

Université du Québec  
INRS-géoressources

**ÉVALUATION, OPTIMISATION ET COMPARAISON DES CELLULES ET DES  
COLONNES DE FLOTTATION AFIN DE RETIRER DES CONTAMINANTS  
ORGANIQUES DE SÉDIMENTS PORTUAIRES**

Par  
René Huppé

Mémoire  
présenté  
pour l'obtention  
du grade de Maître ès sciences (M.Sc.)

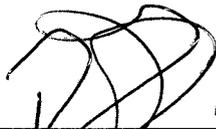
9 mars 2001

© droits réservés de René Huppé, 2001

## Résumé

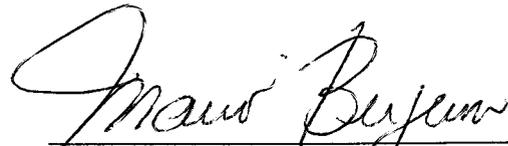
La forte croissance de l'activité industrielle au 20<sup>e</sup> siècle, en occident en particulier, a contribué à la détérioration de la qualité de l'environnement à plusieurs égards. Ainsi, les zones portuaires constituent aujourd'hui des régions souvent fortement contaminées. Le dragage et l'enfouissement des sédiments contaminés deviennent alors des problèmes très délicats auxquels il convient de trouver des solutions à la fois simples et peu coûteuses. C'est dans cette optique qu'a été développé un procédé de traitement des sédiments contaminés par l'utilisation de technologies minéralurgiques. Ainsi, dans le cadre de ce travail les performances respectives d'une cellule et d'une colonne de flottation ont été évaluées, optimisées à l'aide de la méthode de Taguchi puis comparées afin de déterminer la technologie la plus appropriée pour l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers de sédiments contaminés du port de Montréal. Notons que dans le cadre de la réalisation de ces objectifs, une modélisation mathématique a été développée afin de prédire les performances d'une cellule de flottation en mode continu à partir de résultats en mode fournée.

Tout d'abord, notons que parmi les variables qui ont été étudiées, celle qui semble avoir le plus d'influence sur les performances autant des cellules que des colonnes est le pourcentage de solides dans la pulpe sur une base massique. Ainsi, dans les conditions optimales, des coefficients d'efficacité et d'enlèvement respectivement de 57,0 % et 76,3 % ont été atteints en colonne alors qu'en cellule un coefficient d'efficacité de 70,4 % et un coefficient d'enlèvement de 83,2 % ont été mesurés. Notons que dans tous les cas les concentrations en hydrocarbures pétroliers des rejets étaient inférieures au critère C du Ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec (3500 ppm) et que la masse du concentré représentait au maximum 10 % de la masse de l'alimentation. Bien qu'à prime abord les résultats des essais en cellule semblent supérieurs, notons que ceux-ci ont été réalisés en mode fournée alors que les essais en colonne ont été réalisés en mode continu. Ainsi, sur la base de la modélisation, il semble qu'au contraire les colonnes soient légèrement supérieures aux cellules. L'utilisation des colonnes de flottation est donc suggérée afin de retirer des hydrocarbures pétroliers de sédiments portuaires contaminés.



---

**René Huppé, B.Sc.**  
Étudiant gradué



---

**Mario Bergeron, Ph.D.**  
Directeur de thèse

*À mes parents*

## Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse, Monsieur Mario Bergeron, pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et dans son équipe de recherche. Ses conseils et son intérêt pour mes travaux m'ont encouragé et ont été pour moi d'une aide inestimable. Je le remercie aussi de m'avoir permis de m'absenter pour une session afin de vivre une expérience extrêmement enrichissante en enseignement.

Je désire aussi remercier Pierre Fournier avec qui j'ai eu des discussions très profitables, bien que pas toujours très scientifiques :o), qui m'ont donné de nombreuses idées pour la poursuite et l'amélioration de mes travaux de maîtrise. Dans un même ordre d'idées, j'aimerais remercier Annie, Macoura, François et Omer.

Je tiens aussi à souligner le support financier du CRSNG (subvention de recherche de M. Bergeron et bourse de maîtrise ÉS A) qui a permis la réalisation de ces travaux.

Enfin, je m'en voudrais d'oublier les personnes que je côtoie quotidiennement depuis mon enfance et qui ont contribué à leur façon à ce mémoire en me soutenant moralement à commencer par mes parents qui m'ont donné tout ce dont un fils peut rêver et encore plus, ma sœur Josianne qui par son sourire et sa chaleur contribue à ensoleiller les journées et tous mes ami(e)s.

## TABLE DES MATIÈRES

<b>CHAPITRE 1. INTRODUCTION .....</b>	<b>1</b>
<b>1.1 GÉNÉRALITÉS.....</b>	<b>1</b>
1.1.1 ACTIVITÉ HUMAINE ET CONTAMINATION.....	1
1.1.1 ZONE PORTUAIRE DE MONTRÉAL .....	2
1.1.2 PERSPECTIVES DE TRAITEMENT DES MATÉRIAUX CONTAMINÉS.....	3
1.1.3 LA FLOTTATION.....	4
1.1.4.1 Description sommaire des équipements de flottation.....	6
<b>1.2 OBJECTIFS .....</b>	<b>6</b>
1.2.1 OBJECTIF GÉNÉRAL .....	6
1.2.2 OBJECTIFS SPÉCIFIQUES .....	7
<b>1.3 MÉTHODOLOGIE GÉNÉRALE.....</b>	<b>7</b>
<b>1.4 BRÈVE DESCRIPTION DE CHACUN DES CHAPITRES.....</b>	<b>8</b>
<b>CHAPITRE 2. REVUE DE LA LITTÉRATURE .....</b>	<b>10</b>
<b>2.1 REVUE GÉNÉRALE.....</b>	<b>10</b>
2.1.1 NATURE DES MATÉRIAUX SOLIDES ET DES CONTAMINANTS ET CONCENTRATION DES CONTAMINANTS .....	10
2.1.2 PROCÉDÉS DE FLOTTATION .....	11
2.1.3 CARACTÉRISTIQUES DE LA PULPE .....	12
<b>2.2 REVUE SPÉCIFIQUE.....</b>	<b>13</b>
<b>CHAPITRE 3. THÉORIE.....</b>	<b>16</b>
<b>3.1 LA FLOTTATION.....</b>	<b>16</b>
3.1.1 ORIGINE.....	16
3.1.2 PRINCIPES PHYSICO-CHIMIQUES.....	16
3.1.2.1 Tension superficielle .....	16
3.1.2.2 Interface air-solide.....	17
3.1.2.3 Modélisation de l'attachement bulle-particule .....	19
3.1.3 PRÉPARATION DE LA PULPE .....	20
3.1.4 RÉACTIFS CHIMIQUES .....	21
3.1.4.1 Les collecteurs.....	21
3.1.4.2 Les moussants .....	23
3.1.4.3 Les régulateurs.....	24
3.1.4.4 Le pH.....	25
3.1.4.5 Le potentiel Redox.....	26
3.1.5 LES PRINCIPAUX ÉQUIPEMENTS DE FLOTTATION [GOSSELIN, BLACKBURN ET BERGERON, 1997] ...	26
3.1.5.1 Les cellules de flottation.....	26
3.1.5.2 Les colonnes de flottation.....	27
<b>3.2 LA CINÉTIQUE DE FLOTTATION.....</b>	<b>30</b>
3.2.1 MODÈLE CINÉTIQUE.....	30
3.2.2 OPTIMISATION DU TEMPS DE FLOTTATION .....	32
3.2.3 PRÉDICTION DES PERFORMANCES EN MODE CONTINU À PARTIR DE DONNÉES EN MODE FOURNÉE ...	33
<b>3.3 TRAITEMENT STATISTIQUE DES DONNÉES EXPÉRIMENTALES.....</b>	<b>39</b>
3.3.1 ORIGINE ET PERTINENCE.....	39

## VI

3.3.2 MÉTHODE DE TAGUCHI.....	39
3.3.2.1 <i>Évaluation de la contribution de chacune des variables sur la performance globale</i> .....	41
3.3.2.2 <i>Estimation de l'effet factoriel et détermination des conditions optimales</i> .....	43
3.3.2.3 <i>Prédiction des performances dans les conditions optimales</i> .....	44
<b>CHAPITRE 4. ESSAIS EN COLONNE.....</b>	<b>45</b>
<b>4.1 CHOIX DES VARIABLES ET DES NIVEAUX À ÉTUDIER .....</b>	<b>45</b>
<b>4.2 DESCRIPTION DU MONTAGE ET D'UN ESSAI .....</b>	<b>46</b>
4.2.1 DESCRIPTION DU MONTAGE.....	46
4.2.2 DESCRIPTION D'UN ESSAI.....	49
4.2.2.1 <i>Contrôle de la qualité des expériences et des analyses chimiques</i> .....	50
<b>4.3 RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES .....</b>	<b>51</b>
4.3.1 RÉSULTATS DES HUIT ESSAIS DE FLOTTATION EN COLONNE.....	51
4.3.2 ÉVALUATION DE LA CONTRIBUTION DE CHACUNE DES VARIABLES SUR LES COEFFICIENTS D'EFFICACITÉ ET D'ENLÈVEMENT .....	53
4.3.2.1 <i>Évaluation de la contribution de chacune des variables sur le coefficient d'efficacité</i> .....	53
4.3.2.2 <i>Évaluation de la contribution de chacune des variables sur le coefficient d'enlèvement</i> .....	54
<b>4.4 OPTIMISATION DES CONDITIONS EXPÉRIMENTALES ET PRÉDICTION DES PERFORMANCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES.....</b>	<b>56</b>
4.4.1 OPTIMISATION DES CONDITIONS EXPÉRIMENTALES EN FONCTION DU COEFFICIENT D'EFFICACITÉ... 56	
4.4.2 OPTIMISATION DES CONDITIONS EXPÉRIMENTALES EN FONCTION DU COEFFICIENT D'ENLÈVEMENT 57	
4.4.3 PRÉDICTION DES PERFORMANCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES.....	58
<b>4.5 RÉSULTATS DANS LES CONDITIONS OPTIMALES.....</b>	<b>59</b>
4.5.1 RÉSULTATS DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'EFFICACITÉ.....	59
4.5.2 RÉSULTATS DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'ENLÈVEMENT .....	60
<b>4.6 RÉPLICABILITÉ DES ESSAIS .....</b>	<b>62</b>
<b>4.7 ANALYSE DES RÉSULTATS.....</b>	<b>62</b>
<b>CHAPITRE 5. ESSAIS EN CELLULE.....</b>	<b>69</b>
<b>5.1 CHOIX DES VARIABLES ET DES NIVEAUX À ÉTUDIER .....</b>	<b>69</b>
<b>5.2 DESCRIPTION DU MONTAGE ET D'UN ESSAI .....</b>	<b>70</b>
5.2.1 DESCRIPTION DU MONTAGE.....	70
5.2.2 DESCRIPTION D'UN ESSAI.....	72
5.2.2.1 <i>Contrôle de la qualité des expériences et des analyses chimiques</i> .....	73
<b>5.3 RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES .....</b>	<b>73</b>
5.3.1 RÉSULTATS DES HUIT ESSAIS DE FLOTTATION EN CELLULE.....	73
5.3.2 ÉVALUATION DE LA CONTRIBUTION DE CHACUNE DES VARIABLES SUR LES COEFFICIENTS D'EFFICACITÉ ET D'ENLÈVEMENT .....	76
5.3.2.1 <i>Évaluation de la contribution de chacune des variables sur le coefficient d'efficacité</i> .....	76
5.3.2.2 <i>Évaluation de la contribution de chacune des variables sur le coefficient d'enlèvement</i> .....	77
<b>5.4 OPTIMISATION DES CONDITIONS EXPÉRIMENTALES ET PRÉDICTION DES PERFORMANCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES.....</b>	<b>79</b>
5.4.1 OPTIMISATION DES CONDITIONS EXPÉRIMENTALES EN FONCTION DU COEFFICIENT D'EFFICACITÉ... 79	
5.4.2 OPTIMISATION DES CONDITIONS EXPÉRIMENTALES EN FONCTION DU COEFFICIENT D'ENLÈVEMENT 80	

## VII

5.4.3 PRÉDICTION DES PERFORMANCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES.....	81
<b>5.5 RÉSULTATS DANS LES CONDITIONS OPTIMALES.....</b>	<b>82</b>
5.5.1 RÉSULTATS DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'EFFICACITÉ.....	82
5.5.2 RÉSULTATS DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'ENLÈVEMENT .....	83
<b>5.6 RÉPLICABILITÉ DES ESSAIS .....</b>	<b>85</b>
<b>5.7 ANALYSE DES RÉSULTATS.....</b>	<b>85</b>
<b>CHAPITRE 6. PRÉDICTION DES PERFORMANCES EN MODE CONTINU À PARTIR DE DONNÉES EN MODE FOURNÉE.....</b>	<b>91</b>
<b>6.1 ESSAIS EN MODE FOURNÉE VERSUS ESSAIS EN MODE CONTINU .....</b>	<b>91</b>
<b>6.2 DESCRIPTION D'UN ESSAI.....</b>	<b>92</b>
<b>6.3 RÉSULTATS .....</b>	<b>93</b>
6.3.1 MISE EN ÉQUATION DES DONNÉES EXPÉRIMENTALES.....	93
6.3.2 DÉTERMINATION DU TEMPS DE FLOTTATION OPTIMAL EN MODE FOURNÉE.....	96
6.3.3 DÉTERMINATION DU TEMPS DE RÉSIDENCE MOYEN .....	98
<b>6.4 ANALYSE DES RÉSULTATS.....</b>	<b>101</b>
<b>CHAPITRE 7. CONCLUSION ET COMPARAISON DES TECHNOLOGIES .....</b>	<b>105</b>
<b>7.1 RAPPEL DES OBJECTIFS .....</b>	<b>105</b>
<b>7.2 UTILISATION DE LA FLOTTATION À DES FINS ENVIRONNEMENTALES.....</b>	<b>105</b>
<b>7.3 RAPPEL DES RÉSULTATS OBTENUS.....</b>	<b>106</b>
7.3.1 RÉSULTATS EN COLONNE.....	106
7.3.2 RÉSULTATS EN CELLULE.....	107
7.3.2.1 <i>Simulation des performances en continu à partir de données en mode fournée .....</i>	<i>108</i>
<b>7.4 CHOIX DE LA MEILLEURE TECHNOLOGIE.....</b>	<b>108</b>
<b>RÉFÉRENCES .....</b>	<b>112</b>
<b>ANNEXE I. CARACTÉRISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DES SÉDIMENTS .....</b>	<b>117</b>
<b>ANNEXE II. VALIDATION DU PROTOCOLE ANALYTIQUE ET CONTRÔLE DE LA QUALITÉ.....</b>	<b>119</b>

## LISTE DES FIGURES

FIGURE 1. FIXATION DES PARTICULES À SURFACE HYDROPHOBE AUX BULLES D'AIR.....	5
FIGURE 2. ANGLE DE CONTACT ENTRE UNE BULLE ET UNE PARTICULE SOLIDE DANS UN MILIEU AQUEUX .....	18
FIGURE 3. CLASSIFICATION DES COLLECTEURS [WILLS, 1992] .....	22
FIGURE 4. MODE D'ACTION D'UN COLLECTEUR [GOSSELIN, BLACKBURN ET BERGERON, 1997] .....	22
FIGURE 5. MODE D'ACTION D'UN MOUSSANT [GOSSELIN, BLACKBURN ET BERGERON, 1997] .....	24
FIGURE 6. STRUCTURE DU MIBC .....	24
FIGURE 7. CELLULE DE FLOTTATION [GILL, 1991] .....	27
FIGURE 8. COLONNE DE FLOTTATION [DOBBY ET FINCH, 1986].....	29
FIGURE 9. MATRICE ORTHOGONALE $L_8(2^6)$ .....	40
FIGURE 10. MONTAGE DE FLOTTATION EN COLONNE.....	47
FIGURE 11. SCHÉMA DU MONTAGE DE FLOTTATION EN COLONNE.....	48
FIGURE 12. CONTRIBUTION DE CHACUNE DES VARIABLES ÉTUDIÉES SUR LE COEFFICIENT D'EFFICACITÉ DE FLOTTATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN COLONNE.....	54
FIGURE 13. CONTRIBUTION DE CHACUNE DES VARIABLES ÉTUDIÉES SUR LE COEFFICIENT D'ENLÈVEMENT DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS LORS DE LA FLOTTATION EN COLONNE .....	55
FIGURE 14. CELLULE DE FLOTTATION .....	71
FIGURE 15. SCHÉMA DU MONTAGE DE FLOTTATION EN CELLULE.....	72
FIGURE 16. CONTRIBUTION DE CHACUNE DES VARIABLES ÉTUDIÉES SUR LE COEFFICIENT D'EFFICACITÉ DE FLOTTATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN CELLULE.....	77
FIGURE 17. CONTRIBUTION DE CHACUNE DES VARIABLES ÉTUDIÉES SUR LE COEFFICIENT D'ENLÈVEMENT DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS LORS DE LA FLOTTATION EN CELLULE.....	78
FIGURE 18. RÉCUPÉRATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS ET DE LA GANGUE EN FONCTION DU TEMPS POUR UN ESSAI DE FLOTTATION EN CELLULE .....	95
FIGURE 19. TAUX DE RÉCUPÉRATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS ET DE LA GANGUE EN FONCTION DU TEMPS POUR UN ESSAI DE FLOTTATION EN CELLULE .....	98
FIGURE 20. ÉVOLUTION DU TEMPS DE RÉSIDENCE MOYEN EN FONCTION DE LA RÉCUPÉRATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN MODE CONTINU POUR UN ESSAI DE FLOTTATION EN CELLULE .....	100
FIGURE 21. ÉVOLUTION DU RAPPORT $\bar{t}/T$ EN FONCTION DE LA RÉCUPÉRATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS LORS D'UN ESSAI DE FLOTTATION EN CELLULE .....	100
FIGURE 22. GRANULOMÉTRIE DES SÉDIMENTS CONTAMINÉS .....	118

## LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU 1. MATRICE ORTHOGONALE DES SIX VARIABLES ÉTUDIÉES À DEUX NIVEAUX DISTINCTS SUR LA FLOTTATION EN COLONNE DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS DANS DES SÉDIMENTS PORTUAIRES .....	46
TABLEAU 2. COEFFICIENT D'ENLÈVEMENT $C_{ENL}$ ET COEFFICIENT D'EFFICACITÉ $C_{EFF}$ DES HUIT EXPÉRIENCES DE FLOTTATION EN COLONNE ET CONDITIONS EXPÉRIMENTALES.....	51
TABLEAU 3. TENEURS EN HYDROCARBURES PÉTROLIERS DANS L'ALIMENTATION, DANS LE CONCENTRÉ ET DANS LE REJET POUR CHACUNE DES HUIT EXPÉRIENCES DE FLOTTATION EN COLONNE.....	52
TABLEAU 4. MASSES RELATIVES (%) DU REJET ET DU CONCENTRÉ DE CHACUNE DES EXPÉRIENCES DE FLOTTATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN COLONNE.....	52
TABLEAU 5. ANALYSE DE VARIANCE DE DIFFÉRENTES VARIABLES SUR LE COEFFICIENT D'EFFICACITÉ DE LA FLOTTATION EN COLONNE DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS.....	53
TABLEAU 6. ANALYSE DE VARIANCE DES DIFFÉRENTES VARIABLES SUR LE COEFFICIENT D'ENLÈVEMENT DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS LORS DE LA FLOTTATION EN COLONNE.....	55
TABLEAU 7. EFFET FACTORIEL DES VARIABLES ÉTUDIÉES SUR LE COEFFICIENT D'EFFICACITÉ DE LA FLOTTATION EN COLONNE DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS ET IDENTIFICATION DES CONDITIONS OPTIMALES .....	57
TABLEAU 8. EFFET FACTORIEL DES VARIABLES ÉTUDIÉES SUR LE COEFFICIENT D'ENLÈVEMENT DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS POUR LA FLOTTATION EN COLONNE ET IDENTIFICATION DES CONDITIONS OPTIMALES .....	58
TABLEAU 9. PRÉDICTIONS APPROXIMATIVES DES COEFFICIENTS D'EFFICACITÉ ET D'ENLÈVEMENT DANS LES CONDITIONS OPTIMALES .....	59
TABLEAU 10. RÉSULTATS DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'EFFICACITÉ POUR LA FLOTTATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN COLONNE EN UNE ET DEUX ÉTAPES .....	59
TABLEAU 11. TENEURS EN HYDROCARBURES PÉTROLIERS DANS L'ALIMENTATION, DANS LES CONCENTRÉS I ET II ET DANS LE REJET POUR LES EXPÉRIENCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'EFFICACITÉ .....	60
TABLEAU 12. MASSES RELATIVES (%) DU REJET ET DES CONCENTRÉS I ET II DE CHACUNE DES EXPÉRIENCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'EFFICACITÉ .....	60
TABLEAU 13. RÉSULTATS DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'ENLÈVEMENT DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN COLONNE EN UNE ET DEUX ÉTAPES .....	61
TABLEAU 14. TENEURS EN HYDROCARBURES PÉTROLIERS DANS L'ALIMENTATION, DANS LES CONCENTRÉS I ET II ET DANS LE REJET POUR LES EXPÉRIENCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'ENLÈVEMENT .....	61
TABLEAU 15. MASSES RELATIVES (%) DU REJET ET DES CONCENTRÉS I ET II DE CHACUNE DES EXPÉRIENCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'ENLÈVEMENT .....	61
TABLEAU 16. RÉPLICABILITÉ DES EXPÉRIENCES DE FLOTTATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN COLONNE DANS LES CONDITIONS OPTIMALES.....	62
TABLEAU 17. NIVEAU POUR CHACUNE DES VARIABLES ÉTUDIÉES QUI PERMET D'ATTEINDRE LES PERFORMANCES OPTIMALES LORS DE LA FLOTTATION EN COLONNE DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS .....	65
TABLEAU 18. MATRICE ORTHOGONALE DES SIX VARIABLES ÉTUDIÉES À DEUX NIVEAUX DISTINCTS SUR LA FLOTTATION EN CELLULE DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS DANS DES SÉDIMENTS PORTUAIRES.....	70
TABLEAU 19. COEFFICIENT D'ENLÈVEMENT $C_{ENL}$ ET COEFFICIENT D'EFFICACITÉ $C_{EFF}$ DES HUIT EXPÉRIENCES DE FLOTTATION EN CELLULE ET CONDITIONS EXPÉRIMENTALES.....	74
TABLEAU 20. TENEURS EN HYDROCARBURES PÉTROLIERS DANS L'ALIMENTATION, DANS LE CONCENTRÉ ET DANS LE REJET POUR CHACUNE DES HUIT EXPÉRIENCES DE FLOTTATION EN CELLULE .....	75
TABLEAU 21. MASSES RELATIVES (%) DU REJET ET DU CONCENTRÉ DE CHACUNE DES EXPÉRIENCES DE FLOTTATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN CELLULE.....	75
TABLEAU 22. ANALYSE DE VARIANCE DE DIFFÉRENTES VARIABLES SUR LE COEFFICIENT D'EFFICACITÉ DE LA FLOTTATION EN CELLULE DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS .....	76

TABLEAU 23. ANALYSE DE VARIANCE DE DIFFÉRENTES VARIABLES SUR LE COEFFICIENT D'ENLÈVEMENT DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS LORS DE LA FLOTTATION EN CELLULE .....	78
TABLEAU 24. EFFET FACTORIEL DES VARIABLES ÉTUDIÉES SUR LE COEFFICIENT D'EFFICACITÉ DE LA FLOTTATION EN CELLULE DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS ET IDENTIFICATION DES CONDITIONS OPTIMALES .....	80
TABLEAU 25. EFFET FACTORIEL DES VARIABLES ÉTUDIÉES SUR LE COEFFICIENT D'ENLÈVEMENT DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS POUR LA FLOTTATION EN CELLULE ET IDENTIFICATION DES CONDITIONS OPTIMALES .....	81
TABLEAU 26. PRÉDICTIONS APPROXIMATIVES DES COEFFICIENTS D'EFFICACITÉ ET D'ENLÈVEMENT DANS LES CONDITIONS OPTIMALES .....	82
TABLEAU 27. RÉSULTATS DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'EFFICACITÉ POUR LA FLOTTATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN CELLULE EN UNE ET DEUX ÉTAPES .....	82
TABLEAU 28. TENEURS EN HYDROCARBURES PÉTROLIERS DANS L'ALIMENTATION, DANS LES CONCENTRÉS I ET II ET DANS LE REJET POUR LES EXPÉRIENCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'EFFICACITÉ .....	83
TABLEAU 29. MASSES RELATIVES (%) DU REJET ET DES CONCENTRÉS I ET II DE CHACUNE DES EXPÉRIENCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'EFFICACITÉ .....	83
TABLEAU 30. RÉSULTATS DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'ENLÈVEMENT POUR LA FLOTTATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN CELLULE EN UNE ET DEUX ÉTAPES .....	84
TABLEAU 31. TENEURS EN HYDROCARBURES PÉTROLIERS DANS L'ALIMENTATION, DANS LES CONCENTRÉS I ET II ET DANS LE REJET POUR LES EXPÉRIENCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'ENLÈVEMENT .....	84
TABLEAU 32. MASSES RELATIVES (%) DU REJET ET DES CONCENTRÉS I ET II DE CHACUNE DES EXPÉRIENCES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES D'ENLÈVEMENT .....	84
TABLEAU 33. RÉPLICABILITÉ DES EXPÉRIENCES DE FLOTTATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN CELLULE DANS LES CONDITIONS OPTIMALES .....	85
TABLEAU 34. NIVEAU POUR CHACUNE DES VARIABLES ÉTUDIÉES QUI PERMET D'ATTEINDRE LES PERFORMANCES OPTIMALES LORS DE LA FLOTTATION EN CELLULE DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS .....	87
TABLEAU 35. CONCENTRATION DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS ET MASSE DES SÉDIMENTS DE L'ALIMENTATION, DES FRACTIONS DU CONCENTRÉ ET DU REJET LORS D'UN ESSAI DE FLOTTATION EN CELLULE .....	93
TABLEAU 36. RÉCUPÉRATION ( $R_t$ ) DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS ET DE LA GANGUE LORS D'UN ESSAI DE FLOTTATION EN CELLULE .....	94
TABLEAU 37. RÉCUPÉRATION À TEMPS INFINI ( $R_\infty$ ) ET CONSTANTE CINÉTIQUE DE FLOTTATION (K) DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS ET DE LA GANGUE LORS D'UN ESSAI DE FLOTTATION EN CELLULE SANS FACTEUR CORRECTIF POUR LE TEMPS .....	96
TABLEAU 38. RÉCUPÉRATION À TEMPS INFINI ( $R_\infty$ ), CONSTANTE CINÉTIQUE DE FLOTTATION (K) ET FACTEUR CORRECTIF POUR LE TEMPS (B) POUR LES HYDROCARBURES PÉTROLIERS ET LA GANGUE LORS D'UN ESSAI DE FLOTTATION EN CELLULE .....	96
TABLEAU 39. TEMPS OPTIMAL DE FLOTTATION ( $T_{opt}$ ) DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS EN CONSIDÉRANT OU NON UN FACTEUR CORRECTIF POUR LE TEMPS LORS D'UN ESSAI DE FLOTTATION EN CELLULE .....	97
TABLEAU 40. CONCENTRATION DES HYDROCARBURES À UN TEMPS INFINI $c_{HC_\infty}$ , CONSTANTE CINÉTIQUE K ET CONSTANTE A GÉNÉRÉES LORS DE LA RÉOLUTION DE L'ÉQUATION 18 .....	99
TABLEAU 41. FRACTION DES SÉDIMENTS INFÉRIEURE À UN DIAMÈTRE DONNÉ .....	118
TABLEAU 42. PARAMÈTRES DE LA VALIDATION DU PROTOCOLE ANALYTIQUE .....	122
TABLEAU 43. CONTRÔLE DE LA QUALITÉ DES ANALYSES CHIMIQUES .....	123
TABLEAU 44. CONTRÔLE DE LA QUALITÉ DES EXPÉRIENCES - BILANS .....	125



## Chapitre 1. Introduction

### 1.1 Généralités

#### *1.1.1 Activité humaine et contamination*

L'intensification de l'activité industrielle au 20<sup>e</sup> siècle est à l'origine de problèmes environnementaux majeurs un peu partout à travers le monde, en particulier dans les zones fortement industrialisées; soit en Europe et en Amérique du Nord. L'activité portuaire dans les grandes villes nord-américaines constitue une source de pollution très importante des sédiments et le dragage ainsi que l'enfouissement de ceux-ci deviennent alors des problèmes très délicats. Le dernier sondage national sur la qualité de l'eau réalisé par la U.S. Environmental Protection Agency (EPA) en 1990 a d'ailleurs révélé l'existence de 284 sites répartis dans 29 états pour lesquels les sédiments sont contaminés. Les contaminants les plus fréquemment rencontrés dans ces sites sont les BPC pour lesquels la persistance constitue un problème en soi, les métaux, notamment le mercure, le plomb et le zinc, les HAP et les hydrocarbures pétroliers [Goldberg, 1993]. Dans la littérature, il y a d'ailleurs plusieurs articles traitant de cas aigus de contamination dans les ports de villes américaines et canadiennes.

Le port de Los Angeles, aux États-Unis, constitue une de ces régions. Alors qu'en 1911 un million de barils de produits pétroliers transigeaient par le port, cette quantité a atteint 175 millions de barils durant l'année fiscale 1987-1988. Le stockage dans des réservoirs et la manutention de telles quantités ne peut se faire sans heurt et à ce jour, les projets d'amélioration des installations, de déplacement et de traitement des matériaux contaminés sont évalués à plus d'un demi-milliard de dollars américains [Rice, 1991]. Plus près de nous, les ports des villes de Hamilton et Halifax au Canada sont aussi des zones fortement contaminées. Parallèlement aux villes américaines, le port d'Halifax a connu une expansion rapide durant les 100 dernières années et la contamination des sédiments portuaires atteint aujourd'hui des proportions alarmantes. En effet, la contamination en métaux (Cu, Zn, Pb et Hg) atteint des niveaux parmi les plus élevés

jamais enregistrés dans les zones littorales marines, urbaines et industrielles, dans le monde. La contamination en hydrocarbures pétroliers y est aussi très importante [Gearing, Buckley et Smith, 1991]. Enfin, la région portuaire de Hamilton, située à l'extrémité ouest du lac Ontario, est un autre site fortement contaminé par l'activité humaine et industrielle. D'ailleurs ce site a été désigné comme étant une « Area of Concern » (AOC) par « l'International Joint Commission » (IJC). Celle-ci désigne, selon l'IJT, une région pour laquelle les critères environnementaux ont été dépassés à un niveau tel que l'altération et les conséquences néfastes sur l'environnement ne font aucun doute. La contamination dans cette région fortement urbanisée et industrialisée est d'origine multiple. Principalement, l'activité industrielle, véhiculaire et municipale ainsi que les eaux de ruissellement urbaines et rurales d'un bassin couvrant 600 km<sup>2</sup> constituent les sources majeures de contamination de cette zone portuaire. Les principaux contaminants recensés sont des métaux lourds, des HAP et des BPC [Bucens, Seech et Marvan, 1996] [Marvin et al., 2000].

### **1.1.1 Zone portuaire de Montréal**

Le transport de marchandises ainsi que l'activité industrielle sont principalement responsables de la contamination des sédiments du port de Montréal. Celle-ci est mixte (organique et inorganique) et les concentrations mesurées dépassent, pour plusieurs contaminants, le critère C établi par le Ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec (MEF). Celui-ci correspond à un fort niveau de contamination où tous les usages sont restreints et où des travaux de restauration devraient être entrepris. Parmi les contaminants majeurs, citons de nombreux métaux et autres éléments inorganiques (cuivre, arsenic, sélénium, etc) ainsi que les hydrocarbures pétroliers (désignés sous le nom d'huiles et graisses). Pour ces derniers, la concentration moyenne la plus élevée qui a été mesurée a été de 24 000 ppm; soit environ sept fois supérieure au critère C. Le produit pétrolier majeur que l'on retrouve est le diesel qui contient plus de 200 produits différents et dont la composition varie significativement en fonction de la source. L'accès continu des bateaux dans le port implique un dragage constant des sédiments portuaires. Or, la disposition des sédiments associés aux opérations de dragage est réglementée et le

rejet en eau libre des sédiments contaminés est interdit. Le dépassement du seuil d'effet néfaste (SEN) (équivalent fédéral du critère C du MEF) pour plusieurs contaminants implique une obligation de traitement et de confinement des sédiments contaminés. L'enfouissement terrestre des sédiments et les coûts associés à la décontamination de ceux-ci rendent cette opération très dispendieuse. C'est dans cette optique qu'a été développé un procédé de traitement des sédiments contaminés permettant dans un premier temps de décontaminer, à faibles coûts, des sédiments et dans un deuxième temps de valoriser les métaux ainsi que les huiles et graisses extraits [Bergeron et al., 1997].

### **1.1.2 Perspectives de traitement des matériaux contaminés**

Le traitement de matériaux contaminés représente souvent une opération technique difficile, voué à un succès incertain et surtout très onéreux. Essentiellement, il existe trois stratégies afin de restaurer un site contaminé :

- 1) Destruction ou altération des contaminants;
- 2) Extraction ou séparation des contaminants du milieu environnemental;
- 3) Immobilisation des contaminants.

