# Université du Québec INRS-Eau, Terre et Environnement

### OPTIMISATION DE LA RÉCUPÉRATION DE COMPLEXES SURFACTANT-HYDROCARBURES PÉTROLIERS PAR SÉPARATION SOLIDE/LIQUIDE DANS DES SÉDIMENTS FINS CONTAMINÉS

### Par Alain Langlais

Mémoire pésenté pour l'obtention du grade de Maître ès sciences (M.Sc.) en Sciences de la Terre

### Jury d'évaluation

Examinateur externe

Robert Hausler

Département de génie de la construction

École de Technologie Supérieure,

Québec, Canada

Examinateur interne

Guy Mercier

INRS-Eau, Terre et Environnement Université du Québec, Québec, Canada

Directeur de recherche

Mario Bergeron

INRS-Eau, Terre et Environnement Université du Québec, Québec, Canada

Codirecteur de recherche

Richard Martel

INRS-Eau, Terre et Environnement Université du Québec, Québec, Canada

(18 juin 2007)

© droits réservés de Alain Langlais, 2007



### **RÉSUMÉ**

Le but du présent mémoire vise à optimiser un procédé ex-situ de récupération des hydrocarbures dans des sédiments fins contaminés. Les étapes de lavage et de flottation des hydrocarbures ayant déjà été optimisés avec ce type de sédiments (Koné, 2003), la présente optimisation vise donc à incorporer une étape de séparation solide-liquide entre l'étape de lavage et celle de flottation afin d'augmenter l'efficacité de cette dernière. Le but ultime étant d'envoyer vers l'étape de flottation un liquide contenant le moins possible de sédiments fins afin de flotter seulement les complexes surfactant-hydrocarbures pétroliers hydrophobes présents dans le liquide de lavage.

Les sédiments utilisés lors de cette étude proviennent du même lot que ceux utilisés lors des travaux antérieurs (Koné, 2003) mis à part qu'ils ont été tamisés à 200 µm afin de retirer la fraction grossière non-contaminée. La contamination moyenne des sédiments est d'environ 15 200 mg/kg en hydrocarbures pétroliers C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>. 82% des hydrocarbures pétroliers se retrouvent dans seulement 30,5 % de la masse des sédiments, soit la fraction la plus fine. La taille des sédiments qui compose cette fraction est de 13 μm et moins. La teneur en hydrocarbures pétroliers de cette fraction granulométrique est d'un peu plus de 41 000 mg/kg. Les sédiments présentent aussi une contamination par les métaux. Le cuivre est le métal qui est présent en plus grande quantité avec une teneur supérieure à 9 000 mg/kg. Des essais de lavage et de flottation ont été réalisés afin de vérifier leurs performances avec ces sédiments. Pour mener à bien cette recherche, plusieurs techniques de séparation solide/liquide ont été abordées. Ce mémoire présente les résultats obtenus avec les techniques de filtration, décantation et coagulationfloculation. Le degré d'efficacité des techniques repose sur le fait qu'elles soient capables ou non d'enlever le maximum de sédiments du liquide de lavage sans diminuer la quantité de complexes surfactant-hydrocarbures présent.

Les essais réalisés montrent que c'est avec la technique de coagulation-floculation que la séparation solide-liquide est la plus efficace. Cette technique a permis d'éliminer jusqu'à 94% de la masse de sédiments présents dans le liquide de lavage. Le problème

rencontré avec la coagulation-floculation provient du fait qu'en moyenne près de 56% de la quantité des complexes surfactants-hydrocarbures ont été entraînés avec les sédiments. La décantation a eu pour effet d'éliminer jusqu'à 72% des sédiments en mode noncontinu et d'éliminer jusqu'à 35% en mode continu avec un décanteur lamellaire tout en conservant la presque totalité des complexes surfactant-hydrocarbures dans la solution. Pour leur part les essais de filtration ont été un échec compte tenu de la finesse des sédiments.

À la lumière des résultats obtenus, la séparation solide-liquide entre l'étape de lavage des sédiments et l'étape de flottation ne semble pas être une solution au problème des fines particules entraînées au concentré de flottation. En effet, les essais de décantation démontrent que la fraction des sédiments qui est décantable par les méthodes de décantation naturelle ou lamellaire, est constituée de particules grossières seulement. Les particules les plus fines se retrouvent toujours dans le liquide de lavage et ce sont ces particules qui sont entraînées lors de l'étape de flottation.

Alain Langlais

Étudiant

Mario Bergeron Directeur de recherche

### **REMERCIEMENTS**

Je tiens à remercier tout spécialement mon directeur de recherche, M. Mario Bergeron, Ph.D., pour les diverses opportunités de recherches qu'il m'a offertes pendant mon séjour à l'INRS-ETE; j'en suis énormément reconnaissant. Pour sa grande qualité de vulgarisateur, sa détermination et son excellent esprit scientifique, il a été un privilège d'être sous la direction de Mario. Mes remerciements à M. Richard Martel Ph.D., co-directeur de recherche pour avoir accepté de faire parti de ce projet. Mes remerciements tout aussi précieux à l'équipe de recherche de l'INRS-ETE.

À Alice, ma petite princesse et à William, mon monsieur sourire, mes enfants si importants à mes yeux... À Félix qui viendra au monde sous peu et que j'ai bien hâte de faire la connaissance. Une pensée toute particulière à Caroline, qui sera toujours une source d'encouragement et de motivation pour moi. Enfin, merci à mes parents pour leurs aides inestimables.

	•
•	

# TABLE DES MATIÈRES

RÉS	UMÉ		. iii
REM	1ERCII	EMENTS	V
TAB	LE DE	S MATIÈRES	.vii
LIST	E DES	S FIGURES	xi
LIST	E DES	S TABLEAUX	xiii
		E 1	
INT		CTION	
1.1		I DU MÉMOIRE	
1.2		ORIQUE	
1.3		BLÉMATIQUE ET REVUE DE LITTÉRATURE	
1.4		CTIFS	
_		E 2	
2.1		AVAGE DES SÉDIMENTS	
	2.1.1	Les surfactants	6
		2.1.1.1 Le phénomène d'adsorption	
2.2		EPARATION SOLIDE-LIQUIDE	
	2.2.1	La décantation.	
		2.2.1.1 Vitesse de sédimentation des particules dans un liquide	
	2.2.2	La coagulation	
		La floculation.	
		La filtration	
2.4		LOTTATION	
~		La flottation des hydrocarbures	
CHA	APITR	E 3	29
	THOD	OLOGIE EXPÉRIMENTALE	29
3.1		ACTÉRISATION DES SÉDIMENTS	
		Provenance des sédiments	
	3.1.2	Distribution granulométrique des sédiments	
		3.1.2.1 Tamisage	
		3.1.2.2 Élutriation	
	2 1 2	3.1.2.3 Granulomètre laser	
	3.1.3	Analyse des contaminants organiques	33
		3.1.3.1 Analyse par gravimétrie de la teneur en hydrocarbures des sédiments	25
	2 1 4	3.1.3.2 Calcul de la concentration d'hydrocarbures	
2.2	3.1.4	Analyse des contaminants inorganiquesAGE DES SÉDIMENTS CONTAMINÉS	
3.2			
3.3		Méthodologie utiliséeRATION SOLIDE-LIQUIDE	
5.5	3.3.1	Avantage d'une telle méthode	
		La filtration	
	3.3.4	L/a 11111attivit	

	3.3.3	La sédimentation naturelle	39
		3.3.3.1 Essai en cylindre gradué	
		3.3.3.2 Essai en décanteur lamellaire	40
	3.3.4	La floculation	
		3.3.4.1 Préparation de la suspension	
		3.3.4.2 Préparation des floculants	43
		3.3.4.3 Solutions	44
		3.3.4.4 Procédure	
		3.3.4.5 Évaluation des essais	45
3.4	CON	CENTRATION DES COMPLEXES SURFACTANTS-	
	HYD	ROCARBURES PAR FLOTTATION	45
	3.4.1	Flottation en cellule	
		3.4.1.1 Caractéristiques de l'appareil	45
	3.4.2	Flottation en colonne	46
		3.4.2.1 Conception de la colonne de flottation	48
		3.4.2.2 Description de la colonne de flottation agitée	49
		3.4.2.3 Conception du système à air-dissous	53
		3.4.2.4 Description du système à air-dissous	
		E 4	55
		ATION DES RÉSULTATS ET DISCUSSION	55
DE I		RACTÉRISATION	
4.1		ULTATS DE LA CARACTÉRISATION DES SÉDIMENTS	
	4.1.1	Distribution granulométrique des sédiments	55
	4.1.2	Analyse organique des sédiments	
	4.1.3	Analyse inorganique des sédiments	61
4.2		USSION DE LA CARACTÉRISATION DES SÉDIMENTS	
4.3	CON	CLUSION DE LA CARACTÉRISATION DES SÉDIMENTS	
	APITR		65
		DES SÉDIMENTS ET SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE:	
SÉL		TATION ET FILTRATION	
5.1		JLTATS DU LAVAGE DES SÉDIMENTS	
		Confirmation de l'efficacité de la méthode de lavage	
	5.1.2	Résultats de lavages des sédiments après tamisage à 212 um	67
5.2		USSION SUR LE LAVAGE DES SÉDIMENTS	
5.3	RÉSU	JLTATS DE LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE	
	5.3.1	Sédimentation naturelle des sédiments (non-lavés) en cylindre gradué	69
		Sédimentation naturelle des sédiments (lavés à l'aide d'un surfactant	
	dans ı	ıne cellule de lavage) en cylindre gradué	
	5.3.3		
		Résultats des essais de filtration des sédiments	
	5.3.5	Résultats des essais de floculation	72
5.4	DISC	USSION DE LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE	72
5 5	CON	CHICION CHD LA CÉDADATION COLIDE LIOLHDE	75

CHA	APITRE 6	.77
SÉP.	ARATION SOLIDE-LIQUIDE: COAGULATION-FLOCULATION	.77
6.1	OPTIMISATION DE LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE	
	(COAGULATION-FLOCULATION) BASÉE SUR LE POURCENTAGE	
	EN SOLIDE RÉSIDUEL DU SURNAGEANT	.77
	6.1.1 Contribution des paramètres	.79
	6.1.2 Effet factoriel	.81
6.2	OPTIMISATION DE LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE	
	(COAGULATION-FLOCULATION) BASÉ SUR LA QUANTITÉ	
	D'HYDROCARBURES PRÉSENTE DANS LE SURNAGEANT	.85
	6.2.1 Contribution des paramètres	.87
	6.2.2 Effet factoriel	.89
6.3	DISCUSSION DE L'OPTIMISATION DE LA SÉPARATION SOLIDE-	
	LIQUIDE	
	CONCLUSION SUR LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE	
	APITRE 7	
	NCLUSIONS ET DISCUSSION	
	ÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	
	VEXE A	
	VEXE B	
	VEXE C	
ANN	NEXE D	109

# LISTE DES FIGURES

Figure 1:	Modèles d'une solution de surfactant (interface air-eau) modifié à partir	7
Figure 2:	de Lévesque (1999)	/ Q
Figure 3:	Évolution de l'aspect d'une suspension en sédimentation dans une	0
rigure 5.	éprouvette (Svarovsky, 1990)	12
Figure 4:	Allure générale d'une courbe de sédimentation (Blazy et al., 1981)	
Figure 5:	Vitesse de sédimentation dans un cylindre vertical et dans une cylindre	. 1 🛨
riguic 5.	incliné (Blazy et al., 1981)	15
Figure 6:		.13
rigule 0.	Surface de projection d'une plaque dans un décanteur lamellaire (Perry	16
Figure 7:	et Green, 1997)	
Figure 7:		
Figure 8:	Deux façons de visualiser la double couche (Zeta-Meter Inc., 2004)	.18
Figure 9:	Variation du potentiel de répulsion en fonction de la distance qui sépare	20
Eigen 10.	deux particules. (Zeta-Meter Inc., 2004).	.20
Figure 10:	Variation du potentiel de répulsion en fonction de la distance qui sépare	
	deux particules après compression de la double couche. (Zeta-Meter	21
T': 11	Inc., 2004)	
-	Éléments d'un système de filtration (Svarovsky, 1990)	
•	Mécanisme de filtration avec gâteau (Svarovsky, 1990)	
	Mécanisme de filtration en profondeur (Svarovsky, 1990)	.25
Figure 14:	Phénomène de répulsion entre les bulles d'air et les hydrocarbures, par	
	suite de leur recouvrement par une couche de surfactant cationique ou	• •
D: 15	anionique dans l'eau distillée (Lévesque, 1999).	.28
Figure 15:	Jonction électrostatique des hydrocarbures et des bulles d'air en	•
D' 16	présence d'ions de calcium (Lévesque, 1999)	.28
Figure 16:	Méthode de tamisage en présence d'une grande quantité de particules	
<b></b>	fines (Bergeron, 2001).	.32
Figure 17:	Schéma d'un hydrocyclone semblable à ceux utilisés dans un	
7.	Cyclosizer (modifié de Will, 1992)	:33
Figure 18:	Élutriateur de type «cyclosizer» (Laboratoire du département de Mines	
<b>D</b>	et Métallurgie, Université Laval, 2003)	
_	Décanteur lamellaire utilisé pour les essais de décantation	
	Détail de la cellule de flottation Denver de laboratoire D-12	
	Colonne de flottation agitée	
	Colonne de flottation agitée à air dissous.	
-	Surverse de la colonne de flottation.	
_	Sousverse de la colonne de flottation.	
	Pompes nécessaire au fonctionnement	
-	Contrôle de la vitesse variable	
	Réservoir d'air dissous.	
	Distribution granulométrique des sédiments.	
Figure 29:	Teneur en hydrocarbures pétroliers C <sub>10</sub> -C <sub>50</sub> dans les sédiments	.60

Figure 30:	Répartition et teneur en hydrocarbures pétroliers C <sub>10</sub> -C <sub>50</sub> en fonction	
_	des fractions granulométriques des sédiments	61
Figure 31:	Courbes de sédimentation des sédiments contaminés (non-lavés) en	
	cylindre vertical et incliné.	70
Figure 32:	Contribution des paramètres sur la diminution du pourcentage solide	
	dans le surnageant	81
Figure 33:	Effet factoriel du pH de la solution.	83
Figure 34:	Effet factoriel du type de sel utilisé	83
Figure 35:	Effet factoriel de la concentration de floculant.	84
Figure 36:	Effet factoriel du type de floculant.	84
Figure 37:	Contribution des paramètres sur le taux de variation de la quantité	
	d'hydrocarbures pétroliers dans le surnageant.	88
Figure 38:	Effet factoriel du pH de la solution	90
Figure 39:	Effet factoriel du type de sel utilisé	90
Figure 40:	Effet factoriel de la concentration de floculant.	91
Figure 41:	Effet factoriel du type de floculant.	91
Figure 42:	Schéma simplifié du procédé général de traitement des sédiments	
	(Koné, 2003)	97

# LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1:	Temps de sédimentation pour différentes particules, d'après la loi de	
	Stokes (Degrémont, 1989)	12
Tableau 2:	Tailles des tamis utilisés et équivalences des séries Tyler et ASTM	32
Tableau 3:	Distribution granulométrique des sédiments	
Tableau 4:	Distribution granulométrique des sédiments inférieurs à 38 µm	5.7
Tableau 5:	Distribution granulométrique des sédiments (tamisage humide +	
	cyclosizer)	57
Tableau 6:	Répartition granulométrique des hydrocarbures pétroliers sur les 10	
. *	fractions de sédiments	60
Tableau 7:	Analyse inorganique effectuées sur les sédiments	62
Tableau 8:	Conditions d'opération des essais effectués lors de ce mémoire et	
•	celles de Koné (2003)	
Tableau 9:	Comparatif des essais de lavage	
Tableau 10:	Résultats de deux essais de lavage effectuées sur nos sédiments	68
Tableau 11:	Comparaison des efficacités de sédimentation des sédiments en	
	cylindre vertical et incliné suite à une étape de lavage au surfactant	71
Tableau 12:	Essais en décanteur lamellaire avec une pulpe contenant 10% poids	
	de solide lavé au surfactant Aerosol OT	71
Tableau 13:	Vérification de l'influence de l'ajout d'un agent floculant sur la	
	sédimentation des sédiments en cylindre vertical suite à une étape de	
	lavage au surfactant.	
Tableau 14:	Matrice orthogonal L <sub>9</sub> (3 <sup>4</sup> )	
Tableau 15:	Taux de diminution du pourcentage solide dans le surnageant	79
Tableau 16:	Contribution des paramètres sur la diminution du pourcentage solide	
•	dans le surnageant	80
Tableau 17:	Effet factoriel et conditions optimales de réduction du pourcentage	
	solide dans le surnageant	82
Tableau 18:	Matrice orthogonal L <sub>9</sub> (3 <sup>4</sup> )	
Tableau 19:	Variation de la quantité d'hydrocarbures pétroliers dans le surnageant	87
Tableau 20:	Contribution des paramètres sur la variation de la quantité	
	d'hydrocarbures pétroliers dans le surnageant	88
Tableau 21:	Effet factoriel et conditions optimales de conservation de la quantité	
	d'hydrocarbures pétroliers dans le surnageant	89

#### **CHAPITRE 1**

### INTRODUCTION

# 1.1 PLAN DU MÉMOIRE

Le présent mémoire est divisé en 7 chapitres principaux. Le premier chapitre intitulé introduction présente de manière générale l'historique du problème de contamination, la problématique rencontrée et les objectifs de l'étude. Le chapitre 2 présente la théorie spécifique à chacune des méthodes utilisées lors des travaux afin de permettre au lecteur de bien comprendre les différents phénomènes en causes. Ainsi, ce chapitre aborde les sujets suivants : phénomènes de lavage des sédiments, séparation solide-liquide et la flottation. Le chapitre 3 décrit la méthodologie expérimentale utilisée pour la caractérisation, le lavage et la séparation solide-liquide des sédiments ainsi que la méthodologie pour la flottation des complexes surfactants-hydrocarbures. Le chapitre 4 présente et analyse les résultats de la caractérisation des sédiments. Pour sa part, le chapitre 5 présente et analyse les résultats du lavage des sédiments et de la séparation solide-liquide. Le chapitre 6 présente et discute des résultats de l'optimisation de la séparation solide-liquide (coagulation-floculation). Finalement, le chapitre 7 présente une discussion générale et une conclusion des travaux et les situent par rapport aux travaux réalisés antérieurement.

### 1.2 HISTORIQUE

Le mouvement d'industrialisation de la fin du 19<sup>e</sup> siècle et du début du 20<sup>e</sup> siècle à provoqué une croissance soutenue de l'industrie lourde dans l'est de Montréal. Plusieurs compagnies de raffinage de pétrole et de métallurgie se sont établies près du site de l'actuel secteur 103 du Port de Montréal. Les rejets industriels étaient jetés directement au fleuve, sans aucune forme de traitement. La baie artificielle créée par la configuration des quais 102, 103 et 104 et la modification des courants, ont provoqué une accumulation de sédiments hautement contaminés à cet endroit. Les études de caractérisation ont mis en évidence le caractère fortement toxique de ces sédiments. À cet endroit, les sédiments sont fortement contaminés par les métaux lourds (cuivre, sélénium, mercure, ...) et par les hydrocarbures pétroliers (Forget et Lajeunesse, 2001).

# 1.3 PROBLÉMATIQUE ET REVUE DE LITTÉRATURE

La contamination mixte des sédiments (présence d'hydrocarbures pétroliers et de métaux) ainsi que la finesse de la fraction granulométrique contaminée fait en sorte qu'une méthode de décontamination spécifique doit être développée. La recherche et le développement dans le domaine des technologies de réhabilitation des sols et des sédiments contaminés sont en croissance constante. L'une des catégories de technologies de traitement la plus prometteuse est le traitement physico-chimique des sols et des sédiments. Les techniques de lavage et de flottation des hydrocarbures pétroliers, dont certaines parties du procédé sont investiguées dans ce projet de maîtrise, font parties de cette catégorie de traitement.

Il est bien connu que les surfactants forment des complexes avec les molécules organiques hydrophobes ce qui provoque une dissolution apparente des hydrocarbures pétroliers dans une solution aqueuse (Sitar et al., 1987). Advenant l'incorporation d'un tel mécanisme dans un procédé de décontamination, la suite logique des opérations implique un nettoyage du liquide de lavage. Récemment, Koné (2003) a démontré que la flottation des complexes surfactant-hydrocarbures pétroliers est possible, hautement

efficace et permet de recycler le liquide de lavage contenant les surfactants non employés (non-complexés). Par contre, une quantité appréciable de particules fines sont entraînées au concentré de flottation. L'entraînement de ces particules fines au concentré a pour effet de diminuer la teneur en hydrocarbures du concentré. Ainsi, le volume de concentré est plus important ce qui engendre des frais plus élevés pour sa disposition. Dans le présent projet, l'approche développée par Koné (2003) sera optimisée en y incorporant une séparation solide-liquide avant l'étape de flottation.

Le comportement des suspensions est étudié depuis très longtemps. Entre autres Blazy et al. (1981) ainsi que Svarovsky (1990) ont produit une description exhaustive de la théorie et de la pratique de la séparation solide-liquide. Dans le cas de la sédimentation, les auteurs expliquent clairement les avantages à utiliser des appareils de sédimentation à plaques inclinées. Les expérimentations de Scott (1990) ont permis de mieux comprendre, expérimentations et données à l'appuies, le fonctionnement des décanteurs à plaques inclinées. Les essais réalisés par ce chercheur avec un décanteur lamellaire ainsi que les explications quant au dimensionnement de l'appareil ont permis, pour les fins des travaux de ce mémoire, la construction à l'échelle laboratoire d'un tel décanteur. Pour leurs parts, les principes de la filtration, que se soit de la filtration sur support ou de la filtration en profondeur, ont été revus en profondeur par Leclerc et Baluais (1981) ainsi que par Akers et Ward (1977). Les explications, les principes ainsi que les équations présentées, ont grandement aidé l'avancement de ce projet. L'étude de la séparation solide-liquide et plus particulièrement celles des particules fines, contaminées par les hydrocarbures, a fait l'objet de peu de publications. Une industrie s'y intéresse plus que les autres et c'est dans le domaine de l'exploitation des sables bitumineux qu'on la retrouve. Sworska et al. (2000) ont étudié les effets du pH, de la concentration en polymères et la présence de cations divalents sur la floculation des particules fines en présence d'hydrocarbures. Leurs travaux ont permis de cerner les paramètres qui ont le plus d'influences sur la sédimentation des particules fines contaminées par les hydrocarbures. Toutes ces informations ont permis de réaliser des essais de séparation solide-liquide sur le liquide de lavage afin de tenter d'améliorer ce procédé ex-situ de récupération des hydrocarbures dans des sédiments fins contaminés.

### 1.4 OBJECTIFS

L'objectif principal de ce mémoire est de vérifier l'applicabilité de l'ajout d'une étape de séparation solide-liquide entre les étapes de lavage des sédiments et l'étape de flottation des complexes surfactants—hydrocarbures pétroliers. Afin de réaliser cet objectif, il sera nécessaire d'effectuer les étapes suivantes :

- 1. Vérifier l'efficacité des conditions optimales de lavage des sédiments et de flottation des hydrocarbures développées lors des travaux précédents de Koné (2003) en effectuant de nouveaux essais avec des sédiments de la même provenance mais de granulométrie différente.
- 2. Faire la sélection des différentes méthodes de séparation solide-liquide potentiellement applicables à l'intérieur du procédé développé.
- 3. Faire des essais de séparation solide-liquide après l'étape de lavage des sédiments aux surfactants et optimiser cette séparation afin d'avoir des sédiments non contaminés aux hydrocarbures pétroliers d'un côté et un liquide contenant le maximum de complexes surfactants-hydrocarbures pétroliers de l'autre.
- 4. Faire des recommandations afin de poursuivre le développement et l'optimisation de ce procédé.

#### **CHAPITRE 2**

# **THÉORIE**

Ce chapitre passe en revue les principaux aspects théoriques reliés de près avec les travaux de ce mémoire. Le lavage des sédiments y est abordé en expliquant le rôle des surfactants et la façon dont ils se comportent en présence de sédiments contaminés par les hydrocarbures. Les phénomènes de séparation solide-liquide tels que la décantation, la filtration, la coagulation et la floculation sont abordés. Pour bien comprendre le phénomène de coagulation, une explication de la double couche électronique est présentée. Enfin, le phénomène de flottation est abordé et explique comment la flottation des complexes surfactant-hydrocarbures peut être possible.

