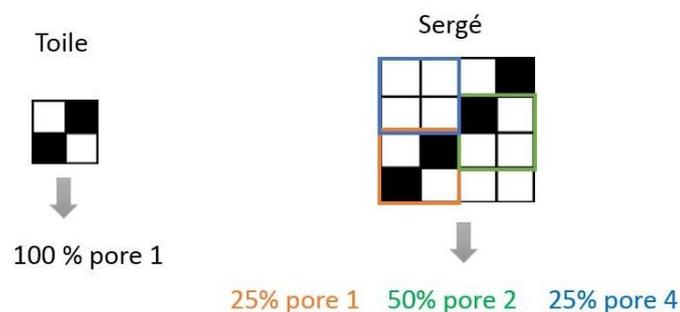
a. Critère du choix des armures: Forme des pores

La géométrie des pores au sein d'un tissu a été étudiée par Backer en 1951 en se basant sur la classification des structures de pores. Ces pores, décrits dans la section I.2.3.3 (Chapitre I), résultent de l'intersection de 4 fils différents : 2 fils de chaîne et 2 fils de trame adjacents (Figure II-11). Le pore de type 1 est formé lorsque deux fils de trames consécutifs alternent deux positions différentes par rapport au même fil de chaîne (en dessous ou au-dessus). Quand deux duites consécutives ont deux positions différentes par rapport à un fil de chaîne et la même position par rapport au fil de chaîne suivant, un pore 2 est formé. Le pore 3 correspond à une intersection où deux duites consécutives ont la même position par rapport au premier fil de chaîne et une position opposée à la première par rapport au fil de chaîne qui suit. Enfin, quand deux duites consécutives ont la même position par rapport à deux fils de chaînes consécutifs, un pore de type 4 est formé.



**Figure II-11 Différentes formes des pores dans une armure (Backer, 1951)**

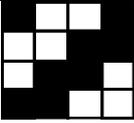
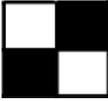
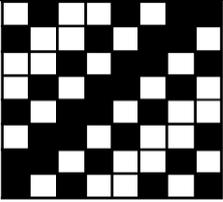
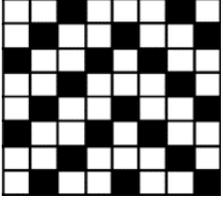
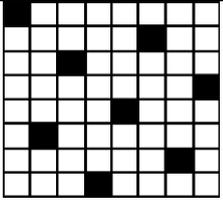
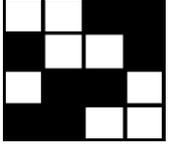
Chaque armure est donc caractérisée par des pourcentages différents de ces 4 pores. La Figure II-12 présente un exemple de calcul de ces pourcentages d'une toile et d'un sergé.

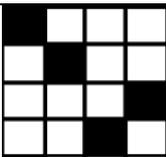
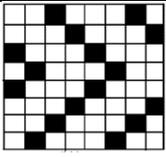
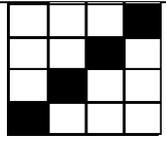
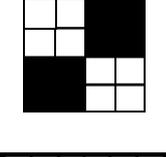
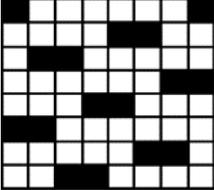
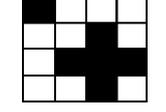
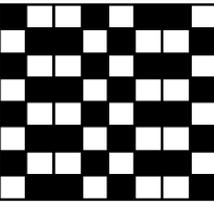
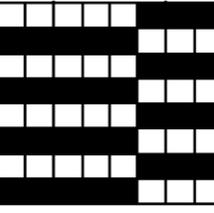


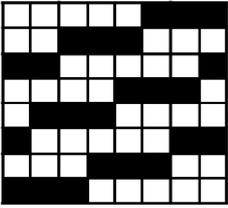
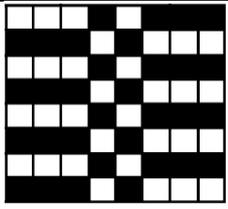
**Figure II-12 : Exemple de calcul du pourcentage de pores**

Notre démarche était de varier le pourcentage de ces pores dans les armures sélectionnées. Nous avons ainsi choisi des armures différentes : croisé, sergé, 3 types de satins, 3 types de reps, 2 types de satiné... Le Tableau II-2 regroupe les armures sélectionnées dans cette partie et présente leurs pourcentages des 4 types de pores. Ces tissus ont été principalement utilisés pour l'étude de la filtration par gâteau des suspensions modèles.

Tableau II-2 Les armures étudiées et leurs pourcentages en pores

Réf	Armure	Dessin	Pore1	Pore2	Pore3	Pore4
Cr22	Croisé 22			100 %		
T	Toile		100 %			
Sg21	Sergé 211112		50%	50%		
Ch8	Chevron		37.5%	62.5%		
R31	Reps 3-1		50%		50%	
Sat8	Satin 8			50%		50%
Srep4	Satin 4 à répétition		25%	50%	25%	

Sat4	Satin 4		12.5%	75%		12.5%
Sr	Serpentine		25%	50%		25%
Sg4	Sergé 4		25%	50%		25%
Nt22	Natté 2-2		25%		50%	25%
S62	Satiné 6-2			50%	25%	25%
H	-			100%		
R12	Reps 121121		75%		25%	
R53	Reps 5-3		25%		75%	

S53	Satiné 5-3		25%	25%	50%	
R33	Reps 3-1-1-3		50%		50%	
Cn22	Cannelé 2-2		50%		50%	

b. Nomenclature :

Si les armures conditionnent les propriétés en filtration, nous avons vu dans le chapitre I que la structure du fil et la densité de fils sont également des paramètres importants. C'est pourquoi la nomenclature de ces échantillons a été choisie de façon à écrire l'abréviation de l'armure, suivie du code du fil de chaîne, du code du fil de trame et puis de la densité de fils de trame. Afin de simplifier l'écriture, nous avons attribué trois nouveaux codes au fils de chaînes utilisés : F pour fil PET-FF, M pour le fil PET-MF et T pour le fil PP-TMF.

Exemple :

L'échantillon ayant l'armure croisé 2-2 composé des fils PP-TMF en chaîne, des fils Ag-MF en trame avec une densité de 20 fils/cm, est appelé : Cr22TAg-MF20.

c. Présentations des tissus isolants :

– Tissu-lot 1 :

Structure:

Ce premier lot de tissus a été développé sur les machines industrielles avec le même fil chaîne, le fil PET-FF. La densité de fils de chaîne est de 23 fils par centimètre. La densité de duites varie entre 14 à 28 fils/cm. La structure des fils de trame est modifiée en utilisant le fil fibreux

PET-FF ainsi que le fil multifilamentaire PET-MF. Dans cet essai, nous étions contraints dans le choix des armures par le nombre de cadres disponibles sur le métier à tisser. Les armures que nous avons pu utiliser sont des armures dont le motif de répétition est de 4 fils de chaines et de 4 fils de trames au maximum (rapport d'armure maximal de 4). Nous avons sélectionné des armures très différentes comme la toile, le sergé et le satin ou encore le reps afin d'obtenir des structures variées. Ce premier lot de tissus a été utilisé dans l'étude de l'influence de la structure sur la perméabilité à l'air ainsi que sur la filtration d'une suspension modèle.

*Observations microscopiques et propriétés des tissus:*

Les images microscopiques des échantillons sont présentées dans l'annexe II-1. Le Tableau II-3 montre les mesures de la masse surfacique (5 mesures pour chaque référence), de l'épaisseur (5 à 10 mesures pour chaque référence) ainsi que la porosité de ces échantillons 100 % fibreux. Ces mesures ont été réalisées à des endroits différents sur la diagonale de l'échantillon tissé afin de prendre en compte l'ensemble des fils de chaîne et de trame. La valeur de la masse volumique du polyester utilisé pour le calcul de la porosité est de 1,38 g/cm<sup>3</sup>.

**Tableau II-3 Propriétés physiques des échantillons 100% fibreux**

Echantillon	Armure	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Epaisseur (µm)	Porosité (%)
Cr22F-F23	Croisé 2-2	302 ± 1,9	623 ± 23,8	65
Cr22F-F20		281 ± 1,5	606 ± 23,2	66
Cr22F-F 18		264 ± 2,3	617 ± 5,6	69
Cr22F-F16		254 ± 1,2	664 ± 9,3	72
Cr22F-F14		238 ± 2,1	731 ± 2,5	76
TF-F16	Toile	258 ± 2,2	545 ± 5,7	66
R31F-F16	Reps 3-1	255 ± 2,4	603 ± 24	69
Cn22F-F16	Cannelé 2-2	251 ± 2,2	735 ± 14,8	75
Srep4F-F16	Satin de 4 à répétition	245 ± 2,2	658 ± 13,6	71
SrF-F16	Serpentine 4-4	250 ± 1,1	797 ± 33,7	77
Sg4F-F16	Sergé de 4	250 ± 2	676 ± 22,4	73

Nt31F-F16	Natté 3-1	250 ± 2,2	755 ± 26,3	76
HF-F16	-	249 ± 1,4	906 ± 28,9	80
Sat4F-F16	Satin de 4	252 ± 2,4	620 ± 21,3	79

L'armure croisé 2-2 a été utilisée pour fabriquer des échantillons avec différentes densités de fils de trame. Plus cette densité est faible, plus le tissu est poreux. Lorsque l'armure change, si la densité de fils est équivalente (16 fils par cm), le grammage reste similaire (autour de 250 g/m<sup>2</sup>). Cependant l'épaisseur du tissu varie selon l'armure entre 600 et 900 µm et la porosité est comprise entre 71% et 80%.

Les mesures de l'épaisseur et de la densité des pores des échantillons composés de fils fibreux dans le sens de la chaîne et de multifilaments dans le sens de la trame sont présentées dans le Tableau II-4. Les images microscopiques sont présentées dans l'annexe I-2.

**Tableau II-4 Propriétés physiques des échantillons mélange fils fibreux/multifilamentaires**

	<b>Armure</b>	<b>Epaisseur (µm)</b>	<b>Densité pores (pores/cm<sup>2</sup>)</b>
Cr22F-MF16	Croisé 2-2	616 ± 12	384
Cr22F-MF23		510 ± 6	529
Cr22F-MF28		491 ± 9	644
R31F-MF16	Reps 4	454 ± 8	384
R31F-MF23		499 ± 12	529
R31F-MF28		514 ± 13	644
SgF-MF16	Sergé 4	536 ± 9	384
SgF-MF23		457 ± 1	529
SgF-MF28		442 ± 9	644
Sat4F-MF16	Satin 4	545 ± 25	384
Sat4F-MF23		459 ± 5	529

Sat4F-MF28		$449 \pm 7$	644
SrF-MF16	Serpentine	$621 \pm 14$	384
SrF-MF23		$564 \pm 16$	529
SrF-MF28		$544 \pm 15$	644
TF-MF16	Toile	$445 \pm 12$	384
TF-MF23		$401 \pm 8$	529

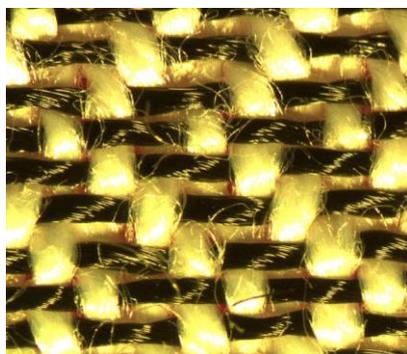
Analyse :

Avec les filés de fibres, nous avons réalisé 10 tissus avec des armures toutes différentes et une densité de duites de 16 fils par centimètre. La masse surfacique moyenne est de  $251 \text{ g/m}^2$ . Avec l'armure croisé 2-2, en augmentant le nombre de duites par centimètre, les tissus obtenus sont plus épais et plus lourds.

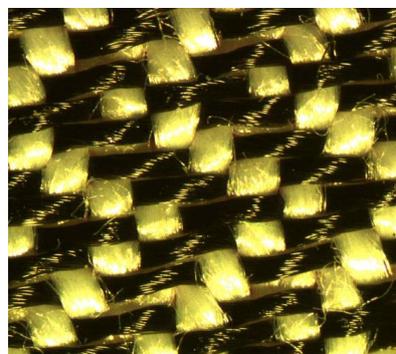
En introduisant des multifilaments dans le sens de la trame, la masse surfacique reste autour de  $250 \text{ g/m}^2$  mais l'épaisseur diminue légèrement en augmentant la densité des duites.

Les images microscopiques, présentées dans la Figure II-13, montrent que les pores entre fils s'élargissent lorsque le nombre de duites diminue. Le tissu devient donc plus lâche, ce qui peut parfois entraîner l'apparition de plus gros pores. Lorsque la densité de duites est élevée, le tissu a plus de tenue mécanique, ce qui permet d'assurer une bonne tension des fils et un espacement entre fils maîtrisé.

23 fils/cm ; 16 duites/cm



23 fils/cm ; 28 duites/cm



**Figure II-13** Clichés microscopique de deux tissus à base de l'armure Serpentine, 16 et 28 duites/cm

- Tissus lot 2 :

### Structure

Ces tissus ont été développés sur la machine de tissage pilote disponible au Gemtex et présentée dans la Figure II-14. Le fil de chaîne utilisé pour ces tissus est le fil PP-TMF avec une densité de 40 fils par centimètre. Ce même fil a été également utilisé dans le sens de la trame avec des densités différentes allant de 14 à 20 fils/cm. Afin d'élargir le choix d'armure, nous avons installés 18 cadres ainsi que les lisses nécessaires pour la densité de fils choisie.



**Figure II-14** Machine de tissage pilote du Gemtex

### Propriétés des échantillons étudiés:

Le Tableau II-5 présente les mesures de la masse surfacique, de l'épaisseur, de la porosité ainsi que de la densité de pores des échantillons développés en utilisant les fils multifilaments texturés. Les tissus réalisés sont moins lourds que les précédents (masse surfacique autour de 170 g/m<sup>2</sup>) et les valeurs de l'épaisseur varient entre 330 à 560 μm. En général, les échantillons ayant une densité de pores plus élevée sont les moins épais. La porosité varie de 42% à 68% avec une moyenne autour de 55%. La valeur de la masse volumique du polypropylène utilisée pour le calcul de la porosité est de 0,946 g/cm<sup>3</sup>.

**Tableau II-5** Propriétés des échantillons à base de multifilaments texturés :

Echantillon	Armure	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Epaisseur (μm)	Porosité (%)	Densité des pores (/cm <sup>2</sup> )
CvT-T20	Chevron 8	170	347	48	800
S62T-T20	Satiné 6-2	172	331	45	

Sat4T-T20	Satin 4	169	436	59	
R53T-T15	Reps 5-3	151	399	60	600
R33T-T15	Reps 3-1-1-3	155	387	58	
R12T-T15	Reps 1-2-1-1-2-1	154	370	56	
Cr22T-T14	Croisé 2-2	168	529	66	560
Cr22T-T16		171	544	67	640
Cr22T-T17		170	561	68	680
Cr22T-T18		173	510	64	720
Cr22T-T20		181	545	65	800
Srep4T-T16	Satin 4 à répétition	167	504	65	640
SrepT-T20		175	489	62	800
Sg21T-T16	Sergé 211112	164	523	67	640
Sg21T-T20		174	438	58	800
S53T-T16	Satiné 5-3	169	460	61	640
S53T-T20		178	324	42	800
Sat8T-T16	Satin 8	159	506	67	640
Sat8T-T20		175	498	63	800

L'annexe I-3 présente quelques clichés microscopiques de ces échantillons.

### II.2.3.2 Tissus conducteurs :

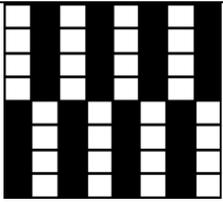
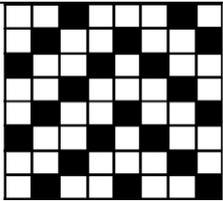
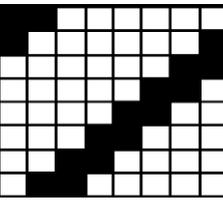
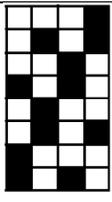
#### a. Sélection des armures :

Des armures différentes ont été sélectionnées afin de varier la structure des tissus. Comme ces tissus sont des mélanges de fils isolants et conducteurs en chaîne et en trame, le type d'entrecroisement des fils chaîne/trame détermine la position des fils conducteurs au sein des tissus. Nous avons orienté notre choix des armures de façon à varier les facteurs FYF et CFF

présentés dans la section I.2.3.3 du chapitre I. Ce critère de choix nous a permis d'obtenir des tissus avec des longueurs des flottés différentes. Les facteurs CFF et FYF des armures réalisées dans cette partie sont présentés dans le Tableau II-6.

**Tableau II-6 Les facteurs de structure des différentes armures sélectionnées**

Armure	Abréviation	Dessin	CFF	FYF
Croisé 2-2	Cr22		1	0,75
Satin 8	Sat8		0,5	1,3125
Satiné 6-2	S62		0,75	1,09375
Satiné 3-3-1-1	S33		1,25	0,65625
Satiné 3-2-2-1	S32		1	0,875
Satiné 4-2-1-1	S42		1	0,875

Cannelé 4-4	Cn44		1,25	0,75
Chevron 8	Cv8		1,25	0,59375
Croisé 6-2	Cr62		0,5	1,3125
Tricotine	Tr		1,25	0,65625

#### b. Nomenclature

Les échantillons composés de 100% de fils conducteurs dans le sens de la trame ont été nommés de la même manière que les échantillons isolants (*Cf* II.2.3.1). Quant aux tissus composés d'un mélange de fils isolants et conducteurs dans le sens de la trame, nous avons remplacé la densité de duites par le pourcentage de fils conducteurs en trame. Par exemple, l'échantillon satiné 62 composé des fils PP-TMF dans le sens de la chaîne et de 75% de fils PP-TMF et 25% de fils Ag-MF dans le sens de la trame est appelé : S62T-AgMF25%.

#### c. Présentation des tissus conducteurs:

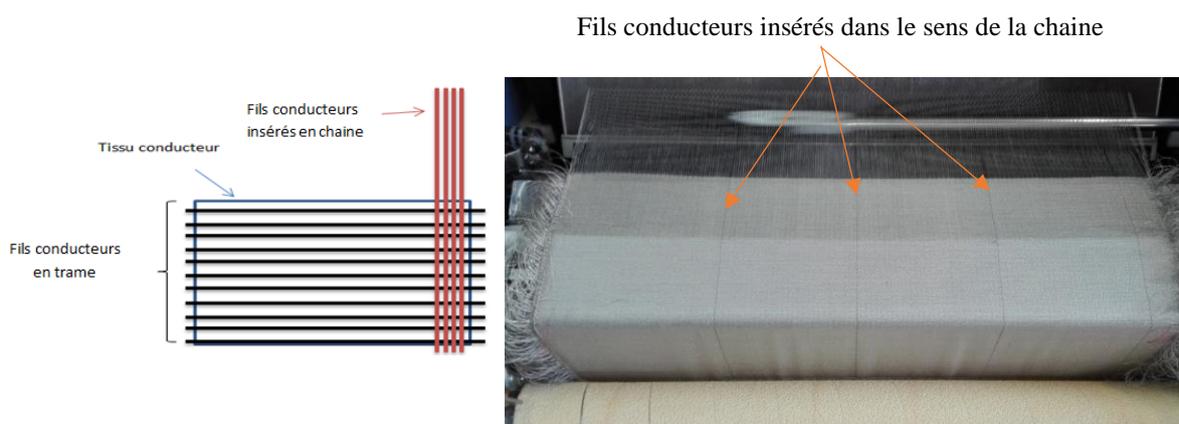
- Tissus lot 3 :

##### Structure

Ces tissus ont été développés afin d'étudier l'influence de la structure sur la résistivité électrique. La machine de tissage pilote présentée précédemment (Figure II-14) a été utilisée. Les fils de chaîne sont les fils de PP-TMF dont la densité est de 40 fils par centimètre. Les fils

de trame utilisés sont les fils Ag-MF. Leur densité a été variée de 18 à 25 fils par centimètre. Un tissu référence a été également fabriqué et testé. Ce tissu est à base de l'armure S62 avec 100% de fils PP-TMF.

Afin de lier les fils conducteurs de la trame, nous avons inséré des fils conducteurs dans le sens de la chaîne comme le montre Figure II-15. Ces fils permettent de brancher tous les fils à une source électrique.



**Figure II-15 Insertion de fils conducteurs dans le sens de la chaîne**

Observations microscopiques et propriétés :

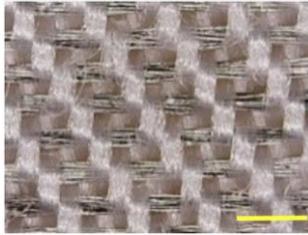
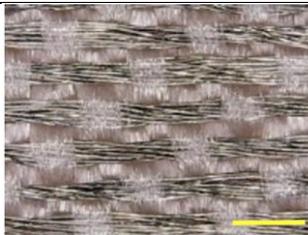
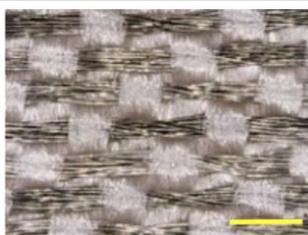
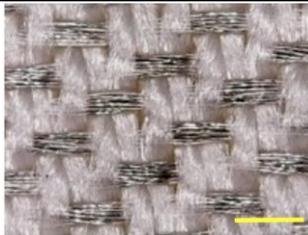
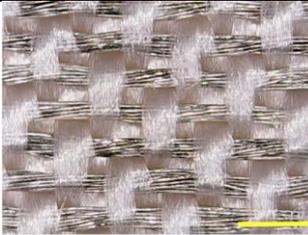
Le Tableau II-7 présente les propriétés physiques et les images microscopiques des échantillons conducteurs réalisés avec les fils PP-TMF en chaîne et Ag-MF en trame. Ces échantillons se caractérisent par des armures différentes mais des densités de fils équivalentes. Leurs épaisseurs ainsi que leurs masses surfaciques sont très proches. Les porosités varient entre 71% et 81%. Pour chaque référence, 5 mesures de masse surfacique et 10 mesures d'épaisseur ont été réalisées à des endroits différents de l'échantillon tissé. La masse volumique moyenne ( $\rho_m$ ) des fibres utilisée pour le calcul de la porosité a été calculé au prorata des pourcentages des fibres dans ces échantillons selon l'Équation II-3.

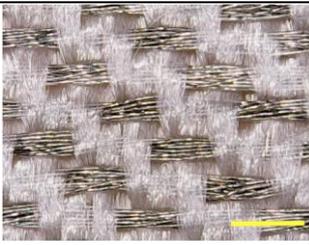
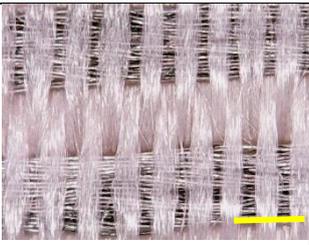
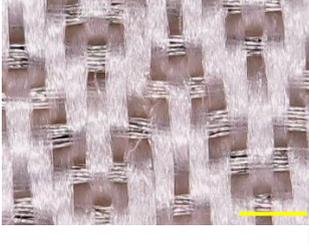
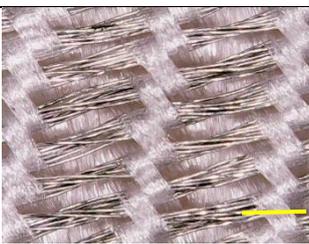
**Équation II-3**

$$\rho_m = 0,75 \rho_{PP} + 0,25 \times (0,917 \rho_{PA} + 0,083 \rho_{Ag})$$

avec  $\rho_{PP}$ ,  $\rho_{PA}$  et  $\rho_{Ag}$ , les masses volumiques respectives du polyester, polyamide et argent.

Tableau II-7 Propriétés des échantillons conducteurs- densité de pores 800 pores/ cm<sup>2</sup>

Echantillon	Armure	Observation Microscopique	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Epaisseur (µm)	Porosité (%)
Cr22T-AgMF20	croisé 2-2		146 ± 1,3	508 ± 8	77
Sat8T-AgMF20	Satin 8		150 ± 1,3	467 ± 20	74
S62T-AgMF20	Satiné 6-2		160 ± 0,8	447 ± 10	71
S33T-AgMF20	Satiné 3-3-1-1		154 ± 0,9	567 ± 15	78
S32T-AgMF20	Satiné 3-2-2-1		160 ± 2	576 ± 0,9	77

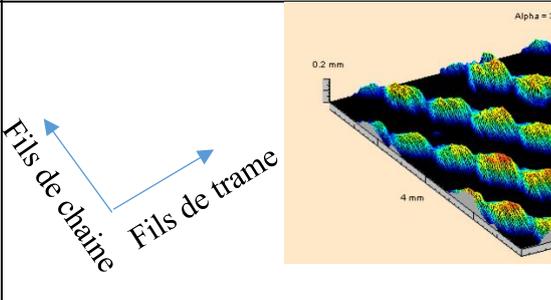
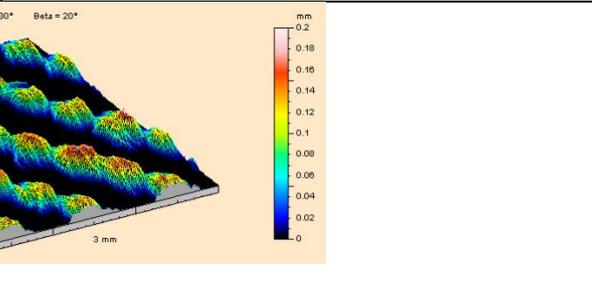
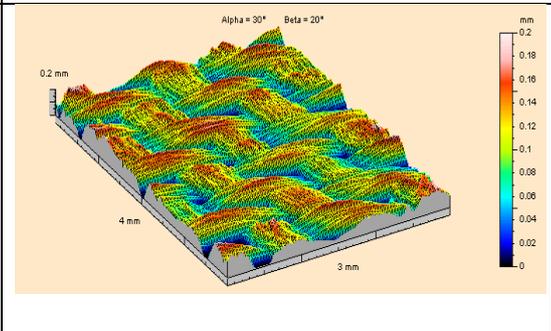
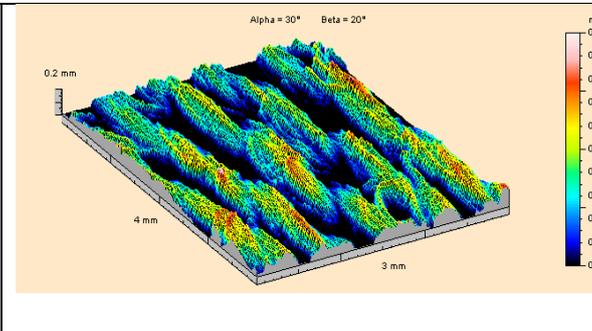
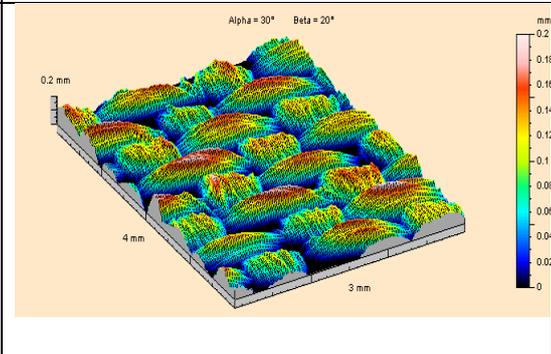
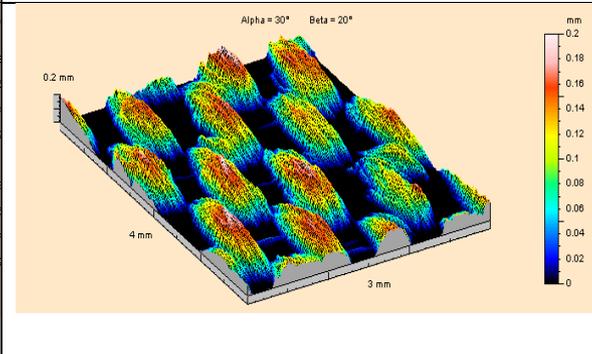
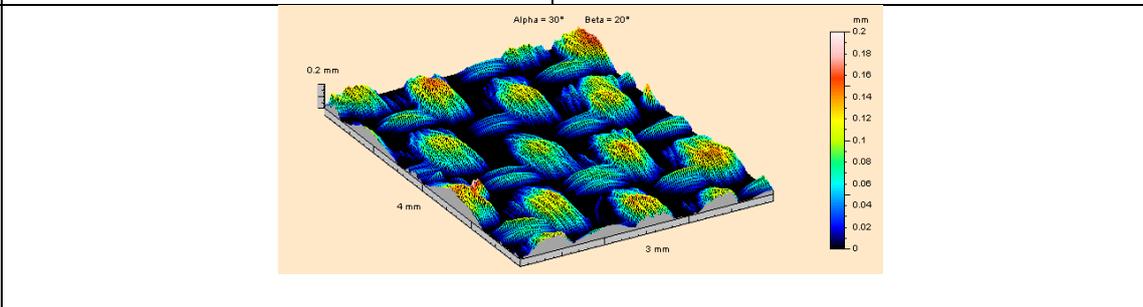
S42T- AgMF20	Satiné 4- 2-1-1		153	516 ± 0,7	76
Cn44T- AgMF20	Cannelé 4-4		156	580	78
Cv8T- AgMF20	Chevron 8		161	580	77
Cr62T- AgMF20	Croisé 6- 2		162	680	81

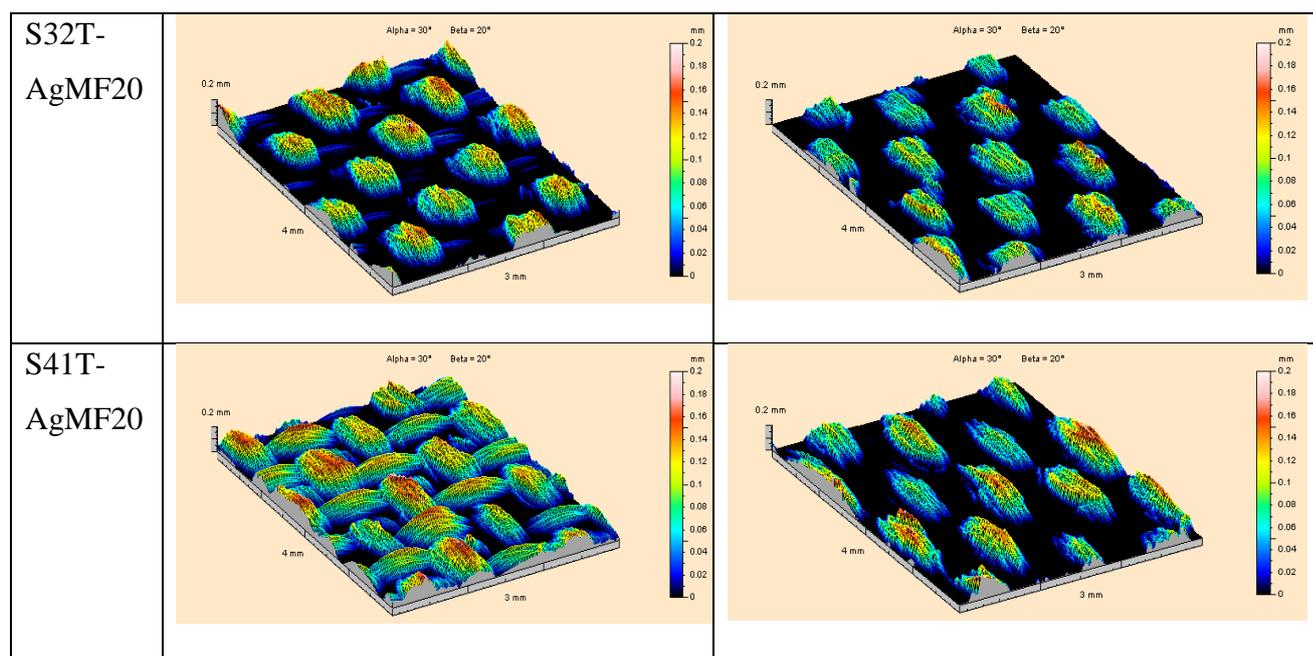
### Topographie de surface

Le profil de surface des tissus composés de fils 100% conducteurs dans le sens de la trame a été caractérisé par un profilomètre optique. Les images 3D sont présentées dans le Tableau II-8, avec un seuil d'épaisseur de 0,2 mm à partir des crêtes supérieures. Cela signifie que seuls les fils dont la profondeur est inférieure à 0,2 mm sont observables sur les images. Par exemple, les fils conducteurs sont situés à une distance supérieure à 0,2 mm de la surface du tissu Cr22, ils ne sont donc pas visibles sur les images. Toutefois, sur la face avant des tissus Sat8, S62 et S41, des fils conducteurs sont présents sur les couches supérieures de la surface. Pour ces tissus, la profondeur du fil conducteur est supérieure à 0,2 mm au dos. En ce qui concerne le tissu S32, la topographie de surface a montré que les fils conducteurs sont plus profonds que les fils de

chaîne, ce qui les rend à peine visibles sur les images du tissu frontal. Le seul échantillon qui présente des fils conducteurs aussi hauts que les fils isolants des deux côtés est S33.

Tableau II-8 Mesures de la topographie de surface sur les deux faces des tissus (seuil de 0,2 mm)

Ech	Endroit	Envers
Cr22T- AgMF20		
Sat8T- AgMF20		
S62T- AgMF20		
S33T- AgMF20		



- Tissus lot 4 :

Ces tissus ont été développés sur les machines à tisser industrielles. L'objectif de cet essai est de déterminer la quantité optimale de fibres conductrices qu'il faudrait insérer dans les tissus filtrants afin d'assurer le rôle d'électrode dans le procédé de l'électro-déshydratation. Des fils I-FF ont été donc développés par Imattec afin de fabriquer les tissus filtrants cathodes.

### Structure

La laize de la machine est de 250 cm. Nous avons mis en place pendant l'ourdissage 6 différentes sections de 40 cm, composées chacune des fils PET-FF et I-FF. Nous avons pu ainsi tisser 6 échantillons différents avec une seule insertion de fil de trame. Le pourcentage des fibres d'Inox a été varié de 6,25% à 50%. Nous avons utilisé la même armure pour chaque combinaison de fils, choisie pour ses bonnes propriétés filtrantes.

### Propriétés des échantillons :

Les mesures de l'épaisseur ainsi que de la masse surfacique des échantillons à base de fils d'inox sont présentées dans le Tableau II-9. L'échantillon FC-0 est l'échantillon de référence, composé de 100% de fibres de polyester mais ayant la même armure et la même densité de fils de chaîne et de trame que les échantillons à base d'inox. Ces mesures ont été réalisées 5 fois sur des endroits différents de chaque échantillon. Le coefficient de variation était entre 0,6% et

3,9% pour la mesure d'épaisseur, entre 0,2% et 0,9% pour la mesure de masse surfacique et entre 3,5% et 5,9% pour la mesure de la perméabilité à l'air.

**Tableau II-9 Propriétés des échantillons à base des fils d'Inox**

<b>Echantillon</b>	<b>Epaisseur (mm)</b>	<b>Masse surfacique (g/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Perméabilité à l'air (l/m<sup>2</sup>/s)</b>
FC-0	606 ± 23	281 ± 2	159 ± 38
FC-6.25	645 ± 4	318 ± 9	145 ± 7
FC-12.5	615 ± 10	337 ± 25	172 ± 6
FC-25	680 ± 26	375 ± 34	182 ± 11
FC-50	751 ± 19	457 ± 32	182 ± 8

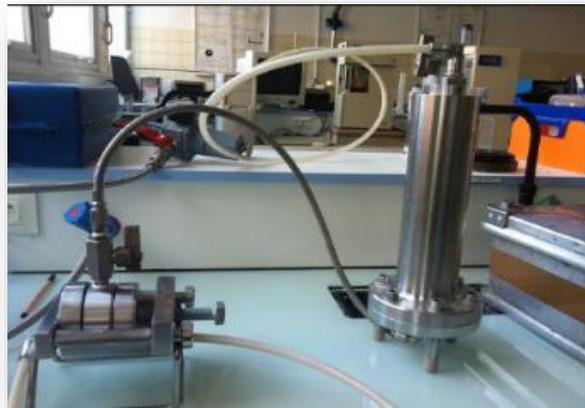
### II.3. Caractérisation des propriétés filtrantes des tissus développés :

Afin de développer un tissu filtrant électrode, nous avons commencé par l'étude de la fonction filtrante des média tissés. Cette propriété a été principalement caractérisée à l'aide de filtres presses pilotes où la pression était contrôlée et maintenue constante.

#### II.3.1. Filtration sous pression constante :

##### II.3.1.1. Caractérisation des cinétiques de filtration

Dans un premier temps, nous avons caractérisé les cinétiques de filtration par gâteau à l'aide d'un filtre-press pilote présenté dans la Figure II-16.



**Figure II-16 Filtre Presse Pilote (Choquenot)**

La pression d'air a été fixée à 5 bars. Pour chaque essai, un kilogramme de suspension est introduit dans le réservoir. La totalité de cette quantité est filtrée à travers deux filtres placés aux extrémités de la chambre de filtration. La fin de la filtration est signalée par l'arrêt de l'écoulement du filtrat indiquant l'épuisement de la suspension dans le réservoir. La durée de filtration d'un kilogramme de suspension est donc déterminée. Le filtrat est collecté sur une balance enregistrant automatiquement la masse du filtrat au cours du temps. Le filtrat et le gâteau sont séchés dans une étuve à 105 °C pendant 48 heures. Nous définissons l'indice de filtration  $E_f$ , un paramètre permettant de caractériser le passage de particules dans le filtrat. L'indice de filtration et la siccité  $Si_g$  (l'inverse du coefficient d'humidité) ont été calculés par la mesure de la concentration en particules du filtrat ainsi que la masse du gâteau avant et après séchage en utilisant les équations ci-dessous (Benmachou 2005) :

**Équation II-4**

$$E_f = 1 - \frac{C_f}{C_b}$$

Où  $C_f$  (g/l) et  $C_b$  (g/l) sont respectivement les concentrations du filtrat et de la boue filtrée.

**Équation II-5**

$$Si_g = \frac{M_{gs}}{M_g}$$

Où  $M_{gs}$  est la masse du gâteau sec et  $M_g$  la masse totale du gâteau humide.

A partir des courbes brutes expérimentales de la variation du volume de filtrat (V) avec le temps (t), nous pouvons tracer 2 types de courbes. Les courbes de Ruth expriment le rapport  $t/V$  en fonction de volume V (Cf I.4.2, Chapitre I) et quantifient la résistance spécifique du gâteau. Il est également intéressant de tracer la courbe de la siccité instantanée au cours du temps.

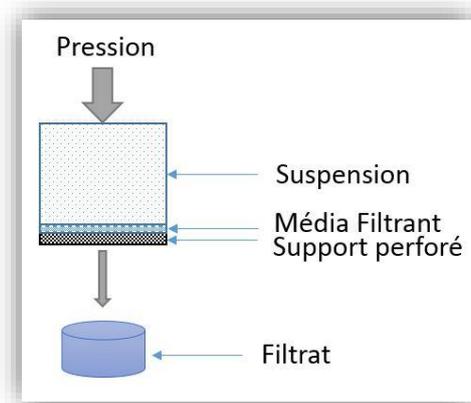
La résistance spécifique du gâteau  $\alpha$  (m/kg) est donc déduite de la pente de la droite (d) de Ruth selon Équation II-6.

#### Équation II-6

$$\alpha = \frac{2S^2 \Delta P}{\mu w} d$$

#### II.3.1.2. Caractérisation de la résistance spécifique du gâteau de filtration :

Le filtre presse décrit précédemment ne permettait pas d'effectuer une mesure précise de la résistance spécifique du gâteau de filtration étant donné que la pression à l'intérieur de la cellule de filtration n'était pas maîtrisée. Par conséquent, nous avons utilisé une nouvelle cellule de filtration où la pression a été parfaitement contrôlée afin de garantir une meilleure précision. Dans cette cellule, la suspension traverse verticalement le média filtrant sous une pression constante (Figure II-17).



**Figure II-17 Cellule de filtration verticale**

Cette pression a été fixée à un bar puis pour une première série de mesures, puis à 5 bars pour une seconde série de mesures. Le média filtrant a été posé sur un support perforé. Ceci a permis d'assurer la formation d'un gâteau sur tous les tissus. Deux suspensions ont été filtrées. La

première est composée de sphères calibrées de PMMA de 20  $\mu\text{m}$  (P20). Des sphères de 40  $\mu\text{m}$  (P40) ont été utilisées pour former la deuxième suspension. La concentration de ces suspensions était de 20 g/l. La surface filtrante était de 3  $\text{cm}^2$ .

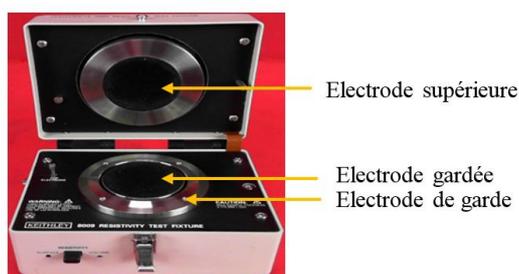
### II.3.2. Filtration gravitaire :

Le procédé de filtration gravitaire a été utilisé pour l'égouttage du lait caillé. Dans cette configuration, la suspension n'est soumise qu'à son propre poids et aucune autre pression mécanique n'est appliquée. En effet, la structure de la suspension du lait caillé est très fragile et peut être désaltérée par l'application d'une pression supplémentaire. Le dispositif de filtration gravitaire sera développé et décrit dans le chapitre V.

### II.4. Caractérisation de la fonction d'électrode des tissus :

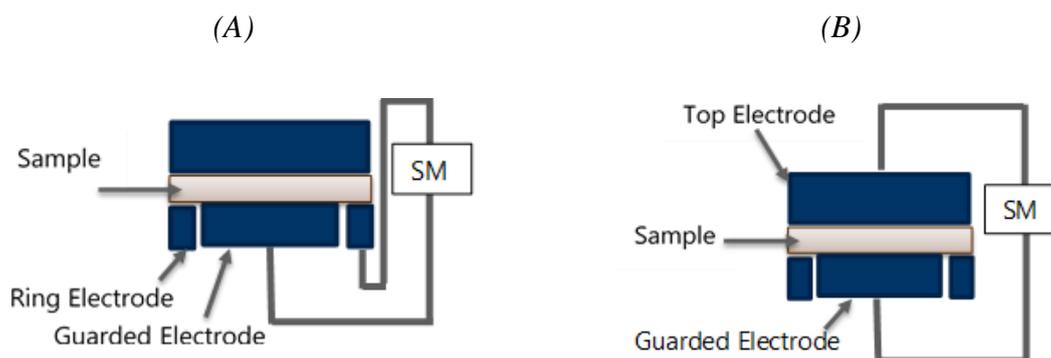
#### II.4.1. Mesure de la résistance électrique à l'air:

Les résistances électriques surfaciques et volumiques ont été mesurées avec le source-mètre 2461 et le boîtier 8009 (resistivity test fixture) fourni par Keithley. Ces mesures ont été réalisées selon la norme ASTM D4496 (Norme D4496, 1998). L'appareil est spécialement conçu pour les mesures sur tissus. Il est composé de deux électrodes concentriques en bas : électrode de garde et une électrode gardée, ainsi qu'une électrode supérieure (Voir Figure II-18).



**Figure II-18 Appareil de mesure de la résistance électrique (8009 resistivity test fixture)**

La résistance surfacique est la résistance électrique  $R$  ( $\Omega$ ) mesurée tout au long de la surface de l'échantillon entre l'électrode de garde et l'électrode gardée. Chaque échantillon, de 100  $\text{cm}^2$ , est placé dans ce boîtier entre les électrodes inférieures et l'électrode supérieure (Figure II-19). Cet appareil permet de sélectionner la configuration de mesure : surfacique ou volumique.



**Figure II-19** Configuration des mesures de la résistivité surfacique (A) et la résistivité volumique (B)

Une tension  $V$  est appliquée aux électrodes et l'intensité de courant  $I$  à travers l'échantillon est mesurée. La tension a varié de  $-0,5$  V à  $5$  V pour les échantillons conducteurs et de  $-0,5$  à  $15$  V pour les échantillons isolants avec une incrémentation automatique de  $0,5$  V.

Le calcul de la résistivité surfacique  $R_s$  ( $\Omega$ ) est donné par l'Équation II-7 où  $P$  (cm) correspond au périmètre de l'électrode gardée et  $d$  (cm) à la distance entre l'électrode de garde et l'électrode gardée. La résistance volumique  $R$  ( $\Omega$ ) est mesurée entre l'électrode supérieure et l'électrode gardée. La résistivité volumique  $R_v$  ( $\Omega \cdot \text{cm}$ ), définie par la résistance électrique à travers un  $\text{cm}^3$  de l'échantillon, est ensuite calculée en utilisant l'Équation II-8 où  $A$  ( $\text{cm}^2$ ) correspond à l'aire de l'électrode gardée et  $e$  (cm) à l'épaisseur de l'échantillon. La courbe  $I = f(V)$  est tracée pour chaque échantillon. La résistance électrique correspond à l'inverse de la pente de cette courbe selon la loi d'Ohm.

Équation II-7

$$R_s = \left(\frac{P}{d}\right) * R$$

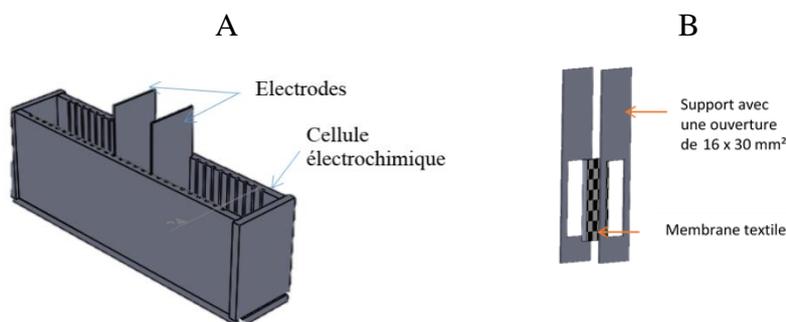
Équation II-8

$$R_v = \left(\frac{A}{e}\right) * R$$

#### II.4.2. Développement d'un banc de test

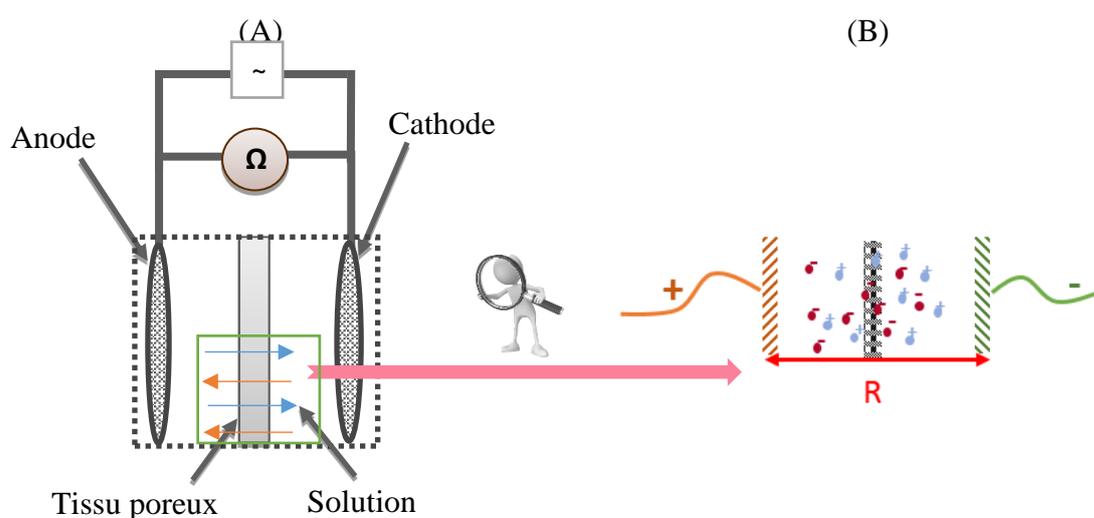
Le banc de test développé pour l'étude est une cellule électrochimique fabriquée à base de poly(méthyl métacrylate) ou PMMA, un polymère isolant, afin d'éviter les interférences avec le champ électrique appliqué. Ce banc permet de fixer une membrane textile verticalement dans une solution ionique (Figure II-20.A). Il a été également adapté afin de pouvoir fixer une membrane textile entre deux électrodes générant le courant électrique (Figure II-20.B). Un banc

similaire a été développé par Westbroek et Al et utilisé pour la caractérisation de membranes textiles comme électrodes (Priniotakis et al. 2005). Néanmoins, la résistance ionique des membranes textiles n'a pas été évoquée dans cette étude. De plus, l'influence de la structure sur les textiles électrodes n'a pas été analysée.



**Figure II-20** Banc du test (A), supports de la membrane (B) et des électrodes (C)

Les électrodes utilisées, une cathode en titane (CH1002G) et une anode en titane enduite de métaux rares (AC-1003/G200), ont été fournies par ECS-International (Electrochemical Services, France). On appellera ces électrodes Réf-ECS pour la suite de l'étude. Ces électrodes et les textiles sont positionnés verticalement pour assurer une séparation étanche permettant au flux ionique de ne passer qu'à travers la membrane (Figure II-21) et d'éviter les effets de bord (Reinhard Manns, 2007). La solution ionique utilisée pour cette étude est une solution de chlorure de sodium (NaCl, Sigma-Aldrich) dissout dans l'eau distillée d'une concentration de  $3.10^{-3}$  mol/l. La conductivité électrique de cette solution est de  $5.10^{-4}$  S.cm<sup>-1</sup>.



**Figure II-21** Echange ionique à travers le textile

Un courant alternatif est appliqué dans ce test pour éviter la polarisation des électrodes. A des basses fréquences (inférieures à  $10^4$  Hz), l'impédance mesurée est considérée comme une résistance grâce à l'absence de la capacitance résistive (Priniotakis et al. 2005). La tension appliquée entre les deux électrodes varie entre 0,5 V et 1 V et le courant à travers le tissu est mesuré.

#### II.4.3. Mesure de la résistance ionique des tissus

La résistance ionique de la membrane  $R_i$  à chaque distance est la pente de la courbe de la tension  $U$  en fonction de l'intensité  $I$  (loi d'Ohm).

La résistivité ionique spécifique de la membrane poreuse saturée par l'électrolyte  $R_{sat}$  ( $\Omega \cdot m$ ) est calculée grâce à l'Équation II-9 (Abraham, 1993).

#### Équation II-9

$$R_{sat} = (R_2 - R_1) \cdot S / e + \beta$$

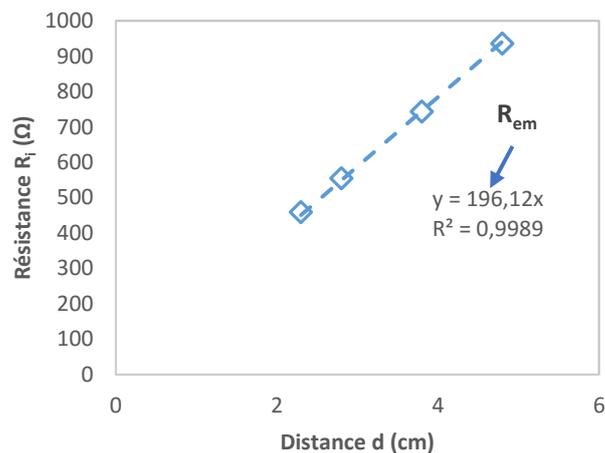
Où  $R_2$  ( $\Omega$ ) est la résistance mesurée entre les électrodes séparées par la membrane textile,  $R_1$  est la résistance mesurée entre les électrodes dans le séparateur textile,  $S$  ( $m^2$ ) est la surface de la membrane,  $e$  (m) est son épaisseur et  $\beta$  ( $\Omega \cdot m$ ) la résistivité de l'électrolyte.