La destruction ou l'altération de la structure chimique des contaminants peut être d'origine thermique, chimique ou biologique et elle peut être appliquée *ex situ* ou *in situ*. L'extraction des contaminants du médium environnemental inclut principalement la désorption thermique, le lavage des sols (soil washing), l'extraction par solvant et l'extraction par la vapeur (SVE). Enfin, l'immobilisation des contaminants implique essentiellement la stabilisation et la solidification (vitrification souvent) des matériaux contaminés par l'ajout de certaines substances puis le confinement de ceux-ci. Il est à noter que cette stratégie ne constitue pas une solution permanente aux problèmes de contamination et est souvent utilisée pour restaurer des sites contaminés par des métaux [United States Environmental Protection Agency (US EPA), 1999]. Relativement aux contaminants organiques, les technologies disponibles permettant de traiter les

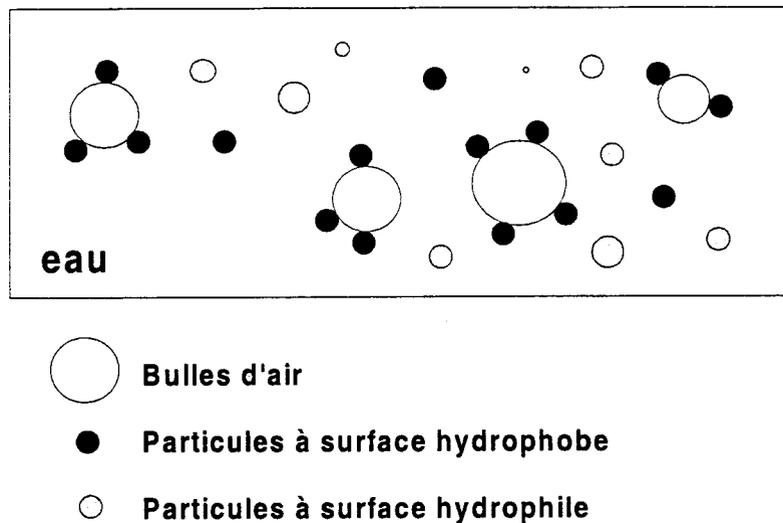
contaminants métalliques sont peu nombreuses. En effet, parmi les 346 technologies différentes recensées par le US EPA, seulement 66 technologies permettent le traitement des métaux et parmi celles-ci, seulement 9 permettent de traiter les métaux *in situ*. De celles-ci certaines ont des applications très limitées (soil flushing) et d'autres en sont encore au stade expérimental (phytoremédiation par exemple). Les technologies susceptibles de pouvoir traiter des cas de contamination mixte, c'est-à-dire impliquant à la fois des contaminants organiques et inorganiques sont très peu nombreuses. À ce titre, l'électrorestauration, basée sur l'application d'un courant direct de faible intensité au travers du sol entre deux ou plusieurs électrodes, constitue une technologie intéressante. Toutefois, certains facteurs tels la nature du sol ou des sédiments traités (humidité, présence de métaux et/ou de matériaux isolants, type de sol) restreignent son applicabilité [Bergeron, 1999].

Dans l'optique où peu de technologies sont disponibles afin de traiter des cas de contamination mixte, le développement d'une technologie efficace et peu coûteuse pour le traitement des sédiments contaminés par des métaux et des huiles et graisses est tout à fait pertinent. Ainsi, un procédé de traitement a été élaboré conjointement par l'INRS-Géoressources, le Consortium de Recherches Minérales (COREM) ainsi que Verreault Navigation Inc.. Celui-ci est basé sur l'utilisation de technologies minéralurgiques reconnues pour leur fiabilité et leurs faibles coûts d'opération. Essentiellement, le procédé recourt à l'utilisation d'appareils de séparation gravimétrique afin de séparer les différentes fractions granulométriques et à des équipements de flottation pour concentrer les contaminants dans la plus petite masse de matériau possible. Ainsi, le procédé s'inscrit dans la deuxième stratégie présentée antérieurement. Le procédé permet non seulement d'abaisser les teneurs des contaminants dans les sédiments sous les normes de disposition, mais en plus, dans certaines conditions, le procédé permet une valorisation des concentrés en métaux et en huiles et graisses [Bergeron et al., 1997].

### **1.1.3 La flottation**

La flottation est sans aucun doute le procédé le plus important afin de traiter et de

concentrer du minerai. Elle constitue un procédé de choix, en particulier lorsqu'un minerai est pauvre. L'application de la flottation à des fins environnementales est très intéressante car elle permet de traiter une large gamme de contaminants, à la fois des contaminants inorganiques de nature métallique et des contaminants organiques le plus souvent hydrophobes (Huiles et graisses, HAP, BPC). Mentionnons toutefois que pour les contaminants inorganiques, leurs propriétés hydrophobes doivent être stimulées par l'ajout de différents produits chimiques. Ainsi, puisque cela constitue l'essentiel du travail, seul le traitement des contaminants organiques (huiles et graisses) sera considéré subséquent. Fondamentalement, la flottation est basée sur les propriétés hydrophiles et hydrophobes des solides. Lorsque de l'air est introduit sous forme de fines bulles dans une matrice quelconque, les hydrocarbures pétroliers, naturellement hydrophobes, s'adsorbent sélectivement à la surface des bulles d'air dont la nature est non polaire alors que les autres particules de la matrice, plus hydrophiles, restent en suspension dans la pulpe (Figure 1). Ainsi, il y a production d'un concentré de produits organiques hydrophobes sous forme de mousse à la surface de l'équipement de flottation alors que la matrice décontaminée (le rejet) est récupérée à la base.



**Figure 1. Fixation des particules à surface hydrophobe aux bulles d'air**

#### 1.1.4.1 Description sommaire des équipements de flottation

Les deux principaux équipements de flottation sont la cellule et la colonne de flottation. Ceux-ci se distinguent à plusieurs égards. Premièrement, les cellules font partie des équipements mécaniques de flottation alors que les colonnes font partie des équipements pneumatiques. Ainsi, dans une cellule, il y a une pièce mécanique en rotation, une turbine, dont l'une des fonctions est d'assurer l'homogénéité de la pulpe alors qu'il n'y a aucune pièce mécanique en mouvement dans une colonne. Une des caractéristiques spécifiques des colonnes est qu'elles sont dotées d'un jet d'eau de lavage à l'extrémité supérieure qui permet de réduire la flottation parasitaire. Ainsi, bien que les deux équipements fonctionnent en théorie sur le même intervalle granulométrique (5-212  $\mu\text{m}$ ), mentionnons que les colonnes sont plus efficaces dans la fraction plus fine de cet intervalle. Enfin, notons que la capacité maximale des cellules est supérieure à celle des colonnes [Gosselin, Blackburn et Bergeron, 1997] (voir Figures 10 et 14 pour l'illustration d'une cellule et d'une colonne).

## 1.2 Objectifs

### 1.2.1 Objectif général

L'objectif général de ce mémoire consistait principalement à évaluer, à optimiser et à comparer à des fins environnementales deux équipements de flottation; soit une cellule et une colonne de flottation. Dans cette optique, l'atteinte de plusieurs objectifs spécifiques a été nécessaire.

### 1.2.2 Objectifs spécifiques

Les principaux objectifs spécifiques nécessaires à l'atteinte de l'objectif général énoncé ci-contre sont les suivants :

- 1) Valider un protocole analytique de dosage gravimétrique des huiles et graisses;
- 2) Évaluer les performances d'une cellule et d'une colonne de flottation pour la décontamination de sédiments contaminés par des hydrocarbures pétroliers;
- 3) Optimiser, pour les deux équipements, les conditions expérimentales à l'aide d'une méthode statistique de traitement des données (Taguchi);
- 4) Évaluer, dans les conditions optimales, la cinétique de flottation des hydrocarbures pétroliers en cellule en mode fournée afin de prédire les performances en mode continu;
- 5) Comparer les performances des cellules et des colonnes de flottation dans les conditions optimales pour la décontamination de sédiments contaminés par des hydrocarbures pétroliers.

### 1.3 Méthodologie générale

Tout d'abord, dans le but de s'assurer de la qualité des analyses chimiques, la validation complète d'un protocole analytique de dosage gravimétrique des huiles et graisses a été réalisée. Ensuite, à partir des données disponibles [Bergeron et al., 1997], six variables à deux niveaux (c'est-à-dire deux valeurs fixes par variable) ont été choisies pour chacun des deux équipements et les performances des deux appareils ont été évaluées à partir d'une série de huit expériences. Cela constitue ainsi une matrice orthogonale  $L_8(2^6)$ ; c'est-à-dire une série de huit expériences pour lesquelles est étudié l'effet de six variables prises à deux niveaux différents. L'évaluation quantitative de l'importance de chacune des variables et de leur effet respectif sur les performances de chacun des deux appareils a été réalisée grâce à une méthode statistique de traitement des données (Taguchi) qui est décrite en détails à la section 3.3. Ensuite, des essais

monostages et multistages (en une ou deux étapes) dans les conditions optimales ont été réalisés pour chacun des deux équipements. Puisque les essais en colonne ont été réalisés en mode continu alors que ceux en cellule ont été faits en mode fournée dû aux limitations expérimentales, une modélisation de la performance d'une cellule en mode continu à partir de la cinétique de flottation des hydrocarbures pétroliers en cellule en mode fournée et d'une fonction de distribution du temps de résidence a été élaborée afin de pouvoir comparer correctement les deux types d'équipements.

## **1.4 Brève description de chacun des chapitres**

Afin de guider le lecteur, voici un bref aperçu du contenu de chacun des chapitres de ce mémoire. Ainsi, le lecteur pourra suivre plus aisément la progression logique du travail et pourra, à sa guise, consulter les aspects qui l'intéressent le plus.

La revue de la littérature est présentée au chapitre 2. On y retrouve principalement les travaux réalisés par d'autres groupes de recherches traitant de l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers dans des matériaux solides par flottation. Le lecteur pourra ainsi constater que peu d'études ont été réalisées sur l'utilisation d'une colonne afin de décontaminer des matériaux solides.

Au chapitre 3 sont présentés les éléments de théorie nécessaires à la compréhension de ce mémoire. Dans un premier temps, les principes sous-jacents à la flottation sont présentés. Ceux-ci sont abordés principalement sur une base de chimie des surfaces. Ensuite, les réactifs chimiques ainsi que les équipements utilisés en flottation sont présentés et décrits. Dans un second temps, les principes relatifs à la cinétique de flottation des hydrocarbures pétroliers en cellule en mode fournée sont abordés. Le modèle de base est d'abord présenté puis les raffinements successifs qui ont été apportés avec les années. Ensuite, le développement d'un modèle adapté à nos conditions particulières afin de prédire les performances en mode continu à partir de résultats en mode fournée est présenté. Enfin, une analyse détaillée de la méthode statistique de traitement des données est présentée (Taguchi); celle-ci ayant servi à évaluer

l'importance de chacune des variables et l'effet de celles-ci sur les performances globales, à optimiser les conditions expérimentales et dans une moindre mesure, à prédire les performances dans les conditions optimales.

Les résultats expérimentaux et l'interprétation des essais en colonne se retrouvent au chapitre 4. L'optimisation des conditions expérimentales pour les essais en colonne grâce à la méthode de Taguchi est aussi présentée dans ce chapitre. Le chapitre 5 reprend essentiellement la même forme que le chapitre 4, mais cette fois-ci pour les essais en cellule.

Les résultats de la modélisation des performances d'une cellule en mode continu à partir de l'évaluation de la cinétique de flottation des hydrocarbures pétroliers en mode fournée sont présentés au chapitre 6. À partir de ces résultats et de ceux obtenus en colonne dans les conditions optimales, une comparaison des deux équipements sur la base de leur performance respective et la conclusion quant au choix de la technologie la plus appropriée sont présentées au chapitre 7.

La description exacte du matériel étudié fait l'objet de l'annexe I. La granulométrie, la concentration en hydrocarbures pétroliers et le pourcentage massique d'eau (% m/m) des sédiments contaminés sont les principales caractéristiques qui ont été mesurées.

L'annexe II traite de la validation du protocole analytique utilisé pour doser les huiles et graisses dans les sédiments. Les principaux paramètres nécessaires à la validation d'un protocole analytique ont été mesurés; soit la limite de détection de la méthode (LDM), la limite de quantification de la méthode (LQM), la réplicabilité, la justesse et la récupération. De plus, notons que les données relatives au contrôle de la qualité des analyses chimiques et des essais s'y retrouvent.

## Chapitre 2. Revue de la littérature

La littérature portant sur l'enlèvement des contaminants organiques, principalement des huiles et graisses, de matériaux solides tels des sédiments ou des sols par la flottation est peu abondante. En effet, il n'y a qu'une dizaine d'articles environ dans la littérature qui traitent de ce sujet et les plus anciens datent du début des années 1990 [van Rijt, 1993] [Clifford, 1993] [Bruning, 1995] [Bruning, Visser et Rulkens, 1995] [Szeja et al., 1996]. Ces articles discutent essentiellement de la possibilité d'utiliser la flottation à des fins environnementales et demeurent, dans l'ensemble, très généraux. Notons aussi qu'un brevet sur l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers de boues contaminées par un procédé de flottation pneumatique a été déposé durant cette période [Sury, 1993]. Enfin, au cours des deux ou trois dernières années, un certain nombre d'articles ont été publiés où il est question, de façon un peu plus détaillée, de l'enlèvement des contaminants organiques par flottation. Ainsi, des résultats plus concrets sont présentés et des études systématiques, mais pas toujours appropriées, de l'effet de différentes variables sur l'enlèvement des contaminants organiques ont été réalisées [Somasundaran et al., 1997] [Chou et al., 1998] [Wilichowski, Venghaus et Werther, 1998]. Dans un premier temps, nous discuterons de façon générale des aspects essentiels reliés à l'enlèvement des contaminants organiques par la flottation auxquels se sont intéressés les auteurs des premiers articles sur le sujet; c'est-à-dire de la nature du matériel et des contaminants à traiter, des caractéristiques de la pulpe et du procédé élaboré. Dans un second temps, les articles parus plus récemment seront analysés et l'attention sera portée non seulement sur les éléments nommés ci-haut, mais en plus sur les résultats qu'ils ont obtenus et la validité de ceux-ci.

### 2.1 Revue générale

#### **2.1.1 Nature des matériaux solides et des contaminants et concentration des contaminants**

L'enlèvement des contaminants organiques, les hydrocarbures pétroliers en particulier, des sédiments et des sols contaminés constitue un défi environnemental et

technologique souvent complexe. D'un point de vue strictement technologique, l'utilisation de la flottation permet de passer outre à certaines limites imposées par la nature du matériel à traiter : la taille des particules ainsi que la nature et la concentration des contaminants. En effet, la plupart des procédés basés sur la classification ou l'extraction sont inefficaces lorsque les particules ont un diamètre inférieur à 63  $\mu\text{m}$  [Bruning, 1995] [Bruning, Visser et Rulkens, 1995]. Or, il est bien connu, pour les sédiments fins notamment, qu'une fraction importante des particules ont une taille inférieure à 63  $\mu\text{m}$  et que les contaminants se retrouvent majoritairement dans la fraction la plus fine des matériaux solides contaminés. Quant aux grosses particules, de l'ordre du millimètre, elles sont généralement peu contaminées [Wilichowski, Venghaus et Werther, 1998] [Sury, 1993]. Ainsi, la flottation, en particulier les colonnes, permet de traiter des particules très fines qui sont difficiles, voire impossibles à traiter autrement par des moyens physiques. Pour ce qui est de la nature des contaminants et du niveau de contamination, notons que l'application de procédés microbiologiques présente des limitations majeures. Ainsi, l'enlèvement des HAP par exemple par des micro-organismes est d'autant plus difficile que le nombre de cycles fusionnés est important. En effet, la biodégradation de HAP à cinq ou six membres est très lente comparativement à la biodégradation de HAP à trois membres [Szeja et al., 1996]. De plus, la biodégradation des contaminants organiques devient aussi très lente lorsque les concentrations des contaminants sont élevées. Ainsi, l'utilisation de la flottation dans un premier temps pour réduire la concentration des contaminants à un niveau tel que l'application de procédés microbiologiques devienne possible constitue une option très intéressante [Szeja et al., 1996].

### **2.1.2 Procédés de flottation**

Les procédés présentés, bien que comportant tous au moins une étape de flottation, diffèrent assez grandement les uns des autres. Une séparation granulométrique est souvent effectuée avant l'étape de flottation afin d'enlever les particules les plus grosses qui sont relativement peu contaminées et qui ont de toute façon une taille trop importante pour la flottation. Notons aussi que cela permet de réduire la quantité de

matériel à traiter; la contamination se retrouvant souvent dans une fraction granulométrique donnée [van Rijt, 1993]. Elle peut donc ainsi être isolée et traitée [Bruning, 1995] et il devient alors souvent possible de disposer des autres fractions granulométriques sans plus de traitement [Wilichowski, Venghaus et Werther, 1998]. Ainsi, des tamis et des hydrocyclones sont utilisés afin de séparer les matériaux contaminés en plusieurs fractions. Notons aussi que l'utilisation du conditionnement ou de l'attrition fait partie de certains des procédés proposés, mais les termes sont parfois utilisés d'une façon confuse et ne réfèrent pas nécessairement aux conditions les plus classiques [Somasundaran et al., 1997]. Pour ce qui est des équipements de flottation utilisés, il y en a aussi plusieurs. Tout d'abord, mentionnons que l'utilisation des termes cellule et colonne dans les articles est plutôt confuse. En effet, parfois le type d'équipement de flottation utilisé n'est pas spécifié [van Rijt, 1993] alors que pour d'autres articles, le terme colonne est utilisé alors que l'équipement dont il est question ne ressemble pas du tout à une colonne conventionnelle [Chou et al., 1998]. Notons que la même incohérence existe pour les cellules [Wilichowski, Venghaus et Werther, 1998]. Les équipements ne se distinguent pas seulement au niveau de leur design, mais aussi au niveau de leur fonctionnement. En effet, dans le but de générer des bulles d'un diamètre similaire à celui des particules; c'est-à-dire de petites bulles de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$  de diamètre, certains auteurs suggèrent d'utiliser la flottation à l'air dissous où des bulles sont générées dans de l'eau qui est saturée d'air injecté sous pression ou l'électroflottation où de l'oxygène et de l'hydrogène sont produits par décomposition électrochimique de l'eau [Bruning, 1995].

### ***2.1.3 Caractéristiques de la pulpe***

La température, le pH et le pourcentage massique des solides contenus dans la pulpe ainsi que l'utilisation ou non de certains agents chimiques constituent autant de variables dont les effets ont été étudiés par différents chercheurs. En effet, alors que la température de la pulpe est le plus souvent celle de la pièce, il demeure que certains auteurs suggèrent de chauffer la pulpe à environ 45-50 °C [Chou et al., 1998], en particulier lorsque celle-ci contient des hydrocarbures lourds [Sury, 1993]. Le

pourcentage massique des solides contenus dans la pulpe constitue aussi une variable importante, notamment pour l'efficacité de l'attrition, celle-ci étant d'autant meilleure que le pourcentage massique des solides de la pulpe est élevé. Ainsi, selon les auteurs, le pourcentage massique des solides de la pulpe varie de 10 à 50 % [Sury, 1993] [Clifford, 1993] [Szeja et al., 1996], ce qui constitue une plage relativement large bien que selon Sury, 1993, cela ne constitue pas une variable critique. L'utilisation d'agents chimiques et le pH de la pulpe sont deux variables étroitement reliées. En effet, généralement le pH est ajusté de façon à optimiser l'efficacité des agents chimiques. Bien que certains auteurs suggèrent de n'ajouter aucun agent chimique à la pulpe [Sury, 1993], la plupart utilisent un collecteur et un moussant afin de favoriser la flottation des espèces hydrophobes. La nature du collecteur utilisé varie beaucoup. En effet, certains utilisent un collecteur non ionique [Szeja et al., 1996] alors que d'autres obtiennent de meilleurs résultats avec un collecteur anionique [Somasundaran et al., 1997]. Pour ce qui est des moussants, la majorité des auteurs utilisent des moussants non ioniques [Szeja et al., 1996] [Wilichowski, Venghaus et Werther, 1998] [Chou et al., 1998]. Enfin, le pH de la pulpe varie de 3 à 10 selon la nature du collecteur et du moussant [Wilichowski, Venghaus et Werther, 1998] [Clifford, 1993].

## 2.2 Revue spécifique

L'enlèvement de composés organiques hydrophobes non volatils par flottation a été évalué par Somasundaran et al., 1997. Ceux-ci ont utilisé un sol artificiellement contaminé par de l'huile de paraffine. Afin d'obtenir un sol de granulométrie appropriée, ils ont retiré, par l'utilisation de tamis, les particules de diamètre supérieur à 830  $\mu\text{m}$  et inférieur à 76  $\mu\text{m}$ . L'équipement sélectionné en vue de l'enlèvement des composés organiques est une cellule de flottation de type laboratoire. Afin d'optimiser les résultats, ils ont étudié les effets de différentes variables : le choix du collecteur, le dosage du collecteur, le temps de conditionnement, le temps de flottation, le pH de la pulpe, le ratio solide/liquide de la pulpe lors du conditionnement et la flottation multi-étapes. Ils ont évalué l'efficacité d'un collecteur non ionique (pentaethoxylated nonyl phenol (NP-5)), d'un collecteur cationique (dodecyltrimethyl ammonium bromide (DTAB)) et d'un

collecteur anionique (sodium dodecylsulfate (SDS)). Ils ont obtenu les meilleurs résultats avec ce dernier à une concentration de 300 ppm. Pour ce qui est du moussant, ils ont utilisé de l'huile de pin à une concentration de 20 ppm. Les résultats ont montré que le pH de la pulpe a très peu d'influence sur les résultats (en utilisant SDS) et les expériences ont donc été réalisées à pH naturel ( $\approx 6,5$ ). Ainsi, dans les conditions optimales (temps de conditionnement : 30 minutes et temps de flottation : 10 minutes), ils ont atteint un enlèvement de 58 % de l'huile de paraffine. L'attrition de la pulpe avant la flottation a permis d'augmenter l'enlèvement de 10 % alors que l'ajout d'une deuxième étape de flottation a permis d'accroître l'enlèvement d'un autre 5 %. Mentionnons que la cellule d'attrition employée n'est pas conforme à ce qui est observé généralement. En effet, celle-ci n'a qu'un seul axe de rotation alors que généralement les cellules d'attrition en ont deux [Gosselin, Blackburn et Bergeron, 1997]. Ainsi, ils réussissent à retirer 74 % de l'huile de paraffine dans 20 % de la masse ce qui représente une fraction relativement importante du matériel initial. Dans tous les cas, ces résultats sont supérieurs à ceux obtenus par lavage du sol dans des conditions similaires et cela est dû, selon les auteurs, à la petite taille des particules. Enfin, mentionnons que la méthode «one-factor-at-the-time» (lire «en faisant varier une variable à la fois») utilisée afin de déterminer les conditions optimales ne constitue pas le meilleur choix.

Les mêmes auteurs ont publié [Chou et al., 1998] la suite de leurs travaux où ils étudient l'efficacité d'une colonne de flottation plutôt qu'une cellule sur des sols contaminés artificiellement par de l'huile de paraffine ainsi que de véritables sols contaminés. De la même façon que pour l'article précédent, ils ont tamisé le matériel afin de ne conserver que les particules ayant un diamètre supérieur à 250  $\mu\text{m}$  et inférieur à 800  $\mu\text{m}$ . De plus, ils ont étudié l'effet de la température de la pulpe et ont obtenu des résultats optimaux à 45 °C. Ainsi, dans ces conditions et en utilisant un collecteur anionique (SDS) ou non ionique (Triton 100X) ou un sel ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) et de l'huile de pin comme moussant, ils ont atteint un enlèvement de 80 %. Toutefois, celui-ci chute à 65 % lorsque la taille des particules varie entre 75-800  $\mu\text{m}$ . Cela vient confirmer le fait que les particules fines sont plus difficiles à traiter. Toutefois, il convient ici de se questionner sur la nature et l'efficacité de la colonne qu'ils ont utilisée. En effet, celle-ci a un

diamètre de 12,5 cm et une hauteur de 20 cm, ce qui est très loin des dimensions conventionnelles d'une colonne de flottation de laboratoire [Finch et Dobby, 1990]. Or, l'efficacité d'une colonne est notamment fonction de la longueur de la section verticale. De plus, l'ajout d'eau de lavage, propre aux colonnes, réduit la flottation parasite due principalement aux petites particules. Or, il semble qu'il n'y en ait pas sur leur colonne. Ils obtiennent ainsi des résultats similaires en cellule et en colonne, mais il est permis de s'interroger sur le design de leur colonne. Pour ce qui est du sol naturellement contaminé, ils atteignent un enlèvement de 70 % dans les conditions optimales décrites précédemment (250 –800  $\mu\text{m}$ ). Ces résultats sont toujours supérieurs à ceux obtenus par lavage du sol dans les mêmes conditions expérimentales. Enfin, mentionnons que de la même façon que pour l'article précédent, la recherche des conditions optimales par la méthode «one-factor-at-the-time» n'est pas la plus appropriée afin de trouver les véritables conditions optimales.

Enfin, Wilichowski et al. ont publié en 1998 un article où ils discutent de l'ajout d'une étape de flottation dans un procédé de lavage du sol afin de retirer les huiles et graisses de sols contaminés. Leurs résultats sont intéressants en ce sens qu'ils viennent confirmer ceux obtenus dans les articles décrits aux deux paragraphes précédents; c'est-à-dire que la flottation permet de traiter efficacement des matériaux comportant une fraction importante de particules fines qui sont difficiles à traiter par lavage du sol seulement. Il est intéressant de noter de plus que les résultats sont très variables selon la nature du matériel à traiter. En effet, ceux-ci varient selon la nature des sols ou des sédiments (distribution de la grosseur des particules et caractéristiques de la surface), la nature des contaminants (composition chimique, âge et caractéristiques physico-chimiques) et le niveau de concentration des contaminants. Enfin, mentionnons que la cellule de flottation qu'ils utilisent n'est pas très conventionnelle puisqu'il n'y a pas d'agitation mécanique et la façon dont ils sont parvenus aux conditions optimales demeure nébuleuse.

## Chapitre 3. Théorie

### 3.1 La flottation

#### 3.1.1 Origine

La flottation, d'un point de vue minéralurgique, est indubitablement le procédé le plus important et le plus versatile afin de concentrer du minerai. Ce procédé, breveté en 1906, a permis d'exploiter de façon rentable des gisements pauvres qui autrement n'auraient pu être exploités. À titre d'exemple, mentionnons qu'il n'y a pas si longtemps encore, les rejets des procédés gravimétriques étaient souvent plus riches en minerais que les gisements actuels exploités par flottation. La flottation est un procédé très spécifique qui permet d'effectuer des séparations sur des gisements très complexes. D'un point de vue environnemental, mentionnons que la flottation peut être utilisée pour décontaminer des matériaux solides de contaminants organiques et/ou inorganiques. Dans les deux cas, l'ajout de différents produits chimiques est le plus souvent nécessaire. La théorie de la flottation fait essentiellement appel aux différences entre les propriétés physico-chimiques des surfaces des substances qui sont mises en contact. Mentionnons que celle-ci est complexe et encore mal comprise aujourd'hui et que plusieurs auteurs ont publié des chapitres et même des livres complets sur le sujet [Leja, 1982]. Dans le cadre de ce mémoire, nous nous limiterons principalement à une description de la théorie faisant appel à des notions de chimie des surfaces [Wills, 1992].

#### 3.1.2 Principes physico-chimiques

##### 3.1.2.1 Tension superficielle

D'un point de vue moléculaire, l'origine des propriétés particulières des surfaces vient du fait qu'une molécule située à la surface d'un volume quelconque est entourée de moins de molécules qu'une molécule située à l'intérieur du volume. Pour un arrangement compact, une molécule située à l'intérieur d'un volume est entourée de 12 autres

molécules. Pour une même molécule située à la surface d'un volume pour le même arrangement, celle-ci est entourée de 9 molécules. Or, il existe une force cohésive entre deux molécules qui permet d'abaisser l'énergie potentielle du système. Cette force est ce que l'on appelle plus communément les liaisons intermoléculaires (liaisons de Van der Waals). Puisqu'une molécule située à la surface est entourée de moins de molécules qu'une molécule située à l'intérieur du volume, cela implique que l'énergie d'une molécule à la surface est supérieure à celle située à l'intérieur du volume. Il faut donc fournir de l'énergie pour déplacer une molécule de l'intérieur d'un volume vers la surface et ainsi augmenter la surface. Mentionnons que cela s'applique aussi bien aux solides qu'aux liquides. C'est ce phénomène qui donne naissance à la notion de tension superficielle  $\gamma$ . La tension superficielle, qui s'exprime généralement en N/m ou en J/m<sup>2</sup>, reflète la plus ou moins grande difficulté d'un volume liquide donné à augmenter sa surface [Atkins, 1994]. Ainsi, le travail nécessaire  $dw$  pour augmenter la surface  $d\sigma$  d'un liquide donné est donné par la relation suivante :

$$dw = \gamma d\sigma \quad (1)$$

Le travail nécessaire pour augmenter la surface d'un liquide donné dépend donc de la nature chimique de ce liquide puisque la tension superficielle est une propriété intrinsèque d'un liquide pur ou d'une solution donnée.

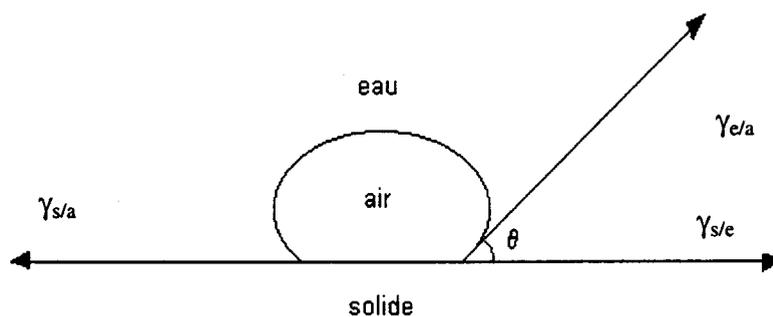
### 3.1.2.2 Interface air-solide

En flottation il y a généralement présence de trois phases physiques distinctes. Il y a normalement de petites particules solides dont la nature de la surface peut être complexe, une phase aqueuse et de petites bulles d'air (des cavités sphériques dans la phase aqueuse) générées par un dispositif qui varie d'un équipement de flottation à l'autre. Il existe certaines conditions pour qu'une bulle puisse entraîner une ou des particules solides à la surface de la phase aqueuse pour ainsi concentrer un minerai ou un contaminant. Tout d'abord, la taille des bulles et celles des particules solides doivent être compatibles. En effet, les particules doivent être suffisamment petites et les bulles

suffisamment grosses pour que ces dernières puissent entraîner la ou les particules solides jusqu'à la surface. Toutefois, pour une question d'efficacité, les bulles ne doivent pas être trop grosses, car le taux de flottation augmente si la taille des bulles diminue [Biswal et Bhaumik, 1992] puisque pour un même volume d'air, la surface augmente. Aussi, il doit exister une affinité entre la bulle d'air et la particule solide pour qu'il y ait formation d'un agrégat stable et que la bulle d'air entraîne la particule solide à la surface. Ainsi, sur la base des propriétés physico-chimiques des surfaces des particules solides, on peut séparer celles-ci et concentrer un minerai ou un contaminant. Essentiellement, pour qu'il y ait formation d'un agrégat stable entre une bulle d'air et une ou des particules solides, celles-ci doivent être hydrophobes. Cette propriété peut être soit naturelle (hydrocarbures pétroliers par exemple) ou stimulée par l'ajout de certains réactifs chimiques. L'hydrophobicité d'une particule solide dépend de l'ensemble des forces mises en jeu à sa surface. Elle dépend principalement des tensions interfaciales (similaire à la tension superficielle) entre les différentes phases impliquées (Figure 2). Dans un système à l'équilibre impliquant une bulle d'air attachée à une particule solide dans un milieu aqueux, la tension interfaciale entre la bulle d'air et la particule solide  $\gamma_{s/a}$  s'exprime de la façon suivante :

$$\gamma_{s/a} = \gamma_{s/e} + \gamma_{e/a} \cos\theta \quad (2)$$

où  $\gamma_{s/e}$  et  $\gamma_{e/a}$  sont respectivement les tensions interfaciales entre une particule solide et l'eau et l'eau et une bulle d'air alors que  $\theta$  représente l'angle entre la surface de la particule solide et la bulle d'air. La force requise pour briser cet agrégat s'appelle la



**Figure 2. Angle de contact entre une bulle et une particule solide dans un milieu aqueux**

force d'adhésion  $W_{s/a}$  et est égale au travail nécessaire pour générer une nouvelle interface solide-eau, une nouvelle interface air-eau et pour briser l'interface air-solide; c'est-à-dire :

$$W_{s/a} = \gamma_{e/a} + \gamma_{s/e} - \gamma_{s/a} \quad (3)$$

En combinant les équations 2 et 3, on obtient :

$$W_{s/a} = \gamma_{e/a} (1 - \cos\theta) \quad (4)$$

On constate ainsi que plus l'angle de contact est grand, plus le travail nécessaire pour briser l'agrégat particule-bulle est important. La flottabilité d'une particule solide augmente donc avec l'angle de contact. Cela est conforme à ce qu'intuitivement il est possible d'imaginer; c'est-à-dire que plus une particule solide est hydrophobe, plus la bulle d'air s'aplatit sur la surface solide.