# 2.1 LE LAVAGE DES SÉDIMENTS

La séparation des hydrocarbures pétroliers (HP C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>) des sédiments se fait par une méthode de lavage des sols (soil washing). Avant d'effectuer la flottation des hydrocarbures pétroliers, il est nécessaire de les détacher de la surface des sédiments et de les mettre en suspension dans la pulpe. Cette étape est effectuée dans un conditionneur, où un agitateur à hélice réalise un brassage intense des sédiments. L'utilisation d'un agent tensioactif est nécessaire pour détacher les hydrocarbures des sédiments et les disperser dans la suspension. La présence d'agents tensioactifs permet la solubilisation des

hydrocarbures à l'intérieur de micelles (Koné, 2003). La séparation des hydrocarbures est le résultat d'une action mécanique et chimique dans l'unité de lavage. Ce sont les forces de cisaillement généré par le conditionnement qui améliorent le décrochage des hydrocarbures (Lévesque, 1999).

#### 2.1.1 Les surfactants

Les réactions de surface jouent un rôle très important dans la séparation des hydrocarbures pétroliers des sédiments contaminés. Certaines molécules amphiphiles, c'est-à-dire comportant une partie hydrophile (qui a une affinité pour l'eau) et une partie hydrophobe (qui n'a pas d'affinité pour l'eau), ont la propriété importante d'altérer la tension de surface des phases en contact. Les molécules en question constituent des surfactants. Le terme surfactant vient lui-même de la combinaison des mots anglais SURFace ACTive AgeNT, c'est-à-dire agent modifiant la tension de surface, ou agent tensioactif (Lévesque, 1999).

### 2.1.1.1 Le phénomène d'adsorption

Les substances, tels que les acides gras de faible masse moléculaire, sont solubles dans l'eau et dans l'huile. La partie hydrophobe de la chaîne est responsable de la solubilité dans l'huile, alors que les groupements polaires, tel que —COOH et —OH, ont une affinité assez grande avec l'eau pour amener la partie hydrophobe dans l'eau. Si ces molécules se retrouvent à une interface air-eau, elles vont orienter leur groupement hydrophile vers la phase aqueuse et leur chaîne d'hydrocarbure vers la phase gazeuse (Figure 1). Lorsque nous augmentons la concentration du surfactant, il arrive un point où les molécules s'associent pour prendre un arrangement spécial de manière à diminuer la surface de contact entre les parties hydrophobes et l'eau pour former ce qu'on appelle une micelle. La concentration de surfactant à laquelle on commence à voir apparaître des micelles porte le nom de Concentration Micellaire Critique (CMC). Le surfactant contribue à la fonction d'adsorption, à la diminution de la tension de surface, au mouillage et à la solubilisation (Lévesque, 1999).

L'enlèvement des hydrocarbures débute par l'adsorption du surfactant aux interfaces hydrocarbures-eau, ce qui réduit l'adhésion entre le contaminant et le substrat. L'action mécanique de la cellule de lavage aidant, le contaminant se détachera de la surface du substrat pour être transféré dans la phase aqueuse. L'enlèvement des hydrocarbures peut être décrit par l'analyse des interactions électrostatiques entre eux et les sédiments. Dans notre cas, l'utilisation d'un surfactant anionique va permettre le détachement des hydrocarbures des sédiments par répulsion électrostatique entre les parties hydrophiles des molécules de surfactants (Figure 2). Après le décrochage, les micelles de surfactant vont solubiliser les hydrocarbures en les incorporant dans leur couche hydrocarbonée, à l'intérieur de leur structure. Cette structure en micelle permettrait une meilleure stabilisation par rapport à celle découlant d'une adsorption sur une surface plane hydrophobe.

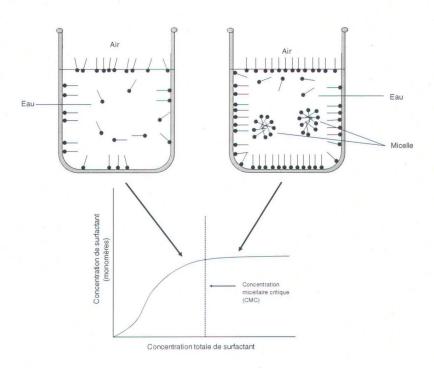


Figure 1: Modèles d'une solution de surfactant (interface air-eau) modifié à partir de Lévesque (1999).

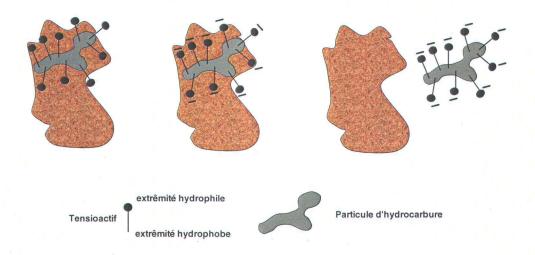


Figure 2: Mécanisme du décrochage des hydrocarbures des sédiments.

# 2.2 LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE

#### 2.2.1 La décantation

La décantation est une technique de séparation solide-liquide basée sur le phénomène de sédimentation (Blazy et al., 1981). Elle consiste en une séparation des particules solides en suspension de leur liquide porteur. C'est les forces gravitaires qui sont responsable de la séparation solide-liquide. Il existe une panoplie de procédés dans le domaine de la séparation solide-liquide. Ces procédés sont habituellement divisés en deux grands groupes soit, l'épaississage et la clarification. Les procédés d'épaississages sont utilisés lorsque l'on veut augmenter la concentration des solides dans une pulpe (mélange solide-liquide). Ces procédés sont utilisés lorsque qu'on est en présence d'une solution où le nombre de particules solides est très important. Pour leurs parts, les procédés de clarification sont utilisés lorsque l'on veut nettoyer une solution dans laquelle il y a présence d'une suspension diluée en faible concentration. Plusieurs facteurs contrôlent la vitesse de sédimentation des solides et par le fait même la séparation solide-liquide, les lignes qui suivent présentent les principaux :

- ◆ La taille des particules solides et leur distribution granulométrique : les particules les plus fines ont la vitesse de sédimentation la plus lente et les boues générées sont moins chargées en solides que lorsqu'il s'agit de particules grossières;
- La concentration en solides;
- La différence entre les masses volumiques du solide et du liquide;
- ◆ La forme des particules solides;
- Les caractéristiques superficielles des solides;
- La viscosité du liquide.

Les particules peuvent sédimenter selon des régimes différents du fait que le comportement de chaque particule est influencé à la fois par la dilution de la suspension et par les interactions entre les particules. On distingue les cas suivants (Dahlstrom et Fitch, 1985).

- ♣ La sédimentation individuelle est réalisée pour des dilutions importantes. Dans ce cas, chaque particule est suffisamment éloignée de sa voisine, et la vitesse individuelle de sédimentation décroît à mesure que la dilution de la suspension augmente. Pour qu'il y ait décantation des particules les plus fines, il faut qu'elles puissent sédimenter dans un courant ascendant de liquide.
- **♦ La sédimentation des flocs** résultant de la collision des particules, est réalisée avec ou sans addition d'un agent floculant à la suspension diluée. On assiste alors à une clarification progressive et il n'y a pas d'interface nette entre le liquide surnageant et les particules en cours de sédimentation. La vitesse du courant ascendant est alors le facteur principal régissant la clarification.
- **La sédimentation globale** résulte de la sédimentation d'une suspension concentrée au point que chaque particule ou floc soit en contact avec des entités adjacentes. On obtient alors une structure plastique et il se produit une sédimentation d'ensemble présentant une interface nette entre le liquide surnageant et la masse boueuse qui décante en piston.
- **La sédimentation en compression** prend le relais du régime précédent quand la structure de la pulpe devient suffisamment compacte pour développer une force de

compression. Le mouvement lent de chaque couche est ralenti par le comportement mécanique des couches sous-jacentes, chaque couche étant soumise à une compression qui entraîne l'expulsion du liquide et favorise ainsi l'augmentation de la concentration en solide.

**La sédimentation hétérogène** correspond à un régime particulier où des perturbations interviennent dans la séparation des phases lors de la sédimentation en compression. Certaines pulpes présentent des mouvements locaux intermittents de liquide, ou de suspension diluée, de bas en haut. Le résultat final est un épaississement plus rapide de la pulpe.

Pour obtenir une séparation solide-liquide optimale, une combinaison de plusieurs méthodes est employée. Par exemple, dans le domaine minéralurgique, l'étape de décantation permet d'obtenir une pulpe épaissie à 55-65% de solide en masse. Une étape de filtration permet d'obtenir un gâteau de 80-90% de solides. Il est possible, s'il est nécessaire, de retirer une quantité d'eau supplémentaire du gâteau par séchage, ce qui conduit à un produit final à 95% de solides et plus (Blazy et al., 1981).

### 2.2.1.1 Vitesse de sédimentation des particules dans un liquide

La théorie de la sédimentation de solides fins dans un liquide obéit à la loi de Stokes. Selon cette loi, la vitesse de chute d'une particule est proportionnelle à la différence des masses volumiques entre la particule et le liquide et au carré de la dimension de la particule. Il est donc possible, à l'aide de méthodes existantes, d'augmenter la taille des particules et ainsi d'accélérer leur sédimentation (Blazy et al., 1981; Akers et Ward, 1977).

Selon les mêmes auteurs (Blazy et al., 1981), une particule peut sédimenter dans deux environnements différents soit, les suspensions diluées et les suspensions concentrées. Dans le premier cas, une particule solide en mouvement libre dans un fluide est soumise à trois forces:

- $\bullet$  Son poids, fonction de sa masse volumique ( $\rho_s$ ), de son volume et de l'accélération gravitaire (g);
- $\Phi$  La poussée d'Archimède, fonction de la masse volumique du fluide ( $\rho_f$ ), du volume du solide et de l'accélération (g);
- $\Phi$  Les forces de frottement, fonction du carré de la vitesse relative du solide par rapport au fluide, du maître-couple (surface de la projection, égale à  $\pi d^2/4$  pour une sphère de diamètre (d) et du coefficient de traînée du solide dans le fluide ( $C_x$ ), qui varie en fonction de la forme et du nombre de Reynolds (Re) de la particule.

Lors du processus de sédimentation, une particule accélère jusqu'à atteindre une vitesse constante que l'on nomme vitesse limite de chute  $(U_{lim})$ . Une relation donne cette vitesse pour une particule sphérique de diamètre d :

$$\bigcup_{\lim} = \sqrt{\frac{4d}{3C_x} \left( \frac{\rho_s}{\rho_f} - 1 \right) g}$$
 (Éq. 1)

Et le nombre de Reynolds de la particule s'exprime par la relation :

$$Re = \frac{\bigcup_{lim} \rho_f d}{\eta_f}$$
 (Éq. 2)

avec  $\eta_f$  viscosité dynamique du fluide.

En pratique, les particules de dimension inférieure au micromètre ont des vitesses limites de sédimentation inférieures au μm/s (Blazy et al., 1981). C'est à une valeur s'approchant de Re < 10<sup>-4</sup>, correspondant à la valeur inférieur du domaine de validité de la loi de Stokes, qu'il est possible de faire la différence entre une «particule» et un «colloïde». Le tableau 1 présente le temps de sédimentation pour des particules de différents diamètres.

Tableau 1 : Temps de sédimentation pour différentes particules, d'après la loi de Stokes (Degrémont, 1989).

Type de particules	Diamètre (um)	Temps de décantation pour 1 m d'eau
Gravier	10 000	1 s
Sables	1 000	10 s
Sables fins	100	2 min
Argiles	10	2 h
Bactéries	1	8 j

Pour déterminer la vitesse terminale de chute dans le cas des suspensions concentrées (concentration volumique en solides de plus de 0,5%), il faut tenir compte de la masse volumique et la viscosité équivalente de la suspension. Lorsque l'on travail avec des suspensions concentrées, la vitesse de décantation se trouve ralentie. Les particules adhèrent entre elles et la masse décante en piston avec une interface nette entre les boues et le liquide surnageant (Blazy et al., 1981).

En régime laminaire Re < 1 et en milieu newtonien, la viscosité cinématique (rapport entre la viscosité dynamique et la densité) équivalente d'une suspension  $(\nu_m)$  et sa masse volumique  $(\rho_m)$  s'expriment approximativement à partir de celle du liquide  $(\nu_f$  et  $\rho_f$ ) suivant les relations :

$$v_m = v_f \frac{D + (1/\rho_s)}{D - D_{\lim}}$$
 (Éq. 3)

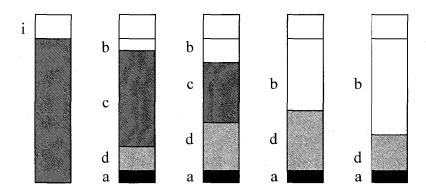
$$\rho_m = \frac{D\rho_f + 1}{D + (1/\rho_s)}$$
 (Éq. 4)

avec D et  $D_{\text{lim}}$ , dilutions (volume du liquide par unité de masse de solides) de la suspension et de la boue en fin de sédimentation.

En remplaçant  $\rho_f$  par  $\rho_m$  et  $\nu_f$  par  $\nu_m$  dans l'équation de la loi de Stokes en régime laminaire, on obtient la valeur approximative de la vitesse limite de chute des particules en suspension concentrée, soit :

$$\bigcup_{\text{lim}} = 0.545 \frac{(\rho_s - \rho_f)(D - D_{\text{lim}}) d^2}{((1/D) + \rho_f)(D + (1/\rho_s)) v_f}$$
 (Éq. 5)

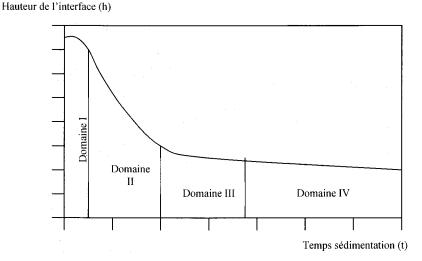
Dans le cas des particules floculées, la valeur de U<sub>lim</sub> est obtenue en remplaçant, dans la dernière équation, D<sub>lim</sub> par D<sub>c</sub>, la dilution correspondant au début de compression (Blazy et al., 1981). Il est possible de déterminer l'allure générale d'une courbe de sédimentation en versant la pulpe à décanter dans une éprouvette cylindrique (Figure 3).



- i état initial de la suspension homogène
- a grosses particules
- b liquide clair
- c zone de même aspect que la suspension initiale
- d zone intermédiaire

Figure 3 : Évolution de l'aspect d'une suspension en sédimentation dans une éprouvette (Svarovsky, 1990).

Ainsi on peut étudier le comportement de la suspension en sédimentation, en traçant la variation de la hauteur *h* de l'interface séparant le liquide clair de la suspension en fonction du temps écoulé depuis le début de la décantation (Figure 4). La vitesse de sédimentation est représentée à tout moment par la tangente à la courbe au point d'abscisse t.



Domaine I:

Durée initiale de floculation

Domaine II:

Les flocs se rassemblent en flocons et la vitesse de décantation est constante.

Domaine III:

Présence d'actions perturbatrice entre les flocons et les particules

Domaine IV:

Zone de compression

Figure 4: Allure générale d'une courbe de sédimentation (Blazy et al., 1981).

Il est ensuite possible de déterminer empiriquement la surface d'un décanteur à partir de la courbe de sédimentation obtenue par décantation d'une suspension dans une éprouvette d'au moins un litre de capacité. Il est nécessaire d'opérer sur des échantillons représentatifs et à des températures constantes.

La décantation entre plaques inclinées est plus rapide que la décantation classique (Perry et Green, 1997). La figure 5, en est un exemple. En effet, les boues se forment assez rapidement sur la lamelle inférieure d'un faisceau de plaques parallèles, puisque que les particules suivent un chemin relativement court pour y parvenir.

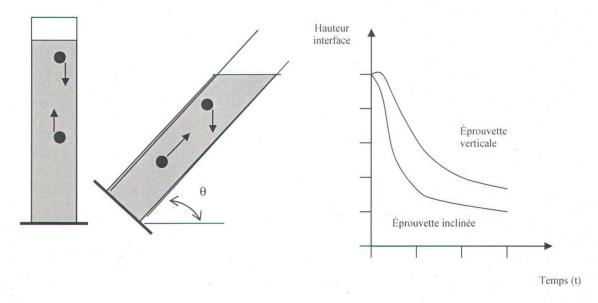


Figure 5 : Vitesse de sédimentation dans un cylindre vertical et dans une cylindre incliné (Blazy et al., 1981).

Les décanteurs à lamelles contiennent une multitude de plaques inclinées. L'alimentation de la pulpe dans l'appareil se fait à partir du tiers de la hauteur du décanteur à partir du bas. Ceci à pour effet de diminuer la distance que le solide doit parcourir pendant la sédimentation avant de glisser le long de la plaque jusqu'à la zone de collection située à la base de l'appareil. Le liquide clarifié se dirige dans la direction opposée le long des plaques jusqu'à la partie supérieure du décanteur où il est évacué.

La surface théoriquement disponible pour la séparation est égale à la somme des surfaces projetées de toutes les plaques sur un plan horizontal. La figure 6 présente la surface de projection A d'une plaque dans un décanteur. L'angle d'inclinaison sur l'horizontale θ, assurant le glissement des boues et donc leur évacuation, est un paramètre capital. Il ne faut pas atteindre des vitesses à partir desquelles le régime devient turbulent, pour éviter la remise en suspension des particules. En principe, l'inclinaison des plaques se situe entre 55 et 60° et leur écartement est de l'ordre de 55 à 75 mm (Perry et Green, 1997). L'utilisation d'un décanteur à plaques inclinées (Figure 7) possède un grand avantage. Il est possible de multiplier la surface de séparation eau-boues, en créant, dans une même zone de décantation, un grand nombre de cellules de séparation. Si Q est le

débit de la suspension,  $S_L$  la surface élémentaire de chaque élément et  $\eta$  le nombre de lamelles, la vitesse limite de décantation  $U_{lim}$  par élément s'écrit :

$$\bigcup_{\lim} = \frac{Q}{\eta S_t \cos \theta}$$
 (Éq. 6)

En considérant la longueur de la lamelle (L), sa largeur (l), et l'écartement (e) de deux lamelles voisines, on a :

• pour un système à contre-courant :

$$\bigcup_{\lim} = \frac{Q}{\eta \ell (L \cos \theta + e \sin \theta)}$$
 (Éq. 7)

• pour un système à cocourant:

$$\bigcup_{\lim} = \frac{Q}{\eta \ell (L \cos \theta - e \sin \theta)}$$
 (Éq. 8)

La décantation à contre-courant permet le traitement le plus fiable et le plus simple.

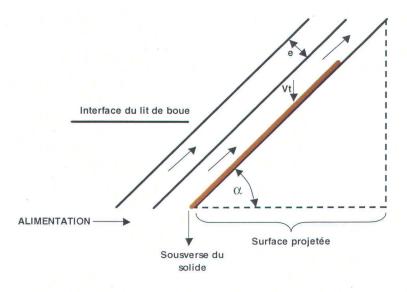


Figure 6 : Surface de projection d'une plaque dans un décanteur lamellaire (Perry et Green, 1997).

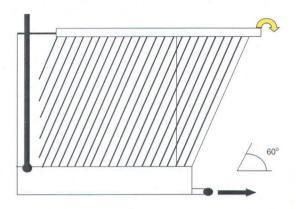


Figure 7 : Décanteur la mellaire à plaques inclinées.

### 2.2.2 La coagulation

Dans certaines suspensions, où les particules ont de très petites tailles, la sédimentation naturelle par gravité est très lente (Blazy et al., 1981; Perry et Green., 1997; Svarovsky, 1990). Ces particules de très petites tailles, où colloïdes, ont une dimension se situant entre 0,001 µm à 0,1 µm. Deux techniques sont utilisées pour accélérer la vitesse de sédimentation des colloïdes soit, la coagulation et la floculation.

La coagulation est un phénomène d'agrégation des colloïdes dispersés dans la solution conduisant en une séparation en deux phases : l'une liquide, l'autre plus ou moins solide. Toutes les particules en suspensions exercent des forces d'attraction mutuelles, appelées forces de London-Van der Waal's, qui sont efficace seulement quand les particules sont très proches les unes des autres (Lafuma, 2003). Normalement, l'agrégation des particules dues à ces forces est empêchée par la présence de charges électriques, autour de chaque particule, qui génèrent des forces répulsives entre une particule qui en approche une autre (Wills, 1992). Le modèle de la double couche a été développé justement pour visualiser l'environnement ionique autour d'un colloïde. La double couche est formée naturellement dans une solution et elle permet de neutraliser un colloïde chargé. La figure 8 représente la double couche d'un colloïde chargé négativement.

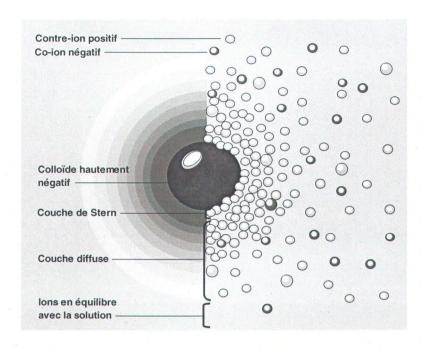


Figure 8: Deux façons de visualiser la double couche (Zeta-Meter Inc., 2004).

Le colloïde chargé négativement va attirer les ions positifs, appelés contre-ions, présents dans la solution tout près de sa surface. Les ions positifs, fermement attachés à la surface du colloïde, forment une couche appelée, couche de Stern. Bien sûr, d'autres ions positifs vont aussi être attirés par le colloïde mais vont être en même temps repoussés par les ions positifs formant la couche de Stern. Ainsi, ces contre-ions positifs formeront une couche moins dense et plus dispersée autour du colloïde, appelée couche diffuse. La concentration de ces ions est élevée à la surface du colloïde et diminue, pour une distance donnée, jusqu'à l'atteinte d'un équilibre avec les contres-ions présents dans la solution. Les ions chargés négativement ou co-ions, à cause de leur charge de même signe que le colloïde, sont aussi présent dans la couche diffuse mais en nombre assez restreint. On les voit apparaître dans la couche diffuse à partir d'une distance où la répulsion exercée par le colloïde sur elles est contrecarrée par l'attraction qu'exercent les contre-ions chargés positivement. Leur concentration augmente avec la distance qui les sépare du colloïde jusqu'à ce que, encore une fois, un équilibre soit atteint avec la solution. À une certaine distance de la surface du colloïde, il est possible de calculer la densité de charge en faisant la différence entre la concentration d'ions positifs et d'ions négatifs. Ainsi, la densité de charge est à son maximum à la surface du colloïde et diminue en s'éloignant de celui-ci jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint. La double couche est donc formée par la couche de Stern et la couche diffuse. L'épaisseur de la double couche est directement reliée au type et à la concentration des ions en solutions.

Une fois qu'on comprend bien le phénomène de double couche, la coagulation et la floculation sont plus simple à comprendre. La théorie DVLO, du nom de ses auteurs, explique la tendance des colloïdes à s'agglomérer ou à rester éloignés (Lafuma, 2003). Pour comprendre comment certains systèmes colloïdaux s'agglomèrent tandis que d'autres restent dispersés, il faut tenir compte des deux principales forces qui entrent en jeux. Il y a un équilibre qui se crée entre la répulsion électrostatique et l'attraction de Van der Waals. Lorsque deux colloïdes s'approchent et que leurs doubles couches commencent à s'interférer, à ce moment, la répulsion électrostatique devient significative. L'énergie répulsive est à son maximum lorsque la distance séparant deux colloïdes est presque nulle et cette énergie décroît vers zéro lorsque les doubles couches ne s'interfèrent plus. Pour sa part, l'attraction de Van Der Waal est le résultat de forces entre les molécules individuelles dans chacun des colloïdes. L'effet est additif, c'est à dire qu'une molécule du premier colloïde à une attraction de Van Der Waal sur chacune des molécules du second colloïde. Ceci est répété pour chacune des molécules du premier colloïde, et la force totale est la somme de toutes ces forces [Zeta-Meter Inc, 2004). L'énergie d'attraction entre deux colloïdes est à son maximum lorsque deux colloïdes sont près l'un de l'autre et diminue avec la distance.