#### II.4.4. Mesure de la surface d'échange des textiles électrodes

Les deux électrodes sont parfaitement parallèles et de même surface dans ce banc. La profondeur de l'immersion des électrodes dans la solution ionique est également maîtrisée. La distance entre les deux électrodes est réglable grâce aux multiples rainures espacées de 4 mm environ. Les deux électrodes de référence utilisées dans ce test sont les électrodes Réf-ECS décrites précédemment. Des tissus de structures variées sont testés sur ce banc. Les performances d'électrodes sont évaluées par la détermination de la surface d'échange ionique entre l'électrode et la solution ionique. Le lien entre cette propriété et les propriétés structurelles du tissu est étudié. Pour chaque test, deux tissus identiques ont été utilisés de part et d'autre de la cellule.

Afin de déterminer une résistance moyenne de la solution indépendante de la distance entre les deux électrodes  $R_{em}$ , cette mesure est réalisée à trois distances différentes : 1, 2 et 3 cm. La résistance  $R_i$  ( $\Omega$ ) est proportionnelle à la distance entre les deux électrodes comme le montre la

Figure II-22 avec un très bon coefficient de corrélation. Ceci indique que les électrodes utilisées ont une très bonne conductivité électrique et que le montage est libre de toute résistance parasite qui puisse altérer la mesure de la résistance. La résistance ionique moyenne de la solution,  $R_{em}$  ( $\Omega \cdot \text{cm}^{-1}$ ), correspond à la pente de cette courbe.



**Figure II-22 Exemple de résistance ionique de la solution en fonction de la distance entre les électrodes**

La surface d'échange ionique d'électrode A ( $\text{cm}^2$ ) est calculée selon l'Équation II-10:

**Équation II-10**

$$A = \frac{1}{R_{em} * \sigma}$$

Avec  $R_{em}$  la résistance ionique moyenne en ( $\Omega/\text{cm}$ ) et  $\sigma$  la conductivité de la solution en ( $\text{S}/\text{cm}$ ).

Les solutions ioniques utilisées sont des solutions de NaCl de  $10^{-1}$ ,  $1,7 \cdot 10^{-2}$ ,  $2,5 \cdot 10^{-2}$  et  $5 \cdot 10^{-3}$   $\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$ , dont la conductivité électrique est déterminée avant chaque test. Les conductivités des solutions sont mesurées à l'aide d'une cellule de conductimétrie CDRV 62 (Tacussel électronique).

II.5. Etude des propriétés filtre et électrode des médias tissés dans le procédé de l'électrofiltration :

Le banc de filtration présenté dans la section II.3.1.1 a été adapté à l'utilisation d'un champ électrique (Choquet, France).

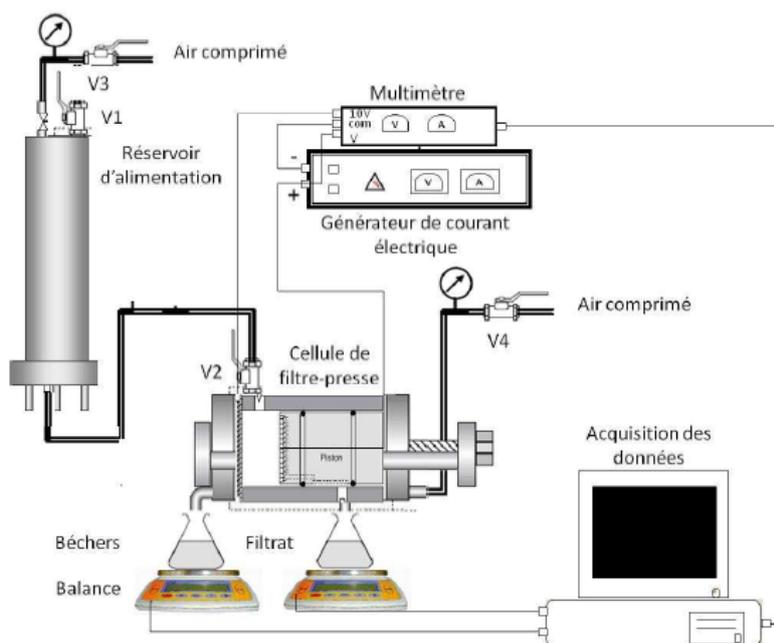


Figure II-23 Dispositif d'électrofiltration (Citeau 2012)

Un thermomètre (SDL200, Extech) et un thermocouple flexibles (Pt100, Littoclime) avec une précision de  $\pm 0,3$  °C sont également intégrés dans la cellule de filtration, permettant de contrôler la température au cours du temps (Annexe II-1). Les électrodes sont liées à un générateur de courant continu EV3610 (Consort, Belgique). L'intensité et la tension instantanées entre les électrodes sont mesurées par un multimètre Fluke 8808A (Annexe V-3) lié à un logiciel d'acquisition automatique. Deux balances d'une précision de 0,01 g ML3002T (Metler, France) et Kern EW-N sont utilisées pour collecter les filtrats du côté anode et du côté cathode respectivement, permettant d'enregistrer le poids du filtrat via un logiciel d'acquisition.

La suspension modèle utilisée pour ces tests est une suspension de Kaolin (provenance Kremer Pigmente GmbH & Co. KG, Allemagne) à 120 g/kg.

Tableau II-10 Caractéristiques de la suspension du Kaolin

Conductivité	pH	Zéta
0,92 à 18°C	7,3	-39,07 $\pm$ 0,2 à un pH de 7,3

Le montage classique est composé de deux électrodes métalliques (grilles ECS) placées aux extrémités de la chambre de la filtration derrière deux tissus filtrants (Citeau 2012) (Figure II-24.A). Pour cette configuration, nous utilisons les deux électrodes ECS (Réf ECS) présentées précédemment (II.4.2) suivies de deux tissus filtrants. Le tissu de référence dans cette étude est le tissu C1 (Cf Tableau III.1, Chapitre III). Par la suite, au niveau de la cathode, nous remplaçons ce système classique par un tissu conducteur qui assurera à la fois les fonctions du filtre et de la cathode (Figure II-24).

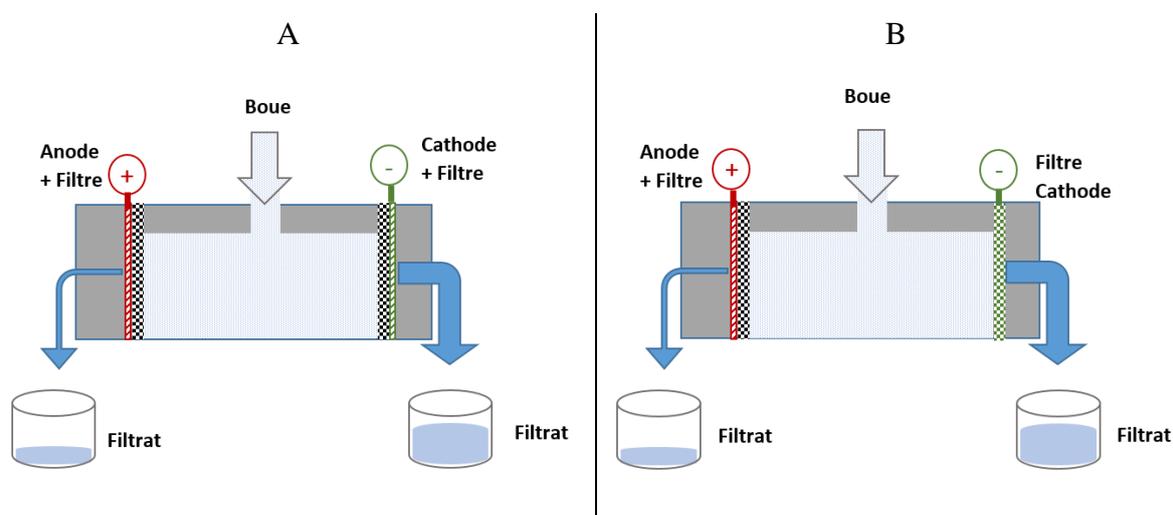


Figure II-24 Cellule d'électrofiltration avec la configuration classique (A) et la nouvelle configuration (B)

Dans un premier temps, le gâteau de filtration est formé en utilisant la filtration par gâteau classique. La pression appliquée est de 5 bars. Au bout de 60 s, une intensité fixe de 0,2 A est appliquée afin de déclencher l'étape de l'électro-déshydratation. La consommation énergétique instantanée  $E_i$  (kWh) est calculée en utilisant l'Équation II-11:

#### Équation II-11

$$E_i = U_i \times I_i \times \Delta t_i$$

Où  $U_i$ ,  $I_i$  et  $\Delta t_i$  sont respectivement la tension, l'intensité et la durée de la mesure à un instant  $i$ .

La consommation énergétique spécifique  $E_i^s$  (k Wh/l) est la consommation énergétique instantanée  $E_i$  divisée par le volume du filtrat total (à la cathode et à l'anode). Les paramètres de la filtration (siccités instantanée et finale du gâteau, résistance spécifique du gâteau) sont déterminés. Pour ce test, la durée de la filtration est fixée à une heure.

Le pH à l'anode et à la cathode est mesuré à la fin de la filtration par un multimètre de la marque Hanna HI 9125 d'une précision de 0,01.

## II.6. Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons présenté les structures des tissus filtrants développés pour l'étude ainsi que les méthodes de caractérisation de leurs propriétés physiques (épaisseur, porosité, perméabilité à l'air). Nous avons également présenté le banc de test de filtration utilisé pour la caractérisation de la fonction filtrante des tissus. Par ailleurs, nous avons détaillé le développement d'un banc de test permettant de caractériser les propriétés électriques des tissus développés. Enfin, nous avons présenté les méthodes utilisées pour la caractérisation de la fonction électrode des tissus ainsi que les performances en électrofiltration. Les chapitres suivants sont dédiés à la présentation des différents résultats.

## Références Bibliographiques

Abraham K. M, "Directions in secondary lithium battery research and development". *Electrochimica Acta* (1993): 1233-1248.

Backer S, and Tanenhaus S.J, "The relationship between the structural geometry of a textile fabric and its physical properties: Part III: Textile geometry and abrasion-resistance." *Textile Research Journal* 21.9 (1951): 635-654.

Benmachou K, "Etude et modélisation du colmatage d'un filtre plissé". Thèse de doctorat. *Institut National Polytechnique de Toulouse* (2005).

Brodd R.J, "Batteries for sustainability: selected entries from the encyclopedia of sustainability science and technology ". *Springer Science & Business Media*, 2012.

Citeau M, "Combinaison innovante de traitements électriques et physico-chimiques pour améliorer la déshydratation mécanique de suspensions et boues d'origines industrielles et urbaines". Thèse de doctorat. *Université de Compiègne* (2012).

Priniotakis G, Westbroek P, and Kiekens P, "Characterisation of electrochemical cell for textile electrode studies and quality control." *Analytical electrochemistry in textiles* (2005): 244.

Reinhar M, *Information on Conductivity Measurement* (2007).

Standard, A. S. T. M. "D4496, "Standard Test Method for DC Resistance or Conductance of Moderately Conductive Materials,"." *Annual Book of ASTM Standards* (2004).

Weidmann D, *Aide-mémoire Textiles techniques*. Dunod, (2010).

## Chapitre III : Analyse de la perméabilité à l'air des tissus

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats des mesures de la perméabilité à l'air ainsi que leur corrélation à la structure des tissus. En effet, la perméabilité à l'air est une propriété caractéristique des média filtrants. Ces mesures nous permettront de comprendre l'influence des paramètres structuraux des tissus sur l'écoulement de l'air. Ces paramètres sont la structure des fils de chaîne et de trame ainsi que leurs densités, l'armure et la taille des pores.

### III.1. Résultats des mesures de la perméabilité à l'air :

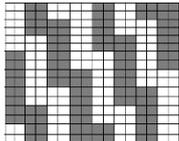
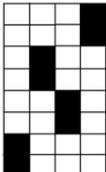
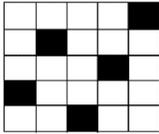
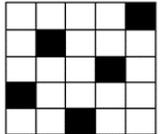
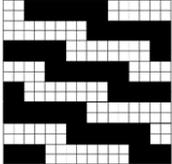
#### III.1.1 Notion de la perméabilité à l'air dans les textiles :

Selon la norme dédiée à la mesure de la perméabilité à l'air des textiles (NF EN ISO 9237), la perméabilité est définie comme étant « *la vitesse d'un écoulement d'air passant perpendiculairement à travers une éprouvette dans des conditions prescrites de surface d'essai, de perte de charge et de durée* ». Nous considérons donc tout au long de ce manuscrit que la perméabilité à l'air est le débit d'écoulement de l'air par unité de surface exprimé en  $l/m^2/s$ . Cette notion est différente de celle décrite dans la loi de Darcy, qui correspond à une constante exprimée en  $m^2$  et qui représente l'inverse de la résistance à l'écoulement.

#### III.1.2 Cas des tissus commerciaux :

Des tissus commerciaux utilisés actuellement en filtration des boues dans les filtres presses ont été analysés. La structure a été identifiée par une analyse destructive des tissus. L'armure, les diamètres ainsi que les densités des fils de chaîne et de trame ont été déterminés. Selon les procédures décrites au chapitre II, l'épaisseur et la masse surfacique ont été mesurées, ce qui nous a permis d'estimer la porosité, la densité des pores ainsi que leur taille. Nous avons sélectionné pour l'étude 5 de ces tissus dont les caractéristiques sont présentées dans le Tableau III-1.

Tableau III-1 Propriétés des échantillons commerciaux

Référence	C1	C2	C3	C4	C5
Matière	PP	PP	PA11	PP	PP
Nature du fil	Monofilament	Monofilament	Monofilament	Monofilament	Monofilament
diamètre fil de chaîne ( $\mu\text{m}$ )	195 $\pm$ 19	214 $\pm$ 22	187 $\pm$ 8		
Diamètre fil de trame ( $\mu\text{m}$ )	175 $\pm$ 11	224 $\pm$ 12	304 $\pm$ 22		
Armure	satiné de 16 	Satin irrégulier 4-dec 2,1,2,3 	Satin 5 	Satin 5 	Satiné 8 
Densité de fils (fils/cm)	108	54	51	14	32
Densité de duites (fils/cm)	41	24	21	45	81
Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	406 $\pm$ 3	371 $\pm$ 2	454 $\pm$ 1	418 $\pm$ 4	604 $\pm$ 10
Masse surfacique ( $\text{g}/\text{m}^2$ )	270	250	300	234	365
Porosité (%)	30	29	36	41	36
Nombre de pores / $\text{cm}^2$	4428	1296	1071	630	2592
Taille des pores ( $\mu\text{m}$ )	25	62	136	80	43
Traitement de surface	Calandré	Calandré	Calandré	Calandré	Calandré

Des observations des coupes transversales des tissus ont permis de mesurer le diamètre des fils. Elles ont également mis en évidence les traitements de calandrage qui ont été appliqués aux tissus. Un exemple de ces coupes est représenté dans la Figure III-1.

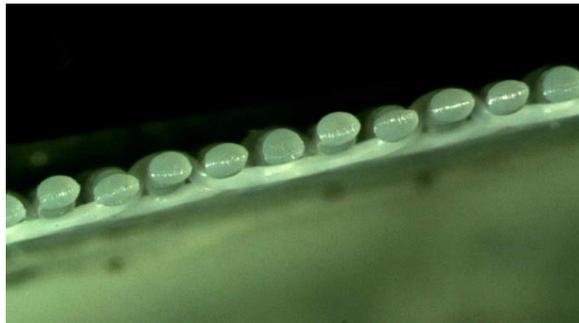


Figure III-1 Coupe transversale du tissu C3

Les valeurs de la perméabilité à l'air des tissus commerciaux sont présentées dans la Figure III-2.

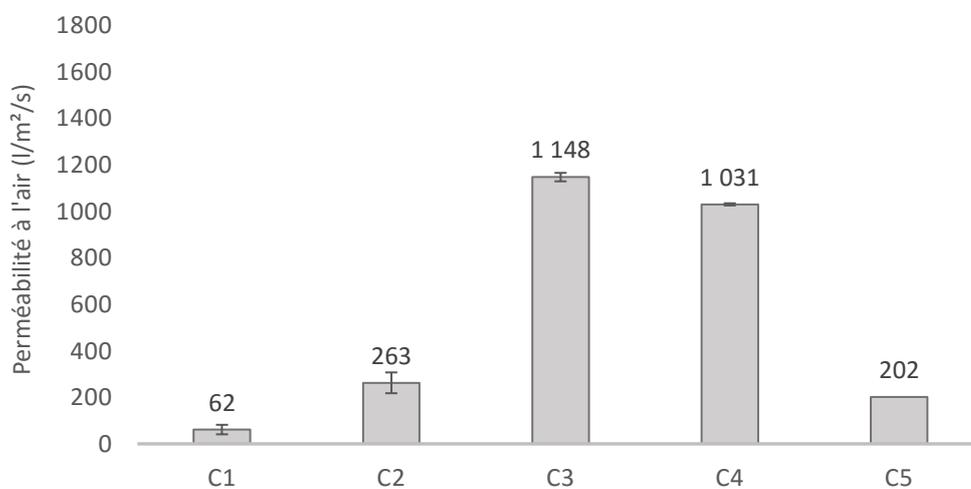


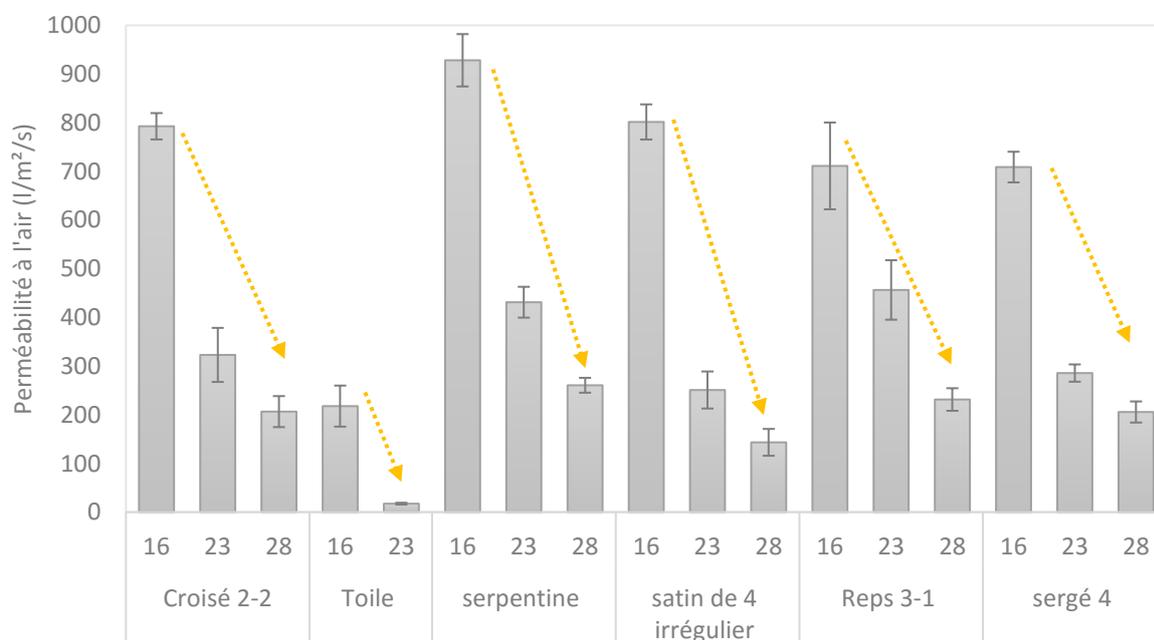
Figure III-2 Perméabilité à l'air des tissus commerciaux

Ces tissus présentent des valeurs de perméabilité à l'air très différentes. Les valeurs vont de 62 l/m²/s à 1148 l/m²/s. Le débit d'écoulement de l'air est beaucoup plus important à travers le tissu C3 qu'à travers le tissu C1. En effet, le tissu C3 présente des pores beaucoup plus gros que les autres tissus. Ces mesures ont donc démontré que le premier paramètre influant sur la perméabilité à l'air des tissus est la taille des pores.

### III.1.3 Cas des tissus développés pour l'étude :

Les structures des tissus élaborés sont présentées dans le Chapitre II. Nous avons regroupé les échantillons développés selon les structures de fils de chaîne et de trame. Le premier lot est constitué de tissus à base des fils filés de fibres PET-FF. Dans le deuxième lot, nous avons remplacé les fils de trame par les multifilaments PET-MF par rapport au premier lot. Nous avons également varié la structure des fils de chaîne en utilisant les fils PP-TMF pour mettre en œuvre les tissus du troisième lot. Les résultats des mesures de la perméabilité à l'air obtenus sont présentés dans les paragraphes suivants. Cette perméabilité varie entre 250 et 1650 l/m<sup>2</sup>/s pour les échantillons fibreux, entre 17 et 928 l/m<sup>2</sup>/s pour les échantillons à base du mélange fibreux/multifilamentaire et entre 60 et 700 pour les échantillons multifilamentaires.

La Figure III-3 montre que la perméabilité à l'air dépend de la densité des fils ainsi que l'armure. Afin d'évaluer les relations entre la perméabilité et les paramètres structuraux, nous comparons les échantillons ayant la même armure pour voir l'effet de la densité des fils et inversement. Nous constatons que la perméabilité à l'air diminue avec la densité de fils pour toutes les armures réalisées. Cette relation est étudiée dans la section suivante.

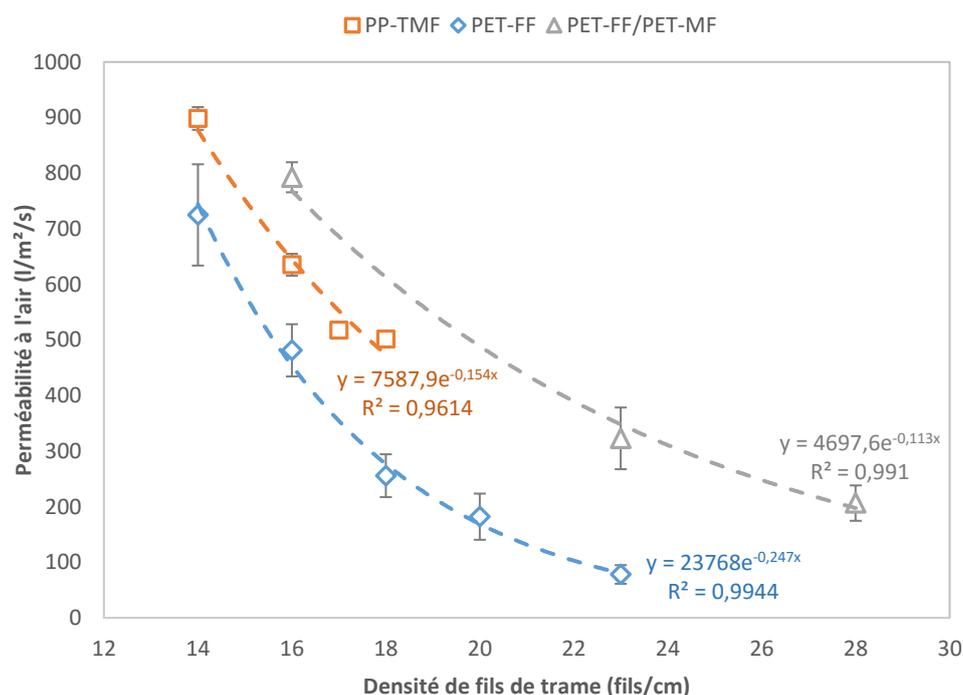


**Figure III-3 Influence de l'armure et de la densité de fils sur la perméabilité à l'air des échantillons 50% Filés de fibres-50% multifilaments**

### III.2. Corrélation entre la perméabilité à l'air et la structure des tissus :

#### III.2.1. Influence de la densité des fils: étude avec l'armure Cr22

Afin d'étudier le lien entre la densité des fils et la perméabilité à l'air des tissus, nous comparons des échantillons composés de différents fils mais ayant la même armure, le croisé 2-2 (Figure III-4).



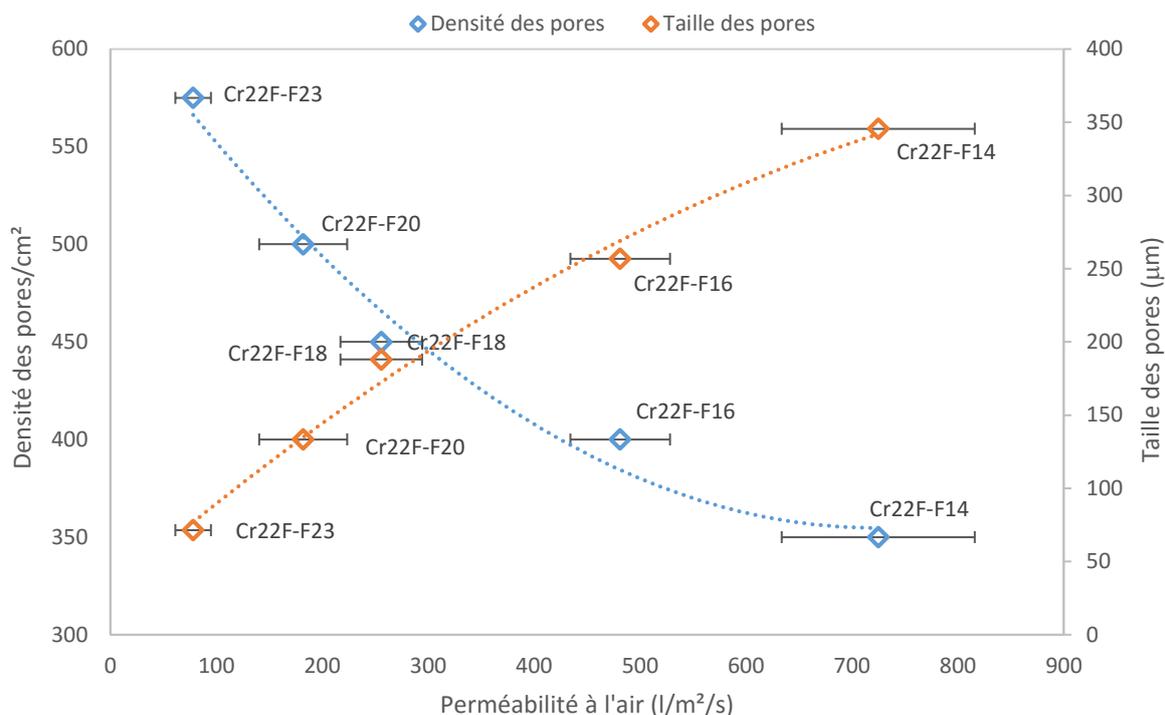
**Figure III-4 Perméabilité à l'air en fonction de la densité des duites : Armure croisé 2-2**

Une évolution exponentielle décroissante de la perméabilité à l'air des tissus à base de l'armure croisé 2-2 en fonction de la densité des fils de trame est mise en évidence dans la Figure III-4 avec un très bon coefficient de corrélation. Plus les fils sont denses, moins le tissu est perméable. Par ailleurs, la perméabilité varie également en fonction de la structure des fils. Les tissus composés de multifilaments PET-MF ont une perméabilité à l'air plus élevée que ceux composés de fils texturés PET-TM ou les filés de fibre PET-FF.

#### III.2.2. Influence de la taille des pores :

La densité des fils détermine la taille des pores. En effet, pour le même fil utilisé, plus la densité des fils est élevée, moins les pores sont volumineux étant donné que les fils occupent plus

d'espace au sein du tissu. Nous étudions donc l'influence de ce paramètre de tissage à travers le lien entre la perméabilité à l'air et la taille des pores. Comme le montre la Figure III-5, la taille et la densité des pores ont deux effets opposés sur la perméabilité à l'air. En effet, la quantité d'air pouvant traverser le média est plus élevée lorsque les pores sont plus larges.



**Figure III-5** L'évolution de la perméabilité à l'air en fonction de la densité et de la taille des pores (tissus fibreux – croisé 2-2)

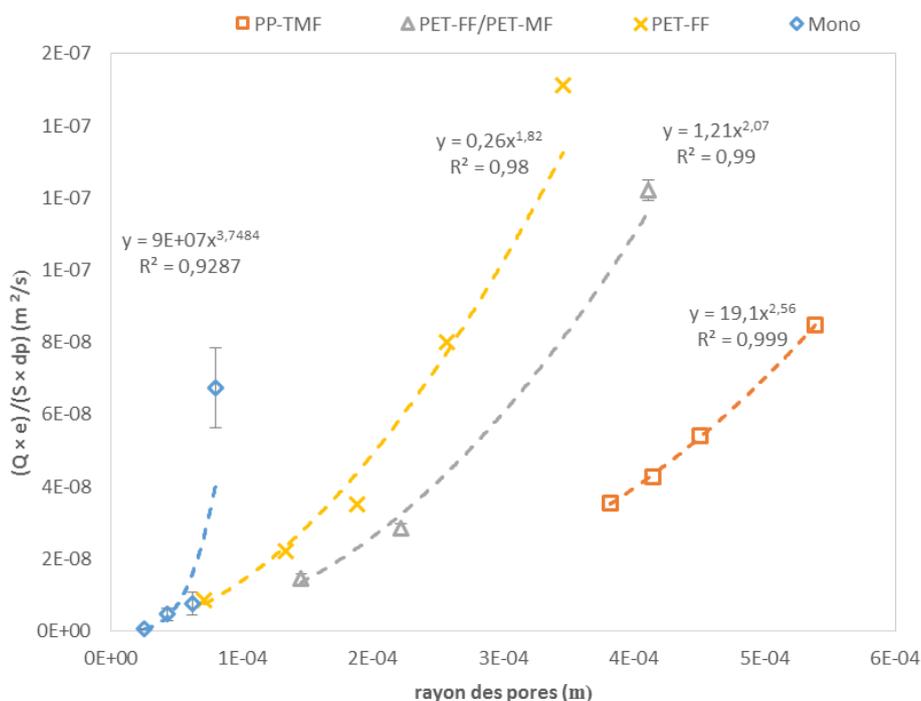
Comme mentionné dans le chapitre I, le lien entre la perméabilité et la taille des pores a été présenté dans la formule Darcy (la perméabilité à l'air des tissus correspond au débit découlement par unité de surface dans la formule de Darcy). Les pores ici sont assimilés à des cylindres parallèles. Le débit de l'air est proportionnel à une puissance de 4 de la taille des pores selon l'Équation III-1:

#### Équation III-1

$$\frac{Q e}{S d_p} = \frac{\pi \Delta P r^4}{8 \eta}$$

avec  $e$  l'épaisseur (m) du tissu,  $S$  la surface du tissu mesurée (m),  $d_p$  la densité des pores (pores/cm) et  $r$  (m) le rayon du pore.

Nous présentons donc la perméabilité à l'air en fonction du rayon des pores des échantillons à base de filés de fibres, de multifilaments, de multifilaments texturés et de monofilaments dans la Figure III-6. Les courbes de tendances sont des fonctions puissance.



**Figure III-6 Débit d'écoulement selon la loi de Darcy armure Cr22, monofilaments (bleu), filés (jaune), multifilaments texturés (marron), mélanges (gris)**

Les courbes de régression présentent de très bons coefficients de corrélation. Avec les tissus monofilamentaires, la loi puissance est de 3,7 ce qui est très proche de la théorie. Des puissances plus faibles sont obtenues avec les tissus composés de fils fibreux : 1,8 pour les tissus 100% fibreux, 2,1 pour les tissus mélange fibreux/multifilaments et 2,56 pour les tissus à base de multifilaments texturés. Il y a donc un écart entre les mesures expérimentales de la perméabilité des tissus et la théorie. Plusieurs effets peuvent expliquer cet écart. Les pores sont théoriquement considérés cylindriques et identiques, ce qui n'est pas le cas des tissus où les formes des pores sont complexes et leurs tailles ne sont pas similaires comme expliqué dans la section I.3.1.2 du chapitre I. La porosité au sein des fils peut également expliquer cet écart avec la théorie, beaucoup plus faible dans le cas des fils filamenteux non poreux. En effet, même si l'écoulement a lieu majoritairement à travers les pores inter-fils, l'air peut également passer à

travers les pores inter-fibres surtout dans le cas des fils à faible torsion comme les fils texturés ici.

Pour conclure, lorsque la densité de fil change, la taille des pores qui en découle explique la variation de la perméabilité à l'air. Celle-ci suit pratiquement la loi puissance 4 avec la taille des pores dans les tissus à base de monofilaments PET. Cette puissance se rapproche de 2 pour les fils poreux.

### III.2.3. Influence de la structure des fils :

Les tissus Cr22F-MF16 et Cr22F-FF16, qui ont les mêmes armures et densités de pores, montrent des valeurs de perméabilité à l'air très différentes, respectivement 790 et 480 l/m<sup>2</sup>/s. En effet, comparé à Cr22F-FF16, le tissu Cr22F-MF16 est composé de fils plus fins et moins poreux. Or, il est important de prendre en compte aussi le flux à l'intérieur des fils de chaîne et des fils de trame (Ogulata et Mezarcioz 2012). Les pores du tissu avec des multifilaments sont donc volumineux et moins recouverts par les fibres, ce qui peut expliquer sa perméabilité élevée.

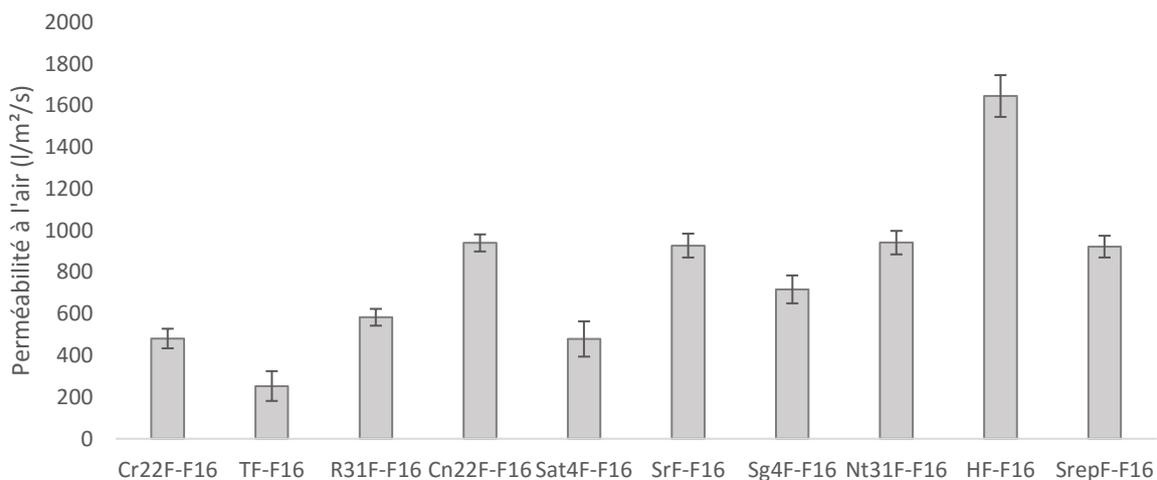
Afin de mieux observer l'effet de la présence de fibrilles, il est nécessaire de prendre en compte le volume des fils et comparer des échantillons ayant la même porosité. En effet, si nous prenons en compte les diamètres des deux fils, l'équivalent de 20 fils PET-FF par centimètre est environ 23 fils PET-MF par centimètre. Nous comparons donc les tissus Cr22F-F20 et Cr22F-MF23. L'échantillon à base des fils fibreux en trame a une perméabilité plus faible (182 l/m<sup>2</sup>/s) que celui à base de multifilaments (323 l/m<sup>2</sup>/s) (Figure III-4).

En conclusion, la pilosité des fils réduit le débit d'air à travers le tissu étant donné qu'il y a plus de frottements entre l'air et les fibres.

### III.2.4. Influence de l'armure:

#### III.2.4.1. Echantillons à densité de fils identiques (filés de fibres)

Les échantillons présentés dans la Figure III-7 présentent les mêmes densités de fils de chaîne et de trame mais des armures différentes. Selon les estimations définies au chapitre II, ces tissus auraient des tailles de pores identiques.



**Figure III-7 Influence de l'armure sur la perméabilité à l'air des échantillons 100% fibreux**

La perméabilité à l'air est de 253 l/m<sup>2</sup>/s pour l'échantillon TF-F16 et de 1645 l/m<sup>2</sup>/s pour l'échantillon HF-F16. Ces résultats permettent de conclure que les tailles de pores sont différentes selon les armures. Ceci est principalement lié à la disposition des fils au sein des différentes armures qui modifie la taille des pores. Notre formule du calcul de la taille des pores, indiquée dans la section II.2.1.5, ne prend pas en compte l'armure. Notre estimation de la taille des pores n'est donc pas précise, ce qui explique en partie l'écart entre la théorie de Darcy et les résultats expérimentaux (*cf.* Figure III-6).

Pour mieux comprendre l'écart au niveau de la taille des pores entre les différentes armures, nous avons analysé les images microscopiques de trois tissus différents (16 fils par cm). Dans le Tableau III-2, le diamètre des plus gros pores a été mesuré sur les images microscopiques. Les armures de type toile ont des tailles de pores réelles beaucoup plus faibles que les autres armures.

Tableau III-2 : Influence de l'armure sur la disposition des fils et la taille des pores

Echantillon	TF-F16	Cn22F-F16	HF-F16
Image			
Schéma d'armure			
Perméabilité à l'air (l/m²/s)	253	940	1645
Taille des plus gros pores (µm)	$193 \pm 66$	$1028 \pm 344$	$1331 \pm 563$

Dans le Tableau III-3 des représentations schématiques de trois différentes armures sont réalisées.

Tableau III-3 : Schématisation de la disposition des fils selon l'armure

TF-F16	CnF-F16	HF-F16

Nous remarquons une différence au niveau des tailles des pores en fonction de l'agencement des fils au sein des armures. Quatre dimensions différentes caractérisent la taille des pores  $l_0$ ,  $l_1$ ,  $l_2$  et  $l_3$  (tableau III-3).

Dans une toile, les fils de trame passent en dessous et au-dessus des fils de chaîne alternativement. Deux fils de trames consécutifs ont donc toujours deux positions différentes par rapport à un même fil de chaîne. Par conséquent, les pores sont identiques au sein de l'unité de répétition et ont la même largeur  $l_1$  (Tableau III-3). En revanche, dans une unité de répétition de l'armure cannelé (échantillon Cn22F-F16), chaque deux fils de trame consécutifs ont les mêmes entrecroisements avec un même fil de chaîne. Ceci engendre un rapprochement de ces duites consécutives (D1 et D2, D3 et D4), ce qui forme des pores de petite largeur  $l_0$  et d'autres de plus grande largeur  $l_2$ . L'armure H est une armure non équilibrée (échantillon HF-F16). Cela signifie que le nombre des fils pris et des fils laissés ne sont pas identiques pour toutes les duites. Par exemple, la duite D3 passe deux fois en dessous et deux fois au-dessus des fils de chaînes dans l'unité de répétition, alors que les autres duites passent seulement une fois en dessous et 3 fois au-dessus des fils de chaîne (Tableau III-3). Par conséquent, la longueur de fil consommé n'est pas la même pour toutes les duites (fil D3 plus long que les autres). Cette duite est donc soumise à une tension inférieure aux autres au sein du tissu, ce qui explique le fait qu'elle soit éloignée des autres duites qui sont collées les unes contre les autres selon le cliché microscopique (Tableau III-2). Ceci crée deux lignes de pores avec une largeur importante  $l_2$ .

Pour résumer, la densité de fils de chaîne et de trame n'est pas le seul paramètre qui a une influence sur la taille des pores dans un tissu. Selon les types d'entrecroisement entre les différents fils de chaîne et de trame dans un tissu, définis par l'armure, les distances entre les duites dans une unité de répétition peuvent varier. En accord avec (Turan et Okur 2013), nous pouvons conclure qu'à densités de fils et de duites égales, la largeur des pores peut donc varier en fonction de la disposition des fils au sein du tissu et donc de l'armure.

#### III.2.4.2. Echantillons à base de multifilaments texturés, étude approfondie :

Pour la suite, nous avons décidé de réaliser une étude approfondie sur l'influence de la forme des pores sur la perméabilité à l'air des tissus. Pour cela, nous avons développé 5 tissus différents à base des fils PP-TMF. Ces tissus ont été fabriqués sur la machine pilote en utilisant un peigne fin (Cf Chapitre II) afin de minimiser les défauts. La sélection des armures a été basée sur le pourcentage des 4 types des pores (Figure III-8).

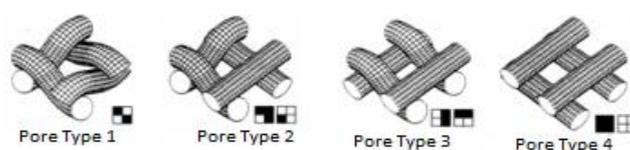
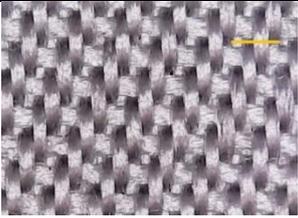
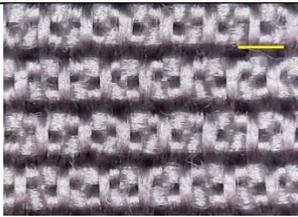
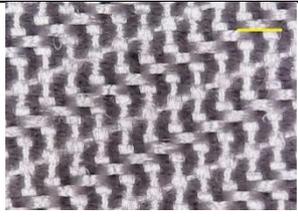
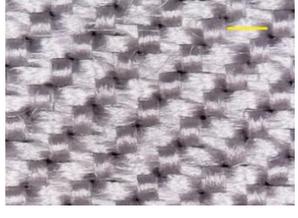


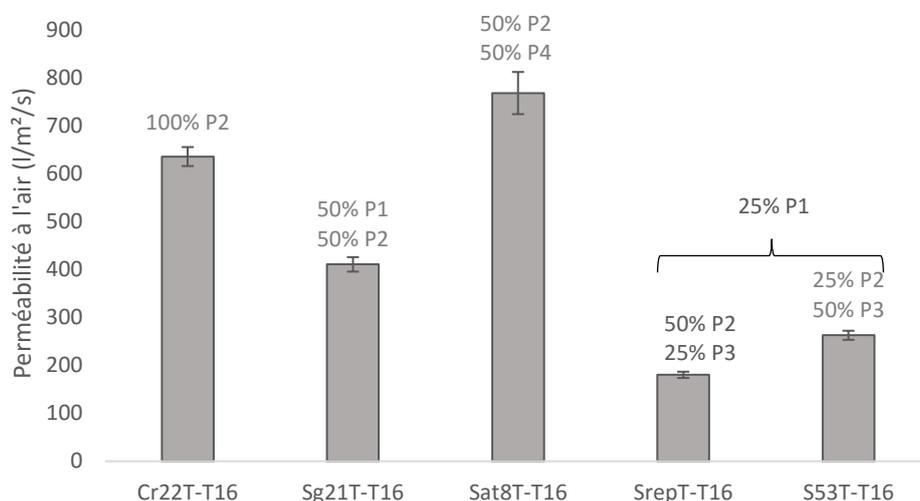
Figure III-8 Types de pores dans une armure (Morino et al., 2005)

Nous avons considéré des combinaisons permettant de comparer les pores deux par deux. Les caractéristiques de ces tissus sont résumées dans le Tableau III-4.

Tableau III-4 : Caractéristiques structurelles des tissus 100% multifilaments texturés en PP, densité de pores 640 pores/cm<sup>2</sup> (L'échelle sur l'image microscopique présente 1 mm)

Tissu	Nature des pores	Armure	Image microscopique
Cr22T-T16	100% Pore 2	Croisé 2-2	
Srep4T-T16	25% Pore 1 50% Pore 2 25% Pore 3	Satin 4 à répétition	
Sg21T-T16	50% Pore 1 50% Pore 2	Sergé 2-1-1-1-1-2	
S53T-T16	25% Pore 1 25% Pore 2 50% Pore 3	Satiné 5-3	
Sat8T-T16	50% Pore 2 50% Pore 4	Satin 8	

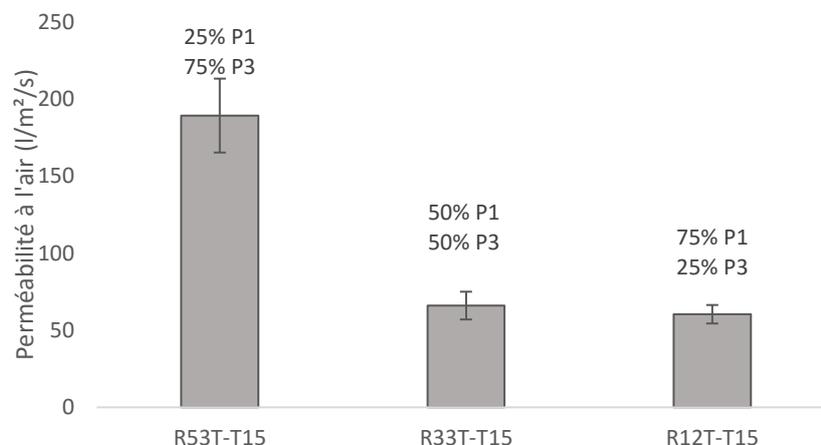
Les perméabilités à l'air de ces échantillons sont présentées dans la Figure III-9. Nous avons également indiqué les pourcentages en pores sur le graphique.



**Figure III-9 Perméabilité à l'air des échantillons à base des fils PP-TMF en fonction des types de pores**

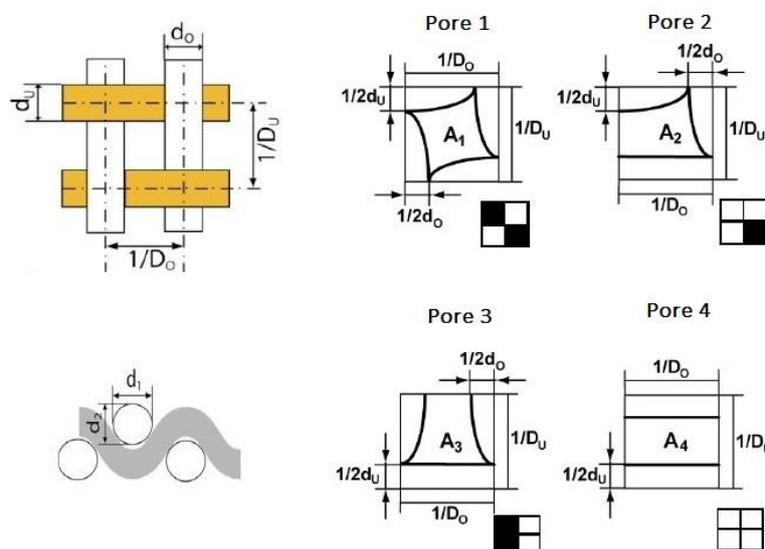
D'après les résultats, le pore de type 2 est plus perméable que le pore de type 1 d'après la comparaison des tissus Cr22T-T16 et Sg21T-T16. Le pore 4 est également plus perméable que le pore 1 (Tissus Sg21T-T16 et Sat8T-T16). Les tissus SrepT-T16 et S53T-T16 sont composés du même pourcentage de pores 1 mais de deux pourcentages différents des pores 2 et 3. D'après la comparaison de leurs perméabilités à l'air, le pore 3 est légèrement plus perméable que le pore 2. En comparant les échantillons Sat8T-T16 et Sat4T-T16, nous pouvons déduire que le pore 4 est plus perméable que le pore 3. En effet, les deux tissus ont le même pourcentage en pore 2. En revanche, l'un est composé de 50% de pores 4 et l'autre de 25% de pores 1 et 25% de pores 3. Ceci signifie que le pore 4 est plus perméable que le mélange de pores 1 et 3, et donc plus perméable que le pore 3. Dans la Figure III-10, les perméabilités de 3 autres tissus ayant des armures avec 3 différents pourcentages de ces pores sont comparés. Les résultats obtenus confirment que le pore 3 est plus perméable que le pore 1.

Un classement des pores est donc établi du pore le plus perméable au pore le moins perméable respectivement : Pore 4, Pore 3, Pore 2, Pore 1.



**Figure III-10 Influence du pourcentage des pores 1 et 3 sur la perméabilité à l'air**

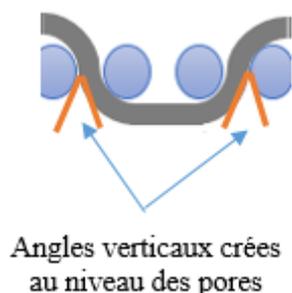
Ces pores ont été modélisés et leurs projections bidimensionnelles ont été présentées dans la Figure III-11 (Gooijer, et al. 2003). Ils se caractérisent par des formes variées comme le montre la Figure III-11 où  $D_0$  et  $D_u$  correspondent respectivement aux densités de chaîne et de trame et  $d_0$  et  $d_u$  correspondent respectivement aux diamètres des fils de chaîne et de trame.



**Figure III-11 Schématisation des 4 pores dans un tissu (HAVLOVÁ, 2014)**

Dans son étude, Havlova explique les résultats de la perméabilité par la différence au niveau de l'architecture de ces pores (Havlova 2014). En effet, le changement de position d'un fil de trame

par rapport un fil de chaîne crée un angle aigu vertical entre les deux fils (Figure III-12). Le pore formé est ainsi plus profond et plus étroit.



**Figure III-12 Angles créés par l'entrecroisement des fils**

Plus les pores sont étroits, plus la perméabilité à l'air est faible. En effet, le pore 1 est considéré comme ayant les angles les plus aigus, ce qui expliquerait le frottement des fils avec l'air plus important que celui d'un pore moins étroit comme le pore 4. Ces pores présentent également des résistances à la déformation variées. Les pores de type 4 sont beaucoup plus déformables que les pores de type 1. En effet, lorsque les fils de trames changent de position par rapport à deux fils de chaîne consécutifs, ils ont plus de points d'accroche dans le tissu et donc risquent moins de bouger sous une contrainte mécanique quelconque. Par conséquent, plus le pore est déformable, plus la perméabilité à l'air est élevée.

### III.3. Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons mis en évidence la relation entre les paramètres structuraux des tissus et leur perméabilité à l'air. Le paramètre principal qui contrôle la perméabilité à l'air au sein d'un tissu est la taille des pores. Plus les pores sont petits, moins le tissu est perméable. Habituellement pour contrôler la taille des pores, la densité du tissage, qui détermine l'espacement entre les fils, est modifiée. En effet, plus la densité des fils est élevée, plus les pores sont resserrés, moins le tissu est perméable. Par notre étude, nous avons démontré que l'armure définit la structure, la taille ainsi que la déformabilité des pores, et par conséquent la perméabilité à l'air. La taille des pores peut donc varier même lorsque les densités de tissages sont similaires, ce qui met en question notre estimation par la méthode géométrique ou l'équation de Darcy basée sur un modèle capillaire. Par ailleurs, la perméabilité à l'air est proportionnelle à une puissance de la taille des pores qui dépend de leurs paramètres

structuraux. Cette puissance est proche de la théorie (loi de Darcy) quand les fils sont des monofilaments dont la porosité est nulle. La structure du fil est le deuxième paramètre qui contrôle la perméabilité à l'air. Un fil est caractérisé par sa taille et sa pilosité. A densités de fils égales, plus le fil est fin, plus la perméabilité est élevée. D'autre part, à porosité égale, un tissu composé de fils fibreux est moins perméable qu'un tissu composé de fils filamenteux.