### 3.1.2.3 Modélisation de l'attachement bulle-particule

Dans un système dynamique comme la flottation, il faut non seulement considérer les aspects reliés aux tensions interfaciales pour expliquer la plus ou moins grande efficacité du procédé, mais il faut en plus considérer d'autres facteurs comme la probabilité des collisions bulle-particule ainsi que la stabilité de l'agrégat dans un milieu turbulent. Plusieurs modèles mathématiques ont été proposés dans la littérature afin de décrire le processus de capture d'une particule solide par une bulle d'air [Hewitt, Fornaseiro et Ralston, 1995] [Dobby et Finch, 1987] [Biswal et Bhaumik, 1992] [Nguyen, Ralston et Schulze, 1998] et cela fait même l'objet d'un chapitre complet dans un livre spécifiquement dédié aux colonnes [Finch et Dobby, 1990]. De plus, notons qu'une excellente revue de la littérature a paru sur le sujet dernièrement [Dai, Fornaseiro et Ralston, 2000] où quelques-uns des modèles présentés dans les références citées ci-dessus sont repris en détails et aussi d'autres modèles non cités ici. Essentiellement, la plupart de ces modèles décortiquent l'efficacité de capture  $E_{col}$  d'une particule par une bulle en trois étapes. La première s'appuie sur des considérations hydrodynamiques;

c'est-à-dire sur l'efficacité de collision  $E_c$  d'une particule solide et d'une bulle d'air dans un système donné. Celle-ci est définie comme étant le taux auquel des particules entrent en collision avec une bulle divisée par le taux auquel ces particules passent au travers de la surface projetée de la bulle. Elle fait intervenir plusieurs facteurs dont notamment le diamètre, la densité et la vitesse des particules et des bulles d'air. La deuxième étape relève plutôt de considérations de tensions interfaciales et se traduit par l'efficacité d'attachement  $E_a$ . Celle-ci est définie comme étant la fraction de l'ensemble des particules qui entrent en contact avec une bulle et dont le temps de contact avec la bulle est supérieur au temps d'induction. Le temps d'induction correspond au temps nécessaire pour que le film de liquide s'amincisse et se brise lorsqu'une particule entre en contact avec une bulle. Le temps d'induction est de l'ordre de quelques dizaines de millisecondes. Enfin l'efficacité de stabilité  $E_s$  doit son origine à l'étude des colloïdes et il est considéré que la limite de stabilité d'un agrégat particule-bulle est atteinte lorsque l'énergie cinétique d'une particule devient égale ou supérieure à l'énergie nécessaire pour séparer la particule de la bulle. Ainsi, globalement, l'efficacité de capture est donnée par la relation suivante :

$$E_{col} = E_c E_a E_s \quad (5)$$

### **3.1.3 Préparation de la pulpe**

La pulpe doit normalement subir une certaine préparation avant la flottation [Gosselin, Blackburn et Bergeron, 1997]. Ainsi, de l'eau est habituellement ajoutée au matériel afin d'avoir une pulpe contenant de 5-50 % de solides sur une base massique. Puisque la flottation est un phénomène de surface, il faut s'assurer que le matériel soit exempt de toute agglomération. Pour ce faire, la pulpe est introduite dans un réservoir de conditionnement où une agitation constante est maintenue afin d'assurer l'homogénéité de la pulpe. Si cela est nécessaire, des agents dispersants sont ajoutés. Lorsqu'une agitation plus violente est requise, la période de conditionnement peut être remplacée par de l'attrition. L'attrition permet de détacher les particules fines des plus grosses et permet aussi de nettoyer la surface des particules par friction. Soulignons que l'attrition est

d'autant plus efficace que le pourcentage massique des solides de la pulpe est élevé. Enfin, techniquement parlant, la configuration du réservoir est notamment ce qui différencie le conditionnement de l'attrition.

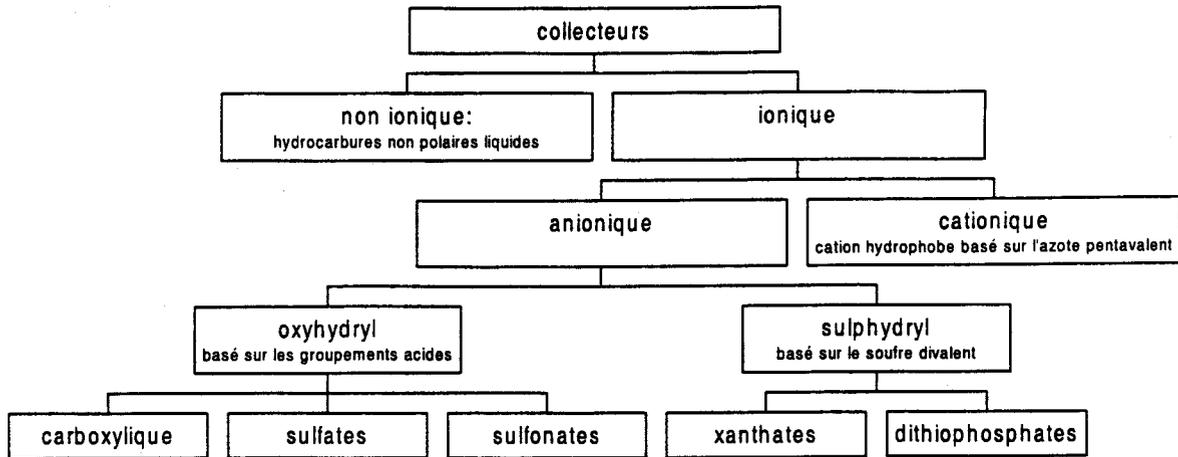
### **3.1.4 Réactifs chimiques**

Généralement, des réactifs chimiques sont ajoutés à la pulpe dans un procédé de flottation de façon à améliorer l'efficacité du procédé. Il existe une large gamme de ces produits qui peuvent être classés dans trois catégories différentes : les collecteurs, les moussants et les régulateurs [Wills, 1992]. La nature et la quantité des produits utilisés dépendent des propriétés physico-chimiques superficielles des particules à concentrer. Mentionnons aussi que l'efficacité du procédé dépend du pH et du potentiel d'oxydoréduction de la pulpe.

#### **3.1.4.1 Les collecteurs**

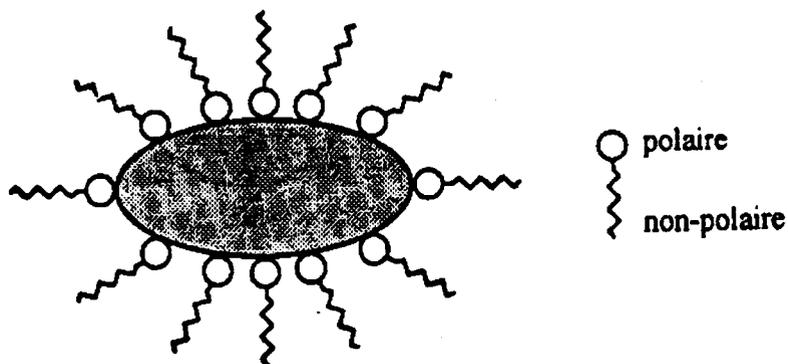
La plupart des substances qui peuvent être concentrées par flottation (minerais ou contaminants) sont classées comme étant polaires ou non polaires. Les substances non polaires sont généralement hydrophobes alors que les substances polaires sont plutôt hydrophiles. Bien qu'il soit possible de concentrer par flottation des substances naturellement hydrophobes sans l'aide d'agents chimiques, on a généralement recours à des tensioactifs afin d'améliorer la flottabilité d'un minerai ou d'un contaminant. Un tensioactif (ou collecteur) est une molécule organique qui s'adsorbe à la surface du minerai ou du contaminant et qui le rend hydrophobe, facilitant ainsi l'attachement à une bulle d'air. L'ajout d'un tensioactif permet donc d'augmenter l'hydrophobicité naturelle d'une substance non polaire ou de générer une hydrophobicité artificielle pour une substance polaire. Les tensioactifs peuvent être de nature ionique ou non. Ceux qui sont non ioniques sont très peu solubles dans l'eau et rendent le minerai ou le contaminant hydrophobe en formant un mince film à la surface de la particule solide. Les tensioactifs ioniques peuvent être qualifiés d'hétéropolaires; c'est-à-dire qu'ils comportent à la fois une partie polaire et une partie non polaire. La partie non polaire est généralement une

longue chaîne de carbone, ramifiée ou non, alors que la partie polaire peut être cationique ou anionique. Le schéma ci-dessous donne une vue d'ensemble de la classification des collecteurs utilisés en flottation. Le mode d'action des collecteurs est similaire à celui des



**Figure 3. Classification des collecteurs [Wills, 1992]**

savons. En effet, la partie polaire de la molécule s'adsorbe sur la surface de la particule et ainsi la partie non polaire forme une nouvelle surface à caractère fortement hydrophobe (Figure 4).

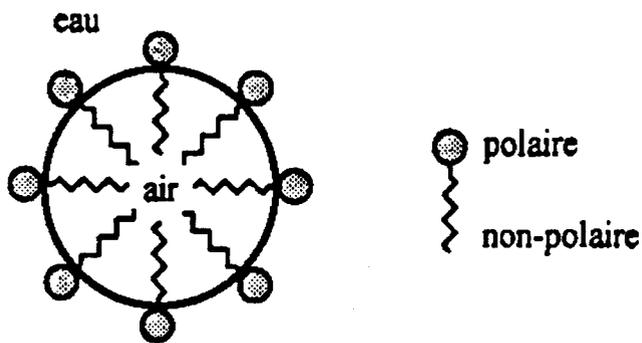


**Figure 4. Mode d'action d'un collecteur [Gosselin, Blackburn et Bergeron, 1997]**

La concentration du collecteur est un facteur très important pour l'efficacité du procédé. En effet, il est assez facile d'imaginer que si la concentration du tensioactif est trop faible, le caractère hydrophobe du minerai ne sera pas optimal. Toutefois, il ne faut pas penser qu'une augmentation infinie de la concentration d'un tensioactif contribue à augmenter sans cesse le caractère hydrophobe d'un minerai. En effet, il existe une concentration pour laquelle le caractère hydrophobe du minerai ou du contaminant est optimal et cette concentration correspond physiquement à la formation d'une monocouche de tensioactif sur l'ensemble de la surface du minerai à flotter. Si la concentration du collecteur est supérieure à ce qui vient d'être décrit, d'une part la sélectivité du procédé risquera d'être réduite car il y aura flottation d'autres types de minerais et d'autre part, l'hydrophobicité des particules diminuera car il y aura formation de multicouches à la surface des particules et celles-ci seront moins bien ordonnées et moins bien orientées qu'une monocouche.

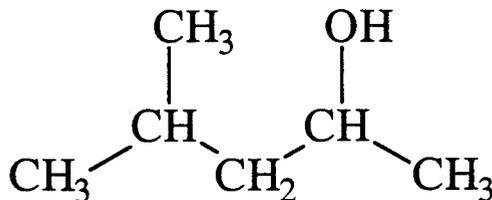
#### 3.1.4.2 Les moussants

Non seulement faut-il maximiser l'hydrophobicité du minerai ou du contaminant en ajoutant un collecteur, mais en plus il faut s'assurer de la stabilité de l'agrégat particule-bulle. Celle-ci dépend essentiellement de l'agent moussant. Chimiquement les moussants sont souvent similaires aux tensioactifs ioniques et certains tensioactifs sont de très puissants moussants et sont en fait trop puissants pour être utilisés comme moussant. En effet, un moussant doit avoir un pouvoir collecteur négligeable et doit rendre la mousse juste suffisamment stable pour que celle-ci puisse être isolée de la pulpe. Les moussants sont généralement des molécules organiques hétéropolaires qui abaissent la tension superficielle de la phase aqueuse et qui augmentent donc la stabilité et la durée de vie des bulles générées. Leur mode d'action est similaire aux collecteurs; c'est-à-dire que la partie polaire s'oriente vers l'eau alors que la partie non polaire s'oriente à l'intérieur des bulles d'air (Figure 5).



**Figure 5. Mode d'action d'un moussant [Gosselin, Blackburn et Bergeron, 1997]**

La plupart des agents moussants qui sont utilisés aujourd'hui sont des alcools, car ils n'ont pratiquement pas de propriétés de collecteur contrairement aux agents moussants ioniques. Une large gamme d'alcools synthétiques sont aujourd'hui disponibles. L'un des agents moussants le plus utilisé est le « methyl isobutyl carbinol » MIBC (Figure 6).



**Figure 6. Structure du MIBC**

### 3.1.4.3 Les régulateurs

Les régulateurs sont largement utilisés en flottation et servent principalement à modifier l'action du collecteur en augmentant ou en diminuant le caractère hydrophobe d'une surface solide. Ils se subdivisent en deux catégories : les activateurs et les dépresseurs. Les activateurs servent généralement à modifier la surface d'un minerai afin de rendre la surface de celui-ci plus accessible pour un collecteur. Ce sont généralement des sels solubles dans l'eau dont l'un des ions réagit avec la surface du minerai ou du

contaminant. Le sulfate de cuivre (II) et le sulfure de sodium sont deux activateurs couramment utilisés dans l'industrie.

Les dépresseurs servent principalement à augmenter la sélectivité du procédé en rendant hydrophiles certains minerais ou contaminants, réduisant ainsi leur flottation. Il existe plusieurs types de dépresseurs et leur mode d'action est encore aujourd'hui mal compris. Le cyanure de sodium est un dépresseur très utilisé dans l'industrie minéralurgique. Il a l'avantage d'être très sélectif et donc de laisser la surface du minerai à flotter libre pour l'activateur. Toutefois, il doit être utilisé avec précaution car il est très toxique et le contrôle du pH de la pulpe devient alors un élément critique. L'oxyde de soufre(IV) constitue un autre dépresseur largement utilisé. Enfin, certains réactifs organiques (starch, dextrin, tannin et quebracho) sont aussi utilisés comme dépresseur. Ils ne sont toutefois pas aussi sélectifs que les dépresseurs ioniques.

#### 3.1.4.4 Le pH

Dans le cadre des applications minéralurgiques, le pH de la pulpe est pratiquement toujours une variable importante dont il faut tenir compte et qu'il faut contrôler. En effet, il est important de réaliser que la sélectivité et l'efficacité d'une séparation par flottation dépendent dans une large mesure du pH de la pulpe puisque les différents agents chimiques (collecteurs, moussants et régulateurs) ont une efficacité variable selon le pH. Il faut donc non seulement s'assurer d'utiliser les bons agents chimiques à des concentrations adéquates, mais en plus il faut s'assurer que le pH soit contrôlé et qu'il permette ainsi une performance optimale du procédé. En fait, il existe un équilibre très fragile entre les concentrations des différents agents chimiques et le pH. Le plus souvent, la flottation se fait en milieu basique, car la plupart des collecteurs sont stables dans ces conditions et parce que cela minimise la corrosion des équipements. Les principaux produits utilisés afin de contrôler le pH sont la chaux hydratée, le carbonate de sodium et dans une moindre mesure l'hydroxyde de sodium et l'ammoniac.

### 3.1.4.5 Le potentiel Redox

Il a été montré que sous certaines conditions d'oxydoréduction, certains minéraux peuvent être flottés sans ajout de collecteur. En effet, d'après ces travaux, la plupart des sulfures peuvent être flottés sans collecteur si les conditions Redox de la pulpe sont oxydantes. Toutefois, il semble que l'importance et le rôle du potentiel Redox soient encore mal compris aujourd'hui et que son application à des matrices complexes (mélange de sulfures) soit encore très limitée.

### **3.1.5 Les principaux équipements de flottation [Gosselin, Blackburn et Bergeron, 1997]**

Il existe principalement deux types d'équipements de flottation : les appareils pneumatiques et les appareils mécaniques. Les cellules de flottation font partie des équipements mécaniques alors que les colonnes font partie des équipements pneumatiques.

#### 3.1.5.1 Les cellules de flottation

Les cellules sont essentiellement constituées d'un réservoir dans lequel il y a une turbine qui est entourée de chicanes dont un des rôles est d'assurer l'homogénéité de la pulpe (Figure 7). L'air provient de l'axe de la turbine et l'aération peut se faire de deux façons. Elle peut se faire de façon indépendante par la pression négative générée par la rotation très rapide de la turbine qui aspire l'air ou par l'injection d'air à l'aide d'une soufflante à faible pression. L'air est ainsi introduit dans le système et est dispersé sous forme de fines bulles grâce à l'action combinée de la turbine et des chicanes. Le diamètre des bulles est une caractéristique très importante car il définit la surface disponible pour l'adhésion des particules solides. En effet, pour un volume d'air égal, deux petites bulles offrent une surface supérieure à une grosse bulle. Mentionnons que dans une cellule, la taille des bulles ne peut être inférieure à 0,1 mm et la seule façon de modifier la taille des bulles est de changer la concentration du collecteur [Biswal et Bhaumik, 1992]. Le concentré, qui est constitué de mousse chargée de particules hydrophobes, est recueilli à

la surface de la cellule, généralement à l'aide d'un dispositif appelé écumeur. Pour les procédés en continu, le rejet est soutiré à la base de la cellule. Généralement, dans un procédé industriel, plusieurs cellules sont disposées en banc (en série) afin d'améliorer l'efficacité du procédé. La pulpe est ainsi introduite dans le premier réservoir où une fraction donnée des particules hydrophobes est recueillie dans le concentré. Ensuite, le rejet, encore relativement riche en particules hydrophobes, est introduit dans une deuxième cellule où une autre fraction des particules hydrophobes est recueillie. Le processus se répète ainsi jusqu'à ce que généralement il ne reste pratiquement plus de particules hydrophobes.

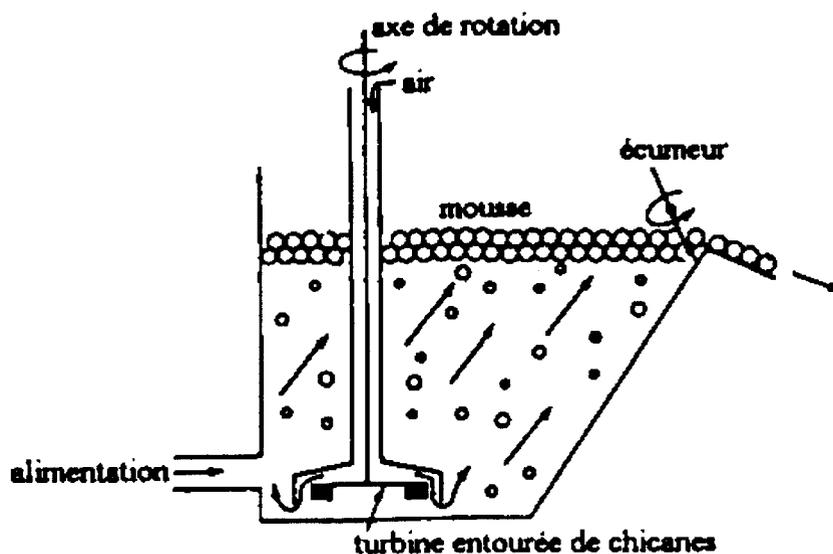


Figure 7. Cellule de Flottation [Gill,1991]

### 3.1.5.2 Les colonnes de flottation

Les colonnes constituent ce qu'il est convenu d'appeler les équipements pneumatiques de flottation. Ce sont des équipements relativement récents. En effet, le concept a été développé au Canada au début des années 1960 [Dobby et Finch, 1986]. Elles sont particulièrement efficaces pour traiter des particules fines.

Essentiellement, une colonne est constituée d'une longue section (circulaire ou carrée) relativement étroite (Figure 8). Typiquement, à l'échelle industrielle, les colonnes ont de 9 à 15 mètres de longueur et un diamètre de 0,5 à 3 mètres. Toutefois, en laboratoire, il est possible de construire des colonnes de façon artisanale ayant une longueur de 2 mètres seulement. L'air est introduit par la base et sa dispersion sous forme de fines bulles est assurée par un diffuseur. Dans une colonne, la taille des bulles peut atteindre un minimum de 0,01 mm et celle-ci peut être modifiée sans changer la concentration du collecteur (contrairement aux cellules). En effet, on peut changer la distribution de la taille des bulles en modifiant la pression du diffuseur. Ainsi, un maximum d'efficacité peut être obtenu en modifiant la distribution de la taille des bulles afin d'assurer une compatibilité optimale entre la taille des bulles et celle des particules. Notons que la principale raison pour laquelle la taille des bulles est plus petite dans une colonne que dans une cellule est que la configuration du dispositif permettant la formation des bulles est différente. En effet, la formation des bulles dans une colonne est assurée par un diffuseur de porosité variable et il est possible d'activer seulement certains pores en faisant varier la pression d'air alors que pour une cellule la formation des bulles est assurée par une pression négative générée grâce à l'action combinée de la turbine en rotation et des chicanes (pas de pore). Enfin, mentionnons aussi que contrairement aux cellules, la distribution de la taille des bulles dans une colonne est très étroite et la probabilité de détachement d'une particule d'après une bulle est relativement faible compte tenu du peu de turbulence du milieu [Biswal et Bhaumik, 1992].

Une colonne se divise essentiellement en trois zones : la zone de capture, la zone de lavage et la mousse. La zone inférieure ou zone de capture constitue les 2/3 du bas de la colonne et se caractérise par un mouvement à contre-courant entre les bulles et les particules qui assure une meilleure capture. Ainsi, les particules en mouvement descendant entrent en contact avec les bulles en mouvement ascendant et celles qui sont hydrophobes s'attachent aux bulles. Les bulles chargées continuent leur ascension vers le sommet de la colonne et entrent dans la zone de lavage. Celle-ci constitue le 1/3 du haut de la colonne et se caractérise par la présence d'un jet d'eau de lavage finement vaporisée. Le rôle de cette eau de lavage est essentiellement de réduire la flottation

parasitaire en retournant à la zone de capture des particules hydrophiles particulièrement fines qui auraient réussi à se rendre jusqu'à la partie supérieure de la colonne. La présence d'un jet d'eau de lavage contribue donc à réduire la capacité des colonnes en retournant une fraction des particules flottées dans la zone de capture. Toutefois, cela augmente d'autant leur efficacité [Finch et Dobby, 1990]. Enfin la troisième zone, d'une épaisseur moyenne de 2 à 5 cm, est la zone où se trouve la mousse. Celle-ci est recueillie par débordement au sommet de la colonne alors que le rejet est soutiré par pompage à la base. Mentionnons que le débit de soutirage est normalement légèrement supérieur au débit d'alimentation afin d'assurer un mouvement à contre-courant dans la partie inférieure de la colonne. En comparaison avec les cellules, les colonnes présentent deux principaux avantages. Premièrement, la flottation parasitaire est réduite par l'ajout d'eau de lavage et deuxièmement la hauteur relativement importante des colonnes augmente les probabilités de collisions entre les bulles et les particules.

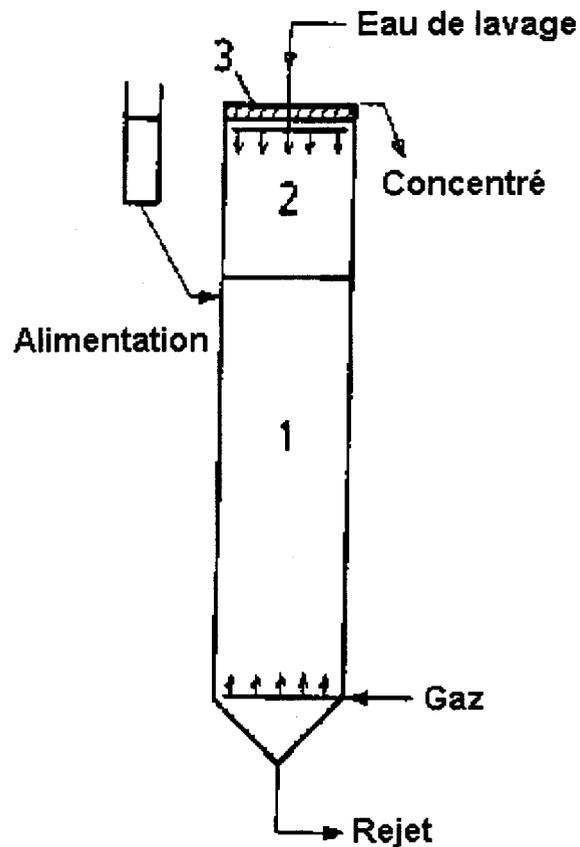


Figure 8. Colonne de flottation [Dobby et Finch, 1986]

## 3.2 La cinétique de flottation

### 3.2.1 Modèle cinétique

Bien que plusieurs modèles aient été proposés jusqu'à maintenant dans la littérature afin de décrire la cinétique de flottation en mode fournée dans les cellules [Mehrotra et Padmanabhan, 1990] [Fichera et Chudacek, 1992], il sera considéré ici que la flottation, comme cela est accepté de façon générale, obéit à une cinétique de premier ordre. Ainsi, puisque c'est un phénomène de premier ordre, la récupération  $R$  de toute substance  $i$   $R_i$  devrait obéir, en fonction du temps de flottation  $t$ , à l'équation suivante :

$$R_i = 1 - \exp(-k_i t) \quad (6)$$

où  $k_i$  est la constante cinétique ( $\text{temps}^{-1}$ ). Puisque la flottation des hydrocarbures pétroliers constitue l'essentiel de ce travail, notons que dorénavant, la récupération des hydrocarbures pétroliers sera représentée par le symbole suivant :  $R_{HC}$ . La récupération  $R_{HC}$  est calculée expérimentalement de la façon suivante :

$$R_{HC} = \frac{(M_c c_{HCc})}{(M_o c_{HC_o})} \quad (7)$$

où  $M_c$  est la masse du concentré sec,  $c_{HCc}$  est la concentration des hydrocarbures pétroliers dans le concentré,  $M_o$  est la masse de la matrice sèche avant toute flottation et  $c_{HC_o}$  est la concentration initiale en hydrocarbures pétroliers dans la matrice. La récupération exprime donc la fraction des hydrocarbures pétroliers dans le concentré par rapport à la quantité initiale d'hydrocarbures pétroliers dans la pulpe. La valeur limite maximale de la récupération est 1 (ou 100 %). Puisque la flottation de toute substance  $i$  obéit à une cinétique de premier ordre, un tracé de  $\ln(1 - R_i)$  en fonction du temps  $t$  devrait normalement donner une droite. Toutefois, cela est rarement le cas. Quelques hypothèses ont été proposées afin d'expliquer ce phénomène. Plusieurs chercheurs ont notamment proposé qu'il y a deux composantes à la flottation des particules : une rapide

et une lente. Cette hypothèse a toutefois été rejetée par Agar [Agar, 1985] qui, de son côté, propose qu'un tel phénomène est observé (non linéarité de  $\ln(1 - R_i)$  vs  $t$ ) puisque le modèle cinétique, tel que décrit par l'équation 6, assume que la récupération maximale est de 100 % (ou 1) alors que de façon pratique, il y a toujours une certaine fraction du matériel à flotter qui est irrécupérable (car confiné dans la gangue). Ainsi, une version modifiée de l'équation 6 qui tient compte du fait que la récupération maximale est inférieure à 100 % a été proposée :

$$R_{HC} = R_{HC_{\infty}} [1 - \exp(-k_{HC} t)] \quad (8)$$

où  $R_{HC_{\infty}}$  représente la récupération maximale qu'il est possible d'atteindre après un temps  $t$  infini (très long en pratique). Bien que satisfaisant, ce modèle néglige certaines subtilités de la cinétique de flottation en mode fournée. En effet, en mode fournée d'une part certaines des particules les plus hydrophobes s'attachent déjà aux bulles d'air présentes dans la pulpe durant la période de conditionnement. Considérant que le temps zéro est assigné au moment où l'air commence à être introduit dans la cellule, ce phénomène induit donc une correction positive par rapport au temps zéro. D'autre part, puisqu'il faut un certain temps avant qu'une mousse stable ne se forme après que l'air ait commencé à être introduit, cela induit une correction négative par rapport au temps zéro. Globalement, ces deux phénomènes s'additionnent et un facteur de correction pour le temps  $b$  pour la flottation en mode fournée est introduit dans l'équation 8 :

$$R_{HC} = R_{HC_{\infty}} [1 - \exp(-k_{HC} (t + b))] \quad (9)$$

Ainsi, le tracé de  $\ln[(R_{HC_{\infty}} - R_{HC})/R_{HC_{\infty}}]$  en fonction de  $(t + b)$  devrait générer une droite de pente  $-k_{HC}$ . Toutefois,  $R_{HC_{\infty}}$  et  $b$  sont inconnus et sont déterminés (ainsi que  $k_{HC}$ ) par la méthode des moindres carrés telle que proposée par Wills [Wills, 1992].

### 3.2.2 Optimisation du temps de flottation

De toutes les variables impliquées dans un procédé de flottation, le temps de flottation est probablement la variable la plus critique [Agar, Stratton-Crawley et Bruce, 1980]. Il convient donc d'optimiser le temps de flottation à partir de critères appropriés. Bien que les trois critères élaborés par Agar et son équipe dans la référence citée ci-dessus soient équivalents dans des circonstances idéales, le critère selon lequel le temps de flottation est optimal lorsque la différence entre la récupération des hydrocarbures pétroliers  $R_{HC}$  et celle de la gangue  $R_G$  est maximale est le plus approprié. Le développement mathématique présenté ci-dessous est tiré de Agar et al., 1980. Mentionnons que la gangue constitue, dans notre cas, toute matière de la matrice autre que les hydrocarbures pétroliers. La différence entre la récupération des hydrocarbures pétroliers et celle de la gangue  $\Delta$  se traduit mathématiquement par la relation suivante :

$$\Delta = R_{HC} - R_G \quad (10)$$

La substitution de  $R_{HC}$  et  $R_G$  par l'expression de la récupération telle que définie à l'équation 8 pour les hydrocarbures pétroliers et la gangue conduit à :

$$\Delta = R_{HC_{\infty}} [1 - \exp(-k_{HC} t)] - R_{G_{\infty}} [1 - \exp(-k_G t)] \quad (11)$$

Les deux membres de l'équation sont ensuite dérivés par rapport au temps  $t$  et le résultat est mis égal à zéro afin de maximiser cette différence :

$$\frac{\partial \Delta}{\partial t} = 0 = [R_{HC_{\infty}} k_{HC} \exp(-k_{HC} t)] - [R_{G_{\infty}} k_G \exp(-k_G t)] \quad (12)$$

$t$  est ensuite substitué par le temps optimal de flottation  $t_{opt}$  et extrait de l'équation 12 :

$$t_{opt} = \frac{\ln(R_{HC_{\infty}} k_{HC} / R_{G_{\infty}} k_G)}{k_{HC} - k_G} \quad (13)$$

Mentionnons que si la correction pour le temps  $b$  est considérée, l'équation 13 devient :

$$t_{\text{opt}} = \frac{\ln(R_{\text{HC}} k_{\text{HC}} / R_{\text{G}} k_{\text{G}}) - (k_{\text{HC}} b_{\text{HC}}) + (k_{\text{G}} b_{\text{G}})}{k_{\text{HC}} - k_{\text{G}}} \quad (14)$$

Enfin, notons qu'il est intéressant de constater le résultat suivant : *la différence maximale entre la récupération des hydrocarbures pétroliers et celle de la gangue correspond au moment où le taux de flottation de la gangue  $(\partial R/\partial t)_G$  devient égal au taux de flottation des hydrocarbures pétroliers  $(\partial R/\partial t)_{\text{HC}}$* . En effet, la dérivée par rapport au temps de l'équation 8 donne le résultat suivant :

$$\begin{aligned} \left( \frac{\partial R}{\partial t} \right)_i &= \frac{\partial}{\partial t} [-R_{i_{\infty}} \exp(-k_i t)] \\ &= R_{i_{\infty}} k_i \exp(-k_i t) \end{aligned} \quad (15)$$

Par comparaison avec l'équation 12, il devient alors évident que :

$$\frac{\partial \Delta}{\partial t} = 0 \quad \text{lorsque} \quad \left( \frac{\partial R}{\partial t} \right)_{\text{HC}} = \left( \frac{\partial R}{\partial t} \right)_G \quad (16)$$

### **3.2.3 Prédiction des performances en mode continu à partir de données en mode fournée**

La pertinence des essais de flottation en laboratoire en mode fournée dépend essentiellement de la capacité de ceux-ci afin de prédire les performances pour des circuits en continu. À cette fin, certaines modélisations ont été réalisées par différents groupes de recherches au cours des dernières décennies. Signalons en particulier un article paru en 1978 [Agar et Kipkie, 1978] où l'utilisation de «split factors» permet de prédire les performances d'un circuit de flottation en continu à partir de données en mode fournée. Dans le cadre de ce mémoire, un modèle de flottation, analogue à un réacteur chimique, tiré de Solid-Liquid separation [Gochin, 1990] sera utilisé et notons que celui-ci a été adapté à nos conditions particulières. Par rapport au modèle original [Gochin,

1990], la principale modification apportée est que la concentration en hydrocarbures pétroliers dans la cellule ne tend pas vers zéro après un temps très long mais plutôt vers une valeur non nulle et relativement importante par rapport à zéro  $c_{HC_{\infty}}$  (de l'ordre de quelques milliers de ppm dans notre cas). Cela est conforme avec le modèle cinétique présenté à la section précédente (voir équation 8). En effet, une certaine fraction des hydrocarbures est irrécupérable, même après un temps de flottation très long.