La figure 9, présente comment en combinant les forces attractives de Van der Waal et les forces électrostatiques répulsives, il est possible de déterminer la tendance d'un colloïde à s'agglomérer ou à rester dispersé dans la solution.

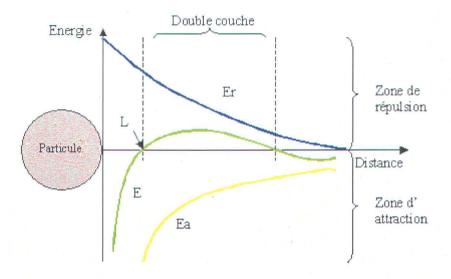


Figure 9: Variation du potentiel de répulsion en fonction de la distance qui sépare deux particules (Zeta-Meter Inc., 2004).

La courbe (E) schématisant le phénomène général de répulsion électrostatique est la résultante de la courbe de l'énergie d'attraction, (Ea) (interactions de Van der Waals) et de la courbe de l'énergie de répulsion (Er) (gradient électrostatique). Lorsque la distance qui sépare deux particules est supérieure à la distance critique L, les forces de répulsion l'emportent. La barrière d'énergie définie (point maximal sur l'axe des y de la courbe E) par sa hauteur la stabilité d'un système. Deux particules qui ont une énergie cinétique suffisante due à leur masse et à leur vélocité, pourront vaincre cette barrière et s'agglomérer. La région d'énergie attractive responsable de l'agglomération se nomme, piège énergétique. Ce piège tire son nom du fait qu'après avoir vaincu la barrière énergétique, deux ou plusieurs particules se regroupent dû aux forces de Van Der Wall et restent dans cette zone. Il est par contre possible, selon le but visé, d'augmenter ou de diminuer la barrière énergétique.

Pour favoriser les forces d'attraction (courbe Ea), il faut rompre la stabilité des colloïdes en comprimant la double couche. Cette déstabilisation, ou coagulation, peut se faire par l'entremise d'ajout d'un cation trivalent métallique, le coagulant, qui va faire augmenter la force ionique de l'eau, provoquant la compression de la double couche.

L'énergie de répulsion (Er) sera neutralisée et les particules pourront alors s'agglomérer sous l'influence des interactions de Van der Waals (Ea). Le résultat de cette compression est présenté à la figure 10.

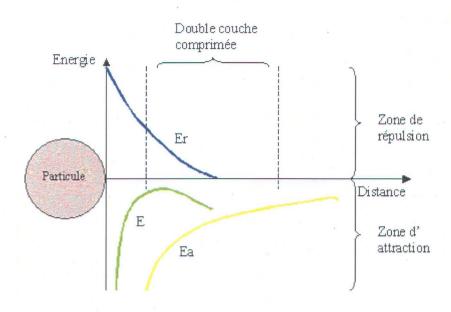


Figure 10: Variation du potentiel de répulsion en fonction de la distance qui sépare deux particules après compression de la double couche. (Zeta-Meter Inc., 2004).

L'utilisation d'un électrolyte inorganique comme le chlorure d'aluminium (AlCl<sub>3</sub>) peut modifier fortement la charge des colloïdes selon la concentration utilisée. Le ratio des valences cation : anion de ce composé (AlCl<sub>3</sub>) est de 3 : 1. Les cations trivalents sont très efficaces pour neutraliser la charge d'un colloïde négatif. La présence de ce type de cation dans la solution provoque une compression de la double couche ionique du colloïde. Cette compression est due au fait que les cations Al<sup>3+</sup>, fortement positif, vont prendre la place des cations de valence inférieure (2+ ou 1+) dans la double couche. Leur force ionique va leurs permette de se situer plus près du colloïde et aussi de provoquer une compression de la double couche. De plus, si on compare à un cation de valence égal à un, la quantité d'Al<sup>3+</sup> nécessaire pour neutraliser la charge d'un colloïde est inférieure d'où la présence d'un double couche moins épaisse. Une fois que les doubles couches de deux colloïdes ont été compressées, la distance les séparant est minime et l'énergie

cinétique nécessaire pour vaincre la barrière énergétique est plus facilement obtenue. Ainsi, un faible agitation permettra de vaincre cette barrière d'énergie et provoquera la coagulation des colloïdes. Il est possible d'effectuer la coagulation avec plusieurs autres cations métalliques. L'efficacité va dépendre de leur valence mais aussi de leur diamètre ionique effectif une fois hydraté. Les ions Fe3+ et Al3+ ont un diamètre ionique de 900 picomètre une fois hydratés. L'ion Ca2+ a pour sa part un diamètre ionique de 600 picomètre une fois hydraté. Plus la valence d'un ion est élevé et plus sont diamètre ionique une fois hydraté est petit, plus cet ion aura la capacité de faire compacté le double couche d'une particule.

#### 2.2.3 La floculation

La floculation est largement utilisée dans les opérations de séparations solideliquide. La floculation des suspensions de fines particules dépend d'un nombre de facteurs qui incluent le type, le poids moléculaire et le degré d'ionisation du floculant, la composition minéralogique et la distribution granulométrique des particules solides, le pH et la composition chimique de la solution (Sworska et al., 2000). Le processus dépend aussi fortement des conditions hydrodynamiques. Les essais de floculation impliquent très souvent des mesures du taux de sédimentation et de la turbidité ou du contenu en solide dans le surnageant dans le but d'évaluer la qualité de la séparation.

Toujours selon (Sworska et al., 2000), plusieurs mécanismes de floculation sont possibles et le plus important est la floculation par pontage. Le pontage est considéré comme la conséquence d'une adsorption de segments de la macromolécule de floculant sur la surface de plusieurs particules, simultanément. L'adsorption du polymère est nécessaire pour que la floculation par pontage se réalise. Il est important de comprendre que l'adsorption et la floculation ne sont pas des processus séparés et séquentiels mais qu'ils se produisent bien simultanément (Hogg, 1999). La floculation optimale survient lorsque le dosage en floculant permet de couvrir légèrement la surface des particules. Le recouvrement incomplet de la surface des particules assure qu'il y a suffisamment de surface inoccupée disponible sur chaque particule pour l'adsorption des segments de la

chaîne de floculant en question, déjà attachés à certaines particules, pendant les collisions (Hogg, 1984). Dans le processus de floculation, le polymère peut être utilisé soit après une déstabilisation de la suspension via la coagulation, ou sans cette étape de déstabilisation. Ceci peut être visualisé comme suit :

- (a) Suspension stable de sédiments → coagulation → addition de floculant → floculation
- (b) Suspension stable de sédiments → addition de floculant → floculation

Il est connu, cependant, que les floculants ne sont pas très efficace pour traiter les suspensions stables et ainsi la première option de traitement impliquant la déstabilisation par coagulation donne de meilleurs résultats (O'Gorman and Kitchener, 1974; Wright and Kitchener, 1976).

#### 2.3.2 La filtration

La filtration peut être définie comme une séparation des solides d'un liquide en passant une suspension au travers un médium perméable qui retient les particules (Akers et Ward, 1977; Leclerc et Baluais, 1981; Svarovsky, 1990; Perry et Green, 1997). La figure 11, présente schématiquement un système de filtration.

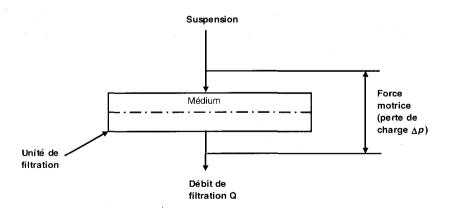


Figure 11 : Éléments d'un système de filtration (Svarovsky, 1990).

Pour arriver à faire passer un fluide au travers un médium de filtration, une perte de charge  $(\Delta p)$  doit être présente au travers le médium. Quatre forces motrices peuvent être utilisées pour accomplir le travail :

- Gravité
- Vacuum
- Pression
- Force centrifuge

Il existe essentiellement deux types de filtration : la filtration en surface est utilisée dans la filtration avec gâteau où le solide est déposé sous la forme d'un gâteau en amont du médium filtrant et il y a la filtration en profondeur où les particules restent emprisonnées à l'intérieur même du média filtrant (Leclerc et Baluais, 1981).

Lorsque l'on utilise la filtration en surface, le média filtrant occasionne une perte de charge relativement basse au départ. Comme on peut le voir à la figure 12, les particules de tailles égales ou supérieures aux ouvertures du filtre y sont retenues et créent des passages plus étroits qui permettront aux particules plus petites d'y être retenues à leur tour. À ce moment, un gâteau de filtration commence à se former sur le média de filtration. Afin de prévenir un blocage complet du média, des aides de filtration sont souvent utilisés comme une pré-couche sur le média de filtration. Ces substances poreuses vont aider à retenir les fines particules tout en gardant un bonne perméabilité dans le gâteau formé. Ce type de filtration est habituellement utilisée pour des suspensions où la concentration en solide dépasse 1% en volume.

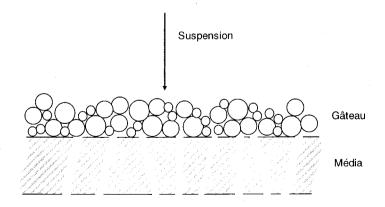


Figure 12: Mécanisme de filtration avec gâteau (Svarovsky, 1990).

Dans le cas de la filtration en profondeur (Figure 13), les particules doivent être plus petites que les ouvertures du média de filtration. De cette façon, les particules empruntent des pores longs et tortueux où elles sont prises au piège grâce entre autres aux forces électrostatiques. La filtration en profondeur est habituellement utilisée pour la clarification, c'est-à-dire pour la séparation des fines particules à partir de solutions très diluées, habituellement inférieure à 0.1% de concentration en volume. Des deux types de filtration présentés, la filtration en surface est la plus répandue (Svarovsky, 1990).

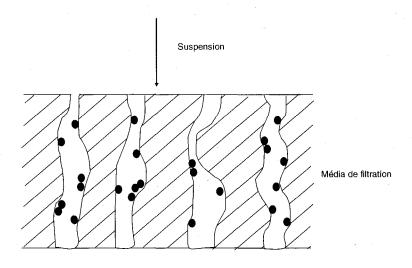


Figure 13: Mécanisme de filtration en profondeur (Svarovsky, 1990).

#### 2.4 LA FLOTTATION

La flottation est un procédé de séparation habituellement solide-liquide où certains des solides en suspensions sont récupérés suite à leurs attachements aux bulles d'air. Ainsi, les agrégats de particules attachés sur les bulles d'air ont une densité moins élevée que la suspension elle-même, ce qui leurs permet de monter à la surface et d'être séparés de la suspension. L'étape de flottation est d'une grande importance dans le procédé de nettoyage des sédiments. Elle consiste à éliminer les hydrocarbures qui ont été préalablement détachés des sédiments par lavage. La flottation est un procédé de séparation, basé sur la chimie des surfaces, qui tire avantage des différences de mouillabilité à la surface des particules solides (Leja, 1981). Les surfaces des particules

solides sont souvent naturellement mouillable par l'eau et sont nommées, par conséquent, particules hydrophiles. Une surface qui est non-mouillable repousse l'eau et porte le nom de surface hydrophobe. Si une surface est hydrophobe, elle a une affinité pour l'air, on la nomme aérophile, elle est fortement attirée vers l'interface avec l'air, ce qui provoque le déplacement de l'eau présent à la surface du solide. La mouillabilité dépend à la fois du solide et du liquide et de l'interface entre ces deux phases. Dans le cas du mouillage solide/liquide, l'équation suivante est applicable :

$$S = \sigma_{sol} - \sigma_{liq} - \sigma_{sol,liq}$$
 (Éq. 9)

 $\sigma_{sol}$  et  $\sigma_{liq}$  étant respectivement la tension de surface du solide et du liquide tandis que  $\sigma_{sol,liq}$  est la tension interfaciale entre le solide et le liquide (Blazy et Jdid, 1981; Schramm et al.,2003). Si on veut qu'une particule de sol soit bien mouillée, le coefficient d'étalement S doit être positif. Pour que S soit plus grand que zéro, il faut que la grandeur  $\sigma_{sol}$  soit supérieur à la somme  $\sigma_{liq}$  + $\sigma_{sol,liq}$ . Dans le processus de flottation, la séparation entre un mélange de deux solides en suspensions est accomplie par l'attachement sélectif des particules hydrophobes aux bulles de gaz (habituellement l'air). Les autres particules, qui sont hydrophiles, demeurent dans le liquide (habituellement l'eau). La phase gazeuse, moins dense que la suspension, subira une poussée verticale vers le haut conformément au principe d'Archimède. La mousse ainsi formée se déverse en surface et peut être évacuée de l'appareil de flottation par raclage au moyen d'une écumoire.

## 2.4.1 La flottation des hydrocarbures

Les hydrocarbures sont des composés qui sont naturellement hydrophobes (Zhang et al., 2001; Schramm et al., 2003; Chaiarrekij et al., 2000). La majorité des hydrocarbures ne possèdent pas de charge électrique à l'exception des hydrocarbures ayant de très longue chaîne de carbone. Les résines et asphaltènes par exemple, possèdent une faible charge électrique au niveau de certain groupe fonctionnel. Pour que l'attachement bulle-particule se réalise, des conditions thermodynamiques et cinétiques doivent être remplies. Les conditions thermodynamiques pour l'attachement de bulles à une surface solide sont contrôlées d'une manière générale par l'hydrophobicité.

L'équation de Young-Dupré relie l'énergie libre de Gibbs à la tension interfaciale par l'utilisation d'un angle de contact :

$$\Delta G = \gamma_{gl}(\cos\theta - 1)$$
 (Éq. 10)

 $\Delta G$  représente le changement d'énergie libre par unité de surface  $\gamma_{gl}$  est la tension interfaciale gaz-liquide est l'angle de contact aux interfaces gaz-solide-liquide

L'équation 10, montre que seulement pour des  $\theta > 0$  (i.e. degré d'hydrophobicité) l'attachement bulle-particule sera thermodynamiquement possible. Pour une flottation adéquate des angles de contact supérieurs à 30° sont généralement nécessaire (Bergeron, 2001). Sachant que l'angle de contact entre une bulle d'air et les hydrocarbures pétroliers est très grand, leur flottation se fait naturellement. Lorsque l'angle prend une valeur de zéro, le liquide de la solution mouille la particule de contaminant de préférence à la bulle d'air, ce qui prévient l'accrochage. L'adhérence de la particule à la bulle est d'autant plus forte que la valeur de l'angle est élevée (surface plus hydrophobe) (Lévesque, 1999). Le principe de flottation des hydrocarbures qui vient d'être énoncé est vrai lorsque que l'on flotte des hydrocarbures naturellement, c'est-à-dire sans avoir recours à des surfactants. Par contre, dans le cas qui nous intéresse, l'utilisation de surfactants est nécessaire dans l'étape du lavage des sédiments et par conséquent, les mécanismes de flottation des complexes surfactants-hydrocarbures est quelques peu différent d'une flottation sans agents tensioactifs. Plusieurs théories ont été proposées pour expliquer le mécanisme en présence de surfactants. Un modèle explique le fait que les molécules de surfactant déploient leurs parties hydrophobes à l'intérieur des particules d'hydrocarbures et des bulles d'air. Ainsi, les particules d'hydrocarbures et les bulles d'air qui étaient hydrophobes, avant l'ajout de surfactant, sont maintenant hydrophiles. Cette hydrophilisation des particules d'hydrocarbures et des bulles d'air s'explique par le fait que les extrémités hydrophiles du surfactant sont orientées vers la phase aqueuse (Figure 14). La charge ionique du surfactant crée alors un effet de répulsion entre les hydrocarbures et les bulles d'air. Cet effet de répulsion empêche alors l'élimination des

hydrocarbures par flottation. La jonction électrostatique entre les particules d'hydrocarbures et les bulles d'air est favorisée par l'ajout d'un élément durcisseur à l'eau dans le cas où l'on utilise un surfactant anionique (Figure 15). En l'absence d'ions multivalents, on observe une baisse spectaculaire de l'efficacité des surfactants anioniques (Lévesque, 1999).

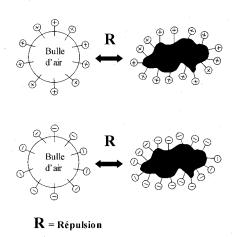


Figure 14: Phénomène de répulsion entre les bulles d'air et les hydrocarbures, par suite de leur recouvrement par une couche de surfactant cationique ou anionique dans l'eau distillée (Lévesque, 1999).

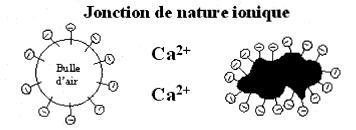


Figure 15: Jonction électrostatique des hydrocarbures et des bulles d'air en présence d'ions de calcium (Lévesque, 1999).

## **CHAPITRE 3**

# MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

Le présent chapitre fait le point sur la méthodologie employé pour réaliser les différents essais de ce mémoire. La caractérisation physique et chimique des sédiments avant et après avoir subit l'étape de lavage y est expliquée en détails. Une description de la méthode de lavage des sédiments est présentée. De la même façon, les différentes méthodes de séparation solide-liquide utilisées lors des différents essais sont expliquées. Ainsi, ce chapitre explique les méthodes employées pour effectuer la filtration, la sédimentation, la coagulation-floculation et enfin la flottation des complexes surfactant-hydrocarbures pétroliers.

# 3.1 CARACTÉRISATION DES SÉDIMENTS

Une caractérisation a été réalisée sur les sédiments à l'étude afin de connaître au maximum leurs caractéristiques spécifiques. Dans un premier temps, une étude granulométrique a été réalisée et ensuite une étude granulochimique. Cette étude, de la contamination sur chaque fraction granulométrique, a été menée afin de cibler les fractions granulométriques les plus contaminées et quels sont les contaminants en causes.

#### 3.1.1 Provenance des sédiments

Les sédiments utilisés pour mener à bien ce travail proviennent de la zone portuaire du quai 103 à Montréal. Ce secteur portuaire, situé dans l'Est de Montréal, représente l'un des sites aquatiques les plus pollués le long du fleuve Saint-Laurent. Depuis le début des années 90, dans le cadre du Plan d'Action Saint-Laurent, plusieurs campagnes de caractérisations ont été réalisées. Les sédiments recueillis lors des travaux de caractérisation sur le site par l'INRS-Géoressources en 2000 ont donc servi de point de départ pour l'étude des sédiments en vue de leur décontamination (Bergeron et Blackburn, 2001).

## 3.1.2 Distribution granulométrique des sédiments

L'objectif principal de l'analyse granulométrique est d'obtenir une répartition massique des fractions granulométriques à l'étude. C'est la première étape de l'étude de caractérisation car les informations quelle donne sont essentielles pour le choix des méthodes et des équipements à utiliser pour le traitement des sédiments. Les trois procédures suivantes ont été utilisées pour déterminer la granulométrie des sédiments :

- Tamisage (humide)
- Élutriation (cyclosizer)
- Analyse des particules très fines (granulomètre laser)

## 3.1.2.1 Tamisage

Le tamisage des sédiments a été effectué avec des tamis constitués d'un grillage fait de fils d'acier tissés avec des ouvertures carrées. Une série de tamis Tyler, série américaine normalisée, a été utilisée pour l'étape de tamisage. Le tableau 2 présente les ouvertures des tamis utilisés. Comme les sédiments à l'étude contiennent une grande quantité de particules fines, une étape préliminaire de tamisage humide doit être effectué sur le tamis le plus fin (38 µm) afin d'éviter un colmatage de ce tamis lors du tamisage à sec. La figure 16, illustre la procédure qui a été suivit afin de réaliser la granulométrie. Un

échantillon représentatif d'environ 200 grammes de pulpe contenant les sédiments a été prélevé d'une chaudière. L'échantillon de 200 grammes a été obtenu après avoir brasser mécaniquement le contenu d'une chaudière de 18 litres à l'aide d'un puissant agitateur à hélice. L'échantillon de sédiment a été prélevé, pendant que les sédiments étaient en suspension, à l'aide d'une pompe péristaltique. L'échantillon a été déposé sur un tamis de 38 µm en petite quantité (environ 50 grammes). Les sédiments ont été arrosés à l'aide d'un jet d'eau très fin. L'eau a permis d'entraîner les particules de dimensions inférieures aux ouvertures du tamis, dans un récipient. Les particules plus grossières sont pour leur part demeurées sur le tamis. Pour augmenter l'efficacité d'un tel tamisage, un tamis vibrant a été employé. Une fois le tamisage terminé, la fraction grossière a été séchée à l'étuve à 60°C, jusqu'à l'obtention d'un poids constant, et a été pesée. Il est important de ne pas excéder la température prescrite pour le séchage afin de minimiser la volatilisation. La fraction granulométrique plus fine que les mailles du tamis de 38 µm, mélangée avec une quantité d'eau, a été centrifugée à 3 000 g dans des récipients de 250 millilitres. Après l'étape de centrifugation, les sédiments recueillis ont été séchés à l'étuve (60°C) jusqu'à l'obtention d'un poids constant et ils ont été pesés à leur tour.

Après l'étape du tamisage humide, l'échantillon de sédiments contaminés se présente en deux fractions, soit une fraction plus grossière que 38 μm et une fraction de granulométrie inférieure à 38 μm. L'étape de tamisage humide permet donc d'enlever la majorité des sédiments fins (< 38 μm) de l'échantillon de départ. La deuxième étape de tamisage vise maintenant à alimenter la fraction grossière des sédiments (+38μm), préalablement séchée, sur la colonne de tamis et procéder à un tamisage à sec. Cette étape de tamisage permet de récupérer plusieurs échantillons de sédiments en fonctions de leurs tailles. Chaque échantillon est ensuite pesé et les masses recueillies peuvent être compilées et mises sous forme de graphique.

Tableau 2: Tailles des tamis utilisés et équivalences des séries Tyler et ASTM (Perry et Green, 1997).

Ouverture nominale	Série américaine Tyler	Série standard ASTM
	(mailles)	
1 700 μm	10	1,70 mm
1 180 μm	14	1,18 mm
850 μm	20	850 μm
600 μm	28	600 μm
425 μm	35	425 μm
300 μm	48	300 μm
212 μm	65	212 μm
150 μm	100	150 μm
106 μm	150	106 μm
75 μm	200	75 μm
53 μm	270	53 μm
45 μm	325	45 μm
38 μm	400	38 μm

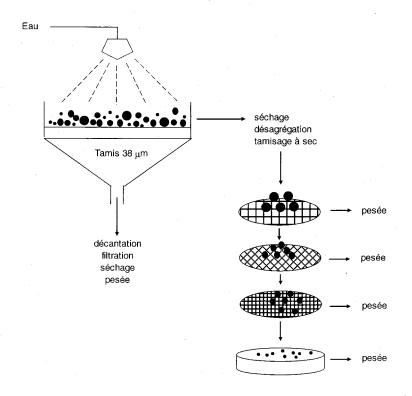


Figure 16 : Méthode de tamisage en présence d'une grande quantité de particules fines (Bergeron, 2001).

#### 3.1.2.2 Élutriation

L'élutriation au classificateur granulométrique « cyclosizer » a été effectuée sur la partie de l'échantillon qui présentait une granulométrie trop fine pour être tamisée. Ceci est particulièrement le cas de la fraction des sédiments inférieurs à 38 µm qui a été obtenue par tamisage humide. Il est important de connaître la distribution granulométrique des sédiments dans cette fraction. De plus, des échantillons sont nécessaires pour évaluer la quantité de contaminants dans chacune de ces classes. Le classificateur granulométrique « cyclosizer » (Figure 17) a permis de déterminer la distribution granulométrique des particules fines, tout en conservant les échantillons.

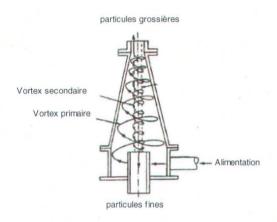


Figure 17: Schéma d'un hydrocyclone semblable à ceux utilisés dans un Cyclosizer (modifié de Will, 1992).