Par les mesures de la perméabilité à l'air, nous avons donc montré que la structure des fils ainsi que l'armure sont des paramètres influents sur l'écoulement de l'air à travers les tissus. Pour la suite, nous allons étudier l'influence de ces deux paramètres sur les propriétés filtrantes des tissus afin de sélectionner les structures les plus adaptées à l'électrofiltration des boues.

## Références

Gooijer H, Warmoeskerken M, et Wassink J. G, "Flow resistance of textile materials: Part I: Monofilament fabrics." *Textile research journal* (2003): 437-443.

Havlová M, "Model of vertical porosity occurring in woven fabrics et its effect on air permeability." *Fibres & Textiles in Eastern Europe* (2014).

Morino H, Mitsuo M, et Minoru F, "Predicting mechanical properties et het values from the parameters of weave structures." *Textile Research Journal* (2005): 252-257.

Ogulata R, Tugrul, et S. Mezarcioz. "Total porosity, theoretical analysis, et prediction of the air permeability of woven fabrics." *Journal of the Textile Institute* (2012): 654-661.

Turan R., Befru, et O. Ayşe, "Prediction of the in-plane et through-plane fluid flow behavior of woven fabrics." *Textile Research Journal* (2013): 700-717.

## **Chapitre IV : Etude de la fonction filtrante des tissus**

L'objectif de ce projet de thèse est de développer de nouveaux médias filtrants électrodes pour l'électrofiltration des milieux dispersés, qui apportent des propriétés optimisées en termes de filtration par gâteau. Dans ce chapitre, nous étudions la fonction filtrante des tissus. Pour cela, nous cherchons à identifier les critères de choix des paramètres du tissage pour le développement d'un filtre optimisé pour une suspension donnée.

En effet, notre étude bibliographique nous a permis de définir les paramètres structuraux clés pour la filtration et nous avons élaborés nos textiles selon ces critères. Ces paramètres sont la structure des fils de chaîne et de trame, la densité des fils et des duites ainsi que l'armure. Nous analysons ici, leur influence sur les performances en filtration de deux suspensions modèles.

### IV.1. Etude de la filtration d'une suspension modèle:

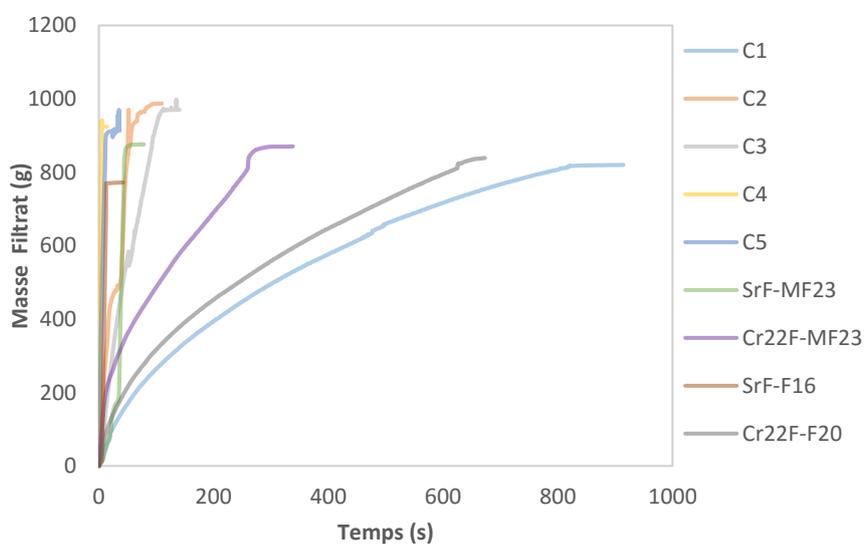
#### IV.1.1. Tests préliminaires: Mise en place des essais de filtration

Les essais de filtration dans cette section ont été réalisés sur le banc pilote décrit dans le chapitre II (section II.3.1.1) avec une suspension de carbonate de calcium. Les tissus utilisés pour ces tests préliminaires sont les tissus commerciaux filamenteux présentés précédemment ainsi que quelques tissus développés sur les machines pilotes et industrielles. Tous les tissus testés ont subi un traitement de calandrage. Les propriétés structurales et physiques de ces tissus sont présentées dans le Tableau IV-1 ci-dessous. Les particules de  $\text{CaCO}_3$  ont été dispersées dans de l'eau distillée avec une concentration de 120 g/kg.

Tableau IV-1 Propriétés des tissus utilisés pour la filtration de la suspension de  $\text{CaCO}_3$ 

Réf	Perméabilité à l'air ( $\text{l/m}^2/\text{s}$ )	Epaisseur (mm)	Porosité (%)	Taille pores ( $\mu\text{m}$ )
C1	61,58	0,406	29,6	25
C2	262,69	0,371	28,7	62
C3	1148,17	0,454	35,8	136
C4	1030,75	0,418	40,7	80
C5	202,06	0,604	36,1	43
Cr22F-FF20	111,76	0,417	37,4	97
Cr22F-MF23	115,54	0,322	43,7	138
SrF-FF16	331,51	0,376	19,1	274
SrF-MF23	188,88	0,352	48,5	178

La vitesse de filtration de la suspension de carbonate de calcium dépend du tissu filtrant utilisé (Figure IV-1).

Figure IV-1 Cinétiques de filtration de la suspension de  $\text{CaCO}_3$ 

La Figure IV-2 présente les valeurs de l'indice de la filtration ainsi que la siccité de ces gâteaux. Seuls les tissus C1, Cr22F-F20 et Cr22F-MF23 ont filtré cette suspension. Les meilleurs indices ont été obtenus avec les tissus C1 et Cr22F-F20.

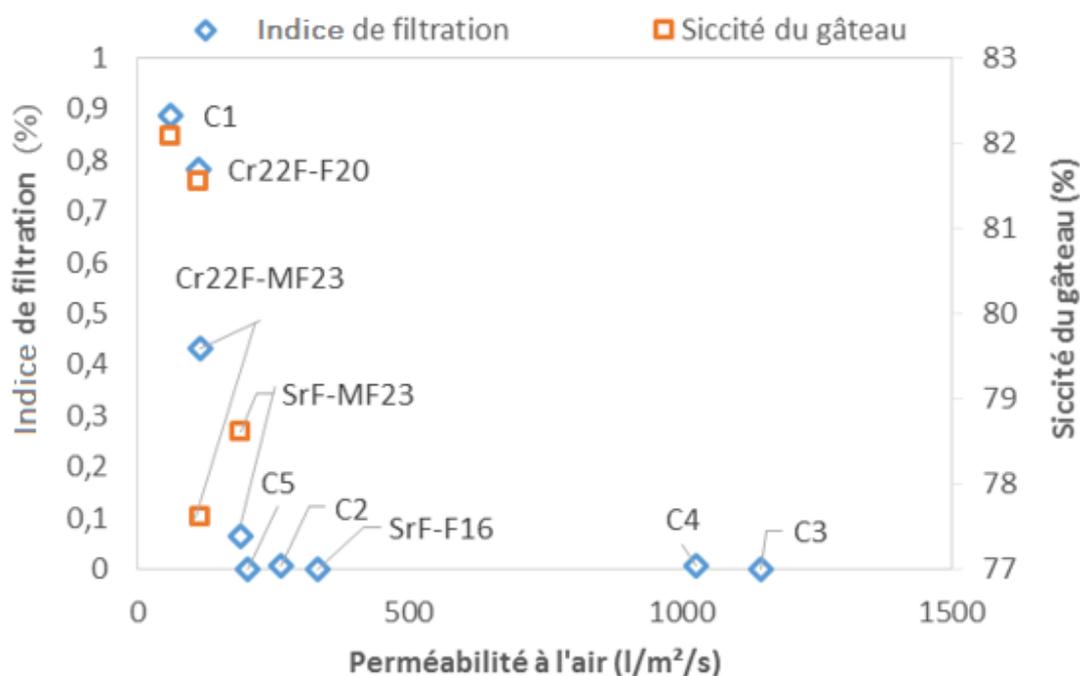


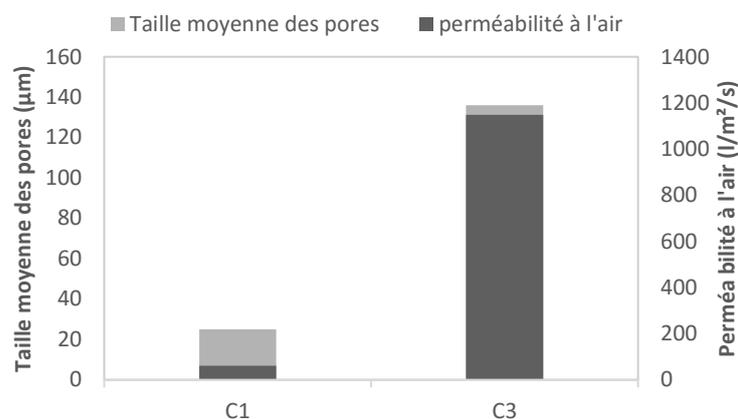
Figure IV-2 Indice de filtration et siccité des gâteaux des filtrations

#### IV.1.2. Optimisation de la suspension modèle

Les particules de la suspension utilisée dans les essais précédents étaient de taille très fine. Elle n'a été filtrée que par trois tissus sur neuf différents. Il était donc difficile d'évaluer les performances en filtration de tous les tissus testés. Nous avons ainsi décidé de changer la formulation de la suspension de façon à obtenir une large distribution de tailles de particules. Nous avons mis au point une suspension de taille de particules polydispersée qui pourrait convenir à tous les tissus étudiés.

##### IV.1.2.1. Tissus utilisés:

Afin d'identifier la formulation qui serait filtrable par la majorité de nos tissus, nous avons choisi de comparer les filtrations de deux tissus ayant des structures et des propriétés physiques très différentes. Les tissus sélectionnés sont les tissus commerciaux C1 et C3 (Figure IV-3).



**Figure IV-3 Comparaison des propriétés des tissus C1 et C3**

#### IV.1.2.2. Formulations de la suspension :

##### a. Propriétés des différentes suspensions en $\text{CaCO}_3$ :

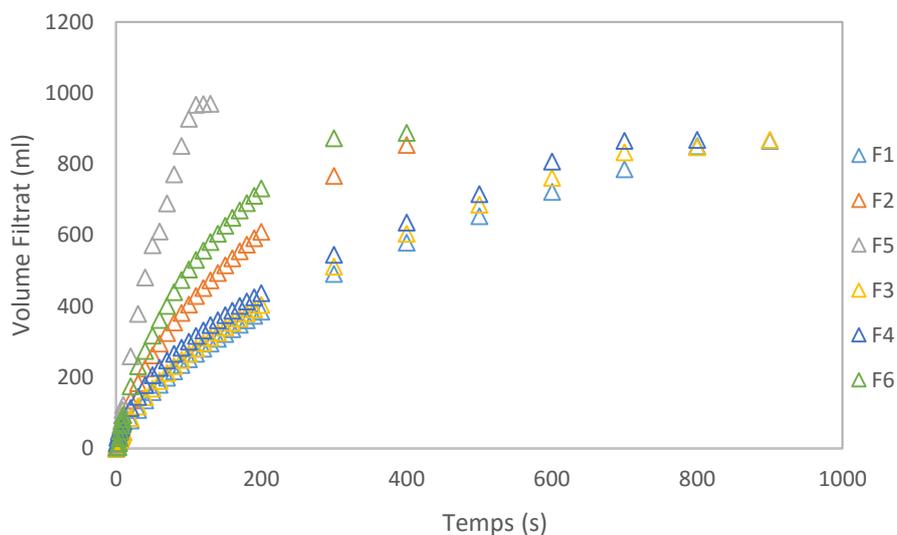
Six suspensions différentes ont été testées. Leurs formulations sont présentées dans le Tableau IV-2. Ces suspensions sont obtenues à partir de mélange de 3 types de carbonate de calcium G1, G50 et G100 ayant respectivement des tailles de particules moyennes de 25, 63 et 125 µm.

**Tableau IV-2 Différentes formulations des suspensions testées**

Formulation	Composition (%)			Concentration (g/l)
	G1	G50	G100	
F1	0	100	0	100
F2	0	0	100	
F3	0	50	50	
F4	0	30	70	
F5	100	0	0	
F6	80	20	0	50

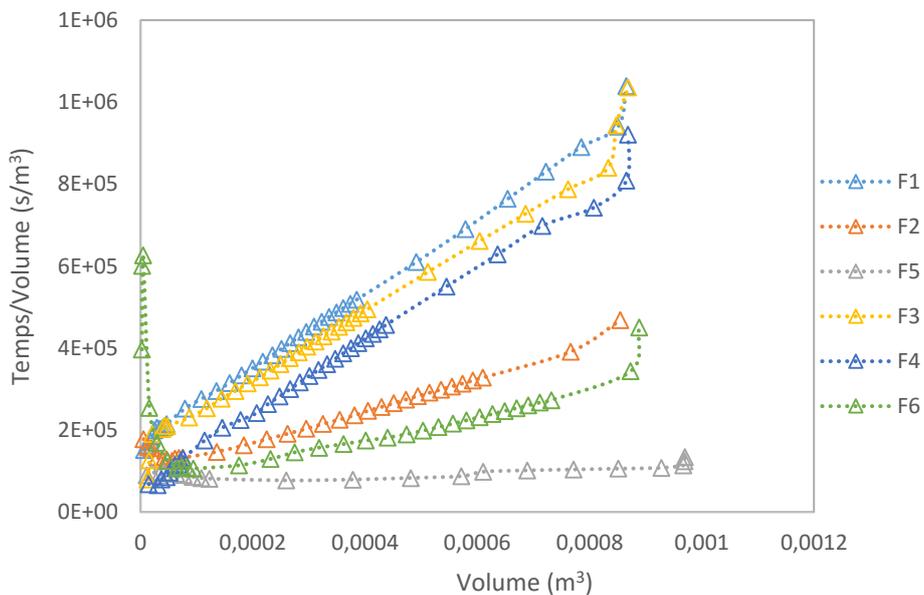
##### b. Filtration par le tissu C3 :

La Figure IV-4 présente le volume du filtrat au cours du temps correspondant aux 6 suspensions filtrées par le tissu C3.



**Figure IV-4 Cinétiques de filtration des suspensions de carbonate de calcium avec le filtre C3**

Nous avons également tracé les courbes de Ruth correspondant à la variation du temps divisé par le volume du filtrat en fonction du volume du filtrat (Figure IV-5).



**Figure IV-5 Droites de Ruth pour les différentes suspensions de carbonate de calcium (filtre C3)**

Trois groupes de suspensions sont identifiés à partir des courbes de filtrations présentées dans la Figure IV-4 et la Figure IV-5 :

- La suspension F5, qui constitue le premier groupe, n'a pas été filtrée. Le tissu n'a pas réussi à retenir les particules qui sont passées dans le filtrat avec l'eau. L'allure de la courbe de Ruth nous confirme l'absence de la formation du gâteau.
- Les suspensions F2 et F6 ont été filtrées, ce qui a permis de construire un gâteau d'après l'allure des courbes de Ruth. Ces suspensions se caractérisent par un gâteau de faible résistance spécifique à l'écoulement.
- Les suspensions du dernier groupe, F1, F3 et F4 présentent également une bonne qualité de filtration par le tissu C3. Le gâteau de filtration se caractérise par une résistance spécifique légèrement plus élevée par rapport aux suspensions du deuxième groupe.

**Tableau IV-3 : Résultats des tests de filtration des différentes suspensions (Filtre C3)**

Formulation	F1	F2	F3	F4	F5	F6
Temps de filtration (min)	15,68	7,5	15,55	14,38	Pas de formation de gâteau	7,18
Siccité (%)	73	80,1	73,4	78,4		76,6
résistance spécifique du gâteau (m/kg)	3,52E+11	1,97E+11	3,12E+11	3,57E+11		3,94E+11
Formation du gâteau (s)	16	14,7	39,4	48,7		31,7
Indice de filtration	84%	66%	85%	83%		69%

Nous avons donc sélectionné une suspension de chaque groupe 2 et 3 pour identifier la suspension qui différencie au mieux les deux tissus C1 et C3. Les suspensions choisies sont les mélanges F4 et F6.

c. Filtration des suspensions F4 et F6 par les tissus C1 et C3 :

La Figure IV-6 et la Figure IV-7 présentent les cinétiques de filtration des suspensions F4 et F6 par les tissus C1 et C3.

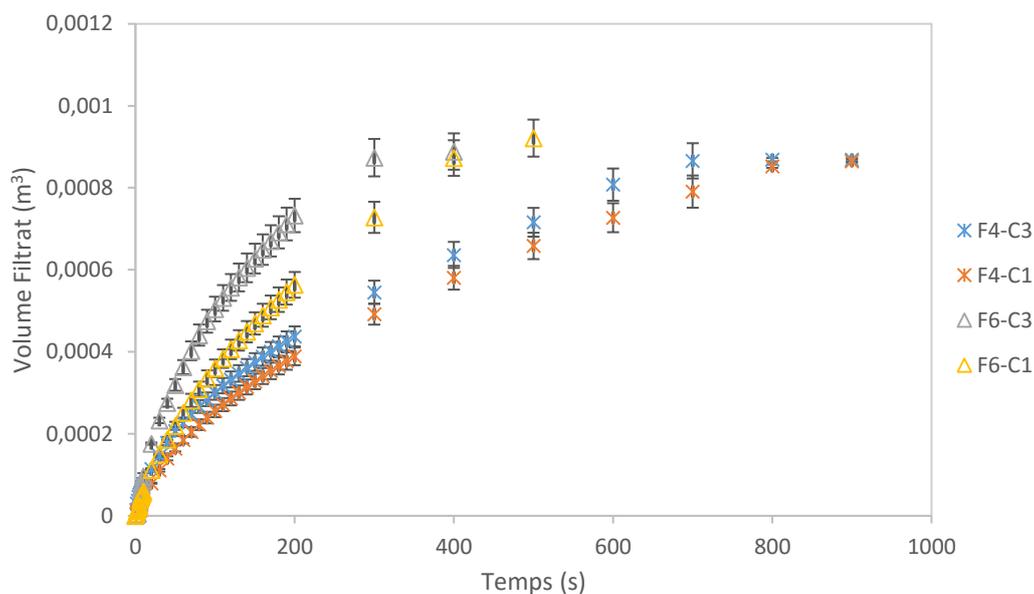


Figure IV-6 Cinétiques des filtrations : Tissus C1 et C3

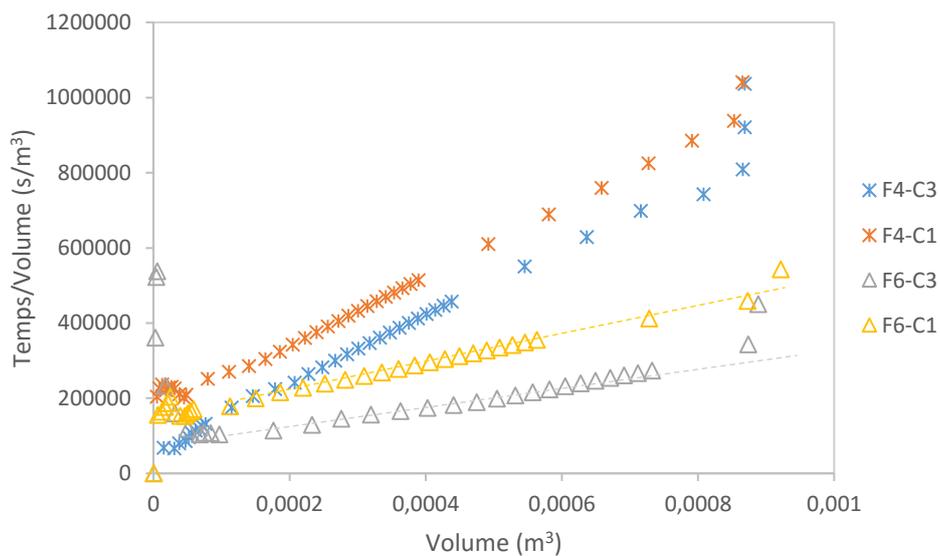


Figure IV-7 Courbes de Ruth : Tissus C1 et C3

Un gâteau a été formé lors de la filtration des deux suspensions et pour les deux tissus filtrants. La Figure IV-6 montre que les cinétiques de filtration de la suspension F4 sont identiques quel que soit le tissu utilisé. Les particules dans cette suspension sont assez grosses pour se déposer de la même manière sur la surface des filtres C1 et C3. En revanche, nous pouvons remarquer une petite différence entre les deux tissus au niveau des performances en filtration

de la suspension F6. Nous avons donc retenu la formulation de cette suspension pour la suite des études.

IV.1.3. Etude de l'influence des propriétés des tissus filtrants sur les performances en filtration d'une suspension modèle polydispense :

Les tissus utilisés pour ces essais de filtration ont des propriétés structurales très différentes : structure des fils, armure, taille et densité de pores. L'influence de ces paramètres sur les performances en filtration de la suspension modèle est étudiée. La durée de filtration, le volume de filtrat, l'indice de la filtration et les caractéristiques du gâteau (masse, siccité et résistance à l'écoulement) sont déterminés.

La Figure IV-8 présente la durée ainsi que l'indice de la filtration de la suspension F6 par différents tissus en fonction de leur perméabilité à l'air.

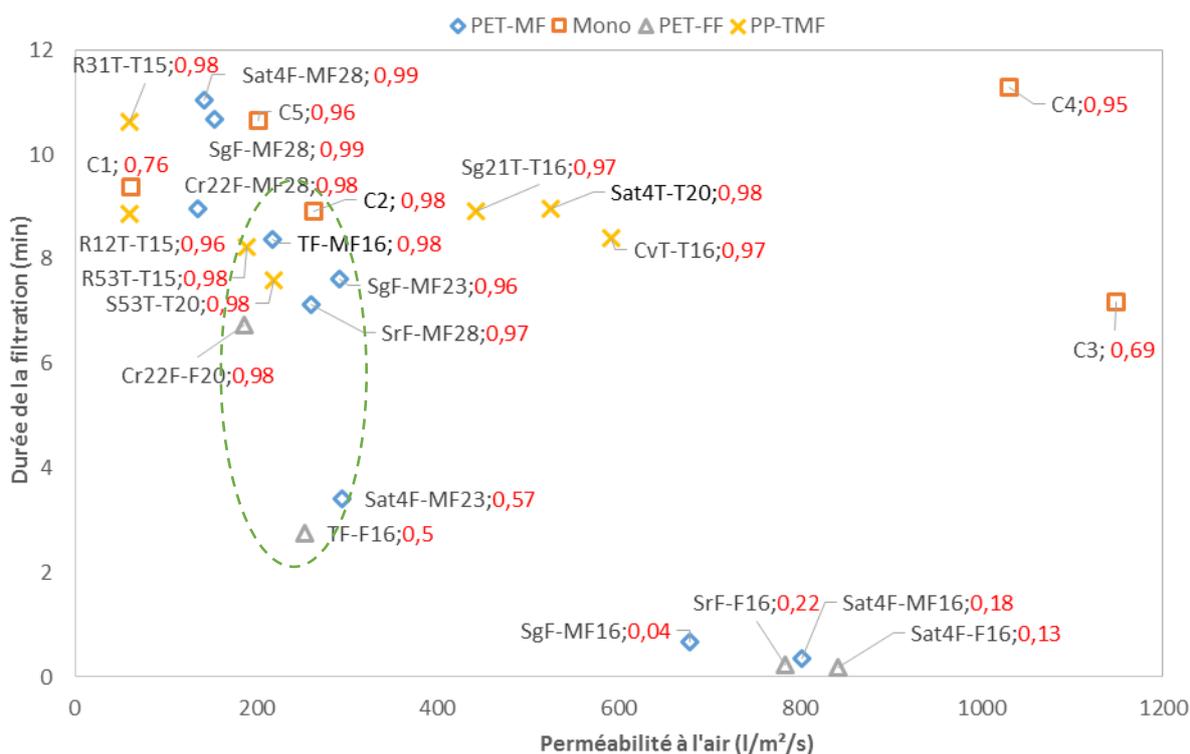


Figure IV-8 Durée de filtration en fonction de la perméabilité à l'air (indice de filtration en rouge)

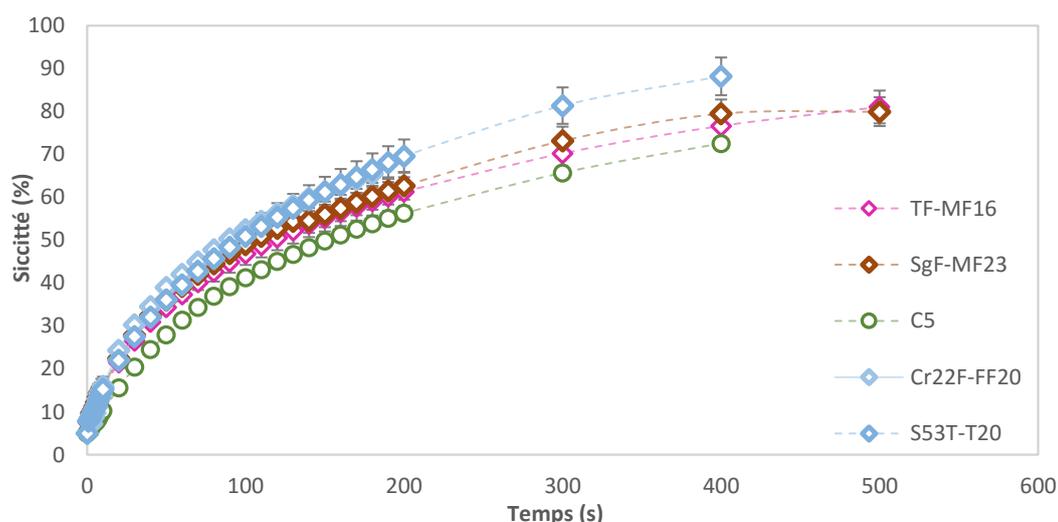
Dans la Figure IV-8, les tissus ont été regroupés selon la structure des fils. Afin de visualiser l'effet de la perméabilité à l'air sur la durée de la filtration, il est nécessaire de comparer des

échantillons composés des mêmes fils. Considérant les échantillons à base des fils PET-FF ou un mélange PET-FF de fils PET-MF, le débit du filtrat augmente lorsque la perméabilité à l'air est plus élevée, ce qui réduit la durée de la filtration. A l'inverse, les échantillons à base des fils PP-TMF présentent des durées de filtration similaires malgré la différence de leur perméabilité à l'air.

Des échantillons de perméabilités à l'air similaires peuvent avoir des durées de filtration différentes (voir par exemple les échantillons entourés par le cercle vert, Figure IV-8). La durée de filtration dépend donc non seulement de la perméabilité mais aussi de la structure du fils.

#### IV.1.3.1 Influence de la structure du fil:

Pour étudier l'influence de la structure du fil, nous reprenons les résultats obtenus avec ces médias filtrants de perméabilités à l'air proches (entre 210 et 230 l/m<sup>2</sup>/s) composés de fils différents. La Figure IV-9 présente la siccité instantanée des gâteaux de filtration obtenus.



**Figure IV-9 Siccité du gâteau au cours du temps pour des tissus composés de fils différents**

Les autres paramètres de filtration sont calculés et présentés dans le Tableau IV-4. Les méthodes de calcul de la siccité finale du gâteau, de sa résistance à l'écoulement ainsi que de sa résistance spécifique ont été indiquées dans le Chapitre II (*cf.* section II.3.1). Le temps de formation de gâteau a été déduit de la courbe de Ruth. Il correspond au temps à partir duquel cette courbe devient linéaire.

**Tableau IV-4 Influence de la structure du fil sur les Performances en filtration et propriétés du gâteau**

	<b>Cr22F-FF20</b>	<b>TF-MF16</b>	<b>SgF-MF23</b>	<b>C5</b>	<b>S53T-TMF20</b>
Durée de filtration (min)	6,73	8,38	7,62	10,65	7,58
Siccité finale du gâteau (%)	78	81,1	80,5	81	88,2
Résistance spécifique du gâteau (m/kg)	2,26E+11	2,15E+11	3,42E+11	2,03E+11	1,05E+11
Formation du gâteau (s)	15	13	42	58	13
Indice de filtration (%)	97	98	96	96	98

L'indice de filtration est satisfaisante pour tous les tissus testés. Peu de particules ont donc migré vers le filtrat. Néanmoins, ces tissus présentent des résultats différents en termes de durée de filtration et de propriétés du gâteau. La présence de filés de fibres dans le tissu permet d'accélérer le débit d'écoulement et d'avoir une siccité instantanée plus élevée du gâteau. En effet, l'échantillon C5, composé de 100% de monofilaments, présente une siccité instantanée plus basse et une filtration plus longue par rapport aux autres échantillons. Les échantillons à base de multifilaments dans le sens de la trame (TF-MF16 et SgF-MF23) ont des siccités instantanées plus faibles que les échantillons 100% fibreux (TF-FF16, Cr22F-FF20). On peut faire l'hypothèse que la présence des fibres courtes permettrait d'aspirer l'eau et accélérer l'écoulement. L'échantillon S53T-T20, fabriqué avec des multifilaments texturés, permet d'avoir une siccité instantanée proche de celle des échantillons fibreux. Cet échantillon présente également une densité de pores très élevée par rapport aux autres tissus (800 pores/cm), ce qui améliore davantage l'écoulement du filtrat.

Notons que les valeurs des siccités finales des gâteaux données dans le Tableau IV-4 ne sont pas similaires à celles obtenues à la fin de la filtration (Figure IV-9). En effet, les siccités instantanées sont estimées à partir du volume du filtrat au cours du temps alors que les siccités finales sont mesurées directement sur le gâteau.

IV.1.3.2 Influence de la taille des pores

Nous avons présenté dans la Figure IV-10 un groupe de tissus dans chaque graphique : les tissus monofilamentaires et les tissus mélanges filés de fibres/multifilaments.

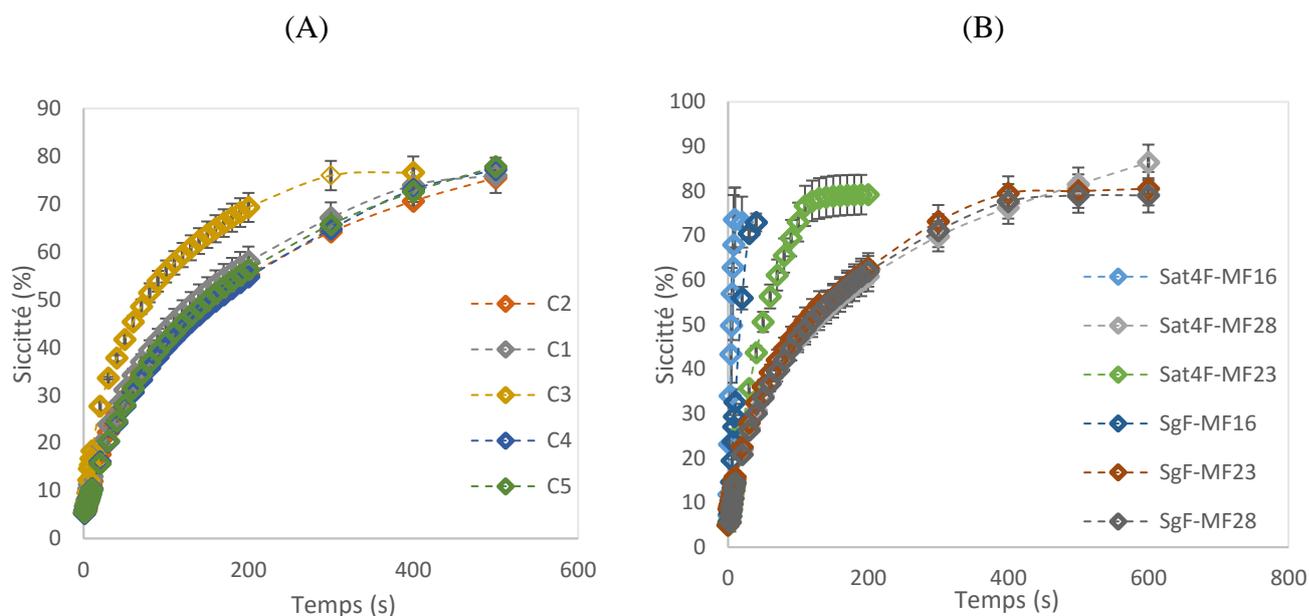


Figure IV-10-Siccité du gâteau de filtration au cours du temps

Concernant les échantillons en monofilaments, le tissu C3 se caractérise par une siccité instantanée plus élevée que celle des autres tissus. En revanche, comme le montre la Figure IV-11, son indice de filtration est faible.

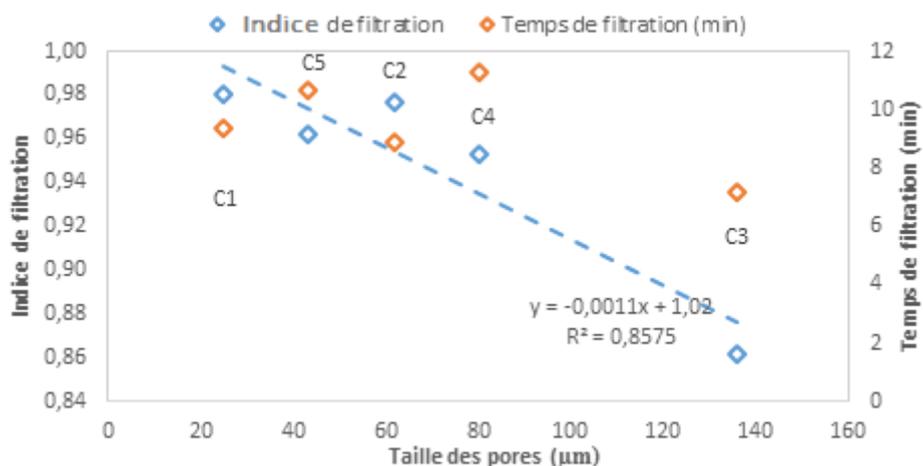


Figure IV-11 Indice et durée de filtration Vs la taille des pores : Monofilaments

En effet, étant donné qu'il présente la plus grande taille des pores, l'écoulement du filtrat est plus rapide avec ce tissu C3. L'indice de filtration diminue en augmentant la taille des pores à cause de la migration des particules dans le filtrat à travers les pores dans la première phase de la filtration (avant la formation du gâteau). Le temps de formation du gâteau, calculé à partir des courbes de Ruth, dépend également de la taille des pores. La formation du gâteau est plus tardive sur le tissu C3 ayant les plus grands pores (Tableau IV-1 et Tableau IV-4).

La même tendance est constatée pour les échantillons composés d'un mélange des fils PET-FF et PET-MF. Dans la Figure IV-12 sont présentés l'indice et la durée de la filtration de deux armures différentes (le satin et le sergé) avec des densités de fils différentes : 16, 23 ou 28 fils/cm. Ces grandeurs sont exprimées en fonction de la perméabilité à l'air divisée par la densité des pores qui est corrélée à la taille des pores.

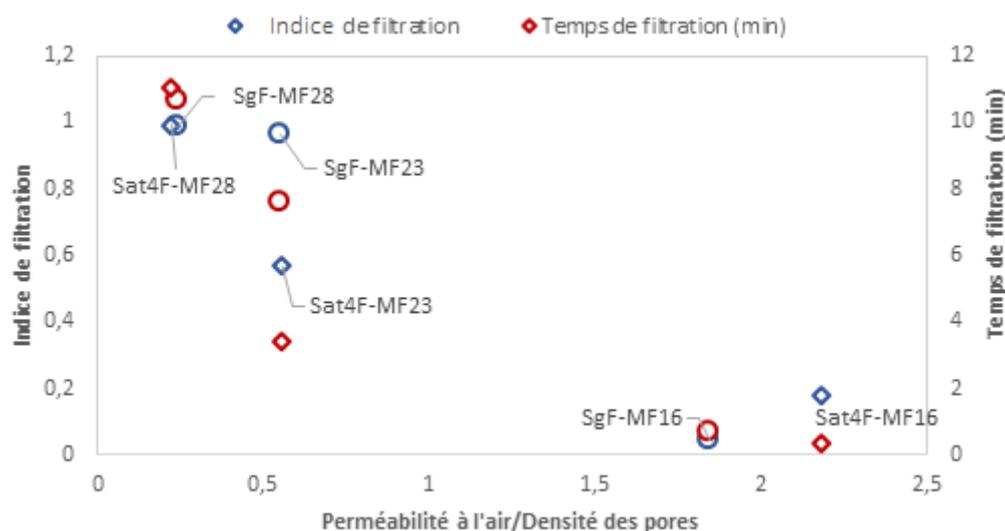


Figure IV-12 Indice et durée de filtration Vs la taille des pores des armures Sat4 (losange) et Sg (rond): Mélange PET-FF et PET-MF

Les échantillons ayant les pores les plus larges (SgF-MF16 et Sat4F-MF16) n'ont pas filtré cette suspension, ce qui s'est traduit par un indice de filtration très faible comme la capture des particules est moins importante (Seok et al., 2015). Les particules sont plus fines que la taille des pores, ce qui rend la formation du gâteau inexistante.

Pour les autres échantillons, l'indice de filtration augmente quand les pores sont plus fins. Ceci s'explique également par la formation rapide du gâteau qui contribue à son tour à la capture des

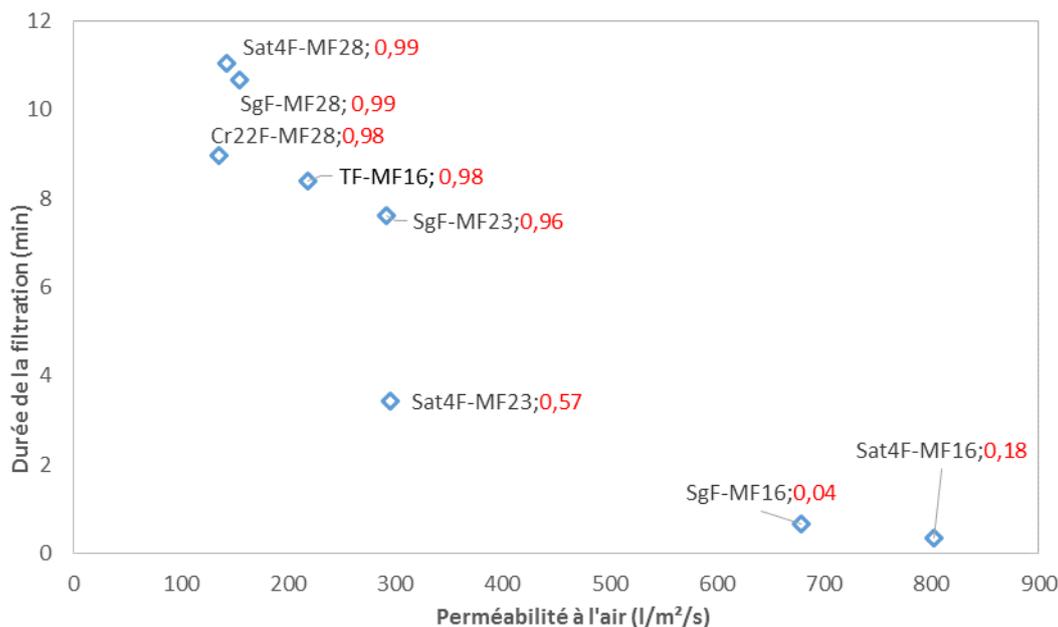
particules (Tableau IV-5) et limite l'écoulement filtrat, ce qui augmente la résistance du gâteau et le temps de filtration (Rushton et al., 1996).

**Tableau IV-5 Performances en filtration et propriétés du gâteau : Mélange PET-FF et PET-MF**

	Sat4F- MF16	Sat4F- MF23	Sat4F- MF28	SgF- MF16	SgF- MF23	SgF- MF28
Durée de filtration (min)	0,35	3,42	11	0,7	7,62	10,66
Siccité (%)	-	79,2	83,9	-	80,5	79
Résistance spécifique du gâteau (m/kg)	-	1,11E+10	3,18E+11	-	3,42E+11	3,36E+11
Formation du gâteau (s)	-	60	10	-	42	24
Indice de filtration (%)	18	57	99	4	96	99

#### IV.1.3.3 Influence de l'armure :

Pour cette partie, nous allons nous focaliser sur les échantillons composés d'un mélange de multifilaments/fils fibreux (Figure IV-13) Les échantillons Sat4F-MF23 (satin) et SgF-MF23 (sergé) ont des valeurs similaires du rapport perméabilité à l'air/densité de pores. Cependant, ils présentent des indices et des durées de filtration différents. Ceci nous permet de supposer que l'armure, satin ou sergé, a un effet important sur les performances en filtration étant donné que la forme et la disposition des pores au sein de ces deux échantillons sont très différentes. Le même constat est signalé pour les échantillons TF-MF16 (toile), Sat4F-MF16 et SgF-MF16. Malgré le fait que ces échantillons soient composés des mêmes fils dans le sens de la chaîne et de la trame, seule l'armure Toile a permis d'avoir un bon indice de filtration. On suppose ici que ce sont les pores P1 de la toile ont permis donc de construire un gâteau pour cette suspension. Peu de différence est constatée entre les échantillons dont la densité de fils de trame est de 28 fils par centimètre. Nous pouvons supposer que l'effet de l'armure n'est pas important lorsque la dimension des pores est très faible.



**Figure IV-13** Durée de filtration en fonction de la perméabilité à l'air des échantillons composés d'un mélange de multifilaments/fils fibreux (indice de filtration en rouge)

#### IV.1.3.4 Conclusion:

Les performances en filtration d'une suspension de  $\text{CaCO}_3$  ont été comparées à la perméabilité à l'air, puis à la taille, la forme et la densité des pores des tissus filtrants. Quand le médium filtrant change, la cinétique de filtration et la qualité du gâteau sont différentes.

Lorsque la perméabilité à l'air diminue, la durée ainsi que l'indice de filtration augmentent. En effet, les plus petits pores capturent facilement les particules. La formation du gâteau est ainsi plus rapide. Ce gâteau contribue à la rétention des particules, d'où un meilleur indice de filtration.

Les résultats montrent également que la formation du gâteau et le temps de filtration dépendent de la forme des pores, qui dépend de l'armure. Une étude approfondie de l'influence de ce paramètre sur les performances en filtration est menée dans la prochaine section.

## IV.2. Etude de la filtration par gâteau de suspensions de sphères calibrées de PMMA :

Nous avons réalisé une étude approfondie sur l'influence de la forme des pores sur la construction du gâteau à la surface des tissus ainsi que ses propriétés. Les 5 tissus réalisés pour cette étude possèdent des armures différentes mais sont constitués des mêmes fils avec une densité de 16 fils/cm. Les essais présentés dans cette session ont été réalisés dans la cellule de filtration présentée dans le chapitre II (section II.3.1.2). Deux suspensions modèles de sphères monodisperses de PMMA (Polyméthacrylate de méthyle) ont été utilisées : P20 et P40 avec respectivement un diamètre de 20 $\mu$ m et de 40 $\mu$ m. La concentration de ces suspensions est de 20 g/l. Dans cette partie nous nous focalisons particulièrement sur l'étude du colmatage des tissus.

### IV.2.1. Cinétiques de filtration :

La Figure IV-14 et la Figure IV-15 présentent les cinétiques de filtrations des deux suspensions P20 et P40 à 1 et 5 bars.

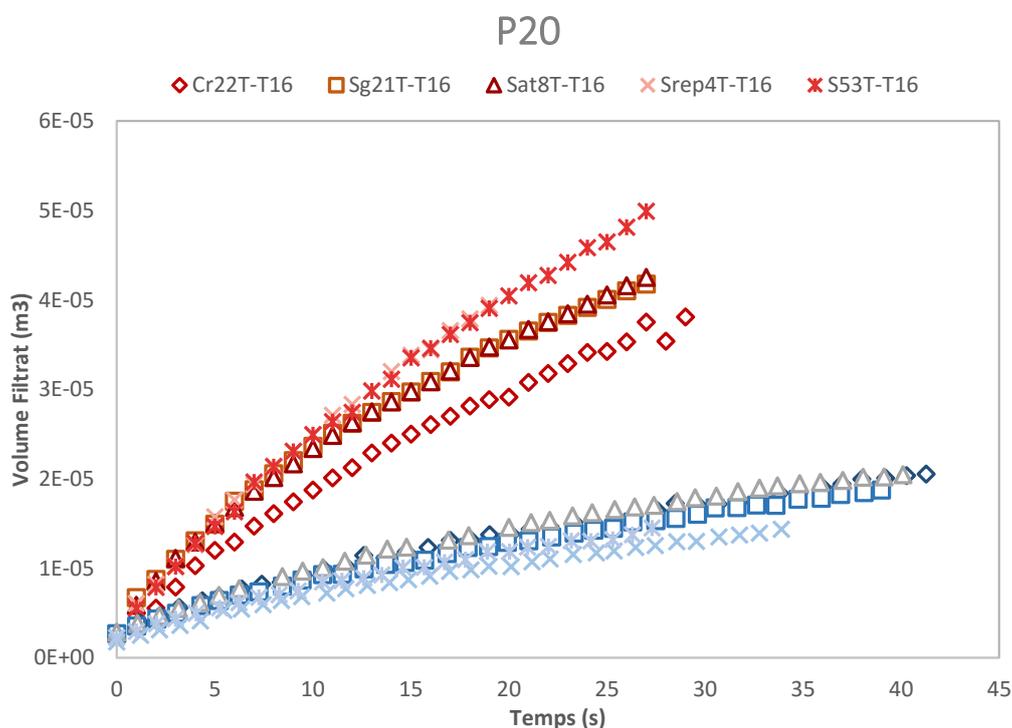
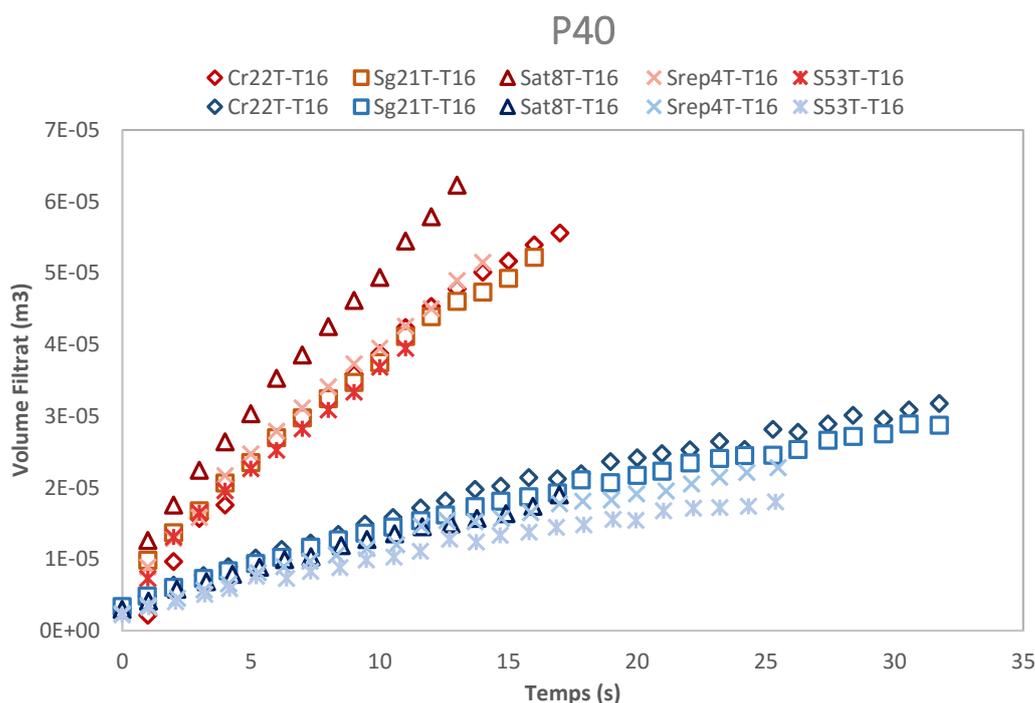


Figure IV-14 Cinétiques de filtration de la suspension P20 à 1 bar (bleu) et à 5 bars (rouge)



**Figure IV-15 Cinétiques de filtration de la suspension P40 à 1 bar (bleu) et à 5 bars (rouge)**

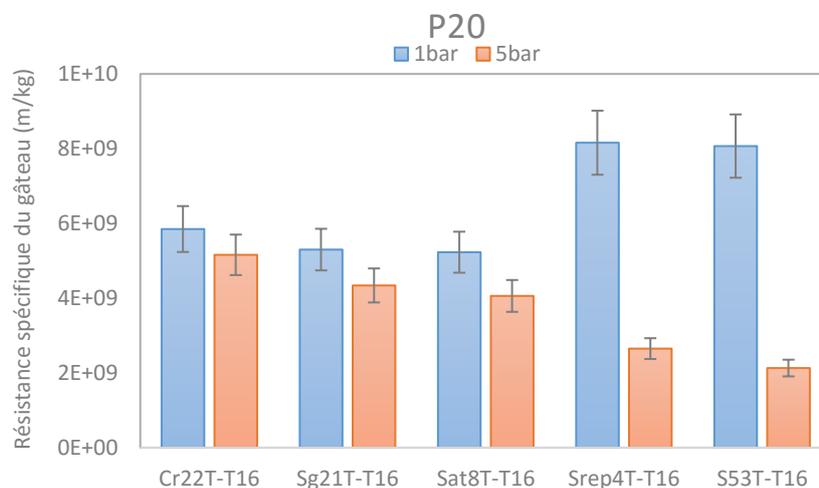
Ces résultats montrent que le débit d'écoulement du filtrat dépend de la pression appliquée pendant la filtration des particules P20 et P40. L'écoulement est plus rapide avec une pression plus élevée.

Ces courbes montrent également que le débit du filtrat dépend du tissu filtrant. L'écart entre les tissus est plus marqué avec la pression de 5 bars. Pour la suspension des particules P20, à 20 s, le volume et le débit du filtrat sont plus élevés avec l'armure S53. L'armure Cr22 a présenté le débit du filtrat le plus lent dans ce cas. Toutefois, pour les particules P40, c'est l'armure Sat8 qui se démarque par un débit d'écoulement plus élevé à 5 bars. Nous allons expliquer ces résultats par l'analyse des propriétés des gâteaux de filtration et du colmatage des filtres.