En assumant que le procédé de flottation en continu atteint l'état stationnaire, l'hydrodynamique impliquée peut être approximée en utilisant le concept de distribution du temps de résidence [Gochin, 1990]. Sur cette base, il est possible de poser qu'à l'état stationnaire, dans une cellule de volume  $V$  et de débit  $Q$ , la concentration des hydrocarbures pétroliers ( $c_{HCt}$ ) quittant la cellule peut être écrite comme étant :

$$c_{HCt} = \int_0^{\infty} c_{HCi} E(t) dt \quad (17)$$

où  $c_{HCt}$  est la concentration des hydrocarbures pétroliers dans la cellule au temps  $t$  en mode fournée et  $E(t)$  est la fonction de distribution du temps de résidence. Dans notre cas,  $c_{HCt}$  peut être modélisée par l'équation suivante :

$$c_{HCt} = c_{HC_{\infty}} + A \exp(-kt) \quad (18)$$

où  $c_{HC_{\infty}}$  est la concentration en hydrocarbures pétroliers dans la cellule après un temps très long et  $A$  est une constante. Quant à la fonction de distribution du temps de résidence  $E(t)$ , mentionnons que pour un système de flottation fortement turbulent assimilable à un mélange parfait [Fuerstenau, 1976], elle peut être écrite de la façon suivante :

$$E(t) = \frac{Q}{V} \exp\left(-\frac{Qt}{V}\right) = \frac{\exp\left(-\frac{t}{\bar{t}}\right)}{\bar{t}} \quad (19)$$

où  $\bar{t}$  est le temps de résidence moyen ( $\bar{t}=V/Q$ ). Ainsi, La substitution de  $c_{HCt}$  et  $E(t)$  des équations 18 et 19 dans l'équation 17 conduit à:

$$c_{HC_r} = \int_0^{\infty} [(c_{HC_{\infty}} + A \exp(-kt)) \frac{\exp\left(-\frac{t}{\bar{t}}\right)}{\bar{t}}] dt \quad (20)$$

Les deux termes de l'addition sont ensuite distribués et les constantes sont extraites de l'intégrale :

$$c_{HC_r} = \left( \frac{c_{HC_{\infty}}}{\bar{t}} \int_0^{\infty} \exp\left(-\frac{t}{\bar{t}}\right) dt \right) + \left( \frac{A}{\bar{t}} \int_0^{\infty} \exp(-kt) \exp\left(-\frac{t}{\bar{t}}\right) dt \right) \quad (21)$$

L'intégrale est ensuite réalisée entre les bornes :

$$c_{HC_r} = \frac{c_{HC_{\infty}}}{\bar{t}} (-\bar{t}) \exp\left(-\frac{t}{\bar{t}}\right) \Big|_0^{\infty} + \frac{A}{\bar{t}} \left( \frac{1}{-k-1/\bar{t}} \right) \exp((-k-1/\bar{t})t) \Big|_0^{\infty} \quad (22)$$

$$c_{HC_r} = c_{HC_{\infty}} + \frac{A}{\bar{t}} \left( \frac{1}{k+1/\bar{t}} \right) \quad (23)$$

En réarrangeant :

$$c_{HC_r} = c_{HC_{\infty}} + \left( \frac{A}{k\bar{t}+1} \right) \quad (24)$$

Puis, voici dans l'ordre le développement :

$$c_{HC_r} = \frac{[c_{HC_{\infty}}(k\bar{t}+1)] + A}{k\bar{t}+1} \quad (25)$$

$$c_{HC_r} = \frac{(c_{HC_{\infty}} k\bar{t}) + c_{HC_{\infty}} + A}{k\bar{t}+1} \quad (26)$$

Or, puisque (voir équation 18 et remplacer t par zéro):

$$c_{HC_0} = c_{HC_{\infty}} + A \quad (27)$$

Ainsi :

$$c_{HC_t} = \frac{(c_{HC_{\infty}} k\bar{t}) + c_{HC_0}}{k\bar{t} + 1} \quad (28)$$

Et en divisant les deux membres de l'équation 28 par  $c_{HC_0}$  :

$$\frac{c_{HC_t}}{c_{HC_0}} = \frac{(c_{HC_{\infty}} k\bar{t}) + c_{HC_0}}{c_{HC_0} (k\bar{t} + 1)} \quad (29)$$

Enfin, puisque que la récupération des hydrocarbures pétroliers en mode continu  $R_{HC_c}$  est égale à :

$$R_{HC_c} = \frac{c_{HC_0} - c_{HC_t}}{c_{HC_0}} \quad (30)$$

Cela implique que :

$$\begin{aligned} R_{HC_c} &= \frac{c_{HC_0} - c_{HC_t}}{c_{HC_0}} = 1 - \left( \frac{(c_{HC_{\infty}} k\bar{t}) + c_{HC_0}}{c_{HC_0} (k\bar{t} + 1)} \right) \quad (31) \\ &= \frac{(c_{HC_0} (k\bar{t} + 1)) - ((c_{HC_{\infty}} k\bar{t}) + c_{HC_0})}{c_{HC_0} (k\bar{t} + 1)} \\ &= \frac{(c_{HC_0} k\bar{t}) + c_{HC_0} - (c_{HC_{\infty}} k\bar{t}) - c_{HC_0}}{c_{HC_0} (k\bar{t} + 1)} \\ &= \frac{(c_{HC_0} k\bar{t}) - (c_{HC_{\infty}} k\bar{t})}{c_{HC_0} (k\bar{t} + 1)} \\ &= \frac{(c_{HC_0} k\bar{t}) - (c_{HC_{\infty}} k\bar{t})}{(c_{HC_0} k\bar{t}) + c_{HC_0}} \end{aligned}$$

Considérant qu'il est requis que la récupération des hydrocarbures pétroliers en mode continu  $R_{HCc}$  soit égale à la récupération des hydrocarbures pétroliers en mode fournée  $R_{HCf}$  et que la récupération des hydrocarbures pétroliers en mode fournée est donnée par l'approximation suivante\* :

$$R_{HCf} = R_{HC\infty} [1 - \exp(-kt)] \approx \frac{c_{HC_0} - c_{HC_f}}{c_{HC_0}} \quad (32)$$

\*Justification de l'approximation :

$$R_{HCf} = \frac{(M_c c_{HC_c})}{(M_o c_{HC_0})} \quad (33)$$

Or :

$$c_{HC_f} = \frac{(c_{HC_0} M_o) - (c_{HC_c} M_c)}{M_o - M_c} \quad (34)$$

Si la masse du concentré est négligeable par rapport à la masse initiale de la matrice solide; c'est-à-dire que  $M_o - M_c \approx M_o$ , cela implique que :

$$c_{HC_f} \approx \frac{(c_{HC_0} M_o) - (c_{HC_c} M_c)}{M_o} \quad (35)$$

$c_{HC_c}$  est ensuite isolé :

$$c_{HC_c} \approx \frac{M_o}{M_c} (c_{HC_0} - c_{HC_f}) \quad (36)$$

Puis substitué dans l'équation 33 :

$$\begin{aligned} R_{HCf} &\approx \frac{(M_c)}{(M_o c_{HC_0})} \frac{M_o}{M_c} (c_{HC_0} - c_{HC_f}) \\ &\approx \frac{c_{HC_0} - c_{HC_f}}{c_{HC_0}} \end{aligned} \quad (37)$$

Cela implique que :

$$R_{HC_f} = R_{HC_\infty} [1 - \exp(-kt)] = \frac{(c_{HC_0} k\bar{t}) - (c_{HC_\infty} k\bar{t})}{(c_{HC_0} k\bar{t}) + c_{HC_0}} \quad (38)$$

Ainsi il devient possible d'évaluer le temps de résidence moyen nécessaire afin d'atteindre une récupération donnée:

$$\begin{aligned} c_{HC_0} k\bar{t}R_{HC_f} + c_{HC_0} R_{HC_f} &= (c_{HC_0} k\bar{t}) - (c_{HC_\infty} k\bar{t}) \\ c_{HC_0} R_{HC_f} &= (c_{HC_0} k\bar{t}) - (c_{HC_\infty} k\bar{t}) - c_{HC_0} k\bar{t}R_{HC_f} \\ c_{HC_0} R_{HC_f} &= k\bar{t}[c_{HC_0} - c_{HC_\infty} - c_{HC_0} R_{HC_f}] \end{aligned}$$

$$\bar{t} = \frac{c_{HC_0} R_{HC_f}}{k[c_{HC_0} - c_{HC_\infty} - c_{HC_0} R_{HC_f}]} \quad (39)$$

De plus, en fonction de la récupération désirée il est possible d'évaluer l'évolution du rapport  $\bar{t}/t$  en divisant les deux termes de l'équation précédente par le temps de flottation en mode fournée  $t$  nécessaire pour atteindre la récupération désirée et en substituant  $R_{HCf}$  par l'équation 32. Ainsi :

$$\frac{\bar{t}}{t} = \frac{c_{HC_0} R_{HC_\infty} [1 - \exp(-kt)]}{kt[c_{HC_0} - c_{HC_\infty} - c_{HC_0} R_{HC_\infty} (1 - \exp(-kt))]} \quad (40)$$

À partir de ce résultat, il devient aussi possible d'évaluer le débit requis  $Q$  dans une cellule de volume  $V$  pour atteindre en mode continu une récupération donnée car :

$$\bar{t} = V/Q \quad (41)$$

### **3.3 Traitement statistique des données expérimentales**

#### ***3.3.1 Origine et pertinence***

Le traitement statistique des données expérimentales est devenu aujourd'hui une science à part entière. En effet, la compétition internationale toujours plus féroce oblige aujourd'hui les différent(e)s professionnel(le)s impliqué(e)s dans l'industrie manufacturière en particulier à adopter des stratégies puissantes et appropriées afin d'optimiser la qualité des produits tout en minimisant les coûts de production. Or, la complexité de cet objectif est énorme puisque la qualité finale d'un produit  $x$  dépend de plusieurs variables pour lesquelles il est possible de fixer un nombre quasi infini de valeurs ou niveaux. Mentionnons que dans notre cas le produit  $x$  constitue en fait une matrice décontaminée. Ainsi, la recherche des conditions optimales parmi un nombre quasi infini de combinaisons de variables et de niveaux peut sembler extrêmement ardue, voire même impossible. L'utilisation de méthodes telles « best guess » ou « one-factor-at-the-time » (lire respectivement « au hasard » ou « en changeant une variable à la fois ») constituent effectivement des façons de faire simplistes qui échoueront presque assurément dans la recherche des conditions optimales pour la production d'un produit  $x$ . Il convient ainsi de développer des méthodes de traitement des données expérimentales qui soient robustes et qui puissent prédire, pour un nombre relativement restreint d'expériences, les conditions optimales pour la production d'un produit  $x$ . C'est cette nécessité qui a poussé les chercheurs à développer des méthodes statistiques puissantes et robustes au cours des dernières décennies. La méthode de Taguchi constitue en ce sens une percée très intéressante bien qu'elle soit aussi critiquée [Montgomery, 1997].

#### ***3.3.2 Méthode de Taguchi***

La méthode de Taguchi [Taguchi, 1988] consiste essentiellement à bâtir une matrice orthogonale appropriée en fonction du nombre de variables et du nombre de niveaux par variable à tester. Le principal avantage qu'elle offre est qu'elle

permet d'identifier les conditions optimales avec un nombre assez restreint d'expériences. Puisque dans notre cas l'effet de six variables différentes prises chacune à deux niveaux distincts a été étudié à travers huit expériences, le reste de l'exposé sera présenté en fonction d'une telle matrice; c'est-à-dire une matrice  $L_8(2^6)$ . La figure 9 illustre une telle matrice où les expériences sont numérotées de 1 à 8.

<b>exp.</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>	<b>F</b>
1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2
4	1	2	2	2	2	1
5	2	1	2	1	2	1
6	2	1	2	2	1	2
7	2	2	1	1	2	2
8	2	2	1	2	1	1

**Figure 9. Matrice orthogonale  $L_8(2^6)$**

Les variables sont représentées par les lettres A à F et les deux niveaux considérés pour chacune des variables représentés par les chiffres 1 et 2. Notons qu'une matrice est dite orthogonale si les colonnes, prises deux à deux, sont constituées des niveaux 1 et 2 et si les quatre combinaisons possibles (soit (1,1), (1, 2), (2, 2) et (2, 1)) apparaissent à la même fréquence (deux dans ce cas-ci). À partir des résultats des huit expériences, il convient ensuite, en appliquant la méthode de Taguchi, d'évaluer l'importance de chacune des variables sur la qualité de la matrice décontaminée, de déterminer les conditions optimales et de prédire la qualité approximative de la matrice décontaminée dans les conditions optimales. Dans notre cas, la qualité de la matrice décontaminée peut se mesurer selon deux paramètres : le coefficient d'enlèvement qui mesure la fraction des hydrocarbures qui sont retirés de la matrice contaminée ou le coefficient d'efficacité qui mesure l'efficacité à obtenir un pourcentage massique élevé dans le rejet tout en minimisant l'importance du contaminant dans ce même rejet. Le coefficient d'enlèvement est défini de la façon suivante :

$$\text{coefficient d'enlèvement} = \left[ 1 - \left( \frac{c_{\text{HC}_r}}{c_{\text{HC}_o}} \right) \right] 100 \quad (42)$$

où  $c_{\text{HC}_r}$  et  $c_{\text{HC}_o}$  sont respectivement les concentrations en hydrocarbures pétroliers dans le rejet et l'alimentation. Quant au coefficient d'efficacité, il est défini comme ceci :

$$\text{coefficient d'efficacité} = \left[ \frac{M_r}{M_o} - \left( \frac{c_{\text{HC}_r} (M_r / M_o)}{c_{\text{HC}_o}} \right) \right] 100 \quad (43)$$

où  $M_r$  et  $M_o$  sont respectivement la masse du rejet et de la matrice initiale avant toute flottation.

### 3.3.2.1 Évaluation de la contribution de chacune des variables sur la performance globale

Considérons la matrice présentée à la figure 9 pour laquelle a été obtenu pour chacune des huit expériences un coefficient d'enlèvement donné  $c_{\text{enl}_i}$  où  $i$  varie de 1 à 8. De plus, notons que la moyenne de ces huit coefficients vaut  $\bar{c}_{\text{enl}}$ . Il convient tout d'abord de calculer la variation totale des données  $S_T$  avec l'équation suivante :

$$S_T = \sum_{i=1}^8 (c_{\text{enl}_i} - \bar{c}_{\text{enl}})^2 \quad (f_T = 7) \quad (44)$$

où  $f_T$  est le nombre de degrés de liberté défini ici comme étant le nombre d'expériences réalisées moins 1. Notons que si les variables considérées n'ont pas d'effet sur le coefficient d'enlèvement,  $S_T$  devrait tendre vers zéro. Ainsi, la grandeur de  $S_T$  donne un indice de l'influence globale des différentes variables sur la qualité de la matrice décontaminée (en considérant que  $S_e$  est petit, voir équation 46). Ensuite, il convient de mesurer l'effet propre à chacune des variables. Considérons par exemple la variable A telle que montrée dans la matrice de la figure 9. Cette variable a été étudiée à deux niveaux : au niveau 1 pour les expériences 1 à 4 et au niveau 2 pour les expériences 5 à 8. La variation totale de A  $S_A$  ou l'effet de A se calcule de la façon suivante :

$$S_A = \frac{1}{4} \left[ \left( \sum_{i=1}^4 c_{ent_i} - \bar{c}_{ent} \right)^2 + \left( \sum_{i=5}^8 c_{ent_i} - \bar{c}_{ent} \right)^2 \right] \quad (f_A = 1) \quad (45)$$

où le nombre 4 indique le nombre d'expériences qui ont été réalisées à chacun des niveaux et où le nombre de degrés de liberté  $f_A$  est égal au nombre de niveaux moins 1. Notons encore une fois que si la variable A n'a pas d'effet sur la qualité de la matrice décontaminée,  $S_A$  devrait tendre vers zéro alors que  $S_A$  sera d'autant plus grand que la variable a un impact important. Ainsi, l'effet de chacune des variables (de A à F) est calculé. Il convient ensuite de quantifier les effets de toutes les autres variables non considérées ainsi que ceux des interactions entre variables. À cette fin, la variation d'erreur  $S_e$  est calculée :

$$S_e = S_T - \sum_{i=A}^F S_i \quad (f_e = 1) \quad (46)$$

où le nombre de degrés de liberté  $f_e$  est égal au nombre de degrés de liberté de  $S_T$  (7) moins la somme des degrés de liberté de chacun des  $S_i$  ( $1+1+1+1+1+1 = 6$ ). La variance d'erreur  $V_e$  est ensuite calculée en divisant  $S_e$  par son nombre de degrés de liberté. Ainsi, dans ce cas-ci,  $S_e = V_e$ . Il convient ensuite d'estimer la variation nette ou l'impact réel de la variable A  $S_A'$  de la façon suivante :

$$S_A' = S_A - (f_A V_e) \quad (47)$$

L'impact réel de chacune des autres variables est ensuite calculé de façon identique. Ensuite, l'importance de la contribution réelle des variables autres que les variables A à F  $S_e'$  est calculée comme ceci :

$$S_e' = S_T - \sum_{i=A}^F S_i' \quad (48)$$

Enfin, il est possible d'évaluer l'impact de la variable A sur la variation du coefficient d'enlèvement de la façon suivante :

$$\rho_A = \frac{S_A'}{S_T} \quad (49)$$

L'impact des variables B à F et de l'erreur; c'est-à-dire des variables non considérées ici est calculé de la même façon.

### 3.3.2.2 Estimation de l'effet factoriel et détermination des conditions optimales

L'estimation de l'effet factoriel de la variable A par exemple consiste à mesurer d'une part le coefficient d'enlèvement moyen lorsque la variable A est maintenue au niveau 1  $\bar{A}_1$  et d'autre part le coefficient d'enlèvement moyen lorsque la variable A est maintenue au niveau 2  $\bar{A}_2$ . Par exemple,  $\bar{A}_1$  se calcule de la façon suivante :

$$\bar{A}_1 = \bar{c}_{ent} + \left( \frac{\sum_{i=1}^4 (c_{ent_i} - \bar{c}_{ent})}{4} \right) \quad (50)$$

où 4 est le nombre d'expériences réalisées à chaque niveau.  $\bar{A}_2$  se calcule de la même façon en considérant toutefois les coefficients d'enlèvement pour les expériences 5 à 8. Cela est ensuite répété pour les cinq autres variables ce qui permet ainsi de déterminer les conditions optimales. En effet, il est ainsi possible d'identifier pour quel niveau, 1 ou 2, chacune des variables permet d'avoir un meilleur coefficient d'enlèvement. Il est à noter qu'une incertitude est associée à chacune des valeurs calculées selon l'équation 50 ( $\bar{A}_1, \bar{A}_2, \bar{B}_1, \dots, \bar{F}_2$ ) mais ces détails ne seront pas considérés dans le cadre de ce travail. De toute façon, même si l'incertitude associée est souvent grande et qu'il serait bon d'évaluer le changement minimal qui soit significatif en relation avec l'incertitude associée, il demeure que la mesure de l'effet factoriel indique une tendance et que la validité de celle-ci est le plus souvent vérifiée comme le démontre les résultats expérimentaux.

### 3.3.2.3 Prédiction des performances dans les conditions optimales

Enfin, il apparaît intéressant de prédire approximativement ce que vaudra le coefficient d'enlèvement dans les conditions optimales  $\hat{c}_{enl}$ . Supposons que les conditions optimales sont les suivantes : le niveau 1 pour les variables A à C et le niveau 2 pour les variables D à F. Ainsi, le coefficient d'enlèvement approximatif dans les conditions optimales  $\hat{c}_{enl}$  se calculerait de la façon suivante :

$$\hat{c}_{enl} = \bar{c}_{enl} + \left( \sum_{i=A}^C (\bar{i}_1 - \bar{c}_{enl}) \right) + \left( \sum_{i=D}^F (\bar{i}_2 - \bar{c}_{enl}) \right) = \sum_{i=A}^C \bar{i}_1 + \sum_{i=D}^F \bar{i}_2 - (5\bar{c}_{enl}) \quad (51)$$

Enfin, notons que de la même façon qu'à la section précédente, une incertitude est associée à cette valeur. Toutefois, cela ne sera pas discuté ici puisque la configuration de notre matrice réduit considérablement le nombre de degrés de liberté, ce qui gonfle indûment l'incertitude calculée. En effet, le calcul de l'incertitude fait intervenir une valeur numérique provenant d'une table de distribution (Table F) et définie par le nombre de degrés de liberté pour la matrice considérée.

## Chapitre 4. Essais en colonne

### 4.1 Choix des variables et des niveaux à étudier

Le nombre de variables impliquées dans un processus de flottation est très grand. En effet, il est possible d'identifier plusieurs dizaines de variables dont le pourcentage massique des solides de la pulpe (% m/m), le temps de conditionnement, le temps de résidence de la pulpe, le débit d'air, le débit d'eau de lavage, le choix et les concentrations des divers agents chimiques, etc. De plus, il y a de nombreuses interactions entre les diverses variables et celles-ci sont mal connues [Crozier, 1992]. Ainsi, dans le cadre d'une étude relativement courte, il convient de limiter le nombre de variables à étudier et de les choisir soigneusement. Il faut aussi s'assurer de pouvoir identifier rapidement et correctement les conditions optimales. À cette fin, la méthode «one-factor-at-the-time» est à proscrire bien qu'elle soit encore couramment utilisée. En effet, puisque les variables ne sont pas complètement indépendantes les unes des autres, il est dangereux d'étudier l'effet d'une variable en maintenant toutes les autres constantes, car la valeur optimale ainsi trouvée peut être fonction de la valeur imposée aux autres variables maintenues constantes. Les conditions optimales déterminées de cette façon risquent donc de ne pas être les véritables conditions optimales. C'est la raison pour laquelle la méthode de Taguchi a été utilisée (voir section 3.3) afin d'effectuer une étude appropriée. Le choix des variables et des niveaux à étudier a été fait en fonction d'expériences antérieures qui ont été réalisées au laboratoire [Bergeron et al., 1997] et des données de la littérature [Clifford, 1993] [Somasundaran et al., 1997] [Chou et al., 1998]. Notons que seulement deux niveaux par variable ont été étudiés, car même si cela ne permet de détecter que des tendances [Crozier, 1992], il a été jugé que cela était suffisant. De plus, l'étude de six variables à plus de deux niveaux imposait un trop grand nombre d'expériences d'un point de vue pratique. Ainsi, l'effet des six variables suivantes à deux niveaux distincts a été évalué sur l'efficacité du procédé et l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers par flottation en colonne : pourcentage des solides de la pulpe sur une base massique (% m/m), temps de conditionnement ( $t_{\text{cond}}$ ), débit d'eau de lavage, débit d'air, temps de résidence de la pulpe ( $t_{\text{résidence}}$ ) et ajout ou non de MIBC

(agent moussant). Notons que le choix des variables à étudier a été fait en fonction des travaux antérieurs réalisés par notre groupe ainsi que ceux réalisés par les autres groupes de chercheurs. En fonction des valeurs choisies pour chacun des deux niveaux pour les six variables, la matrice orthogonale telle qu'illustrée au tableau 1 a été construite.

**Tableau 1. Matrice orthogonale des six variables étudiées à deux niveaux distincts sur la flottation en colonne des hydrocarbures pétroliers dans des sédiments portuaires**

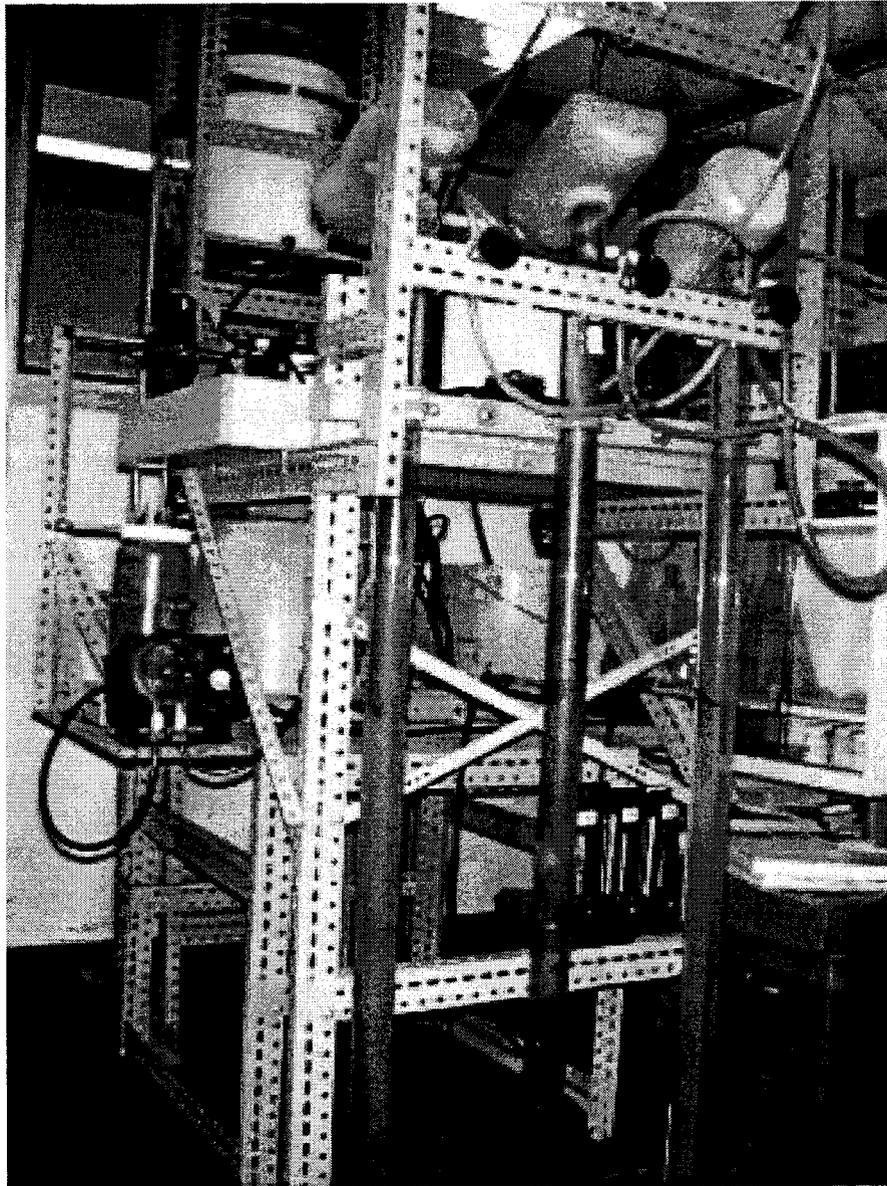
Expérience no.	% m/m pulpe	t <sub>cond.</sub> (min)	débit eau de lavage (ml/min)	débit d'air (ml/min)	t <sub>résidence</sub> (min)	MIBC (ppm)
22	11,7	3	50	400	8	0
23	11,7	3	50	800	16	15
24	11,7	10	100	400	8	15
25	11,7	10	100	800	16	0
26	21,7	3	100	400	16	0
27	21,7	3	100	800	8	15
28	21,7	10	50	400	16	15
29	21,7	10	50	800	8	0

## 4.2 Description du montage et d'un essai

### 4.2.1 Description du montage

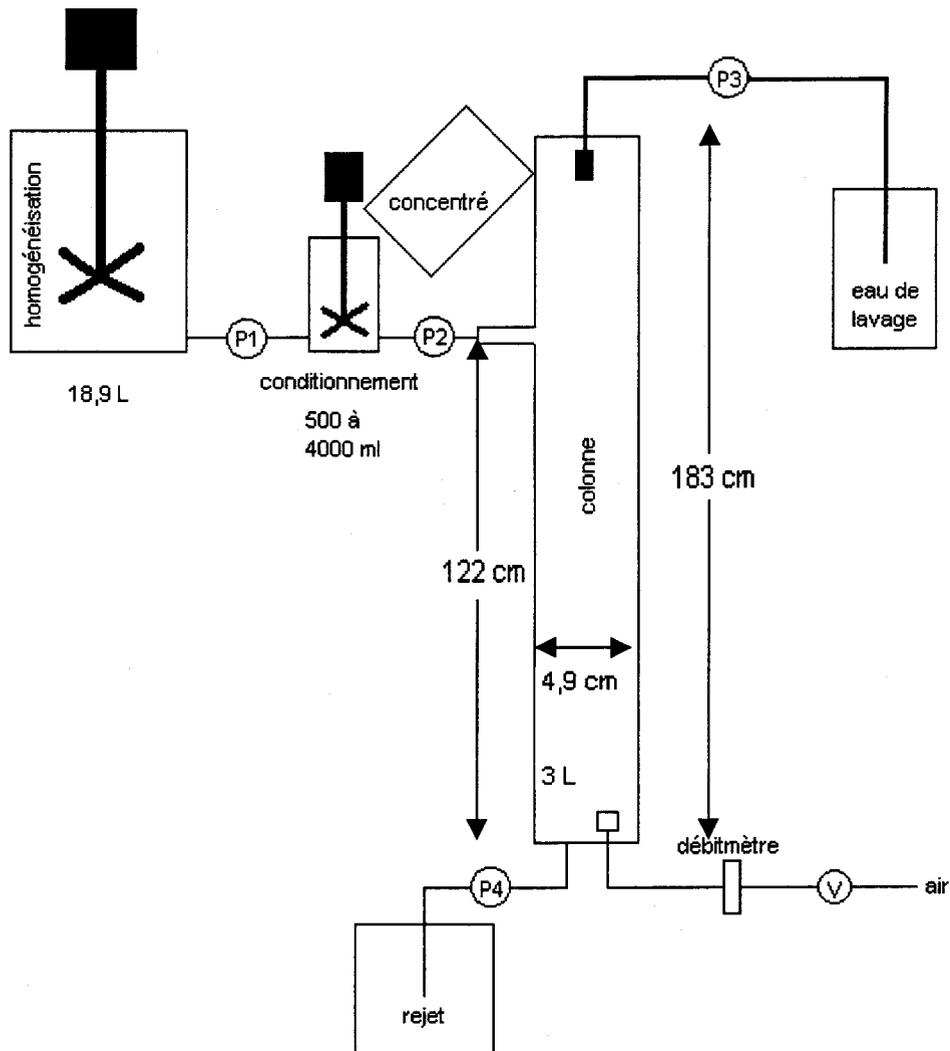
Le montage a été réalisé de façon artisanale au laboratoire. Celui-ci se compose principalement des éléments suivants : un réservoir d'homogénéisation, un réservoir de conditionnement, une colonne, une entrée d'air régulée par une valve et un débitmètre ainsi qu'un réservoir d'eau de lavage. Notons que le concentré est recueilli au sommet de la colonne alors que le rejet est soutiré à la base de la colonne. Le déplacement des liquides (eau de lavage + pulpe) dans le montage est assuré par un système de quatre

pompes péristaltiques. Une photo et un schéma illustrant le montage en entier sont présentés aux figures 10 et 11 respectivement.



← 30 cm →

**Figure 10. Montage de flottation en colonne**



**Figure 11. Schéma du montage de flottation en colonne**

Le réservoir d'homogénéisation, d'une capacité de 18,9 litres, sous agitation constante, permet essentiellement d'éviter que les solides de la pulpe ne se déposent au fond du réservoir. Ainsi, par le biais de la pompe P1, une pulpe relativement homogène arrive au réservoir de conditionnement. Celui-ci, d'une capacité de 500 à 4000 ml selon

le temps de conditionnement désiré, permet une agitation un peu plus vigoureuse à notre avis que le réservoir d'homogénéisation.

La colonne, entièrement réalisée en verre afin de voir ce qui se passe à l'intérieur, a une capacité d'un peu plus de 3 L (183 cm de hauteur par 4,9 cm de diamètre). Par le biais de la pompe P2, la pulpe est introduite dans la colonne au deux tiers de sa hauteur; soit à 122 cm de sa base délimitant ainsi la zone de lavage et la zone de capture. Le rejet est soutiré à la base dans une chaudière à l'aide de la pompe P4 alors que le concentré, sous forme de mousse, est recueilli au sommet de la colonne à un débit le plus constant possible. L'eau de lavage, dont le débit est régulé à l'aide de la pompe P3, est introduite au niveau de la mousse. L'air est introduit à la base de la colonne sous forme de fines bulles. La formation de ces bulles est assurée par un distributeur de bulles d'air en verre fritté et le débit d'air est contrôlé par un débitmètre et la valve V. Il a été observé que les bulles d'air avaient un diamètre inférieur à 1 mm à la sortie du distributeur. Enfin, notons que les pompes péristaltiques, au nombre de quatre, ont une capacité maximale de 450 ml/min.

#### **4.2.2 Description d'un essai**

Tout d'abord, mentionnons qu'une quantité importante de sédiments (entre 80 et 100 L) a été tamisée (tamis 10 mesh ou 1,7 mm) et homogénéisée afin d'éliminer les particules trop grosses et d'avoir du matériel homogène pour les essais en colonne et en cellule (voir Annexe I). Ainsi, la première étape d'une expérience consistait à ajouter un volume donné d'eau à une masse précise de sédiments humides afin d'obtenir une pulpe ayant un pourcentage massique donné (% m/m). Ensuite, le MIBC était ajouté et la pulpe était agitée pour une période de trente minutes afin de défaire les agglomérations notamment. La pulpe était ensuite transférée au réservoir d'homogénéisation et agitée pour un autre cinq minutes supplémentaires avant d'être introduite dans le réservoir de conditionnement. Tout en poursuivant l'agitation dans le réservoir d'homogénéisation, la pulpe était donc ensuite introduite dans le réservoir de conditionnement par la mise sous tension de la pompe P1. Le réservoir de conditionnement était ensuite rempli jusqu'à un

volume défini en fonction du débit des pompes P1 et P2 et du temps de conditionnement désiré et les pompes P2 et P3 étaient à leur tour mises sous tension simultanément. Notons qu'à ce moment-là l'air circulait déjà dans la colonne à un débit donné. La colonne se remplissait ainsi et la pompe P4 était mise sous tension lorsque la colonne était remplie à pleine capacité. Bien que certains auteurs [Finch et Dobby, 1990] suggèrent de laisser passer de 9 à 12 L de pulpe (c'est-à-dire de 3 à 4 fois le volume de la colonne) avant de commencer à recueillir celle-ci pour l'expérience afin d'atteindre un état stationnaire, notons que, pour des considérations pratiques, seulement 3 L de pulpe ont circulé dans la colonne, soit une fois le volume de la colonne, avant de débiter l'expérience. Ainsi, l'expérience débutait lorsqu'en fonction du débit des pompes P2 et P3 et du temps, 3 litres de pulpe avaient circulé dans la colonne après la mise sous tension de la pompe P4. La pulpe était ensuite recueillie pour une durée d'un temps de résidence; soit 8 ou 16 minutes selon les expériences. Ainsi, environ 3 litres de pulpe (concentré + rejet) étaient recueillis. Le concentré et le rejet étaient ensuite centrifugés séparément afin de ne conserver que le solide. Ainsi, l'eau était rejetée sans plus de traitement. Notons que les résultats d'analyse sur ces eaux réalisés dans le cadre du projet initial [Bergeron et al., 1997] montrent que celles-ci sont très peu contaminées et peuvent ainsi être rejetées directement à l'égout pluvial. Le concentré et le rejet étaient ensuite séchés à 65 °C (12 heures environ) pour les analyses chimiques. Notons que dans le cadre d'une expérience multi-étapes (deux colonnes), le déroulement de l'expérience était le même sauf que le rejet de la première colonne constituait l'alimentation de la deuxième.