Cet appareil effectue une séparation basée sur la résistance des particules à leur déplacement dans un fluide sous une force centrifuge. Ainsi, la pulpe est alimentée latéralement à une pression déterminée, ce qui cause la formation d'un vortex; celui-ci comprend une zone de faible pression autour de son axe central. Les particules de faibles dimensions se situent dans cette zone et elles sont évacuées vers l'hydrocyclone suivant. Les particules plus grosses, pour lesquelles l'effet de la force centrifuge est prépondérant par rapport à l'effet de la résistance causée par la viscosité du fluide, ou force centripète, sont pour leurs parts dirigées vers une buse de décharge (Bouchard, 2001). Pour diminuer au maximum l'entraînement des particules fines vers la buse de décharge des particules

grossières, les cyclones du « Cyclosizer » sont inversés par le bas afin de permettre la dilution de leurs sousverses. Les particules les plus grossières alimentées dans ce système, ont tendance à se déplacer le long de la paroi vers le haut du cyclone avec une certaine quantité d'eau vers la chambre de l'apex (buse de décharge). Le solide a par la suite tendance à être ramené par l'eau vers la portion conique du cyclone où il est ré-centrifugé, ceci donnant une opportunité aux fines particules de quitter vers le cyclone suivant (Sepor, 2004). L'appareil utilisé pour l'élutriation consiste en un cabinet sur lequel sont montés cinq cyclones inversés en série (Figure 18). La surverse du premier devient l'alimentation du second et ainsi de suite jusqu'au cinquième dont la surverse est évacuée pour être rejetée. Le produit de la sousverse de chaque hydrocylone est récupéré dans une petite chambre cylindrique surmontée d'un robinet de rétention qui demeure fermée durant l'essai. L'échantillon à traiter (environ 50 grammes), habituellement composé de particules de diamètre inférieur à 40 µm, est placé dans un cylindre d'alimentation d'une capacité de 300 cc. Un indicateur de pression et de température d'eau ainsi qu'un débitmètre sont également fixés à l'appareil.

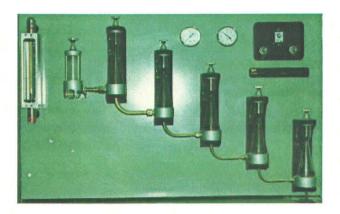


Figure 18: Élutriateur de type «cyclosizer» (Laboratoire du département de Mines et Métallurgie, Université Laval, 2003).

#### 3.1.2.3 Granulomètre laser

Cet appareil permet d'obtenir rapidement une analyse complète de la taille des particules dans une fourchette de  $0.16~\mu m$  à  $1~160~\mu m$ . L'appareil qui a été utilisé est de marque FRITSCH <sup>®</sup> analysette 22.

Pour effectuer une analyse granulométrique d'un échantillon, il suffit d'ajouter une petite quantité de cet échantillon sec dans le bain à ultrason muni d'un agitateur. Une fois bien mélangé, l'échantillon dispersé dans l'eau est pompé vers une cellule transparente. Un rayon-laser de basse intensité traverse la cellule et est diffracté après avoir rencontré les particules solides. Les images créées sur le détecteur sont ensuite analysées par un ordinateur qui calcul la distribution granulométrique des particules.

## 3.1.3 Analyse des contaminants organiques

L'analyse des contaminants organiques est une étape essentielle de la caractérisation. Il est important de connaître quels sont les contaminants présents dans les sédiments et à quel degré ils les contaminent. Une bonne caractérisation de la contamination organique va permettre de bien orienter les travaux de laboratoire. Ainsi, l'identification des produits pétroliers par chromatographie en phase gazeuse GC-FID a été réalisée sur les sédiments contaminés. L'identification de la teneur des hydrocarbures par gravimétrie à pour sa part été utilisée pour analyser les sédiments une fois lavés et bien rincé à l'eau. Cette méthode n'a toutefois pas pu être utilisée pour la détermination de la teneur en hydrocarbures dans les solutions additionnées de surfactant, la concentration en surfactant de ces produits étant trop élevée. Il n'en demeure pas moins que la quantité relative de surfactants par rapport à la quantité d'hydrocarbures pétroliers se retrouvant dans le concentré est faible. Ceci a été démontré par les bilans de masse obtenus par Koné (2003). De plus, des analyses par chromatographie en phase gazeuse de quelques échantillons de concentré de flottation ont montrées que les valeurs obtenues étaient similaires à celles obtenues par la méthode gravimétrique.

#### 3.1.3.1 Analyse par gravimétrie de la teneur en hydrocarbures des sédiments

L'analyse par gravimétrie de la teneur en hydrocarbures des sédiments a été réalisée dans les laboratoires de l'Institut National de la Recherche Scientifique (INRS-ETE) à l'aide de la méthode de dosage des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub> à C<sub>50</sub>) dans les sols du MENV (Gouvernement du Québec, 1997). Cette méthode, rédigée dans le cadre de la politique de réhabilitation des terrains contaminés est basée sur l'extraction des

hydrocarbures à l'aide de l'hexane. Le dosage est réalisé avec du sédiment sec pour éviter l'agglomération et l'emprisonnement des hydrocarbures. La première étape consiste à homogénéiser les sédiments dans lesquels sera prélevé l'échantillon. Sur une balance à faible sensibilité, une fiole de 50 ml et son couvercle sont pesés. Par la suite, environ 5 g d'échantillon est prélevé dans la fiole, en évitant les particules de diamètre supérieur à 5 mm. Le poids total est pesé. 20 ml d'hexane est ajouté au mélange et le tout est brassé vigoureusement. Le mélange est par la suite dirigé vers un bain à ultrason pendant 10 minutes en s'assurant que le niveau d'eau dans le bain soit égal ou supérieur au niveau d'hexane dans les bouteilles d'extraction. 1,5 g de gel de silice est ajouté directement dans la fiole contenant l'extrait afin d'éliminer les substances polaires. Ce gel de silice doit être préalablement traité à 110°C. Le mélange est par la suite brassé pendant 10 minutes au moyen d'un agitateur mécanique à culbutage. Afin d'accélérer la sédimentation, le mélange est centrifugé pendant 20 minutes. Une quantité d'environ 2 à 3 ml d'extrait composé d'hexane et d'hydrocarbures est prélevée et évaporée sous une hotte à environ 22°C pendant au moins 24 heures. A la fin de la méthode, le récipient en verre contenant le résidu d'hydrocarbures est pesé et la masse de celui-ci est déterminée par calcul selon la méthode décrite ci-dessous.

## 3.1.3.2 Calcul de la concentration d'hydrocarbures

La concentration d'hydrocarbures (C<sub>HC</sub>) est déterminée à l'aide de la formule suivante (Koné, 2003) :

$$C_{HC} = \left(\frac{M_h \times M_{HC}}{M_e \times M_s}\right) \times 10E6$$
 (Éq.10)

Ms: Masse de l'échantillon de sédiment solide en grammes

Mh: Masse d'hexane prélevée en grammes

Me : Masse d'extrait à évaporer en grammes

M<sub>HC</sub>: Masse de résidu d'hydrocarbures en grammes

Les masses ci-dessus sont calculées de la façon suivante :

Ms = (masse fiole vide et couvercle + sédiment) - (masse fiole vide et couvercle) Mh = (masse fiole vide et couvercle + sédiment + gel de silice + hexane) - (Masse fiole vide et couvercle + sédiment + gel de silice) Me = (masse du récipient en verre + extrait à évaporer) - (masse du récipient en verre)  $M_{HC} = (masse du résidu d'hydrocarbures + masse du récipient en verre) - (masse du récipient en verre).$ 

## 3.1.4 Analyse des contaminants inorganiques

Parmi les techniques d'analyse capables de mesurer les éléments majeurs et en traces, la spectrométrie d'émission atomique est particulièrement bien adaptée. L'INRS-ETE est équipé d'un tel spectromètre dont la source est constituée par un plasma d'argon produit par couplage inductif (ICP-AES). Cette analyse s'effectue sur des solutions, ce qui impose une dissolution de l'échantillon. L'échantillon de sédiments est d'abord mélangé au métaborate de lithium et le tout est fusionné à l'aide d'un fluxeur. Le mélange en fusion est transvidé dans une solution contenant un mélange d'acides nitrique et chlorhydrique. La solution obtenue est ensuite pulvérisée au sein même du plasma d'argon dont la température avoisine 7 000° C. Cette température, très élevée, dissocie tout d'abord la matière en atomes et ions libres et excite ensuite ces derniers. Leur retour à un état stable s'accompagne d'une émission de photons dans l'ultraviolet et le visible. La détection et le comptage de ces photons par un système approprié conduisent à une quantification, en comparant le signal mesuré pour un échantillon à celui obtenu pour des solutions de composition connue. L'ensemble de la procédure analytique est validé par des tests sur des matériaux de référence certifiés.

## 3.2 LAVAGE DES SÉDIMENTS CONTAMINÉS

## 3.2.1 Méthodologie utilisée

La méthodologie utilisée pour le lavage des sédiments est similaire à celle employée par Koné (2003). La première étape du processus de décontamination des sédiments sert à détacher les contaminants organiques des sédiments et à les solubiliser. C'est après ce lavage des sédiments que des analyses gravimétriques d'hydrocarbures pétroliers détermineront si la décontamination est un succès ou non, d'où son importance. Pour effectuer le lavage, les sédiments sont introduits dans une solution d'eau et de surfactants. La quantité de surfactants (Aerosol OT) utilisée est supérieure à sa CMC. La CMC du surfactant se situe autour de 0,10 à 0,14% en poids. Le mélange est ensuite brassé vigoureusement dans une cellule de flottation de type Denver® de façon à augmenter le détachement des hydrocarbures de la surface des sédiments par attrition. L'attrition de concert avec le pouvoir détersif des surfactants sont les principaux responsables du détachement et de la solubilisation des hydrocarbures. Une fois solubilisés à l'intérieur des micelles, les hydrocarbures sont libres de se déplacer dans la suspension de sédiments. Une fois le lavage terminé, un certain temps d'attente est nécessaire pour que la mousse produite lors du lavage disparaisse. Les sédiments lavés devant subir une analyse gravimétrique doivent être rincés plusieurs fois à l'eau propre et centrifugé à chaque fois. Cette opération est répétée à plusieurs reprises pour s'assurer que les sédiments sont exempts de surfactant.

# 3.3 SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE

## 3.3.1 Avantage d'une telle méthode

L'emploi de la séparation solide-liquide après l'étape de lavage a pour but de diminuer au maximum la quantité de solide en suspension avant l'étape de flottation des complexes surfactants-hydrocarbures. Des travaux de flottation réalisés sur les mêmes sédiments (Koné, 2003) ont montré qu'une quantité importante de fines particules solides sont entraînées au concentré pendant l'étape de flottation. Ceci doit être évité afin de

produire un concentré le plus riche possible en matière organique, c'est-à-dire avec le minimum de particule minérale. Une étape de séparation solide-liquide a été utilisée dans le but de mener une flottation dans un mélange contenant le moins possible de particules solides et de minimiser l'entraînement de particules solides au concentré. Il existe une panoplie de procédé de séparation solide-liquide et parmi celles-ci, quatre ont été employées et comparées. Les méthodes suivantes ont fait l'objet d'essais en laboratoire: filtration, sédimentation, coagulation et floculation.

#### 3.3.2 La filtration

Des essais de filtration ont été menés sous vacuum à l'aide de filtre Buchner. Les essais de filtration ont été menés sous un vacuum de 25 pouces de mercure à l'aide d'une pompe à vide et d'un filtre Whatman de 24 cm de diamètre. Des filtres de différentes ouvertures de mailles ont été utilisés. Les sédiments ont préalablement subit un lavage dans une cellule Denver® pendant 15 minutes. Les sédiments lavés ont été versés sur le filtre préalablement humecté. La pompe à vacuum a été actionnée et la filtration s'en est suivie.

#### 3.3.3 La sédimentation naturelle

Des essais de sédimentation naturelle ont été effectués pour déterminer la proportion de solide qu'il est possible de recueillir à la base de l'appareil de sédimentation dans un temps raisonnable. Deux méthodes ont été employées soit, la sédimentation naturelle dans un cylindre gradué de un litre et la sédimentation à l'aide d'un décanteur lamellaire. Les sections suivantes décrivent la méthode utilisée dans chacun des essais.

#### 3.3.3.1 Essai en cylindre gradué

Les essais de sédimentation naturelle en cylindre gradué ont été effectués dans le but de mieux comprendre le comportement des sédiments contaminés dans une suspension, concentrée à 10% en solide. La vitesse de sédimentation des sédiments a été déterminée en mesurant la variation de la hauteur de l'interface solide-liquide. Les premiers essais de sédimentation ont été réalisés sur les sédiments n'ayant préalablement subi, aucune étape de lavage. Ainsi, le but était de connaître le comportement des sédiments dans leurs états naturels. Pour chaque essai, 1 000 ml de pulpe bien brassée contenant les sédiments a été transférés dans un cylindre gradué de 1 000 ml. Des essais ont aussi été conduits sur des sédiments ayant subit un lavage au surfactant Aerosol OT. Certains essais ont été effectués avec le cylindre en position verticale et d'autres avec le cylindre incliné à 60 degrés.

#### 3.3.3.2 Essai en décanteur lamellaire

Des essais de sédimentation ont été effectués à l'aide d'un décanteur lamellaire à l'échelle laboratoire. Comme les décanteurs lamellaires sont très efficaces avec la sédimentation des fines particules (Scott, 1990), l'essai de cet appareil avec les sédiments portuaire s'est avéré nécessaire. Les décanteurs lamellaires à l'échelle laboratoire étant assez rares sur le marché, la conception et la fabrication d'un décanteur a été entrepris. Les plans du décanteur (Annexe B) ont été produits à l'aide d'un logiciel de Dessin Assisté par Ordinateur (DAO). La fabrication de l'appareil a été confiée à une compagnie spécialisée dans l'usinage des plastiques. La conception du décanteur lamellaire a été basée sur des caractéristiques bien connu de ce type d'appareil et sur des essais faits par Scott (1990).

Les essais effectués avec le décanteur lamellaire ont été conduit sur des sédiments lavés à l'aide de surfactant. Une analyse granulométrique a été effectuée sur les sédiments qui ont décantés dans l'appareil. La fraction très fine des sédiments dont la vitesse de sédimentation est inférieure à la vitesse ascendante de la suspension dans le décanteur à été évacué par la surverse de l'appareil. La densité spécifique de la surverse du décanteur a été comptabilisée pour déterminer l'efficacité de l'appareil avec les sédiments portuaires. La section suivante explique les caractéristiques du décanteur utilisé.

## 3.3.3.2.1 Description du décanteur lamellaire

Le décanteur utilisé en laboratoire (Figure 19) a un volume utile approximatif de 18 litres. Le décanteur est alimenté en pulpe à l'aide d'une pompe péristaltique couplé à un conditionneur muni d'un agitateur à vitesse variable. Les plaques inclinées situées à l'intérieur de l'appareil ont été conçues pour qu'elles puissent se glisser dans des fentes usinées dans les parois du décanteur. Les plaques peuvent ainsi être retirées pour les nettoyer ou pour vidanger le décanteur. L'inclinaison des 19 plaques est de 60 degrés par rapport à l'horizontale et elles sont distancées de 1.2 cm. La longueur de certaines plaques a été réduite afin de laisser de l'espace pour le diffuseur horizontal qui sert à alimenter l'appareil. La longueur des plaques varie de 24 à 33 cm. Le diffuseur sert à réduire la turbulence créée par l'alimentation de la pulpe dans le décanteur.

Les essais de sédimentation en décanteur lamellaire ont été réalisés afin de vérifier l'efficacité d'un tel appareil sur la sédimentation. L'appareil a été alimenté avec des sédiments lavés au surfactant compte tenu du fait que la séparation solide-liquide est l'étape suivant le lavage des sédiments. Un essai typique en décanteur lamellaire commence par un lavage des sédiments dans une cellule de lavage pendant 120 minutes. La quantité de sédiments lavés pour chacun des essais est de 27 litres à 10% poids de solide. La concentration de surfactant Aerosol OT est de 1% en poids. La pulpe, maintenue en suspension par un agitateur, est pompée dans le diffuseur horizontal du décanteur lamellaire. Au départ, le décanteur lamellaire vide a été rempli avec la pulpe au même débit que l'essai a été conduit et ce, jusqu'à ce qu'un écoulement débute à la surverse. Le niveau de pulpe dans le décanteur a donc augmenté entre les lamelles et une certaine période d'écoulement à la surverse a été maintenue avant le début de l'échantillonnage. L'échantillonnage a consisté à prendre deux échantillons de pulpe après 30 minutes de surverse (système à l'équilibre) et à vérifier la densité spécifique.

Comme la vitesse de sédimentation en cylindre gradué a été évalué à 0,5614 cm/min avec des sédiments lavés, le débit d'alimentation dans le décanteur lamellaire a été calculé de façon à ce que la vitesse d'ascension de l'eau dans le décanteur soit

légèrement inférieure à la vitesse limite de chute des particules de petite dimension. Dans ce cas-ci, la vitesse limite de chute a été établit à 0,5614 cm/min compte tenu que c'est la vitesse de chute des plus petites particules qui a été possible d'observer dans un essai de décantation en cylindre avec des sédiments lavés. La surface du décanteur est donc de 531 cm² moins la surface occupée par les lamelles 97 cm², soit 434 cm². Ainsi, le débit maximal qui doit être alimenté au décanteur lamellaire sans que le courant d'eau ascendant ne dépasse la vitesse limite de chute des particules est de 243 ml/min. Il faut donc compter près de 116 minutes pour alimenter les 27 litres de pulpe dans le décanteur.



Figure 19 : Décanteur la mellaire utilisé pour les essais de décantation.

## 3.3.4 La floculation

L'étape de floculation a été effectuée après l'étape de lavage des sédiments. Des floculants du type polyacrylamide ayant un poids moléculaire élevé ont été utilisés pour chacun des essais. Les essais préliminaires ont été conduits avec et sans l'utilisation d'ions Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup> et Fe<sup>3+</sup> et avec et sans l'ajustement de pH.

## 3.3.4.1 Préparation de la suspension

Une étape préliminaire de sédimentation naturelle de 5 minutes a précédé chaque essai de floculation de manière à augmenter l'efficacité des floculants et de minimiser leurs consommations en retirant les particules ayant une grande vitesse de sédimentation. La surnageant recueilli après la sédimentation naturelle, contenant entre 2,5 et 3 % solide, a été utilisé pour les essais de floculation.

## 3.3.4.2 Préparation des floculants

Les floculants Magnafloc 1011, 10, 338 (Ciba Specialty Chemicals Canada Inc.) ont été choisi pour effectuer les essais de floculation sur les sédiments fins contaminés aux hydrocarbures pétroliers suite aux résultats encourageants obtenus par Sworska et al. (2000). Ces chercheurs ont utilisés ces floculants avec des particules fines provenant des rejets de sable bitumineux. Le Magnafloc 1011 est un polyacrylamide de masse moléculaire élevée avec un degré d'anionicité de 30%. Le Magnafloc 10 est un polyacrylamide de masse moléculaire très élevée avec un degré d'anionicité très bas. Le Magnafloc 338 à pour sa part une masse moléculaire modérément élevée et un degré d'anionicité de 10%.

Une solution concentrée de polymère de 2,5 g/L a été préparée en ajoutant 0,25 g de granule de polymère dans un récipient suivi de 3 ml de méthanol pour augmenter la mouillabilité des granules. Rapidement, 97 ml d'eau du robinet ont été ajoutés aux granules. Le tout a été brassé vigoureusement pendant 10 à 15 secondes et par la suite un brassage intense de 15 secondes a été effectué, occasionnellement pendant l'heure suivante. Pour assurer une incorporation rapide et uniforme du floculant dans le système, la solution de floculant a été diluée à une concentration de 0,5 g/L avant sont utilisation. Les solutions de floculant ont été remisées à l'abri de la lumière et ont été remplacées à tous les 2 jours.

#### 3.3.4.3 Solutions

Dans les essais où le pH a été modifié, des solutions de HCl 1M et de NaOH 1M ont été utilisées. Pour les essais avec déstabilisation de la suspension avant la floculation, des solutions de MgCl<sub>2</sub> et de CaCl<sub>2</sub> ayant une concentration d'une mole par litre ont été utilisées. Lors d'une autre série d'essais, une solution de FeCl<sub>3</sub> toujours avec une concentration d'une mole par litre a été employée. Les lectures de pH ont été effectuées avec un pH-mètre de marque Thermo Orion (modèle 420 A plus).

#### 3.3.4.4 Procédure

Les essais de floculation ont été conduits dans un cylindre gradué de 1 litre mesurant 45 cm de hauteur et 6 cm de diamètre intérieur. Ce type de cylindre répond aux spécifications présentées dans la procédure du manufacturier (Allied Colloids, 2003). Cette procédure indique que les essais doivent être effectués dans un cylindre gradué d'au moins 500 ml mesurant au moins 30 cm de hauteur et ayant un diamètre intérieur d'au moins 5 cm.

Pour chacun des essais, 1 litre de la suspension de sédiments ayant subi l'étape de sédimentation naturelle a été introduite dans le cylindre gradué. La solution de polymère a été ajoutée en deux étapes à l'aide d'une seringue et mélangée à la suspension en inversant le cylindre à deux reprises à chaque injection de polymère. Lorsqu'ils ont été utilisés, les ions Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup> et Fe<sup>3+</sup> ont été ajouté à la suspension avec une seringue et avant l'ajout de floculant. Le dosage des ions utilisé lors des essais a été de 0,008 mole/litre, dosage optimal obtenu sur les suspensions par Sworska (2000). Ce dosage a été utilisé comme le point de départ pour déstabiliser la suspension. Tous les essais ont été effectués à un pH se situant dans la fourchette 4-11.

## 3.3.4.5 Évaluation des essais

Pour évaluer la qualité des essais de séparation solide-liquide par floculation, le liquide surnageant a été retiré du cylindre gradué à l'aide d'un tube par la technique des vases communicants. Les sédiments floculés ont été récupérés et séchés à l'étuve à 60°C jusqu'à obtention d'une masse constante. Le rapport de la masse totale de sédiments sec récupérés sur la masse de sédiments sec ajoutée initialement lors de l'étape du lavage des sédiments, a permis d'évaluer l'efficacité de la séparation. Plus ce ratio a été élevé, plus la séparation solide-liquide a été efficace.

## 3.4 CONCENTRATION DES COMPLEXES SURFACTANTS-HYDROCARBURES PAR FLOTTATION

#### 3.4.1 Flottation en cellule

L'appareil de flottation utilisé ici consiste en une cellule de flottation de type Denver®. L'appareil est principalement composé d'une cellule contenant la suspension de solide et d'un agitateur. L'agitateur permet de mélanger le solide et la solution continuellement jusqu'à la fin de l'essai. L'air est introduit par l'axe creux et est dispersé dans la suspension par la base de l'agitateur (sub-aérée). L'introduction de l'air crée des bulles dans la suspension. Les complexes surfactants-hydrocarbures pétroliers hydrophobes, adhèrent aux bulles d'air. Due à la différence de densité, les bulles d'air remontent vers la surface de la solution créant une écume. Elle est récupérée par raclage et forme le concentré de flottation. Les particules hydrophiles qui n'ont pas été enlevée lors de l'étape de séparation solide-liquide demeurent dans la suspension. Le concentré est récupéré et analysé par chromatographie en phase gazeuse.

## 3.4.1.1 Caractéristiques de l'appareil

Le principal appareil utilisé pour ces essais de flottation est la cellule de flottation de laboratoire D-12 fabriqué par la compagnie Denver®. Un schéma général de l'appareil est présenté à la figure 20. La position verticale de l'agitateur est ajustée à l'aide d'une

manivelle située sur le côté droit de l'appareil. La vitesse (rpm) de l'agitateur est contrôlée en tournant le boulon d'ajustement situé au dessus du moteur, à l'arrière de l'appareil. Un tachymètre permet d'avoir une lecture de la vitesse de l'agitateur. Une valve située près de l'axe de l'agitateur permet de contrôler le débit d'air. Les cellules de flottation sont amovibles et disponibles en plusieurs formats (1,5 à 5L).