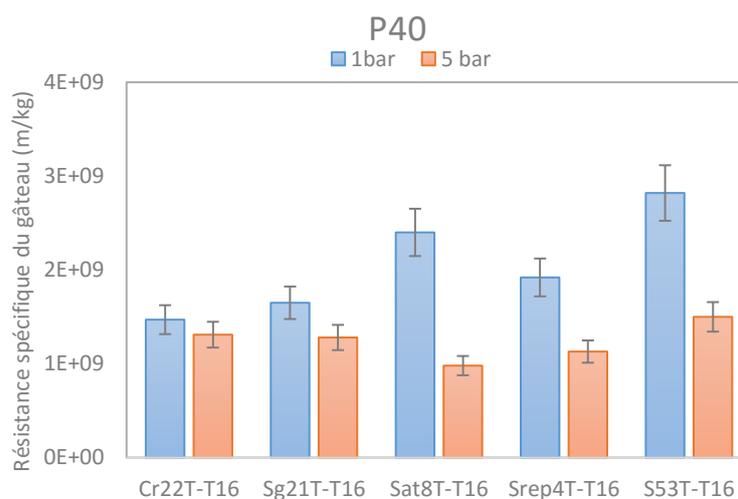
#### IV.2.2. Résistance spécifique du gâteau :

Les résultats des mesures des résistances spécifiques des gâteaux pour tous les tissus utilisés pour la filtration des particules P20 et P40 sont présentés respectivement dans la Figure IV-16 et la Figure IV-17. La résistance spécifique du gâteau dépend du média filtrant utilisé. Elle est plus élevée à 1 bar. L'écart des valeurs entre les deux pressions est plus important pour les armures Srep, Sat8 et S53. La résistance spécifique du gâteau dépend également de la taille des

particules filtrées. Elle est plus élevée lorsque les particules sont plus fines pour tous les tissus filtrants



**Figure IV-16 Résistances spécifiques du gâteau de filtration de la suspension P20**



**Figure IV-17 Résistances spécifiques du gâteau de filtration de la suspension P40**

#### IV.2.3. Analyse et Discussion :

##### IV.2.3.1. Répétabilité :

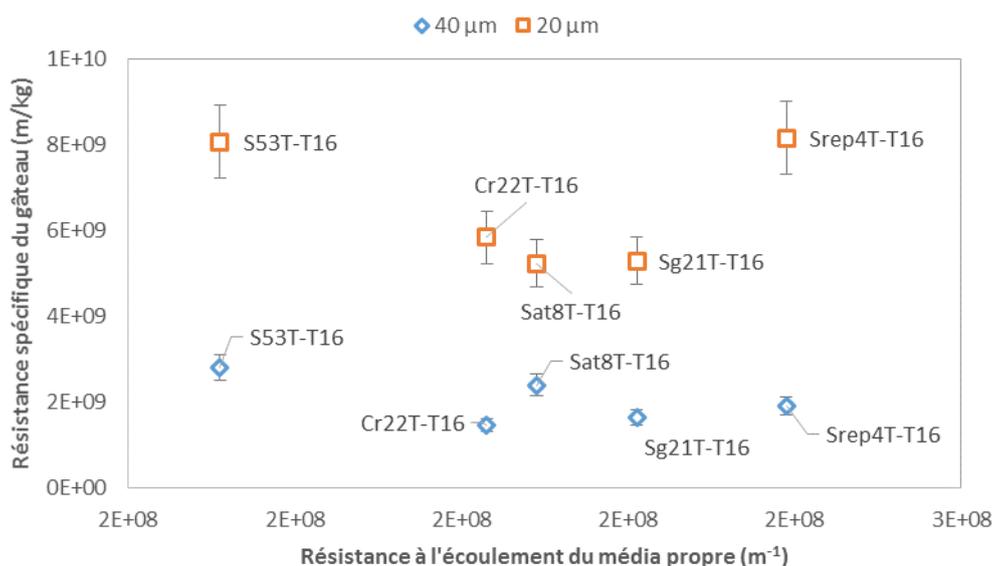
L'étude de la répétabilité a été réalisée en filtrant la suspension P40 à 3 bars en utilisant le tissu Sat8T-T16. Les résultats des calculs de la résistance spécifique du gâteau sont présentés dans le Tableau IV-6. Le CV % de ce test est de 10,5 % ce qui correspond à une répétabilité correcte.

**Tableau IV-6 Etude de la répétabilité de la mesure de la résistance spécifique du gâteau**

Essai	1	2	3	CV%
Résistance spécifique du gâteau (m/kg)	1,51E+09	1,48E+09	1,24E+09	10,5

IV.2.3.2. Analyse des résultats :

La résistance spécifique des gâteaux de filtration a été tracée en fonction de la résistance à l'écoulement des tissus propres (Figure IV-18). D'après ce graphique, il n'y a pas de corrélation entre les deux paramètres. Nous avons donc étudié le colmatage des tissus afin de pouvoir expliquer ces écarts.



**Figure IV-18 Résistance spécifique du gâteau de filtration en fonction de la résistance à l'écoulement du média propre**

Le colmatage des tissus pendant la filtration a été déterminé par la mesure de la résistance de l'écoulement à l'eau avant et après la filtration en appliquant une pression de 1 bar pour ne pas trop déformer les pores des tissus. Le pourcentage de la variation entre ces deux valeurs a été calculé. Plus ce pourcentage est élevé, plus le colmatage est important. Les résultats sont présentés dans la Figure IV-19.

IV.2.3.1. Analyse du colmatage :

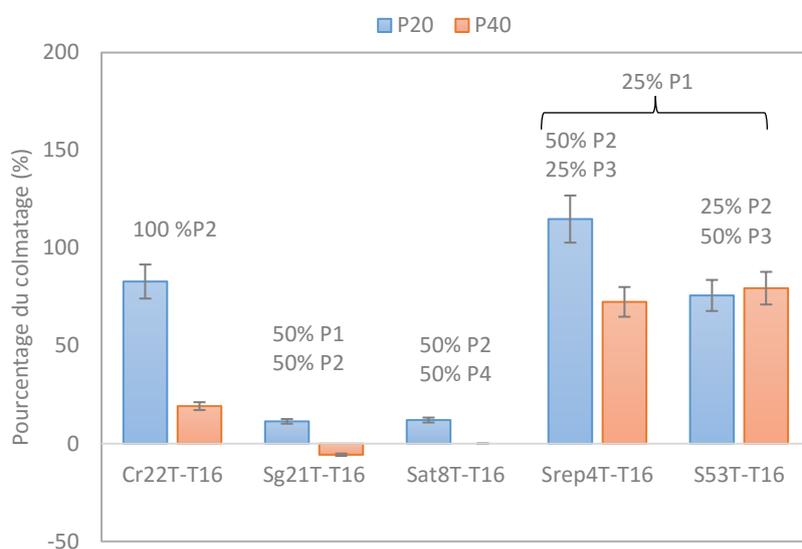


Figure IV-19 Colmatage des tissus après des filtrations à 1 bar

Nous constatons que le colmatage des tissus a été plus important par les particules fines P20. La seule exception concerne l'échantillon S53T-T16 qui présente quelques larges pores (pores P1), entourés par un cercle rouge sur le cliché microscopique (Figure IV-20). Ces pores permettent aux particules P40 de colmater le tissu malgré leur taille.

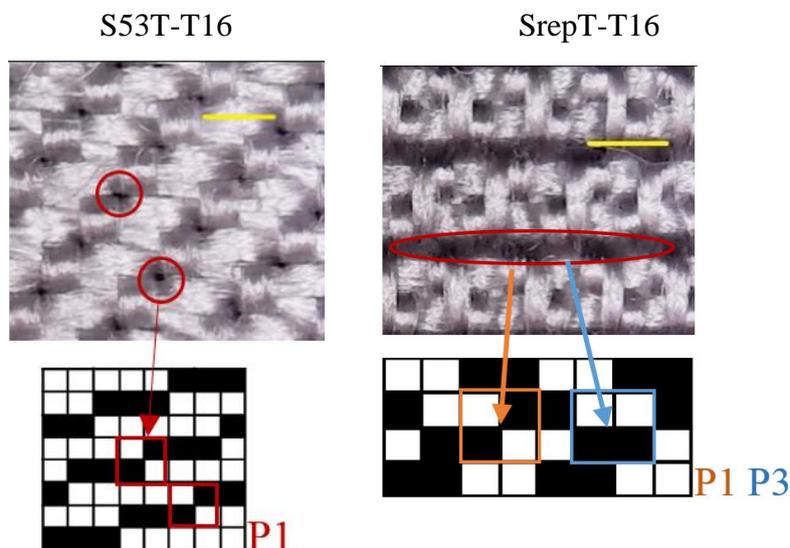
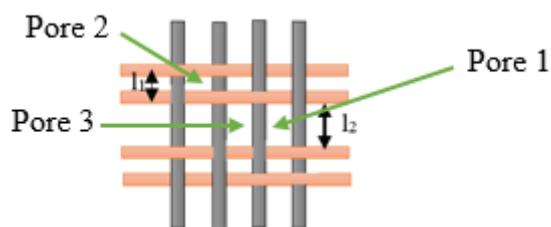


Figure IV-20 Clichés microscopiques des armures S53 et Srep et leurs pores

Le colmatage élevé de l'échantillon SrepT-T16 par rapport aux autres tissus par les particules P40 est également expliqué par l'image microscopique sur la même figure qui montre des pores

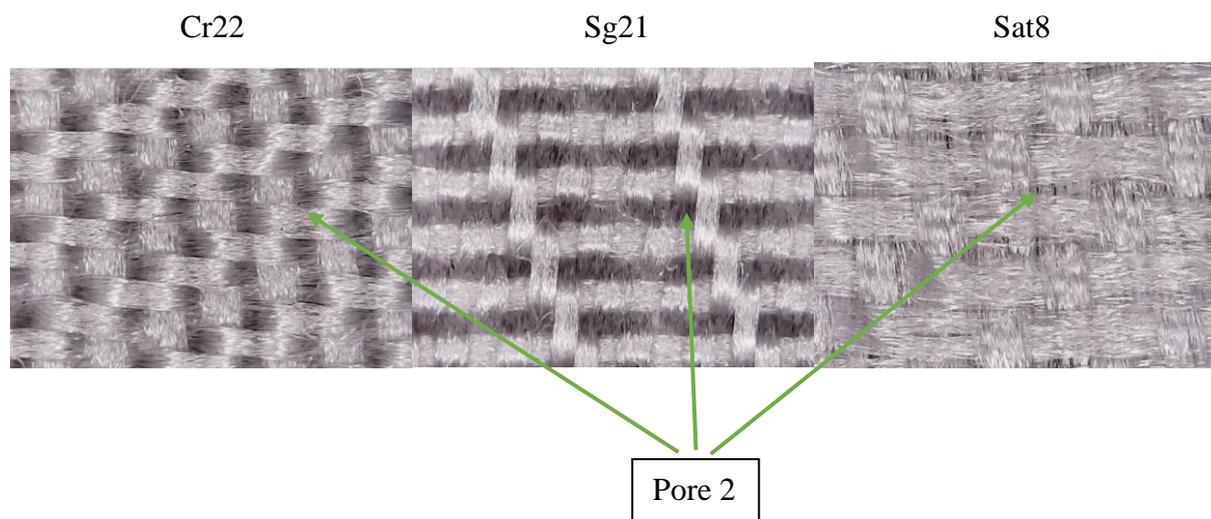
P1 et P3 de largeur importante (cercle rouge) où les particules P40 peuvent s'incruster. Par ailleurs, l'échantillon Srep T-T16 présente des pores de type 2 étroits (Figure IV-21), ce qui permet également la rétention des particules P20. Ceci explique le colmatage élevé par ces particules. Le tissu S53 présente également un colmatage important par les particules P20. Ce tissu est composé de 50% de pores 3, qui sont des pores peu déformables et où les fils sont moins tendus



**Figure IV-21** Présentation schématique de l'échantillon SrepT-T16

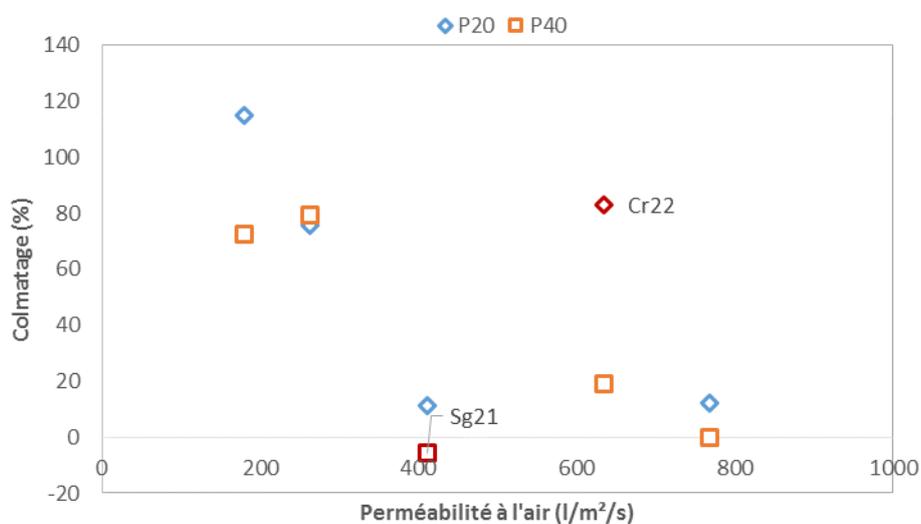
Pour les tissus des armures Cr22, Sg21 et Sat8, qui ne comportent pas ce type de gros pores, les particules P40 sont arrêtées à la surface du filtre, ce qui limite leur colmatage (Cf I.4.1, Chapitre I).

L'armure Cr22 a montré un fort colmatage par les particules P20. Ces particules s'incrument donc dans les pores P2 et les colmatent. Toutefois, ces particules colmatent peu les armures Sg21 et Sat8 malgré la présence de 50% des pores 2. En effet, la largeur du pore P2 dépend de l'armure comme le montre la Figure IV-22. La distance entre deux fils de chaîne consécutifs et la tension de ces fils changent en fonction de l'armure. Par exemple, L'armure Sg 21 présente un nombre d'entrecroisements élevé (facteur CFF 1,5, cf. Chapitre II, section II.2.3.2), ce qui rend les fils de trame plus tendus et la distance entre eux plus élevée). La dimension de ces pores est donc différente de ceux de l'armure Cr22, d'où le colmatage différent. Par ailleurs, l'armure Sat8 présente peu d'entrecroisements (facteur CFF 0,5) par rapport aux autres. Les fils sont donc moins tendus et prennent plus d'espace au sein du tissu, ce qui induit également des pores P2 de largeur différente par rapport aux P2 du tissu Cr22.



**Figure IV-22 Structure du pore 2 dans des différentes armures (croisé, sergé et satin)**

Le faible colmatage de l'échantillon Sat8 est également lié à la présence des pores 4 (50%), qui sont des pores très déformables et donc facilement traversés par des fines particules P20 sous l'effet de la pression, ce qui réduit le colmatage.



**Figure IV-23 Influence de la perméabilité à l'air sur le colmatage mesuré à 1 bar des tissus ayant filtré à 1 bar**

#### IV.2.3.2. Conclusion:

Avec les dispersions de PMMA calibrées, le temps de filtration et la formation du gâteau dépendent du médium filtrant. Les pores P3 et les pores P2 sont colmatés par les particules P20, la formation du gâteau se fait donc au niveau de ces pores en premier. Les pores 1 sont moins

colmatés par les particules P20 et P40 que les pores 2. Les pores P4 sont peu colmatés par les deux types de particules étant donné que les fils dans ces pores sont détendus et donc le pore est recouvert de filaments. Les particules sont donc déposées sur les filaments et par conséquent ne rentrent pas dans les pores inter-fils. Le gâteau se forme ainsi rapidement avec les deux types de particules.

Selon les résultats, la dimension des pores du même type n'est pas la même dans toutes les armures et dépend du nombre d'entrecroisement entre les fils de chaîne et de trame dans le tissu traduit par le facteur CFF. Il est donc important de considérer ce paramètre dans l'analyse de l'influence de l'armure sur les performances en filtration.

Les résistances spécifiques des gâteaux de filtration ont été mesurées en utilisant la méthode de Ruth. Ces résistances ont varié selon le média filtrant utilisé. Nous pouvons attribuer cette disparité au colmatage des média filtrants. En effet, le colmatage en profondeur résulte de la formation des premières couches du gâteau dans le tissu. Le gâteau est donc cohésif avec le filtre, dont les pores sont encrassés, ce qui pourrait augmenter sa résistance spécifique. Par contre, si le dépôt est uniquement en surface, le gâteau est adhésif au tissu et la résistance spécifique du gâteau dépend peu de la résistance du tissu filtrant. Il serait donc judicieux d'étudier l'adhésion des gâteaux à la surface des filtres et mesurer et comparer les résistances spécifiques des gâteaux une fois séparés des tissus. L'étude de la structure des premières couches du gâteau serait également intéressante. La Figure IV-24 schématise les deux modes de formation de gâteau.

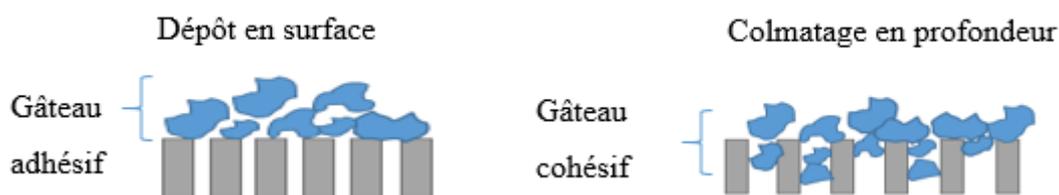


Figure IV-24 La structure du gâteau de filtration selon le type de colmatage

### IV.3. Conclusion :

Les performances en filtration de suspensions modèles ont été comparées à la structure des tissus filtrants utilisés. Selon nos résultats, les propriétés des tissus ayant un impact sur les

propriétés filtrantes sont la structure des fils, la densité, la dimension ainsi que la structure des pores. La cinétique de filtration ainsi que la qualité du gâteau sont donc différentes et dépendent de la structure du médium filtrant. L'armure du tissu a un effet considérable sur le colmatage et donc sur la formation et la structure du gâteau. Par ailleurs, la structure des fils influe sur les cinétiques de la filtration ainsi que la qualité du filtrat. Dans le chapitre suivant, nous allons étudier l'influence de ces paramètres sur l'égouttage du lait caillé. Les phénomènes de colmatage seront également analysés et comparés à ceux des suspensions modèles.

**Références Bibliographiques:**

A. Rushton, S. W. Anthony, and G. H. Richard. *Solid-liquid filtration and separation technology*, 1996

J. Seok, K.M Chun, S. Song, S.Lee, "Study on the filtration behavior of a metal fiber filter as a function of filter pore size and fiber diameter". *Journal of Aerosol Science* (2015): 47-61.

## Chapitre V : Etude de la fonction filtrante : Egouttage du lait caillé

### V.1. Bibliographie :

#### V.1.1 Structure du lait :

Comme évoqué dans le chapitre I, le lait est constitué d'une phase aqueuse, d'une phase micellaire et de la matière grasse.

##### V.1.1.1. La phase aqueuse du lait :

La phase aqueuse du lait est composée essentiellement du lactose, de protéines sériques, de minéraux et de microorganisme.

Le lactose, le sucre principal du lait, est un disaccharide de formule chimique  $C_{12}H_{22}O_{11}$ . Les minéraux de la phase aqueuse sont le calcium, sodium, magnésium, potassium, phosphore, citrate et chlorure qui sont répartis dans la phase aqueuse sous forme de sels solubles ou libres (ions) (Pougheon, 2001).

Les protéines sériques sont les protéines solubles du lait. Ces protéines présentent 20% des protéines totales du lait (Sylvie Lortal and Boudier 2011). Dissoutes dans la phase aqueuse, ces protéines n'interviennent pas réellement dans la transformation fromagère du lait. Les principales protéines sériques sont la  $\beta$ -lactoglobuline, la  $\alpha$ -lactalbumine, la Bovine Sérum Albumine ou BSA, les immunoglobulines et les protéoses peptones. Leurs caractéristiques sont présentées dans le Tableau V-1.

Tableau V-1 Les protéines solubles du lait (Cheftel 1982)

	Concentration (g/l)	Nombre d'acides aminés	Masse molaire (Da)
<b><math>\beta</math>lactoglobuline</b>	3	162	18 363
<b><math>\alpha</math>lactalbumine</b>	1,2	123	14 175
<b>Sérum-albumine</b>	0,3	582	66 000
<b>Immunoglobulines</b>	0,5		146 000 à 1 000 000
<b>Protéoses peptones</b>	0,6	28 à 107	moins de 15000

Les microorganismes du lait sont composés de plusieurs types de bactéries et de levures. Les bactéries utiles (lactiques du genre *streptococcus* et *lactobacillus* et *Leuconostocs*) comme les bactéries inutiles et les moisissures (ex *Penicillium*) sont naturellement présentes en grande quantité. Ces deux dernières et une partie des bactéries utiles sont généralement éliminées du lait lors des traitements thermiques. Les levures (*Candida*) et les moisissures sont utiles pour l'affinage du fromage. Les microorganismes du lait ne sont pas pathogènes sauf s'ils viennent de l'extérieur (hygiène) ou de fausses manipulations.

#### V.1.1.2. Structure micellaire :

Les micelles de caséines sont présentes sous forme colloïdale à 95% (Ilboudo, *et al.* 2013) et sont constituées de plusieurs sous micelles (Figure V-1). Une micelle est formée de 92 à 94% de caséines et de 6 à 8 % de fraction minérale (calcium, magnésium, phosphate et citrate). Elle est donc constituée de 63% d'eau et 37% de matière sèche (McMahon and Brown 1984). Selon ( Fox and McSweeney 2003) et (Horne 2009) une micelle pèse environ  $10^6$  à  $10^9$  Da et il en existe environ de  $10^{14}$  à  $10^{16}$  dans un millilitre de lait.

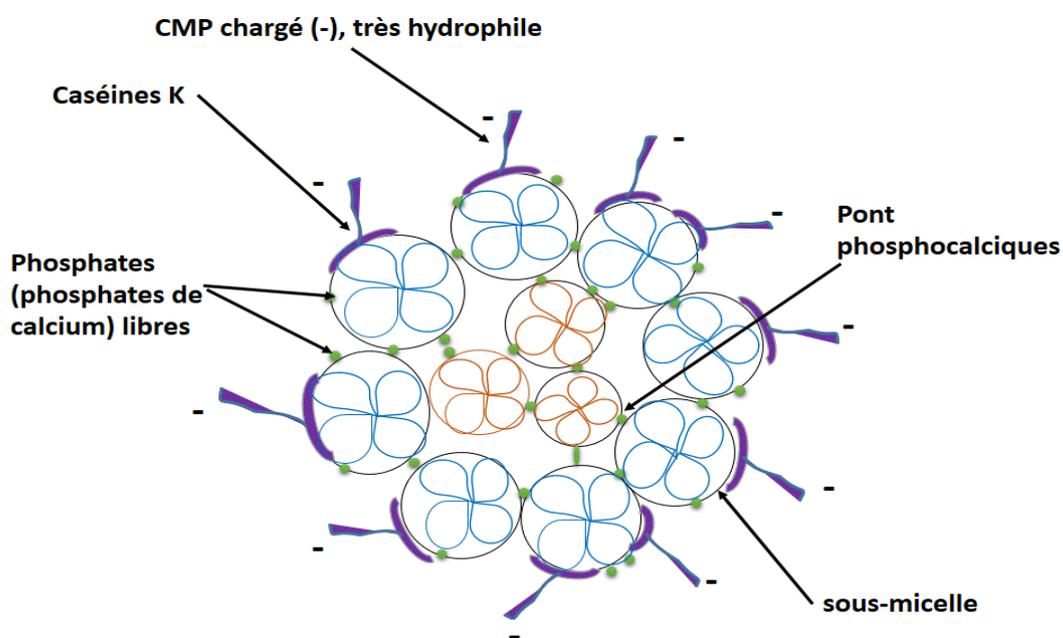


Figure V-1 Structure d'une micelle (De Kruif, 2014)

Une sous micelle est composée de 10 à 100 molécules de caséines (Filion 2006) liées entre elles par des ponts de phosphate de calcium et des liaisons hydrophobes en prédominance (Desobry-Banon 1991). Chaque sous-micelle est composée de 12 à 15 protéines, liées entre elles par des ponts phosphocalciques.

Horne (1998) propose une présentation graphique d'une micelle expliquant l'assemblage des caséines entre elles par les liaisons hydrophobes et avec les ponts phosphates de calcium. Une micelle de caséine est composée de 2 types de sous micelle:

- Sous micelle externe (6 nm de diamètre) qui est majoritairement composée de caséines  $\alpha$  S1 (36% des caséines, 199 résidus d'acide aminé) et  $\alpha$  S2 (10% des caséines totales, 207 résidus d'acide aminé) et de caséines  $\kappa$  (13% des caséines, 169 de résidus d'acide aminé) en périphérie. Ces dernières contiennent des complexes caséino-Macro-Peptidiques ou les CMP qui ont une potentialité électrique négative et qui assurent la stabilité des micelles dans le lait (Fox and McSweeney 2003).
- Sous micelle interne (10 nm de diamètre) qui forment le cœur hydrophobe de la micelle et est majoritairement composée de caséines  $\alpha$  et  $\beta$  (34% des caséines totales, 209 de résidus de d'acide aminé)

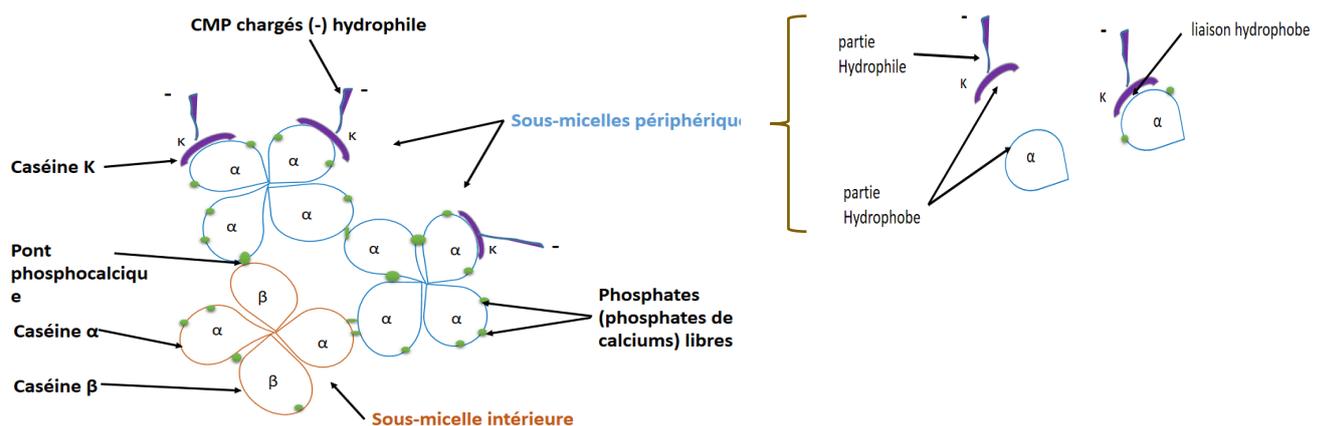


Figure V-2 Structure d'une sous micelle (Horne, 1998)

Les sous micelles sont liées entre elles par des ponts phosphocalciques. Environ 70% des Ca et 42% des phosphates organiques sont liés à la micelle et présents sous forme amorphe ( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) à pH normal du lait (Desobry-Banon 1991). Ils sont en équilibre dans le lait mais leur état peut changer selon la variation du pH. Les phosphates caséiniques sont portées par les serines (acide aminé) d'où la présence des groupements phosphosérines (SerP) dans chaque type de caséine. Le nombre de phosphates n'est pas le même pour chaque type de caséine. La caséine  $\alpha$ S2 est la plus phosphorylée tandis que la caséine K est la moins phosphorylé (Fox and McSweeney 2003). Ce sont ces phosphates qui sont engagés dans les liaisons phosphocalciques, et permettent d'une part de capter les calciums et d'autre part de maintenir la cohésion des micelles de caséine.

### V.1.1.3. La matière grasse :

Les particules de la matière grasse du lait forment une émulsion stabilisée dans la phase aqueuse, sous forme de globules sphériques de 0,1 à 10 micromètres (majoritairement  $< 3 \mu\text{m}$  pour le lait de chèvre). La structure et la composition de ces globules gras ne sont pas homogènes. Un globule gras est composé de triglycérides en fraction majeure (98%) à l'intérieur, et de phospholipides (1%) liés à de vitamines liposolubles (1%) en fraction mineure dans la membrane des globules. Les acides caproïque et caprylique sont des acides gras typiques du lait de chèvre qui sont responsables du goût caractéristique du fromage de chèvre (Zeller 2005).

## V.1.2 Les agents de la coagulation du lait :

### V.1.2.1 Les ferments lactiques utilisés

Les ferments lactiques sont des bactéries lactiques, des contaminants naturels du lait, mais qui y sont présents en faibles quantités. Elles sont utilisées pour l'acidification du lait afin de le transformer en caillé. Elles sont conditionnées sous forme de poudre concentrée, et peuvent être d'origine animale ou végétale.

Les ferments lactiques peuvent être thermophiles (température optimale de 39 à 46 °C) ou mésophiles (température optimale de 18 à 35 °C). Pour fabriquer un caillé lactique, les ferments lactiques doivent être ensemencés avec une concentration de 1 à 3%. Pour se développer, les bactéries ont besoin d'être en quantité suffisante, à température optimale durant le temps de maturation et mises en l'absence d'autres bactéries. Les bactéries sous forme de "coques", homofermentaire et mésophiles (*Streptococcus*) dont le *Streptococcus lactis* ou le *Streptococcus cremoris* sont utilisées pour les fromages à pâte môle ou type lactique (Sozzi 1973).

### V.1.2.2 La présure

La présure est composée de deux types d'enzymes : la chymosine et la pepsine. Elle est sécrétée par la caillette de veau non sevré. Elle a une activité de protéolyse et agit sur les caséines  $\kappa$  pour faire coaguler le lait. Les micelles de caséines sont agglomérées et forment un gel lactique homogène (Zeller 2005). Le temps d'action de la présure varie selon les conditions d'emprésurage : la température, le pH et la dose introduite dans le lait. La présure est

généralement conditionnée sous forme liquide et ajoutée au lait à une concentration variant de 1/10000<sup>ème</sup> à 1/50000<sup>ème</sup> selon le caillé voulu à pur présure ou mixte

V.1.3 Coagulation du lait :

Il existe deux voies de transformation du lait en lait caillé présentées dans la Figure V-3 :

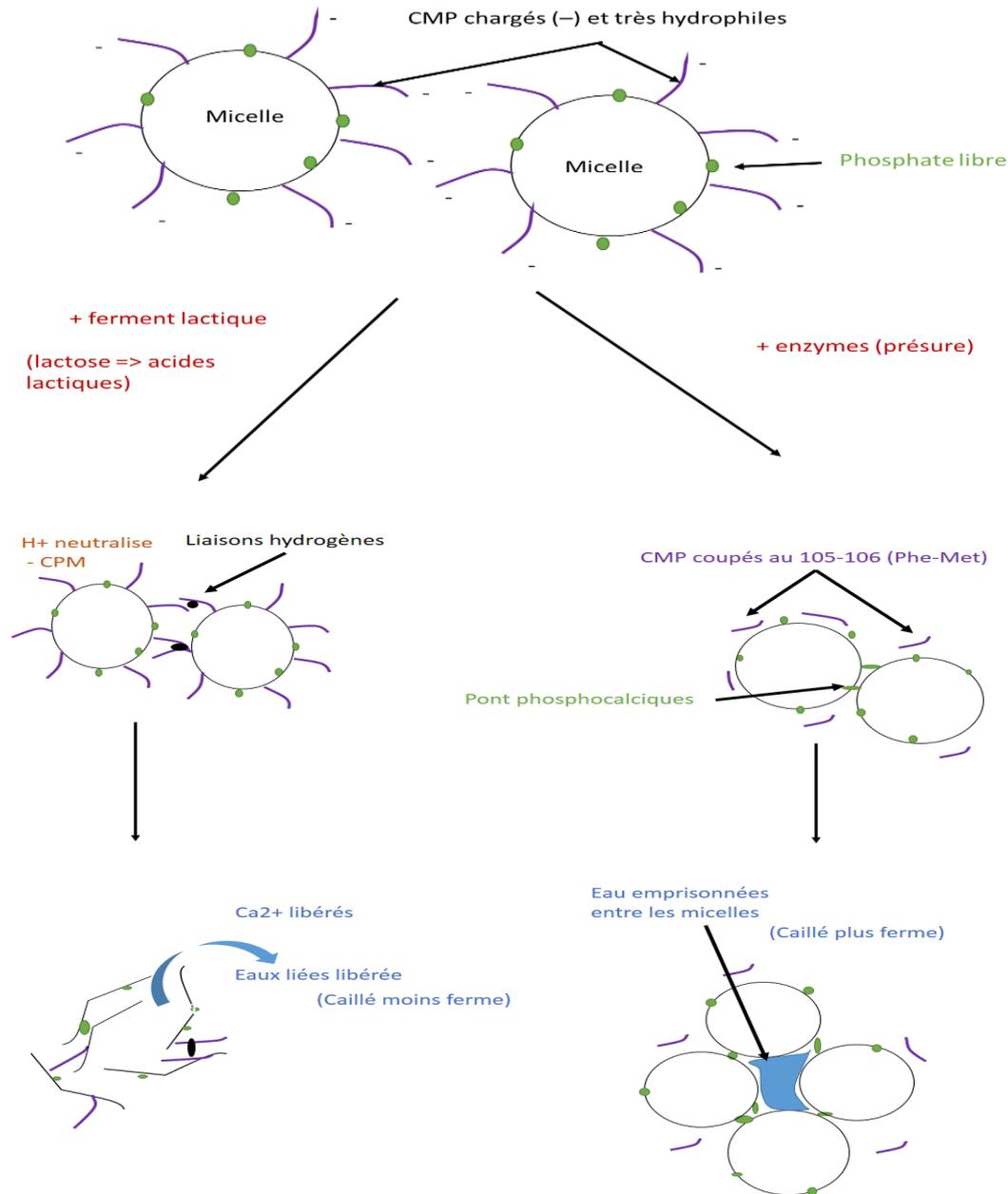


Figure V-3: mécanismes de coagulation du lait : voie lactique (gauche) voie enzymatique (droite)

V.1.3.1. Voie lactique :

La transformation du lait en lait caillé par voie lactique est réalisée à l'aide des bactéries ou les ferments lactiques. Le lactose, le sucre principal du lait est le composé responsable de la

fermentation lactique du lait. En effet, les bactéries lactiques le transforment en acide lactique et en diacétyles, ce qui fait baisser le pH du lait. Les Caséino-macro-peptides ou CMP, qui sont chargés négativement et qui maintiennent la stabilité des micelles dans le lait, sont neutralisés par les ions  $H^+$  de l'acide lactique, ce qui conduit à une diminution des répulsions des micelles de caséines. Ce phénomène se produit entre pH 6,6 à 5,4 et est accompagné d'une solubilisation partielle ou totale du calcium colloïdal (sous la forme de  $CaHPO_4$ ) dans le lactosérum (Desobry-Banon 1991). En effet, les ponts phosphocalciques au sein des sous micelles de caséines sont sensibles aux ions  $H^+$  (Gouedranche, *et al.* 2001). L'eau liée (initialement dans les micelles) part également dans le lactosérum à un pH inférieur à 5.2. A un pHi (pH=4,6, à 20 °C), toutes les micelles de caséines sont désintégrées.

#### V.1.3.2. Voie enzymatique

Le lait à un pH 6,6 est stable grâce à la présence des CMP (chargés négativement) à la surface externe des micelles de caséines. Après ajout de présure dans le lait, celle-ci agit dans le lait en séparant la CMP de la caséine  $\kappa$  au niveau des acides aminés 105-106. Comme les CMP sont très hydrophiles, ils vont se trouver dans la phase aqueuse (sérum) avec les eaux liées et les ions négatifs, alors que la para caséine  $\kappa$  reste liée au reste de la micelle. Il y a alors une diminution de la répulsion entre les micelles de caséines qui deviennent sensibles au Ca. Un phénomène de minéralisation se produit, en effet il y a agrégation des micelles par le phosphate de calcium (ponts phosphocalciques). Quand plus de 80 % des caséines  $\kappa$  sont hydrolysé (Jeantet 2008) le sérum est emprisonné dans les poches de micelles, ainsi le gel a besoin d'être trancher pour évacuer le sérum. Le durcissement du gel favorise la contraction du caillé, après cela l'égouttage est réalisé.

#### V.1.3.3. Coagulation mixte :

La coagulation mixte est la méthode utilisée pour la fabrication de la plupart des fromages. Généralement, les ferments lactiques sont ajoutés au lait en premier afin de baisser le pH. La présure est ensuite ajoutée au pH défini préalablement selon le type de pâte à fabriquer (Vétier, *et al.* 2000). La quantité des bactéries lactiques et des enzymes ainsi que le pH d'emprésurage définissent la structure du caillé final. Ce caillé peut être à tendance lactique ou présure comme le montre Tableau V-2.

Tableau V-2 Différentes technologies de fabrication du caillé

Caillé lactique	Caillé présure
Température d'emprésurage = 20 °C à 25 °C	Température d'emprésurage = 30 °C à 38 °C
Ferments mésophiles à plus de 1,5%	Ferments mésophiles à moins de 0,8% (+0,2% thermophiles)
Dose de présure = 5 à 10 ml / 100 l	Dose de présure = 25 à 35 ml / 100 l ou 30 à 40 ml / 100 l

Pendant la coagulation mixte, deux étapes successives ont lieu : la maturation qui correspond à la voie lactique et la coagulation qui correspond à la voie enzymatique.

Il existe deux voies de maturation :

- Froide et longue : l'inoculation de ferments lactiques mésophiles de 0,5 à 1% est réalisée à basse température (10 à 12 °C) pendant 12 à 24 heures. Le gain d'acidité peut aller de 4 à 8°D<sup>1</sup> pour fabriquer un caillé lactique ou de 1 à 2°D pour un caillé enzymatique.
- Chaude et courte : l'inoculation de ferments lactiques mésophiles et thermophiles selon le cas se fait à haute température (20 à 35 °C) pendant plusieurs minutes (pâte molle) ou plusieurs heures (caillé lactique).

La coagulation ou le caillage est l'étape qui consiste à déstabiliser la dispersion des micelles de caséines par l'ajout de la présure et la formation de plusieurs agglomérats de différentes tailles : les micelles de caséines forment des agrégats et emprisonnent les matières grasses. Pendant cette étape, le lait se transforme en gel (Gouedranche, *et al.* 2001). Le temps de coagulation total est décomposé en :

- *Temps de prise* : temps à partir duquel le lait floccule. Cette durée dépend de l'acidité et la composition du lait, la température et la dose de présure.
- *Temps de durcissement* : temps durant lequel le caillé fortifie ses liaisons et devient ferme.

#### V.1.4 Le lait déshydraté

Le lait en poudre commercialisé est fabriqué par deux procédés différents : séchage par atomisation ou séchage sur cylindre. Actuellement c'est le séchage par atomisation qui est le

<sup>1</sup> Degré Dornic : unité de mesure de l'acidité du lait

plus utilisé. Cette transformation provoque une altération des qualités nutritionnelles du lait notamment par la dénaturation des protéines.

#### V.1.4.1. Caractéristiques de la poudre de lait

Les paramètres de séchage et de la matière première contrôlent les caractéristiques du lait en poudre: l'extrait sec ainsi que les compositions biochimiques, microbiologiques et physiques (masse volumique, granulométrie, solubilité, dispersibilité, mouillabilité, hygroscopicité,...) (Schuck 2011).

Une poudre de lait entier présente alors les caractéristiques suivantes :

**Tableau V-3 : Caractéristiques d'une poudre de lait entier**

	<b>Pourcentage (%) (Singh 2007)</b>	<b>Pourcentage (%) (Codex 1999)</b>
<b>Matière grasse</b>	26,8%	Minimale 26% et inférieure à 42% (m/m)
<b>Protéine</b>	25%	34% (dans ESD)
<b>Lactose</b>	39,1%	Non précisé
<b>Minéraux (centre)</b>	5,8%	Non précisé
<b>Humidité</b>	3,3%	5% (m/m)

Afin de caractériser l'altération de la qualité du lait pendant le procédé de séchage, un indice de dénaturation des protéines solubles (WPNI) est calculé. En effet, sous l'effet de la haute température utilisée pour la fabrication du lait en poudre, les protéines peuvent être dénaturées. Une bonne qualité de lait est donc indiquée par un indice WPNI de 9,2 mg d'azote (non dénaturées) par gramme de poudre, soit un WPNI > 6 mg N/ g poudre pour le lait traité à basse température (Schuck 2011).

#### V.1.4.2. Différence des caractéristiques du lait frais et le lait reconstitué

Le lait frais et le lait reconstitué (obtenu à partir de la solubilisation de la poudre de lait) ont des propriétés physico-chimiques et nutritionnelles différentes. La première différence est la turbidité du lait qui peut être remarquée visuellement. Elle est due à la présence de protéines (micelles) dénaturées dans le lait reconstitué. Les micelles de caséines sont également plus grosses dans le lait reconstitué. La différence des constituants, de la dénaturation des protéines et de la structure du lait reconstitué ont des conséquences sur sa transformation, comme présentées dans le Tableau V-4.

Tableau V-4 Différence entre lait frais et lait reconstitué (Martin, Williams, and Dunstan 2007)

Propriété	Lait écrémé frais	Lait écrémé reconstitué
Turbidité	faible	élevée
Taille micelle caséine	Plus petit	Plus grand (protéines solubles + minéraux)
Coagulation à présure	rapide	Lente (calcium sérique)
Gel de présure	Moins ferme	Plus ferme (collage des protéines dénaturées)

## V.2. Partie expérimentale :

### V.2.1 Optimisation de la fabrication du lait caillé

Comme a été expliqué dans le Chapitre I, les caractéristiques du lait frais dépendent de la saison, la race des chèvres ainsi que leur nourriture (Zeller 2005). Il a été démontré par (Guo 2004) que le rendement fromager dépend de la composition chimique du lait de chèvre. Afin d'éviter ces variabilités et assurer une qualité régulière du lait pour tous les essais prévus tout au long du projet, nous avons choisi d'utiliser du lait de chèvre en poudre pour fabriquer du lait caillé. Le caillé obtenu à partir du lait reconstitué est plus collant que celui obtenu à partir du lait frais. La qualité de filtration obtenue dans nos essais est donc sensée être meilleure si nous utilisons du lait frais. La poudre de lait utilisée est une poudre de lait entier de chèvre pasteurisé et déshydraté par atomisation. Ce lait a été fourni par Coquard (Villefranche sur Saône, France). Ses propriétés physico-chimiques sont résumées dans le Tableau V-5.

Tableau V-5 Caractéristiques physico-chimique de la poudre de lait

Composition	99,99% lait de chèvre
Matière grasse	26% ± 1%
Protéines	26% ± 2%
Humidité	< 4%
pH	6,7 ± 0,1

La fabrication du lait caillé s'étale sur deux journées et suit les étapes détaillées ci-dessous. Le caillé obtenu est donc un caillé mixte à tendance lactique utilisé généralement pour la fabrication du fromage de chèvre frais. La structure du caillé est détaillée dans le manuscrit.

#### V.2.1.1 Reconstitution du lait à partir de la poudre

La reconstitution consiste à dissoudre la poudre dans de l'eau distillée afin d'obtenir du lait liquide ayant des caractéristiques proches de celles du lait frais. Après la dissolution du lait en poudre, le mélange doit être conservé au moins 12 heures à 4 °C comme préconisé par le fabricant du lait en poudre. En effet, pendant la reconstitution l'équilibre entre le calcium sérique soluble et le calcium colloïdal (caséinique) est très lentement rétabli (Martin, Williams, and Dunstan 2007). Cette reconstitution est réalisée en deux étapes. Un premier mélange est obtenu par la dissolution de 120g de poudre de lait dans 440 g d'eau à 40 °C ( $\pm 2$  °C). Ce lait concentré est conservé à 4 à 8 °C durant au moins 12 h. Par la suite, une quantité de 440 g d'eau à température ambiante est ajoutée au mélange pour avoir 1 kg de lait, soit un lait final à 12% de matière sèche.

#### V.2.1.2 Maturation

L'objectif de cette étape est d'acidifier le lait par l'ajout des ferments lactiques dont le rôle est de transformer le lactose en acide lactique. Un mélange de bactéries lactiques majoritairement mésophiles « OMEGA » de la marque Coquard a été utilisé. Ce mélange est composé de *Lactococcus lactis* subsp : *lactis*, *cremoris* et biovar *diacetylactis* ainsi que de *Streptococcus thermophilus*, les uniques bactéries thermophiles de ce mélange. La concentration de ces bactéries a été fixée à 0,04 g par 1L de lait. L'incubation est réalisée à 30 °C pendant plus que 5 h dans une étuve (UF 110, memmert). Le pH est fréquemment mesuré pendant cette étape. La fin de la maturation est déterminée par un pH de 6,4 au lieu d'un pH initial du lait de  $6,7 \pm 0,1$ .

#### V.2.1.3 Coagulation

Cette étape, qui suit l'étape de maturation, est entamée lorsque le pH du lait acidifié atteint 6,4. Elle consiste à coaguler le lait par l'action de la présure composée d'enzymes extraites de la caillette de veaux. Ces enzymes vont déstabiliser les micelles du lait et former des agrégats de caséines. La concentration de la présure était fixée à 0,5 ml de présure par un kg de lait. La

coagulation et l'acidification du lait par l'action combinée de bactéries lactiques et d'enzymes continuent pendant environ 18 h à 30 °C ( $\pm 1$ ). Le caillé final atteint un pH de 4,2 ( $\pm 0,02$ ).

#### V.2.1.4 Caractérisation du caillé :

L'obtention du type de caillé voulu est assurée par le contrôle de la température et du pH du lait tout au long des étapes de fabrication. Ces paramètres sont contrôlés avec un pH/Thermo-mètre (HI 9125, Hanna) afin de déterminer le moment de l'emprésurage et de mesurer le pH final obtenu.

#### V.2.2 Mise en place du banc de test d'égouttage

L'égouttage du lait caillé se fait par gravité avec un filtre en tissu permettant de séparer le filtrat (le sérum du lait) et le gâteau (le fromage frais). Afin d'étudier l'influence de la structure du tissu filtrant sur la qualité de filtration du lait, un banc de test d'égouttage a été mis en place.

Dans un premier temps, la filtration du lait caillé a été réalisée dans une poche textile confectionnée à partir du modèle industriel en divisant les dimensions réelles par 10. En revanche, avec ce dispositif, la pression a été trop faible pour discriminer les différents tissus, étant donné que la quantité du caillé filtré est 70 fois moins qu'en industrie. On a obtenu les mêmes cinétiques et efficacités de filtration pour avec tous les tissus filtrant malgré leurs propriétés différentes. Nous avons donc décidé d'améliorer le banc de filtration afin d'assurer une pression filtrante sur la surface des textiles filtrants équivalente à celle en industrie. Cette pression  $P$  (bars) a été calculée à partir de la hauteur des poches industrielles à l'aide de l'Équation V-1.

#### Équation V-1

$$P = \rho \times g \times h$$

Avec  $\rho$  ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ) la masse volumique du caillé,  $g$  ( $9,81 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$ ) la constante gravitationnelle et  $h$  (m) la hauteur du caillé. La pression hydrostatique est de 0,08 bar dans notre cas. Le tissu filtrant a été fixé en bas du tube à l'aide d'un anneau métallique. Il a été démontré précédemment que le diamètre de la cellule n'a pas d'influence sur la siccité instantanée du gâteau (Olivier 2003). Nous avons vérifié cela en faisant dans essais d'égouttage dans deux tubes de 5 cm et 10 cm de diamètre. Les débits d'écoulement par unité de surface ont été similaires avec les deux tubes. Nous avons sélectionné la surface filtrante la plus petite afin de limiter la quantité du caillé filtré. Le nouveau banc de filtration est présenté dans la Figure V-4. La hauteur du tube était de

70 cm et la surface filtrante d'environ 16,6 cm<sup>2</sup> (diamètre intérieur du tube de 4,5 cm). Environ 1,3 kg de caillé est filtrés dans chaque test. La température de la salle a été également contrôlée. En effet, la viscosité du lactosérum dépend de la température, ce qui peut modifier l'écoulement du filtrat. Elle a été fixée entre 25 °C et 26,5 °C pour tous les essais. Chaque filtration a duré 3 heures afin de former un gâteau assez épais.

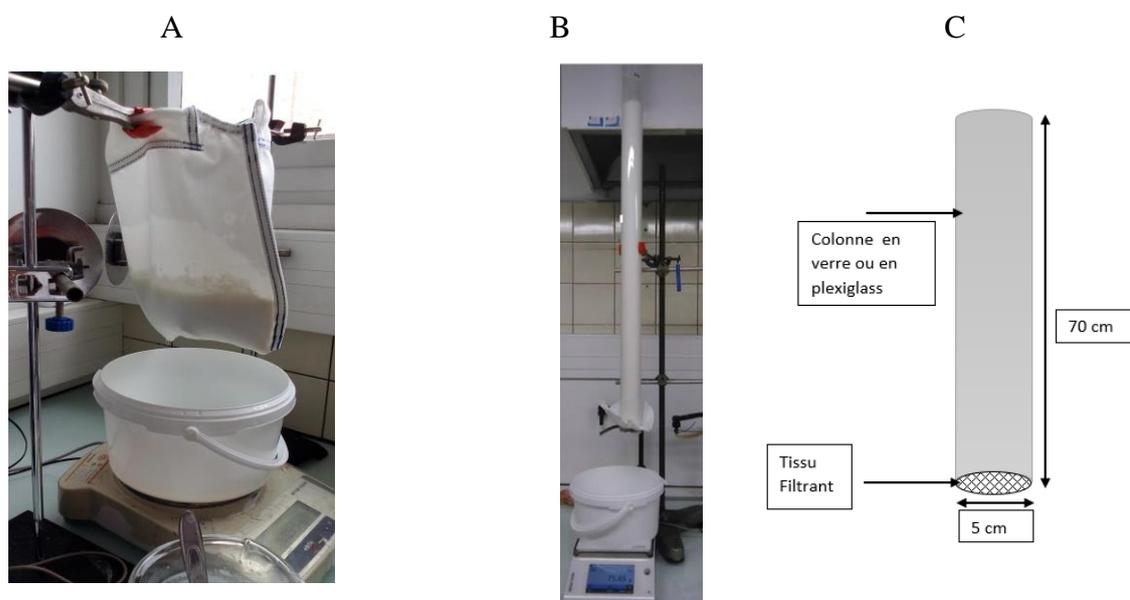


Figure V-4 Banc d'essai pour la filtration du lait caillé, ancien banc (A), banc amélioré (B et C)

### V.2.3 Caractérisation des performances en filtration :

#### V.2.3.1 Les cinétiques de la filtration :

Pendant le test d'égouttage, le lactosérum évacué à travers le tissu filtrant est récupéré dans un récipient sur une balance reliée à un ordinateur. Cette balance enregistre la masse du filtrat recueilli au cours du temps. Une pesée a été prise toutes les deux secondes. On considère que la masse volumique du filtrat est de 1 g.cm<sup>-3</sup>. La courbe du volume du filtrat en fonction du temps est donc tracée.

#### V.2.3.2 Le gâteau de filtration :

A la fin de la filtration, un gâteau est récupéré sur le tissu filtrant. La siccité des premières couches de ce gâteau est calculée. Le gâteau est pesé puis mis dans une étuve à 30 °C pendant une semaine afin d'éliminer toute l'eau présente. En effet, nous n'avons pas pu sécher le gâteau à 105 °C car le caillé brunisse et se dégrade à haute température, ce qui peut induire une baisse de sa masse et une mesure erronée de la siccité.

#### V.2.3.3 Le filtrat :

La concentration du filtrat en agrégats de caséines a été calculée après centrifugation à 6000 tours/min et filtration du culot à travers un papier filtre Watman (diamètre des pores de 0,1 µm) sur un Buchner. La masse d'agrégat a été déduite de la différence entre la masse du filtre sec propre et sa masse avec le retentât après séchage.

#### V.2.3.4 Le colmatage des filtres :

Le colmatage des filtres est caractérisé par les mesures de la perméabilité à l'air avant et après la filtration. Nous avons également essayé d'identifier les composants laitiers qui restent fixés aux fibres après la filtration par des mesures de FTIR. Malheureusement, le spectre FTIR présentait beaucoup de bruits à cause de la porosité et l'hétérogénéité des tissus (Annexe V-1). Il n'était donc pas possible d'analyser ces mesures. Partant de l'hypothèse que le colmatage des filtres est dû en partie à la fixation des protéines laitiers au sein des tissus, nous avons mis en place un protocole permettant de caractériser les protéines laitiers adhérentes aux tissus (Cf V.2.4)

#### V.2.4 Mise en place du protocole de caractérisation du colmatage des tissus par les protéines laitiers

L'adhésion des protéines aux tissus a été analysée par deux méthodes différentes : la colorimétrie (marquage des protéines par un colorant) et Kjeldahl (méthode de référence de dosage des protéines). Ces tests ont été réalisés dans un premier temps sur les tissus qui ont été utilisés en filtration. Puis nous avons décidé de mettre en place un protocole permettant de mettre les protéines laitiers du caillé, les caséines et les BSA (Bovine Sérum Albumine) en contact avec les tissus sans passer par l'étape de la filtration afin de réduire la durée de l'expérience et pouvoir tester plus d'échantillons. La désorption des protéines des tissus a été également étudiée. Un protocole de lavage a été donc mis en place.

