

*Amélioration de la siccité des boues de lavage  
des granulats*

*Application au site de Vignat*

*(Phase 1 du projet de Recherche en Partenariat)*

Juin 1998  
R 40120



*Amélioration de la siccité des boues de lavage  
des granulats*

*Application au site de Vignat*

*(Phase 1 du projet de Recherche en Partenariat)*

G. Baudet, M. Baron, H. Gaboriau et A. Seron

Juin 1998  
R 40120



Mots clés : Granulat, boue, fines de lavage, décantation, filtration, recyclage, séparation solide-liquide.

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

Baudet G., Baron M., Gaboriau H. et Seron A. (1998) – Application de la siccité des boues de lavage des granulats. Application au site de Vignat. (Phase 1 du projet de Recherche en Partenariat). Rapport BRGM n° 40120, 45 p., 3 fig., 12 tabl., 4 annexes.

## Synthèse

Le BRGM, EDF et REDLAND se sont associés dans le cadre d'un projet de recherche en partenariat sur l'amélioration de la siccité des boues de lavage de granulat par électro-osmose. La carrière de VIGNAT exploitée par la société REDLAND constitue le site pilote de cette étude. Les boues produites sur ce site sont stockées dans une lagune de 6 hectares qui est désormais saturée ; le volume de boue déposé est d'environ 900 000 m<sup>3</sup>. Ce projet de recherche sur la faisabilité technico-économique de la déshydratation par électro-osmose s'inscrit dans une démarche générale d'amélioration de la séparation solide-liquide sur les boues de lavage de granulats. L'objectif général d'une telle démarche est triple : 1) réduire les volumes de boue et stabiliser les rejets fins, tout en réduisant, voire supprimant les bassins de décantation, 2) optimiser le recyclage de l'eau de procédé, 3) atteindre une siccité compatible avec des utilisations potentielles aval.

Le présent rapport concerne la première phase du projet de recherche en partenariat. L'objectif de cette phase est d'acquérir un ensemble de données préliminaires permettant de vérifier l'aptitude des fines de VIGNAT à la déshydratation par électro-osmose et de proposer différents schémas potentiels de séparation solide-liquide. Les scénarios proposés devront être confortés et validés dans les phases ultérieures du projet. Les travaux réalisés dans le cadre de cette première phase comprennent 1) la détermination des caractéristiques prédominantes des boues de lavage de VIGNAT (minéralogie, chimie, caractéristiques physiques et électrocinétiques) et l'identification des principales voies de valorisation, 2) l'étude préliminaire de la décantation et de la filtrabilité, 3) l'étude de l'aptitude à la déshydratation par électro-osmose. Seuls les deux premiers points, traités par le BRGM, sont présentés dans le cadre de ce rapport.

### **Caractérisation des boues de VIGNAT en liaison avec les perspectives d'utilisation**

Les caractéristiques physiques des boues (granularité et surface spécifique) évoluent logiquement en fonction de leur position par rapport à la zone d'alimentation de la lagune. Les échantillons " amont " et " aval " de la lagune représentent les deux pôles extrêmes. Le premier est caractérisé par des valeurs de diamètre médian et de surface spécifique de 38,6 µm et 2,65 m<sup>2</sup>/g, le second de 9,7 µm et 17,90 m<sup>2</sup>/g. Les fines de lavage sont majoritairement constituées de quartz, de phyllosilicates potassiques (mica dans les fractions grenues et illite dans la fraction argileuse < 2 µm) et de kaolinite. Les principaux minéraux accessoires (en terme de proportion) sont la goéthite, les oxydes de titane, la calcite et l'orthose. Ces différents minéraux ne sont pas distribués de manière homogène dans les différentes fractions granulométriques. Le quartz est le constituant le plus grenu des boues ; il représente un peu plus de 60% de la fraction -80+20 µm. La fraction la plus fine (< 2 µm) est majoritairement composée de minéraux argileux (illite, kaolinite) et d'oxyhydroxydes de fer. Ces derniers, vraisemblablement exprimés sous forme de goéthite, se fixent à la surface des autres minéraux et modulent en partie les propriétés électrocinétiques des fines de Vignat.