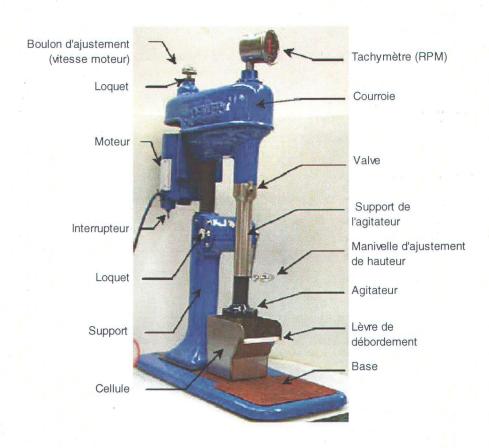


Figure 20: Détail de la cellule de flottation Denver de laboratoire D-12.

## 3.4.2 Flottation en colonne

La colonne de flottation a été introduite vers les années 1960 et est d'origine canadienne. Elle est principalement constituée d'un cylindre dont la hauteur est beaucoup plus importante que sa largeur. À noter que sa section peut aussi être carrée.

Habituellement, sa hauteur varie de 9 à 15 m, pour des diamètres situés respectivement entre 0.5 et 3m (Bouchard, 2001). La hauteur de la colonne permet de donner le maximum de chance aux particules hydrophobes d'entrer en contact avec les bulles d'air. La figure 21 présente un schéma simplifié d'une colonne, tel que retrouvé dans l'industrie du désencrage. L'ajout d'un agitateur permet d'augmenter considérablement le contact entre les bulles et les particules. Comme une colonne agitée est plus efficace qu'une colonne traditionnelle, il est possible de diminuer sa hauteur. Tout comme la cellule de flottation, la colonne de flottation est utilisée pour mettre en suspension des particules solides (sédiments et complexes surfactants-hydrocarbures pétroliers) dans le but de concentrer les particules d'intérêts (complexes surfactants-hydrocarbures pétroliers) à sa surverse. La colonne comporte une multitude d'hélices montées sur un axe rotatif central. Celles-ci permettent de garder une bonne suspension dans la pulpe et favorisent le contact entre les bulles et les complexes surfactants-hydrocarbures pétroliers. L'air est injecté près de la base de la colonne et est dispersé par les hélices en mouvements. La dispersion de l'air crée une colonne de fines bulles ascendantes qui voyagent au travers de la pulpe. Les fines bulles et les complexes surfactants-hydrocarbures pétroliers vont se rencontrer dans la zone de mélange. Le complexe bulle-surfactants-hydrocarbures sera reporté à la surverse de la colonne c'est-à-dire dans la zone de collection par différence de densité avec la pulpe. L'alimentation de la pulpe se fait environ au deux tiers de la colonne pour permettre un temps de séjour assez long, afin que le contact bulle-particule ait lieu. Enfin, la suspension de sédiments exempte d'hydrocarbures, est évacuée à la souverse de la colonne.

Comme l'utilisation des colonnes de flottation est assez récente et que leur développement est encore en cours, très peu ou pas de fabricants en proposent à l'échelle laboratoire. Comme plusieurs projets en cours à l'INRS-ETE visent l'emploie d'une colonne de flottation, un des objectifs de ce travail de maîtrise a été de concevoir et de fabriquer une colonne de flottation agitée, équipée d'un système à air-dissous. Les sections suivantes présentent l'appareil et les étapes de sa construction.

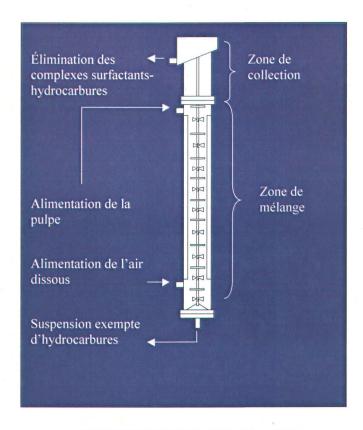


Figure 21: Colonne de flottation agitée.

## 3.4.2.1 Conception de la colonne de flottation

Les travaux de conception ont débuté par une définition des objectifs des futurs utilisateurs de la colonne de flottation. Les besoins étant divers, il a été convenu de concevoir une colonne de flottation pouvant répondre aux attentes de tous. La colonne doit être efficace dans les trois cas suivants :

- flottation des complexes surfactants-hydrocarbures pétroliers
- flottation des fines particules inorganiques (métaux) contaminant les sédiments marins
- flottation des particules (plus ou moins fines) inorganiques (métaux) contaminant les sols

Comme une colonne conventionnelle n'est pas efficace pour la flottation des très fines particules, le concept de colonne retenu a été celui d'une colonne de flottation

polyvalente pouvant être efficace autant avec la flottation des très fines particules (< 20  $\mu$ m) qu'avec la flottation des particules de tailles conventionnelles pour la flottation (20 à 250  $\mu$ m). Le type de colonne de flottation retenue a été celui d'une colonne de flottation agitée (Schneider et Weert, 1988) possédant un système de génération de bulles permettant de créer des bulles à l'aide d'un diffuseur et/ou à l'aide d'un système à air dissous permettant de générer des microbulles.

La conception de la colonne de flottation a été basée sur un modèle développé par la compagnie Hydrochem Developments Ltd (Gouvernement du Canada, 1993) conçue pour la flottation des encres provenant d'une étape du désencrage des cartons et papiers recyclés. Le modèle de la colonne a été modifié en y ajoutant un système à air dissous. Une fois toutes les informations recueillies, le plan de la colonne de flottation ont été dessiné à l'aide d'un logiciel DAO (Annexes C). La colonne a été fabriquée à partir d'Acrylique Lucite® par une compagnie spécialisée dans la fabrication d'équipements en plastique.

## 3.4.2.2 Description de la colonne de flottation agitée

Les figures 22 à 26 représentent la colonne de flottation ainsi que les appareils nécessaires à son bon fonctionnement. La colonne est composée de deux tubes d'acrylique joint ensemble ayant un diamètre intérieur de 10,16 cm et une hauteur totale d'environ 123 cm. Le joint des deux tubes se retrouve à une distance de 90 cm de la base de la colonne et offre la possibilité d'augmenter la hauteur de la colonne à l'aide d'une section additionnelle si nécessaire.

La colonne de flottation possède cinq zones fonctionnelles situées sur sa hauteur. Du bas vers le haut on rencontre les zones suivantes :

- Suspension, où la pulpe composée de sédiments propres (sans ou faible présence d'hydrocarbures) quitte la colonne ;
- Dispersion des gaz;

- Collection des complexes surfactants-hydrocarbures par les bulles ascendantes :
- Lavage, servant à nettoyer les particules flottées des sédiments résiduels qui ont été entraînés;
- Évacuation où les complexes surfactants-hydrocarbures, concentrés dans l'écume, sont évacués de la colonne.

La colonne possède une buse de sortie à sa base servant à évacuer les sédiments nettoyés. Toujours près de sa base, à une hauteur de 4 cm, une buse d'entrée d'air comprimée sert à alimenter le diffuseur. Le débit d'air comprimé est contrôlé à l'aide d'une valve à pointeau et d'un débitmètre. À une hauteur de 14 cm, une deuxième buse sert à alimenter la colonne avec de l'air dissous. L'air dissous provient du réservoir spécialement conçu pour dissoudre l'air dans l'eau et le contrôle du débit est effectué à l'aide d'une valve à pointeau et d'un débitmètre. Une buse située à 82 cm de la base de la colonne sert à introduire la pulpe d'alimentation dans la colonne tout juste à la jonction de la zone de collection et de la zone de lavage. Deux autres buses situées près du centre de la colonne peuvent être utilisées pour le contrôle du pH. Un caniveau situé tout en haut de la colonne sert à recueillir l'écume contenant le concentré de flottation. Le caniveau possède un angle de 13 degrés et est muni d'une buse d'évacuation du concentré.

L'agitation de la pulpe et la dispersion des bulles à l'intérieur de la colonne sont effectuées à l'aide de neuf (9) hélices attachées à un axe rotatif, situé au centre de la colonne. L'axe rotatif est couplé à un moteur à vitesse variable, à contrôle numérique, permettant de faire varier avec précision la vitesse d'agitation dans la colonne. Les hélices sont également distancées dans la partie inférieure et centrale de la colonne. La turbulence créée par les hélices force la dispersion des bulles d'air au travers de la pulpe au fur et à mesure de leurs progressions vers le haut de la colonne.

Quatre cloisons verticales sont présentent dans les zones de dispersion des gaz et de collection des complexes surfactants-hydrocarbures pour empêcher que le mouvement des hélices ne provoquent un mouvement de tourbillon à l'intérieur de la colonne. Les

cloisons sont disposées à 90 degrés les unes des autres et elles ont une largeur d'environ 1/12 du diamètre de la colonne, soit 0,85cm.

Dans la zone de lavage, les complexes collectés par les bulles se déplacent vers le haut de la colonne et rencontre un flux d'eau de lavage servant à éliminer les fines particules de sédiments non-désirables, entraînées avec l'écume. Ceci est accompli par l'introduction d'eau de lavage par la partie supérieure de la colonne, au moyen d'un jet de fines gouttelettes d'eau.

Trois pompes péristaltiques servent à contrôler les trois différents flux de la colonne, soit : l'alimentation de la pulpe, l'ajout d'eau de lavage et l'évacuation des rejets à la sousverse. Chacune des pompes est réversible et est munie d'un contrôleur de vitesse précis. La pompe qui sert à alimenter la colonne en pulpe a pour source un conditionneur de 18 litres. Le conditionneur est muni d'un agitateur à vitesse variable et sert à maintenir la pulpe en suspension avant son alimentation dans la colonne. Le conditionneur sert aussi à favoriser le contact entre les surfactants et les sédiments contaminés aux hydrocarbures pour favoriser leurs solubilisations. C'est donc dans le conditionneur que les surfactants sont ajoutés à la pulpe.



Figure 22 : Colonne de flottation agitée à air dissous.

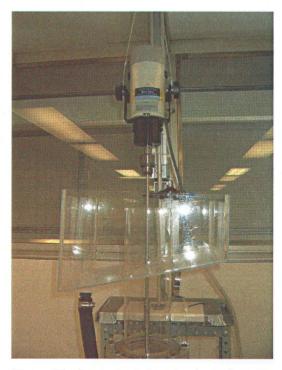


Figure 23 : Surverse de la colonne de flottation.



Figure 24 : Sousverse de la colonne de flottation







. Figure 26 : Contrôle de la vitesse variable

## 3.4.2.3 Conception du système à air-dissous

Tout comme dans le cas de la colonne de flottation, le système d'air dissous a entièrement été conçu dans le cadre de ce mémoire. De façon à avoir une autonomie opérationnelle d'environ huit (8) heures, un réservoir d'une capacité utile de 20 litres à été conçu. Les plans du réservoir à air dissous ont été produits à l'aide d'un logiciel de DAO (Annexe A). Pour éviter les problèmes de corrosion, le réservoir a entièrement été construit à partir d'acier inoxydable.

## 3.4.2.4 Description du système à air-dissous

La figure 27 représente le réservoir servant à la dissolution de l'air dans l'eau. Le réservoir est muni d'un tube situé sur un de ses côtés permettant de faire une lecture de niveau. Une buse d'alimentation en eau est située en haut du réservoir. L'air comprimé est injecté à l'une des extrémités du réservoir sous le niveau de l'eau. Pour avoir une saturation complète de l'eau dans le réservoir, une pression d'environ 400 à 600 Kpa (60 à 90 psi) est nécessaire. La lecture de la pression à l'intérieur du réservoir est obtenue à l'aide d'un manomètre situé sur le dessus du réservoir. La diffusion de l'air dans l'eau se fait à l'interface eau-air. Comme l'interface eau-air est maximale lorsque le réservoir est empli à moitié, il est préférable d'opérer le réservoir à ce niveau. L'air alimenté au réservoir doit être exempt d'huile. Après que la saturation de l'eau en air est complète,

l'eau saturée sort du réservoir par un tube collecteur prenant sa source au fond du réservoir. C'est seulement lorsque la pression de l'eau chute à la pression atmosphérique qu'il y a génération de bulle d'air dans l'eau. Cette chute de pression se produit juste avant l'entrée de l'eau dans la colonne à l'aide d'une valve à pointeau. Une fois que l'eau a passée d'environ 600 kpa à 100 kpa, il y a nucléation et ensuite croissance des bulles microscopiques (Al-Shamrani et al., 2002). Le diamètre moyen des bulles pour une flottation à air dissous se situe généralement à 50 μm. Des valves de sécurités sont installées à quatre endroits soit, à l'entré de l'air comprimé, à l'entrée d'eau et chaque extrémité du tube indiquant le niveau du réservoir.

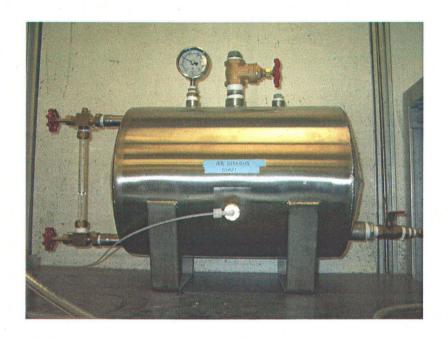


Figure 27: Réservoir d'air dissous.

#### **CHAPITRE 4**

# PRÉSENTATION DES RÉSULTATS ET DISCUSSION DE LA CARACTÉRISATION

Le but de ce chapitre est de mieux faire connaître la nature des sédiments à l'étude. Ce chapitre présente de façon détaillée la distribution granulométrique des sédiments ainsi que les résultats de l'analyse organique et inorganique effectuées sur ceux-ci.

# 4.1 RÉSULTATS DE LA CARACTÉRISATION DES SÉDIMENTS

## 4.1.1 Distribution granulométrique des sédiments

La distribution granulométrique a été déterminée à l'aide de trois méthodes différentes soit, le tamisage humide, l'élutriation et l'analyse des particules au granulomètre laser. Il est important de mentionner ici que les sédiments utilisés ont une taille inférieure à 212 µm. Les particules ayant un diamètre supérieur à 212 µm ont été retirées dans une étape de séparation granulométrique préliminaire compte tenu de leurs faibles contamination par les hydrocarbures pétroliers. L'analyse granulométrique par tamisage humide a été effectuée sur 6 tamis de la série de Tyler. Un échantillon de sédiments de 217,9 g sec a été utilisé pour cette analyse granulométrique. Les résultats de cette analyse (Tableau 3) montrent qu'effectivement le tamisage à 212 µm a été efficace,

presque 100 % des sédiments passent les mailles du tamis de 212 μm. Il est possible de remarquer la finesse des sédiments lorsqu'on observe le cumulatif passant au tamis de 38 μm, 50,25% des particules sont inférieures à 38 μm. Il a donc été nécessaire d'effectuer une analyse granulométrique plus pointue pour déterminer la granulométrie des particules de tailles inférieures à 38 μm. Comme l'utilisation de tamis avec des ouvertures inférieures à 38 μm devient fastidieuse à cause du colmatage des ouvertures par les particules, la méthode d'élutriation a été utilisée.

Tableau 3: Distribution granulométrique des sédiments.

Poids (g) Frac		ction	Poids	Cumulatif	Cumulatif
Initial	μm	mailles ou po.	(%)	retenu (%)	passant (%)
217,90					
0,19	+212	65	0,09	0,09	99,91
22,70	+150	100	10,42	10,50	89,50
30,24	+106	150	13,88	24,38	75,62
23,34	+75	200	10,71	35,09	64,91
15,85	+53	270	7,27	42,37	57,63
16,09	+38	400	7,39	49,75	50,25
109,49	-38		50,25	100,00	0,00
	To	otal	100,00		

L'élutriation au cyclosizer a été effectuée dans les locaux du laboratoire de métallurgie à l'Université Laval. Pour la détermination de la granulométrie à l'aide de l'élutriateur, un sous échantillon d'environ 45g sec (44,86 g exactement) provenant de l'échantillon de 109,49 g de sédiment passant 38 μm, a été utilisé. L'élutriation a permis d'obtenir six fractions granulométriques distinctes soit +48 μm, +35 μm, +25 μm, +17 μm, +13 μm et inférieure à 13 μm. Les résultats de l'élutriation au cyclosizer sont présentés dans le tableau 4. Encore une fois, il est possible de constater la finesse des sédiments. Plus de 60% des sédiments alimentés au cyclosizer ont une taille inférieure à 13 μm. Près de 99 % des sédiments sont inférieurs à 35 μm et ceci provient du fait que l'analyse au cyclosizer a été fait sur la fraction inférieure à 38 μm provenant du tamisage humide. Pour sa part, le tableau 5 regroupe les résultats des tableaux 3 et 4.

Tableau 4: Distribution granulométrique des sédiments inférieurs à 38  $\mu m$ .

Poids (g)	Fraction		Poids	Cumulatif	Cumulatif
Initial	μm	mailles ou po.	(%)	retenu (%)	passant (%)
44,86					
0,07	+48		0,16	0,16	99,84
0,48	+35		1,07	1,23	98,77
4,44	+25		9,89	11,12	88,88
8,14	+17		18,15	29,27	70,73
4,54	+13		10,12	39,39	60,61
27,19	27,19 -13		60,61	100,00	0,00
	Т	otal	100,00		

Tableau 5: Distribution granulométrique des sédiments (tamisage humide + cyclosizer).

Poids (g)	Fra	ction	Poids . (%)	Cumulatif	Cumulatif passant (%)
Initial μm 217,90	μm	mailles ou po.		retenu (%)	
0,19	+212	65	0,09	0,09	99,91
22,70	+150	100	10,42	10,50	89,50
30,24	+106	150	13,88	24,38	75,62
23,34	+75	200	10,71	35,09	64,91
15,85	+53	270	7,27	42,37	57,63
16,09	+38	400	7,38	49,75	50,25
12,18	+25		5,59	55,34	44,66
19,87	+17		9,12	64,46	35,54
11,08	+13		5,08	69,55	30,45
66,36	-13		30,45	100,00	0,00
	Total		100,00		

La figure 28 permet de visualiser les fractions granulométriques les plus importantes des sédiments. On peut constater que les particules de diamètres inférieurs à 13 µm représentent plus de 30 % de la masse initiale. La répartition massique dans les autres classes varie entre 5% et 15%.

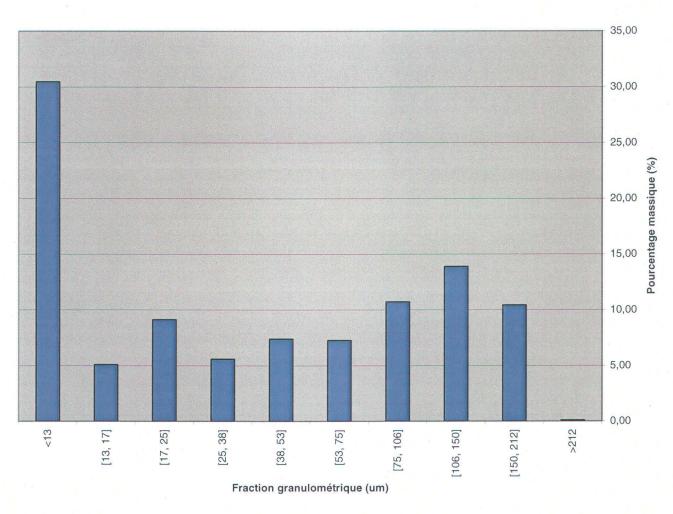


Figure 28: Distribution granulométrique des sédiments.

L'analyse au granulomètre laser (Annexe D) nous confirme que la granulométrie des sédiments est très fine. Un peu plus de 10% des particules ont une dimension inférieure à 2  $\mu$ m. Les données obtenues avec le granulomètre laser sont légèrement différentes que celles présentées au tableau 5. Par exemple, le  $P_{80}$  et le  $P_{50}$  du tamisage humide + cyclosizer sont respectivement de 119,90 et 37,42  $\mu$ m. Le granulomètre laser nous donne un  $P_{80}$  et un  $P_{50}$  respectivement de 129,84 et 24,49  $\mu$ m. La différence entre les

résultats est probablement due à l'échantillonnage. En effet, l'échantillon pour le tamisage humide a été d'environ 220 grammes tandis que celui utilisé dans le granulomètre laser est seulement d'environ 0,2 gramme.

#### 4.1.2 Analyse organique des sédiments

L'identification des produits pétroliers, des HAP et des BPC présents dans les sédiments, a déjà été réalisée (Koné, 2003). Dans le cas des HAP et BPC, les résultats montrent que les concentrations dans les sédiments sont bien en deçà du critère C, pour les sols, du ministère de l'environnement du Québec. L'identification des produits pétroliers montre que la contamination organique provient exclusivement des hydrocarbures pétroliers  $C_{10}$ - $C_{50}$  avec une teneur dépassant largement le critère C (3 500 mg/kg).

Une analyse organique par dosage gravimétrique a été effectuée afin de déterminer dans quelle proportion les hydrocarbures pétroliers C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub> contaminent les sédiments. Pour déterminer la teneur en hydrocarbures pétroliers des sédiments, huit échantillons d'environ cinq grammes chacun ont été prélevés dans une chaudière de sédiments et ont été analysés. La teneur moyenne en hydrocarbures pétroliers C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub> présente dans les sédiments de la chaudière échantillonnée est de 15 197 mg/kg. Les résultats sont présentés à la figure 29. Une fois la teneur en hydrocarbures pétroliers connue, une analyse granulochimique a été réalisée afin de connaître la répartition de la contamination en fonction de la classe granulométrique des sédiments. Les données présentées dans le tableau 6 montrent qu'il y a dépassement du critère C seulement dans les fractions fines des sédiments. Les classes granulométriques –25+17 μm, -17+13 μm et <13 μm ont respectivement une teneur en hydrocarbures pétroliers de 5 887, 11 860 et 41 221 mg/kg. Toutes les autres classes granulométriques sont en deçà du critère C. Les trois classes les plus contaminées représentent à elles seules plus de 90% de la contamination et ce dans près de 45 % de la masse totale des sédiments. À elle seule la classe granulométrique la plus fine contient près de 83 % de la contamination et ce dans seulement 30,5% de la masse de sédiments (Figure 30). On se rappellera que les sédiments étudiés ici ont été débarrassés de la fraction granulométrique supérieure à 212 µm qui était peu contaminée. On peut donc dire que 90% de la contamination dans les sédiments originaux se concentre dans moins de 45 % de la masse.

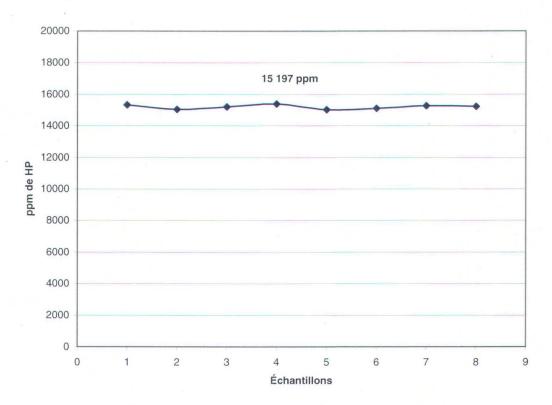
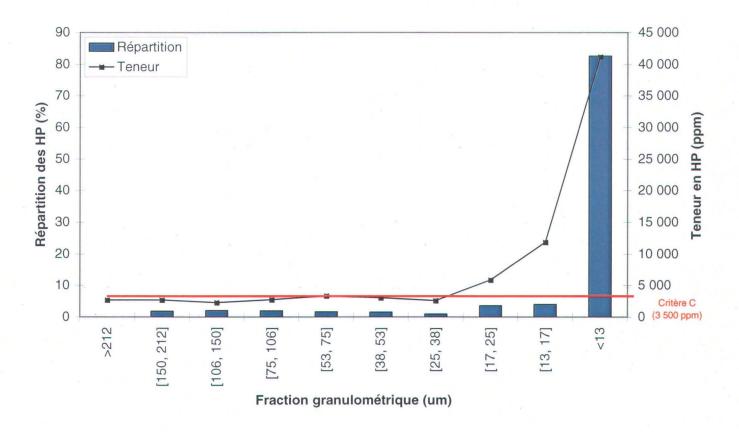


Figure 29: Teneur en hydrocarbures pétroliers C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub> dans les sédiments.

Tableau 6: Répartition granulométrique des hydrocarbures pétroliers (HP) sur les 10 fractions de sédiments.