##### V.2.4.1 Préparation des tissus :

###### a. Fixation des protéines sur les tissus

Les tissus ont été immergés dans des solutions différentes de protéines laitiers afin que celles-ci puissent être fixées sur chaque échantillon. A chaque fois, 1 g de tissu a été trempé dans 50 g de solution pendant 1 heure. Cette fixation a été réalisée à une température fixe de 30 °C afin de garder les mêmes conditions d'adsorption pour tous les échantillons. Une étuve a été donc

utilisée pour cet effet. Nous avons commencé par immerger les tissus dans du lait et du lait caillé. Les différentes protéines du lait peuvent ainsi se fixer sur les tissus. Par la suite, nous avons utilisé des protéines laitières séparées, la BSA et la caséine. Nous avons choisi ces protéines afin de déterminer si le colmatage est dû aux caséines ou aux protéines solubles. Les BSA font partie des protéines solubles les plus utilisées dans les études du colmatage par le lait (Corbatón-Báguena, Álvarez-Blanco, and Vincent-Vela 2014) (Platt and Nyström 2007). L'adhésion de ces protéines aux tissus a été testée à deux pH différents : pH acide (un pH de 2) et pH basique (un pH de 12). Pour acidifier et alcaliniser les solutions de protéines, nous avons utilisé de l'acide formique et de la soude respectivement. Les concentrations de ces protéines dans le lait frais ont été respectées à savoir 27 g/l et 10 g/l respectivement.

b. Caractérisation de l'adhésion :

Les tissus filtrant sont lavés après chaque cycle de filtration. Les tissus ont donc subi plusieurs cycles de lavage avec ou sans lessive dans une machine permettant de fixer la fréquence de rotation ainsi que la température. Les lavages ont été effectués dans 100 ml d'eau distillée ou d'eau distillé et de la lessive, 60 °C pendant 10 minutes à 30 rpm. La lessive utilisée est une lessive commerciale. Les échantillons ont été lavés pendant 1 à 7 cycles. Le premier tissu est retiré après le premier lavage, le deuxième après le deuxième lavage, et ainsi de suite. Dès qu'un tissu est retiré, l'eau de lavage est récupérée pour être analysée. Les tissus sont séchés pendant un à trois jours.

V.2.4.2 Caractérisation des protéines sur une surface textile

a. Mesure des protéines par la méthode Kjeldahl (Norme NF V 04-216) :

C'est la méthode de référence du dosage des protéines du lait, bien qu'elle ne distingue pas l'azote protéique de l'azote non protéique, qui existe en très faible concentration dans le lait. Cette méthode comporte trois étapes : la minéralisation, la distillation et le dosage de l'azote.

Nous avons adapté cette méthode, initialement prévue pour l'analyse des produits laitiers, à la mesure des protéines fixées sur les tissus. L'échantillon textile est minéralisé (chauffé à 450 °C dans de l'acide sulfurique (15 ml) concentré et en présence d'un catalyseur). Quatre heures ont été nécessaires pour minéraliser les tissus au lieu de 2 heures pour les produits laitiers. Durant cette étape l'azote organique est transformé en azote minéral sous forme d'ammoniac (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> SO<sub>4</sub><sup>-</sup>. Le catalyseur permet d'augmenter la température d'ébullition de l'acide sulfurique, de

faciliter la réaction de minéralisation ainsi que le pouvoir oxydant de l'acide sulfurique. Le liquide de minéralisation est alcalisé et distillé : les produits de la réaction sont dilués avec de l'eau distillée et le sulfate d'ammonium est transformé en ammoniac par de la soude concentrée (en excès). L'ammoniac (gaz) est entraîné avec la vapeur d'eau, puis condensé à l'aide d'un réfrigérant et est recueilli dans un bécher d'acide sulfurique (50 ml exacte à 0,01M). Cette solution est dosée par voie indirecte : l'ammoniac est fixé par l'excès d'acide ( $H_2SO_4$ ) et cet excès est dosé par de la soude en présence de quelques gouttes de phénolphthaléine (indicateur coloré). Le volume de soude versé est relevé au changement de couleur (le virage). La concentration d'azote est calculée en utilisant Équation V-2.

**Équation V-2**

$$n = 2.C_1.V_1 \left(1 - \frac{D}{T}\right)$$

où

$C_1$  : concentration molaire (mol/l) et  $V_1$  volume d'acide avant la distillation (ml)

$D$  : volume de soude utilisé pour l'échantillon (ml)

$T$  : volume de soude utilisé pour le témoin<sup>2</sup> (ml)

$n$  : le nombre de moles d' $H^+$  qui ont réagi sur l'ammoniac (soit le nombre initial moins le nombre de moles final).

b. Analyse par colorimétrie avec le Noir Amido :

i. Le colorant noir amido

Le noir amido est un colorant anionique diazoïque utilisé majoritairement dans la détection des protéines ou des bactéries (Inatomi 2003). Ce colorant est également très utilisé pour déterminer la teneur en protéines du lait (Platt and Nyström 2007).

---

<sup>2</sup> Le témoin est réalisé avec 50mL d'acide sulfurique (0,01M) et quelque goutte de phénolphthaléine qui est dosé directement avec de la soude.

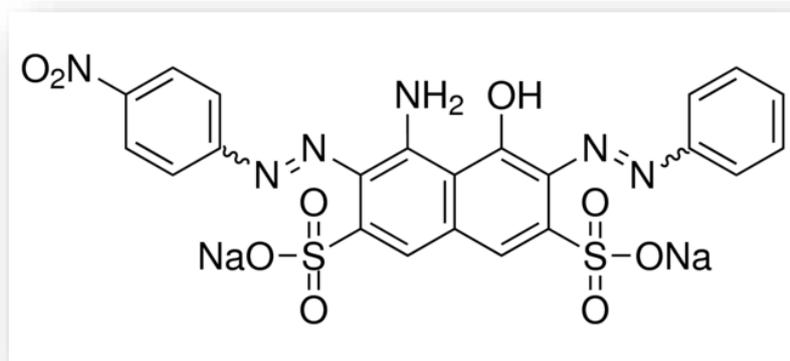


Figure V-5 Formule chimique du colorant noir amido (Sigma Aldrich )

ii. Principe du dosage des protéines par le noir amido : NF V04-216

Le noir amido permet de marquer et de précipiter toutes les protéines lactières. Afin de réaliser le dosage, une solution tampon de colorant doit être réalisée (Annexe V-2).

L'ajout de cette solution en excès à un échantillon contenant des protéines permet de former un complexe insoluble via des liaisons entre les groupements  $\text{SO}_3^-$  du noir amido en solution et les groupements  $\text{NH}_3^+$  des acides aminés des protéines. La fraction azotée non protéique ne fixe pas le colorant. Le mélange colorant/protéines est donc centrifugé à 6000 tr/min. Le culot correspond aux protéines qui ont été précipitées par le colorant. Le surnageant contient donc le colorant en excès qui n'a pas réagi avec les protéines (Figure V-6).

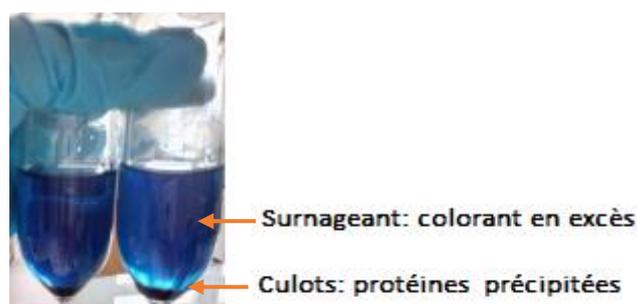


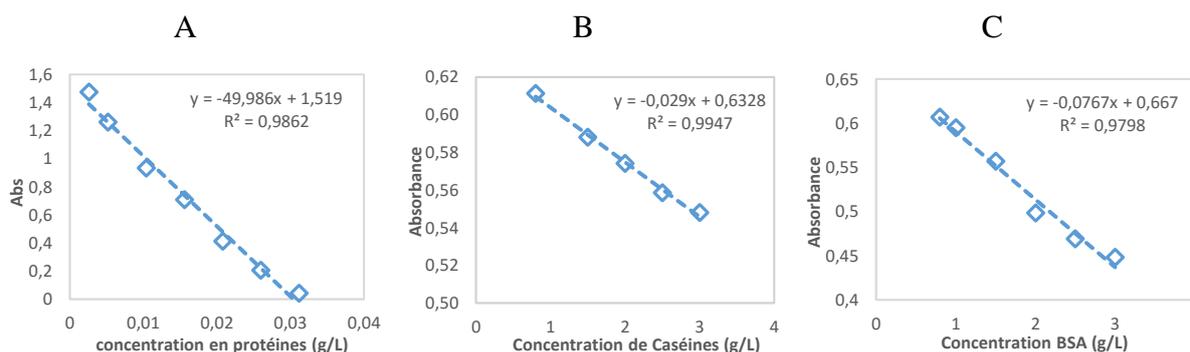
Figure V-6 Exemple de la centrifugation d'une solution contenant des protéines et du colorant noir amido

La concentration du surnageant en colorant est déterminée par la mesure de l'absorbance à 620 nm en utilisant un spectrophotomètre. Cette longueur d'onde est celle de l'absorbance maximale du colorant. Une concentration plus faible en colorant traduit une quantité plus élevée de protéines dans l'échantillon ayant réagi avec le colorant. Ainsi, plus la quantité de protéines est importante, plus la densité optique de surnageant est faible.

## iii. Courbes étalons :

L'absorbance de la solution du noir amido suit bien une loi linéaire avec sa concentration (Annexe V-3).

La Figure V-7 présente les droites d'étalon du lait à différentes concentrations et de plusieurs solutions de caséines (C3400-500 G, Sigma Aldrich) et de BSA (A7906-10G, Sigma Aldrich) à différentes concentrations.



**Figure V-7 Droites d'étalon du lait (A), d'une solution de caséines à un pH 12 et d'une solution de BSA (pH 8)**

Le lait en poudre et la BSA ont été solubilisés dans de l'eau distillée. Les caséines ont été solubilisées dans un mélange d'eau distillée et de soude. Les absorbances du surnageant de ces solutions ayant été précipitées par le colorant ont été mesurées. Les droites d'étalon de ces solutions ont de très bons coefficients de corrélation.

Ce protocole nous permet donc de déterminer la concentration en protéines d'un liquide à partir des absorbances du surnageant.

Il n'existe pas de méthode pour mesurer la quantité de protéine retenue dans une structure textile.

## iv. Caractérisation des tissus

Nous avons adapté la norme NF V04-216 à la mesure de la quantité des protéines sur une surface textile.

Nous avons donc plongé les tissus qui contiennent des protéines dans une solution de noir amido et puis mesuré l'absorbance des eaux de coloration à 620 nm ainsi que celle sur les surfaces des textiles ( $C_{abs}/C_{diff}$ ) sur le spectrophotomètre Spectraflash® SF 600 Plus (Datacolor) (entre 400 nm et 700 nm) (Figure V-8). Le principe de cette méthode consiste à mesurer la réflectance, qui

est la quantité de lumière réfléchie par un tissu pour plusieurs longueurs d'ondes. Cette réflectance dépend de la concentration en colorants dans le tissu (Amirshahi 1994). Selon la théorie de Kubelka-Munk, le rapport ( $C_{abs}/C_{diff}$ ) est proportionnel à la concentration en colorants (Équation V-3) (Kubelka 1931).

Équation V-3

$$\frac{C_{abs}}{C_{diff}} = \frac{[1 - R_f(\lambda)]^2}{2 R_f(\lambda)}$$

Avec :

$R_f$  : réflectance à une longueur d'onde donnée  $\lambda$  (quantité de lumière réfléchie en %).

$C_{abs}$  : coefficient d'absorption de la lumière par le colorant à une longueur d'onde donnée.

$C_{diff}$  : coefficient de diffusion lumineuse du matériau qui dépend du colorant, du diamètre de la fibre et sa matité.

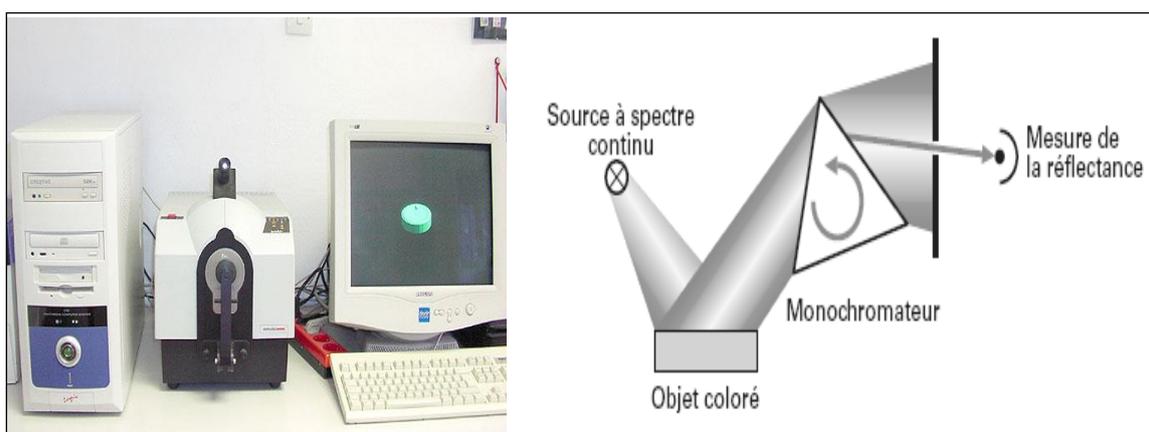


Figure V-8 Spectraflash ® SF 600 plus

Les bains de coloration sont composés de 10 ml d'eau distillée et de 20 ml de la solution tampon préparée précédemment. La coloration est réalisée dans une machine de teinture pendant 10 minutes à 30 °C et avec 30 rpm. Les mesures de  $C_{abs}/C_{diff}$  de la surface des tissus sont réalisées sur des zones différents de l'échantillon avec ou sans agrégats.

#### V.2.4.3 Présentation des échantillons testés

##### a. Structures tissées :

Les tissus utilisés pour cette étude ont des propriétés très différentes. Le paramètre principal testé dans cette étude est la structure du fil. Les tissus sont donc composés de 100% de fils de

fibres, un mélange de filés de fibres et de multifilaments ou de 100% de multifilaments. Deux fibres synthétiques ont été utilisées : le PET et le PA.

b. Désensimage :

L'objectif du désensimage est d'éliminer la résine, dont la formulation peut contenir des huiles et des tensioactifs, qui a été appliquée aux fibres à la sortie de la filière. En effet, l'ensimage modifie les propriétés de surface des tissus en termes d'hydrophilie/hydrophobie. L'angle de contact est d'environ 90° et 70° sur les tissus en polyester et en polyamide respectivement.

Le dispositif utilisé pour cette opération est un Soxhlet qui permet de purifier les produits utilisés. Les tissus sont d'abord rincés avec l'éther de pétrole pendant 4 h, puis rincés à l'éthanol pendant 4 h et enfin rincés à l'eau distillés 3 fois à l'ultrason. Chaque étape est suivie d'un séchage de 12 h minimum. Tous les tissus utilisés pour l'étude de l'adhésion des protéines sont donc des tissus ayant subi un traitement de désensimage.

c. Traitement Hydrophile/Hydrophobe :

Les traitements hydrophiles et hydrophobes ont été réalisés par foulardage sur les tissus de polyester. Pour le traitement hydrophile, le produit utilisé est un copolymère de polyester modifié (Hydroperm SRHA liq, Archroma). Le produit utilisé pour le traitement hydrophobe est une résine fluorée carbonée C6 (Quecophob MPF-S, thor) mélangé avec l'extendeur Gadalan TL1103 (Thor).

L'angle de contact des tissus traités est d'environ 120° pour les tissus traités hydrophobes. La goutte d'eau mouille instantanément la surface du tissu traité hydrophile (angle de contact nul).

## V.3. Résultats :

## V.3.1 Caractéristiques du caillé :

## V.3.1.1 Evolution du pH :

Le pH du lait a été mesuré pendant l'étape de la maturation après l'ajout des ferments lactiques. Comme ces ferments sont majoritairement des bactéries mésophiles, dont la température d'activité optimale est entre 20 et 40 °C, une étude de l'influence de la température sur l'acidification du lait a été menée. Le fournisseur des ferments préconise une température minimale de 20 °C. Nous avons donc étudié la maturation du lait à deux températures différentes : 22 °C et 30 °C (Figure V-9). Le pH initial du lait reconstitué est 6,55. La chute du pH est plus rapide à 30 °C. A cette température, le lait atteint un pH de 6,4 au bout d'une durée entre 3 et 4 heures, alors que cette valeur n'est atteinte qu'à partir de 8 heures à 22 °C. En effet, des bactéries thermophiles, ayant une activité optimale à haute température, sont également présentes dans ces ferments. Par conséquent, nous avons sélectionné la température de 30 °C pour la fabrication du lait caillé afin d'optimiser la durée des essais.

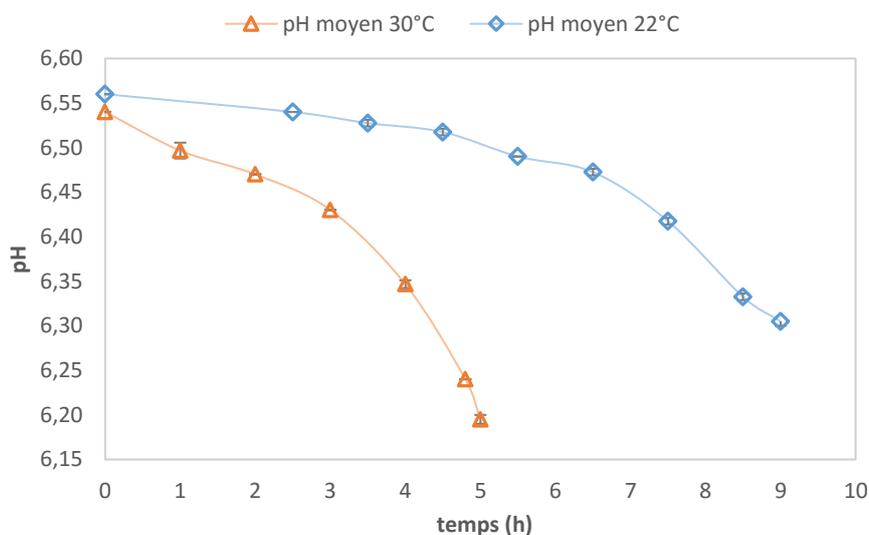


Figure V-9 Courbes de l'acidification du lait à deux températures différentes

## V.3.1.2 Observations microscopiques :

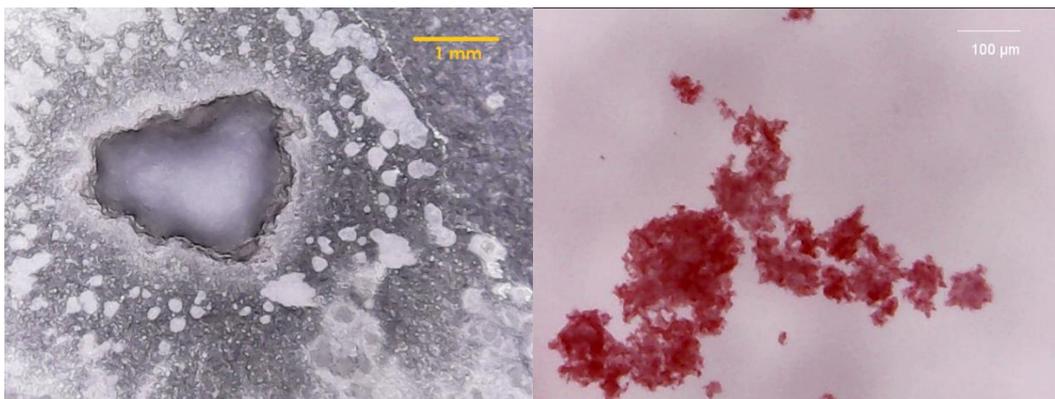
## a. Observations :

Le caillé est une suspension opaque et très chargée (Figure V-10). Une dilution de 1/100 a été nécessaire pour pouvoir distinguer les différentes particules sur les images microscopiques. Cette suspension est composée de particules de tailles très variées (Figure V-11). Le phénomène

de coagulation est très aléatoire, ce qui induit la formation d'agrégats polydispersés. Le mélange du caillé, qui permet de casser le gel compact formé, provoque également la formation de petits morceaux de tailles différentes. En effet, cette étape est très délicate. D'une part, les agrégats doivent être séparés afin de faciliter l'égouttage. D'autre part, le tranchage doit être contrôlé pour ne pas exploser la structure coagulée et garder l'aspect « caillé ».



**Figure V-10** Le lait caillé



**Figure V-11** Les différentes particules dans le lait caillé: images microscopiques

b. Mesures

Le logiciel de traitement d'images Image J a été utilisé pour définir le contour de ces particules et mesurer la surface de ces particules (Figure V-12). La taille de ces agrégats varie d'environ  $50 \mu\text{m}^2$  à plus de  $7 \text{mm}^2$  (Figure V-11).

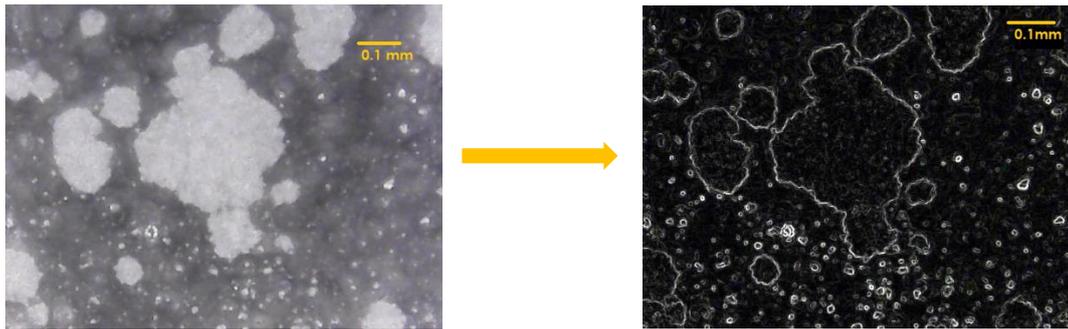


Figure V-12 Traitement des images microscopiques

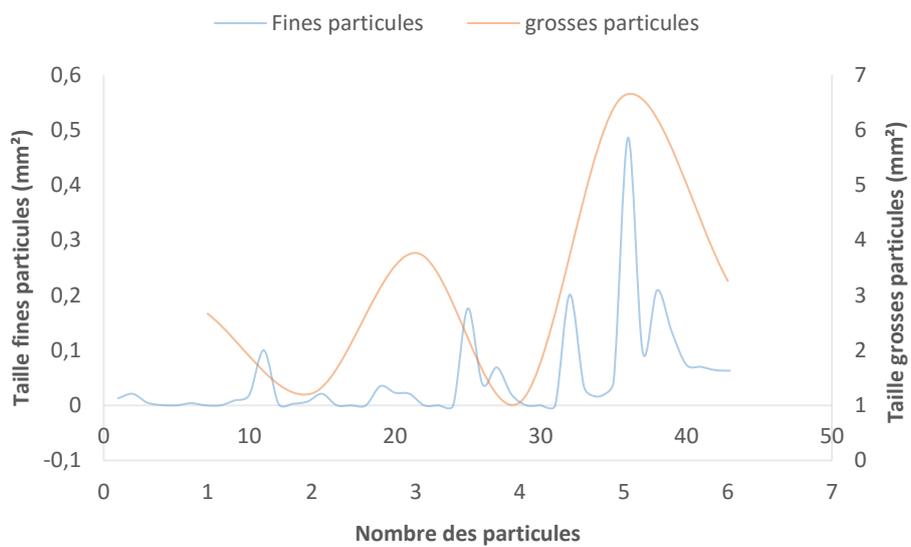


Figure V-13 Mesures des tailles des particules dans le lait caillé

### V.3.2 Egouttage du lait caillé

L'objectif de l'égouttage est de séparer les agrégats des micelles de caséine du lactosérum. Le gâteau de filtration correspond au fromage frais (Figure V-14).



Figure V-14 Lait caillé avant filtration (A) et gâteau de filtration (B)

## V.3.2.1. Filtration du lait reconstitué :

## a. Cinétiques de filtration

La Figure V-15 présente le volume du filtrat en fonction du temps de 4 tissus différents. Ces tissus sont composés du même fil et fait à base de la même armure. La densité des fils de trame est le seul paramètre qui change entre ces tissus (14, 16, 20 et 23 fils par centimètre).

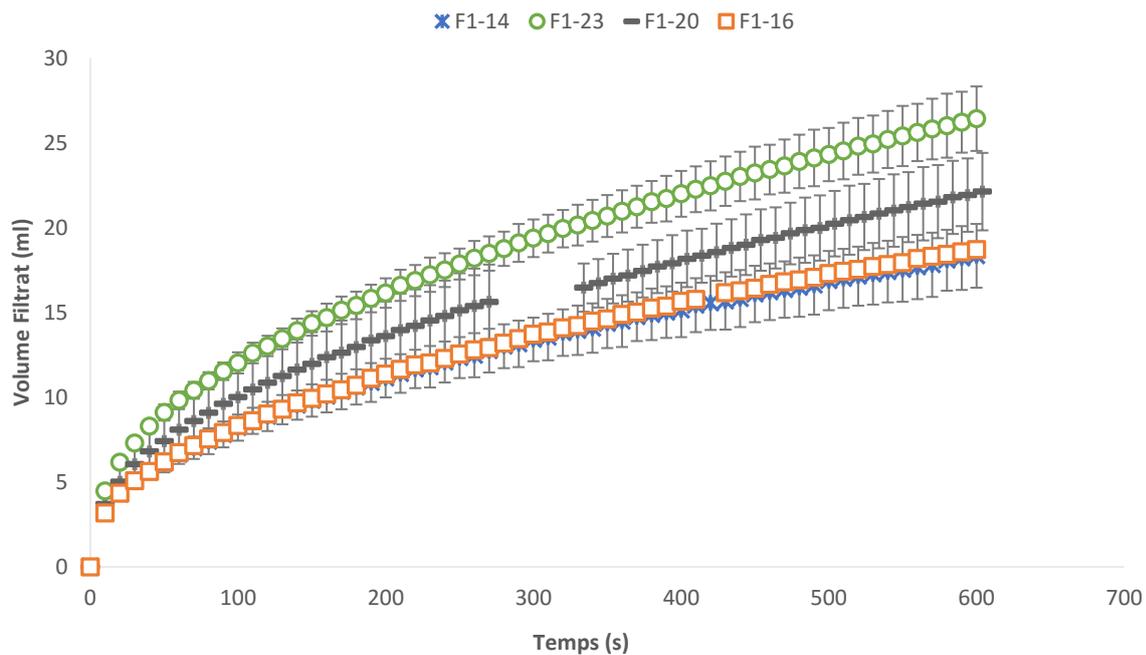
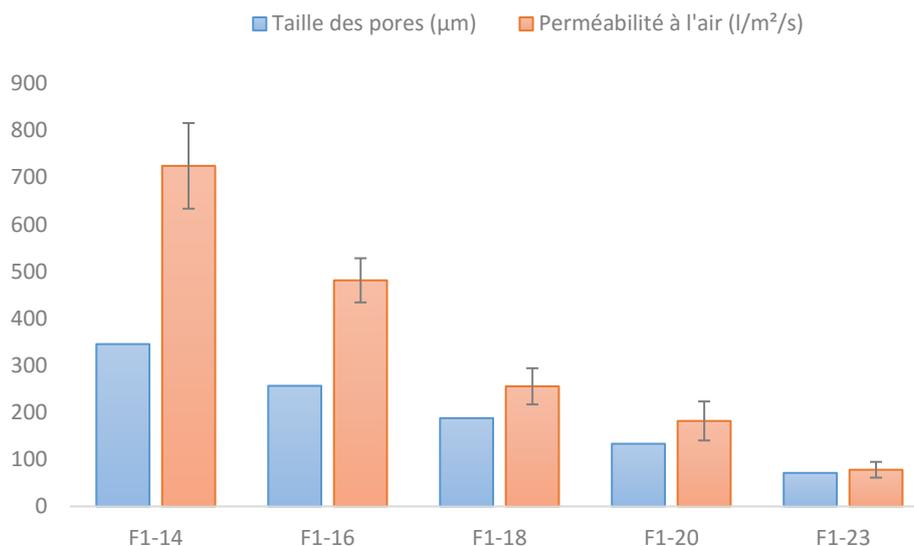


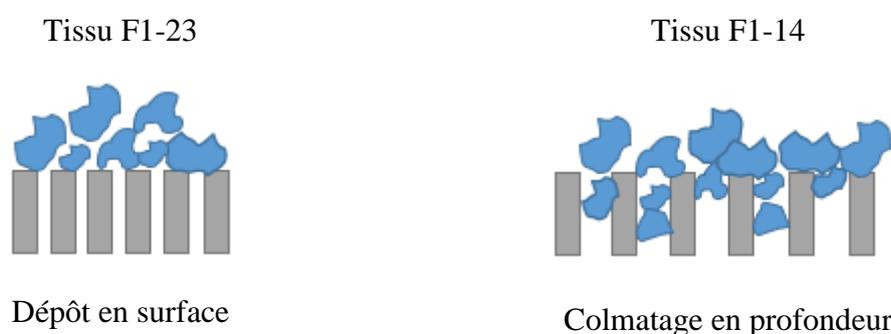
Figure V-15 Courbes de filtration du lait caillé reconstitué

Contrairement aux attentes, les tissus qui présentent les densités de fils les plus élevées et donc les pores les plus fins ont permis d'avoir un débit d'écoulement plus important (F1-23). Le tissu F1-14 a présenté le débit d'écoulement le moins élevé malgré la taille importante des pores et la perméabilité élevée (Figure V-16).



**Figure V-16 Perméabilité à l'air et diamètre de pores moyen des filtres (estimation géométrique)**

Ces résultats peuvent être expliqués par le changement de la structure poreuse des tissus pendant la première phase de la filtration (le colmatage en profondeur). Etant donné que les agglomérats du caillé ont des tailles importantes elles sont bloquées à la surface des tissus ayant des pores fins (Tissu F1-23). Inversement, elles réussissent à pénétrer dans les pores de grande taille (Tissu F1-14). Les deux phénomènes de colmatage sont illustrés dans la Figure V-17.



**Figure V-17 Différents types de colmatage en fonction de la taille des pores**

Le tissu F1-14 voit donc ses pores s'encrasser pendant les premières minutes de la filtration avec les particules du lait caillé, qui sont des particules collantes. L'évacuation du filtrat est ainsi bloquée, réduisant le débit de l'écoulement.

#### b. Propriétés du gâteau

Etant donné que la filtration n'est pas terminée, le gâteau reste humide dans tous les cas. Il est donc difficile de comparer la teneur en eau des différents gâteaux. Néanmoins, nous avons mesuré la siccité des premières couches du gâteau après avoir enlevé la partie supérieure

souvent très humide et mélangée avec du caillé non filtré (Figure V-18). Les siccités obtenues sont très proches et sont aux alentours de 65%.



Figure V-18 Les gâteaux de filtration

c. Composition du filtrat :

La composition du filtrat a été analysée par le spectre FTIR. Un exemple de ce spectre est présenté dans la Figure V-19.

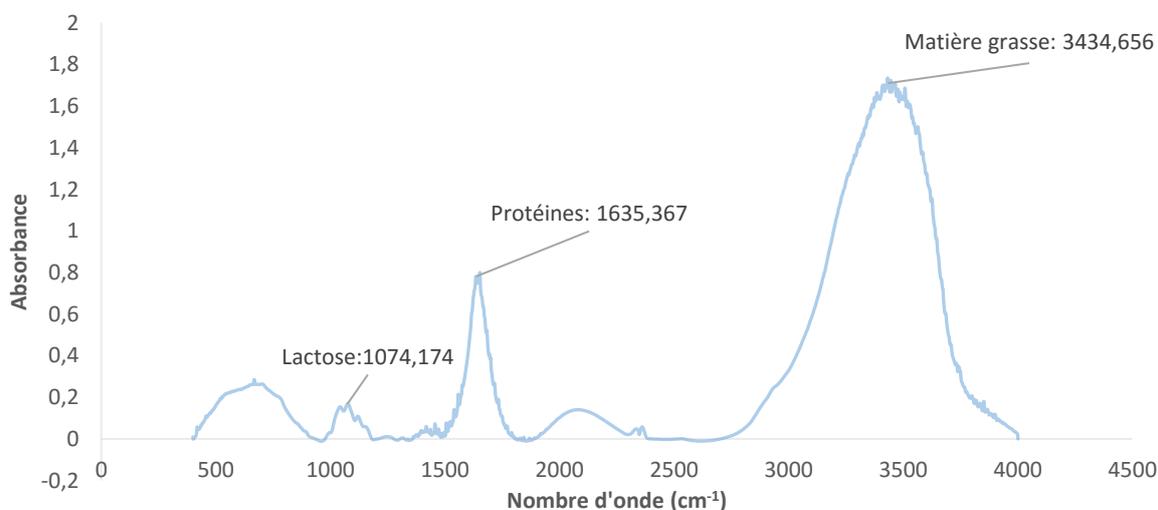


Figure V-19 Spectre FTIR du lactosérum du lait caillé

La Figure V-20 présente les mesures de FTIR de la phase aqueuse des différents filtrats centrifugés issus du même tissu. Nous avons pu identifier tous les composants principaux du lait dans le filtrat après l'égouttage de caillé de lait, et après centrifugation. Le lactose, les matières grasses et les protéines sont présentes. La plus grande absorbance correspond aux protéines. Les absorbances ne sont pas similaires entre les différentes mesures malgré le fait que les filtrations ont été réalisées par quatre échantillons du même tissu. Cette mesure semble

être adaptée pour quantifier de manière fine les composants du filtrat (en utilisant une courbe étalon), néanmoins la caractérisation de pertes de particules fines (agrégats de caséines) est mieux caractérisée par une mesure directe de la concentration avec la méthode décrite en V.2.3.3.

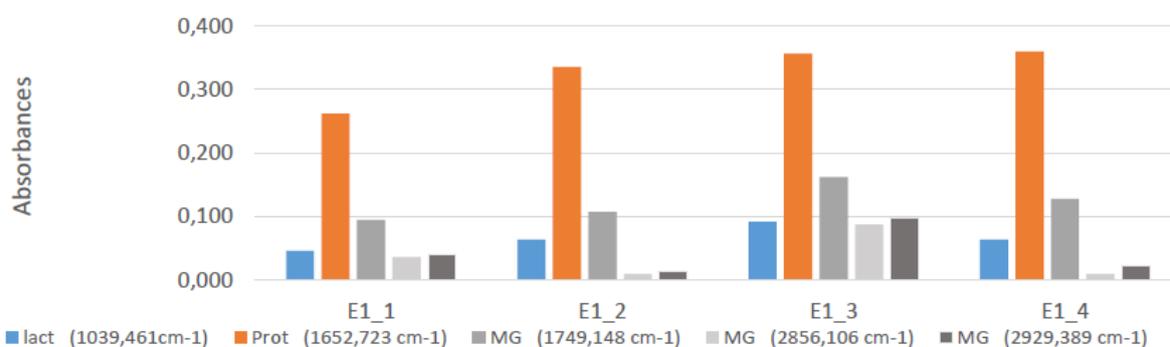


Figure V-20 Mesures des absorbances des pics correspondants à chaque élément du lait

d. Débâtissage des gâteaux :

La Figure V-21 montre l'influence de la structure des fils sur l'adhésion du gâteau de filtration à la surface des tissus à la fin de la filtration. Cette adhésion est beaucoup plus importante si les fils sont fibreux. L'utilisation des fils filamenteux permet donc de mieux décoller le gâteau à la fin de la filtration.



Figure V-21 Débâtissage du gâteau à la fin de la filtration

V.3.2.2. Filtration du lait caillé fermier

L'objectif de cette partie est de s'affranchir des variabilités des conditions climatiques et de la qualité du lait caillé pour la comparaison des performances en égouttage des tissus. Les tissus

ont été testés en même temps en utilisant des bancs de filtration installés parallèlement. Le même caillé a été utilisé pour tous les essais. C'est un lait caillé fermier fourni par une chèvrerie. Nous avons pu ainsi réaliser 12 essais. La température de la salle de filtration était de  $26,5\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2$  et le pH du caillé était à 4,42.

a. Répétabilité

Le banc de test présente une bonne répétabilité si les essais sont réalisés en parallèle comme le montre la Figure V-22. Les deux courbes de filtration par le tissu F1 se superposent.

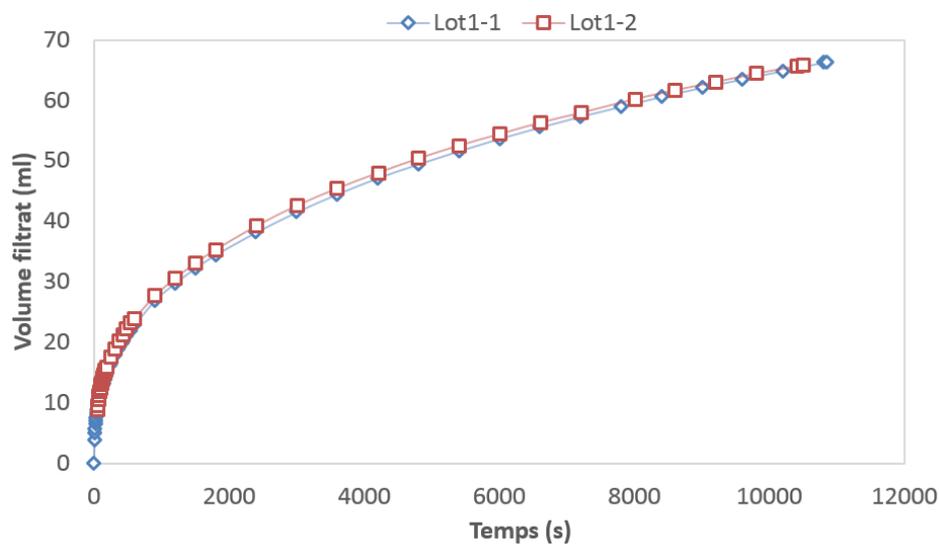


Figure V-22 Courbes de l'égouttage du lait caillé fermier par le tissu F1 du premier lot des tests

b. Cinétiques de l'égouttage :

i. Influence de la taille des pores :

La Figure V-23 présente les cinétiques de filtration de 4 tissus ayant des pores de différentes tailles.

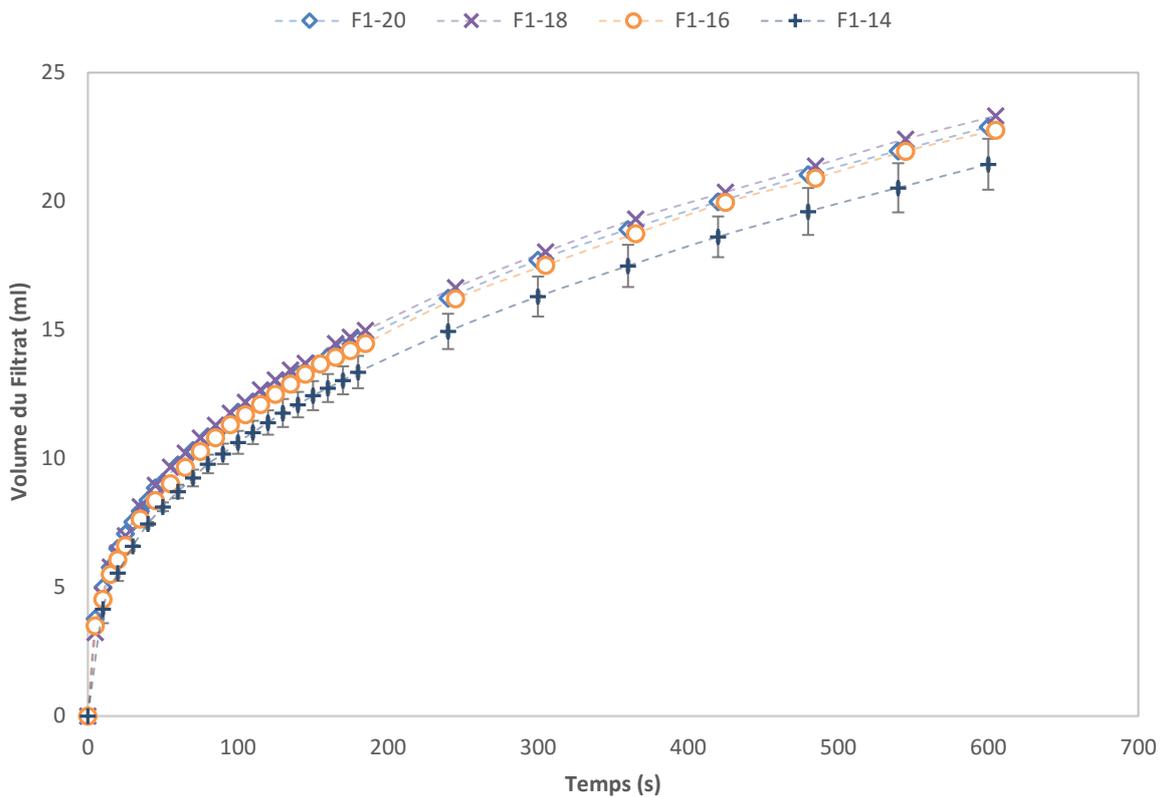


Figure V-23 Volume du filtrat en fonction du temps, filtres à différentes tailles de pores

La même tendance relevée dans la Figure V-15 est retrouvée. L'échantillon F1-14, caractérisé par une faible densité de fils et donc une taille de pore importante, présente un débit de filtration légèrement moins faible que les autres. Sinon, la tendance générale montre que les débits de filtration sont similaires à partir du moment où le gâteau est formé.

ii. Influence de l'armure :

Les tissus F3, F4 et F5 ont des armures différentes. Les débits de filtration sont similaires à partir du moment où le gâteau est formé (Figure V-24).

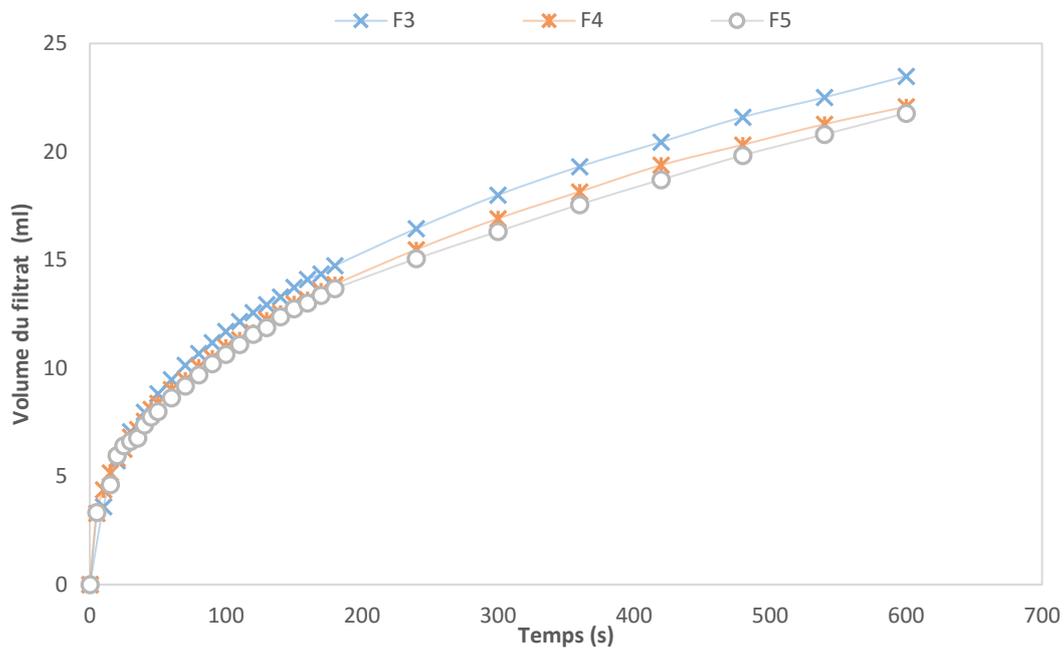


Figure V-24 Volume du filtrat en fonction du temps, filtres à armures différentes

iii. Influence de la structure du fil :

Les échantillons testés F1, F2 et F9 ont la même armure, mais composés de fils fibreux, des multifilaments, et des multifilaments texturés respectivement. Ces tissus ont des densités de pores respectives de 460, 640 et 500 pores par cm<sup>2</sup>. Leurs perméabilités à l'air et largeur des pores sont présentées dans la Figure V-25.

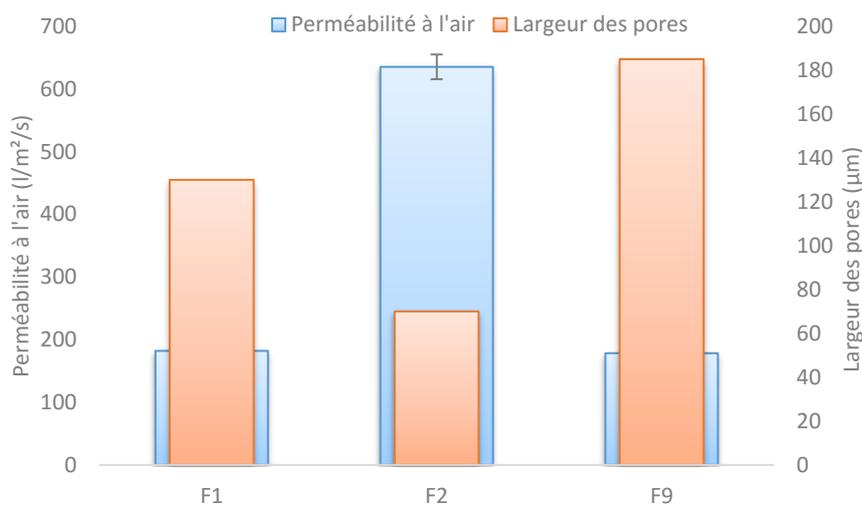


Figure V-25 Perméabilités à l'air et largeur des pores (estimée)

La Figure V-26 présente les cinétiques de filtration de ces échantillons.

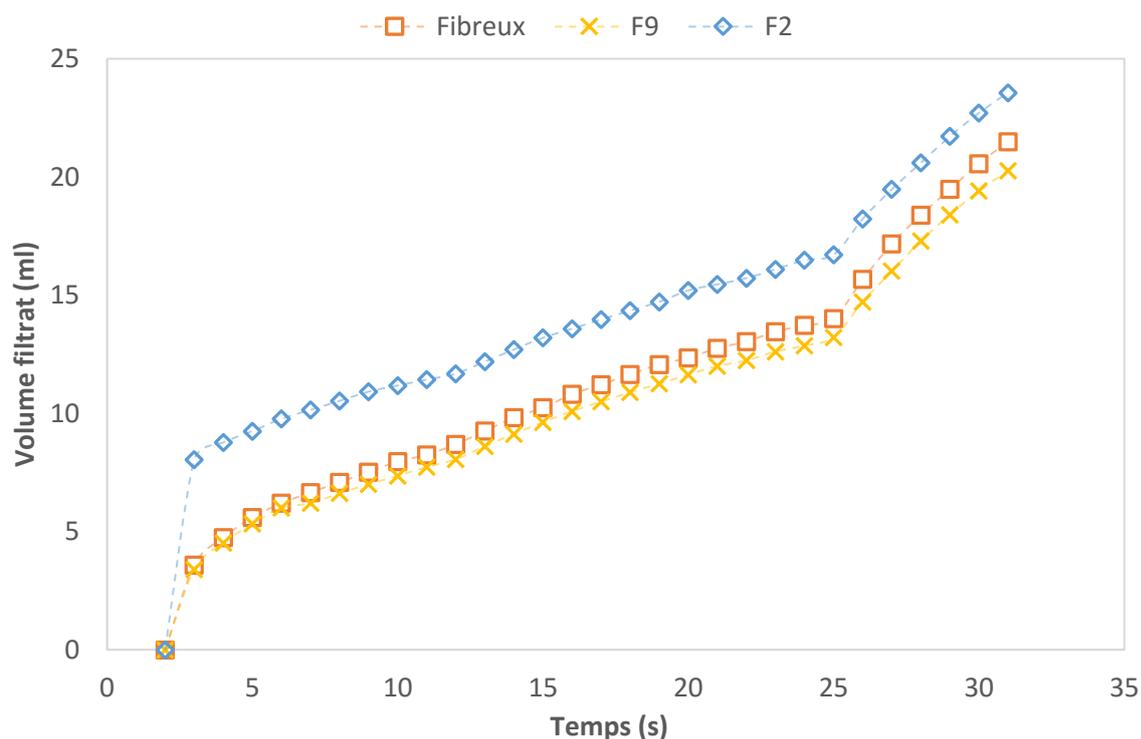


Figure V-26 Cinétiques de filtration de tissus à base de fils de structures différentes

Comme remarqué précédemment, les débits de filtration sont similaires à partir du moment où le gâteau est formé. Le tissu filamentaire texturé F2 présente un débit initial plus élevé que les autres tissus. En effet, cet échantillon présente une perméabilité à l'air élevée grâce à la densité de pores importante par rapport aux autres tissus. Ces pores inter-fils facilitent donc l'évacuation du lactosérum avant la formation du gâteau. De plus, ces fils sont poreux grâce au traitement de texturation qu'ils ont subi. Ces micropores contribuent également à l'évacuation du filtrat. Ce tissu présente également des pores très fins, ce qui pourrait limiter le colmatage et l'encrassement des pores par les particules du caillé.

Le tissu filamentaire F9 est celui qui présente le débit de filtration initial le plus faible.

### c. Analyse des filtrats

La Figure V-27 montre les fractions massiques des particules solides dans les différents filtrats. Ces particules sont les agglomérats de caséines qu'on appelle les fines.

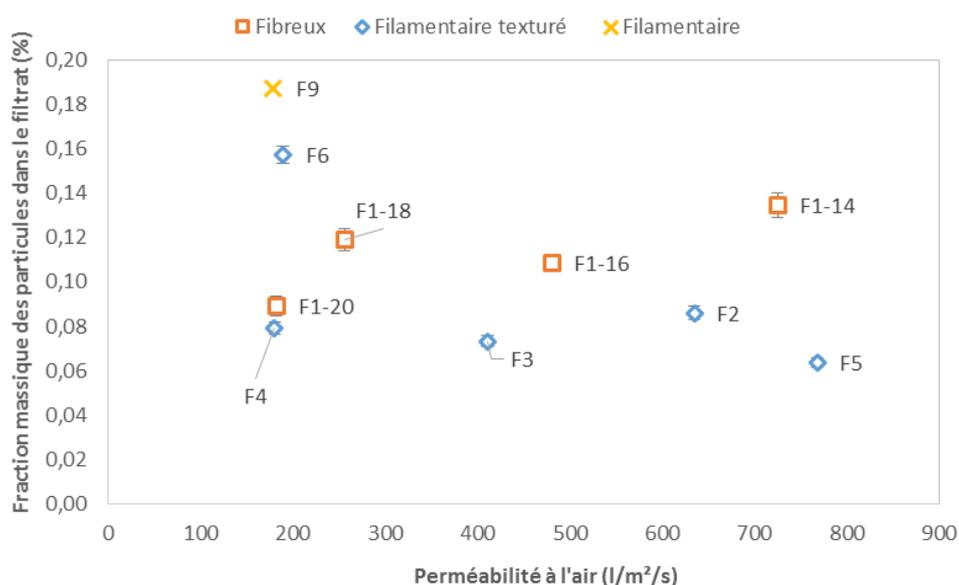


Figure V-27 Concentration du filtrat en particules

Pendant la filtration, la perte des fines est observée pendant la première minute avant la formation du gâteau. Les résultats montrent que généralement les filtrats sont peu riches en fines. Les tissus développés sont donc de bons filtres pour le lait caillé. La concentration des filtrats en fines n'est pas liée à la perméabilité à l'air. Néanmoins, une légère différence est remarquée entre les différents tissus. L'effet le plus évident est celui de la structure des fils. Les tissus filamentaires texturés ont permis d'avoir les filtrats les moins concentrés en fines grâce à leur densité de pores élevée et la fine largeur de ceux-ci (Figure V-25). Le tissu F9 (filamentaire) est celui qui présente la rétention de particules la plus faible.