#### 4.2.2.1 Contrôle de la qualité des expériences et des analyses chimiques

Afin de s'assurer de la qualité constante des expériences, certains paramètres ont été mesurés. Ainsi, le débit de chacune de pompe a été vérifié après chaque expérience pour détecter toute variation importante durant l'expérience. De plus, trois bilans étaient effectués pour chaque expérience : un bilan de volume juste après l'expérience, un bilan de masse après le séchage du rejet et du concentré et un bilan d'hydrocarbures pétroliers après les analyses chimiques. Enfin, dans le cadre des analyses chimiques, certains

paramètres analytiques tels les blancs de méthode et de justesse, la justesse de la méthode et la récupération ont été évalués. Les données relatives au contrôle de la qualité se retrouvent à l'annexe II.

### 4.3 Résultats préliminaires

Notons tout d'abord que l'analyse des résultats des sections 4.3 à 4.6 se retrouve à la section 4.7.

#### 4.3.1 Résultats des huit essais de flottation en colonne

Voici présentés dans le tableau 2 les résultats bruts des huit expériences de flottation en colonne de sédiments contaminés par des hydrocarbures pétroliers. Notons que les coefficients d'efficacité  $c_{eff}$  et d'enlèvement  $c_{enl}$  ont été définis à la section 3.3 et qu'ils ont été obtenus à partir des analyses chimiques faites en duplicata.

**Tableau 2. Coefficient d'enlèvement  $c_{enl}$  et coefficient d'efficacité  $c_{eff}$  des huit expériences de flottation en colonne et conditions expérimentales**

Expérience no.	% m/m pulpe	$t_{cond.}$ (min)	débit eau de lavage (ml/min)	débit d'air (ml/min)	$t_{résidence}$ (min)	MIBC (ppm)	$c_{enl}$ (%)	$c_{eff}$ (%)
22	11,7	3	50	400	8	0	52,9	33,8
23	11,7	3	50	800	16	15	68,7	43,9
24	11,7	10	100	400	8	15	47,2	28,5
25	11,7	10	100	800	16	0	0,0	0,0
26	21,7	3	100	400	16	0	54,3	37,1
27	21,7	3	100	800	8	15	73,1	52,5
28	21,7	10	50	400	16	15	59,2	39,1
29	21,7	10	50	800	8	0	71,5	51,2

Le tableau 3 contient les données relatives aux teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, le concentré et le rejet alors que le tableau 4 présente les

masses relatives du concentré et du rejet par rapport à la masse de l'alimentation corrigée en fonction du bilan de masse. Notons que cela signifie de considérer que la masse de l'alimentation est égale à la masse du concentré plus la masse du rejet.

**Tableau 3. Teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, dans le concentré et dans le rejet pour chacune des huit expériences de flottation en colonne**

<b>Expérience no.</b>	<b>Teneur alimentation (ppm)</b>	<b>Teneur concentré (ppm)</b>	<b>Teneur rejet (ppm)</b>
22	11300	54900	5300
23	14000	107300	4400
24	15300	61600	8000
25	14400	29900	15900
26	12700	63400	5800
27	13800	<b>110900</b>	<b>3700</b>
28	14900	107300	6100
29	16000	88100	4600

**Tableau 4. Masses relatives (%) du rejet et du concentré de chacune des expériences de flottation des hydrocarbures pétroliers en colonne**

<b>Expérience no.</b>	<b>Masse relative du concentré (%)</b>	<b>Masse relative du rejet (%)</b>
22	6,5	93,5
23	9,5	90,5
24	6,4	93,6
25	8,6	91,4
26	7,1	92,9
27	5,2	94,8
28	8,1	91,9
29	7,1	92,9

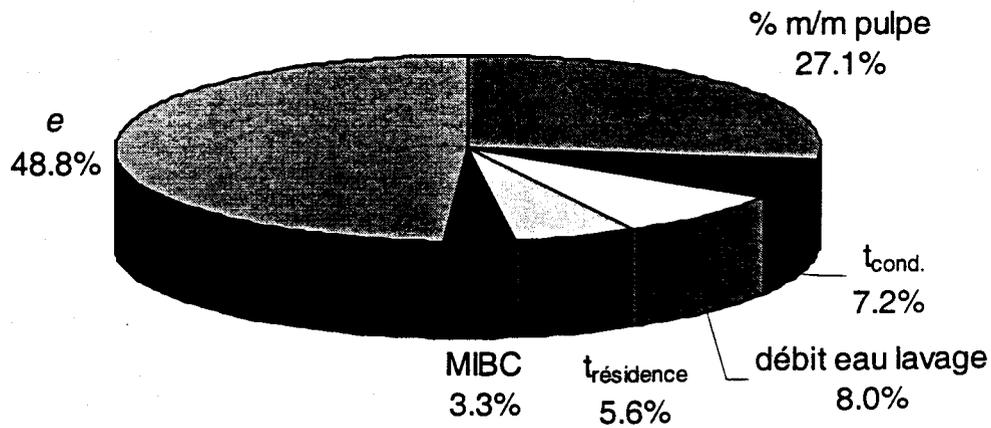
### 4.3.2 Évaluation de la contribution de chacune des variables sur les coefficients d'efficacité et d'enlèvement

#### 4.3.2.1 Évaluation de la contribution de chacune des variables sur le coefficient d'efficacité

La détermination de la variation de chacune des variables étudiées ainsi que l'analyse de variance complète sont présentées au tableau 5. La contribution de chacune des variables sur la variation du coefficient d'efficacité tel que défini à l'équation 43 est illustrée à la figure 12. Rappelons que le terme  $e$  représente la contribution des variables non considérées ainsi que les interactions entre variables. Les définitions de chacun des termes du tableau 5 se retrouvent à la section 3.3.

**Tableau 5. Analyse de variance de différentes variables sur le coefficient d'efficacité de la flottation en colonne des hydrocarbures pétroliers**

Variable	Degrés de liberté $f$	Variation $S$	Variation nette $S'$	Contribution $\rho$ (%)
% m/m pulpe	1	679,0	523,4	27,1
$t_{\text{cond.}}$	1	294,0	138,5	7,2
débit eau lavage	1	311,3	155,7	8,0
débit d'air	1	10,4	0,0	0,0
$t_{\text{résidence}}$	1	263,4	107,8	5,6
MIBC	1	219,5	63,9	3,3
$e$	1	155,6	943,9	48,8
<b>Total</b>	<b>7</b>	<b>1933,2</b>	<b>1933,2</b>	<b>100,0</b>



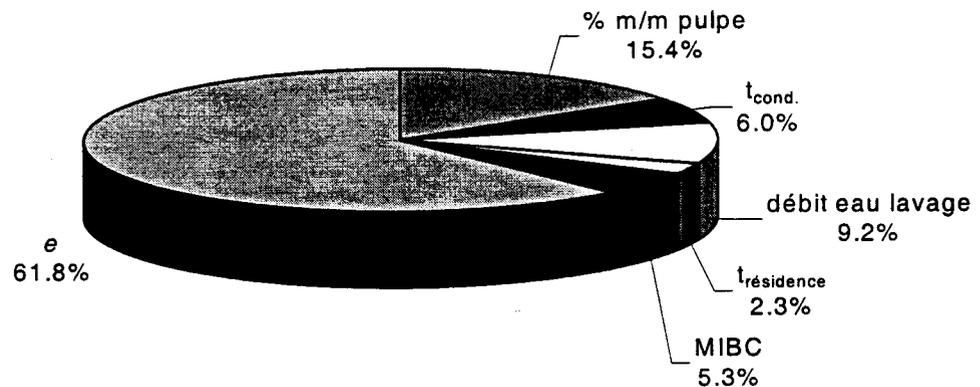
**Figure 12. Contribution de chacune des variables étudiées sur le coefficient d'efficacité de flottation des hydrocarbures pétroliers en colonne**

#### 4.3.2.2 Évaluation de la contribution de chacune des variables sur le coefficient d'enlèvement

La détermination de la variation de chacune des variables étudiées ainsi que l'analyse de variance complète sont présentées au tableau 6. La contribution de chacune des variables sur la variation du coefficient d'enlèvement tel que défini à l'équation 42 est illustrée à la figure 13. De la même façon que pour le coefficient d'efficacité, notons que le terme  $e$  représente la contribution des variables non considérées ainsi que les interactions entre variables. De plus, rappelons que les définitions de chacun des termes du tableau 6 se retrouvent à la section 3.3.

**Tableau 6. Analyse de variance des différentes variables sur le coefficient d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers lors de la flottation en colonne**

Variable	Degrés de liberté <i>f</i>	Variation <i>S</i>	Variation nette <i>S'</i>	Contribution $\rho$ (%)
% m/m pulpe	1	996,8	597,9	15,4
$t_{\text{cond.}}$	1	631,9	233,0	6,0
débit eau lavage	1	754,7	355,7	9,2
débit d'air	1	0,0	0,0	0,0
$t_{\text{résidence}}$	1	488,4	89,4	2,3
MIBC	1	603,8	204,9	5,3
<i>e</i>	1	398,9	2393,6	61,8
<b>Total</b>	<b>7</b>	<b>3874,5</b>	<b>3874,5</b>	<b>100,0</b>



**Figure 13. Contribution de chacune des variables étudiées sur le coefficient d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers lors de la flottation en colonne**

## **4.4 Optimisation des conditions expérimentales et prédiction des performances dans les conditions optimales**

Les résultats ont été optimisés à l'aide de la méthode de Taguchi telle que présentée à la section 3.3. Notons que les conditions optimales sont les mêmes peu importe qu'elles aient été déterminées en fonction du coefficient d'enlèvement ou du coefficient d'efficacité à l'exception d'une variable. En effet, en ce qui a trait au débit d'air, le débit optimal est de 800 ml/min pour le coefficient d'efficacité alors qu'il est de 400 ml/min pour le coefficient d'enlèvement (voir les tableaux nos. 7 et 8). Notons toutefois, particulièrement pour le coefficient d'enlèvement, que la différence de performance entre 400 et 800 ml/min est très mince. L'existence de deux séries de conditions expérimentales optimales identiques à l'exception d'une variable (débit d'air) a été considérée afin d'éviter toute ambiguïté et des expériences ont donc été réalisées pour ces deux séries distinctes de conditions optimales (voir section 4.5).

### ***4.4.1 Optimisation des conditions expérimentales en fonction du coefficient d'efficacité***

L'effet factoriel de chacune des variables étudiées a été évalué et les conditions optimales afin de maximiser le coefficient d'efficacité de flottation en colonne des hydrocarbures pétroliers ont ainsi été déterminées. L'effet factoriel pour chacune des variables est présenté au tableau 7 et les conditions optimales sont identifiées en caractère gras.

**Tableau 7. Effet factoriel des variables étudiées sur le coefficient d'efficacité de la flottation en colonne des hydrocarbures pétroliers et identification des conditions optimales**

<b>Variable</b>	<b>Coefficient d'efficacité (%)</b>
% m/m pulpe (11,7 %)	26,6
<b>% m/m pulpe (21,7 %)</b>	<b>45,0</b>
<b>t<sub>cond.</sub> (3 min)</b>	<b>41,8</b>
t <sub>cond.</sub> (10 min)	29,7
<b>débit eau lavage (50 ml/min)</b>	<b>42,0</b>
débit eau lavage (100 ml/min)	29,5
débit d'air (400 ml/min)	34,6
<b>débit d'air (800 ml/min)</b>	<b>36,9</b>
<b>t<sub>résidence</sub> (8 min)</b>	<b>41,5</b>
t <sub>résidence</sub> (16 min)	30,0
MIBC (0 ppm)	30,5
<b>MIBC (15 ppm)</b>	<b>41,0</b>
coefficient d'efficacité moyen	35,8

#### **4.4.2 Optimisation des conditions expérimentales en fonction du coefficient d'enlèvement**

L'effet factoriel de chacune des variables étudiées a été évalué et les conditions optimales afin de maximiser le coefficient d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers lors de la flottation en colonne ont ainsi été déterminées. De la même façon que pour la section précédente, l'effet factoriel pour chacune des variables est présenté au tableau 8

et les conditions optimales sont identifiées en caractère gras. Notons que celles-ci sont les mêmes que pour le coefficient d'efficacité à l'exception du débit d'air.

**Tableau 8. Effet factoriel des variables étudiées sur le coefficient d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers pour la flottation en colonne et identification des conditions optimales**

Variable	Coefficient d'enlèvement (%)
% m/m pulpe (11,7 %)	42,2
<b>% m/m pulpe (21,7 %)</b>	<b>64,5</b>
<b>t<sub>cond.</sub> (3 min)</b>	<b>62,3</b>
t <sub>cond.</sub> (10 min)	44,5
<b>débit eau lavage (50 ml/min)</b>	<b>63,1</b>
débit eau lavage (100 ml/min)	43,7
<b>débit d'air (400 ml/min)</b>	<b>53,4</b>
débit d'air (800 ml/min)	53,3
<b>t<sub>résidence</sub> (8 min)</b>	<b>61,2</b>
t <sub>résidence</sub> (16 min)	45,6
MIBC (0 ppm)	44,7
<b>MIBC (15 ppm)</b>	<b>62,1</b>
coefficient d'enlèvement moyen	53,4

#### **4.4.3 Prédiction des performances dans les conditions optimales**

Les coefficients d'efficacité et d'enlèvement ont été prédits approximativement pour les deux séries de conditions optimales à l'aide de la méthode de Taguchi et ceux-ci sont présentés au tableau 9. Notons toutefois que ces prédictions ne sont présentées qu'à titre informatif seulement, car les performances réelles dans les conditions optimales,

bien qu'elles soient de bonne qualité, sont largement inférieures à celles prédites (voir section 4.5).

**Tableau 9. Prédictiones approximatives des coefficients d'efficacité et d'enlèvement dans les conditions optimales**

<b>Coefficient d'efficacité</b> (%)	<b>Coefficient d'enlèvement</b> (%)
69,4	99,7

#### **4.5 Résultats dans les conditions optimales**

Les résultats dans les conditions optimales d'efficacité et d'enlèvement sont présentés respectivement aux sections 4.5.1 et 4.5.2. Notons qu'à l'intérieur de ces sections sont présentés les résultats pour des expériences en une (une colonne) et en deux étapes (deux colonnes).

##### **4.5.1 Résultats dans les conditions optimales d'efficacité**

Le tableau 10 contient les données relatives aux résultats dans les conditions optimales d'efficacité de la flottation des hydrocarbures pétroliers en colonne telles que définies à la section 4.4.1.

**Tableau 10. Résultats dans les conditions optimales d'efficacité pour la flottation des hydrocarbures pétroliers en colonne en une et deux étapes**

<b>Expérience no.</b>	<b>nombre d'étapes</b>	<b>coefficient d'enlèvement</b> (%)	<b>coefficient d'efficacité</b> (%)
30	1	62,5	42,7
32	2	76,3	57,0

Le tableau 11 contient les données relatives aux teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, les concentrés et le rejet alors que le tableau 12 présente les masses relatives des concentrés et du rejet par rapport à la masse de l'alimentation corrigée en fonction du bilan de masse.

**Tableau 11. Teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, dans les concentrés I et II et dans le rejet pour les expériences dans les conditions optimales d'efficacité**

<b>Expérience no.</b>	<b>Teneur alimentation (ppm)</b>	<b>Teneur concentré I (ppm)</b>	<b>Teneur concentré II (ppm)</b>	<b>Teneur rejet (ppm)</b>
<b>30</b>	14300	109400	-----	5400
<b>32</b>	13800	85700	79800	<b>3300</b>

**Tableau 12. Masses relatives (%) du rejet et des concentrés I et II de chacune des expériences dans les conditions optimales d'efficacité**

<b>Expérience no.</b>	<b>Masse relative du concentré I (%)</b>	<b>Masse relative du concentré II (%)</b>	<b>Masse relative du rejet (%)</b>
<b>30</b>	5,1	-----	94,9
<b>32</b>	6,5	3,4	90,1

#### **4.5.2 Résultats dans les conditions optimales d'enlèvement**

Le tableau 13 contient les données relatives aux résultats dans les conditions optimales d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers en colonne telles que définies à la section 4.4.2.

**Tableau 13. Résultats dans les conditions optimales d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers en colonne en une et deux étapes**

<b>Expérience no.</b>	<b>nombre d'étapes</b>	<b>coefficient d'enlèvement (%)</b>	<b>coefficient d'efficacité (%)</b>
31	1	58,7	43,4
33	2	63,0	53,3

Le tableau 14 contient les données relatives aux teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, les concentrés et le rejet alors que le tableau 15 présente les masses relatives des concentrés et du rejet par rapport à la masse de l'alimentation corrigée en fonction du bilan de masse.

**Tableau 14. Teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, dans les concentrés I et II et dans le rejet pour les expériences dans les conditions optimales d'enlèvement**

<b>Expérience no.</b>	<b>Teneur alimentation (ppm)</b>	<b>Teneur concentré I (ppm)</b>	<b>Teneur concentré II (ppm)</b>	<b>Teneur rejet (ppm)</b>
31	15200	76500	-----	6300
33	14100	51600	35400	5200

**Tableau 15. Masses relatives (%) du rejet et des concentrés I et II de chacune des expériences dans les conditions optimales d'enlèvement**

<b>Expérience no.</b>	<b>Masse relative du concentré I (%)</b>	<b>Masse relative du concentré II (%)</b>	<b>Masse relative du rejet (%)</b>
31	4,4	-----	95,6
33	4,5	3,2	92,3

## 4.6 Réplicabilité des essais

Afin de s'assurer de la fiabilité des résultats, la réplicabilité des essais a été évaluée; c'est-à-dire la capacité à obtenir les mêmes résultats dans les mêmes conditions expérimentales. Ainsi, quatre expériences dans les conditions optimales d'efficacité telles que définies au tableau 7 ont été réalisées et les trois meilleures ont été retenues. La réplicabilité des expériences a été mesurée de la même façon que la réplicabilité des analyses chimiques [Gouvernement du Québec, 1995] (voir Annexe II). Les données relatives à la réplicabilité des expériences se retrouvent au tableau 16.

**Tableau 16. Réplicabilité des expériences de flottation des hydrocarbures pétroliers en colonne dans les conditions optimales**

type de coefficient	réplicabilité (%)*
efficacité	48 ± 7
enlèvement	62 ± 2

\* Voir Annexe II pour définition de la réplicabilité

## 4.7 Analyse des résultats

Les résultats des expériences préliminaires réalisées dans les conditions telles que définies par la matrice orthogonale sont très variables. Ainsi, l'expérience no. 27 a été plutôt concluante avec un coefficient d'enlèvement de près de 75 % et un coefficient d'efficacité supérieur à 50 %. De plus, la teneur en hydrocarbures pétroliers du rejet (3700 ppm) s'approche du critère C du ministère de l'Environnement et de la Faune tout en ayant une masse relative de concentré d'à peine 5 %, ce qui est excellent. À l'opposé, l'essai 25 a été de piètre qualité. En effet, les coefficients d'efficacité et d'enlèvement sont nuls car la concentration du rejet est même légèrement supérieure à celle de l'alimentation, ce qui est explicable dû aux erreurs expérimentales. Notons que pour cette expérience, la teneur en hydrocarbures pétroliers dans le concentré n'atteint même pas 30 000 ppm. Mentionnons tout de même que cette expérience a été considérée lors de l'analyse avec la méthode de Taguchi, car au delà des erreurs expérimentales, la petitesse

des coefficients d'enlèvement et d'efficacité tend à démontrer que plusieurs des niveaux sélectionnés pour cette expérience ne correspondent pas aux conditions optimales. Ainsi, les teneurs en hydrocarbures pétroliers des essais les plus fructueux sont légèrement supérieures à 100 000 ppm alors que les teneurs dans les rejets des différentes expériences varient essentiellement entre 4000 et 8000 ppm environ. Il est intéressant de constater que la masse relative du concentré varie de 5,2 à 9,5 % pour les huit expériences, ce qui est très bon puisqu'un résultat inférieur à 10 % est habituellement souhaité afin de minimiser les coûts d'élimination du matériel fortement contaminé.

L'évaluation de la contribution de chacune des variables sur les coefficients d'efficacité et d'enlèvement par l'analyse de variance a permis d'identifier les variables les plus importantes. Ainsi, le pourcentage massique des solides de la pulpe (% m/m) semble être la variable la plus importante puisqu'elle est responsable respectivement de 27,1 % et de 15,4 % de la variation des coefficients d'efficacité et d'enlèvement pour les huit expériences réalisées. Les autres variables semblent avoir un effet plutôt limité. En effet, elles contribuent respectivement à 24,1 % (7,2 % + 8,0 % + 5,6 % + 3,3 %) et à 22,8 % (6,0 % + 9,2 % + 2,3 % + 5,3 %) de la variation des coefficients d'efficacité et d'enlèvement pour les huit expériences réalisées. Notons que la variable la plus importante pour la variation des deux coefficients est ici en fait le terme d'erreur  $e$  qui contribue à 48,8 % de la variation pour le coefficient d'efficacité et à 61,8 % pour le coefficient d'enlèvement. Rappelons que le terme d'erreur  $e$  représente toutes les variables non considérées ainsi que les interactions entre variables. Ce résultat est probablement dû aux trois facteurs suivants. Premièrement, la matrice, telle que construite, possède le nombre minimum d'expériences à partir desquelles il est possible d'étudier l'influence de six variables à deux niveaux. Ainsi, cela réduit considérablement le nombre de degrés de liberté de la variation d'erreur ( $S_e$ ) (voir section 3.3), ce qui contribue à diminuer la variation nette des variables étudiées ( $S'_i$ ). Ainsi, afin d'augmenter le nombre de degrés de liberté et ainsi réduire la contribution du terme d'erreur, il faudrait bâtir une matrice orthogonale de plus de huit expériences. Aussi, il faut considérer que les expériences en colonne sont relativement difficiles à contrôler par un seul expérimentateur car il y a beaucoup de paramètres à vérifier simultanément.

Ainsi, par exemple, les débits des pompes varient toujours légèrement durant une expérience et il convient de les ajuster constamment. Dans cet ordre d'idées, notons que les bilans de masse et d'hydrocarbures pétroliers (voir Annexe II) reflètent bien le fait que le contrôle de la qualité des expériences en colonne est assez complexe. Enfin, il ne faut pas oublier que le terme d'erreur  $e$  mesure aussi les interactions entre variables. Or, il est important de constater que le % m/m de la pulpe dans la colonne est non seulement fonction du % m/m de la pulpe telle que préparée mais aussi du ratio débit d'entrée de la pulpe dans la colonne / débit d'eau de lavage. Ainsi, par exemple, bien que le % m/m de la pulpe soit le même pour les expériences 23 et 25 (voir tableau 2), il demeure que le % m/m effectif de la pulpe dans la colonne pour l'expérience no. 25 est inférieur à celui de l'expérience no. 23 car le ratio débit d'entrée de la pulpe dans la colonne / débit d'eau de lavage est plus petit pour l'expérience no. 25 que pour l'expérience 23. Ainsi, la viscosité réelle de la pulpe dans la colonne est inférieure pour l'expérience 25 même si le % m/m de la pulpe dans le réservoir d'homogénéisation est le même. L'une des conséquences possibles de la contribution importante du terme d'erreur à la variation des résultats est qu'il est possible que les performances dans les conditions optimales soient mitigées. En effet, puisqu'un nombre important de variables non contrôlées et que des interactions entre variables sont intervenues durant les expériences, il est alors probable que les résultats dans les conditions optimales ne soient pas tellement supérieurs à ceux des expériences préliminaires.

L'effet factoriel pour chacune des variables étudiées a permis de déterminer les conditions optimales. Les conditions optimales sont les mêmes peu importe qu'elles soient déterminées en fonction du coefficient d'efficacité ou du coefficient d'enlèvement à l'exception du débit d'air. Ainsi, les conditions optimales sont présentées au tableau 17.

**Tableau 17. Niveau pour chacune des variables étudiées qui permet d'atteindre les performances optimales lors de la flottation en colonne des hydrocarbures pétroliers**

Variable	Niveau
% m/m pulpe	21,7 %
$t_{\text{cond.}}$	3 minutes
débit eau lavage	50 ml/min
débit d'air	400 ml/min* 800 ml/min**
$t_{\text{résidence}}$	8 minutes
MIBC	15 ppm

\* coefficient d'enlèvement

\*\* coefficient d'efficacité

Les résultats pour trois des six variables peuvent s'expliquer par la viscosité de la pulpe. En effet, non seulement le % m/m de la pulpe est-il directement relié à la viscosité de la pulpe, mais en plus le temps de résidence et le débit d'eau de lavage influencent la viscosité effective de la pulpe. En effet, pour un temps de résidence constant, la viscosité de la pulpe dans la colonne sera plus grande pour un débit d'eau de lavage faible qu'élevé. De la même façon, pour un débit d'eau de lavage constant, la viscosité de la pulpe dans la colonne sera plus grande pour un temps de résidence court que long. Ainsi, pour trois des six variables mentionnées ci-contre, la valeur optimale correspond à celle qui permet de maximiser la viscosité de la pulpe ce qui est en accord avec ce qui a été démontré par Chou et al., 1998. Notons qu'une augmentation de la viscosité permet d'augmenter la friction entre les particules, donc le détachement des espèces hydrophobes et d'augmenter la stabilité de la pulpe en rendant le milieu moins turbulent. Pour ce qui est du MIBC, il apparaît logique de croire que l'ajout de MIBC permet d'améliorer les résultats, car celui-ci contribue à stabiliser la mousse formée. Quant au débit d'air, il est difficile de tirer des conclusions car la différence de performance entre les deux niveaux est minime. Ainsi, afin d'éviter toute ambiguïté, des expériences dans les conditions optimales à 400 ml d'air par minute et à 800 ml d'air par minute ont été réalisées. De

toute façon, rappelons que selon l'analyse de variance, l'importance de cette variable est plutôt négligeable. Enfin, les résultats pour le temps de conditionnement semblent un peu nébuleux. En effet, il est difficile d'expliquer pourquoi un temps de conditionnement de 3 minutes permet des résultats supérieurs à 10 minutes. Dans ce cas-ci, il est possible que différents facteurs, autres que le temps de conditionnement en tant que tel, peuvent expliquer ce résultat. En effet, les changements de réservoir (de taille différente) dus aux débits imposés par les différentes combinaisons de temps de conditionnement et de temps de résidence et la grosseur variable de l'agitateur (fonction de la taille du réservoir) ont contribué à rendre quelque peu aléatoires les résultats concernant cette variable. Ainsi, il est probable que l'effet factoriel mesuré pour cette variable reflète plus une variation d'origine plus ou moins inconnue que le temps de conditionnement en tant que tel.

Les résultats dans les conditions optimales en colonne sont un peu décevants. En effet, non seulement atteignent-ils difficilement les critères fixés par les agences gouvernementales, mais en plus ils sont à peine supérieurs et même quelquefois légèrement inférieurs aux meilleures expériences préliminaires (expériences 23, 27 et 29). Cela est dû probablement à la contribution importante des variables non considérées et des interactions entre variables ( $S_e'$ ) tel qu'expliqué plus haut dans l'analyse des résultats. Cela est particulièrement vrai pour les conditions optimales déterminées pour le coefficient d'enlèvement pour lesquelles la contribution des variables non considérées et les interactions entre variables atteint 61,8 %. Soulignons notamment que pour le coefficient d'enlèvement le débit d'air optimal est de 400 ml/min selon l'analyse de variance. Or, la différence de performance entre 400 et 800 ml/min est minime et en plus il est à noter que l'expérience no.25, dont les résultats furent nuls, a probablement fait pencher la balance injustement en faveur de 400 ml/min plutôt que 800 ml/min. Ainsi, les mauvais résultats pour cette expérience ne dépendent pas du fait que le débit d'air était de 800 ml/min mais plutôt du fait que la combinaison du % m/m de la pulpe, du temps de résidence et du débit d'eau de lavage ont contribué à réduire au maximum la viscosité de la pulpe dans la colonne. Cela est confirmé par le fait que le coefficient d'enlèvement est supérieur dans les conditions optimales d'efficacité que dans les conditions optimales d'enlèvement. En effet, les coefficients d'enlèvement dans les conditions optimales

d'enlèvement valent 58,7 % pour une expérience en une étape et 63,0 % pour une expérience en deux étapes alors que ces coefficients grimpent respectivement à 62,5 et à 76,3 % dans les conditions optimales d'efficacité. Pour ce qui est du coefficient d'efficacité, il passe de 42,7 % pour une expérience en une étape à 57,0 % pour une expérience en deux étapes dans les conditions optimales d'efficacité. Ainsi, les essais multi-étapes permettent d'améliorer sensiblement les résultats. Notons que la masse relative du concentré demeure inférieure à 10 % même pour les essais multi-étapes. Enfin, l'expérience 32 est la meilleure parmi celles réalisées dans les conditions optimales. Le coefficient d'enlèvement atteint 76,3 % et le coefficient d'efficacité 57,0 % alors que la teneur en hydrocarbures pétroliers dans le rejet est de 3300 ppm, ce qui est inférieur au critère C du ministère de l'Environnement et de la Faune alors que la fraction massique du concentré est de 9,8 %. Notons que même pour les expériences multi-étapes (expériences 32 et 33), les résultats sont inférieurs aux prédictions. Par rapport à la littérature, ces données sont de qualité comparable. Toutefois, faisons tout de suite la mise en garde suivante : il est difficile d'effectuer une comparaison juste des résultats pour des matériaux et des contaminants qui sont différents et à des teneurs différentes aussi. Ainsi Chou et al. 1998 ont atteint un enlèvement d'environ 70 % des hydrocarbures pétroliers pour un sol préalablement tamisé (250 à 830  $\mu\text{m}$ ) en utilisant l'un des collecteurs suivants : SDS, Triton 100X ou  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Notons toutefois que l'enlèvement tel qu'ils le calculent n'est pas clairement défini dans l'article et que par rapport au présent travail, ils utilisent une colonne dont le design n'est pas très conventionnel. Il est donc difficile de comparer véritablement nos résultats aux leurs. Ainsi, il est plus approprié ici de se limiter à dire que nos résultats sont comparables aux leurs.

Enfin, afin de s'assurer de la validité des conclusions, la réplicabilité des expériences en colonne a été évaluée. Ainsi, l'incertitude relative sur le coefficient d'efficacité est de  $\pm 15\%$  alors que celle sur le coefficient d'enlèvement est de  $\pm 3\%$ . Cela est relativement bien, en particulier pour le coefficient d'enlèvement car les expériences en colonne sont beaucoup plus difficiles à contrôler au laboratoire que les expériences en cellule; le montage étant beaucoup plus complexe. Notons que la réplicabilité de qualité moyenne du coefficient d'efficacité par rapport à la réplicabilité

du coefficient d'enlèvement dépend essentiellement du fait que pour une des trois expériences retenues pour établir la répliquabilité, le bilan massique a été moyen (72 % vs 82 et 89 %). Or, le coefficient d'efficacité dépend notamment du rapport de la masse du rejet sur la masse de l'alimentation. Celui-ci a donc été réduit par rapport aux deux autres expériences; réduisant ainsi la qualité de la répliquabilité du coefficient d'efficacité des expériences réalisées dans les mêmes conditions expérimentales.

## Chapitre 5. Essais en cellule

### 5.1 Choix des variables et des niveaux à étudier

Comme pour la flottation en colonne, la flottation en cellule fait intervenir de nombreuses variables. Parmi celles-ci, certaines sont communes à la fois aux colonnes et aux cellules alors que d'autres sont spécifiques à l'un ou l'autre des équipements. Notons par exemple que la vitesse de rotation de l'agitateur constitue une variable spécifique aux cellules car celles-ci sont des équipements de flottation mécaniques alors que les colonnes sont des équipements de flottation pneumatiques. Ainsi, de la même façon que pour les colonnes, il convient de choisir judicieusement les variables et les niveaux à étudier dans le cadre d'une étude relativement courte. À cette fin, les variables et les niveaux à étudier ont été choisis en fonction des expériences réalisées antérieurement au laboratoire [Bergeron et al., 1997] et de la littérature récente [Clifford, 1993] [Somasundaran et al., 1997] [Chou et al., 1998]. Ainsi six variables ont été sélectionnées à deux niveaux distincts : pourcentage des solides de la pulpe sur une base massique (% m/m), temps de conditionnement ( $t_{\text{cond}}$ ), vitesse de rotation de l'agitateur lors du conditionnement ( $v_{\text{cond}}$ ), temps de flottation ( $t_{\text{flottation}}$ ), vitesse de rotation de l'agitateur lors de la flottation ( $v_{\text{flottation}}$ ), ajout ou non de MIBC (agent moussant). L'influence de ces six variables à deux niveaux a été étudiée au travers de huit expériences à l'aide de la méthode de Taguchi présentée à la section 3.3. À cette fin, il a donc été nécessaire de construire une matrice orthogonale de type  $L_8(2^6)$ . Celle-ci est présentée au tableau 18.