Fraction (µm)	Pourcentage massique (%)	Teneur en HP (ppm)	Masse pondérée (mg/100g)	Répartition des HC (%)
+212	0,09	2 688	0,23	0,02
-212 + 150	10,42	2 688	28,00	1,84
-150 + 106	13,88	2 272	31,53	2,07
-106 + 75	10,71	2 727	29,21	1,92
-75 + 53	7,27	3 348	24,35	1,60
-53 + 38	7,38	3 058	22,58	1,49
-38 + 25	5,59	2 583	14,44	0,95
-25 + 17	9,12	5 887	53,68	3,53
-17 + 13	5,08	11 860	60,31	3,97
-13	30,45	41221*	1 255,36	82,61

<sup>\*</sup> valeur calculée par bilan de matière à partir de la teneur en HP des sédiments non-séparés



 $Figure~30: R\'{e}partition~et~teneur~en~hydrocarbures~p\'{e}troliers~C_{10}\text{-}C_{50}\\ en~fonction~des~fractions~granulom\'{e}triques~des~s\'{e}diments.$ 

#### 4.1.3 Analyse inorganique des sédiments

Comme cette recherche se concentre sur la contamination organique aux hydrocarbures pétroliers, la caractérisation inorganique des sédiments n'a été que survolée. Une analyse des oxydes et de quelques éléments majeurs constituants les sédiments a été réalisée par ICP-AES dans les laboratoires de l'INRS-ETE. Les résultats de cette analyse sont présentés dans le tableau 7.

Tableau 7: Analyse inorganique effectuées sur les sédiments

		- · · · ·	0 111	0 :11
Element-oxyde	Unité analytique	Résultats		Critère C
500			mg/kg	mg/kg
$Al_2O_3$	%	11,2		
CaO	%	7,17		
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> T	%	5,41		
K <sub>2</sub> O	%	1,98		
MgO	%	2,34		
MnO	%	0,0904		
Na <sub>2</sub> O	%	1,85		
$P_2O_5$	%	0,633		
SiO <sub>2</sub>	%	51,8		
TiO <sub>2</sub>	%	0,645		
Ва	ppm	1 590	nd	2 000
Cr	ppm	782	100	800
Cu	ppm	9 069	86	500
Ni	ppm	318	61	500
Zn	ppm	578	540	1 500

En se référant au critère C, on constate que les sédiments sont fortement contaminés principalement par le cuivre. Mais quand on se réfère aux critères de qualité pour les sédiments qui tiennent compte non seulement de la vocation des sites, mais aussi de l'interaction entre plusieurs contaminants sur les organismes, on se rend compte que tous les éléments analysés dépassent le seuil d'effets néfastes (SEN). Le seuil d'effets néfastes est la limite supérieure, catégorisant les sédiments, au-dessus de laquelle 90% des organismes benthiques peuvent être affectés par la présence d'un contaminant. C'est un seuil au-delà duquel il peut se produire des effets majeurs sur les organismes (Saint-Laurent Vision 2000, 2004). Ainsi la teneur en cuivre dans les sédiments est 105 fois plus élevée que le critère SEN et 18 fois plus élevé que le critère C. Les autres éléments (Ba, Cr, Ni et Zn) sont tous plus élevés que le critère SEN.

## 4.2 DISCUSSION DE LA CARACTÉRISATION DES SÉDIMENTS

La caractérisation des sédiments a permis dans un premier temps de déterminer avec précision la granulométrie des sédiments. Les données obtenues de cette analyse montrent que la proportion de particules très fines, soit de dimension inférieure à 13 µm représente près de 30% de la masse des sédiments à l'étude. Il a été possible de déterminer que 50% des particules sont plus fines que 37,5 µm et que 80% des particules sont plus fines que 119,9 µm. La dimension maximale des particules présentes dans les sédiments se situe tout près de 212 µm et ce, dû au tamisage, effectué sur l'ensemble des sédiments pour diminuer la quantité de sédiments peu ou pas contaminés. Les données de l'analyse granulométrique (tableau 5) démontrent qu'il y a bel et bien très peu de particules de dimension supérieure à 212 µm, soit 0,09% de la masse totale des sédiments. Ces données sur la finesse des sédiments sont très utiles pour l'avancement de ce projet. En effet, les équipements ou les méthodes employées pour le traitement des sédiments sont efficaces seulement à l'intérieur de certaines plages granulométriques.

L'analyse de la contamination organique par les hydrocarbures pétroliers de type  $C_{10}$ - $C_{50}$  sur chacune des tranches granulométriques montre une forte contamination des sédiments dans les fractions fines. La contamination excède le critère C seulement à partir des particules de diamètre de 25 µm et moins. La figure 30 montre clairement que c'est la fraction granulométrique de 13 µm et moins qui est de loin la plus contaminée. À elle seule cette fraction contient plus de 82% des hydrocarbures pétroliers. La teneur en hydrocarbures pétroliers rencontrée dans cette fraction est de plus de 41 000 mg/kg soit près de 12 fois le critère C.

# 4.3 CONCLUSION DE LA CARACTÉRISATION DES SÉDIMENTS

- La caractérisation a démontré que les sédiments sont fortement contaminés par les hydrocarbures pétroliers  $C_{10}$ - $C_{50}$ , soit 15 197 mg/kg en moyenne pour les huit échantillons prélevés.

- Seulement les trois fractions granulométriques les plus fines ont un taux de contamination dépassant le critère C, soit les fractions  $[-25 + 17 \mu m]$ ,  $[-17 + 13 \mu m]$  et  $[-13 \mu m]$ .
- Les trois fractions dont le taux de contamination dépasse le critère C représentent environ 45% de la masse totale des sédiments étudiés.
- La fraction granulométrique la plus fine, soit inférieure à 13  $\mu$ m, contient plus de 82% des hydrocarbures pétroliers concentré dans seulement 30,45% des sédiments. La teneur en hydrocarbures pétroliers dans cette fraction granulométrique est supérieure à 41 000 mg/kg.
- Les sédiments présentent une contamination par les métaux. C'est le cuivre qui est présent en plus grande quantité avec une teneur supérieure à 9 000 mg/kg.

#### **CHAPITRE 5**

# LAVAGE DES SÉDIMENTS ET SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE : SÉDIMENTATION ET FILTRATION

Ce chapitre présente les résultats obtenus lors des différents essais de lavages et de séparation solide-liquide effectués sur les sédiments une fois lavés. La première partie présente les résultats de quelques essais de lavage des sédiments. Ces résultats sont comparés avec ceux obtenus par Koné (2003). La deuxième partie présente pour sa part les résultats de la séparation solide-liquide. Les résultats de sédimentation en cylindre gradué et en décanteur lamellaire y sont présentés. On y retrouve aussi les résultats obtenus lors des essais de filtration et de coagulation-floculation.

# 5.1 RÉSULTATS DU LAVAGE DES SÉDIMENTS

#### 5.1.1 Confirmation de l'efficacité de la méthode de lavage

Avant de pouvoir se lancer dans le développement d'une méthode efficace de séparation solide-liquide des sédiments lavés, il a fallu tout d'abord confirmer l'efficacité du lavage des sédiments selon la méthode développée lors de travaux précédent (Koné, 2003). Dans un premier temps, quelques essais de lavage ont été effectués avec des échantillons de sédiments contaminés provenant du même lot que ceux utilisés lors des

travaux de 2003. Ces essais ont été réalisés dans le but d'évaluer les conditions d'opérations et d'avoir un point de référence pour la comparaison des résultats. Deux essais de lavage ont été effectués dans des conditions d'opérations pratiquement similaires. La teneur en hydrocarbures pétroliers C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub> des sédiments utilisées pour cet essai de comparaison était de 21 007 mg/kg tandis que ceux utilisés auparavant (Koné, 2003) était de 17 766 mg/kg. Le tableau 8 présente les conditions d'opérations des essais effectués dans le cadre du présent mémoire et les conditions d'opérations jugées optimales lors du développement de la méthode (Koné, 2003). C'est au niveau de la vitesse d'agitation que les essais de lavage des sédiments de ce projet diffèrent de ceux présentés dans les travaux de (Koné, 2003). En effet, un entretient mécanique a été fait sur l'appareil de lavage et la vitesse maximale de celui-ci a été réduite à environ 2 900 rpm. Selon (Koné, 2003), la vitesse d'agitation est un paramètre important pour l'enlèvement des hydrocarbures. Le taux d'enlèvement moyen des hydrocarbures est d'autant plus élevé que la vitesse d'agitation est grande. Il est donc possible de prévoir que le taux d'enlèvement moyen des hydrocarbures obtenu avec une vitesse de 2 900 rpm sera inférieur à ceux obtenus avec une vitesse d'agitation de 3 200 rpm. Le tableau 9 présente un comparatif des résultats entre les essais de lavage réalisés lors de ce mémoire et ceux obtenus par (Koné, 2003). En consultant ce tableau, ont remarque qu'effectivement, l'efficacité du lavage est moindre dans les deux essais comparatifs. Il est donc réaliste de croire que la différence est due à la diminution de la vitesse d'agitation. Dans (Koné, 2003), l'auteur à remarquée que pour une diminution de la vitesse d'agitation de 3 200 à 2 700 rpm, l'enlèvement moyen des hydrocarbures diminuait de 8%. Ces deux essais de lavage permettent donc de constater que le lavage des sédiments, dans les conditions optimales, est efficace, reproductible et permet d'abaisser le taux de contamination en dessous de 3 500 mg/kg (critère C).

Tableau 8: Conditions d'opération des essais effectués lors de ce mémoire et celles de Koné (2003).

Paramètres	(Cette étude, 2007)	(Koné, 2003)
Concentration de surfactant (%)	1	1
Temps d'agitation (minutes)	20	20
Ratio solide/liquide (%)	10	10
Vitesse d'agitation (rpm)	2 900	3 200
Type de surfactant	Aérosol OT	Aérosol OT

Tableau 9 : Comparatif des essais de lavage.

	(Cette étu	(Koné, 2003)	
	Essai no.1	Essai no.2	Essai optimal
Enlèvement en (%)	84	83,5	90
Teneur en hydrocarbures dans les sédiments lavés (ppm)	3 360	3 470	1 777

#### 5.1.2 Résultats de lavages des sédiments après tamisage à 212 um

Les sédiments utilisés dans le cadre de ce travail proviennent du même lot que ceux utilisés par (Koné, 2003) à la différence qu'ils ont reçu un traitement de tamisage et qu'ils ont été entreposés à la température ambiante. Le traitement de tamisage visait l'élimination de la fraction granulométrique supérieure à 212 um, faiblement contaminée. Pour évaluer l'efficacité du lavage avec les sédiments utilisés dans le présent travail, deux essais de lavage ont été effectués. Ces essais ont été réalisés dans les conditions d'opérations optimales soient :

- 1. 1 % pour la concentration de surfactant
- 2. 20 minutes pour le temps d'agitation
- 3. 10 % pour le ratio solide-liquide
- 4. 2 900 rpm pour la vitesse d'agitation
- 5. Aérosol OT pour le type de surfactant

Les résultats de ces deux lavages sont présentés dans le tableau 10. Les taux d'enlèvement en hydrocarbures obtenus sur ces sédiments après le lavage sont de beaucoup inférieurs à ceux obtenus avec les sédiments non tamisés utilisés par (Koné, 2003). En effet, les taux d'enlèvement obtenus dans les conditions d'opérations optimales sont de 60 et 61%. La teneur en hydrocarbures des rejets de ces deux mêmes essais est de 6 025 mg/kg et de 5 861 mg/kg respectivement. La teneur en hydrocarbures des rejets se situe donc au dessus de 3 500 mg/kg (critère C). Une des raisons qui peut expliquer ce faible taux d'enlèvement des hydrocarbures est le pré-traitement de tamisage qui a été

effectué. Une analyse du pourcentage de solide des sédiments a été effectuée sur les sédiments ayant subi le tamisage, et sur les sédiments utilisés lors des travaux de (Koné, 2003). Une différence majeure du pourcentage solide a été observée. Les sédiments utilisés dans le cadre des travaux de (Koné, 2003) présentaient un pourcentage de solide de 43,5% tandis que ceux utilisés dans le cadre de la présente étude, présentent un pourcentage solide de 69,6%. Le traitement de tamisage et de filtration effectué sur les sédiments a pu provoquer certains changements au niveau du brassage des sédiments. Il est proposé que les particules présentant des diamètres importants provoquaient un meilleur effet de cisaillement, augmentant ainsi le décrochage des complexes surfactants-hydrocarbures.

Tableau 10 : Résultats de deux essais de lavage effectués sur les sédiments tamisés à 212 μm.

Essai	Teneur de l'alimentation	Teneur du rejet en	Taux d'enlèvement
Lissai	en hydrocarbures (mg/kg)	hydrocrabures (mg/kg)	(%)
No.1	15 197	6 025	60
No.2	15 197	5 861	61

# 5.2 DISCUSSION SUR LE LAVAGE DES SÉDIMENTS

Le but de cette recherche n'était pas d'optimiser le lavage des sédiments mais bien de développer une méthode de séparation solide-liquide efficace avant l'étape de flottation. C'est pour cette raison qu'aucune optimisation supplémentaire du lavage des sédiments ayant reçu un pré-traitement de tamisage n'a été entreprise. Les teneurs en hydrocarbures pétroliers obtenues sur les sédiments à l'étude, suite à leur lavage, servent donc de point de départ aux essais de séparation solide-liquide.

# 5.3 RÉSULTATS DE LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE

#### 5.3.1 Sédimentation naturelle des sédiments (non-lavés) en cylindre gradué

La figure 31 présente les courbes de sédimentation, en cylindre vertical et incliné à 60 degrés, des sédiments n'ayant subit aucun traitement de lavage. Comme le montre la forme de la courbe de l'essai en cylindre vertical, la vitesse de sédimentation diminue avec le temps. Au début, les gros grains sédimentent rapidement et se dépose sur le fond du cylindre. La hauteur de cette zone augmente rapidement et se stabilise après la décantation des sables. Par la suite, il apparaît une interface entre le liquide surnageant et la boue en décantation. Comme la concentration volumique en solide est de 10% dans la suspension (suspension concentrée), les interactions entre particules ne sont pas négligeables, contrairement à une suspension diluée (<0,5%). La sédimentation est donc gênée et la vitesse de décantation freinée. Les particules adhèrent entre elles et la masse se déplace en piston, avec une interface nette entre les boues et le liquide surnageant.

La courbe de l'essai en cylindre incliné est différente de celle obtenue avec le cylindre en position verticale. En effet, la sédimentation se produit beaucoup plus rapidement avec le cylindre incliné. Par exemple, après 10 minutes de sédimentation l'interface sédiment-eau de l'essai en cylindre vertical se situe à environ 23 cm, alors qu'il est à 17 cm en cylindre incliné. Après 20 minutes, l'interface du cylindre vertical correspond à 18 cm, alors qu'il est à environ 12 cm en cylindre incliné. Les boues se déposent donc plus rapidement sur la paroi inclinée du cylindre gradué.

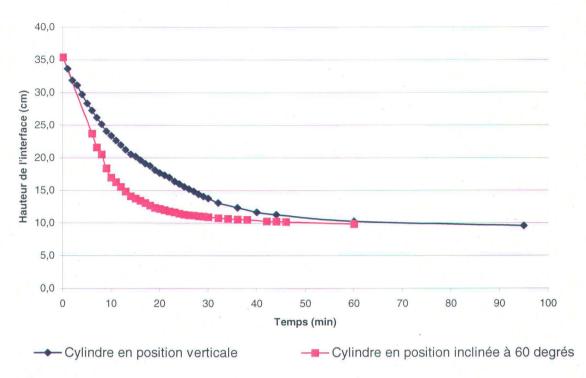


Figure 31 : Courbes de sédimentation des sédiments contaminés (non-lavés) en cylindre vertical et incliné.

# 5.3.2 Sédimentation naturelle des sédiments (lavés à l'aide d'un surfactant dans une cellule de lavage) en cylindre gradué

Les résultats obtenus avec des sédiments préalablement lavés au surfactant montre qu'il est impossible de se baser sur la hauteur de l'interface solide-liquide pour quantifier la vitesse de sédimentation. Cette interface n'étant pas présente compte tenu de l'homogénéité de la suspension, l'efficacité de la sédimentation a plutôt été évaluée selon la quantité de solide recueilli au fond des cylindres après une période de sédimentation de 15 minutes. Le tableau 11 présente les résultats obtenus avec le cylindre en position verticale et celui en position inclinée. On remarque, pour une masse de solide de 106,6 g au départ de l'essai, que le pourcentage de solide sédimenté est de plus de 10 % supérieur avec le cylindre incliné.

Tableau 11 : Comparaison des efficacités de sédimentation, après 15 minutes, des sédiments en cylindre vertical et incliné suite à une étape de lavage au surfactant.

	Masse solide (sec) de	Masse solide (sec)	Pourcentage du
·	départ	sédimenté	solide sédimenté
Cylindre vertical	106,6 g	63,41 g	59,50%
Cylindre incliné	106,6 g	76,69 g	72,00%

#### 5.3.3 Sédimentation naturelle en décanteur lamellaire sur des sédiments lavés

Les résultats des essais réalisés en décanteur lamellaire sur des sédiments lavés ainsi que les conditions d'opérations, sont présentés au tableau 12. Les données montrent que le pourcentage moyen de diminution de la quantité de solide après le passage de la pulpe dans le décanteur muni de lamelles espacées au 1,2 cm est de 36,6%. La valeur 36,6% provient de la moyenne des valeurs 35,8% et 37.3%. La diminution moyenne de la quantité de solide obtenue avec un espacement des lamelles de 2,4 cm est de 32,8%. Ces essais de décantation en continu ont donc permis de diminuer le pourcentage solide de la suspension d'environ 35%. La granulométrie du solide sédimenté a été analysée. Les résultats montrent que les particules sédimentées ont un diamètre supérieur à 53 μm.

Tableau 12 : Essais en décanteur lamellaire avec une pulpe contenant 10% poids de solide lavé au surfactant Aerosol OT.

Essai no.	Espacement entre les lamelles (cm)	Débit d'alimentation (ml/min)	Vitesse du courant ascendant (cm/min)	Densité spécifique de l'alimentation (g/cm <sup>3</sup> )	Densité spécifique de la surverse (g/cm³)	Pourcentage de diminution de la quantité de solide
1	1,2	234	0,539	1,067	1,043	35,80%
2	1,2	230	0,530	1,067	1,042	37,30%
3	2,4	233	0,537	1,067	1,045	32,80%
4	2,4	232	0,535	1,067	1,045	32,80%

#### 5.3.4 Résultats des essais de filtration des sédiments

Lors des cinq essais de filtration réalisés, les filtres se sont colmatés avant même d'avoir laissé passer 50% du volume de 1 litre. Des résultats similaires ont été rapporté dans les travaux de Koné (2003). Ainsi, aucun résultat n'a été obtenu de ces essais et cette méthode a été abandonnée.

#### 5.3.5 Résultats des essais de floculation

Les résultats des premiers essais de sédimentation réalisés sur des sédiments lavés avec ajout de floculant montrent une nette augmentation du pourcentage de solide sédimenté après une période de 15 minutes. Les résultats présentés au tableau 13 montrent que le pourcentage de la masse de sédiments qui a sédimenté suite à l'introduction d'un agent floculant est de 80,25% (tableau 13) tandis qu'il était d'environ 60% sans l'ajout de floculant (Tableau 11).

Tableau 13 : Vérification de l'influence de l'ajout d'un agent floculant sur la sédimentation, après 15 minutes, des sédiments en cylindre vertical suite à une étape de lavage au surfactant.

	Masse solide (sec) de départ	Masse solide (sec) sédimenté	Pourcentage du solide sédimenté
Percol 338 50 ppm	106,6 g	86,11 g	80,80%
Percol 338 50 ppm	106,6 g	85,00 g	79,70%

#### 5.4 Discussion de la séparation solide-liquide

Les essais de séparation solide-liquide effectuées sur les sédiments en suspensions ont permis de tirer des informations importantes sur la possibilité de concentrer les hydrocarbures après un lavage. Comme il est mentionné dans les travaux précédents (Koné, 2003), la filtration sous vacuum n'est pas efficace pour séparer les sédiments du liquide. Que ce soit en utilisant des filtres avec des ouvertures de pores de 2,5 ou 25  $\mu$ m, la filtration s'est arrêtée très rapidement. La filtration ne semble pas être une méthode

simple et efficace pour effectuer la séparation solide-liquide. Cette méthode a donc été abandonnée.

Pour leurs parts, les essais en cylindre gradué ont clairement démontrés que les boues se déposent plus rapidement en cylindre incliné. En effet, les particules suivent un chemin relativement court pour atteindre la surface de glissement inférieure. L'angle d'inclinaison  $(\theta)$  sur l'horizontale, assure le glissement des sédiments, et donc leur évacuation sans toutefois les remettre en suspensions. Dans le cas des sédiments préalablement lavés aux surfactants dans la cellule de flottation, il a été très difficile d'observer la vitesse de sédimentation des particules. En effet, il a été impossible d'observer un interface solide-liquide compte tenu de l'aspect homogène de la suspension. La suspension se trouvait dans un état de dispersion stable. Seules les particules plus grossières ont décantées vers le fond des cylindres. Même s'il a été impossible d'observer une interface solide-liquide lors de la décantation, la masse recueillie suite aux essais a permis de déterminer l'efficacité de chacune des méthodes. La décantation, suite à une étape de lavage au surfactant, est donc moins efficace qu'avec des sédiments naturels qui n'ont pas subit d'étape de lavage. Ceci peut être expliqué entre autre par une désaglomération des particules suite à la dissolution des hydrocarbures à l'intérieure des micelles de surfactant. Ainsi, toutes les particules d'argile qui étaient agglomérées dû à la présence d'hydrocarbures, sont maintenant dispersées dans la solution suite aux effets combinés des forces de cisaillement engendrées par le lavage et la présence de surfactant. Tous les autres essais de sédimentation qui ont été précédés d'un lavage ont donc été évalués selon la quantité de solide recueilli à la base du cylindre ou de l'appareil de sédimentation après un temps fixe de sédimentation.

Les essais de sédimentation avec ajout de floculants ont montré la grande efficacité de ceux-ci, sur la sédimentation des sédiments lavés aux surfactants. Un ajout de 50 mg/kg de floculant Percol 338 a permis d'augmenter la récupération de solide à la sousverse du cylindre gradué vertical de 59,5% à 80,25%.

La séparation solide-liquide en décanteur lamellaire n'a pas permis d'enlever une quantité appréciable de sédiment dans la suspension. Même si le débit de suspension injectée (moyenne de 232 ml/min) lors de l'essai présenté à la section 5.3.1 permettait d'obtenir une vitesse ascendante très faible dans le décanteur, seulement 35% des sédiments ont été enlevé de la suspension. Cette quantité de particules est composée en totalité de particules de diamètre supérieur à 53 um. Or, ce ne sont pas les particules de ce diamètre qui sont problématiques lors de la flottation des hydrocarbures mais bien les particules de diamètre inférieur à 13 um de diamètre. Lors de travaux précédents (Koné, 2003), il a été observé lors des meilleurs résultats de flottation que 92% des hydrocarbures pouvaient être récupéré dans un concentré de flottation avec un entraînement de particules sédimentaires représentant environ 14% de la masse alimentée. Comme il a été déterminé qu'environ 30% de la masse des particules alimentées à la cellule de flottation ont un diamètre inférieur à 13 um, il est fort probable que les particules qui sont entraînées dans le concentré de flottation des travaux de Koné, 2003 montrent des diamètres inférieurs à 13 um. La décantation lamellaire est simple et facile à mettre en œuvre mais les résultats obtenus lors des différents essais soulignent que l'efficacité de séparation en continu avec nos sédiments est beaucoup trop faible. Lors d'une recherche sur la séparation solide-liquide de particules fines, Scott et al. (1990) ont constaté que :

- 1. Pour les suspensions composées de particules d'argiles, les lamelles présentes dans le décanteur augmentent la vitesse de sédimentation.
- 2. L'efficacité des lamelles décroît lorsque la densité de la suspension augmente, augmente quand la distance qui les sépare diminue, et augmente quand le débit d'alimentation diminue.
- 3. Les lamelles sont plus efficaces avec des taux d'alimentation élevés pour les suspensions composées de silt que pour les suspensions composées d'argile.