#### V.3.2.3. Synthèse :

Les différents résultats montrent que les tissus filtrants qui présentent des pores de taille importante voient leur structure changer au cours de l'égouttage à cause du phénomène du colmatage. Ceci est expliqué par les gros agrégats du caillé. Ces agrégats s'incrustent dans les gros pores mais restent à la surface des tissus ayant des pores fins. Le débit initial de filtration est donc légèrement plus élevé lorsque les pores sont fins et nombreux. Les cinétiques de filtrations restent tout de même similaires après la formation du gâteau. Ces dernières ne sont pas liées à l'armure des tissus filtrants d'après ces tests expérimentaux

La concentration du filtrat en particules fines est également moins élevée lorsque les pores sont plus fins. En effet, cette perte a lieu pendant les premières secondes de la filtration et avant la phase du colmatage en profondeur.

Nous avons également constaté que le gâteau de filtration adhère moins à la surface des tissus filamenteux, ce qui faciliterait sa récupération à la fin de la filtration et réduirait la perte de matière.

### V.3.3 Etude de l'adhésion des protéines sur des surfaces textiles:

Cette étude permet d'étudier l'influence de la structure des tissus sur l'adhésion des protéines ainsi que la nettoyabilité des tissus en mesurant cette adhésion après différents cycles de lavage.

#### V.3.3.1 Etude préliminaires :

##### a. Analyse de l'adhésion par la méthode de Kjeldahl :

Les mesures de la quantité de protéines fixées au sein des tissus par la méthode sont présentées dans Tableau V-6 . Tous ces tissus ont été lavés une fois avec de la lessive avant la mesure. Ces échantillons sont présentés plus tard dans le Tableau V-7.

**Tableau V-6 Pourcentage des protéines par rapport au poids du tissu**

	<b>B1-Ds</b>	<b>B2-Ds</b>	<b>B3-Ds</b>
<b>Protéines</b>	<b>Pourcentage de protéines (%)</b>		
BSA-pH 2	0	0,048	0,07
Caséines-pH 2	0,05	0	0
BSA-pH 12	0,03	0	0,08
Caséines-pH 12	0	0	0,04
Lait caillé	0,1	0,21	0,21

Bien que cette méthode soit une mesure quantitative de l'adhésion des protéines, elle n'a pas permis de détecter les protéines présentes en faibles quantités dans le tissu. Les résultats ne sont donc pas concluants. Nous n'utiliserons pas cette méthode pour l'étude de l'adhésion.

##### b. Adhésion par la méthode colorimétrique:

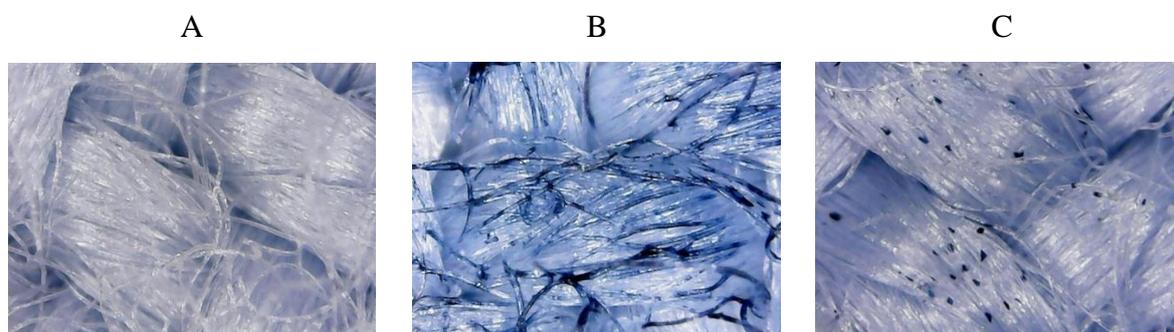
Dans l'objectif de mettre en place un protocole pour le marquage des protéines sur des surfaces textiles, deux échantillons ont été teint avec la solution du colorant noir amido décrite

précédemment. L'échantillon A de la Figure V-28 est l'échantillon de référence propre. L'échantillon B est le même tissu mais qui a été utilisé comme filtre pendant l'égouttage du lait caillé. Celui-ci est beaucoup plus foncé que le premier témoignant de la présence de protéines à la surface du tissu. Le colorant a permis, toutefois, une légère coloration du tissu de référence en polyester. Il faudra donc comparer l'échantillon à tester avec sa référence qui est le même tissu mais propre.



**Figure V-28 Marquage des protéines par le colorant noir amido sur la surface des tissus : avant filtration(1) après filtration (2)**

Les clichés microscopiques présentés dans la Figure V-29 montrent la coloration des protéines fixées sur les fibres par le noir amido sur les images B et C. La photo A est le tissu témoin (qui ne contient pas de protéines) coloré dans les mêmes conditions que les deux autres. Pour celles-ci, les protéines du lait sont beaucoup moins présentes dans le tissu lavé (Figure V-29.C).

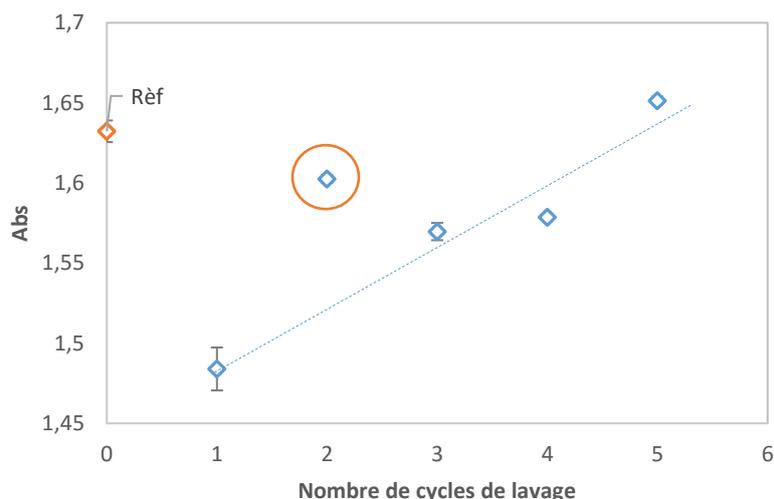


**Figure V-29 Images microscopiques du tissu témoin (A), tissu ayant immergé dans le caillé avant lavage (B) et lavé (C), colorés avec la solution du noir amido**

Nous concluons que cette méthode permet de caractériser les protéines collées aux fibres au sein des tissus quelques soit leurs quantités.

c. Désorption :

L'absorbance du surnageant de l'eau de lavage mélangée avec la solution de noir amido, augmente avec le nombre de cycles de lavage (Figure V-30).



**Figure V-30 Absorbance du surnageant du mélange eaux de lavages/solution du noir amido à 620 nm**

Etant donné que plus l'absorbance est élevée, moins il y a de protéines dans la solution testée, nous pouvons conclure que les lavages des tissus permettent d'éliminer les protéines qui sont accrochées à la surface des fibres. Au cinquième lavage, l'absorbance est similaire à celle de la référence, ce qui signifie qu'il n'y a plus de relargage de protéines à partir de 5 lavages. Néanmoins, un point aberrant est signalé sur le graphique, qui peut être le résultat de l'accrochage des protéines aux parois des récipients de lavage en inox.

V.3.3.2 Etude de l'adhésion des protéines caractérisée avec la méthode colorimétrique:

a. Présentation des échantillons

**Tableau V-7 Propriétés des tissus testés dans cette étude**

Référence	Matériau fibre	Structure des fils	Traitement
B1-HI	PET	Fibreux	Hydrophile
B1-Ds		Fibreux	Désensimage
B2-Ds		fibreux/filamentaire	
B3-Ds		Filamentaire	
C-Ds	PA	Filamentaire	

b. Influence de l'hydrophilie :

Le tissu B1-HI, traité hydrophile, présente moins d'agrégats de protéines fixés à la surface que le tissu simplement désensimé (hydrophobe) au bout de 3 lavages (Figure V-31).

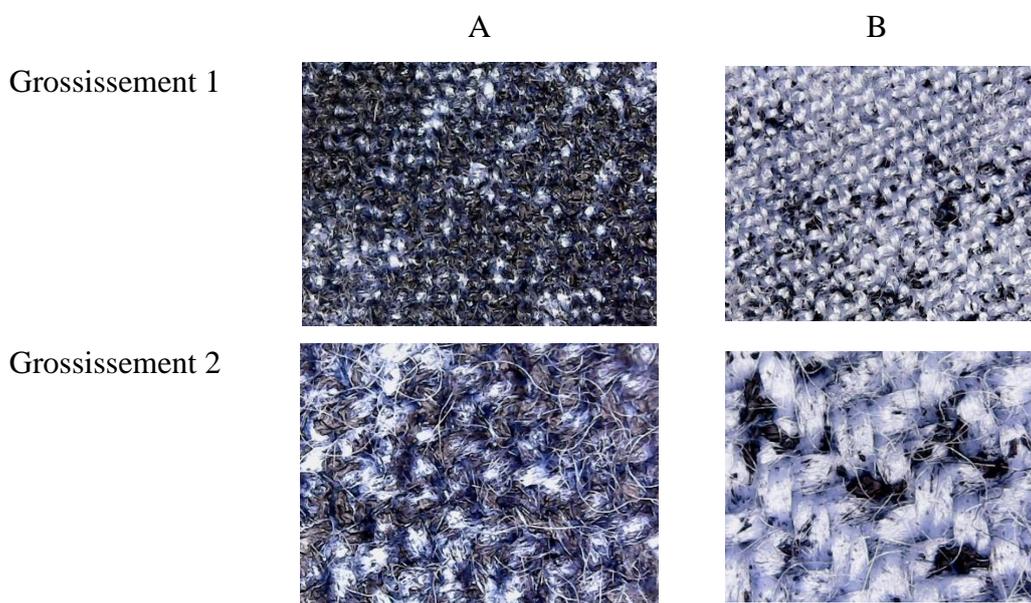


Figure V-31 Marquage des protéines du lait caillé par le noir amido sur le tissu B1-Ds (A) et le tissu B1-HI (B) après 3 lavages

Les mesures du  $C_{abs}/C_{diff}$  des tissus (entre 400 nm et 700 nm) montrent un pic d'absorbance entre 580 nm et 620 nm (Figure V-32).

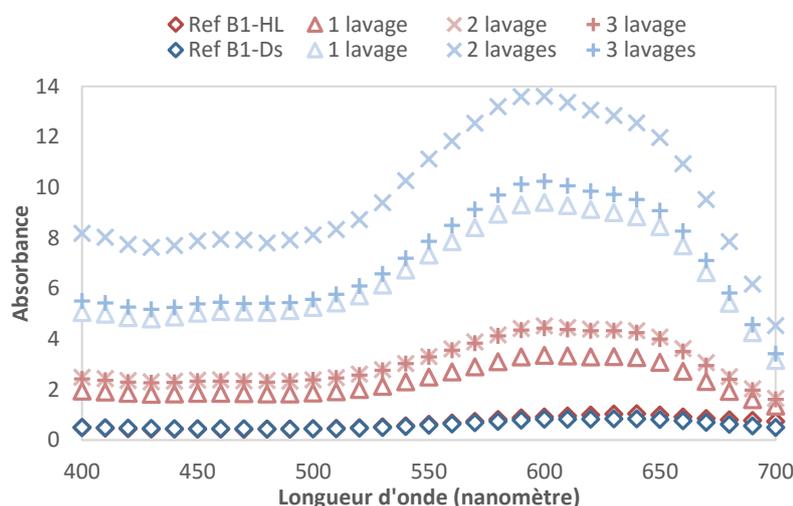


Figure V-32 Absorbances mesurées sur les tissu B1-Ds (bleue) et B1-HI (orange) ayant fixé les protéines du lait caillé et colorés avec la solution du noir amido – Ref correspond aux tissus sans protéines

Ces résultats confirment l'écart de couleur constaté sur les images microscopiques. L'échantillon hydrophobe B1-Ds a une absorbance très élevée comparée à celle de l'échantillon hydrophile. Les protéines adhèrent donc plus sur les tissus hydrophobes.

Notons que la désorption de ces protéines a été réalisée sur des échantillons différents du même tissu. Les résultats obtenus après différents lavages reflètent plus l'hétérogénéité des échantillons que le nombre de lavage.

c. Influence du pH des protéines :

Dans cette partie, l'adhésion des protéines insolubles du lait, les caséines, à deux pH différents est caractérisée. En effet, cette protéine, présente sous forme de micelles dans le lait, change de structure en fonction du pH. A un pH supérieur au point isoélectrique (environ 4,2), ces protéines sont chargées négativement et dispersées dans la phase aqueuse du lait. Néanmoins, les charges négatives des micelles de caséines sont neutralisées par les groupements  $H_3O^+$  à un pH inférieur au point isoélectrique, sous forme des précipités. D'après la Figure V-33, les caséines chargées négativement adhèrent beaucoup moins sur la surface du polyester.

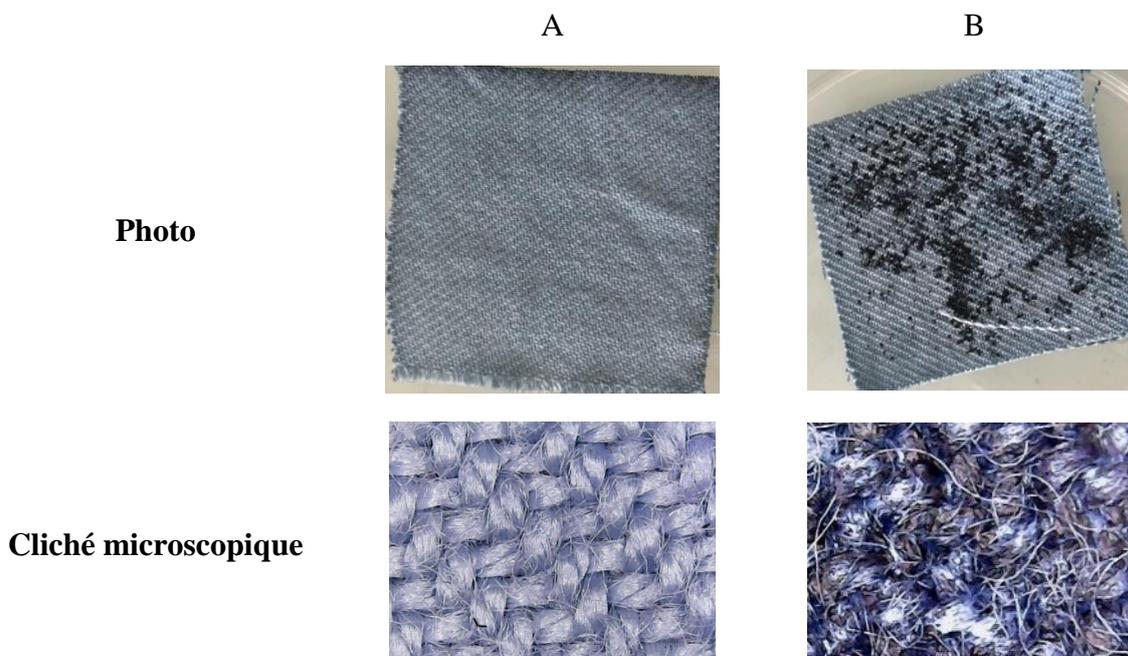


Figure V-33 Marquage des caséines solubles (A) et insolubles (B) par le noir amido sur le tissu B1-Ds après 5 lavages pH 13,6 (A) et pH 4,2 (B)

En effet, le polyester présente un potentiel zéta négatif (-69 mV) à un pH basique (10) (Jacobasch, Bauböck, and Schurz 1985). Il y a donc une répulsion entre les surfaces de la fibre et les micelles de caséines de même charge. A un pH acide, les caséines ne sont plus chargées. Elle adhère donc au polyester grâce à leur hydrophobie.

Ceci se traduit également par un  $C_{abs}/C_{diff}$  faible dans la plage de l'absorbance du colorant (un maximum de  $C_{abs}/C_{diff}$  de 1,6 après un lavage) (Figure V-34.A). Cependant, cette absorbance

maximale est d'environ 2,7 pour les caséines précipités (Figure V-34.B). Au bout de 4 lavages, l'absorbance des tissus ayant été immergés dans des caséines insolubles reste supérieure à ceux immergés dans des caséines solubles (1,7 Vs 1,4).

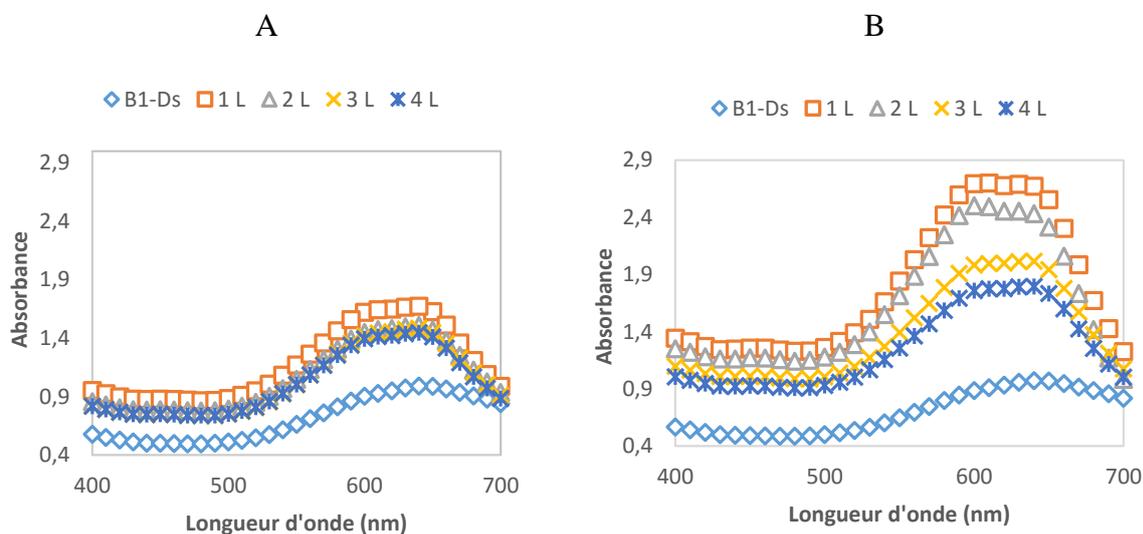


Figure V-34 Absorbances mesurées sur le tissu B1-Ds ayant fixé des caséines à pH 13,6 (A) et pH 4,2 (B), et colorés avec la solution du noir amido

#### d. Influence de la structure du fil

Nous avons comparé l'adhésion des protéines du lait caillé sur quatre tissus ayant des structures de fils différentes B1-Ds, B2-Ds, B3-Ds et C-Ds (Tableau V-7).

Les protéines du lait caillé adhèrent moins sur les tissus à base de fils filamenteux. En effet, d'après les images présentées dans la Figure V-35, les protéines adhèrent plus au tissu 100% fibreux (B1-Ds) qu'au tissu composé d'un mélange de fils fibreux et filamenteux (B2-Ds). Cette adhésion est encore moins importante sur le tissu 100% filamenteux (tissu B3-Ds).

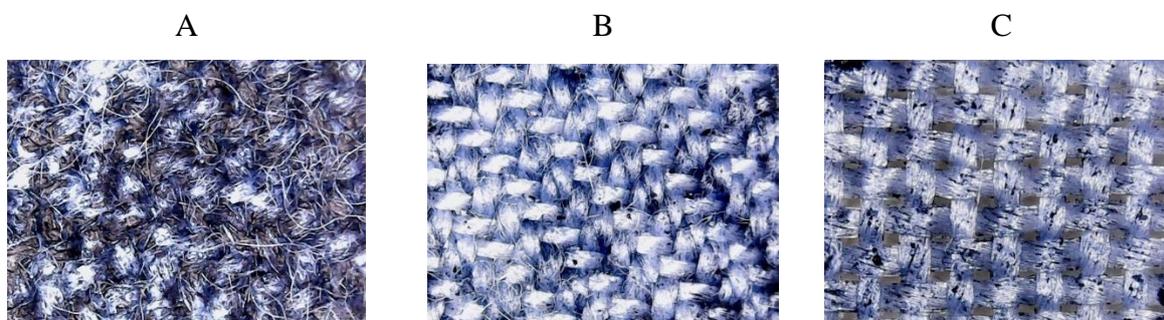


Figure V-35 Marquage des protéines du lait caillé sur B1-Ds (A) et B2-Ds (B) et B3-Ds (C) après 3 cycles de lavages

Les courbes d'absorbance  $C_{abs}/C_{diff}$  de la Figure V-36 montrent que l'absorbance maximale de l'échantillon fibreux est plus élevée que celle de l'échantillon mélange fibreux/filamentaire, respectivement 10,24 et 5,2 au bout de trois lavages.

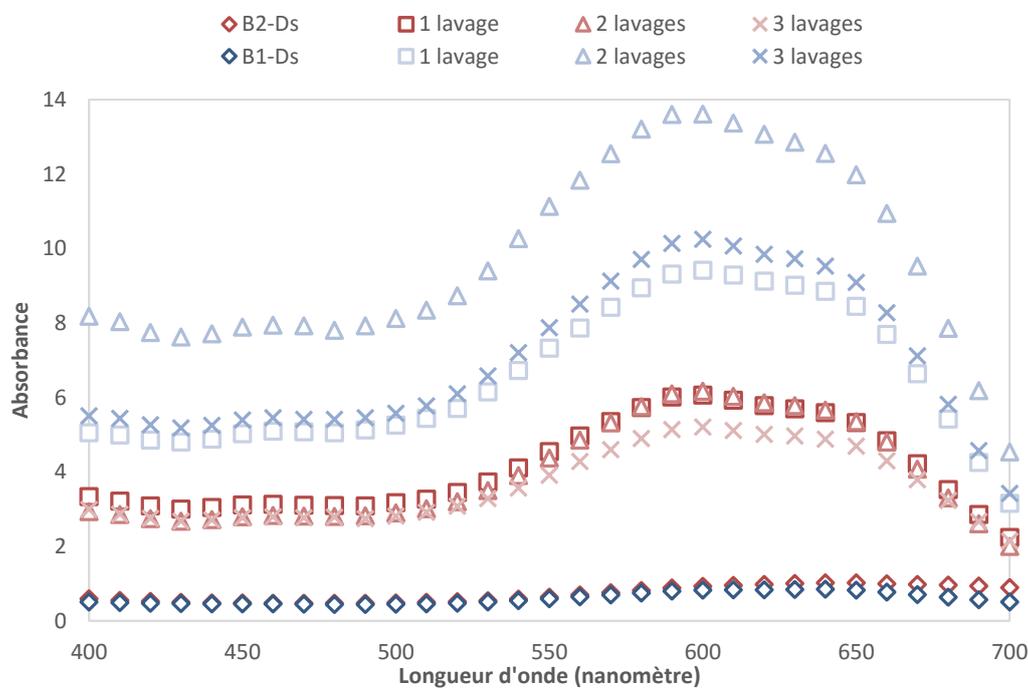


Figure V-36 Mesures des absorbances sur les tissus B1-Ds (bleu) et B2-Ds (rouge) ayant subi jusqu'à 3 cycles de lavage

La Figure V-37 montre l'influence du matériau des fibres. Les protéines adhèrent moins au tissu en PA qu'au tissu en PET.

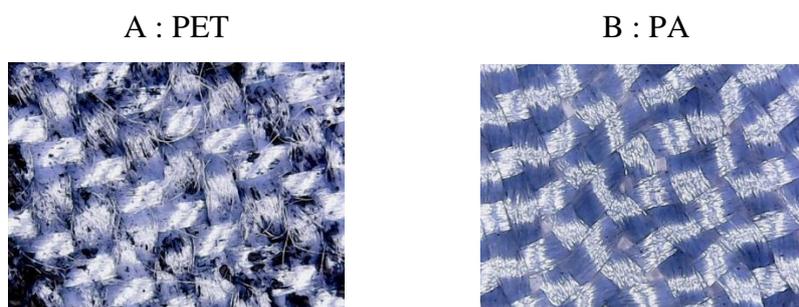


Figure V-37 Marquage des protéines du lait caillé par le noir amido sur le tissu B2-Ds (A) et le tissu C-Ds (B) après 3 lavages

Les courbes d'absorbances  $C_{abs}/C_{ref}$  présentées dans la Figure V-38 montrent que les protéines partent plus facilement du tissu filamentaire à base de polyamide au lavage.

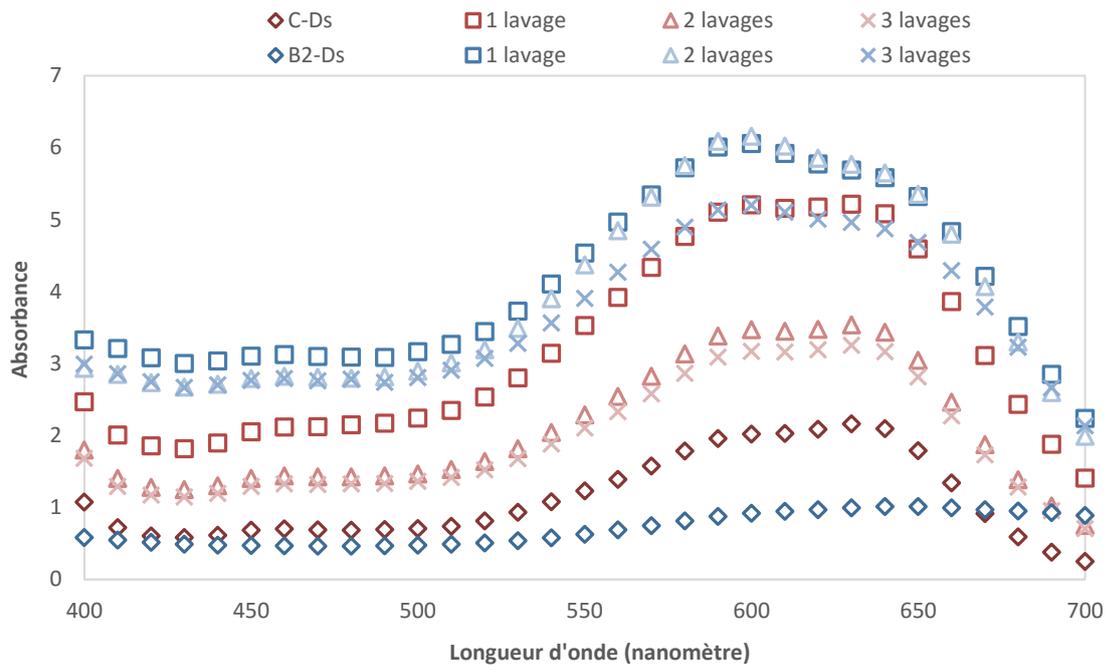
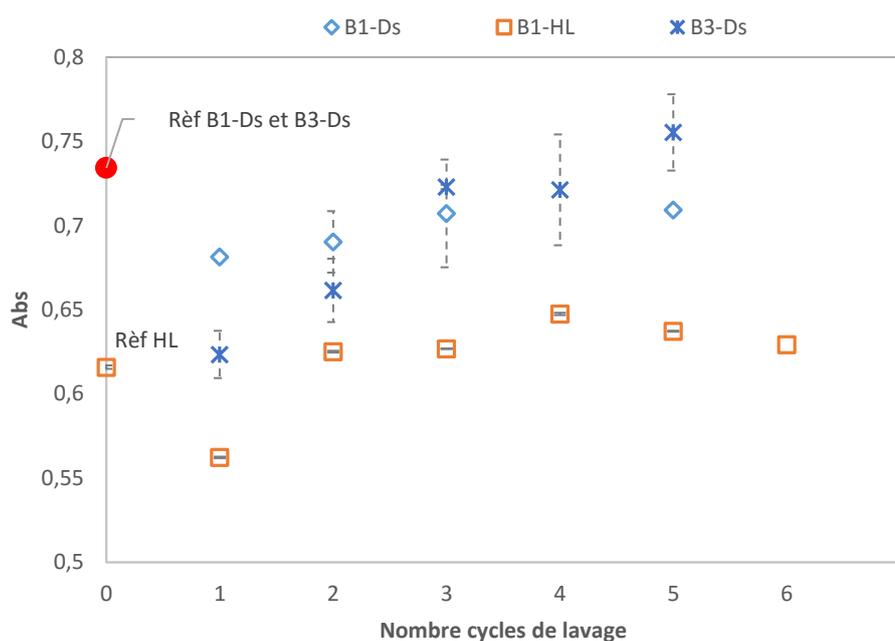


Figure V-38 Mesures des absorbances sur les tissus B2-Ds (bleu) et C-Ds (rouge) ayant subi jusqu'à 3 cycles de lavage

### V.3.3.3 Etude de la désorption :

Les mesures des absorbances du surnageant des solutions de lavages des tissus colmatés avec du caillé mélangées avec de la solution du noir amido et centrifugées sont présentées dans la Figure V-39. Le point rouge correspond à la solution référence dans laquelle les échantillons B1-Ds, B3-Ds propres ont été lavés. La référence de l'échantillon B1-HI est différente et indiquée sur le graphique.



**Figure V-39 Absorbances du surnageant des eaux de lavages mélangées à la solution de noir amido après chaque cycle sur 4 tissus différents (mesures à 620 nm)**

Les résultats montrent que ces absorbances augmentent en fonction du nombre de lavage. Ceci indique qu'il y a moins de protéines qui se détachent des fibres au cours des lavages. Cette désorption est plus rapide sur le tissu hydrophile B1-HL étant donné qu'au bout du deuxième lavage, l'absorbance correspond à celle de la référence. Elle est moins rapide sur l'échantillon filamentaire B3-Ds vu que l'absorbance de la référence n'est atteinte qu'au bout du 5<sup>ème</sup> lavage. Concernant l'échantillon fibreux, l'absorbance de la référence n'est pas atteinte même avec 5 lavages. Cela indique qu'ils restent des protéines sur la surface des fibres même après le 5<sup>ème</sup> lavage.

D'après ces résultats, la désorption des protéines du lait caillé est meilleure sur le tissu hydrophile et le tissu filamentaire. Ceci permet d'avoir un nettoyage plus facile des tissus après la filtration.

#### V.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'influence de la structure des tissus filtrant sur l'égouttage du lait caillé. La cinétique de la filtration ainsi que le colmatage des tissus par des protéines laitières ont été étudiés.

La cinétique de filtration dépend de la structure des tissus seulement pendant la première phase de la filtration avant la formation du gâteau. Une fois le gâteau est formé, les cinétiques sont

similaires même si les structures des filtres sont différentes. Ceci est vraisemblablement lié à la résistance du gâteau élevée comparée aux suspensions minérales étudiées dans le Chapitre V et à la pression 50 fois plus faible.

Les effets les plus observés pendant la phase de la filtration en profondeur sont ceux de la taille des pores et la densité de pores qui sont liées au choix du fil. Avec un fil fin, il est possible de sélectionner des densités de fils élevées et donc d'avoir plus de pores par unité de surface avec une taille plus petite.

Contrairement à la tendance constatée pendant la filtration de la suspension de carbonate de calcium, la formation du gâteau est plus rapide sur les tissus ayant de larges pores. En effet, le lait caillé se caractérise par des agrégats grossiers par rapport à la taille des particules dans la suspension de carbonate de calcium. Lorsque les pores sont petits, ces agrégats sont arrêtés à la surface du tissu évitant ainsi son colmatage. En revanche, les larges pores sont plus susceptibles à être colmatés par les grosses particules, ce qui bloque le drainage du filtrat pendant la première phase de filtration (échantillon F1-3). Ces résultats rejoignent ceux des résistances spécifiques des gâteaux de filtration des suspensions modèles présentés dans le chapitre IV.

Nous avons également mis en place un test basé sur la caractérisation des protéines fixées dans les tissus par une méthode de colorimétrie. Les protéines adhèrent plus sur les tissus à base de fils fibreux et de fibres hydrophobes.

**Références Bibliographiques :**

- Amirshahi, S. H., and M. T. Pailthorpe. "Applying the Kubelka-Munk equation to explain the color of blends prepared from precolored fibers." *Textile research journal* 64.6 (1994): 357-364.
- Cheftel, J. C., and D. Lorient. "Les propriétés fonctionnelles des protéines laitières et leur amélioration." *Le lait* 62.617-620 (1982): 435-483.
- Corbatón-Báguena, María-José, Silvia Álvarez-Blanco, and María-Cinta Vincent-Vela. "Cleaning of ultrafiltration membranes fouled with BSA by means of saline solutions." *Separation and Purification Technology* 125 (2014): 1-10.
- De Kruif, C. G. "The structure of casein micelles: a review of small-angle scattering data." *Journal of Applied Crystallography* 47.5 (2014): 1479-1489.
- Desobry-Banon, Sylvie. "Modification de la structure des micelles de caséine lors de l'acidification par hydrolyse de Glucono-Delta-Lactone". Thèse de doctorat, *Vandoeuvre-les-Nancy, INPL*, 1991.
- Filion, Marie-Michèle. "Amélioration de la stabilité thermique du lait par modulation du potentiel d'oxydoréduction". Thèse de doctorat, université Laval, 2006.
- Fox, P. F., and P. L. H. McSweeney. *Advanced dairy chemistry. Vol. 1, Proteins*. P. A. Kluwer Academic/Plenum, 2003.
- Gouedranche, Henri, et al. "Procédés de transformation fromagère (partie 1)." *Techniques de l'ingénieur. Agroalimentaire3* .F6305 (2001): F6305-1.
- Guo, Mingruo, et al. "Relationship between the yield of cheese (Chevre) and chemical composition of goat milk." *Small Ruminant Research* 52.1 (2004): 103-107.
- Horne, David S. "Casein micelle structure and stability." *Milk Proteins (Second Edition)*. 2014. 169-200.
- Horne, David S. "Casein interactions: casting light on the black boxes, the structure in dairy products." *International Dairy Journal* 8.3 (1998): 171-177.
- Ilboudo, A. J., et al. "Place de la matière azotée dans le mécanisme de la coagulation préure du lait." *International Journal of Biological and Chemical Sciences* 6.6 (2012): 6075-6087.
- Inatomi, Ken-ichi. "Application of Amido black staining to enumerating bacteria grown on membrane filters." *Journal of microbiological methods* 55.2 (2003): 393-397.
- Jacobasch, H-J., G. Bauböck, and J. Schurz. "Problems and results of zeta-potential measurements on fibers." *Colloid and Polymer Science* 263.1 (1985): 3-24.
- Jeantet, Romain, et al. *Les produits laitiers*. Editions Tec & Doc Lavoisier, 2007.
- Kubelka, Paul. "Ein Beitrag zur Optik der Farbanstriche (Contribution to the optic of paint)." *Zeitschrift für technische Physik* 12 (1931): 593-601.
- Martin, Gregory JO, R. P. W. Williams, and D. E. Dunstan. "Comparison of casein micelles in raw and reconstituted skim milk." *Journal of Dairy Science* 90.10 (2007): 4543-4551.

McMahon, Donald J., and Rodney J. Brown. "Enzymic Coagulation of Casein Micelles: A Review1." *Journal of dairy science* 67.5 (1984): 919-929.

Olivier, Jérémy. Etudes des filtres à bandes pour la déshydratation mécanique des boues résiduelles urbaines. Thèse de doctorat, *Université de Pau et des Pays de l'Adour*, 2003.

Platt, S., and M. Nyström. "Amido black staining of ultrafiltration membranes fouled with BSA." *Desalination* 214.1-3 (2007): 177-192

Pougheon, Sandra. Contribution à l'étude des variations de la composition du lait et leurs conséquences en technologies laitières. Thèse de doctorat, *Université Paul Sabatier - Toulouse III*, 2001.

Schuck, Pierre. "Modifications des propriétés fonctionnelles des poudres de protéines laitières: Impact de la concentration et du séchage." *Carrefours de l'innovation agronomique 2011*. 2011.

Singh, Harjinder. "Interactions of milk proteins during the manufacture of milk powders." *Le Lait* 87.4-5 (2007): 413-423.

Sozzi, T., R. Maret, and Reine Astruc. "Etude sur la microflore lactique du fromage" Vacherin Mont-d'Or". *Le Lait* 53.525-526 (1973): 280-294.

Lortal, Sylvie, and J. F. Boudier. "La valorisation de la matière première lait, évolution passée et perspectives." *Innovations Agronomiques* 13 (2011): 1-12.

Vétier, Nathalie, et al. "Hydratation des micelles de caséine et structure fractale des agrégats et des gels de lait." *Le Lait* 80.2 (2000): 237-246.

Zeller, Bruno. Le fromage de chèvre: spécificités technologiques et économiques. Thèse de doctorat, *Ecole Nationale Vétérinaire de Toulouse*, 2005.

## Chapitre VI : Etude de la fonction électrode des tissus conducteurs

### VI.1.Introduction:

L'objectif de ce chapitre est d'étudier la fonction électrode des tissus conducteurs développés et décrits dans le chapitre II. Ce chapitre est donc consacré à la caractérisation électrique de ces tissus. Nous avons commencé par l'étude de l'influence de la structure des tissus conducteurs sur leur résistivité électrique surfacique et volumique. Par la suite, nous avons développé un banc de test qui permet de mesurer la résistivité ionique des tissus dans un électrolyte ainsi que la surface d'échange de ces tissus utilisés comme électrodes.

### VI.2.Caractérisation électrique des tissus :

#### VI.2.1 Mesure de la résistivité électrique à l'air des tissus:

##### VI.2.1.1 Tissus isolants :

Les résistances électriques surfaciques et volumiques des tissus testés ont varié respectivement de  $5 \cdot 10^{12}$  à  $2 \cdot 10^{14} \Omega$  et de  $4 \cdot 10^{11}$  à  $1 \cdot 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ . Aucune corrélation n'a été trouvée entre ces valeurs et la perméabilité à l'air des tissus.

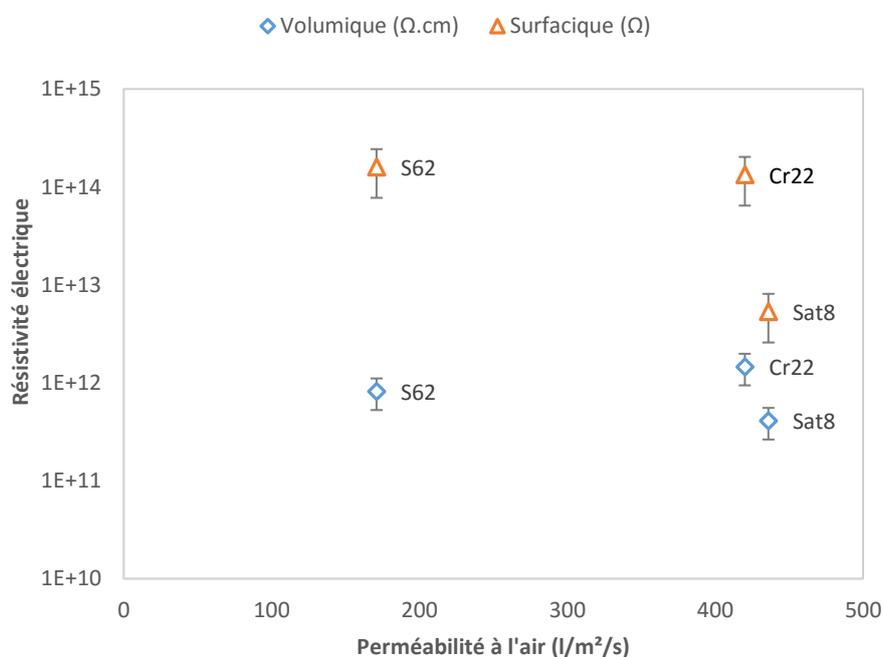


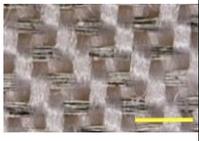
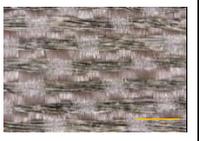
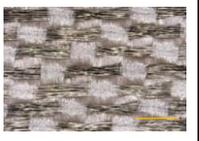
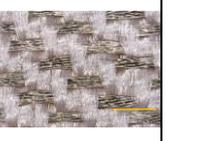
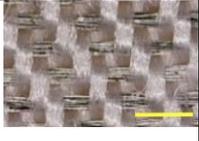
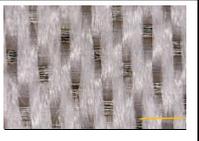
Figure VI-1 Résistivité électrique volumique des tissus isolants

## VI.2.1.2 Tissus conducteurs:

L'objectif de cette partie est de déterminer l'influence de l'armure ainsi que de la densité des fils conducteurs sur la résistivité électrique des tissus. Des tissus composés d'un mélange de fils de polyamide (PA-MF) et de fils conducteurs en polyamide enduits avec de l'argent (Ag-MF) dans le sens de la trame ont été testés. Ces tissus ont été fabriqués dans notre laboratoire en utilisant des métiers à tisser pilotes. Dans l'objectif de fabriquer des tissus de structures très variées, nous avons sélectionnés 6 armures différentes. Notre choix s'est basé sur des facteurs CFF différents (Cf Chapitre II).

Dans le Tableau VI-1, les tissus composés de 100% des fils conducteurs en trame Ag-MF avec une densité de 20 duites par cm sont présentés. Les clichés microscopiques montrent que les armures non symétriques présentent deux faces : une face conductrice où les fils d'argents sont présents en majorité, et une face isolante où les fils de propylène sont les fils les plus visibles (Tableau II-6 et Tableau II-7 pour plus de détails sur ces armures et ces tissus)

Tableau VI-1 Images microscopiques des faces isolantes et conductrices

Ech	Cr22T- AgMF20	Sat8T- AgMF20	S62T- AgMF20	S33-AgMF20	S32T- AgMF20	S41T- AgMF20
Face conductrice						
Face isolante						

La longueur du flotté des fils conducteurs ainsi que la surface totale des fibres conductrices ont été mesurées sur ces clichés microscopiques en utilisant un logiciel de traitement d'image. Les différents résultats sont présentés dans le Tableau VI-2.

Tableau VI-2 Les paramètres d'armure déduits des images microscopiques (100% fils conducteurs en trame)

Armure	Face conductrice		Face isolante
	Longueur du flotté conducteur (mm)	Surface totale des fibres conductrices (%)	Surface totale des fibres conductrices (%)
Cr22	0,4 ± 0,03	22 ± 1	22 ± 1
Sat8	1,51 ± 0,07	49 ± 2	7 ± 0,3
S62	1,33 ± 0,05	43 ± 2	17 ± 0,7
S33	0,78 ± 0,02	24 ± 2	24 ± 2
S32	0,71 ± 0,04	34 ± 1	18 ± 2
S41	0,86 ± 0,03	31 ± 1	17 ± 0,1

a. Mesures de la résistivité électrique surfacique et volumique:

i. Influence du pourcentage du fil conducteur

L'armure sélectionnée est le satiné 6-2 (S62). Nous avons réalisé des tissus avec 4 pourcentages différents des fils conducteurs: 6,25%, 12,5%, 25 % et 100% par rapport au nombre de fils de trame. Les mesures des résistivités électriques surfaciques et volumiques sont présentées dans la Figure VI-2 et la Figure VI-3.

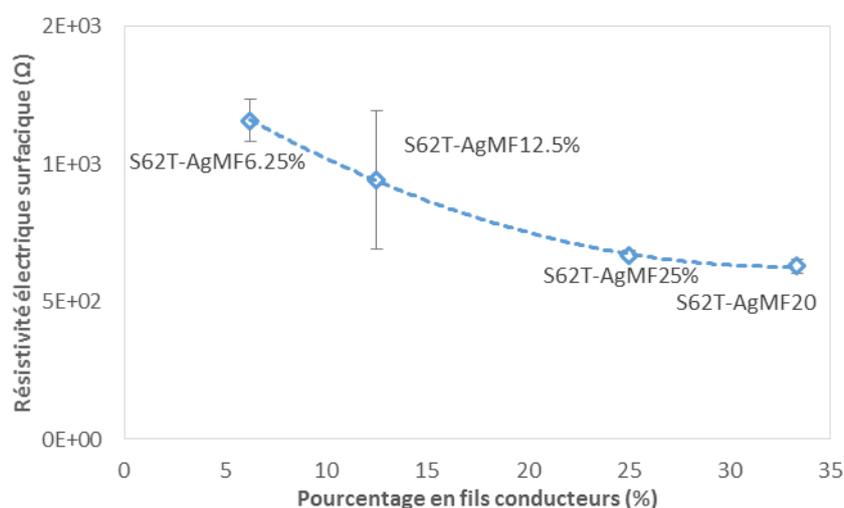
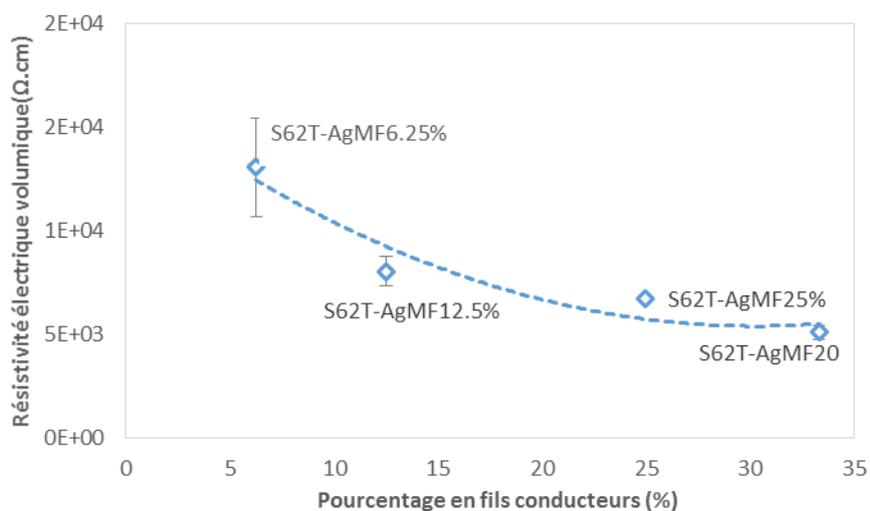


Figure VI-2 Résistivité électrique surfacique en fonction du pourcentage en fils conducteurs des tissus S62



**Figure VI-3 Résistivité électrique volumique en fonction du pourcentage en fils conducteurs des tissus S62**  
 Ces résultats montrent que les résistivités électriques surfaciques et volumiques diminuent si le pourcentage de fibres conductrices augmente. En augmentant le nombre de fils de trame de 6,25 % à 100%, ces résistivités diminuent d'un facteur 4 environ.

La résistivité électrique mesurée sur le tissu isolant à base de 100% de fils PA-MF est de  $2 \cdot 10^{11}$  Ω.cm en volume et  $1,3 \cdot 10^{10}$  Ω en surface. Les résistivités ont donc été divisées par environ  $10^7$ , par rapport aux tissus isolants en intégrant seulement 6,25% de fils conducteurs dans le sens de la trame. Ce pourcentage représente 1,6% du nombre total de fils dans une unité de répétition.

#### ii. Influence de l'armure:

La Figure VI-4.A présente la résistivité électrique surfacique mesurée sur l'endroit et l'envers des tissus composés de 100% des fils conducteurs Ag-MF avec une densité de 20 duites par cm. Le seul paramètre qui varie entre ces échantillons est l'armure.

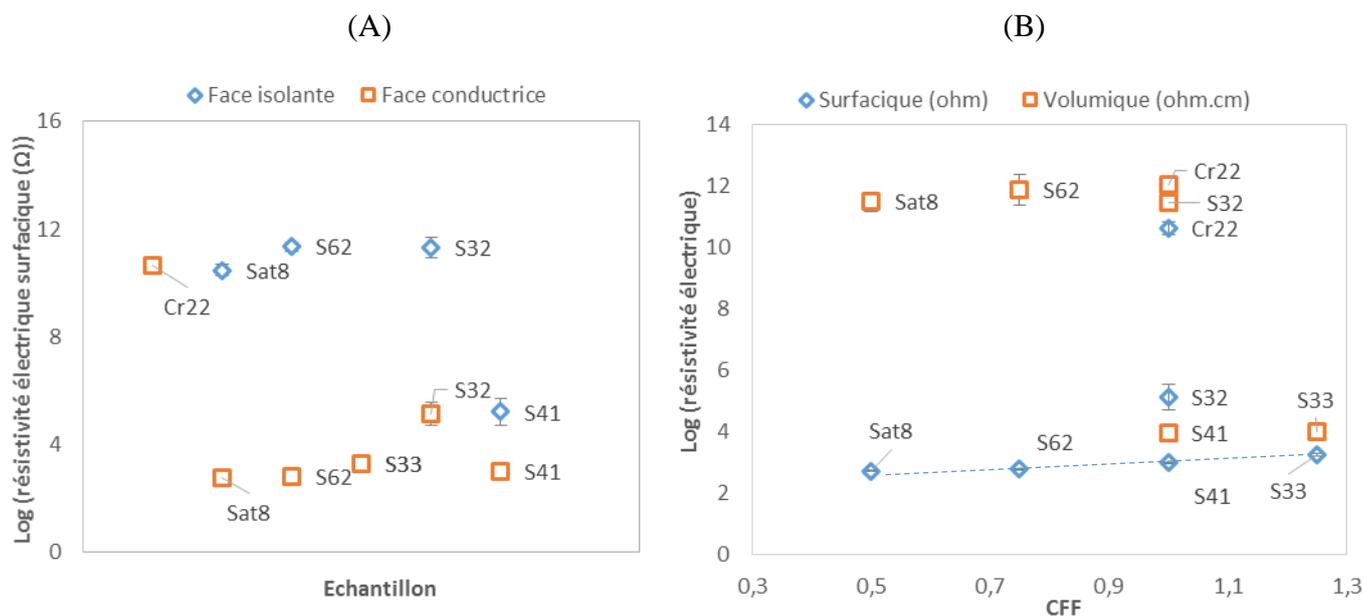


Figure VI-4 Résistivité électrique surfacique sur la face conductrice et la face isolante (A) et en fonction du CFF pour la surface conductrice (B).

Comme attendu, les résistivités électriques surfaciques ne sont pas similaires sur les deux faces des tissus dont l'armure n'est pas symétrique. L'écart de la résistivité électrique des deux faces dépend de l'armure. Pour les armures Sat8, S62 et S32, les faces isolantes présentent une résistivité électrique très élevée (de l'ordre de  $10^{11}$  à  $10^{12}$  Ω), par rapport aux faces conductrices ce qui correspond pratiquement à la résistivité électrique des échantillons qui ne contiennent aucun fil conducteur.

Lorsque le pourcentage de fibres conductrices des tissus Sat8, S41 et S33 diminue, cette résistivité décroît (Figure VI-5). Pour les trois autres échantillons (S62, S32, Cr22), la résistivité reste très élevée malgré un pourcentage de fibres conductrices élevé.