**Tableau 18. Matrice orthogonale des six variables étudiées à deux niveaux distincts sur la flottation en cellule des hydrocarbures pétroliers dans des sédiments portuaires**

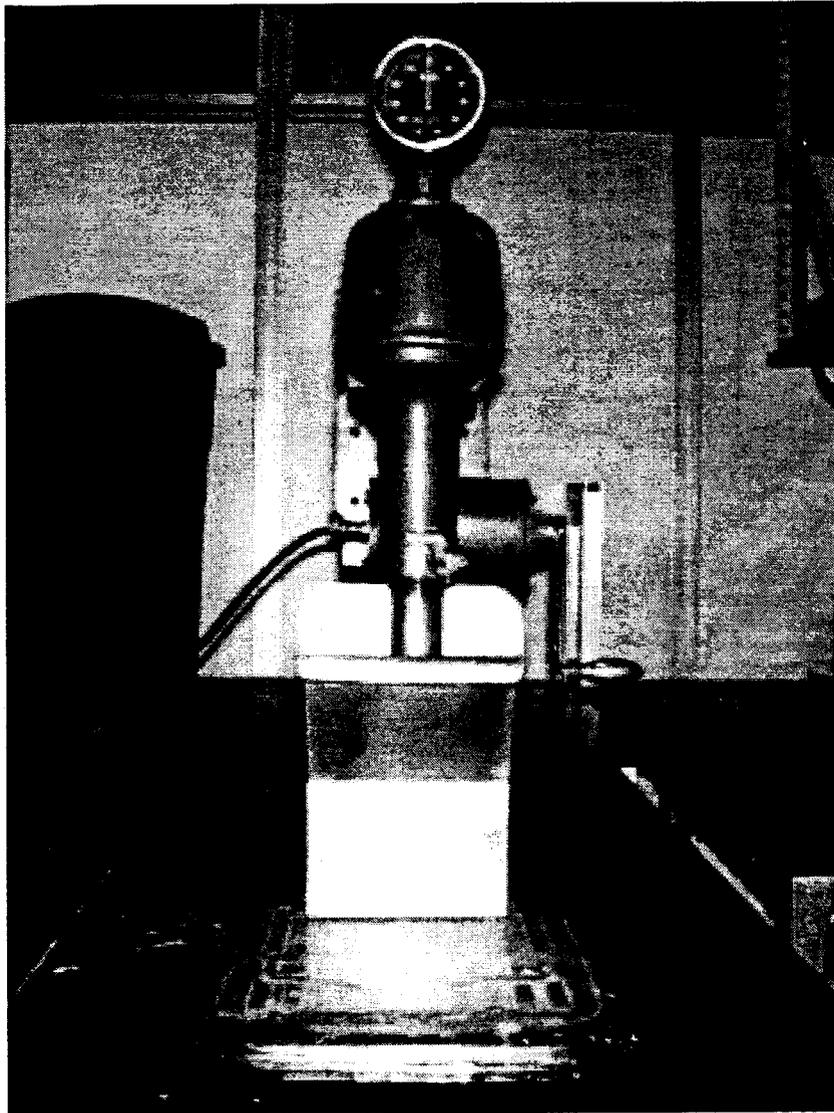
Expérience no.	% m/m pulpe	$t_{\text{cond.}}$ (min)	$V_{\text{cond.}}$ (rpm)	$t_{\text{flottation}}$ (min)	$V_{\text{flottation}}$ (rpm)	MIBC (ppm)
34	11,7	2	800	5	800	0
35	11,7	2	800	10	1400	15
36	11,7	10	1400	5	800	15
37	11,7	10	1400	10	1400	0
38	21,7	2	1400	5	1400	0
39	21,7	2	1400	10	800	15
40	21,7	10	800	5	1400	15
41	21,7	10	800	10	800	0

## 5.2 Description du montage et d'un essai

### 5.2.1 Description du montage

L'équipement de flottation est en fait une cellule de type laboratoire de marque Denver dotée d'un réservoir de cinq litres. L'agitation est assurée par une turbine entourée de chicanes et l'aération est effectuée grâce à la rotation très rapide de la turbine qui génère une pression négative et aspire ainsi l'air. La dispersion de l'air sous forme de fines bulles est assurée par l'action combinée de la turbine et des chicanes. La vitesse de rotation de la turbine peut être ajustée jusqu'à une vitesse maximale d'environ 2700 rpm. Le concentré est recueilli par débordement à la surface de la cellule alors que le rejet demeure dans la cellule jusqu'à la fin de l'expérience. Ainsi, par rapport aux essais en colonne, il convient de prendre conscience que les essais qui ont été réalisés en cellule étaient en mode fournée. Afin de simuler les résultats en mode continu à partir de

données en mode fournée, un modèle déjà existant a été adapté à nos besoins permettant ainsi de comparer plus adéquatement les deux types d'équipements (modèle décrit à la section 3.2.3) [Gochin, 1990]. Une photo et un schéma illustrant l'équipement sont présentés aux figures 14 et 15 respectivement.



**Figure 14. Cellule de flottation**

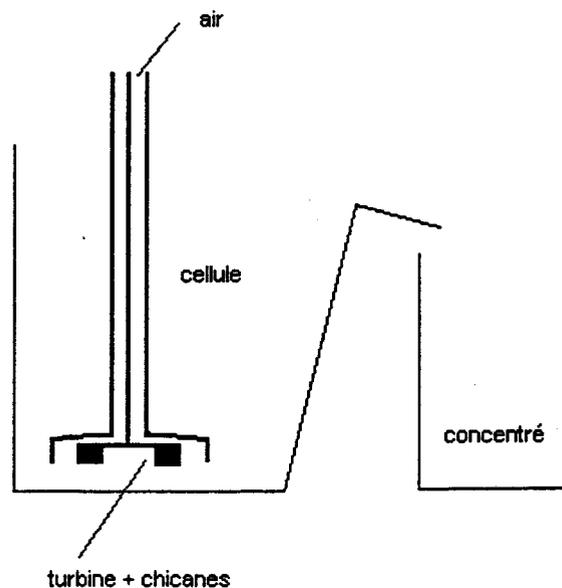


Figure 15. Schéma du montage de flottation en cellule

### 5.2.2 Description d'un essai

Tout d'abord, mentionnons qu'afin de pouvoir comparer adéquatement les deux équipements, une quantité importante de sédiments (entre 80 et 100 L) a été tamisée (tamis 10 mesh ou 1,7 mm) et homogénéisée (voir Annexe I). Ainsi, la première étape d'une expérience consistait à ajouter un volume donné d'eau à une masse précise de sédiments humides afin d'obtenir une pulpe ayant un pourcentage massique de solides donné (% m/m). Ensuite, s'il y a lieu le MIBC était ajouté et la pulpe était conditionnée pour une période de temps et à une vitesse de rotation de la turbine données. À la fin de la période de conditionnement, la valve d'air était ouverte et la vitesse de rotation de la turbine modifiée s'il y a lieu. Ainsi, le concentré était recueilli par débordement à la

surface à l'aide d'un écumeur de fabrication artisanale pour une période de flottation prédéterminée. Le concentré et le rejet étaient ensuite centrifugés séparément afin de ne conserver que le solide. Ainsi, l'eau était rejetée. Le concentré et le rejet étaient ensuite séchés à 65 °C (12 heures environ) pour les analyses chimiques. Notons que dans le cadre d'une expérience multi-étapes (deux cellules), le déroulement de l'expérience était le même sauf que le rejet de la première expérience constituait l'alimentation pour la deuxième et les deux étapes n'étaient pas réalisées simultanément. Ainsi, la première étape était réalisée puis par évaluation de la quantité de solide retirée dans le concentré I (évaluation faite grâce à des expériences antérieures réalisées dans les mêmes conditions expérimentales), un certain volume d'eau était ajouté pour la deuxième étape afin d'obtenir une pulpe de % m/m qui soit le plus près possible de la valeur désirée.

#### 5.2.2.1 Contrôle de la qualité des expériences et des analyses chimiques

Afin de s'assurer de la qualité constante des expériences, certains paramètres ont été mesurés. Ainsi, deux bilans ont été faits après chacune des expériences : un bilan de masse après le séchage du rejet et du concentré et un bilan d'hydrocarbures pétroliers après les analyses chimiques. Enfin, dans le cadre des analyses chimiques, certains paramètres analytiques tels les blancs de méthode et de justesse, la justesse de la méthode et la récupération ont été évalués. Les données relatives au contrôle de la qualité se retrouvent à l'annexe II.

### 5.3 Résultats préliminaires

#### 5.3.1 Résultats des huit essais de flottation en cellule

Voici présentés au tableau 19 les résultats bruts des huit expériences de flottation en cellule de sédiments contaminés par des hydrocarbures pétroliers. Notons que les coefficients d'efficacité  $c_{eff}$  et d'enlèvement  $c_{enl}$  ont été définis à la section 3.3 et qu'ils ont été obtenus à partir des analyses chimiques faites en duplicata.

**Tableau 19. Coefficient d'enlèvement  $c_{enl}$  et coefficient d'efficacité  $c_{eff}$  des huit expériences de flottation en cellule et conditions expérimentales**

Expérience no.	% m/m pulpe	$t_{cond.}$ (min)	$v_{cond.}$ (rpm)	$t_{flottation}$ (min)	$v_{flottation}$ (rpm)	MIBC (ppm)	$c_{enl}$ (%)	$c_{eff}$ (%)
34	11,7	2	800	5	800	0	66,0	62,3
35	11,7	2	800	10	1400	15	64,7	57,9
36	11,7	10	1400	5	800	15	42,3	37,1
37	11,7	10	1400	10	1400	0	23,0	21,7
38	21,7	2	1400	5	1400	0	68,3	62,6
39	21,7	2	1400	10	800	15	75,1	65,4
40	21,7	10	800	5	1400	15	52,8	48,0
41	21,7	10	800	10	800	0	77,1	68,7

Le tableau 20 contient les données relatives aux teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, le concentré et le rejet alors que le tableau 21 présente les masses relatives du concentré et du rejet par rapport à la masse de l'alimentation corrigée en fonction du bilan de masse. Notons que cela signifie de considérer que la masse de l'alimentation est égale à la masse du concentré plus la masse du rejet.

**Tableau 20. Teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, dans le concentré et dans le rejet pour chacune des huit expériences de flottation en cellule**

<b>Expérience no.</b>	<b>Teneur alimentation (ppm)</b>	<b>Teneur concentré (ppm)</b>	<b>Teneur rejet (ppm)</b>
34	12800	<b>266600</b>	4400
35	12200	194900	4300
36	15200	144600	8800
37	13700	119400	10500
38	14900	162200	4700
39	13900	121500	<b>3400</b>
40	14400	135900	6800
41	15400	140200	3500

**Tableau 21. Masses relatives (%) du rejet et du concentré de chacune des expériences de flottation des hydrocarbures pétroliers en cellule**

<b>Expérience no.</b>	<b>Masse relative du concentré (%)</b>	<b>Masse relative du rejet (%)</b>
34	2,8	97,2
35	5,3	94,7
36	3,7	96,3
37	2,7	97,3
38	4,4	95,6
39	8,6	91,4
40	5,7	94,3
41	6,1	93,9

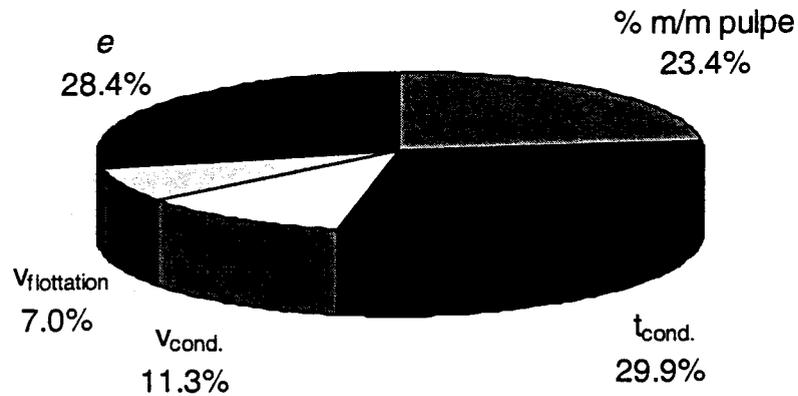
### 5.3.2 Évaluation de la contribution de chacune des variables sur les coefficients d'efficacité et d'enlèvement

#### 5.3.2.1 Évaluation de la contribution de chacune des variables sur le coefficient d'efficacité

La détermination de la variation de chacune des variables étudiées ainsi que l'analyse de variance complète sont présentées au tableau 22. La contribution de chacune des variables sur le coefficient d'efficacité tel que défini à l'équation 43 (chapitre 3) est illustrée à la figure 16. Rappelons que le terme  $e$  représente la contribution des variables non considérées ainsi que les interactions entre variables. Les définitions de chacun des termes du tableau 22 se retrouvent à la section 3.3.

**Tableau 22. Analyse de variance de différentes variables sur le coefficient d'efficacité de la flottation en cellule des hydrocarbures pétroliers**

Variable	Degrés de liberté $f$	Variation $S$	Variation nette $S'$	Contribution $\rho$ (%)
% m/m pulpe	1	539,6	435,4	23,4
$t_{\text{cond.}}$	1	660,7	556,5	29,9
$v_{\text{cond}}$	1	313,8	209,6	11,3
$t_{\text{flottation}}$	1	1,7	0,0	0,0
$v_{\text{flottation}}$	1	234,4	130,2	7,0
MIBC	1	6,0	0,0	0,0
$e$	1	104,2	528,7	28,4
<b>Total</b>	<b>7</b>	<b>1860,4</b>	<b>1860,4</b>	<b>100,0</b>



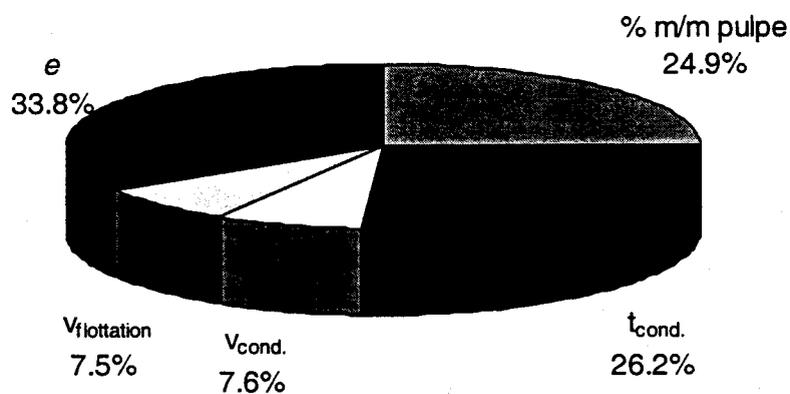
**Figure 16. Contribution de chacune des variables étudiées sur le coefficient d'efficacité de flottation des hydrocarbures pétroliers en cellule**

### 5.3.2.2 Évaluation de la contribution de chacune des variables sur le coefficient d'enlèvement

La détermination de la variation de chacune des variables étudiées ainsi que l'analyse de variance complète sont présentées au tableau 23. La contribution de chacune des variables sur le coefficient d'enlèvement tel que défini à l'équation 42 est illustrée à la figure 17. De la même façon que pour le coefficient d'efficacité, notons que le terme  $e$  représente la contribution des variables non considérées ainsi que les interactions entre variables. De plus, rappelons que les définitions de chacun des termes du tableau 23 se retrouvent à la section 3.3.

**Tableau 23. Analyse de variance de différentes variables sur le coefficient d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers lors de la flottation en cellule**

Variable	Degrés de liberté $f$	Variation $S$	Variation nette $S'$	Contribution $\rho$ (%)
% m/m pulpe	1	746,9	589,4	24,9
$t_{\text{cond.}}$	1	778,2	620,6	26,2
$v_{\text{cond}}$	1	336,7	179,2	7,6
$t_{\text{flottation}}$	1	13,8	0,0	0,0
$v_{\text{flottation}}$	1	334,1	176,6	7,5
MIBC	1	0,0	0,0	0,0
$e$	1	157,5	801,4	33,8
<b>Total</b>	<b>7</b>	<b>2367,2</b>	<b>2367,2</b>	<b>100,0</b>



**Figure 17. Contribution de chacune des variables étudiées sur le coefficient d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers lors de la flottation en cellule**

## **5.4 Optimisation des conditions expérimentales et prédiction des performances dans les conditions optimales**

Les résultats ont été optimisés à l'aide de la méthode de Taguchi telle que présentée à la section 3.3. Notons que les conditions optimales sont sensiblement les mêmes peu importe qu'elles soient déterminées en fonction du coefficient d'efficacité ou du coefficient d'enlèvement. En effet, elles ne diffèrent qu'au niveau de l'ajout de MIBC. Ainsi, selon l'analyse de l'effet factoriel, il ne faut pas ajouter de MIBC pour avoir un coefficient d'efficacité maximal alors qu'il faut en ajouter 15 ppm pour que le coefficient d'enlèvement soit optimal. Toutefois, notons qu'en raison d'essais effectués antérieurement et de la faible différence de performance entre les deux niveaux pour le temps de flottation et l'ajout ou non de MIBC, il a été décidé, pour les essais dans les conditions optimales d'efficacité, d'ajouter 15 ppm de MIBC et d'effectuer la flottation durant 5 minutes plutôt que 10 minutes. Ainsi, nous avons considéré l'existence de deux séries de conditions expérimentales optimales identiques à une variable près, soit le temps de flottation.

### ***5.4.1 Optimisation des conditions expérimentales en fonction du coefficient d'efficacité***

L'effet factoriel de chacune des variables étudiées a été évalué et les conditions optimales ont ainsi été déterminées afin de maximiser le coefficient d'efficacité de la flottation en cellule des hydrocarbures pétroliers. Ainsi, l'effet factoriel pour chacune des variables est présenté au tableau 24 et les conditions optimales sont identifiées en caractère gras.

**Tableau 24. Effet factoriel des variables étudiées sur le coefficient d'efficacité de la flottation en cellule des hydrocarbures pétroliers et identification des conditions optimales**

<b>Variable</b>	<b>Coefficient d'efficacité (%)</b>
% m/m pulpe (11,7 %)	44,8
<b>% m/m pulpe (21,7 %)</b>	<b>61,2</b>
<b>t<sub>cond.</sub> (2 min)</b>	<b>62,1</b>
t <sub>cond.</sub> (10 min)	43,9
<b>v<sub>cond.</sub> (800 rpm)</b>	<b>59,2</b>
v <sub>cond.</sub> (1400 rpm)	46,7
t <sub>flottation</sub> (5 min)	52,5
<b>t<sub>flottation</sub> (10 min)</b>	<b>53,4</b>
<b>v<sub>flottation</sub> (800 rpm)</b>	<b>58,4</b>
v <sub>flottation</sub> (1400 rpm)	47,6
<b>MIBC (0 ppm)</b>	<b>53,8</b>
MIBC (15 ppm)	52,1
coefficient d'efficacité moyen	53,0

#### **5.4.2 Optimisation des conditions expérimentales en fonction du coefficient d'enlèvement**

L'effet factoriel de chacune des variables étudiées a été évalué et les conditions optimales afin de maximiser le coefficient d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers lors de la flottation en cellule ont été déterminées. De la même façon que pour la section précédente, l'effet factoriel pour chacune des variables est présenté au tableau 25 et les conditions optimales sont identifiées en caractère gras. Notons que celles-ci sont les mêmes que pour le coefficient d'efficacité à l'exception de la concentration du MIBC.

**Tableau 25. Effet factoriel des variables étudiées sur le coefficient d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers pour la flottation en cellule et identification des conditions optimales**

<b>Variable</b>	<b>Coefficient d'enlèvement (%)</b>
% m/m pulpe (11,7 %)	49,0
% m/m pulpe (21,7 %)	<b>68,3</b>
t <sub>cond.</sub> (2 min)	<b>68,5</b>
t <sub>cond.</sub> (10 min)	48,8
v <sub>cond.</sub> (800 rpm)	<b>65,2</b>
v <sub>cond.</sub> (1400 rpm)	52,2
t <sub>flottation</sub> (5 min)	57,4
t <sub>flottation</sub> (10 min)	<b>60,0</b>
v <sub>flottation</sub> (800 rpm)	<b>65,1</b>
v <sub>flottation</sub> (1400 rpm)	52,2
MIBC (0 ppm)	58,6
<b>MIBC (15 ppm)</b>	<b>58,7</b>
coefficient d'enlèvement moyen	58,7

#### **5.4.3 Prédiction des performances dans les conditions optimales**

Les coefficients d'efficacité et d'enlèvement ont été prédits approximativement pour les deux séries de conditions optimales à l'aide de la méthode de Taguchi et ceux-ci sont présentés au tableau 26. Il est à noter que les résultats réels dans les conditions optimales se rapprochent plus des prédictions pour les cellules qu'ils s'en approchaient pour les colonnes.

**Tableau 26. Prédictions approximatives des coefficients d'efficacité et d'enlèvement dans les conditions optimales**

<b>Coefficient d'efficacité</b> (%)	<b>Coefficient d'enlèvement</b> (%)
83,3	92,5

## **5.5 Résultats dans les conditions optimales**

Les résultats dans les conditions optimales d'efficacité et d'enlèvement sont présentés respectivement aux sections 5.5.1 et 5.5.2. Notons qu'à l'intérieur de ces sections sont présentés les résultats pour des expériences en une (une cellule) et en deux étapes (deux cellules).

### **5.5.1 Résultats dans les conditions optimales d'efficacité**

Le tableau 27 contient les données relatives aux résultats dans les conditions optimales d'efficacité de la flottation des hydrocarbures pétroliers en cellule. Notons que les conditions optimales identifiées en caractère gras au tableau 24 n'ont pas été respectées intégralement. Ainsi, comme cela est expliqué à la section 5.4, 15 ppm de MIBC ont été ajoutés et la flottation a été effectuée pendant 5 minutes. Pour les autres variables, les conditions optimales telles que définies au tableau 24 ont été respectées.

**Tableau 27. Résultats dans les conditions optimales d'efficacité pour la flottation des hydrocarbures pétroliers en cellule en une et deux étapes**

<b>Expérience no.</b>	<b>Nombre d'étapes</b>	<b>Coefficient d'enlèvement</b> (%)	<b>Coefficient d'efficacité</b> (%)
43	1	79,2	<b>71,1</b>
46	2	76,5	<b>66,3</b>

Le tableau 28 contient les données relatives aux teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, les concentrés et le rejet alors que le tableau 29 présente les masses relatives des concentrés et du rejet par rapport à la masse de l'alimentation corrigée en fonction du bilan de masse.

**Tableau 28. Teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, dans les concentrés I et II et dans le rejet pour les expériences dans les conditions optimales d'efficacité**

Expérience no.	Teneur alimentation (ppm)	Teneur concentré I (ppm)	Teneur concentré II (ppm)	Teneur rejet (ppm)
43	13400	150400	-----	2800
46	10300	147000	38600	2400

**Tableau 29. Masses relatives (%) du rejet et des concentrés I et II de chacune des expériences dans les conditions optimales d'efficacité**

Expérience no.	Masse relative du concentré I (%)	Masse relative du concentré II (%)	Masse relative du rejet (%)
43	6,0	-----	94,0
46	6,5	1,2	92,3

### **5.5.2 Résultats dans les conditions optimales d'enlèvement**

Le tableau 30 contient les données relatives aux résultats dans les conditions optimales d'enlèvement des hydrocarbures pétroliers en cellule telles que définies à la section 5.4.2.

**Tableau 30. Résultats dans les conditions optimales d'enlèvement pour la flottation des hydrocarbures pétroliers en cellule en une et deux étapes**

<b>Expérience no.</b>	<b>Nombre d'étapes</b>	<b>Coefficient d'enlèvement (%)</b>	<b>Coefficient d'efficacité (%)</b>
42	1	81,9	71,6
44	2	83,2	70,4

Le tableau 31 contient les données relatives aux teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, les concentrés et le rejet alors que le tableau 32 présente les masses relatives des concentrés et du rejet par rapport à la masse de l'alimentation corrigée en fonction du bilan de masse.

**Tableau 31. Teneurs en hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation, dans les concentrés I et II et dans le rejet pour les expériences dans les conditions optimales d'enlèvement**

<b>Expérience no.</b>	<b>Teneur alimentation (ppm)</b>	<b>Teneur concentré I (ppm)</b>	<b>Teneur concentré II (ppm)</b>	<b>Teneur rejet (ppm)</b>
42	13300	124500	-----	2400
44	12000	103700	28400	2000

**Tableau 32. Masses relatives (%) du rejet et des concentrés I et II de chacune des expériences dans les conditions optimales d'enlèvement**

<b>Expérience no.</b>	<b>Masse relative du concentré I (%)</b>	<b>Masse relative du concentré II (%)</b>	<b>Masse relative du rejet (%)</b>
42	10,4	-----	89,6
44	9,0	1,9	89,1

## 5.6 Réplicabilité des essais

Afin de s'assurer de la fiabilité des résultats, la répliquabilité des essais a été évaluée; c'est-à-dire la capacité à obtenir les mêmes résultats dans les mêmes conditions expérimentales. Ainsi, quatre expériences dans les conditions optimales d'enlèvement telles que définies au tableau 25 ont été réalisées. Notons que la répliquabilité en cellule a été établie avec du matériel pas rigoureusement homogène au matériel avec lequel ont été réalisées les expériences préliminaires et les expériences dans les conditions optimales. Toutefois, il est approprié de dire que le matériel utilisé pour établir la répliquabilité était à toute fin pratique identique au matériel utilisé pour les expériences préliminaires et les expériences dans les conditions optimales. En effet, la teneur en eau, la concentration des hydrocarbures pétroliers et la granulométrie étaient similaires. La répliquabilité des expériences a été mesurée de la même façon que la répliquabilité des analyses chimiques [Gouvernement du Québec, 1995] (voir Annexe II). Les données relatives à la répliquabilité des expériences se retrouvent au tableau 33.

**Tableau 33. Répliquabilité des expériences de flottation des hydrocarbures pétroliers en cellule dans les conditions optimales**

type de coefficient	répliquabilité (%)*
efficacité	63 ± 3
enlèvement	80 ± 2

\* voir Annexe II

## 5.7 Analyse des résultats

Les résultats des expériences préliminaires dans les conditions fixées par la matrice orthogonale sont relativement concluants bien que ceux-ci varient beaucoup d'un essai à l'autre. Ainsi, Pour les essais 39 et 41, des concentrations en hydrocarbures pétroliers dans les rejets de l'ordre du critère C du Ministère de l'Environnement et de la Faune ont été atteints (respectivement 3400 et 3500 ppm) pour des fractions massiques de concentrés respectives de 8,6 et 6,1 %. Pour ces deux essais, des coefficients d'efficacité supérieurs à 65 % et des coefficients d'enlèvement supérieurs à 75 % ont été mesurés.

L'essai 37 par contre a été peu fructueux car les coefficients d'efficacité et d'enlèvement ont été à peine supérieurs à 20 %. Ainsi, le rejet avait une teneur en hydrocarbures pétroliers supérieure à 10 000 ppm. Il est à noter que la teneur en hydrocarbures pétroliers dans le concentré de l'essai 34 a atteint 266 600 ppm, ce qui représente plus de 26,6 % en masse d'hydrocarbures pétroliers. D'ailleurs, l'apparence physique de ce concentré solide était très grasseuse et dégageait une forte odeur de produits pétroliers. Il est intéressant d'observer toutefois que la concentration en hydrocarbures pétroliers dans le rejet de l'essai 34 n'était pas inférieure au critère C, car le concentré ne représentait que 2,8 % de la masse initiale des sédiments contaminés. Notons que tous ces résultats ont été obtenus à partir de sédiments ayant une concentration moyenne en hydrocarbures pétroliers de l'ordre de 14 000 ppm. Mentionnons aussi que dans tous les cas la fraction massique du concentré a été inférieure à 10 %, ce qui constitue la norme à atteindre afin de limiter les coûts d'élimination du matériel fortement contaminé.

L'analyse de variance a permis d'évaluer la contribution de chacune des variables étudiées à la variation des résultats observée pour les huit expériences préliminaires. Ainsi, les variables les plus importantes ont été identifiées. Celles-ci sont le % m/m de la pulpe et le temps de conditionnement qui représentent respectivement plus de 23,4 % et 29,9 % de la variation du coefficient d'efficacité et 24,9 % et 26,2 % de la variation du coefficient d'enlèvement pour les huit expériences préliminaires. Les autres variables contribuent de façon plus limitée aux résultats. Ainsi, la vitesse de rotation de la turbine lors du conditionnement (11,3 %) et de la flottation (7,0 %) contribuent globalement pour 18,3 % de la variation du coefficient d'efficacité et 15,1 % (7,6 % + 7,5 %) de la variation du coefficient d'enlèvement. Quant au temps de flottation et la présence ou non de MIBC, leur impact est plutôt négligeable, ce qui est un peu surprenant en soit, car il serait logique de s'attendre à ce qu'un temps de flottation plus long améliore le coefficient d'enlèvement et réduise dans une certaine mesure le coefficient d'efficacité. Cela suggère que la flottation est pratiquement terminée après cinq minutes. Quant au MIBC, il semble un peu difficile d'expliquer pourquoi celui-ci ne contribue à peu près pas à la variation du coefficient d'enlèvement en particulier. La contribution de l'erreur ou contribution de toutes les variables non étudiées ainsi que les interactions entre

variables représente environ 30 % de la variation autant pour le coefficient d'enlèvement que pour le coefficient d'efficacité. Sans faire de comparaison exhaustive, notons tout de même que cela est largement inférieur à la contribution de l'erreur en colonne. Cela est logique puisque les expériences en cellule en mode fournée à l'échelle du laboratoire sont beaucoup plus simples à contrôler que les expériences en colonne. Ainsi, moins de variables plus ou moins contrôlées entrent en ligne de compte. Notons tout de même qu'il aurait fallu effectuer plus de huit expériences afin de réduire la contribution de l'erreur, car huit expériences constituent le nombre minimum d'expériences requises pour étudier six variables à deux niveaux.

L'analyse de l'effet factoriel a permis de déterminer les conditions optimales d'enlèvement et d'efficacité pour chacune des variables étudiées. Celles-ci sont similaires peu importe qu'elles aient été déterminées en fonction du coefficient d'efficacité ou du coefficient d'enlèvement. Ainsi, voici les conditions expérimentales optimales telles que déterminées par l'analyse de l'effet factoriel :

**Tableau 34. Niveau pour chacune des variables étudiées qui permet d'atteindre les performances optimales lors de la flottation en cellule des hydrocarbures pétroliers**

Variable	Niveau
% m/m pulpe	21,7 %
$t_{\text{cond.}}$	2 minutes
$v_{\text{cond.}}$	800 rpm
$t_{\text{flottation}}$	10 minutes
$v_{\text{flottation}}$	800 rpm
MIBC	0 ppm* 15 ppm**

\* coefficient d'efficacité

\*\* coefficient d'enlèvement

Soulignons toutefois que dans le cadre des essais dans les conditions optimales d'efficacité, les conditions expérimentales adoptées ne correspondent pas à celles dictées par l'analyse de l'effet factoriel pour deux des six variables. En effet, compte tenu de la faible différence entre le coefficient d'efficacité à chacun des deux niveaux étudiés pour ces deux variables (voir tableau 24) et d'essais antérieurs où il avait été démontré qu'un temps de flottation de cinq minutes et l'ajout de 15 ppm de MIBC permettent normalement d'améliorer le coefficient d'efficacité, il a été décidé de privilégier un temps de flottation de cinq minutes et l'ajout de 15 ppm de MIBC dans les conditions optimales d'efficacité. De plus, compte tenu du fait que pour le coefficient d'enlèvement le temps optimal de flottation était véritablement de 10 minutes, le coefficient d'efficacité allait de toute façon être vérifié pour un temps de flottation de 10 minutes. Les résultats semblent montrer que dans les faits l'efficacité est au minimum égale sinon supérieure pour un temps de flottation de dix minutes plutôt que cinq minutes (coefficient d'efficacité de 71,6 % (tableau 30) pour un temps de flottation de dix minutes et 71,1 % (tableau 27) pour un temps de flottation de cinq minutes) ce qui est en accord avec l'analyse de l'effet factoriel. Il semble logique qu'un % m/m de la pulpe de 21,7 % donne des résultats supérieurs à un % m/m de pulpe de 11,7 %. En effet, il y a ainsi plus de friction entre les particules ce qui contribue au détachement des hydrocarbures pétroliers d'après les particules. De plus, puisque la pulpe est plus visqueuse, cela réduit la turbulence et contribue ainsi à réduire la flottation parasitaire et le détachement des hydrocarbures pétroliers d'après les bulles d'air. Pour ce qui est de la vitesse de rotation de la turbine lors du conditionnement et de la flottation, il semble logique de penser que l'entraînement parasitaire, qui contribue à réduire les performances de l'appareil, est d'autant plus important que la vitesse de rotation est élevée, car ainsi l'agitation de la pulpe est plus violente. Pour la même raison, une vitesse de rotation de la turbine élevée lors de la flottation contribue au détachement des hydrocarbures pétroliers d'après les bulles d'air. La valeur optimale de 2 minutes pour le temps de conditionnement semble toutefois un peu plus difficile à expliquer. Il apparaît possible qu'un temps de deux minutes était probablement suffisant pour homogénéiser la pulpe tout en limitant l'entraînement parasitaire. Il semble évident qu'un temps de flottation de 10 minutes permette d'améliorer l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers. Toutefois, en ce qui a

trait à l'efficacité, cela est plus nuancé. En effet, l'efficacité prend en considération non seulement l'enlèvement des hydrocarbures, mais en plus la fraction massique du concentré. Or, l'enlèvement est favorisé par un temps de flottation plus long alors que la fraction massique du concentré est d'autant plus petite que le temps de flottation est court. Ainsi, pour les raisons expliquées plus haut, il a été décidé qu'un temps de flottation de cinq minutes dans les conditions optimales d'efficacité était plus approprié. Enfin, il semble logique de croire que l'ajout de MIBC améliore l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers car celui-ci favorise la stabilité de la mousse.

Les résultats des essais dans les conditions optimales ont été très fructueux. En effet, des coefficients d'efficacité de l'ordre de 70 % et des coefficients d'enlèvement de l'ordre de 80 % ont été mesurés dans les conditions optimales. De plus, des concentrations en hydrocarbures pétroliers largement inférieures au critère C (entre 2000 et 2800 ppm) ont été mesurées à partir de sédiments ayant une teneur en hydrocarbures pétroliers de l'ordre de 12 300 ppm tout en maintenant une fraction massique de concentré inférieure à 11 %. Dans cet ordre d'idées, notons que comparativement aux conditions optimales d'enlèvement, les conditions optimales d'efficacité permettent de passer sous le critère C tout en ayant une fraction massique de concentré inférieure à celle mesurée dans les conditions optimales d'enlèvement. De ce point de vue là, l'essai 43 constitue le meilleur essai, car il permet de passer sous le critère C avec une fraction massique de concentré minimale. Il est intéressant de constater que les coefficients d'efficacité chutent pour les expériences multi-étapes puisque les concentrés II ont une concentration en hydrocarbures pétroliers relativement faible tout en haussant de façon sensible la fraction massique du concentré global. Enfin, notons que l'essai 44 est très intéressant, car il permet l'enlèvement le plus élevé parmi les essais dans les conditions optimales (83,2 %) tout en maintenant un coefficient d'efficacité supérieur à 70 %. Par rapport aux valeurs prédites de coefficients d'enlèvement et d'efficacité, mentionnons que les valeurs réelles sont environ 10 % inférieures aux valeurs prédites, ce qui est tout de même un écart appréciable mais auquel il était logique de s'attendre compte tenu du faible nombre de degrés de liberté générés par une matrice orthogonale  $L_8(2^6)$ . Notons toutefois que les conditions dans lesquelles l'essai dans les conditions optimales

d'efficacité a été réalisé (essai 43) ne sont pas exactement les mêmes que celles pour laquelle la prédiction a été faite.