Le but du présent projet n'était pas d'optimiser l'opération d'un décanteur lamellaire, mais bien de cerner la méthode de séparation solide-liquide la plus prometteuse avec les sédiments fins. L'efficacité de la séparation solide-liquide obtenu avec le décanteur

lamellaire a été moindre que pouvais le prédire l'essai en cylindre incliné. L'essai en décanteur lamellaire est un essai en continu ce qui implique que la particule qui sédimente doit combattre le flux ascendant d'eau dans l'appareil. Ceci implique nécessairement une efficacité moindre au profit d'une hausse de productivité si on le compare aux conditions présentes à l'intérieures du cylindre gradué représentant un appareil de type fournée (batch).

À la lumière des essais réalisés avec les différentes méthodes de séparation solideliquide, il est clair que la technique de floculation devrait être mieux investiguée avec les sédiments fins. De plus, l'incorporation d'une étape de déstabilisation des sédiments par un coagulant devrait être envisagée. Le chapitre 6 porte donc sur une telle optimisation.

## 5.5 CONCLUSION SUR LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE

- 1. Il a été constaté lors de ces travaux que la séparation solide-liquide est possible et que son efficacité varie selon la méthode utilisée.
- 2. Les premiers essais effectués à l'aide de la méthode de filtration sous vide s'est avérée un échec à cause de la finesse des particules et à cause de la grande quantité de solide à filtrer.
- 3. Les essais de décantation naturelle sur des sédiments non-lavés ont permis d'obtenir de taux de séparation solide-liquide de près de 60% en cylindre vertical et de près de 72% en cylindre incliné après seulement 15 minutes.
- 4. Le meilleur essai de décantation en continu en décanteur lamellaire sur des sédiments lavés a permit de récupérer seulement 35% des sédiments alimentés. Le fait que les particules qui décantent doivent combattre le flux d'eau ascendant, diminue l'efficacité de ce type d'appareil par rapport à une décantation en cylindre gradué incliné.
- 5. La séparation solide-liquide en cylindre gradué sur des sédiments lavés se voit grandement amélioré lors de l'introduction d'un agent floculant dans le mélange.



#### **CHAPITRE 6**

# SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE : COAGULATION-FLOCULATION

Les essais de coagulation-floculation ont été réalisés selon un plan d'expérience de type Taguchi (Taguchi, 1988). Cette méthode de travail a permis de réduire le nombre d'essais afin de cibler plus rapidement les conditions optimales de séparation solide-liquide. Les effets du pH, du type de polymère, du dosage de polymère et de la présence de cations divalents sur la coagulation-floculation des sédiments lavés ont été étudiés. Les essais de coagulation-floculation ont été réalisés avec trois sortes de polymères différents soit le Magnafloc 1011, le Magnafloc 10 et le magnafloc 338. La concentration utilisée a été de 30, 60 et 90 mg/kg. La fourchette de pH de la suspension lors des essais s'est située entre 4 et 11. Les effets de Mg<sup>2+</sup> et de Ca<sup>2+</sup> sur la suspension ont aussi été vérifiés.

## 6.1 OPTIMISATION DE LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE (COAGULATION-FLOCULATION) BASÉE SUR LE POURCENTAGE EN SOLIDE RÉSIDUEL DU SURNAGEANT

Les paramètres à utiliser ont été ciblés après avoir pris connaissance des travaux effectués pour l'optimisation de la séparation solide-liquide des rejets d'un procédé d'extraction d'hydrocarbures des sables bitumineux (Sworska et al., 2000). Les paramètres utilisés dans ces travaux ont servi de point de départ pour l'optimisation des essais de séparation solide-liquide. Un tableau d'expérience orthogonal de type L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) est

présenté au tableau 14. Le tableau d'expériences compte neuf expériences de coagulationfloculation. L'efficacité de chacun des essais de séparation solide-liquide a été évaluée selon la quantité résiduelle de solide dans les 100 premiers millilitres de la phase surnageante se trouvant dans le cylindre gradué. Ainsi, l'essai est d'autant plus efficace que la quantité de solide dans la phase surnageante est faible.

Les résultats obtenus suite à ces essais sont présentés au tableau 15. Le taux de diminution du pourcentage solide (%) représente la diminution entre la quantité de solide en suspension présente dans la suspension de départ et la quantité de solide en suspension présente dans le liquide surnageant après séparation solide-liquide. Un taux moyen de diminution du pourcentage solide avant et après traitement a été calculé.

Les expériences numérotées 1, 2, 3 et 4 ont permis d'obtenir un pourcentage de diminution du pourcentage solide dans le surnageant supérieur ou égal à 92%. Ces résultats se situent largement au-delà de la moyenne qui est de 68%. De ces quatre essais, trois ont été réalisés à un pH de 4 et un à un pH de 7. Tout semble indiquer qu'un pH acide favorise la séparation solide-liquide. En fait, une bonne floculation en pH acide était attendue. À un pH acide, les argiles ont tendance à former des suspensions instables et à coaguler. De plus, il est connu que les polymères de poids moléculaires élevés ne sont pas efficaces pour déstabiliser des particules argileuses dispersées (Sworska et al. 2000). Le bon résultat obtenu à pH 7 (expérience no. 4), semble indiquer que la présence des ions calcium auraient une influence positive sur le pourcentage de solide dans le surnageant. Dans les trois essais où le calcium a été utilisé, les résultats obtenus sont relativement bons même si l'expérience no.7 a été conduit en pH alcalin. À l'opposé, c'est pour l'expérience no.6 que le résultat obtenu est le moins intéressant. Lors de cet essai, le pourcentage d'enlèvement de solide est seulement de 14%. Il semble que lorsque aucun ion divalent n'est utilisé à pH neutre ou alcalin, la qualité de la séparation solide-liquide en soit diminuée. Enfin, c'est à pH 11 que la moyenne du taux de diminution du pourcentage solide est la plus basse.

Tableau 14: Matrice orthogonal L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>).

Expériences	Paramètres			
	pН	Sels	Conc. Floc.	Type floc
1	4	Ca	30	10
2	4	Mg	60	1011
3	4	Aucun	90	338
4	7	Ca	60	338
5	7	Mg	90	10
6	7	Aucun	30	1011
7	11	Ca	90	1011
8	11	Mg	30	338
9	11	Aucun	60	10

Tableau 15: Taux de diminution du pourcentage solide dans le surnageant.

Expériences	Quantité de solide dans 100 ml de suspension de départ (g)	Quantité de solide dans 100 ml de surnageant après séparation S-L (g)	Taux de diminution du pourcentage solide (%)
1	4,64	0,32	93
2	4,64	0,37	92
. 3	4,64	0,31	93
4	4,64	0,29	94
5	4,64	0,6	87
6	4,64	3,97	14
7	4,64	1,2	74
8	4,64	2,84	39
9	4,64	3,41	27
Taux de diminut	ion moyen des 9 exp	ériences	68

#### 6.1.1 Contribution des paramètres

L'analyse de la variance a permis de déterminer la contribution de chacun des paramètres étudiés. Les résultats sont présentés dans le tableau 16. On remarque que la variance totale ( $S_T$ : 17,99) est différente de zéro ce qui signifie que les paramètres choisies ont une influence significative sur la diminution du pourcentage solide des suspensions à l'étude. Lorsqu'on observe la contribution de chacun des paramètres, on remarque que c'est le pH qui est le paramètre qui a le plus d'influence. Sa contribution est

de 39,04 % ce qui n'est pas surprenant, les trois meilleurs résultats ayant été obtenus à pH 4. Le paramètre type de sel est celui qui arrive en deuxième rang avec une contribution de 33,12 %. Ceci explique le résultat obtenu lors de l'essai no.7. Lors de cet essai, un taux surprenant de diminution du pourcentage solide de 74% a été obtenu même si c'est à pH 11 que les résultats sont les moins intéressants. La moyenne d'enlèvement à pH 11 est d'environ 47%. L'addition d'ions Ca<sup>2+</sup> ou Mg<sup>2+</sup> permet de déstabiliser la suspension avant l'ajout de floculant. Le paramètre type de floculant à lui aussi une influence nonnégligeable sur la séparation solide-liquide. La contribution de la concentration en floculant est de 23,72%. Le paramètre type de floculant à pour sa part peu d'influence avec 4,12% de contribution seulement. Ceci ne veut pas dire que le floculant est sans effet mais plutôt que les trois floculants utilisés ont à peu près la même efficacité. Selon l'analyse de la variance, il n'y aurait pas de paramètre non considéré dans le tableau d'expérience. Ceci confirme que le choix des paramètres est bon. La figure 32 montre la contribution de chacun des paramètres étudiés.

Tableau 16 : Contribution des paramètres sur la diminution du pourcentage solide dans le surnageant.

Paramètres	Degré de liberté	Variation	Variation nette	Contribution
	f	s	S'	ρ (%)
A: pH	2	7,02	7,02	39,04
B: Types de Sels	2	5,96	5,96	33,12
C: Concentration flocculant	2	4,27	4,27	23,72
D: Type de flocculant	2	0,74	0,74	4,12
e: paramètre non considérés	0	0,00	0,00	0,00
Total	8	17,99	17,99	100,00

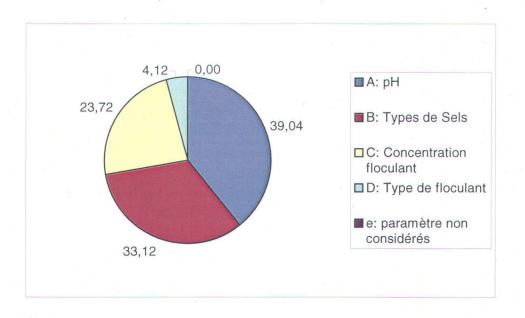


Figure 32: Contribution des paramètres sur la diminution du pourcentage solide dans le surnageant.

#### 6.1.2 Effet factoriel

L'étude de l'effet factoriel a permis d'identifier le taux de diminution moyen du pourcentage solide des suspensions pour chacun des différents paramètres étudiés (Tableau 17). En calculant l'effet factoriel, il est possible de déterminer le niveau auquel un paramètre est le plus efficace pour la diminution du pourcentage solide de la suspension. La représentation graphique des effets factoriels de chacun des paramètres est présentée aux figures 33 à 36. On remarque dans ces figures que le pourcentage solide dans le surnageant varie entre 0 et 3%. On se rappellera que la suspension ayant servi à ces essais provient du surnageant du liquide de lavage décanté en cylindre gradué. Ce surnageant avait un pourcentage solide de 4.27%. C'est ainsi qu'une fois coagulé et floculé, le pourcentage solide de cette suspension varie entre 0 et 3%.

En ce qui concerne le pH, on observe clairement que c'est lorsque que le pH est à 4 que le pourcentage solide dans le surnageant est de loin le plus faible (0,33%). La séparation solide-liquide est donc plus efficace à un pH acide et le pH 4 sera retenu. Pour le paramètre type de sel, l'utilisation d'ions Ca<sup>2+</sup> permet d'améliorer considérablement la

clarté de la solution. L'utilisation de l'ion Mg<sup>2+</sup> est moins efficace et le fait de ne pas utiliser d'ions donne un résultat encore moins intéressant. L'emploi d'ions de Ca<sup>2+</sup> est donc à privilégier si on veut diminuer au maximum la quantité de solide dans la solution.

Dans le cas du paramètre concentration en floculant, c'est-à une concentration de 90 mg/kg que le pourcentage solide dans la solution est le plus faible et a 30 mg/kg qu'elle est le plus élevée. Il est probablement possible d'augmenter la concentration de floculant mais les coûts d'opération en seront directement reliés. De plus, il a été remarqué à la section précédente que la concentration en floculant s'inscrit au troisième rang en termes de contribution du paramètre. Ainsi, il serait préférable de conserver la concentration de 90 mg/kg.

Enfin, en ce qui concerne le type de floculant, c'est le type 338 qui permet d'atteindre les meilleurs résultats et le type 1011 les moins bons. Le choix du floculant sera donc le type 338.

Tableau 17 : Effet factoriel et conditions optimales de réduction du pourcentage solide dans le surnageant.

Paramètres	Niveaux	Pourcentage de solide dans le surnageant (%)
рН	4	0,33
*	7	1,62
	11	2,48
Types de Sels	Ca	0,60
9	Mg	1,27
	Aucun	2,56
Concentration floculant (ppm)	30	2,38
	60	1,36
	90	0,70
Type de floculant	10	1,44
	1011	1,85
*	338	1,15

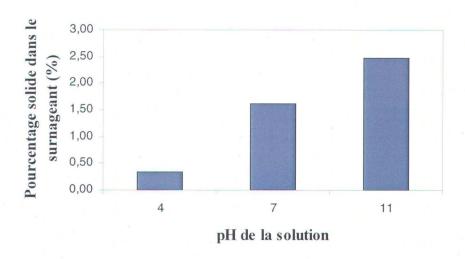


Figure 33: Effet factoriel du pH de la solution.

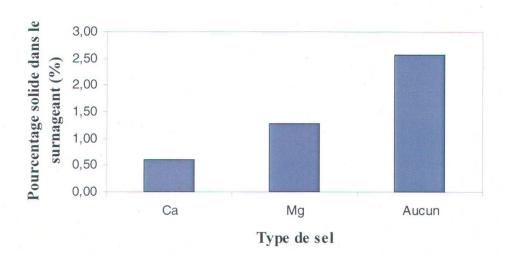


Figure 34 : Effet factoriel du type de sel utilisé.

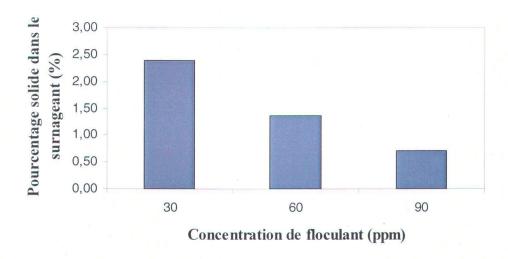


Figure 35 : Effet factoriel de la concentration de floculant.

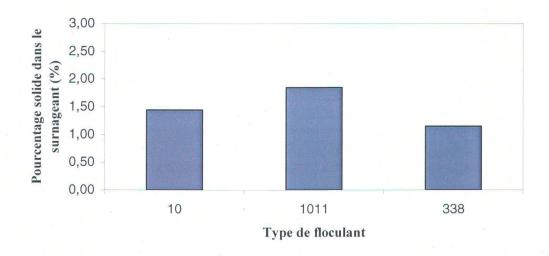


Figure 36 : Effet factoriel du type de floculant.

# 6.2 OPTIMISATION DE LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE (COAGULATION-FLOCULATION) BASÉ SUR LA QUANTITÉ D'HYDROCARBURES PRÉSENTE DANS LE SURNAGEANT

L'efficacité de chacun des essais de séparation solide-liquide a aussi été évaluée selon la quantité d'hydrocarbures présente dans la phase surnageante du cylindre gradué. Le but était de sédimenter les solides et conserver en solution les micelles contenant les hydrocarbures. Les paramètres utilisés pour les fins de cette optimisation sont les mêmes que pour l'optimisation de la séparation solide-liquide basée sur le pourcentage solide résiduel du surnageant. Le même tableau d'expérience orthogonal de type L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) a été utilisé. L'optimisation a plutôt été réalisée sur la quantité résiduelle d'hydrocarbure dans le surnageant. Les neuf expériences n'ont donc pas été refaites c'est plutôt un deuxième élément qui a été optimisé en même temps. Le tableau 18 est donc un rappel du tableau d'expérience utilisé lors de cette optimisation. L'essai est d'autant plus efficace que la quantité d'hydrocarbure dans la phase surnageant est élevée.

Comme l'analyse directe de la concentration en hydrocarbures dans la phase liquide n'est pas possible par la méthode gravimétrique, à cause de l'erreur engendrée par la présence de surfactant, l'analyse du contaminant a plutôt été réalisée dans la phase solide décantée. La concentration d'hydrocarbures dans la phase liquide a donc été obtenue en évaluant la masse d'hydrocarbure qui a été transférée du liquide vers le solide pendant l'étape de coagulation-floculation.

Les résultats obtenus suite à ces essais sont présentés dans le tableau 19. La variation de la quantité de HP ( $C_{10}$ - $C_{50}$ ) dans le surnageant montre s'il y a eu un transfert des hydrocarbures pétroliers de la phase liquide à la phase solide suite à l'ajout du coagulant et du floculant. En d'autres mots, ceci permet de voir si le processus de séparation-liquide a une influence sur les hydrocarbures, qui se doivent de demeurer dans le surnageant. Une variation moyenne de la quantité de HP ( $C_{10}$ - $C_{50}$ ) dans la phase surnageant a été calculée.

La variation moyenne de la quantité d'hydrocarbures pétroliers ( $C_{10}$ - $C_{50}$ ) présente dans le surnageant après la séparation solide-liquide est de -56%. Cette valeur est très élevée et ne représente pas un résultat intéressant. En effet, ceci signifie qu'en moyenne, 56% des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>) présents dans la phase liquide ont été déplacés vers la phase floculée lors de la séparation solide-liquide. En observant de plus près les résultats du tableau 19, on remarque que c'est lors des expériences 6, 7, 8 et 9 que les résultats sont les moins décevants. Lors de ces expériences, entre 8% et 54% des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>) présents initialement dans le surnageant ont été transférés dans la phase floculée. De ces quatre essais, trois ont été réalisés à pH 11 et un à pH 7. Tout semble indiquer qu'un pH basique permet d'éviter le transfert des hydrocarbures vers la phase floculée. Le meilleur résultat a été obtenu à l'expérience no.6, expérience à laquelle les résultats de l'optimisation précédente (taux de diminution du pourcentage solide (%) dans le surnageant) était le moins bon. Tout semble indiquer une relation directe entre l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers du surnageant et la quantité de solides floculés. L'étude de la contribution des paramètres permettra de renforcir cette affirmation.

Tableau 18: Matrice orthogonal L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>).

Expériences	Paramètres			
	рН	Sels	Conc. Floc.	Type floc
1	4	Ca	30	10
2	4	Mg	60	1011
3	4	Aucun	90	338
. 4	7	Ca	60	338
5	7	Mg	90	10
6	7	Aucun	30	1011
7	11	Ca	90	1011
8	11	Mg	30	338
9	11	Aucun	60	10

Tableau 19: Variation de la quantité d'hydrocarbures pétroliers dans le surnageant.

Expériences	Quantité de HP (C <sub>10</sub> -C <sub>50</sub> ) dans la suspension de départ (mg)	Quantité de HP (C <sub>10</sub> -C <sub>50</sub> ) dans la suspension après séparation S-L (mg)	Variation de la quantité de HP (C <sub>10</sub> -C <sub>50</sub> ) dans le surnageant (%)
1	986	213	-78
2	986	200	-80
3	986	157	-84
4	986	137	-86
5	986	263	-73
6	986	912	-8
7	986	457	-54
8	986	753	-24
9	986	814	-17
Variation moye	-56		

#### 6.2.1 Contribution des paramètres

L'analyse de la variance a permis de déterminer la contribution de chacun des paramètres étudiés dans le cas où l'optimisation de la séparation solide-liquide est basé sur la quantité d'hydrocarbures présente dans le surnageant des échantillons à l'étude. Les résultats sont présentés au tableau 20. On remarque que la variance totale  $(S_T: 7.937)$  est différente de zéro ce qui signifie que les paramètres choisies ont une influence significative sur la quantité d'hydrocarbures présente dans le surnageant des échantillons à l'étude. Lorsqu'on observe la contribution de chacun des paramètres, on remarque que c'est le pH qui est le paramètre qui a le plus d'influence. Sa contribution est de 45,58%, ce qui explique le fait que les meilleurs résultats (trois sur quatre) ont été obtenus à pH 11. Le paramètre type de sel est celui qui arrive en deuxième rang avec une contribution de 25,48%. Ceci explique en partie le fait que même si l'essai no.6 n'a pas été réalisé à pH 11, le résultat est quand même le meilleur de tous en terme de variation de la quantité d'hydrocarbures présent dans le solide après séparation solide-liquide. Le fait de ne pas avoir utilisé de sel tend à augmenter la quantité d'hydrocarbure présent en solution après la séparation. Le troisième paramètre en importance est la concentration de floculant utilisée. Ce paramètre a une contribution de 23,05%. Il semble que plus la concentration en floculant est faible, plus la quantité d'hydrocarbure dans le surnageant après séparation

solide-liquide est élevée. Enfin, le paramètre type de floculant se retrouve au quatrième rang en terme de contribution avec 5,89%. L'étude de l'effet factoriel va permettre confirmer et préciser le niveau où chacun des paramètres est le plus efficace afin de conserver les hydrocarbures pétroliers dans le surnageant après séparation solide-liquide. La figure 37 illustre la contribution de chacun des paramètres étudiés.

Tableau 20 : Contribution des paramètres sur la variation de la quantité d'hydrocarbures pétroliers dans le surnageant.

Paramètres	Degré de liberté	Variation	Variation nette	Contribution
	f	S	S'	ρ (%)
A: pH	2	3617	3617	45,58
B: Types de Sels	2	2022	2022	25,48
C: Concentration floculant	2	1830	1830	23,05
D: Type de floculant	2	468	468	5,89
e: paramètre non considérés	0	0	0	0,00
Total	8	7937	7937	100

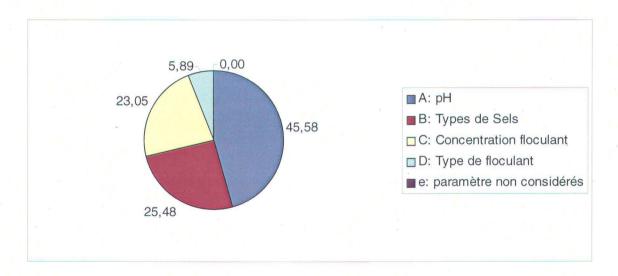


Figure 37: Contribution des paramètres sur le taux de variation de la quantité d'hydrocarbures pétroliers dans le surnageant.

#### 6.2.2 Effet factoriel

L'étude de l'effet factoriel a permis d'identifier le taux de variation moyen des hydrocarbures pétroliers dans le surnageant à chacun des niveaux des différents paramètres à l'essai (Tableau 21). En calculant l'effet factoriel, il est possible de déterminer le niveau auquel un paramètre est le plus efficace pour conserver les hydrocarbures dans le surnageant tout en éliminant les particules de sols. La représentation graphique des effets factoriels de chacun des paramètres est présentée aux figures 38 à 41.

En ce qui concerne le pH, on observe clairement que c'est à pH 11 que la variation de la quantité d'hydrocarbures dans le surnageant est la plus faible (-31,61%). Si l'on mise sur la conservation des hydrocarbures dans le surnageant après la séparation solide-liquide, mieux vaut travailler à pH 11. Pour le paramètre type de sel, le meilleur résultat est obtenu lorsque l'on n'utilise aucun sel. L'utilisation de sels est donc à proscrire. Dans le cas du paramètre concentration en floculant, c'est-à une concentration de 30 mg/kg que le taux de conservation des hydrocarbures est le plus élevé et c'est à 90 mg/kg qu'il est le plus bas. Il est fort probable que les meilleurs résultats seraient obtenus sans l'ajout de floculant. Enfin, en ce qui concerne le type de floculant, c'est le type 1011 qui permet d'atteindre les meilleurs résultats. Le choix du floculant sera donc le type 1011.

Tableau 21 : Effet factoriel et conditions optimales de conservation de la quantité d'hydrocarbures pétroliers dans le surnageant.

		Effet factoriel ou variation de la quantité de HP (C <sub>10</sub> -C <sub>50</sub> ) dans le
Paramètres	Niveaux	surnageant
pH	4	-80,72
	7	-55,69
26	11	-31,61
Types de Sels	Ca	-72,75
	Mg	-58,90
	Aucun	-36,38
Concentration floculant (ppm)	30	-36,56
	60	-61,11
	90	-70,35
Type de floculant	10	-56,41
	1011	-46,98
	338	-64,63

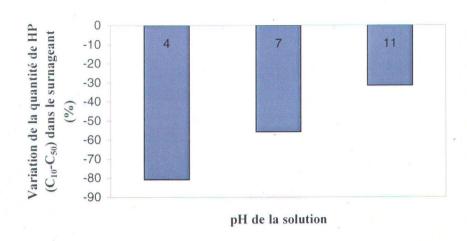


Figure 38: Effet factoriel du pH de la solution.