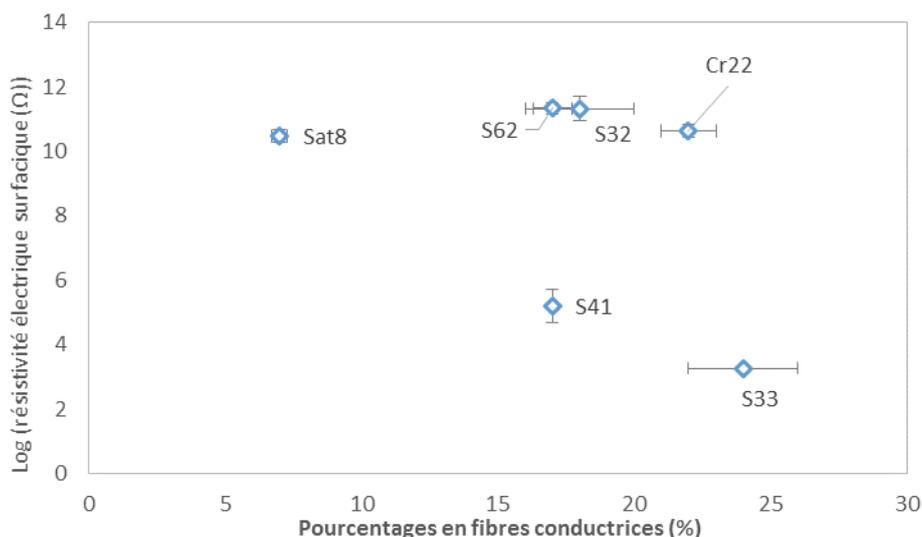


Figure VI-5 Résistivité électrique surfacique de la face isolante en fonction du pourcentage en fibres conductrices

La résistivité volumique des échantillons est généralement élevée. Elle est faible si la résistivité surfacique sur les deux faces du tissu est faible (Armures S33 et S41, Figure VI-4). Malgré le fait que ces tissus sont composés de la même quantité de fils conducteurs par unité de surface, les résistivités surfaciques ont varié de  $5.10^2 \Omega$  et  $10^{10} \Omega$  sur l'endroit du tissu.

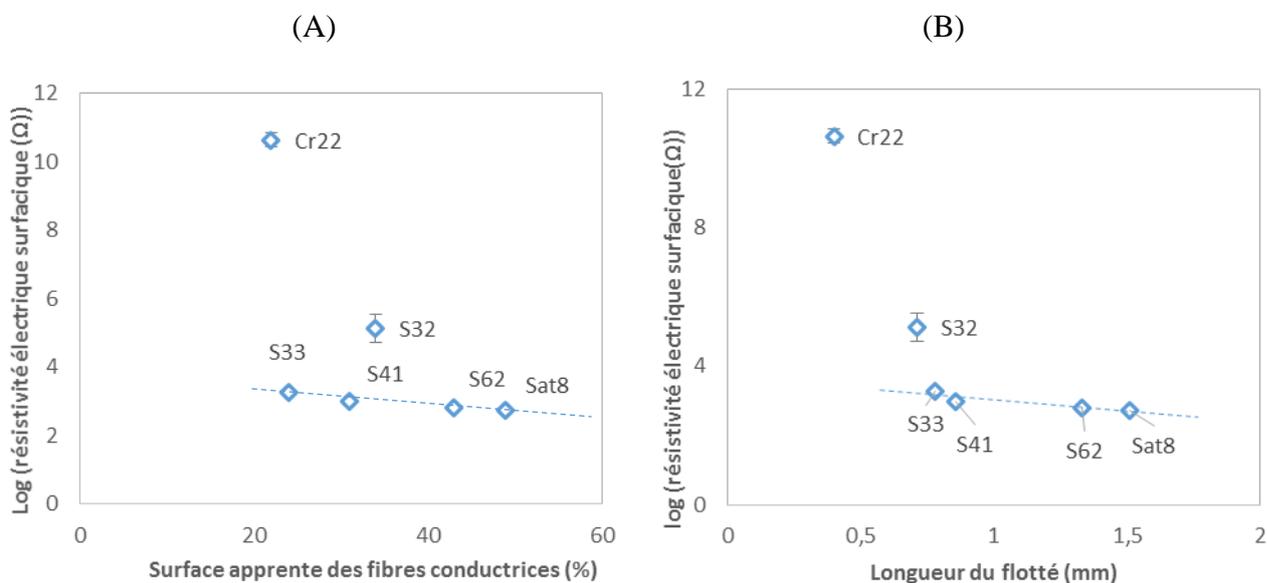


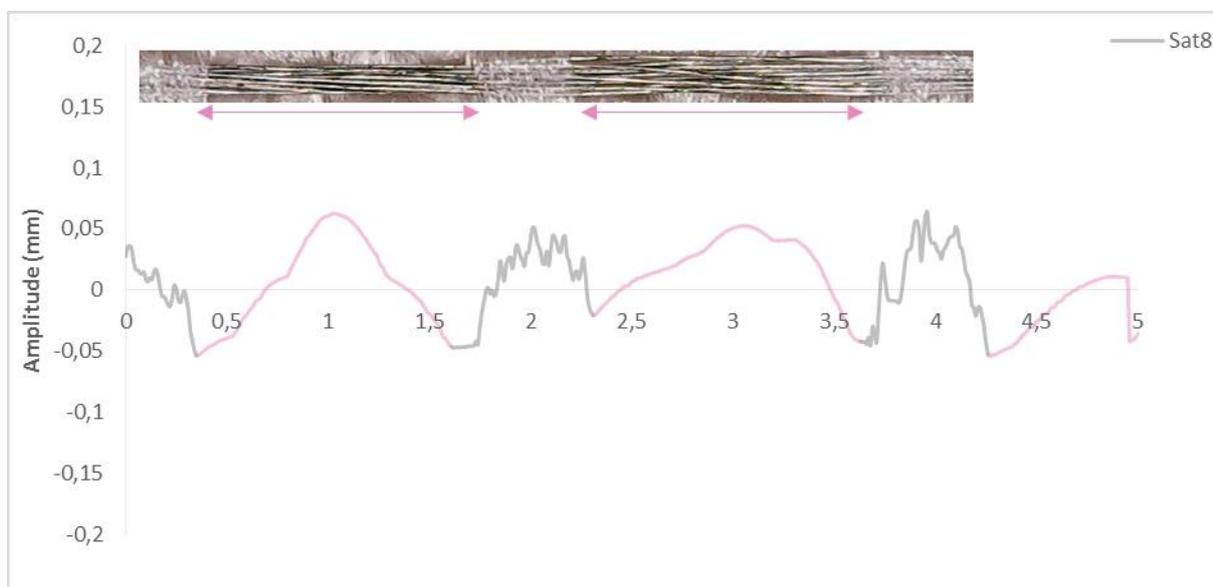
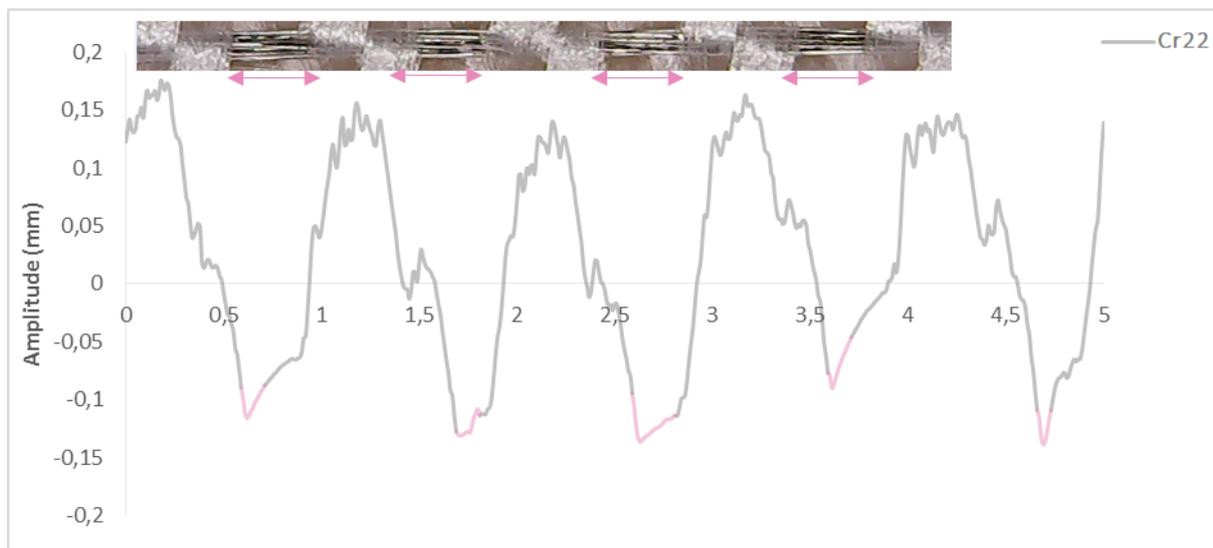
Figure VI-6. Résistivité électrique surfacique Vs la surface apparente des fibres conductrices (A) et la longueur du flotté du fil conducteur sur la face conductrice(B)

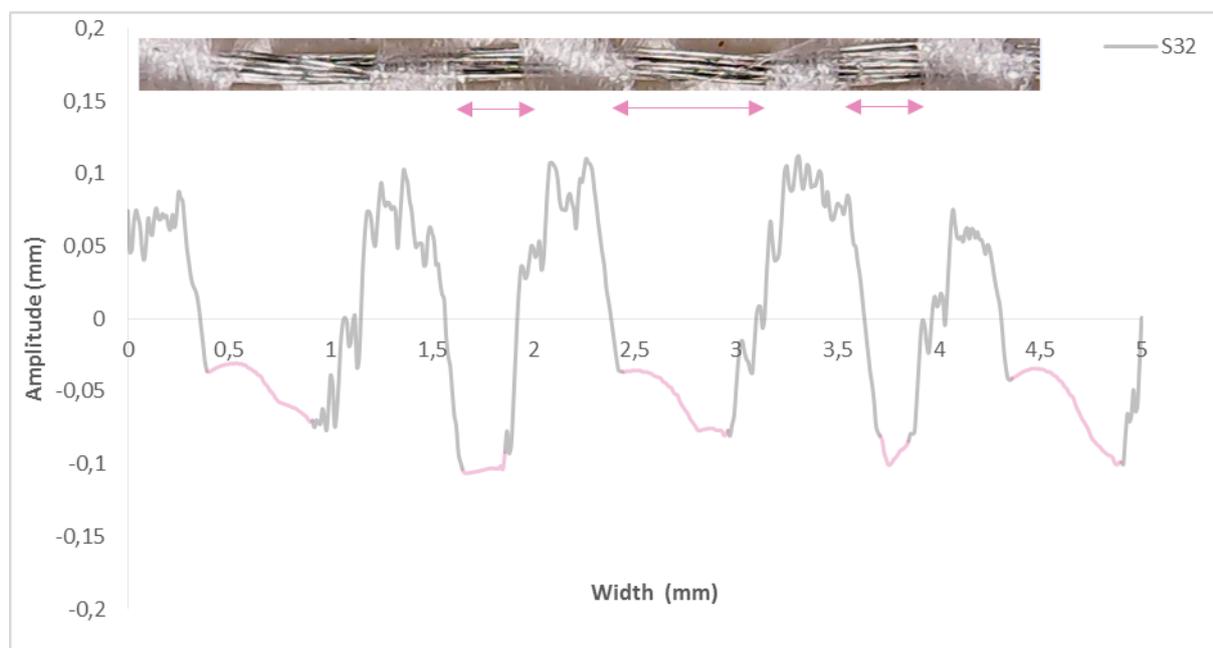
Dans la Figure VI-6. A, nous avons lié la résistivité surfacique de la face conductrice, aux propriétés des armures à savoir la longueur du flotté du fil conducteur et la surface apparente des fibres conductrices.

Les résultats ont montré que plus le flotté du fil conducteur est long, moins la résistivité surfacique est élevée. Les résistivités des armures S33, S41, S62 et Sat8 varient linéairement avec la surface apparente des fibres conductrices.

b. Analyse et discussion :

Nous avons réalisé des mesures de topographie de surface de ces échantillons afin de comprendre le comportement des échantillons Cr22T-AgMF20 et S32T-AgMF20 et expliquer pourquoi ils ne satisfont pas la relation linéaire entre la résistivité électrique et la surface apparente des fibres conductrices. Les images obtenues à partir des mesures du profilomètre ont été présentées dans le chapitre 2. Les spectres de la topographie de surface le long d'un fil de trame ont été tracés (Figure VI-7). Les fils de chaîne PP-TMF sont texturés, les parties rugueuses du spectre correspondent donc à ces fils. Les parties lisses, tracées en rose, correspondent aux fils d'argent Ag-MF. Des images microscopiques d'un fil de trame ont été présentées au-dessus des spectres afin de mieux visualiser les fils correspondant à chaque pic.





**Figure VI-7 Surface profile spectra of fabrics cross section (data corresponding to conductive yarns are plotted in pink)**

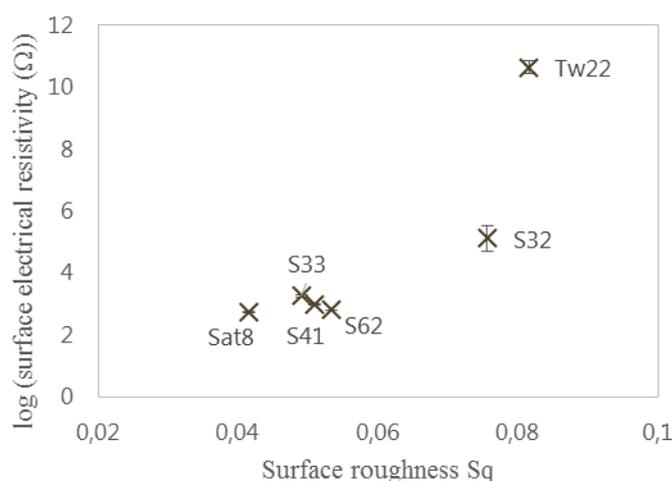
L'écart d'amplitude entre les fils de trame conducteurs et les fils de chaîne isolants varie en fonction de l'armure. Si les fils conducteurs ont une amplitude très faible par rapport aux fils isolants, ils ne sont pas accessibles par les électrodes lors de la mesure de la résistivité électrique. Les fils isolants, qui créent une surépaisseur dans ce cas, sont les seuls fils qui sont au contact avec les électrodes. La mesure ne se fait que sur les zones isolantes de la surface des tissus réellement, ce qui pourrait expliquer la résistivité électrique élevée.

En analysant le spectre de l'échantillon Cr22T, nous pouvons remarquer que pour cette armure ce sont les fils de PP qui sont en surface. La plus haute amplitude correspond aux fils de PP comme le montre l'image microscopique au-dessus du spectre. La plus petite amplitude correspond donc aux fils d'argents. L'aspect aigu du spectre montre que la sonde n'a pas réussi à atteindre ces fils. La profondeur des fils d'argent est donc plus élevée que 0,3 mm. Les images de la topographie de surface ont également confirmé ceci étant donné qu'avec un seuillage de 0,3 mm, les fils de trame sont invisibles sur la photo (Tableau II-8, Chapitre II).

Le spectre de la mesure de la topographie de surface de l'échantillon Sat8T-AgMF20 montre que les fils d'argent sont en surface. Ceci permet d'assurer un bon contact entre les électrodes de mesure et les fils conducteurs. Concernant l'échantillon S32T-AgMF20, seules les parties

des fils conducteurs ayant des longs flottés sont proches de la surface du tissu. La différence d'amplitude entre ces flottés conducteurs et les fils PP-TMF est d'environ 100  $\mu\text{m}$ .

D'après la Figure VI-8, la rugosité de la surface dépend de l'armure. Elle augmente avec l'écart d'amplitude entre les fils de chaîne en PET et les fils de trame conducteurs. Une rugosité importante correspond à une présence majoritaire des fils de polyester en surface, et donc un mauvais contact entre les électrodes de mesure et les fils conducteurs. Ceci explique l'augmentation de la résistivité électrique surfacique avec la rugosité de la face conductrice.



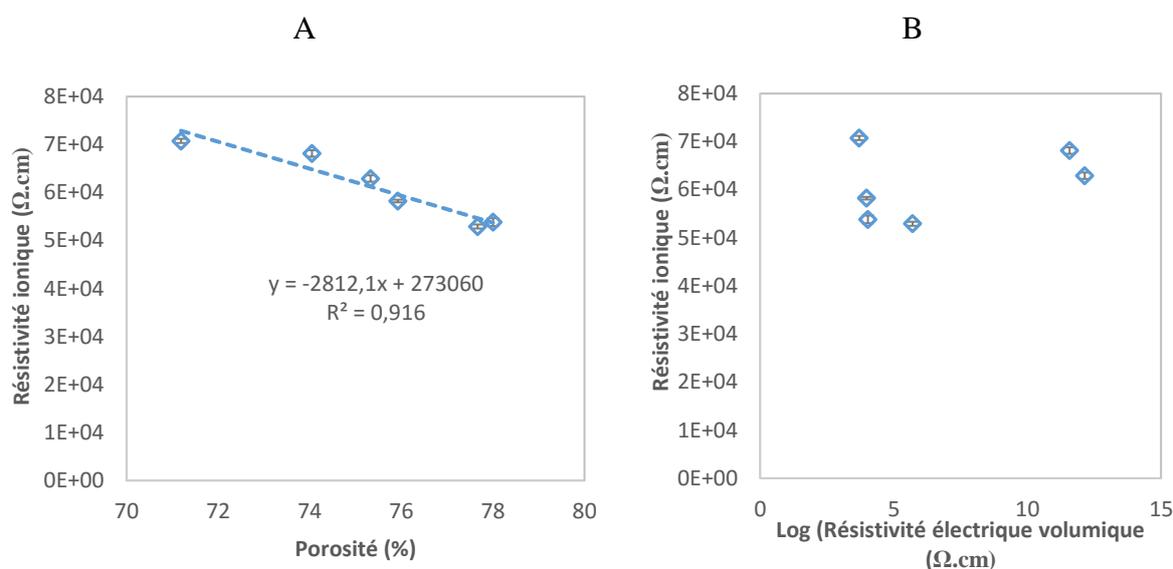
**Figure VI-8 Résistivité surfacique de la face conductrice en fonction de la rugosité de surface**

Sur les faces isolantes, la résistivité élevée des échantillons S62, S32 et Cr22 (Figure VI-5) peut s'expliquer par la topographie qui met en évidence que les fils conducteurs ne sont pas en surface.

En conclusion, ces résultats montrent que la composition d'un tissu en fibres conductrices n'est pas le seul paramètre qui contrôle sa résistivité électrique. La structure de ce dernier a une influence importante sur cette propriété. Comme ces tissus sont hybrides (composés d'un mélange de fils isolants et de fils conducteurs), le type d'entrecroisement entre les fils de trame et de chaîne a un effet sur la position des fibres conductrices au sein du tissu. Le paramètre le plus influent est la qualité de contact entre les fils conducteurs et les électrodes de mesure (Sekerden 2013). En effet, la résistance engendrée par le contact entre les électrodes et la surface du tissu fait augmenter la résistance totale du tissu (Eddib and Chung 2017).

## VI.2.2 Mesure de la résistivité ionique :

La résistivité ionique des tissus ont été calculée en utilisant l'équation II-9 évoquée dans le chapitre II et exprimée en fonction de la porosité et de la résistivité électrique dans la Figure VI-9. Ces essais ont été réalisés sur les échantillons contenant 100% de fils conducteur en trame.



**Figure VI-9 Résistivité ionique des tissus en fonction de la porosité (A) et de la résistivité électrique volumique (B)**

L'écart de la résistivité ionique entre les tissus est moins élevé que celui de la résistivité électrique. Ces deux résistivités ne sont pas liées comme le montre la Figure VI-9.B. Par ailleurs, nous avons trouvé une bonne corrélation entre la résistivité ionique et la porosité des tissus.

La résistivité ionique de textiles saturés en électrolyte a été peu étudiée. Cependant, il y a une bibliographie plus conséquente concernant les membranes séparatrices dans les batteries. En effet, le rapport de la résistivité de la membrane poreuse remplie d'électrolyte ( $R_{\text{sat}}$ ,  $\Omega \cdot \text{m}$ ), utilisées comme un séparateur dans cellule électrochimique, par la résistivité électrique de l'électrolyte ( $\beta$ ,  $\Omega \cdot \text{m}$ ) est appelé le nombre de MacMullin ( $N_m$ ), défini par l'Équation VI-1, (Brodd 2013).

## Équation VI-1

$$N_m = \frac{R_{\text{sat}}}{\beta}$$

Le nombre de MacMullin était également exprimé en fonction de la tortuosité  $\tau$  et de la porosité  $\varepsilon$  pour caractériser les membranes séparatrices dans les batteries de Lithium. Ces relations dépendaient de la structure de la membrane séparatrice (non tissé, tissu, membrane en polymère poreuse...) ainsi que le modèle des capillaires adapté. L'expression générale du nombre de MacMullin est donnée dans l'Équation VI-2 (Martínez, 2009) où  $m$  et  $n$  sont des constantes empiriques.

#### Équation VI-2

$$N_m = \frac{\tau^n}{\varepsilon^m}$$

Dans leurs études, Abraham et Djian ont exprimé ce nombre selon l'Équation VI-3 pour une membrane microporeuse (membranes Celgrad de différentes porosités) utilisée comme un séparateur dans une batterie de Lithium (Abraham 1993) et (Djian 2007). Les pores sont considérés ici comme des tubes inclinés.

#### Équation VI-3

$$N_m = \frac{\tau^2}{\varepsilon}$$

Dans ce cas, par équivalence des équations VI-2 et VI-3, la résistivité spécifique de la membrane  $R_{sat}$  est inversement proportionnelle à la porosité :

#### Équation VI-4

$$R_{sat} = \frac{\rho \times \tau^2}{\varepsilon}$$

Si on considère que la tortuosité des tissus testés est égale à 1, et que les pores des tissus sont des tubes cylindriques parallèles, l'Équation VI-4 pourrait expliquer la tendance mise en évidence dans la Figure VI-9.A.

### VI.2.3 Caractérisation de la surface d'échange des tissus conducteurs

#### VI.2.3.1 Influence de la conductivité de la solution électrolyte:

La solution électrolyte sélectionnée pour ces mesures est une solution de NaCl. Nous avons testé à quatre concentrations différentes : 5 mmol/l, 17 mmol/l, 25 mmol/l et 100 mmol/l. Tout d'abord, nous avons vérifié que la conductivité électrique de l'électrolyte est bien proportionnelle à sa concentration (Figure VI-10).

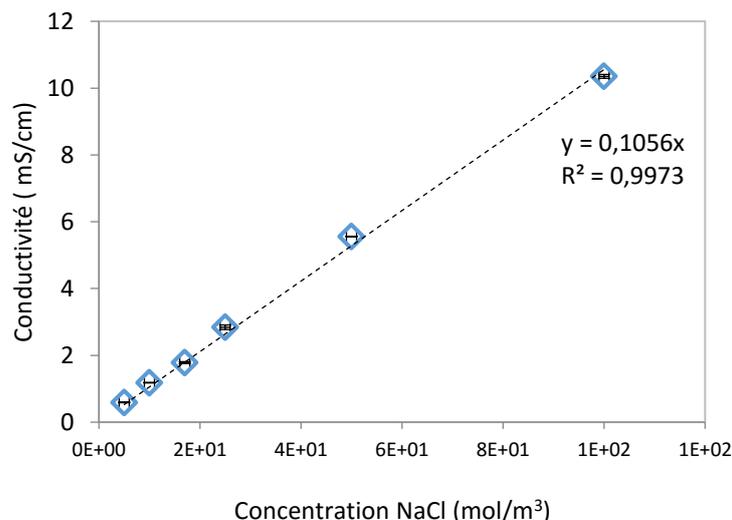


Figure VI-10 Vérification de la loi théorique

La surface d'échange entre les tissus électrodes, a tout d'abord été mesurée sur des tissus ayant l'armure satiné S62 des densités de fils d'argents variées dans le sens de la trame, et à différentes concentrations d'électrolyte (Figure VI-11). Pour les tissus composés de plus de 25% de fils conducteurs dans le sens de la trame, cette surface dépend peu de la concentration d'électrolyte.

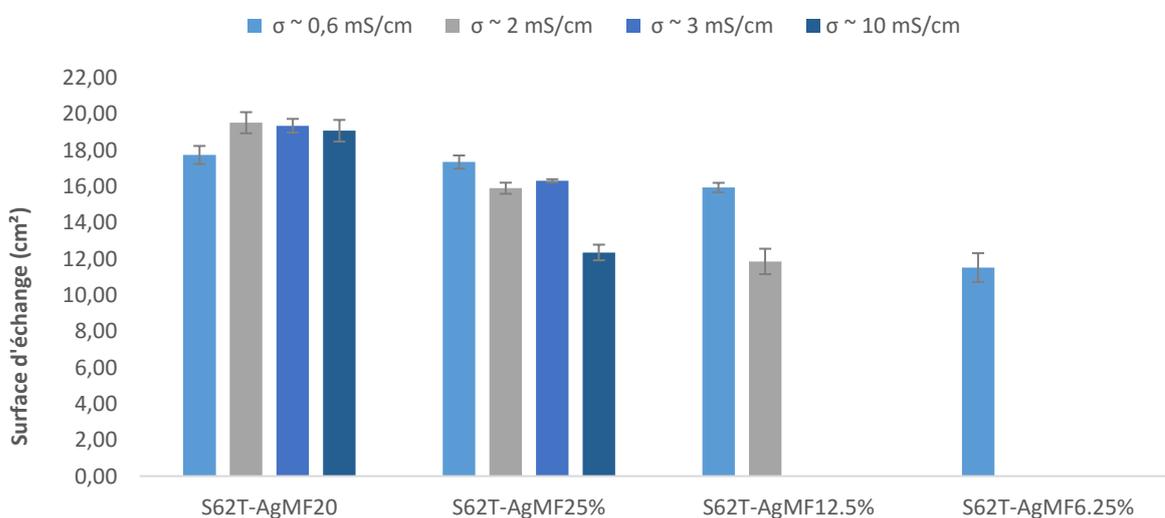


Figure VI-11: Influence de la concentration de l'électrolyte sur la surface d'échange des différents tissus

Les échantillons S62T-AgMF12.5% et S62T-AgMF6.25% présentent un pourcentage de fibres conductrices faible par rapport aux fibres totales. La surface d'échange entre ces tissus électrodes et les ions de la solution électrolyte diminue si la conductivité électrique de la solution  $\sigma$  est plus élevée. Nous expliquons cette tendance avec l'hypothèse suivante : lorsque

la quantité d'ions est élevée dans la solution, la quantité de fibres dans ce tissu ne suffit plus pour faire déplacer tous les ions, ce qui se traduit par une surface d'échange plus faible. La surface spécifique des fibres conductrices n'est pas suffisante pour assurer la conductivité électrique des solutions dont la conductivité est élevée. Le calcul de la surface d'échange est donc erroné.

Nous pouvons conclure que le pourcentage de fibres conductrices doit être adapté à la conductivité électrique de la solution ionique testée.

### VI.2.3.2 Influence du pourcentage des fibres conductrices :

L'étude de l'influence du pourcentage de fibres conductrices sur la surface d'échange de l'électrode a été réalisée en utilisant les tissus à base de fils d'argent, étudiés dans la section VI.2.1.2, ainsi que les tissus à base du fil d'Inox présentés dans le chapitre II.

#### a. Tissus à base des fils d'argent:

Nous avons sélectionné les solutions ayant des conductivités électriques de 0,6 mS/cm et de 2 mS/cm pour étudier l'influence du pourcentage des fibres conductrices sur la surface d'échange ionique des tissus d'argent S62. La surface d'échange des tissus électrodes est tracée en fonction du pourcentage total des fibres conductrices dans le tissu dans la Figure VI-12.

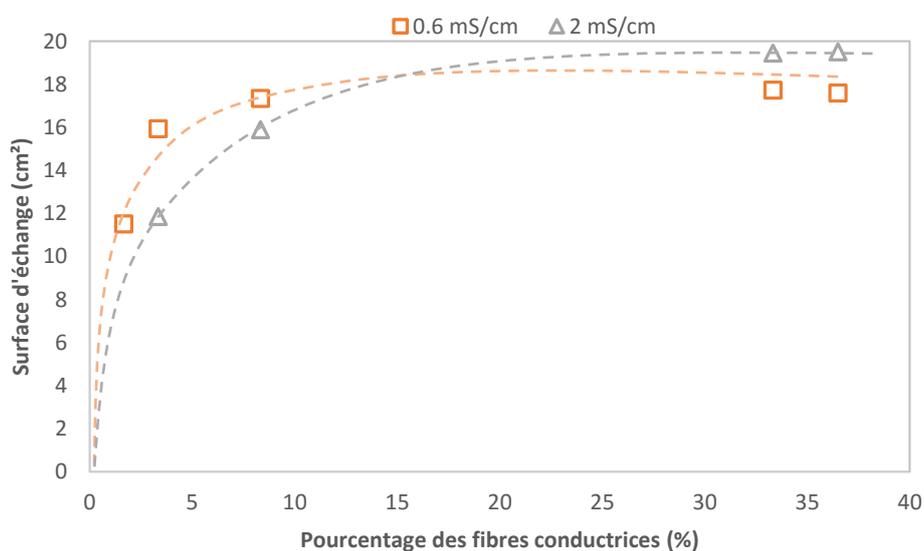


Figure VI-12 Surface d'échange en fonction du pourcentage des fibres conductrices dans les tissus d'argent : armure S62

Nous constatons un seuil au-delà duquel les surfaces d'échange des tissus sont équivalentes quel que soit le pourcentage de fibres conductrices. Ce seuil est de 10% pour la solution la moins concentrée et de 25% pour la solution plus concentrée. Cela veut dire que pour les deux solutions respectives, 10% et 25% de fibres conductrices à base d'argent sont suffisants pour faire déplacer tous les ions.

b. Tissus à base des fils d'Inox:

La surface d'échange des tissus à base de fils d'Inox a été mesurée avec la solution de 0,6 mS/cm. Ces tissus sont composés de mélanges de fils PET-FF et I-FF dans le sens de la chaîne et de la trame avec des pourcentages de fibres conductrices variant de 6 à 50%. Les échantillons sont nommés FC-x% avec x le pourcentage en fibres conductrices.

D'après la Figure VI-13, un seuil de pourcentage des fibres d'Inox est également observé. Au-delà d'un pourcentage d'environ 10%, la surface d'échange A reste inchangée. Ceci correspond au même pourcentage limite identifié pour les tissus à base de fibres d'argent.

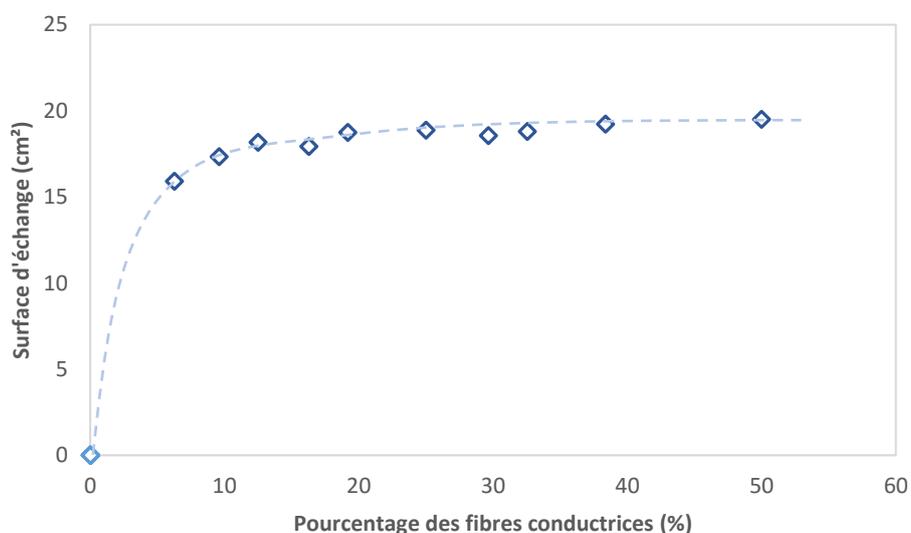
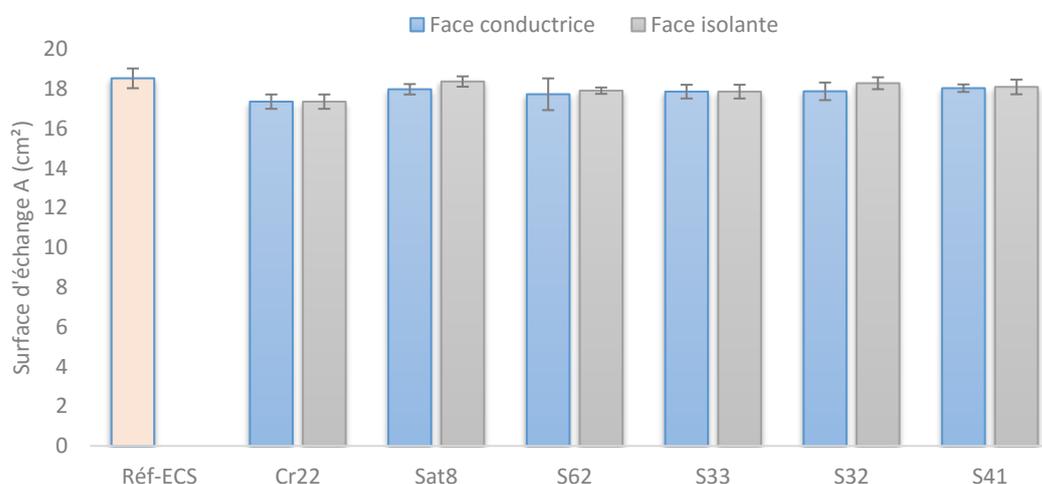


Figure VI-13 Evolution de la surface d'échange A en fonction du pourcentage des fibres d'Inox

VI.2.3.3 Influence de l'armure :

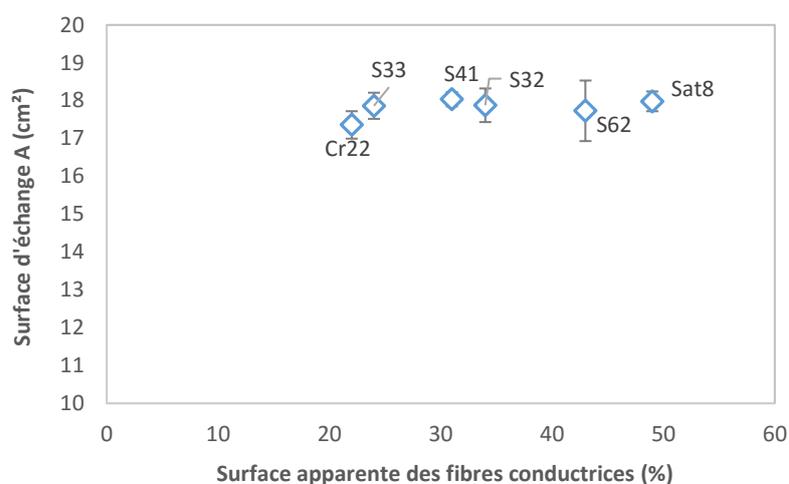
La surface d'échange d'électrode des tissus utilisés à base de fibres PA enduit Argent a été déterminée avec une concentration en électrolyte de 5mol/l. Les électrodes de référence (Rèf-ECS) ont été également testées. D'après la Figure VI-14, les surfaces d'échange des tissus sont similaires à celle des électrodes de référence. En effet, comme nous l'avons expliqué

auparavant, lorsque le pourcentage de fibres conductrices est supérieur au seuil, la surface d'échange ionique est la même quel que soit ce pourcentage, et varie peu avec l'armure.



**Figure VI-14: Surface d'échange mesurée sur les deux faces pour des tissus d'armures différentes, densité de fils d'argent 20 fils/cm**

Les résultats montrent également que la surface d'échange ne dépend pas de la face exposée à la solution ionique malgré le fait que les deux faces ont des pourcentages de fibres conductrices très différents (Tableau VI-2). Par exemple, pour l'échantillon Sat8, le pourcentage des fibres conductrices présentes sur la face conductrice est de 49% tandis que ce pourcentage est seulement de 9% sur la face isolante. Malgré cette différence, les surfaces d'échange sont quasiment similaires sur les deux faces. Par ailleurs, en comparant les différentes armures, la surface d'échange n'est pas liée à la surface apparente des fibres conductrices, estimée dans le Tableau VI-2 (Figure VI-15).



**Figure VI-15 Surface d'échange ionique en fonction de la surface apparente des fibres conductrices**

Nous concluons donc que pour cette solution l'armure n'est pas d'influence sur la surface d'échange ionique A. En effet, au sein d'un tissu, même si les fils conducteurs sont en dessous des fils isolants, ils participent à l'échange ionique grâce à la porosité de ces fils.

En conclusion, les résultats montrent que contrairement à la résistivité électrique dans l'air, la surface d'échange ionique ne dépend pas de l'armure. Elle dépend plutôt du pourcentage des fibres conductrices si ce dernier est inférieur au seuil. Ce dernier dépend de la concentration de l'électrolyte. Plus cette concentration est élevée, plus le seuil est important étant donné que plus de fibres sont nécessaires pour assurer l'échange ionique.

### VI.3.Conclusion :

Les résultats ont montré que la résistivité électrique des tissus hybrides dépend de leur structure. Cette résistivité est liée à la densité de fils conducteurs. Plus cette densité est importante, moins le tissu est résistant. L'armure est également un paramètre déterminant de la résistivité électrique. En effet, ce paramètre définit à la fois le pourcentage de fibres conductrices apparentes sur la surface et la rugosité qui contrôle l'amplitude des fils conducteurs par rapport aux fils isolants au sein du tissu. Cette rugosité a une influence sur la qualité de contact entre les fils conducteurs et les électrodes de mesures. Les tissus rugueux ont présenté des résistivités électriques surfaciques élevées par rapport aux autres tissus étant donné que le contact entre les électrodes et les fibres conductrices est mauvais. Pour avoir une bonne conductivité électrique volumique, les deux faces des tissus doivent présenter une faible rugosité. Pour les tissus ayant

des rugosités de surface faibles, nous avons trouvé une corrélation entre la résistivité électrique et le pourcentage de fibres conductrices apparentes. La résistivité ionique n'est pas liée à la résistivité électrique mais à la porosité des tissus. Le banc de test développé pour l'étude a également permis de mesurer la surface d'échange d'électrodes des différents tissus. Cette surface, contrairement à la résistivité électrique, ne dépend pas de l'armure. Par contre, elle dépend du pourcentage des fibres conductrices dans le tissu.

Par les travaux exposés dans ce chapitre, nous avons démontré la possibilité d'utiliser les tissus conducteurs comme électrodes dans un milieu ionique. Nous avons donc déterminé les paramètres clés qui peuvent influencer les performances dans le procédé de filtration assistée par un champ électrique. Etant donné que l'armure n'a pas d'influence sur la surface d'échange, nous avons sélectionné des échantillons ayant une armure qui assure de bonnes performances en filtration pour les tester en électrofiltration. Nous avons sélectionné les échantillons réalisés avec les fibres d'Inox, une fibre adaptée à cette application où les conditions électrochimiques sont extrêmes.

**Références Bibliographiques :**

Brodd R.J, "Batteries for sustainability: selected entries from the encyclopedia of sustainability science and technologie". *Springer Science & Business Media*, 2012.

Eddib A.A, and D. D. L. Chung. "The importance of the electrical contact between specimen and testing fixture in evaluating the electromagnetic interference shielding effectiveness of carbon materials." *Carbon* 117 (2017): 427-436.

Sekerden, F, "Effect of the constructions of metal fabrics on their electrical resistance." *Fibres & Textiles in Eastern Europe*(2013).

Martínez, M. J, Sirivatch Shimpalee, and J. W. Van Zee. "Measurement of MacMullin numbers for PEMFC gas-diffusion media." *Journal of The Electrochemical Society* 156.1 (2009): B80-B85.

Abraham, K. M. "Directions in secondary lithium battery research and development." *Electrochimica Acta* 38.9 (1993): 1233-1248.

Djian D, et al. "Lithium-ion batteries with high charge rate capacity: Influence of the porous separator." *Journal of Power Sources* 172.1 (2007): 416-421.

## Chapitre VII : Développement des tissus filtrants électrodes pour l'électrofiltration

### VII.1 Introduction:

L'objectif des travaux décrits dans ce chapitre est d'étudier la faisabilité de l'utilisation des tissus filtrants dotés d'une fonction conductrice comme filtre et électrode ainsi que leur influence sur les performances du procédé de l'électrofiltration. Dans un premier temps, nous avons étudié l'influence de la structure ainsi que la résistivité électrique du médium filtrant sur la consommation énergétique de l'électrofiltration des boues. Par la suite, nous avons sélectionné les tissus ayant de bonnes propriétés filtrantes et électrodes en se basant sur les résultats des chapitres précédents. Nous avons ainsi testé plusieurs tissus, à base de fibres conductrices pour l'utilisation à la fois comme filtre et cathode dans le procédé de déshydratation assistée par un champ électrique.

### VII.2 Etude de l'influence des propriétés structurelles et électriques des tissus filtrants :

#### VII.2.1 Description des conditions des essais :

Dans cette partie, nous avons comparé les propriétés des gâteaux de filtration ainsi que les consommations énergétiques de l'électro-déshydratation d'une boue bentonite avec des tissus ayant des propriétés électriques différentes. Compte tenu du faible volume d'eau dans les gâteaux de filtration, l'efficacité de filtration est présentée par l'indice de filtration, défini dans le chapitre II. L'objectif de ces essais était de voir si la consommation énergétique du procédé était influencée par la résistance électrique des tissus filtrants. Le dispositif de filtration utilisé a été décrit dans le chapitre II (Cf section II.5). La configuration classique où un tissu filtrant et une électrode commerciale (grille) a été utilisée. Des tissus isolants et conducteurs à base de fils d'argent ont été utilisés comme filtres des côtés anode et cathode pour l'électro-déshydratation d'une boue bentonite pendant environ 20 min.

#### VII.2.2 Résultats :

Dans la Figure VII-1 sont présentées les consommations énergétiques de deux tissus filtres différents. Ces tissus sont caractérisés par la même armure et les mêmes fils de chaîne. Les conductivités électriques de ces tissus sont différentes. Le tissu Sat62-50% Ag est composé de

50% de fils d'argent en trame en mélange avec des fils en propylène tandis que le tissu Sat62-100%PP est complètement isolant.

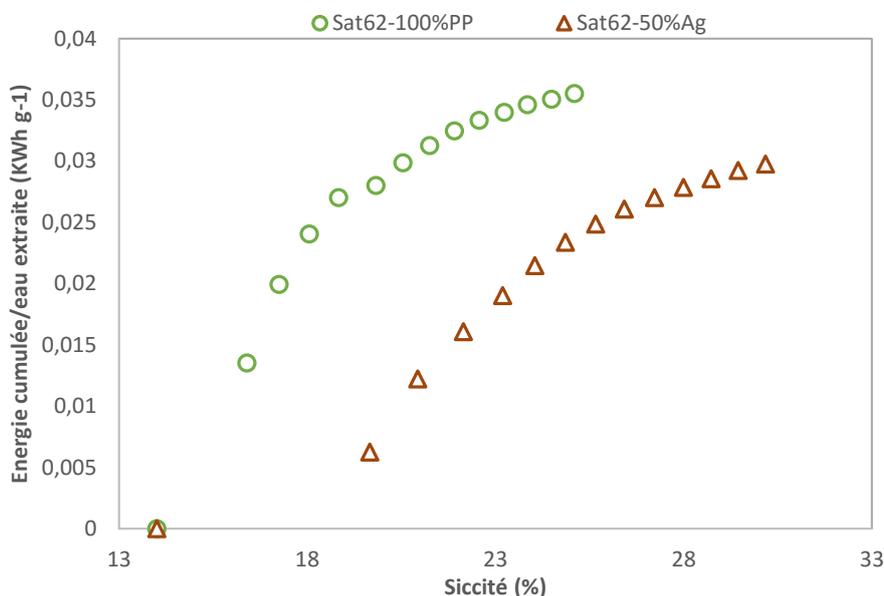


Figure VII-1 Consommation énergétique en électro-déshydratation : filtre isolant et filtre conducteur

La Figure VII-2 présente les résistances hydrauliques des gâteaux de filtration calculées à partir des droites de Ruth ( $V = f(t/V)$ ).

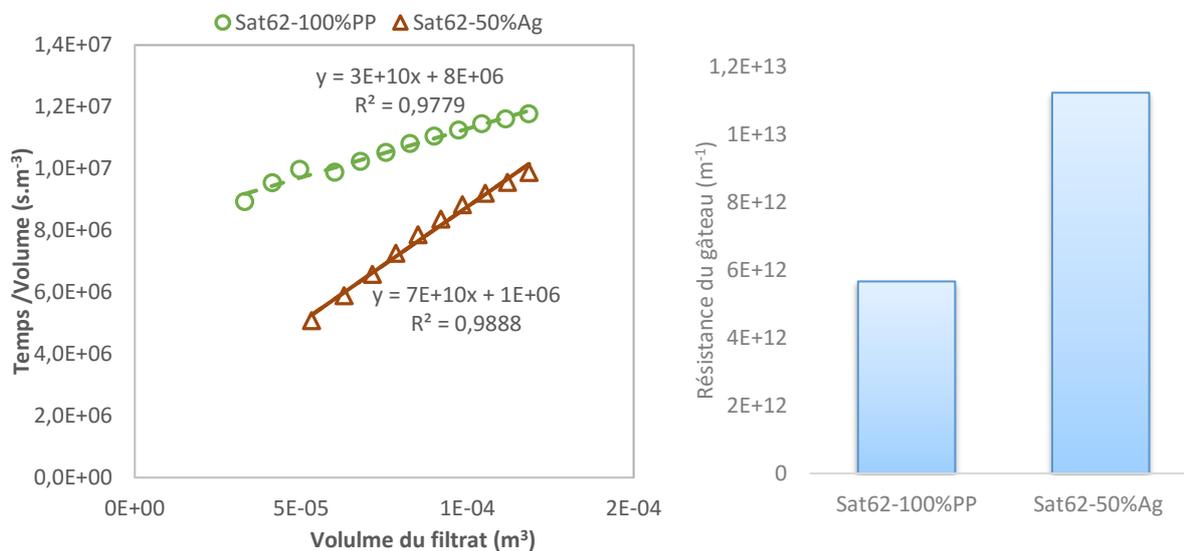


Figure VII-2 Résistance à l'écoulement des gâteaux de filtration

La propriété conductrice du filtre Sat62-50%Ag a permis de réduire la consommation énergétique de 30% en moyenne malgré la résistance hydraulique plus élevée du gâteau de

filtration. En effet, la hausse de la résistance hydraulique devrait engendrer une augmentation de la consommation énergétique étant donné que l'écoulement du filtrat est limité par le gâteau. Par ailleurs, le tissu conducteur a permis d'obtenir un gâteau ayant une siccité améliorée de 20% par rapport à un filtre isolant, au bout de 20 min. La résistance électrique du tissu filtre a donc une influence significative sur la consommation énergétique et sur la siccité du gâteau.

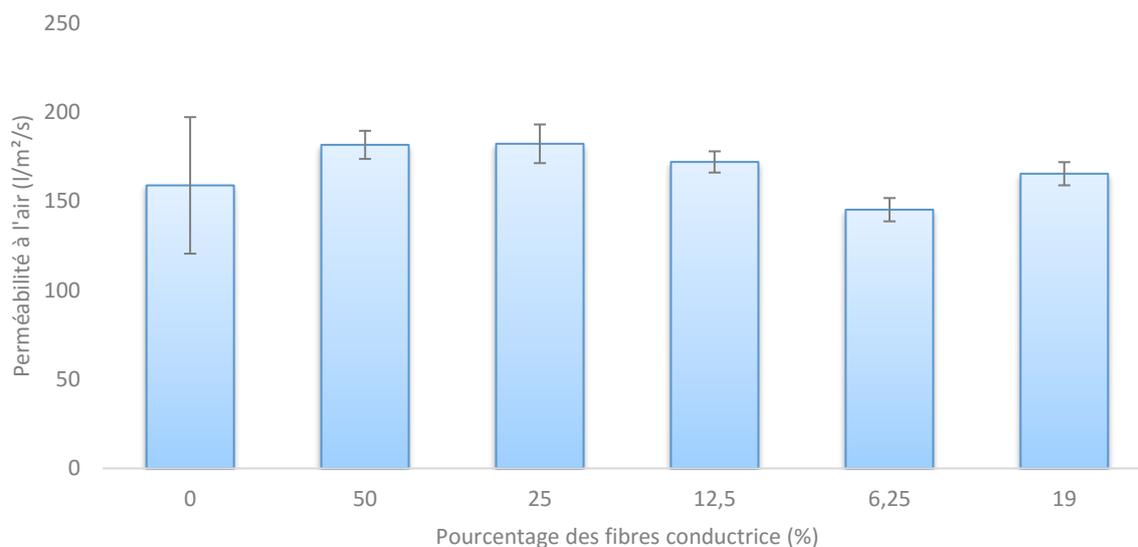
### VII.3 Tissus filtres et électrodes :

#### VII.3.1 Description des conditions des essais :

Dans cette section, des tissus filtrants conducteurs ont été utilisés comme filtres et électrodes pour l'électro-déshydratation d'une suspension de Kaolin. Le dispositif de filtration utilisé est le même que précédemment. La configuration où le filtre et la cathode sont remplacés par un seul tissu filtre et électrode a été utilisé (*Cf* chapitre II, section II.5). Seuls les tissus à base de fils d'inox ont pu être utilisés comme électrode dans ces essais. Les fils d'argent ne sont pas adaptés à l'utilisation comme électrode étant donné qu'ils subissent une passivation si les conditions de pH sont extrêmes. Les fils d'inox s'oxydent également à des pH acides. Ils ne sont donc adaptés qu'à une utilisation au niveau de la cathode.

#### VII.3.2 Propriétés des tissus utilisés:

Les tissus utilisés comme cathode filtrantes dans les tests de l'électrofiltration sont des tissus composés d'un mélange des fils PET-FF et I-FF (*Cf* Chapitre II). L'armure commune possède une bonne qualité de filtration et elle a été choisie à partir de l'étude réalisée dans le chapitre IV. Le paramètre qui varie pour ces échantillons est le pourcentage des fibres conductrices.

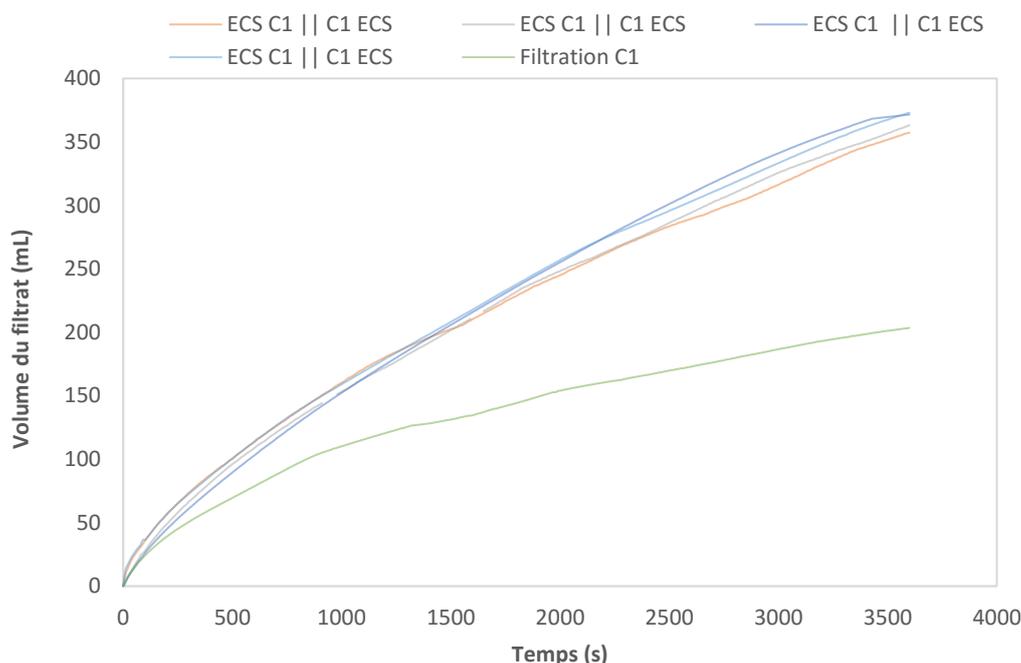


**Figure VII-3 Mesures de la perméabilité à l'air des tissus filtrants cathodes en fonction des pourcentages des fibres conductrices**

La Figure VII-3 montre que les valeurs de perméabilité sont similaires quel que soit le pourcentage de fibres conductrices.