Somasundaran et al., 1997, rapportent un enlèvement de l'ordre de 60 % de l'huile de paraffine dans un sol artificiellement contaminé à l'aide de la flottation en cellule dans les conditions suivantes : granulométrie du sol de 75 à 830  $\mu\text{m}$ , 300 ppm de «sodium dodecylsulfate» (collecteur) et 20 ppm d'huile de pin (moussant). Par l'ajout d'une étape d'attrition et d'une étape de flottation supplémentaires, l'enlèvement grimpe à 74 %. Notons toutefois que l'enlèvement tel qu'ils le calculent n'est pas clairement défini dans l'article. Clifford, 1993 rapporte quant à lui un coefficient d'efficacité maximal de 54,3 % et un coefficient d'enlèvement maximal de 62,8 % des huiles et graisses dans des sédiments de la rivière Buffalo. Cela a été réalisé avec une cellule de flottation de laboratoire à l'aide d'un collecteur non ionique (Igepal CO-530) à une concentration de 200 ppm. Ils ont ainsi concentré 76 % des huiles et graisses dans 13,5 % de la masse initiale. Il est difficile de comparer nos résultats à ceux de la littérature, car la flottation est notamment fonction de la nature du sol et des contaminants. Toutefois, il est intéressant d'observer qu'un enlèvement et une efficacité supérieurs aux données de la littérature ont été atteints sans utiliser de collecteur. Notons que cela constitue un avantage certain, car dans un procédé il faut s'assurer de disposer du collecteur de façon sécuritaire au même titre que les contaminants.

Enfin, notons qu'afin de s'assurer de la validité des conclusions qui ont été tirées, la réplicabilité des essais a été évaluée; c'est-à-dire la capacité à obtenir des résultats similaires dans les mêmes conditions expérimentales. Ainsi, une incertitude relative de l'ordre de 5 % sur le coefficient d'efficacité et de 2,5 % sur le coefficient d'enlèvement ont été mesurées pour une série de quatre essais dans des conditions expérimentales identiques. Cela constitue un résultat très satisfaisant.

## Chapitre 6. Prédiction des performances en mode continu à partir de données en mode fournée

### 6.1 Essais en mode fournée versus essais en mode continu

Afin de pouvoir comparer de façon la plus adéquate possible les performances d'une cellule et d'une colonne de flottation pour l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers de sédiments portuaires contaminés, il convient non seulement de prendre les précautions nécessaires au niveau de l'homogénéité du matériel à étudier, mais en plus il faut s'assurer d'être dans le même mode opératoire. En effet, il existe des différences fondamentales qui influencent notablement les performances entre un procédé en mode discontinu ou fournée et un procédé en mode continu. Par exemple, la distribution du temps de résidence des particules est une caractéristique des procédés en mode continu. Ainsi, la transposition de résultats obtenus en mode fournée au laboratoire vers un procédé en mode continu dans l'usine constitue l'une des difficultés majeures à laquelle ont à faire face les professionnel(le)s œuvrant dans ce secteur. Puisqu'il n'y avait pas d'équipement suffisamment sophistiqué pour effectuer des essais en cellule en mode continu, ils ont été effectués en mode fournée et, à l'aide d'un modèle approprié qui a été développé au laboratoire, les performances qui seraient obtenues en mode continu ont été simulées. À cette fin, il suffit de résoudre l'équation 18 (section 3.2.3) qui modélise l'évolution de la concentration des hydrocarbures pétroliers dans la cellule en fonction du temps puis de substituer les divers paramètres dans l'équation 39 (section 3.2.3) afin d'évaluer le temps de résidence moyen ( $\bar{t}$ ) nécessaire afin d'atteindre une récupération donnée en mode continu. De cette façon, Il est aussi possible d'évaluer le temps de résidence moyen nécessaire afin d'atteindre une récupération en mode continu qui soit équivalente à celle obtenue au temps optimal de flottation ( $t_{opt}$ ) en mode fournée. Rappelons que selon Agar et al., 1980, le temps de flottation optimal correspond au moment où le taux de flottation des hydrocarbures pétroliers devient égal à celui de la gangue. Pour déterminer le temps de résidence moyen nécessaire afin d'atteindre une récupération équivalente à celle au temps de flottation optimal en mode fournée, il suffit de résoudre les équations 13 ou 14 (section 3.2.2) selon que le facteur correctif pour le

temps est considéré ou non. puis de substituer  $t$  par  $t_{opt}$  dans l'équation 40 (section 3.2.3). À partir du temps de résidence moyen, il devient possible d'évaluer le débit  $Q$  pour une cellule de volume  $V$ .

## 6.2 Description d'un essai

Afin de pouvoir résoudre les équations 8 ou 9 (section 3.2.1), 13 ou 14 (section 3.2.2) et 18 (section 3.2.3) nécessaires à la prédiction approximative du temps de résidence moyen requis ( $\bar{t}$ ) afin d'atteindre des performances équivalentes en mode continu à ce qui a été obtenu en mode fournée, il convient d'effectuer un essai conventionnel tel qu'il a été décrit à la section 5.2.2 à la différence près que cette fois-ci le concentré n'est pas accumulé dans le même récipient pendant la durée entière de la flottation mais plutôt séparément par fraction en fonction d'un intervalle de temps prédéterminé et relativement court. Ainsi, trois essais ont été effectués dans les conditions optimales d'enlèvement telles que définies au tableau 25 (section 5.4.2). Afin d'avoir un nombre suffisant de points expérimentaux, le temps de flottation de dix minutes a été subdivisé en dix intervalles d'une minute et ainsi dix fractions distinctes de concentré ont été recueillies. Il suffit ensuite de calculer l'évolution de la récupération  $R$  telle que définie à l'équation 37 (section 3.2.3) en fonction du temps afin de résoudre l'équation 8 ou 9 (section 3.2.1) et de calculer la concentration des hydrocarbures pétroliers dans la cellule à tout temps  $t$   $c_{HC,t}$  afin de résoudre l'équation 18 (section 3.2.3). Notons que trois essais ont été réalisés dans les mêmes conditions et le meilleur des trois a été retenu afin d'effectuer les calculs. De plus, mentionnons que les données relatives au contrôle de la qualité des expériences et des analyses chimiques se retrouvent à l'annexe II.

## 6.3 Résultats

### 6.3.1 Mise en équation des données expérimentales

Le tableau 35 contient les données relatives aux masses de sédiments et aux concentrations en hydrocarbures pétroliers des différentes fractions recueillies lors de l'essai visant notamment à déterminer le temps de flottation optimal.

**Tableau 35. Concentration des hydrocarbures pétroliers et masse des sédiments de l'alimentation, des fractions du concentré et du rejet lors d'un essai de flottation en cellule**

Fraction	Concentration (ppm)	Masse (g)
alimentation	11900	1198,7
concentré 1	185000	22,2
concentré 2	139000	17,4
concentré 3	82300	16,7
concentré 4	58500	13,8
concentré 5	46900	14,3
concentré 6	39400	13,1
concentré 7	40800	9,9
concentré 8	33100	10,3
concentré 9	27500	10,3
concentré 10	25600	10,6
rejet	2900	996,7

Il est noter qu'à partir de ces résultats peuvent être calculés les récupérations exactes ou approximatives des hydrocarbures pétroliers et de la gangue. Puisque les récupérations approximatives tendent vers les récupérations exactes dans nos conditions expérimentales et qu'elles sont plus simples à calculer, elles seront utilisées pour les calculs subséquents.

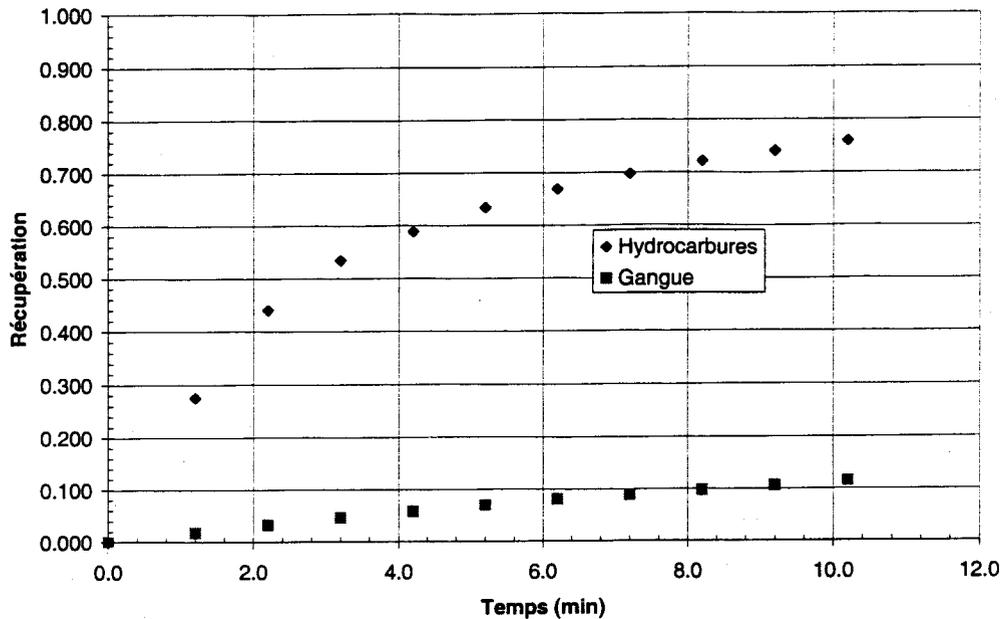
Notons que la récupération approximative des hydrocarbures pétroliers se calcule avec l'équation 37 (section 3.2.3) alors que la récupération approximative de la gangue  $R_G$  se calcule à l'aide de l'équation suivante :

$$R_G \approx \frac{M_o - M_r}{M_o} \quad (52)$$

où  $M_o$  et  $M_r$  représentent respectivement la masse de sédiments de l'alimentation et du rejet. Ainsi, les récupérations des hydrocarbures pétroliers et de la gangue se retrouvent au tableau 36 et une représentation graphique de l'évolution de la récupération des hydrocarbures pétroliers et de la gangue est présentée à la figure 18.

**Tableau 36. Récupération ( $R_i$ ) des hydrocarbures pétroliers et de la gangue lors d'un essai de flottation en cellule**

Temps (min)	$R_{HC}$	$R_G$
0,0	0,000	0,000
1,2	0,275	0,019
2,2	0,441	0,033
3,2	0,534	0,047
4,2	0,589	0,059
5,2	0,634	0,070
6,2	0,669	0,081
7,2	0,697	0,090
8,2	0,721	0,098
9,2	0,740	0,107
10,2	0,760	0,116



**Figure 18. Récupération des hydrocarbures pétroliers et de la gangue en fonction du temps pour un essai de flottation en cellule**

Les tableaux 37 et 38 contiennent les données relatives à la mise en équation de l'évolution de la récupération des hydrocarbures pétroliers et de la gangue en fonction du temps réalisée à l'aide de l'outil *Solveur* de *Microsoft Excel*. Il est à noter que cette mise en équation a été réalisée pour deux équations sensiblement différentes; soit les équations 8 et 9 (section 3.2.1). Par rapport à une cinétique d'ordre 1 conventionnelle, l'équation 8 prend en considération le fait que la récupération maximale à un temps infini  $R_{\infty}$  est inférieure à 1 ou 100 % et l'équation 9 ajoute un paramètre supplémentaire  $b$  qui apporte un facteur de correction pour le temps de flottation en mode fournée. Ajoutons qu'une contrainte a été imposée au logiciel lors de la résolution de ces deux équations pour les hydrocarbures pétroliers et la gangue : la récupération à un temps infini  $R_{\infty}$  devait être au moins égale ou supérieure à la récupération mesurée après 10,2 minutes. Ainsi, le tableau 37 présente les paramètres de la mise en équation de la récupération des hydrocarbures pétroliers et de la gangue sans facteur correctif pour le temps alors que le tableau 38

présente les paramètres de la mise en équation de la récupération des hydrocarbures pétroliers et de la gangue avec un facteur correctif pour le temps.

**Tableau 37. Récupération à temps infini ( $R_{\infty}$ ) et constante cinétique de flottation ( $k$ ) des hydrocarbures pétroliers et de la gangue lors d'un essai de flottation en cellule sans facteur correctif pour le temps**

Produit	$R_{\infty}$	$k$ ( $\text{min}^{-1}$ )
Hydrocarbures pétroliers	0,760	0,369
Gangue	0,205	0,081

**Tableau 38. Récupération à temps infini ( $R_{\infty}$ ), constante cinétique de flottation ( $k$ ) et facteur correctif pour le temps ( $b$ ) pour les hydrocarbures pétroliers et la gangue lors d'un essai de flottation en cellule**

Produit	$R_{\infty}$	$k$ ( $\text{min}^{-1}$ )	$b$ (min)
Hydrocarbures pétroliers	0,760	0,367	0,020
Gangue	0,205	0,081	-0,005

Il est intéressant de constater que les paramètres générés par la mise en équation sont pratiquement identiques pour les deux équations.

### 6.3.2 Détermination du temps de flottation optimal en mode fournée

Il convient ensuite de déterminer le temps de flottation optimal à partir des équations 13 ou 14 (section 3.2.2) selon que le facteur correctif pour le temps est considéré ou pas. Rappelons que ces équations dérivent du critère selon lequel le temps de flottation optimal correspond au moment auquel le taux de récupération des

hydrocarbures pétroliers est égal à celui de la gangue. En d'autres mots, le temps de flottation est optimal lorsque :

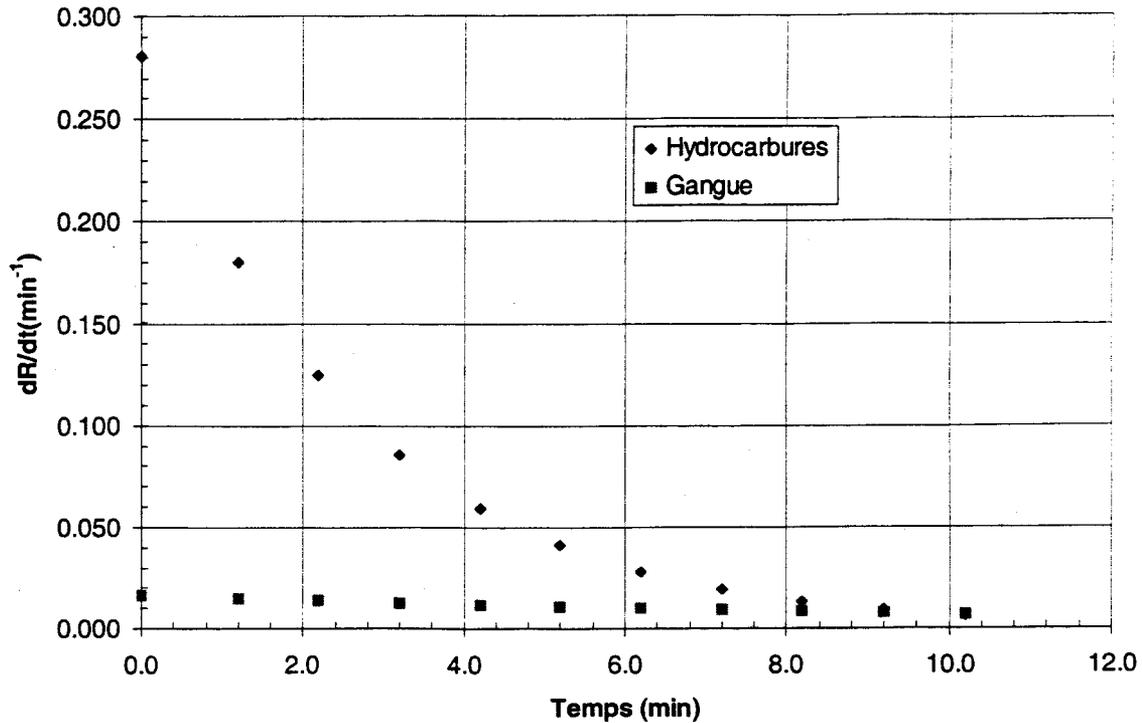
$$\left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_{\text{HC}} = \left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_{\text{G}} \quad (53)$$

Ainsi, le tableau 39 contient les données relatives au temps optimal de flottation déterminées à partir des équations 13 et 14.

**Tableau 39. Temps optimal de flottation ( $t_{\text{opt}}$ ) des hydrocarbures pétroliers en considérant ou non un facteur correctif pour le temps lors d'un essai de flottation en cellule**

facteur correctif pour le temps b	$t_{\text{opt}}$ (min)
non	9,89
oui	9,84

Puisque l'influence du facteur correctif pour le temps semble à toute fin pratique négligeable, il ne sera pas considéré dans les calculs subséquents. La figure 19 constitue une représentation graphique de l'évolution du taux de récupération des hydrocarbures pétroliers et de la gangue en fonction du temps à partir de laquelle il est possible de déterminer graphiquement le temps de flottation optimal en évaluant le temps auquel les deux courbes se croisent.



**Figure 19. Taux de récupération des hydrocarbures pétroliers et de la gangue en fonction du temps pour un essai de flottation en cellule**

### 6.3.3 Détermination du temps de résidence moyen

La détermination du temps de résidence moyen  $\bar{t}$  nécessaire afin d'atteindre une récupération donnée en mode continu implique la résolution de l'équation 39 (section 3.2.3). Or, il convient auparavant de résoudre l'équation 18 (section 3.2.3) afin de déterminer la concentration en hydrocarbures pétroliers à un temps infini  $c_{HC_\infty}$  nécessaire à la résolution de l'équation 39. Cette équation permet de modéliser l'évolution de la concentration des hydrocarbures pétroliers dans la cellule  $c_{HC_t}$  en fonction du temps de flottation  $t$  et a la forme suivante :  $c_{HC_t} = c_{HC_\infty} + A \exp(-kt)$  où  $A$  et  $k$  représentent respectivement une constante et la constante cinétique de flottation. Ainsi, les différents paramètres de cette équation ont été déterminés à l'aide du *Solveur* de

*Microsoft Excel* et les résultats sont présentés au tableau 40. Il est à noter que deux contraintes ont été imposées au logiciel lors de la résolution de l'équation 18. Ainsi, la somme de la concentration des hydrocarbures pétroliers au temps infini  $c_{HC_{\infty}}$  et de la constante A devait être égale à la concentration initiale des hydrocarbures pétroliers mesurée expérimentalement; soit 11 900 ppm. De plus, la constante cinétique de flottation des hydrocarbures pétroliers k devait être égale à celle déterminée lors de la résolution de l'équation 8 pour les hydrocarbures pétroliers; soit  $0,369 \text{ min}^{-1}$ .

**Tableau 40. Concentration des hydrocarbures à un temps infini  $c_{HC_{\infty}}$ , constante cinétique k et constante A générées lors de la résolution de l'équation 18**

	$c_{HC_{\infty}}$ (ppm)	A (ppm)	k ( $\text{min}^{-1}$ )
Valeur	2849	9051	0,369

Ainsi, il suffit de substituer les différents paramètres dans l'équation 39 pour une série de récupérations données afin de simuler les temps de résidence moyens requis. La figure 20 constitue une représentation graphique de l'évolution du temps de résidence moyen en fonction de la récupération. Il peut aussi être intéressant d'évaluer l'évolution du rapport  $\bar{t}/t$  en fonction de la récupération à l'aide de l'équation 40 (section 3.2.3) (voir figure 21). En substituant t par le temps optimal de flottation  $t_{opt}$  déterminé à l'aide de l'équation 13 (section 3.2.2), il devient possible d'évaluer le rapport  $\bar{t}/t_{opt}$  et donc de déterminer le temps de résidence moyen nécessaire afin d'atteindre en mode continu une performance équivalente à celle en mode fournée au temps de flottation optimal. De cette façon un temps de résidence moyen de 97 minutes est obtenu. Ainsi, cela signifie que chaque particule devrait demeurer en moyenne environ 97 minutes dans la cellule afin d'atteindre une performance en mode continu qui soit équivalente à celle obtenue en mode fournée au temps optimal de flottation. Cela constitue un temps plutôt long et est dû à l'existence d'une distribution du temps de résidence dans tout procédé en mode continu.

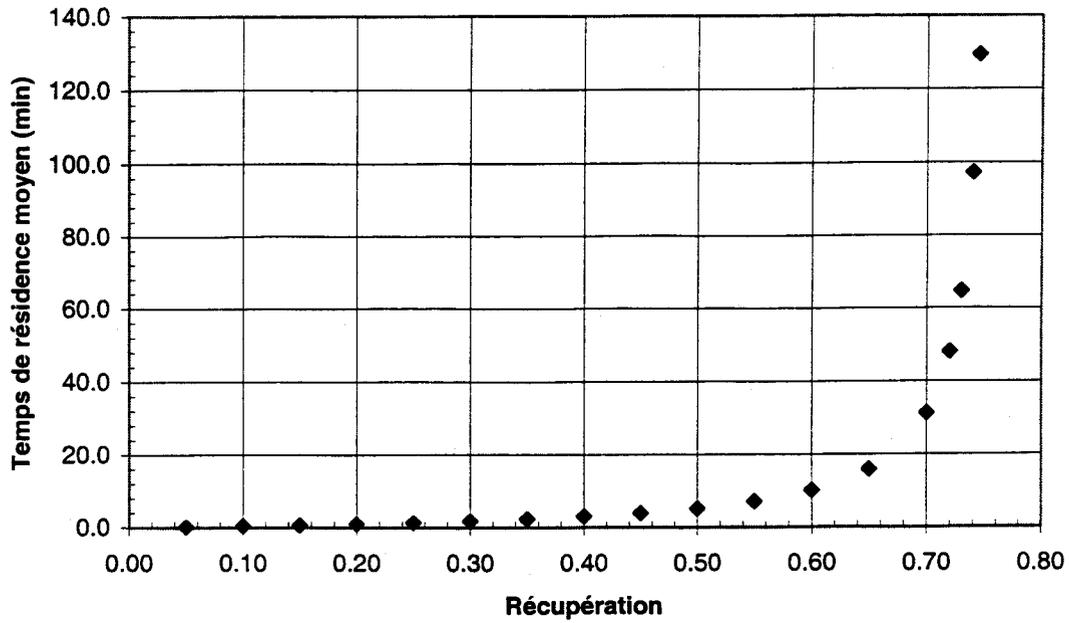


Figure 20. Évolution du temps de résidence moyen en fonction de la récupération des hydrocarbures pétroliers en mode continu pour un essai de flottation en cellule

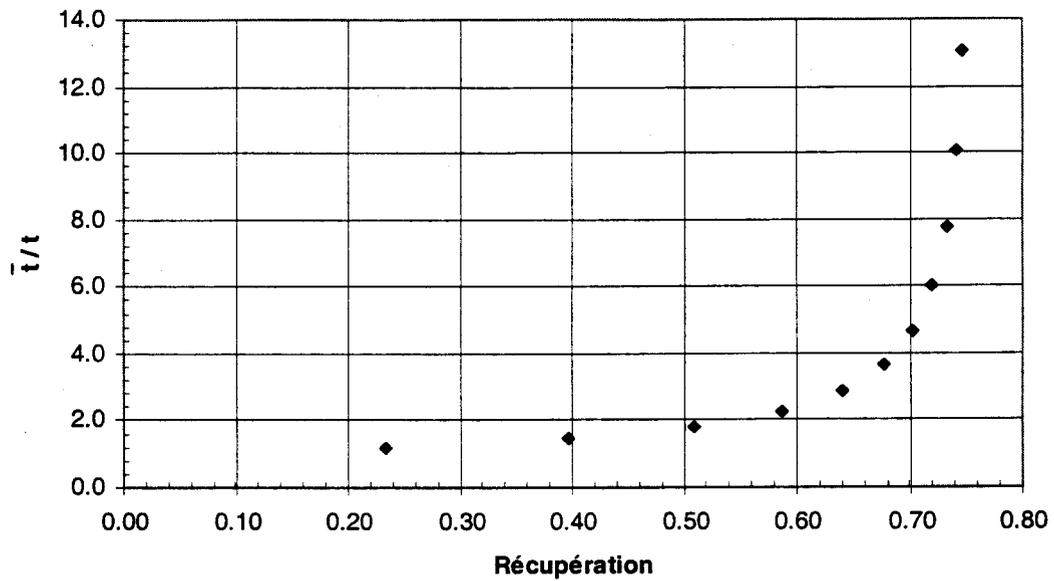


Figure 21. Évolution du rapport  $\bar{t}/t$  en fonction de la récupération des hydrocarbures pétroliers lors d'un essai de flottation en cellule

Il est donc possible de calculer, pour des cellules de taille variable, le débit requis afin de maintenir un temps de résidence moyen de 97 minutes. Par exemple, pour une cellule de 1000 litres, le débit requis pour maintenir un temps de résidence moyen de 97 minutes est de 10,3 L/min. Mentionnons qu'il serait possible de réduire le temps de résidence moyen en utilisant  $n$  cellules disposées en série. Enfin, il est à noter que ces résultats constituent une approximation et que la validité du modèle n'a pas été vérifiée expérimentalement.

## 6.4 Analyse des résultats

Il est intéressant de constater que la concentration des hydrocarbures pétroliers diminue très rapidement durant les premières minutes de flottation. Ainsi, la concentration des hydrocarbures pétroliers de la première fraction recueillie était de 185 000 ppm et a chuté rapidement autour de 40 000 ppm après 5-6 minutes de flottation puis autour de 25 000 ppm durant la dernière minute de flottation. Quant aux masses de concentrés recueillies, elles diminuent régulièrement aussi, mais de façon moins prononcée; passant d'un peu plus de 20 g pour la première fraction à un peu plus de 10 g pour la dernière fraction recueillie. Il est à noter que malgré que la concentration des hydrocarbures pétroliers ne diminue pas toujours régulièrement d'une fraction à l'autre (elle augmente par exemple légèrement de la fraction 6 à 7), le taux de récupération diminue de façon régulière, car le calcul du taux de récupération implique notamment le produit de la concentration des hydrocarbures pétroliers par la masse de la fraction recueillie. Or, cette dernière diminue beaucoup de la fraction 6 à la fraction 7. Ainsi, la masse d'hydrocarbures pétroliers recueillie dans la fraction 7 est inférieure à celle récupérée dans la fraction 6 même si la concentration des hydrocarbures pétroliers de la fraction 7 est supérieure à celle de la fraction 6.

La figure 18 permet de constater que la récupération des hydrocarbures pétroliers plafonne autour de 80 % après un temps de flottation assez long, ce qui est en accord avec Agar, 1985 qui avait émis l'hypothèse que la récupération maximale possible est pratiquement toujours inférieure à 100 % et qu'il faut donc tenir compte de cette réalité

lors de la mise en équation des données expérimentales. Ainsi, les données expérimentales obéissent à l'équation 8 ou 9 plutôt qu'à l'équation 6 (section 3.2.1). Dans les faits, la récupération maximale des hydrocarbures pétroliers après un temps très long atteint 0,760 et celle de la gangue 0,205. Quant aux constantes cinétiques, notons que celle impliquant les hydrocarbures pétroliers est de quatre à cinq fois supérieure à celle de la gangue. Il est intéressant d'observer que peu importe que le facteur correctif pour le temps soit considéré ou non, cela n'a à peu près pas d'influence sur la récupération à un temps très long et sur la constante cinétique, car le facteur de correction tend vers zéro. Notons que ce dernier est positif pour les hydrocarbures pétroliers et légèrement négatif pour la gangue, signifiant ainsi que les hydrocarbures pétroliers commencent à flotter avant que la valve d'air soit ouverte. Le calcul du temps de flottation optimal à l'aide des équations 13 ou 14 (section 3.2.2) montre que celui-ci est légèrement inférieur à 10 minutes dans les conditions optimales d'enlèvement telles que décrites au tableau 25. Mentionnons que compte tenu des erreurs expérimentales, l'écart entre le temps optimal de flottation généré en considérant le facteur correctif pour le temps et celui généré en ne considérant pas le facteur correctif pour le temps est jugé négligeable (9,89 min vs 9,84 min). Enfin, signalons qu'il est possible d'apprécier graphiquement le temps de flottation optimal, bien que cela soit moins précis, en évaluant le temps  $t$  où la courbe du taux de récupération des hydrocarbures pétroliers croise celle de la gangue (voir figure 19).

La détermination du temps de résidence moyen nécessaire afin d'atteindre une récupération donnée implique une modélisation de la concentration des hydrocarbures pétroliers dans la cellule à tout temps  $t$ . Or, puisque la récupération maximale est inférieure à 100 %, cela implique que la concentration des hydrocarbures pétroliers dans la cellule atteint ultimement une valeur de concentration différente de zéro. Une équation de la forme  $c_{HC_t} = c_{HC_\infty} + A \exp(-kt)$  permet de modéliser un tel comportement pour une cinétique d'ordre 1. Ainsi, pour  $t = 0$ , la concentration des hydrocarbures pétroliers dans la cellule doit être égale à la concentration des hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation et c'est la raison pour laquelle une contrainte a été imposée au logiciel; soit que  $c_{HC_\infty} + A = 11\,900$  ppm, ce qui correspond à la concentration des hydrocarbures pétroliers dans l'alimentation. De plus, le logiciel a été contraint à une constante

cinétique égale à  $0,369 \text{ min}^{-1}$ . Ainsi, la concentration des hydrocarbures pétroliers après un temps très long  $c_{\text{HC}_-}$  est égale à 2849 ppm alors que A vaut 9051 ppm. Selon la modélisation, la concentration des hydrocarbures pétroliers dans la cellule après 10,2 minutes de flottation devait être égale à 3 100 ppm alors qu'expérimentalement une concentration de 2 900 ppm a été mesurée, ce qui constitue un écart de moins de 7 %. À partir de ces résultats, il est possible d'évaluer le temps de résidence moyen nécessaire afin d'atteindre une récupération donnée. Ainsi, la figure 20 montre clairement qu'il faut prolonger indûment le temps de résidence moyen afin d'obtenir une récupération supérieure à 70 %. Toutefois, pour une récupération de 65 %, un temps de résidence moyen de 15,9 minutes est suffisant. La figure 21 illustre le même phénomène mais de façon différente. En effet, il est possible d'y apprécier l'évolution du rapport  $\bar{t}/t$  en fonction de la récupération. Ainsi, plus une récupération élevée est nécessaire, plus le rapport  $\bar{t}/t$  augmente et cela est en accord avec d'autres modèles de la littérature [Gochin, 1990]. La substitution du temps de flottation en mode fournée  $t$  par le temps de flottation optimal  $t_{\text{opt}}$  a permis d'évaluer un rapport  $\bar{t}/t_{\text{opt}}$  égal à 9,8 et donc un  $\bar{t}$  de 97 minutes afin d'atteindre une récupération ( $R = 0,74$ ) équivalente à celle à  $t_{\text{opt}}$  en mode fournée. Ainsi, un temps de résidence moyen de 97 minutes a été calculé. Pour une cellule de 1000 L, cela implique un débit moyen de 10,3 L/min. Il est à noter que ce temps est très long et que cela est dû à la combinaison des deux facteurs suivants : l'existence d'une distribution du temps de résidence des particules en mode continu et la nécessité d'atteindre une récupération très élevée. Afin de réduire le temps de résidence moyen tout en maintenant une récupération constante, il conviendrait d'envisager d'utiliser plus d'une cellule. Ainsi, la disposition de quelques cellules en série permet normalement de réduire le temps de résidence moyen et donc d'augmenter le débit pour  $n$  cellules ayant un volume global égal à celui d'une seule cellule. D'autre part, si une récupération inférieure à celle atteinte au temps optimal de flottation en mode fournée est suffisante, cela pourrait aussi s'avérer une solution intéressante. Ainsi, par exemple supposons qu'il soit nécessaire seulement de passer juste sous le critère C pour le rejet; c'est-à-dire que la concentration du rejet soit de 3500 ppm. Cela implique un temps de flottation de 7,13 minutes (section 3.2.3, équation 18) en mode fournée pour une récupération de 0,705 (section 3.2.1, équation 8). Substitué dans l'équation 39 (section

3.2.3), une telle récupération nécessite un temps de résidence moyen de seulement 34,6 minutes. Ainsi, une diminution, même faible de la récupération désirée, permet d'abaisser de façon importante le temps de résidence moyen. Il est donc important de prendre conscience que le temps optimal de flottation en mode fournée ne correspond pas nécessairement au temps de résidence moyen idéal en mode continu. Enfin, rappelons qu'il convient d'être très prudent face aux résultats obtenus à l'aide de ce modèle, car sa validité n'a pas été vérifiée expérimentalement.

## **Chapitre 7. Conclusion et comparaison des technologies**

### **7.1 Rappel des objectifs**

L'objectif de ce mémoire consistait essentiellement à évaluer, à optimiser et à comparer deux équipements de flottation à des fins environnementales. Plus spécifiquement, une colonne et une cellule de flottation ont été évaluées afin de procéder à l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers de sédiments portuaires contaminés. À cette fin, plusieurs objectifs spécifiques ont été réalisés. Ainsi, les performances d'une colonne et d'une cellule de flottation ont été évaluées et optimisées grâce à la méthode de Taguchi. Par la suite, les performances d'une cellule en mode continu ont été simulées à partir de résultats obtenus en mode fournée à l'aide d'un modèle qui a été développé au laboratoire. Enfin, les deux technologies seront comparées dans ce chapitre et le choix de la technologie la plus appropriée sera fait en fonction des résultats expérimentaux et des simulations.