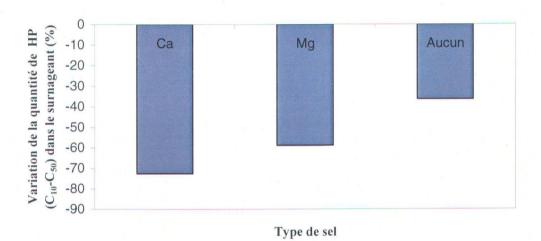


Figure 39: Effet factoriel du type de sel utilisé.

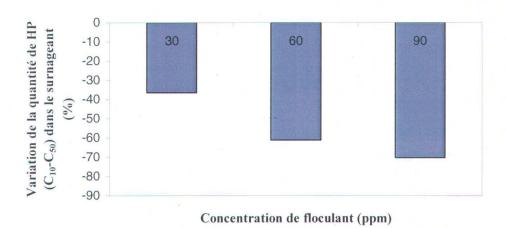


Figure 40: Effet factoriel de la concentration de floculant.

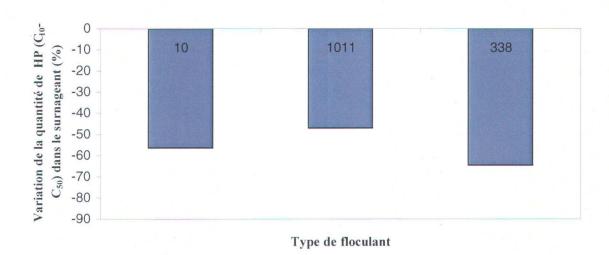


Figure 41: Effet factoriel du type de floculant.

# 6.3 DISCUSSION DE L'OPTIMISATION DE LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE

L'étude des résultats présentés dans les sections 6.1 et 6.2 montre clairement que l'optimisation de la séparation solide-liquide dans le but de diminuer au maximum la quantité de solide dans le surnageant et l'optimisation de la séparation solide-liquide dans le but de conserver le plus d'hydrocarbures pétroliers ( $C_{10}$ - $C_{50}$ ) dans le surnageant ne vont pas de pair. En effet, on remarque qu'en optimisant les paramètres d'opération de façon à diminuer au maximum la quantité de solide dans le surnageant après une séparation solide-liquide, on se retrouve avec une quantité minimale d'hydrocarbures dans la solution. De la même façon, lorsque l'on optimise les paramètres d'opération de façon à augmenter au maximum la quantité d'hydrocarbures dans la solution après la séparation solide-liquide, on se retrouve avec une quantité maximale de solide dans le surnageant. Il y a une seule possibilité à ce constat, c'est-à-dire que les hydrocarbures qui sont solubilisé à l'intérieur des micelles ont aussi été coagulés et floculés. Tout porte à croire que les complexes surfactants-hydrocarbures sont transférés du liquide vers le solide suite à l'ajout de coagulant et de floculant. Le phénomène en cause n'est certes pas la sédimentation des complexes surfactant-hydrocarbures. La masse volumique de ces derniers étant inférieure à celle de l'eau. L'explication la plus plausible consisterait en la neutralisation des charges dans la suspension. Les coagulants cationiques ajoutés dans la suspension ont pour effet de neutraliser les charges des particules en suspensions et par le fait même, celle des extrémités hydrophiles (chargés négativement) des complexes surfactants-hydrocarbures. Les charges des particules et des complexes surfactantshydrocarbures étant neutralisés par les coagulants, il s'ensuit un écrasement de leur double couche électronique et par conséquent un rapprochement des particules et des complexes surfactants-hydrocarbures. C'est à ce moment que les forces de Van der Waal's deviennent dominantes et que les particules commencent à s'attirer mutuellement. Une fois les amas de particules ayant atteint une masse critique, il se produit une sédimentation de celles-ci. Les particules solides qui décantent rencontrent les complexes surfactants-hydrocarbures neutralisés par les coagulants et s'y adsorbent. C'est de cette façon que les hydrocarbures, une fois décantés, contaminent à nouveau les sédiments.

Ceci montre que la séparation solide-liquide utilisant la coagulation jumelée à la floculation des particules solides, n'est pas un choix intéressant avant l'étape de flottation des hydrocarbures. La séparation solide-liquide doit permettre d'éliminer le plus de particules solides de la solution et cela en entraînant le moins possible d'hydrocarbures.

## 6.4 CONCLUSION SUR LA SÉPARATION SOLIDE-LIQUIDE

- 1. Les essais de coagulation-floculation ont permis d'enlever jusqu'à 94% de la masse des particules solides contenu dans la suspension. Ceci démontre l'efficacité de la méthode même avec des particules dont la granulométrie est particulièrement fine.
- 2. L'utilisation de la méthode coagulation-floculation n'est pas compatible avec le fait que les hydrocarbures doivent rester dans la solution. Avec la méthode de coagulation-floculation, lorsque la séparation solide-liquide est efficace, les hydrocarbures ne sont pas conservés dans la solution et sont aussi coagulés et floculé simultanément avec les fines particules. Au contraire, lorsque la séparation solide-liquide est peu efficace, c'est à ce moment que la concentration en hydrocarbures est la plus élevée.

### **CHAPITRE 7**

### **CONCLUSIONS ET DISCUSSION**

Lors de travaux précédents (Koné, 2003) portant sur le développement et l'optimisation d'un procédé ex-situ de récupération des hydrocarbures dans des sédiments fins contaminés, une des recommandations visait l'intégration d'une étape de séparation solide-liquide entre l'étape de lavage des sédiments et l'étape de flottation. L'ajout d'une étape de séparation solide-liquide permettrait de flotter seulement le liquide dans lequel sont dispersées les gouttelettes d'hydrocarbures. Ainsi, après la flottation, le liquide résiduel pourrait être réutilisé pour laver de nouveaux sédiments contaminés. Les travaux du présent mémoire ont porté principalement sur cette recommandation afin de vérifier son efficacité et son intégration au procédé de récupération des hydrocarbures, le but étant de rendre l'étape de flottation plus sélective en réduisant l'entraînement de sédiments au concentré.

Le procédé de traitement des sédiments tel qu'employé lors de travaux précédents (Koné, 2003) est présenté à la figure 42. La partie du procédé de traitement des sédiments contaminés considérée lors des travaux du présent mémoire, séparation solide-liquide après l'étape de lavage des sédiments, est identifiée par le carré de couleur bleu. Ce schéma permet donc de mieux localiser les travaux effectués pour les fins de ce mémoire à l'intérieur de l'ensemble du procédé de traitement des sédiments contaminés développé lors des travaux précédents.

Les résultats de la caractérisation effectuée sur les sédiments utilisés dans la présente étude montrent que ceux-ci présentent une granulométrie 100% passant 212 μm. Rappelons que ces sédiments ont subi un tamisage à 212 μm afin de retirer la fraction grossière non contaminée. De plus, il est possible de remarquer que la fraction fine représentée par les particules de moins de 13 μm compte pour près de 30% de la masse des sédiments. Cette fraction fine est de loin la plus contaminée. Elle contient à elle seule près de 82% de la contamination totale par les hydrocarbures pétroliers de type C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>. La contamination moyenne des sédiments par les hydrocarbures pétroliers est d'environ 15 000 mg/kg, ce qui est 5 fois supérieur au critère C du Ministère de l'Environnement du Québec (MENV).

En ce qui concerne les contaminants inorganiques, la teneur en cuivre dans les sédiments est 105 fois plus élevée que le critère de Seuil d'Effet Néfaste (SEN) et 18 fois plus élevée que le critère C du MENV. Tous les autres éléments analysés sont tous plus élevés que le critère SEN.

Les différents résultats obtenus concernant l'étape de séparation solide-liquide montrent que l'insertion de celle-ci entre la phase de lavage des sédiments et la phase de flottation des complexes surfactants-hydrocarbures n'apporte pas d'amélioration au niveau de la quantité de fines particules envoyées vers l'équipement de flottation. En fait, une séparation solide-liquide en décanteur lamellaire permettrait d'enlever 35% de la masse des sédiments envoyée vers la flottation mais cette masse est composée par la fraction grossière seulement des sédiments alimentant l'appareil. Dans le cas d'une coagulation-floculation, il est possible d'enlever jusqu'à 94% de la masse des sédiments mais on constate en même temps que les hydrocarbures sont coagulés et floculés avec les sédiments lors de cette séparation. Ainsi, la séparation solide-liquide, dans les conditions actuelles et en considérant que les complexes surfactants-hydrocarbures doivent être récupérés avec la phase liquide, n'est pas une solution idéale pour optimiser le procédé de récupération des hydrocarbures.

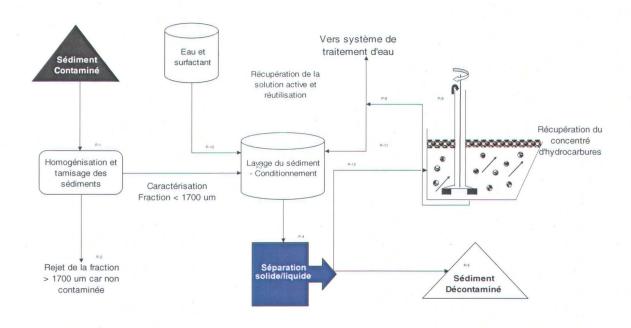


Figure 42 : Schéma simplifié du procédé général de traitement des sédiments (Koné, 2003).

Comme la séparation solide-liquide n'est pas efficace, il serait opportun de travailler à diminuer la quantité de fines particules qui se retrouvent au concentré de flottation et ce directement dans l'appareil de flottation. L'utilisation d'eau de lavage à l'intérieure d'une cellule de flottation ou d'une colonne de flottation agitée serait probablement un atout majeur. En effet, l'utilisation d'eau de lavage a pour effet de détacher les particules hydrophiles entraînées dans le concentré de flottation et de les rediriger vers la suspension.

Le procédé de récupération des hydrocarbures se doit de rester le plus simple et le plus économique possible. Le marché des sols et des sédiments contaminés devenant de plus en plus concurrentiels, d'autres technologies pourraient devenir des alternatives intéressantes même si elles ne sont pas aussi «vertes» que le procédé décrit dans la présente étude. Par exemple, des sédiments fins se prêteraient bien à un deschlammage (enlèvement des fines particules) par hydrocyclone. Ceci permettrait, rapidement et a peu de frais, de retirer la fraction des sédiments fortement contaminée (-13 µm). Rappelons

que cette fraction représente seulement 30% de la masse des sédiments et elle contient près de 82% de la contamination en hydrocarbures pétroliers. Ces particules fines peuvent être par la suite coagulées, floculées et envoyées par exemple, vers un site de confinement ou encore traitées par un procédé de désorption thermique.

# RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ALLIED COLLOIDS (Canada) Inc., 2003. Laboratory testing of Percol powder grade floculants. Technical bulletin no TPD-1177.

AL-SHAMRANI, A.A., JAMES, A., XIAO, H., 2002. Separation of oil from water by dissolved air flotation. Colloids and surfaces. A: Physicochemical and Engineering Aspects. Vol. 209, pp. 15-26.

AKERS, R.J. et WARD, A.S., 1977. Liquid filtration theory and filtration pretreatment. Principles and practices, Part I. Edited by C. Orr. Marcel Dekker, New York.

BLAZY, P., JDID, E.A. et BERSILLON, J.L., 1981. Décantation. Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés, Lorraine, France.

BERGERON, M., 2001. Traitement des matériaux contaminés solides par utilisation des procédés de séparation physique. INRS-ETE, Québec, Canada.

BERGERON, M., BLACKBURN, D., 2001. Développement d'un procédé de traitement des contaminants mixtes applicable aux sols et aux sédiments : Rapport no.4, pilotage essai longue durée : Sédiments. Document confidentiel présenté à Verreault Navigation Inc., au FPGST-E et au CEMRS. INRS-ETE, Québec, Canada, 88 p.

BOUCHARD, S., 2001. Traitement du minerai. Flottation – Méthodes physiques. Les éditions Le Griffon d'argile. 373 p.

CHAIARREKIJ, S., DHINGRA, H. et RAMARAO, B.V., 2000. Deinking of recycled pulps using column flotation: energy and environmental benefits. Resources, conservation and recycling 28, 219-226.

DAHLSTROM, D.A. et FITCH, E.B. – Thickening. SME Processing Handbook, N.L. Weiss Ed., AIME (New York), 1985, pp. 9-2 à 9-14.

DEGRÉMONT. Mémento technique de l'eau. Édition du Cinquantenaire 1989, Neuvième Édition, 2 tomes, Degrémont. Paris, France, 1904 p.

FORGET, É. et LAJEUNESSE S., 2001. Étude écosystémique : cas du secteur 103 de la zone portuaire de Montréal, VertigO – La revue en science de l'environnement sur le Web, Vol. 2, No. 1.

GOUVERNEMENT DU QUÉBEC, 1997. Méthode d'analyse. Dosage des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub> à C<sub>50</sub>) dans les sols. Ministère de l'Environnement du Québec, Québec, Canada, 13 p.

GOUVERNEMENT DU CANADA, 1993. Bureau des brevets. Flotation appartus. Hydrochem Developments Ltd. (Patent #CA1313845).

HOGG, R., 1984. Collision efficiency factors for polymer flocculation. J. Coll. Int. Sci. Vol. 102, pp. 232-236.

HOGG, R., 1999. Polymer adsorption and flocculation. In: Laskowski, J.S. (Ed.), Polymers in Mineral Processing – Proc. 3<sup>rd</sup> UBC-McGill Int. Symp., Mettalurgical Society of CIM, Quebec City, pp. 3-17.

KONÉ, M., 2002. Développement et optimisation d'un procédé de récupération des hydrocarbures : caractérisation, lavage et flottation des sédiments fins fortement contaminés. Thèse de doctorat, Université du Québec, INRS-Eaut-Terre-Environnement, Québec, Canada.

LAFUMA, F., 2003. Stabilité des colloïdes. Notes de cours. Centre National de Recherche Scientifique, Paris, France.

LECLERC, D., BALUAIS, G., 1981. Filtration. Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés.

LEJA, J., 1981. Surface chemistry of froth flotation. Plenum publishing corporation, New York, USA, 744 p.

LÉVESQUE, M., 1999. Le recyclage et le désencrage des papiers et des cartons. Centre collégial de développement de matériel didactique (CCDMD), Montréal, Québec, 389 p.

O'GORMAN, J.V., KITCHENER, J.A., 1974. The flocculation and de-watering of kimberlite clay slimes. Int. J. Miner. Process. Vol.1, pp. 33-49.

PERRY, R.H., GREEN, D.W., 1997. Perry's Chemical Engineers' Handbook. (7<sup>th</sup> Edition). McGraw-Hill.

SAINT-LAURENT VISION 2000, 2004. www.slv2000.qc.ca.

SCHNEIDER, J.C., WEERT, G.V., 1988. Is there a place for agitation in column flotation? Randol gold forum 88. pp. 147-151.

SCHRAMM, L. L., STASIUK, E. N. et TURNER, D., 2003. The influence of interfacial tension in recovery of bitumen by water-based conditioning and flotation of Athabasca oil sands. Fuel Processing Technology Vol.80, pp. 101-118.

SCOTT, S.H., 1990. An inclined-plate technique for increasing the settling rate of fine-grained sediments in hopper bins. Dredging research technical notes. US Army Engineer Waterways Experiment Station, DRP-3-04, Vicksburg, USA, pp.1-12.

SEPOR, 2004. www.sepor.com

SVAROVSKY, L., 1990. Solid-liquid separation, 3<sup>rd</sup> edition. 716 p.

SWORSKA, A., LASKOWSKI, J.S., CYMERMAN, G., 2000. Flocculation of the Syncrude fine tailings. Part I. Effect of pH, polymer dosage and Mg<sup>2+</sup> and Ca<sup>2+</sup> cations. International journal of mineral processing, Vol. 60, pp.143-152.

TAGUCHI, G., 1988. System of Experimental Design. White Plains, UNIPUB/Kraus, International Publications, 2 Vol., 1189 p.

WILLS, B.A. Mineral processing technology, 5 th édition., 1992.

WRIGHT, H.J.L., KITCHENER, J.A., 1976. The problem of dewatering clay slurries: factors controlling filtrability. J. Coll. Int. Sci. Vol. 56, pp. 57-63.

ZETA-METER INC, 2004. Zeta Potential: A Complete Course In 5 Minutes, 8 p.

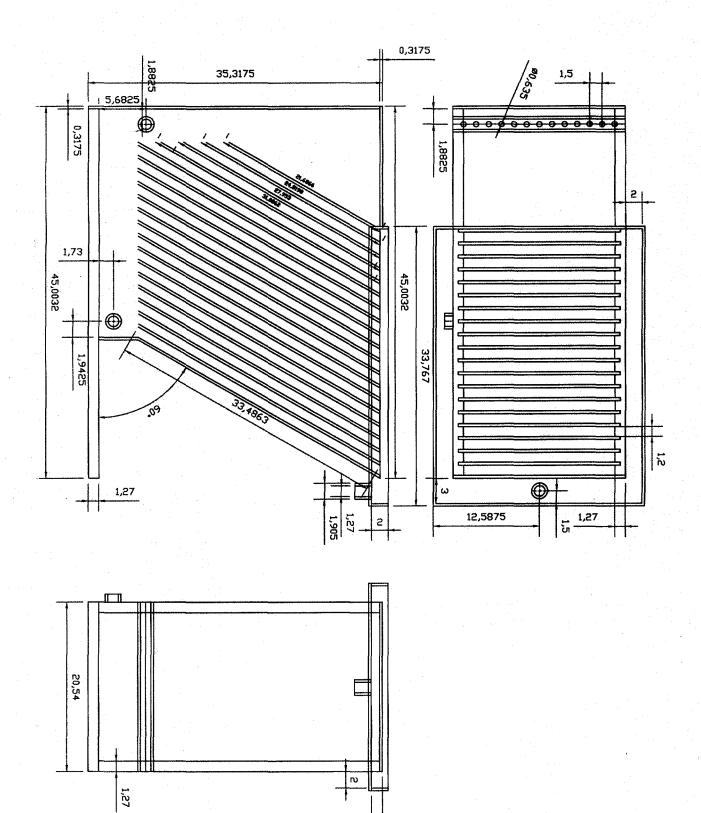
ZHANG, L., SOMASUNDARAN, P., OSOSKOV, V. et CHOU, C.C., 2001. Flotation of hydrophobic contaminants from soil. Colloids and Surfaces. A:Physicochemicals and Engineering Aspects. Vol. 177, pp. 235-246.



### ANNEXE A

Plan du décanteur lamellaire

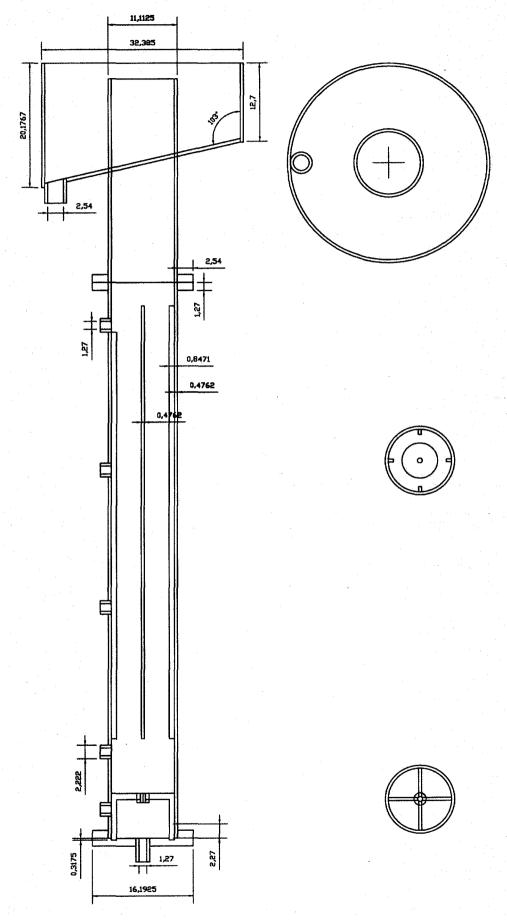
					1 1		
						1	
						1	
						1	
						1 1 1 	
						1	
						1	1
							1
				·			
	,						



1,3175

# ANNEXE B

Plan de la colonne de flottation agitée

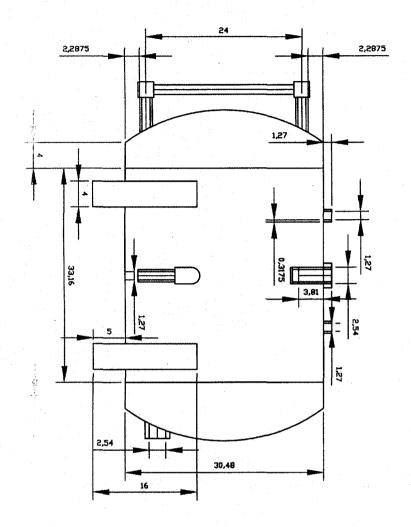


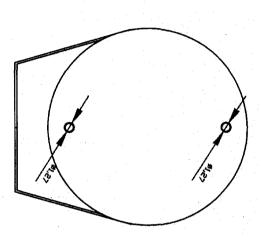
•		•		
			•	
			•	
	· •			

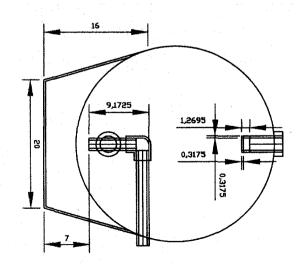
### ANNEXE C

Plan de réservoir à air dissous









\*



## ANNEXE D

Résultats de la granulométrie au laser

	•	
		•
		1
		ı
		,
		·
		1
		i
		1
		1
		1
		ı
		1
		i i
		1

### FRITSCH PARTICLE SIZER A N A L Y S E T T E 22

### Here you can place a user defined message

2 03-05-2004 10:22	H	UserID LAB/2	2 SerNo	o. SN3165	
Alain Langlais 5 mars 2004	No: Sediments	N-L Tamis	é 200 um		
Resolution 1 Absorption 1	.01 [μm] - 24 Channels 3.00 [%]	208.41 [μπ ( 55 mm /	79 mm )		
Measurement Duration 1	00 [Scans]		* */**		
Modell Independant Fraunhofer Calculation selecte	d.				

Interpolation		C	:\A22WIN\FR				LA.F	PS		•				
****** <	0.50	$\mu$ m	****	%	<	1.00	$\mu$ m		6.87	%	<	1.50	$\mu$ m	
10.37 % <	2.00	μm	12.69	%	<	2.50	μm		14.74	%	<	3.00	μm	
16.81 % <	3.50	μm	18.88	%	<	4.00	μm		20.85	%	<	4.50	μm	
22.65 % <	5.00	μm	24.30	%	<	5.50	μm		25.77	%	<	6.00	μm	
27.11 % <	6.50	μm	28.34	%	<	7.00	μm		29.47	%	<	7.50	μm	
30.52 % <	8.00	μm	31.51	%	<	8.50	μm		32.45		<	9.00	μm	
33.33 % <	9.50	μm	34.18			10.00	μm		38.58		<	13.00	μm	
43.24 % <	17.00	μm	50.40			25.00	μm		57.02		<	35.00	μm	
58.70 % <	38.00	μm	65.98			53.00	μm		73.70		<	75.00	μm	
78.61 % <	106.00	μm	81.61	%	<	150.00	μm		****		<	212.00	μm	
*****% <	325.00	μm			-		,				•		<i>p</i> ····	
		P7777												
Interpolation	Values	C	\A22WIN\FR	IT	SCF	I\PERCE	ENTS	.FPV						
5.00 % <	1.32	μm	10.00	%	<	1.93	μm		15.00	%	<	3.06	μm	
20.00 % <	4.28	μm	25.00	%	<	5.73	μm		30.00	%	<	7.75	μm	
35.00 % <	10.51	μm	40.00			14.13	μm		45.00		<	18.74	μm	
50.00 % <	24.49	μm	55.00	%	<	31.66	μm		60.00		<	40.43	μm	
65.00 % <	50.77	μm	70.00			63.10	μm				<	80.42	μm	
80.00 % <	129.84	μm	85.00		<	168.85	μm		90.00		<	186.23	μm	
95.00 % <	200.78	μm	99.00		< *	*****	*um		2 2 1 0 0		-		P7.22	
		,					4							