### VII.3.3 Etude de la répétabilité des tests d'électrofiltration:

Nous avons réalisé les tests de répétabilité en utilisant les électrodes de références (Réf-ECS) et le tissu filtrant C1. Le test de l'électrofiltration de la suspension du Kaolin est réalisé 4 fois. D'après la Figure VII-4, la répétabilité de cet essai est bonne.

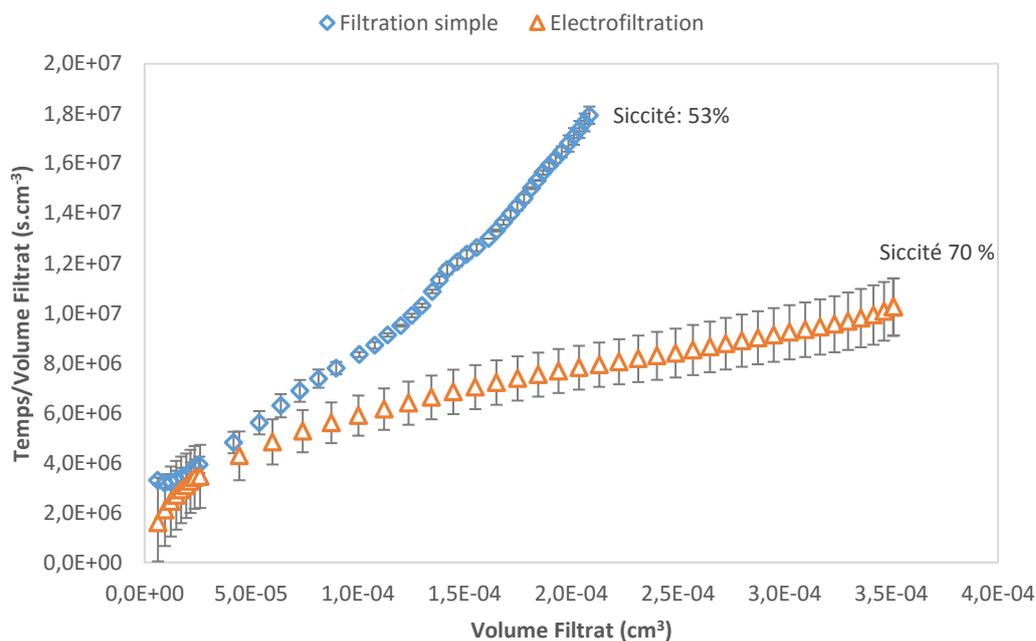


**Figure VII-4** Les tests de répétabilité de l'électrofiltration et influence de l'application du champ électrique

#### VII.3.4 Effet du champ électrique sur le débit d'écoulement, la siccité et la résistance spécifique du gâteau:

Nous avons présenté également sur Figure VII-4 la courbe du volume en fonction du temps de la filtration simple sans champs électrique. Le débit de la filtration correspond à la pente de ces courbes. Il augmente par l'application du champ électrique. De plus, avec une filtration simple, le débit diminue au cours du temps alors qu'en appliquant le champ électrique la construction et l'épaississement du gâteau de filtration ne perturbent pas l'écoulement du filtrat.

La Figure VII-5 présente les courbes du temps divisé par le volume du filtrat en fonction du volume du filtrat d'une filtration simple et d'une filtration assistée par un champ électrique avec le même tissu filtrant C1.



**Figure VII-5 Influence de l'application du champ électrique sur la résistance à l'écoulement: Electrodes Rêf-ECS; Filtre C1; durée 1 heure**

La pente de ces courbes est proportionnelle à la résistance spécifique du gâteau. L'application du champ électrique permet de diminuer la résistance spécifique du gâteau, ce qui explique l'écoulement plus rapide du filtrat dans ce cas.

Pour une même durée de filtration (ici 1 heure), la siccité finale du gâteau est de 53% en filtration simple, alors qu'elle passe à 70% en appliquant le champ électrique. Le procédé de l'electrofiltration permet donc de gagner environ 20% en siccité pour cette suspension de Kaolin.

### VII.3.5 Influence du tissu électrode sur l'électro-déshydratation:

#### VII.3.5.1 Ecoulement du filtrat:

Le volume du filtrat du coté cathode est beaucoup plus important que celui du côté de l'anode (Figure VII-6).

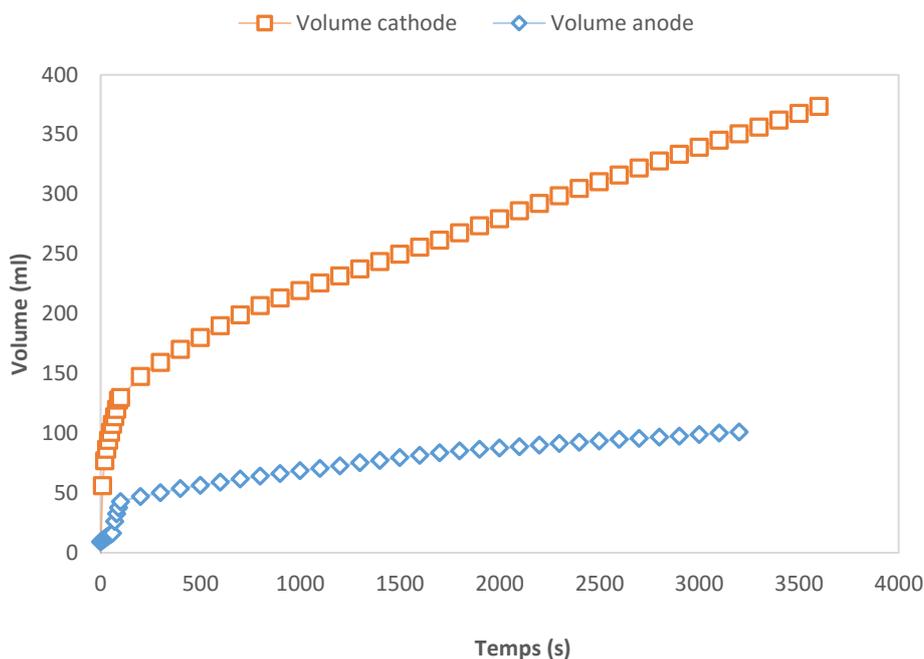


Figure VII-6 Ecoulement du filtrat du côté de l’anode (Réf -ECS+ C1) et de la cathode (FC-100).

L’écoulement du filtrat s’effectue donc principalement par la cathode pour cette suspension. Ceci est expliqué par les phénomènes électrochimiques qui ont lieu dans la cellule de l’électrofiltration. L’eau est attirée par électroosmose vers la cathode, alors que les particules solides sont attirées par électrophorèse vers l’anode (Jennings 1999) (Figure VII-7). Le gâteau de filtration est formé principalement à l’anode, ce qui réduit également l’écoulement du filtrat par la pression hydraulique.

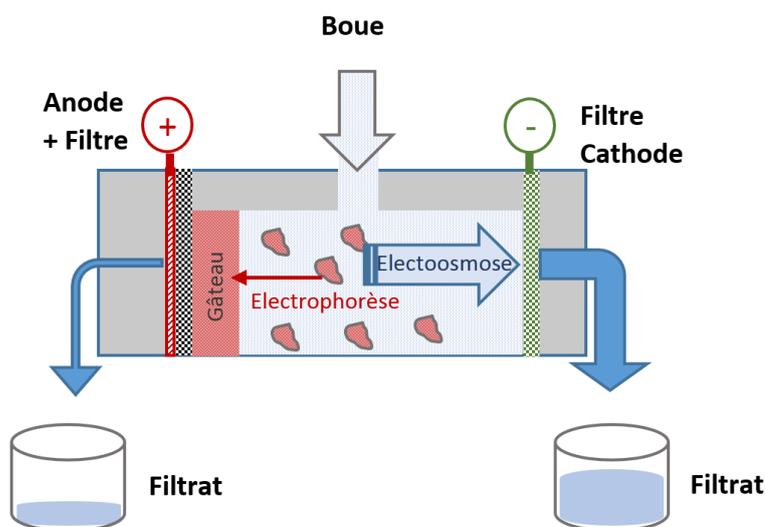


Figure VII-7 Phénomènes électrochimiques au sein de la cellule de l’électro-déshydratation

## VII.3.5.2 Influence de la structure de la cathode filtrante:

Dans le dispositif d'électrofiltration utilisé ici, la cathode et le tissu filtrant sont remplacés par des textiles conducteurs. La Figure VII-8 présente le débit du filtrat qui correspond à chacun des tests réalisés en utilisant toujours le même filtre C1 et la même électrode Réf-ECS à l'anode mais des cathodes textiles différentes.

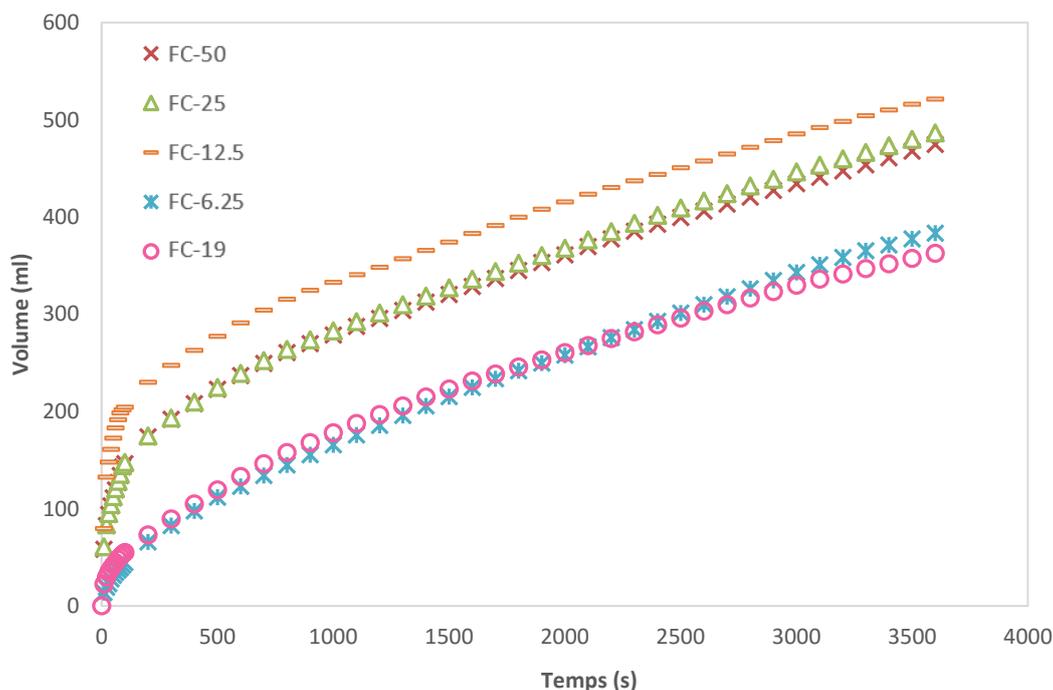


Figure VII-8 Courbes du volume du filtrat en fonction du temps

Les courbes montrent que le débit de l'écoulement du filtrat n'est pas influencé par la structure de la cathode. La seule différence entre ces courbes est au niveau de la masse du filtrat dans les premières secondes de la filtration. Ceci est lié à l'efficacité de filtration qui dépend de la structure des tissus (Figure VII-9)

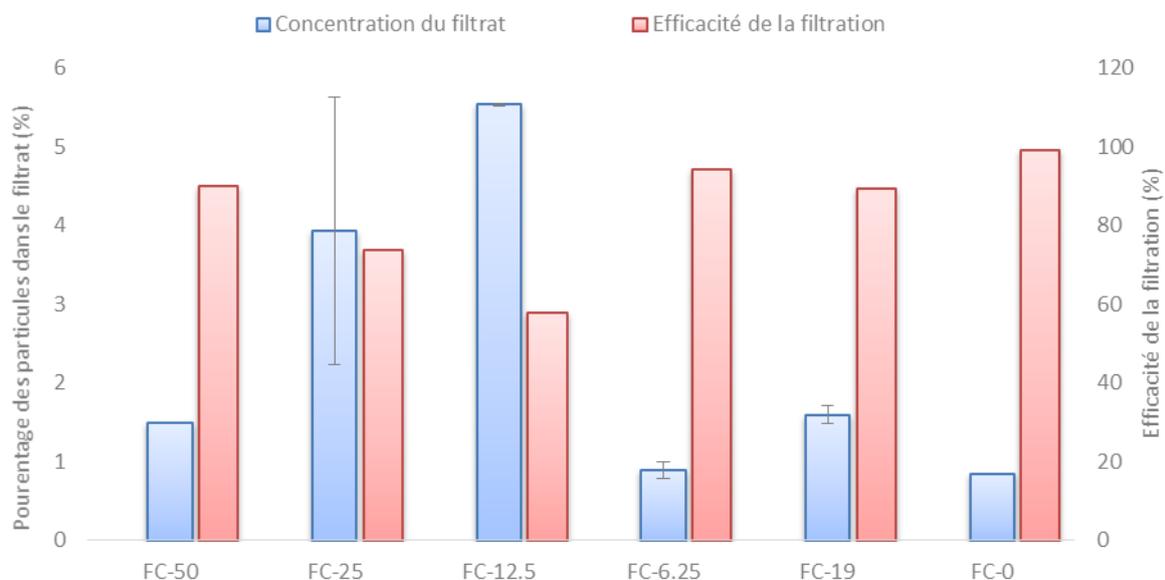


Figure VII-9 Concentration du filtrat en particules solides

L’efficacité de filtration la plus élevée est celle du filtre isolant FC-0 utilisé avec les électrodes Réf-ECS (99%). Afin d’améliorer l’efficacité de filtration des tissus électrodes, un traitement de calandrage est envisagé.

### VII.3.5.3 Siccité des gâteaux

Pour cette configuration, l’écoulement préférentiel du filtrat est à travers la cathode. Le gâteau est donc principalement formé au niveau de l’anode. Les mesures de la siccité sont présentées dans la Figure VII-10.

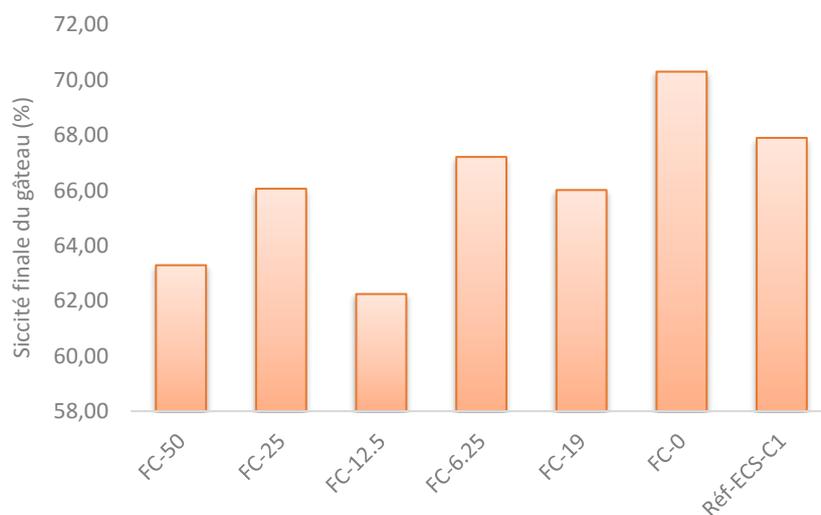


Figure VII-10 Siccité du gâteau en fonction des tissus filtrants et des électrodes

Les siccités des gâteaux obtenus avec les tissus électrodes varient entre 62% et 67 %, ce qui est du même ordre de grandeur que la siccité du gâteau obtenu avec l'électrode Réf-ECS. La Figure VII-11 montre un exemple de ces gâteaux.



Figure VII-11 Gâteau de filtration final

#### VII.3.5.4 Mesures du pH et de la température à l'anode et à la cathode :

La Figure VII-12 présente l'évolution de la température à l'anode et à la cathode au cours du temps pour deux configurations différentes à l'anode et à la cathode.

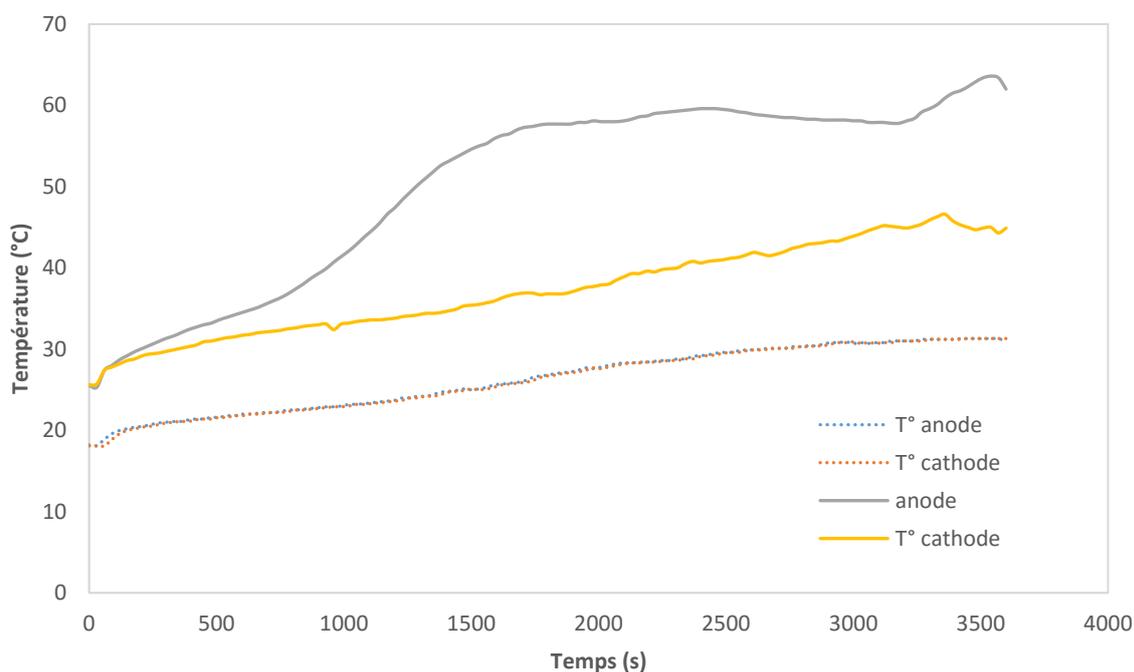


Figure VII-12 Température enregistrée à l'anode et à la cathode: différentes configurations anode/cathode : trait plein système classique – traits pointillés filtre électrode à la cathode

La température dans la cellule de filtration est plus élevée avec le système classique composé des électrodes Réf-ECS et du filtre C1. Dans ce cas, la température à l'anode est élevée par rapport à celle de la cathode pouvant atteindre 63 °C. L'utilisation du tissu filtre électrode FC-

25 permet de réduire la température à l'anode et la cathode. Celle-ci ne dépasse pas les 31 °C aux deux pôles de la cellule de filtration. En effet, les problèmes d'élévation de température peuvent être liés à l'assèchement des électrodes surtout au niveau de l'anode qui présente le pôle repoussant des molécules d'eau. Contrairement aux grilles métalliques, la structure fibreuse des tissus permet de garder les molécules d'eau en son sein par capillarité, ce qui réduirait l'élévation de température.

La Figure VII-13 montre les valeurs du pH des filtrats au niveau de la cathode et de l'anode. Celui-ci est très acide à l'anode (2,5 en moyenne) et basique à la cathode (11,5 en moyenne) à cause de la formation des ions  $H^+$  et  $OH^-$  respectivement (Citeau, Larue, et Vorobiev 2011).

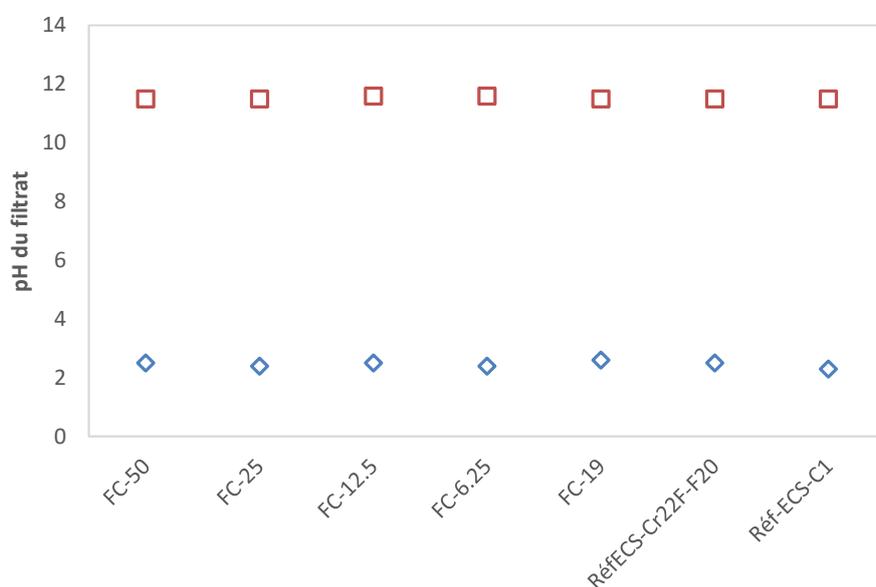


Figure VII-13 Mesures du pH du filtrat à l'anode et à la cathode

#### VII.3.5.5 Consommation énergétique:

La Figure VII-14 présente la consommation énergétique spécifique en  $E_i^s$  fonction de la siccité instantanée du gâteau. Ces tests sont les mêmes que ceux présentés dans Figure VII-8. Un test supplémentaire est présenté, celui les électrodes en titanes Réf-ECS sont utilisées avec le filtre C1 à l'anode et à la cathode.

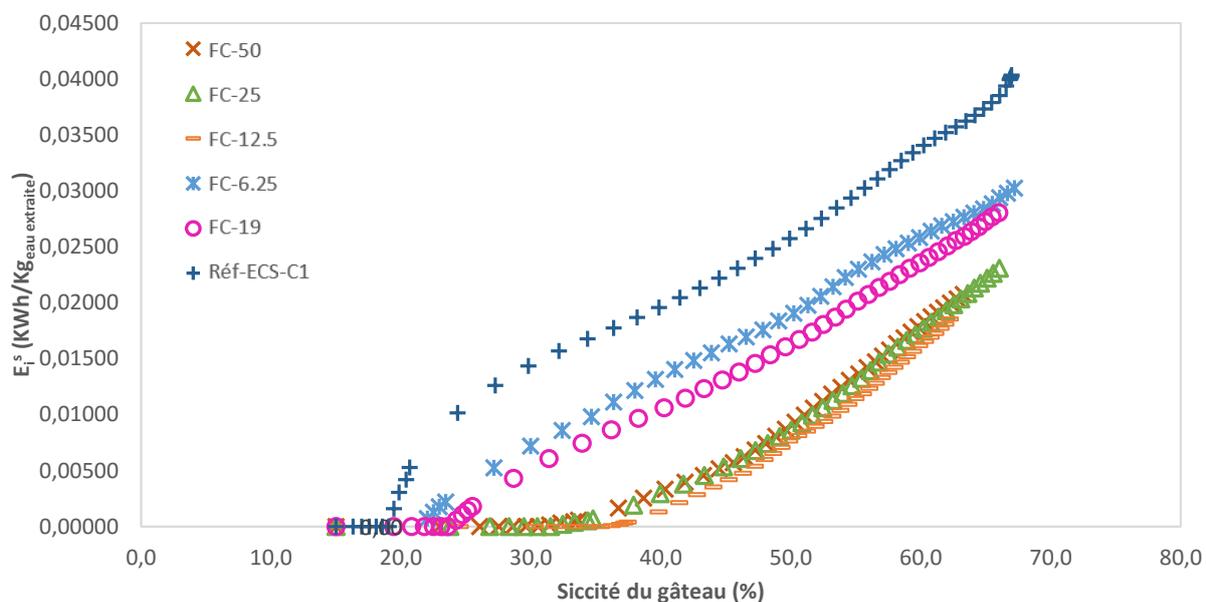


Figure VII-14 Energie consommée en fonction de la siccité du gâteau

La combinaison ayant donné la consommation énergétique spécifique la plus élevée est la combinaison traditionnelle où les filtres en textiles sont placés devant les électrodes (Réf-ECS et filtre C1). En effet, le filtre C1 est un tissu qui présente une résistance électrique élevée qui pourrait engendrer une résistance supplémentaire dans la cellule, induisant une consommation énergétique plus importante. En remplaçant cette combinaison par un seul matériau, le tissu filtre conducteur, uniquement au niveau de la cathode, nous avons réussi à diminuer la consommation énergétique d'au minimum 25% avec le tissu contenant le moins de fibres conductrices. Cette consommation est baissée d'environ 50% en utilisant des tissus cathodes contenant au moins 25% de fibres conductrices.

La Figure VII-15 présente la consommation énergétique spécifique totale pendant le test de l'électro-déshydratation en fonction du pourcentage des fibres conductrices dans le tissu cathode.

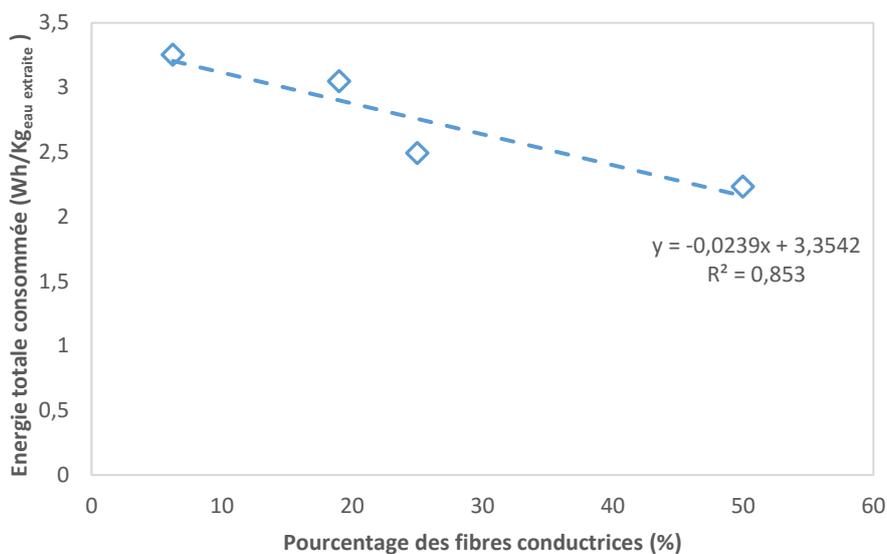


Figure VII-15 Energie totale consommée en fonction du pourcentage des fibres conductrices

L'évolution constatée est corrélée avec une droite décroissante. En effet, la consommation énergétique diminue si la cathode contient plus de fibres conductrices.

Cette consommation est également présentée en fonction de la surface d'échange des tissus cathodes. A l'exception de l'échantillon FC-19, il y a une très bonne corrélation entre ces deux paramètres. Le banc, que nous avons mis en œuvre pour cette étude (Chapitre II.4.2), permet donc de sélectionner les tissus conducteurs qui sont susceptibles de garantir des performances d'électrode optimisées.

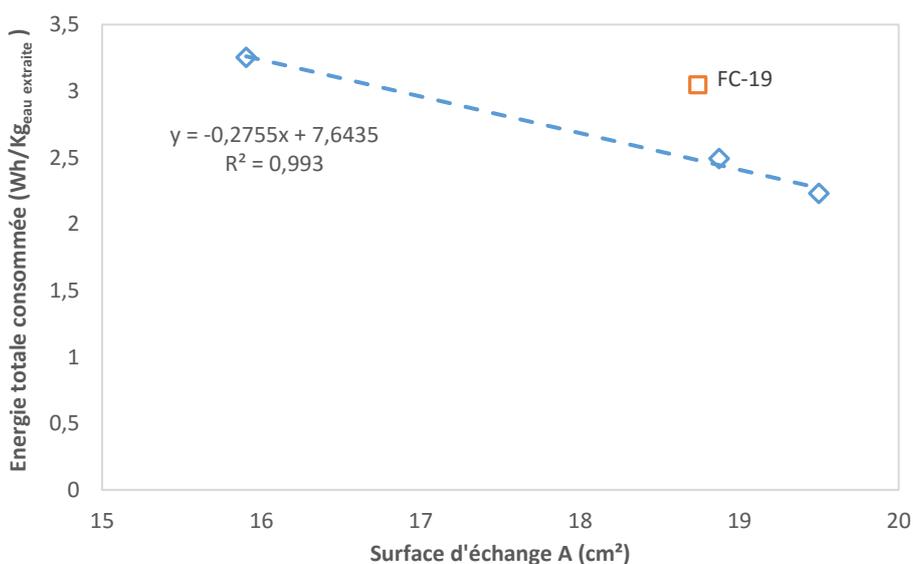


Figure VII-16 Energie totale consommée en fonction de la surface d'échange ionique

#### VII.4 Conclusion:

La comparaison des performances en filtration entre le procédé de la filtration par gâteau classique et la filtration assistée par un champ électrique a montré l'intérêt de celui-ci. En effet, la résistance à l'écoulement est beaucoup moins élevée grâce à l'application du champ électrique, réduisant ainsi la durée de la filtration. Un gain de 20% au niveau de la siccité gâteau est également constaté pour une filtration d'une heure. Ces résultats rejoignent les résultats des travaux de la thèse de Citeau (Citeau 2012).

La partie novatrice de ce projet de thèse était d'utiliser une seule membrane dans le procédé de l'électrofiltration, assurant à la fois la fonction filtrante et la fonction électrode. Les études exposées dans le chapitre VI ont montré qu'il est possible d'utiliser des tissus conducteurs comme des électrodes dans un milieu ionique. Ces travaux ont également démontré que l'armure du tissu électrode n'a pas d'influence sur ses performances. Nous avons donc sélectionné une armure filtrante, dont les performances filtrantes ont été étudiées dans le chapitre IV, afin de développer les tissus électrodes. Les pourcentages des fils conducteurs ont été variés dans ces tissus. Notre étude dans ce chapitre a donc porté sur l'influence du pourcentage des fibres d'inox, une fibre adaptée à notre application, sur les performances d'électrodes dans le procédé de filtration assistée par un champ électrique.

D'une part, nos études ont montré que les tissus filtrants conducteurs peuvent remplacer le couple filtre/cathode dans le procédé de l'électrofiltration. Cette configuration innovante et complètement nouvelle dans cette application est très intéressante en termes d'économie, écologie et performances du procédé. En effet, la consommation énergétique de ce procédé est inférieure à celle de la configuration classique où une électrode et un tissu filtrant isolant sont utilisés. Elle a baissé de 25% avec seulement 6,25% de fibres conductrices. Cette baisse est de 50% si le pourcentage des fibres conductrices dans la cathode est de 25% ou de 50%. D'autre part, ces travaux ont également montré qu'à l'échelle laboratoire, la nouvelle configuration permet d'éviter les problèmes d'élévation de température au niveau des électrodes grâce à la structure fibreuse des tissus électrodes permettant d'emprisonner l'eau par capillarité et éviter l'assèchement.

**Références Bibliographiques :**

Citeau M, Larue O, and Vorobiev E, "Influence of salt, pH and polyelectrolyte on the pressure electro-dewatering of sewage sludge." *Water Research* 45.6 (2011): 2167-2180.

Citeau M, Combinaison innovante de traitements électriques et physico-chimiques pour améliorer la déshydratation mécanique de suspensions et boues d'origines industrielles et urbaines. Thèse de doctorat. *Université de Compiègne*, 2012.

Jennings A.A, and Puneet M, "Modeling electrokinetically-enhanced aggregate remediation." *Environmental modelling & software* 14.6 (1999): 625-634.

## **Conclusion Générale**

La structure du textile filtrant est l'un des paramètres clés en filtration par gâteau des milieux dispersés solide-liquide. L'objectif de ce projet de thèse est de développer un medium tissé innovant à usage filtre et électrode dans le procédé de l'électro-déshydratation. Nous avons ainsi étudié la propriété filtrante des tissus par l'analyse de l'influence de la structure des tissus filtrants sur les performances en filtration de deux différents milieux dispersés : le lait caillé et la boue. Par la suite, nous avons intégré des fils conducteurs dans ces tissus et avons étudié leurs propriétés électriques et en particulier leur propriété électrode. Enfin, nous avons testé ces tissus comme filtre et électrode dans le procédé d'électro-déshydratation d'une suspension modèle.

Nous avons commencé nos travaux par l'élaboration de plusieurs tissus filtrants de structures différentes en faisant varier la nature des fibres, la structure et la densité des fils ainsi que l'armure. Ces tissus ont été analysés par des observations microscopiques, des mesures d'épaisseur et de porosité. Les tailles des pores ont été estimées en utilisant une méthode géométrique. Afin de comprendre d'une manière simple le lien entre la structure d'un tissu et le débit d'un fluide qui le traverse, nous avons analysé les mesures de la perméabilité à l'air. Nous avons lié cette perméabilité à la taille, la densité, la forme des pores ainsi qu'à la porosité des fils. La taille des fils est un paramètre déterminant car elle conditionne la densité de fils maximale et donc la densité et la taille des macro-pores. La perméabilité à l'air est proportionnelle à une puissance de la taille de ces pores inter-fils, qui dépend de la structure du fil. La densité maximale des fils est également liée à l'armure. En effet, chaque armure est composée de quatre types de pores de formes différentes, définis dans la littérature. Ces pores ont des déformabilités différentes, ce qui conditionne la densité maximale des fils. La présence des micro-pores, au sein des fils eux même et qui dépend de leurs structures et leurs pilosités, influe également sur la perméabilité à l'air. A porosité égale, un tissu composé de fils fibreux est moins perméable qu'un tissu composé de fils filamenteux.

Nous avons par la suite étudié la fonction filtrante des tissus. L'influence des propriétés structurelles et physiques des textiles sur leurs propriétés filtrantes est étudiée dans la littérature par quelques auteurs. Les performances des tissus en séparation solide-liquide dans les filtres presses dépend de la nature du fil, sa texturation, sa finesse, mais aussi de la densité de tissage

et de l'armure. Nos travaux sur la filtration de deux suspensions modèles ont confirmé les hypothèses évoquées dans la littérature sur l'influence de la structure des média filtrants sur les cinétiques de filtration ainsi que les phénomènes de colmatage. L'influence de l'armure sur les propriétés filtrantes a été analysée par une nouvelle approche en comparant celles-ci à la forme des pores. La formation du gâteau s'est avérée plus rapide sur des pores de type 1 (toile). Les pores de type 4 (satin) sont les pores qui présentent le colmatage le plus faible. La résistance spécifique du gâteau de filtration dépend également de la structure du tissu filtrant. D'autre part, l'influence de la structure des média filtrants sur l'égouttage du lait caillé a été étudiée. Contrairement aux résultats obtenus lors de la filtration des suspensions modèles, les cinétiques d'égouttage du lait caillé dépendent peu de la structure du média filtrant à partir du moment où le gâteau est formé. En effet, les pores des tissus filtrants sont rapidement colmatés par les agglomérats du lait caillé, qui sont, contrairement aux particules minérales dans les suspensions modèles, collants et volumineux. Cette altération de la structure poreuse des filtres réduit le débit de filtrat de la même manière indépendamment de la structure des tissus propres. En outre, la résistance à l'écoulement du gâteau du lait caillé est beaucoup plus importante que celle des suspensions minérales. Cependant, le décolmatage du gâteau ainsi que l'encrassement du filtre dépendent de sa structure et en particulier de la structure et la composition chimiques des fils et des fibres qui le composent. Le gâteau de filtration du lait caillé adhère plus sur les tissus composés de fils fibreux. Ces tissus fibreux présentent également un encrassement important par les protéines laitières. L'adhésion de ces protéines à la surface des filtres dépend également de la nature des fibres et en particulier de leur hydrophobie et leur potentiel zéta.

Dans la suite des travaux, nous avons étudié la fonction électrodes des tissus filtrant conducteurs, développés dans le cadre de ce projet. En effet, l'électro-déshydratation des boues est une étude qui s'intègre dans le cadre du projet Deshybou. L'optimisation de ce procédé par le développement d'un tissu filtre doté d'une fonction d'électrode fait partie des objectifs de ce projet collaboratif dont les attentes sont une efficacité de déshydratation supérieure et une consommation d'énergie réduite. Ceci nécessite de bien maîtriser à la fois les fonctions de filtre mais aussi celle d'électrode. Par ailleurs, les textiles conducteurs se sont beaucoup développés au cours des 10 dernières années mais il y a peu de description des conditions requises pour leur application en tant qu'électrode.

Dans un premier temps la résistance électrique des tissus conducteurs développés a été étudiée. Elle dépend principalement du pourcentage des fibres conductrices mais surtout de l'armure. Ce résultat est analysé par une nouvelle approche qui prend en compte les paramètres structuraux de l'armure (le CFF ainsi que la longueur du flotté), qui sont définis dans la littérature mais qui n'ont jamais été utilisés pour l'interprétation de la résistance électrique. Ces paramètres influent principalement sur la topographie de surface des tissus qui contrôle la qualité de contact entre les fibres conductrices et les électrodes filtrantes. Pour étudier la fonction électrode de nos tissus, un banc de test a été mis en place qui pour la mesure la surface d'échange entre l'électrode/tissu et un électrolyte. Nous avons montré que cette surface d'échange ne dépend que du pourcentage en fibres conductrices des tissus.

Suite à nos travaux et nos résultats des deux parties précédentes, nous avons développé des tissus filtrants électrodes dont la structure filtrante est optimisée et la fonction électrode est validée. Nous avons sélectionné une fibre conductrice compatible avec l'application de l'électro-déshydratation, la fibre d'inox. Ces tissus ont été utilisés comme cathode dans le procédé de filtration assistée par un champ électrique d'une suspension de Kaolin. Nous avons étudié l'influence du pourcentage des fibres d'inox sur les performances d'électrodes. La consommation énergétique de ce procédé est inférieure à celle de la configuration classique où une électrode et un tissu filtrant isolant sont utilisés. Elle a baissé de 25% avec seulement 6,25% de fibres conductrices par rapport à la masse totale du tissu. Cette baisse est de 50% si le pourcentage des fibres conductrices dans la cathode est de 25% ou de 50%. Les phénomènes de réchauffements sont également réduits au niveau de la cathode en utilisant cette configuration.

Les connaissances nouvelles acquises grâce à ce projet de thèse se déclinent sur trois axes :

- Une nouvelle approche permettant d'analyser la forme des pores dans les tissus et étudier leur influence sur la perméabilité à l'air et ainsi que le colmatage.
- La filtration du lait caillé, un procédé qui n'a pas été étudié auparavant.
- L'utilisation des filtres tissés électrodes conducteurs permettant de réduire la consommation énergétique du procédé de l'électro-déshydratation.

## **Perspectives**

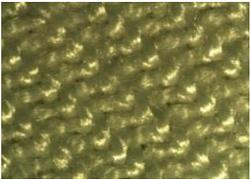
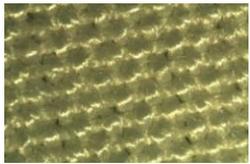
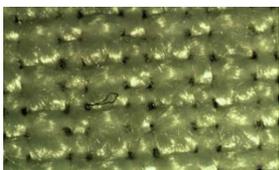
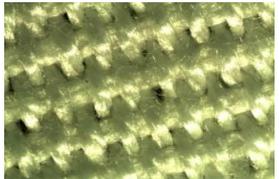
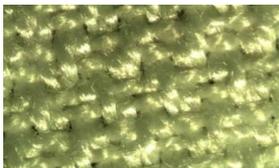
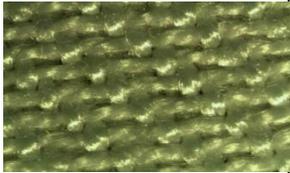
---

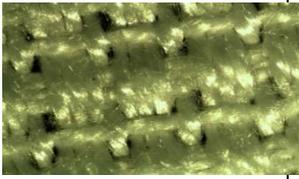
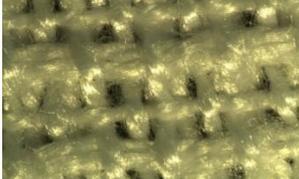
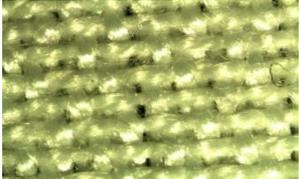
Nous avons réussi à développer des tissus filtrants conducteurs qui ont été utilisés comme cathode dans le procédé d'électro-déshydratation. Ces tissus ont permis de diminuer la consommation énergétique du procédé pour une siccité équivalente. L'efficacité de filtration de ces tissus est correcte et peut être optimisée par un traitement de calandrage. Ce traitement permettrait également de rendre la surface plus lisse ce qui faciliterait le débâtissage du gâteau de filtration.

Des essais d'électro-déshydratation doivent être réalisés à l'échelle pilote afin de valider les résultats obtenus à l'échelle laboratoire.

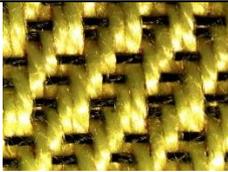
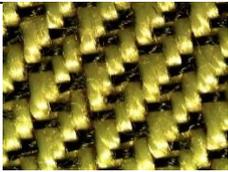
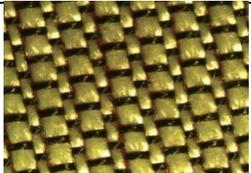
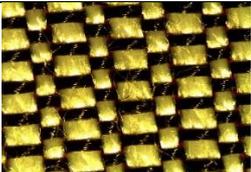
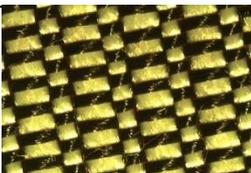
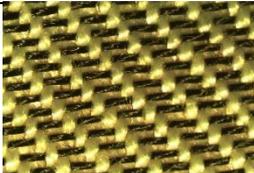
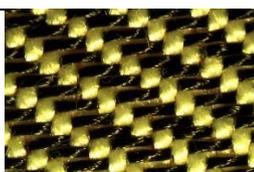
Ces tissus électrodes ne sont pas adaptés à l'utilisation au niveau de l'anode à cause de la faible résistance à la corrosion de l'inox aux pH acides. Des études supplémentaires doivent être menées afin de sélectionner un matériau conducteur compatible avec les conditions électrochimiques au niveau de l'anode.

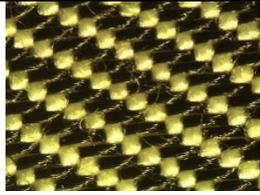
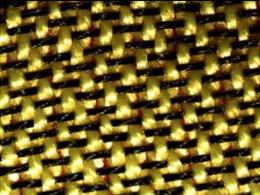
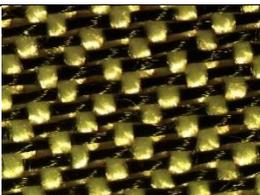
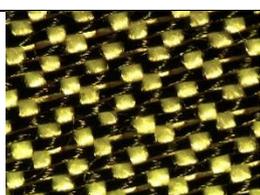
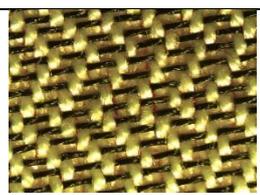
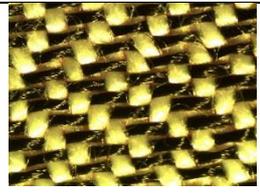
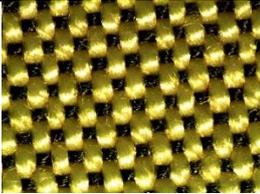
Annexe II-1 : Propriétés des tissus 100% fibreux

Echantillon	Armure	Observation Microscopique	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Epaisseur (µm)	Porosité (%)
Cr22F-F20	croisé 2-2		281	606	66
TF-F16	toile		258.1	545	66
R31F-F16	reps 3-1		254.5	603	69
Cn22F-F16	cannelé 2-2		251.2	735	75
Srep4F-F16	satin de 4 à répétition		244.9	658	71
SrF-F16	Serpentine 4-4		249.7	797	77
Sg4F-F16	sergé de 4		249.6	676	73

Nt31F-F16	natté 3-1		249.7	755	76
HF-F16	B		248.6	906	80
Sat4F-F16	Satin de 4		252.3	620	79

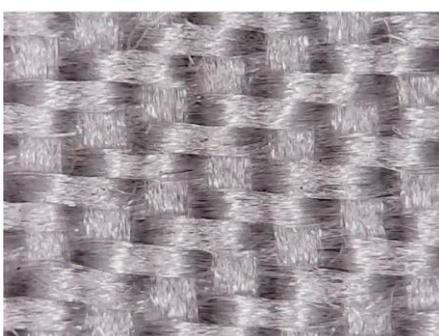
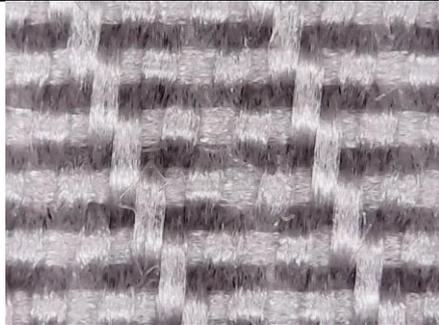
Annexe II-2 : Propriétés des tissus mélange fibreux/multifilaments

Echantillon	Armure	Photo	Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	Densité pores (/cm <sup>2</sup> )
Cr22F-MF16	Croisé 2-2		$616 \pm 12$	384
Cr22F-MF23			$510 \pm 6$	529
Cr22F-MF28			$491 \pm 9$	644
R31F-MF16	Reps 4		$454 \pm 8$	384
R31F-MF23			$499 \pm 12$	529
R31F-MF28			$514 \pm 13$	644
SgF-MF16	Sergé 4		$536 \pm 9$	384
SgF-MF23			$457 \pm 1$	529

SgF-MF28			$442 \pm 9$	644
Sat4F-MF16	Satin 4			
Sat4F-MF23				
Sat4F-MF28				
SrF-MF16	Serpentine		$621 \pm 14$	384
SrF-MF23			$564 \pm 16$	529
SrF-MF28			$544 \pm 15$	644
TF-MF16	Toile		$445 \pm 12$	384

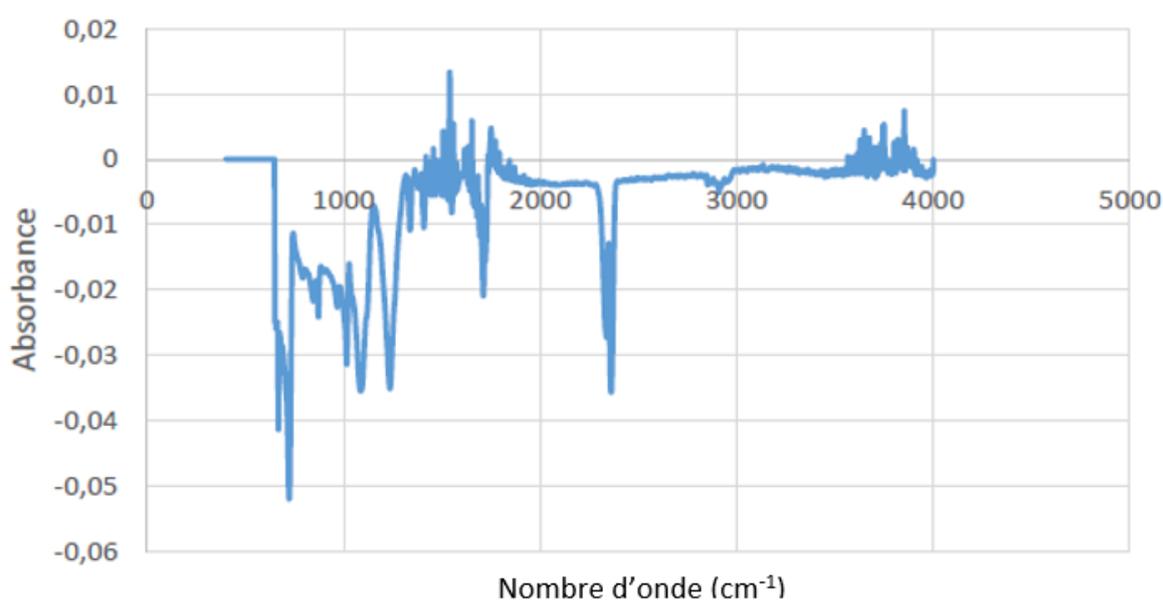
TF-MF23			$401 \pm 8$	529
---------	--	---	-------------	-----

Annexe II-3 : Images microscopiques

Ref	Armure	Image microscope	
Sat53T-T16	Satiné 5-3		
Sat8T-T16	Satin 8		
Cr22T-T16	Croisé 22		
Sg21T-T16	Sergé 211112		

SrepT-T16	Satin4 à répétition	
-----------	---------------------	--

#### Annexe V-1 Spectre FTIR d'un tissu en PET



#### Annexe IV-2 : Formulation de la solution tampon du noir amido

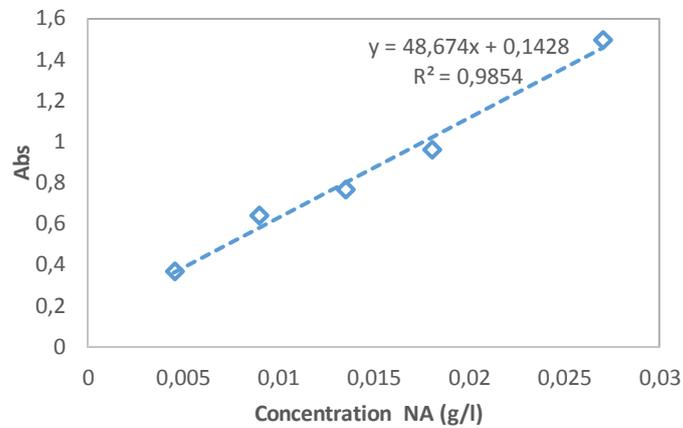
Solution Tampon : La préparation d'un litre de cette solution est faite selon la norme NF V 04-216. Elle est composée de :

- 15,80g d'acide citrique mono hydraté ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ) ;
- 2,08g de hydrogène-orthophosphate disodique dihydraté ( $Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$ ) ;
- 0,90g de colorant noir amido en poudre ;
- environ 800mL d'eau distillée

Le mélange est maintenu sous agitation mécanique pendant deux heures. Le pH final de la solution doit être à  $2,24 \pm 0,10$  à  $20^\circ C$  (à ajuster, si nécessaire, par ajout d'acide sulfurique ou de solution d'hydroxyde de sodium 1mol/L). La solution doit reposer dans l'obscurité pendant

12h avant la première utilisation. La solution se conserve 3 mois à l'abri de la lumière à une température entre 15 à 25°C.

Annexe IV-3 : Droite étalon des solutions noir amido



Annexe VII-1 : Thermomètre/ thermocouple



Annexe VII-2 : Générateur électrique et multimètre