### **7.2 Utilisation de la flottation à des fins environnementales**

L'utilisation de la flottation à des fins environnementales est relativement récente. En effet, peu d'articles traitant de ce sujet sont disponibles dans la littérature et le lecteur est invité à se référer au chapitre 2 pour de plus amples détails sur les travaux antérieurs. Parmi les plus récents et les plus intéressants, notons ceux de Somasundaran et al., 1997 et Chou et al., 1998. La flottation est basée sur les propriétés hydrophiles et hydrophobes des solides. Ainsi, lorsque de l'air est introduit sous forme de fines bulles dans une matrice quelconque, les particules hydrophobes s'attachent aux bulles d'air alors que les particules plus hydrophiles restent en suspension dans la pulpe. Un concentré de particules hydrophobes est alors recueilli sous forme de mousse à la surface alors que la matrice relativement décontaminée est recueillie à la base. Puisque les contaminants organiques et en particulier les hydrocarbures pétroliers sont le plus souvent des espèces hydrophobes, ils peuvent donc être concentrés relativement facilement par flottation.

## 7.3 Rappel des résultats obtenus

### 7.3.1 Résultats en colonne

Rappelons tout d'abord qu'à partir des résultats obtenus pour les huit essais préliminaires de flottation des hydrocarbures pétroliers (essais 22 à 29), l'importance relative de chacune des variables étudiées sur la variation des performances a été évaluée. Ainsi, le pourcentage de solides de la pulpe sur une base massique (% m/m) semble être la variable ayant le plus d'impact sur les performances. Il semble que plus celui-ci est élevé, dans les limites de la plage étudiée toutefois, meilleures sont les performances. Notons que la friction entre les particules et donc le détachement des espèces hydrophobes est favorisé par un pourcentage de solides de la pulpe sur une base massique plus élevé ainsi que la stabilité de la pulpe puisque le milieu est moins turbulent. Les conditions optimales pour chacune des variables ont ainsi été déterminées : pourcentage massique des solides de la pulpe de 21,7 % m/m, temps de résidence de 3 minutes dans le réservoir de conditionnement, temps de résidence de 8 minutes dans la colonne, débit d'eau de lavage de 50 ml/min, débit d'air de 800 ml/min et 15 ppm de MIBC. Ainsi, dans ces conditions un coefficient d'enlèvement de 76,3 % et un coefficient d'efficacité de 57,0 % ont été atteints pour l'essai 32 multi-étapes (2 étapes). Cela a permis d'abaisser la concentration des hydrocarbures pétroliers dans le rejet à 3300 ppm; soit sous le critère C du Ministère de l'Environnement et de la Faune à partir d'une alimentation ayant une concentration en hydrocarbures pétroliers de 13800 ppm. Notons que la masse relative du concentré comptait pour moins de 10 % par rapport à la masse de l'alimentation. Pour un essai dans les mêmes conditions mais en une seule étape (essai 30), les résultats sont les suivants : coefficient d'enlèvement de 62,5 % et coefficient d'efficacité de 42,7 %, concentration du rejet de 5400 ppm à partir d'une alimentation ayant une concentration en hydrocarbures pétroliers de 14300 ppm et une masse de concentré représentant à peine 5 % de la masse de l'alimentation. Dans l'ensemble cela constitue d'excellents résultats.

### **7.3.2 Résultats en cellule**

Selon l'analyse de variance qui a été effectuée sur les résultats des huit essais préliminaires (essais 34 à 41), l'une des variables ayant l'impact le plus important sur la performance d'une cellule comme équipement de décontamination de sédiments portuaires contaminés par des hydrocarbures pétroliers est la même que pour une colonne; soit le pourcentage de solides de la pulpe sur une base massique (% m/m). Ainsi, celui-ci contribue pour près de 25 % de la variation des performances, autant en ce qui a trait au coefficient d'enlèvement qu'au coefficient d'efficacité. Il semble que la seule autre variable ayant un impact aussi important sinon plus important que le pourcentage de solides de la pulpe sur une base massique soit le temps de conditionnement. Le pourcentage de solides de la pulpe sur une base massique est donc une variable très importante autant en cellule qu'en colonne et il conviendrait d'effectuer de nouveaux travaux afin de raffiner les résultats obtenus concernant cette variable. L'analyse de l'effet factoriel pour chacune des variables a permis de déterminer les conditions optimales : pourcentage massique des solides de la pulpe de 21,7 % m/m, 2 minutes de conditionnement à 800 rpm, 10 minutes de flottation à 800 rpm et 15 ppm de MIBC. Dans ces conditions, les résultats ont été les suivants pour l'essai 44 multi-étapes (2 étapes) : un coefficient d'enlèvement de 83,2 % et un coefficient d'efficacité de 70,4 %, une concentration des hydrocarbures pétroliers dans le rejet de 2000 ppm à partir d'une alimentation à 12000 ppm et un concentré représentant moins de 11 % de la masse de l'alimentation. Pour un essai dans les mêmes conditions mais en une étape (essai 42), le coefficient d'enlèvement chute à 81,9 % mais le coefficient d'efficacité grimpe à 71,6 %. Quant à la concentration des hydrocarbures pétroliers dans le rejet, elle vaut 2400 ppm à partir d'une alimentation à 13300 ppm. Enfin, la masse relative du concentré est légèrement inférieure par rapport à celle obtenue en deux étapes et s'établit à 10,4 %. D'un point de vue strictement économique, notons toutefois que l'essai 43 dans les conditions optimales d'efficacité (identiques aux conditions optimales d'enlèvement à l'exception du temps de flottation qui vaut 5 minutes) est à privilégier car il permet de passer sous le critère C tout en réduisant au minimum la quantité de concentré à enfouir

(masse relative de concentré de 6 % par rapport à l'alimentation pour un coefficient d'efficacité supérieur à 71 %).

### 7.3.2.1 Simulation des performances en continu à partir de données en mode fournée

Afin de comparer adéquatement une cellule et une colonne de flottation pour l'enlèvement des hydrocarbures pétroliers de sédiments contaminés, il convient d'être dans le même mode opératoire. Puisque les essais en colonne ont été réalisés en mode continu alors que les essais en cellule ont été faits en mode fournée, un modèle mathématique a été développé afin de prédire le plus justement possible les performances en continu pour une cellule à partir de données en mode fournée. Ainsi, sur la base de la récupération désirée en mode continu, il est possible de déterminer le temps de résidence moyen nécessaire. De plus, il est aussi possible de connaître le temps de résidence moyen nécessaire pour atteindre une concentration donnée dans le rejet. Notons toutefois que la validité de ce modèle n'a pas été vérifiée expérimentalement. Ainsi, dans les conditions optimales d'enlèvement en cellule, un temps de résidence moyen de 97 minutes a été calculé afin d'atteindre une récupération de 0,74 qui correspond au temps de flottation optimal en mode fournée (9,89 minutes). Ce temps est relativement long mais il convient de rappeler que la forme de la courbe de la figure 20 implique qu'il est possible d'atteindre une récupération respectable pour un temps de résidence moyen beaucoup plus court. Ainsi, un temps de résidence moyen de 34,6 minutes est suffisant pour atteindre une récupération de 0,705 qui correspond à une concentration des hydrocarbures pétroliers dans le rejet de 3500 ppm (critère C) à partir d'une alimentation à 11900 ppm.

## 7.4 Choix de la meilleure technologie

Le choix de la technologie la plus appropriée entre une colonne et une cellule de flottation pour le traitement d'une matrice solide quelconque n'est pas une chose simple. Ainsi, plus souvent qu'autrement le choix entre une cellule ou une colonne s'effectue sur la base de critères plus ou moins objectifs tels que les préférences ou les expériences antérieures de la ou des personnes impliquées. Mentionnons que les cellules constituent

une technologie beaucoup plus vieille que les colonnes et en ce sens l'utilisation des cellules prédomine encore celle des colonnes, en occident du moins [Wills, 1992]. Bien qu'il soit difficile de choisir la meilleure technologie dans une situation donnée, il semble tout de même que les colonnes présentent plusieurs avantages par rapport aux cellules. Ainsi, par rapport aux cellules, il semble que les colonnes permettent une meilleure séparation, particulièrement pour les particules fines, un investissement moins important, des coûts d'opération plus modérés, une demande d'espace plus faible et une automatisation plus simple [Wills, 1992]. De plus, la littérature fait état de plusieurs situations concrètes où la substitution de cellules par une ou des colonnes a été bénéfique [Wills, 1992] [Pal et Masliyah, 1990]. Mentionnons toutefois que des travaux effectués récemment quant à l'utilisation d'une cellule ou d'une colonne à des fins environnementales sur des sols contaminés artificiellement n'ont pas permis de dégager réellement de tendances quant à la technologie la plus efficace [Chou et al., 1998]. Enfin, notons qu'une étude théorique a été réalisée afin de comparer objectivement les deux équipements et les diverses conclusions tirées de cette étude tendent à démontrer la supériorité des colonnes [Biswal et Bhaumik, 1992]. Il demeure toutefois que le choix d'une technologie ou de l'autre demeure du cas par cas et qu'il faut évaluer la situation en fonction des trois critères suivants [Wills, 1992]:

1. performance de l'équipement (récupération et niveau de concentration)
2. capacité
3. économie (investissement initial, coûts d'opération et de maintenance)

Notons que la comparaison a été effectuée essentiellement en fonction du critère no. 1 et que bien qu'il soit généralement reconnu que les cellules ont une capacité supérieure aux colonnes et que les colonnes sont moins dispendieuses à l'achat et à l'opération que les cellules, cela n'a pas été pris en considération dans le cadre de nos travaux. Ainsi, sur la base des performances seulement, il est difficile de départager les deux types d'équipement quant à l'efficacité afin d'extraire les hydrocarbures pétroliers

de sédiments portuaires contaminés. En effet, il semble que les performances soient similaires dans les mêmes conditions expérimentales : même % m/m (21,7 %), même concentration de MIBC (15 ppm) et même matériel. Ainsi, dans les conditions optimales, un coefficient d'enlèvement de 76,3 % et un coefficient d'efficacité de 57,0 % ont été obtenus en colonne. La concentration des hydrocarbures pétroliers dans le rejet était sous le critère C (3300 ppm) et la masse relative du concentré représentait environ 10 % de la masse de l'alimentation. Notons que ces performances ont été obtenues pour l'essai 32 multi-étapes (2 étapes). Quant aux cellules, elles ont permis d'atteindre un coefficient d'enlèvement de 83,2 % et un coefficient d'efficacité de 70,4 % pour l'essai 44 multi-étapes (2 étapes). Ainsi, la concentration des hydrocarbures pétroliers dans le rejet était largement sous le critère C (2000 ppm) et la masse relative du concentré représentait environ 11 % de la masse de l'alimentation. En fonction des données sur la réplicabilité des essais définies aux sections 4.6 et 5.6, les écarts entre les coefficients d'efficacité et d'enlèvement pour les cellules et les colonnes sont significatifs. Il est important toutefois de noter que même si les coefficients d'efficacité en colonne semblent systématiquement plus faibles qu'en cellules, ce n'est pas nécessairement le cas si l'on prend la peine de s'attarder. En effet, le calcul du coefficient d'efficacité fait intervenir le rapport masse du rejet par rapport à la masse de l'alimentation (voir équation 43, chapitre 3). Or, les bilans de masse (définis à l'annexe II) étaient pratiquement quantitatifs en cellule alors que cela n'était pas le cas en colonne. Ainsi, si les coefficients d'efficacité sont calculés en fonction des bilans de masse corrigés (masse alimentation = masse concentré + masse rejet), ceux-ci sont pratiquement équivalents en cellule et en colonne (coefficients d'efficacité en fonction des bilans de masse corrigés des essais 32 (colonne) et 44 (cellule) respectivement : 68,8 % et 75,5 %). Bien qu'à prime abord les cellules semblent supérieures, il convient de se rappeler que les essais en colonne ont été réalisés en mode continu alors que les essais en cellule ont été réalisés en mode fournée. Ainsi, il faut se baser sur les résultats de la modélisation afin de tirer une conclusion adéquate. De cette façon, il semble que les temps de résidence moyens nécessaires en cellule soient légèrement plus longs que ceux en colonne. Ainsi, par exemple, alors qu'un temps de résidence de 8 minutes soit suffisant pour atteindre un coefficient d'enlèvement de 62,5 % en colonne (essai 30), il semble selon la modélisation qu'il faille plus de 12 minutes

(substituer  $R = 0,625$  dans l'équation 39) pour atteindre le même coefficient en cellule. Rappelons toutefois que les résultats en colonne sont des résultats réels alors que les résultats en cellule en mode continu dérivent d'une modélisation effectuée à partir des données en mode fournée. Ainsi, puisque vu sous cet angle les résultats en colonne semblent légèrement supérieurs et qu'ils constituent en plus des résultats réels et non les résultats d'une modélisation, l'utilisation des colonnes est suggérée afin d'extraire des contaminants organiques (essentiellement des hydrocarbures pétroliers) de sédiments portuaires contaminés. Rappelons toutefois que ces résultats sont fonction de la nature de la matrice et des contaminants étudiés et qu'il faudrait procéder idéalement à une nouvelle étude de ce type si du matériel et des contaminants réellement différents devaient être traités.

## Références

AGAR, G. E., 1985. Compte-rendu de «The optimization of flotation circuit design from laboratory rate data ». Dans Proceedings, XV<sup>th</sup> International Mineral Processing Congress, vol. 2, Cannes, p. 100-111.

AGAR, G. E., et KIPKIE, W. B., 1978. « Predicting Locked Cycle Flotation test Results from Batch Data ». CIM Bulletin, vol. 71, p. 119-125.

AGAR, G. E., STRATTON-CRAWLEY, R. et BRUCE, T. J., 1980. « Optimizing the design of flotation circuits ». CIM Bulletin, vol. 73, p. 173-181.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, 1989. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. New York : American Public Health Association, p. 5-46, 5-47.

ATKINS, P., 1994. Physical Chemistry, New York :W.H. Freeman and Company, 1031 p.

BERGERON, M., 1999. « Traitement *in situ* des métaux dans les sols contaminés ». Chapitre 5 dans Traitement des matériaux contaminés solides, Notes de cours, INRS-Géoressources, p.1-26.

BERGERON, M., ST-LAURENT, H., BLACKBURN, D. et GOSSELIN, A., 1997. Développement d'un procédé de traitement de sédiments contaminés par utilisation de technologies minéralurgiques. Document préparé par l'INRS-Géoressources et le Centre de Recherches Minérales pour Environnement Canada. 118 p. et annexes I à XVI.

BISWAL, S. K. et BHAUMIK, S.K., 1992. « Performance comparison between flotation cell and flotation column ». Indian Chemical Engineer, vol. 34, no. 2-3, p. 127-131.

BRUNING, H., 1995. «Flotation in contaminated soil treatment ». Dans Contaminated Soil '95, Boston : Kluwer academic Publishers, p.1169-1170.

BRUNING, H., VISSER, J. et RULKENS, W., 1995. «Flotation and surfactants in the remediation of polluted soil and related applications ». Dans Contaminated Soil '95, Boston : Kluwer academic Publishers, p.1171-1172.

BUCENS, P., SEECH, A. et MARVAN, I., 1996. « Pilot-Scale Demonstration of DARAMEND™ Enhanced Bioremediation of Sediment Contaminated with Polycyclic Aromatic hydrocarbons in Hamilton Harbour ». Water Quality Research Journal of Canada, vol. 31, no. 3, p. 433-451.

CHOU, C. C., OSOSKOV, V., ZHANG, L. et SOMASUNDARAN, P., 1998. « Removal of Nonvolatile Hydrophobic Compounds from Artificially and Naturally Contaminated Soils by Column Flotation ». Journal of Soil Contamination, vol. 7, no. 5, p. 559-571.

CLIFFORD, S. R., 1993. «Removal of organic contamination from Buffalo River sediment by froth flotation ». Minerals and Metallurgical Processing, November, p. 195-199.

CROZIER, R. D., 1992. Flotation, theory, reagents and ore testing, New York : Pergamon Press, 343 p.

DAI, Z., FORNASIERO, D. et RALSTON, J., 2000. « Particle-bubble collision models - a review ». Advances in Colloid and Interface Science, vol. 85, p. 231-256.

DOBBY, G. S. et FINCH, J. A., 1987. « Particle Size Dependence in Flotation Derived from a Fundamental Model of the Capture Process ». International Journal of Mineral Processing, vol. 21, p. 241-260.

DOBBY, G. S. et FINCH, J. A., 1986. « Flotation column scale-up and modelling ». CIM Bulletin, vol. 79, p. 89-96.

FICHERA, M. A. et CHUDACEK, M. W., 1992. « Batch cell flotation models – a review ». Mineral Engineering, vol. 5, no. 1, p. 41-55.

FINCH, J. A. et DOBBY, G. S., 1990. Column Flotation, New York : Pergamon Press, 180 p.

FUERSTENAU, M. C., 1976. Flotation: A.M. Gaudin memorial volume, New York : American Institute of Mining Engineers, 1341 p.

GEARING, J. N., BUCKLEY, D. E. et SMITH, J. N., 1991. « Hydrocarbon and Metal Contents in a Sediment Core from Halifax Harbour : A Chronology of Contamination ». Canadian Journal of Fisheries and Aquatic Sciences, vol. 48, p. 2344-2354.

GILL, C. B., 1991. Materials Benefication, New York : Springer-Verlag, 245 p.

GOCHIN, R. J., 1990. « Flotation ». Dans Solid-liquid separation, Boston : Butterworths, p. 591-613.

GOLDBERG, R., ACADEMY OF NATURAL SCIENCES (Philadelphia), 1993. Sediments : A Little-Understood Environmental Problem, [en ligne]. Adresse URL : <http://www.acnatsci.org/erd/ea/sediments/html> (page consultée le 2 juin 2000)

GOSSELIN, A., BLACKBURN, D. et BERGERON, M., 1997. Protocole d'évaluation de la traitabilité des sédiments, des sols et des boues à l'aide des technologies minéralurgiques. Document préparé par l'INRS-Géoresources et le Centre de Recherches Minérales pour Environnement Canada. 133 p.

GOUVERNEMENT DU QUÉBEC, 1995. Assurance et Contrôle de la Qualité pour les Travaux Analytiques Contractuels en Chimie. Direction des laboratoires du Ministère de l'Environnement et de la Faune, Sainte-Foy : Les Publications du Québec, 48 p.

GOUVERNEMENT DU QUÉBEC, 1997. Méthode d'analyse : sols, dosage des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub> à C<sub>50</sub>) (MA. 410-HYD.1.0). Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec, 11 p.

HEWITT, D., FORNASIERO, D. et RALSTON, J., 1995. « Bubble – particle attachment ». Journal of the Chemical Society. Faraday transactions, vol. 91, no.13, p. 1997-2001.

LEJA, J., 1982. Surface Chemistry of Froth Flotation, New York : Plenum Press, 758 p.

MARVIN, C., ALLAN, L., BRYANT, D. et McCARRY, B., 2000. « Use of the Zebra Mussel (*Dreissena polymorpha*) as a Bioindicator for Aromatic Hydrocarbons in Hamilton Harbour ». Water Quality Research Journal of Canada, vol. 35, no. 1, p. 59-72.

MEHROTRA, S. P. et PADMANABHAN, N. P. H., 1990. « Flotation kinetics – a review ». Transactions. Indian Institute of Metals, vol. 43, no. 1, p. 9-21.

MONTGOMERY, D. C., 1997. Design and analysis of experiments, New York : John Wiley and Sons, 704 p.

NGUYEN, A. V., RALSTON, J. et SCHULZE, H. J., 1998. « On modelling of bubble – particle attachment probability in flotation ». International Journal of Mineral Processing, vol. 53, p. 225-249.

PAL, R. ET MASLIYAH, J., 1990. « Oil Recovery from Oil in Water Emulsions Using a Flotation Column ». Canadian Journal of Chemical Engineering, vol. 68, no. 6, p. 959-967.

RICE, D. W., 1991. « Unique Problems of Hydrocarbon Contamination for Ports ». Dans Hydrocarbon contaminated soils and groundwater : analysis, fate, environmental and public health effects, remediation, Chelsea : Lewis Publishers, p. 71-76.

RIJT, C. V., 1993. « Cleaning contaminated sediments by separation on the basis of particle size ». Water Science and Technology, vol. 28, no. 8-9, p. 283-295.

SOMASUNDARAN, P., ZHANG, L., ZHENG, J., OSOSKOV, V. et CHOU, C. C., 1997. « Removal of nonvolatile hydrophobic compounds from soil by flotation. I. Laboratory investigation using a mechanically agitated machine ». Advances in Environmental Research, vol. 1, no. 2, p. 157-165.

SURY, K. N., 1993. « Recovery of hydrocarbons from hydrocarbon contaminated sludge ». Brevet américain no. 5,242,580.

SZEJA, W., WASILEWSKI, P., SWARYCZEWSKI, Z. et HEHLMANN, J., 1996. « Remediation of soil contaminated by hydrocarbons ». Polish Journal of Applied Chemistry, vol. 40, no. 3, p. 289-294.

TAGUCHI, G., 1988. System of experimental design, White Plains : UNIPUB/Kraus International Publications, 2 vol., 1189 p.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, Section 3 : Treatment Perspectives, [en ligne]. Adresse URL : [http://www.frtrgov/matrix2/section3/sec3\\_/html](http://www.frtrgov/matrix2/section3/sec3_/html) (page consultée le 8 janvier 1999).

WILICHOWSKI, M., VENGHAUS, T. et WERTHER, J., 1998. « Flotation as a process step in the treatment of soils contaminated with mineral oils ». Environmental Technology, vol. 19, p. 801-810.

WILLS, B. A., 1992. Mineral Processing Technology, Oxford : Pergamon Press, 855 p.

## **Annexe I. Caractéristiques physico-chimiques des sédiments**

### **Homogénéisation**

Afin de s'assurer de la validité des résultats, une quantité importante de sédiments a été tamisée puis homogénéisée. Ainsi, entre 80 et 100 litres de sédiments ont été tamisés à l'aide d'un tamis 10 mesh (ou 1,7 mm) puis homogénéisés dans un contenant prévu à cette fin à l'aide d'une perceuse munie d'un agitateur de fabrication artisanale.

### **Concentration des hydrocarbures pétroliers et pourcentage massique d'eau (% m/m) des sédiments contaminés**

La concentration des hydrocarbures pétroliers et le pourcentage massique d'eau des sédiments contaminés ont été mesurés précisément pour chaque essai et voici la moyenne des résultats obtenus :

- Concentration moyenne des hydrocarbures pétroliers : 13 700 ppm
- Pourcentage massique d'eau : 46 %

### **Granulométrie**

Puisque la flottation est une technique pour laquelle la taille des particules est une donnée importante, la granulométrie des sédiments a été évaluée à l'aide d'un granulomètre laser de marque *Fritsch* (modèle *analysette 22*). Les données relatives à la granulométrie des sédiments se retrouvent au tableau 41 et une représentation graphique apparaît à la figure 22.

Tableau 41. Fraction des sédiments inférieure à un diamètre donné

Diamètre des particules ( $\mu\text{m}$ )	Fraction (%)
< 5,00	30,62
< 10,00	36,58
< 50,00	61,95
< 100,00	66,88
< 500,00	100,00

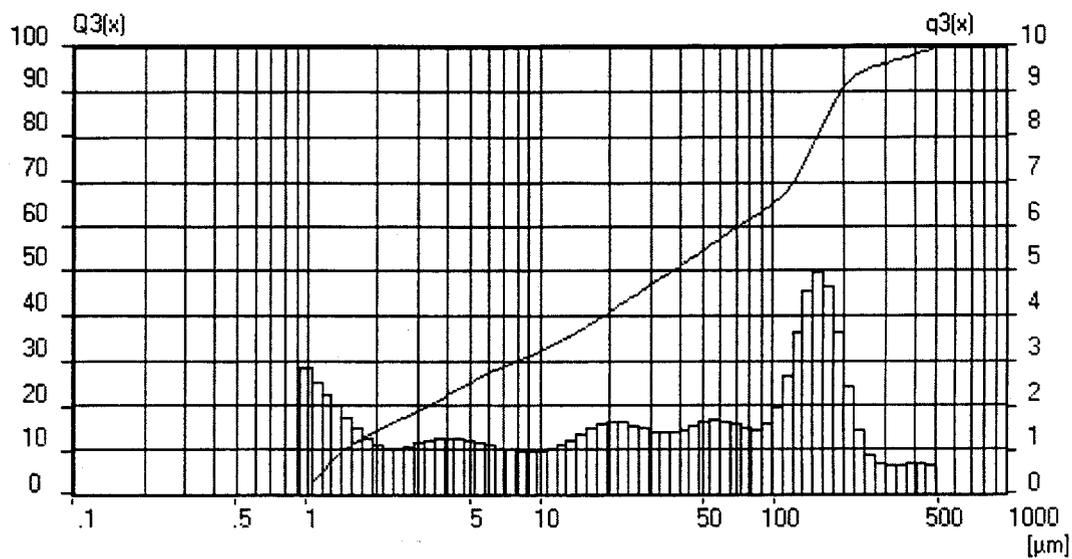


Figure 22. Granulométrie des sédiments contaminés

## **Annexe II. Validation du protocole analytique et contrôle de la qualité**

Voici le protocole analytique du dosage gravimétrique des huiles et graisses totales (essentiellement des hydrocarbures pétroliers) dans des sédiments. Notons que celui-ci est dérivé des méthodes d'analyse proposées d'une part par le *Centre d'Expertise en Analyse Environnementale du Québec* (MA. 410-HYD.1.0) [**Gouvernement du Québec, 1997**] et d'autre part par le *Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water* (5520 E) [**American Public Health Association, 1989**].

### **Protocole**

- Homogénéiser puis tamiser un échantillon (humide) sur un tamis 10 Mesh
- Sécher l'échantillon en le plaçant dans une étuve à 65 °C pour une période de 12 heures (overnight)
- Défaire les agglomérations à l'aide d'un mortier et d'un pilon
- Peser un contenant approprié vide
- Ajouter environ 5 g de l'échantillon
- Peser précisément
- Ajouter environ 20 ml d'hexane
- Peser précisément
- Mettre au bain à ultrasons pendant 10 minutes en s'assurant que le niveau d'eau dans le bain soit égal ou supérieur au niveau d'hexane dans les contenants d'extraction
- Ajouter environ 1,5 g de gel de silice préalablement traité à 600 °C durant 12 heures à l'échantillon
- Agiter l'échantillon 10 minutes au moyen d'un agitateur à culbutage
- Centrifuger l'échantillon
- Filtrer le surnageant dans un contenant approprié pesé au préalable
- Peser précisément

- Laisser le solvant s'évaporer
- Peser précisément

Notons que la concentration  $[ ]_{HG}$  est donnée en mg d'huiles et graisses par kg de matière sèche (ppm) et se calcule de la façon suivante :

$$[ ]_{HG} = \frac{(M_{HG} - s_b) / ((M_{ev} - M_{HG}) / M_{Hex})}{M_s} \quad (54)$$

où  $M_{HG}$  est la masse d'huiles et graisses totales pesée,  $s_b$  est le signal moyen (masse) du blanc de méthode,  $M_{ev}$  est la masse d'hexane prélevée pour l'évaporation,  $M_{Hex}$  est la masse d'hexane totale et  $M_s$  est la masse de l'échantillon. Toutes ces masses sont en mg sauf la masse de l'échantillon qui est en kg.

### Validation du protocole analytique

Afin de s'assurer de la validité de la méthode, les cinq paramètres suivants ont été évalués : limite de détection de la méthode (LDM), limite de quantification de la méthode (LQM), justesse, réplicabilité et récupération.

- 1) LDM et LQM : La LDM a été évaluée en mesurant un ratio signal/bruit de 3/1 pour cinq blancs préparés en suivant toutes les étapes du protocole analytique. La LQM a été évaluée de la même façon mais pour un ratio de 10/1. Notons que le bruit est le signal moyen (masse) mesuré pour un blanc de méthode.
- 2) Justesse : Elle a été mesurée en suivant exactement le protocole analytique en substituant l'échantillon par du sable fin et propre et en y ajoutant une quantité connue d'huile à moteur 10W30 (échantillon synthétique). Notons que huit échantillons synthétiques ont été préparés puis dosés.

$$\text{Justesse} = \left[ 1 - \left( \frac{|V_c - V_o|}{V_c} \right) \right] \times 100 \quad (55)$$

où  $V_c$  est la valeur certifiée et  $V_o$  est la moyenne des valeurs mesurées.

- 3) Réplicabilité : Elle a été évaluée en prenant huit aliquotes d'un même échantillon et en leur faisant suivre toutes les étapes du protocole analytique.

$$\text{Réplicabilité} = \bar{X} \pm \frac{t(0,95; N_1 - 1) S_n}{\sqrt{n}} \quad (56)$$

où  $\bar{X}$  est la moyenne des huit aliquotes,  $t(0,95; N_1 - 1)$  est la variable de la distribution de Student au niveau de confiance de 95 % pour  $N_1 - 1$  degrés de liberté,  $S_n$  est l'écart type sur la série de mesures et  $n$  est le nombre de données sur lesquelles s'appuient les calculs.

- 4) Récupération : Elle a été mesurée en ajoutant de l'huile à moteur 10W30 à un échantillon réel de concentration connue de telle façon que la quantité d'huile ajoutée corresponde à au moins 50 % de la concentration réelle.

$$\text{Récupération} = \left( \frac{C_f - C}{C_a} \right) \times 100 \quad (57)$$

où  $C_f$  est la concentration de l'échantillon fortifié,  $C$  est la concentration de l'échantillon non fortifié et  $C_a$  est la concentration ajoutée.

**Tableau 42. Paramètres de la validation du protocole analytique**

paramètre	valeur
LDM	0,0030 g
LQM	0,0100 g
réplicabilité	$(177 \pm 7) \times 10^2$ ppm
justesse	96,8 %
récupération	97,5 %

### Contrôle de la qualité

#### 1) Des analyses chimiques

Pour chaque série d'analyses un contrôle de qualité a été effectué. Ainsi, un blanc de méthode, un échantillon de contrôle (justesse) et un échantillon fortifié (récupération) ont été préparés lors de chaque série d'analyses. De plus, notons que l'analyse des échantillons a été faite en duplicata.

**Tableau 43. Contrôle de la qualité des analyses chimiques**

Série d'analyse (no. des expériences)	Blanc de méthode (g)	Justesse (%)	Récupération (%)
1 (22, 24, 27 et 29)	0,0014	95,9	100,3
2 (23, 25, 26 et 28)	0,0013	99,5	99,9
3 (30 et 31)	0,0018	96,9	100,8
4 (32 et 33)	0,0008	97,1	103,1
5 (34 à 36)	0,0014	98,1	98,3
6 (37)	0,0024	95,7	101,0
7 (38 à 41)	0,0012	97,5	100,2
8 (42 à 44 et 46)	0,0017	98,7	105,9
9 (51 et 53 (réplicabilité-colonne))	0,0015	98,6	107,5
10 (48 à 50 (réplicabilité-cellule))	0,0020	99,5	94,9
11 (54 (modélisation))	0,0010	96,3	105,8

## 2) Des expériences

Afin de s'assurer de la qualité des expériences, divers bilans ont été mesurés. Ainsi, des bilans de masse et d'hydrocarbures ont été évalués pour les essais en cellule. Pour les essais en colonne, notons qu'un bilan de volume a été mesuré en plus des bilans de masse et d'hydrocarbures pétroliers.

$$\text{Bilan de volume} = \left[ \frac{(V_c + V_r)}{V_a} \right] \quad (58)$$

où  $V_c$  est le volume du concentré,  $V_r$  est le volume du rejet et  $V_a$  est le volume de l'alimentation.

$$\text{Bilan de masse} = \left[ \frac{(M_c + M_r)}{M_a} \right] 100 \quad (59)$$

où  $M_c$  est la masse du concentré,  $M_r$  est la masse du rejet et  $M_a$  est la masse de l'alimentation (mesurées après séchage).

$$\text{Bilan d'hydrocarbures} = \left[ \frac{((c_{HC_c} M_c) + (c_{HC_r} M_r))}{(c_{HC_a} M_a)} \right] 100 \quad (60)$$

où  $c_{HC_c}$  est la concentration des hydrocarbures dans le concentré,  $c_{HC_r}$  est la concentration des hydrocarbures dans le rejet et  $c_{HC_a}$  est la concentration des hydrocarbures dans l'alimentation. Enfin, notons que pour les essais en colonne, les bilans d'hydrocarbures\* ont été corrigés en fonction des bilans de masse.

$$\text{Bilan d'hydrocarbures}^* = \left[ \frac{((c_{HC_c} M_c) + (c_{HC_r} M_r))}{(c_{HC_a} (M_c + M_r))} \right] 100 \quad (61)$$

Tableau 44. Contrôle de la qualité des expériences - bilans

Expérience no.	Bilan de volume (%)	Bilan de masse (%)	Bilan d'hydrocarbures (%)
22	> 90	68,4	75,3*
23	> 90	70,6	100,7*
24	> 90	64,2	75,0*
25	≈ 90	62,5	118,8*
26	≈ 90	73,7	78,4*
27	> 90	75,8	67,4*
28	80-90	71,9	96,2*
29	> 90	77,1	64,9*
30	> 90	72,0	74,9*
31	> 90	77,4	61,8*
32	> 90	82,9	81,3*
33	> 90	91,8	58,7*
34	---	97,2	89,7
35	---	94,6	111,6
36	---	91,2	82,5
37	---	96,7	95,6
38	---	95,8	74,4
39	---	95,2	93,3
40	---	96,4	94,9
41	---	94,9	73,1
42	---	97,6	110,6
43	---	95,6	83,0
44	---	94,9	92,8
46	---	93,9	111,8
48	---	95,6	92,9
49	---	96,2	84,2
50	---	96,2	88,6
51	> 90	81,8	67,4*
53	> 90	88,8	61,4*
54	---	94,7	98,9

\* corrigé en fonction du bilan de masse (voir équation 61)