Les caractéristiques intrinsèques des boues de Vignat permettent d'envisager deux voies principales de valorisation. Les perméabilités des gâteaux de filtration sont très faibles (comprises entre 4 et  $7.10^{-10}$  m/s) et sont compatibles avec une application comme matériau d'étanchéité, en particulier comme constituant des barrières passives des Centres d'Enfouissement Technique (CET). Les caractéristiques des fines de Vignat (compositions chimiques et minéralogiques, couleur, comportement à la cuisson, aptitude au séchage,...) en font également une excellente matière première pour produits de terre cuite et grès cérame. Néanmoins, avant une conclusion définitive, il conviendrait de vérifier auprès des Centres Techniques que la présence de Fluor, probablement associé au mica et à l'illite, ne constitue pas un obstacle à leur utilisation. Compte tenu de compositions minéralogique et chimique favorables, il conviendrait d'évaluer ce matériau comme matière première pour la production d'argile expansée.

### ***Etude préliminaire de la décantation et de la filtrabilité***

Les essais de décantation statique ont souligné un dysfonctionnement des décanteurs en service sur le site. La concentration solide de l'échantillon prélevé en sous-verse de décanteur est de 113 g/l. Les résultats expérimentaux montrent que sous réserve d'un dimensionnement et de conditions opératoires adaptés, la concentration solide des boues peut atteindre 400 g/l. Les surfaces spécifiques de décantation évoluent suivant les caractéristiques des échantillons ; l'échantillon "Aval lagune" présente logiquement les caractéristiques de décantation les plus défavorables, avec une surface spécifique de 19,6 m<sup>2</sup>/t/h après conditionnement par un floculant de synthèse dosé à 50 g/t. L'ajout de floculant à un dosage modéré de 50 à 100 g/t améliore significativement les caractéristiques de clarification et d'épaississement.

Les essais de filtration sous pression, réalisés sur une presse de laboratoire à volume de chambre variable, montrent que la phase de filtration libre conduit à des gâteaux d'une siccité comprise entre 72,3 et 76,2 %. La phase de consolidation améliore significativement la siccité des gâteaux ; pour des pressions de 15 bars, les valeurs maximales de siccité sont comprises entre 79,2 % (échantillon "aval lagune" non floculé) et 84,0 % (échantillon "aval lagune" conditionné par un floculant de synthèse dosé à 50g/t). Les paramètres caractéristiques de filtration et de consolidation dérivés des données expérimentales ont servi de bases pour l'estimation des performances de la filtration industrielle à l'aide d'un modèle de fonctionnement d'un filtre-pressé à membranes. L'application du modèle de calcul à l'échantillon "Aval lagune" floculé (dosage en floculant de synthèse de 50 g/t) conduit à des rendements nets de filtration compris entre 19.55 et 17.36 kg/m<sup>2</sup>/h pour des siccités de gâteau comprises entre 72,7 et 82,0 % (pression de filtration de 15 bars, concentration solide de l'alimentation de 30 %). Les calculs montrent également qu'un accroissement de la concentration en solide de la pulpe alimentant la presse permettrait un gain significatif des rendements de filtration. Pour une siccité finale du gâteau de 82 %, le rendement net de filtration augmente de 68 % si la concentration solide de l'alimentation passe de 30 % (369 g/l) à 48,6 % (700 g/l).

### **Propositions préliminaires en vue de la poursuite du projet de recherche en partenariat**

Parmi les différents schémas potentiels de séparation solide-liquide, deux retiennent plus particulièrement notre attention. Le choix de l'un ou l'autre schéma dépend de la possibilité de valoriser ou non les fines produites. Quel que soit le schéma adopté, la première étape de séparation solide/liquide est l'épaississement dans un épaisseur conventionnel pour amener la concentration solide de la boue de 40 g/l à environ 400 g/l. La déshydratation par électro-osmose intervient dans chacun de ces deux schémas, mais à un stade différent.

Le schéma 1 correspond au cas où il existe un débouché commercial comme matière première pour l'industrie céramique ou comme matériau d'étanchéité. Le filtre-presse à membranes est une technique éprouvée qui permettra de fournir des produits de siccité homogène et constante, de l'ordre de 80 %, d'où son utilisation en fin de circuit de séparation solide-liquide. Dans ce cas, l'électro-osmose interviendrait en aval du filtre presse pour accroître la concentration en solide de la pulpe d'alimentation du filtre et ainsi améliorer le rendement net de filtration (gain potentiel de 60 à 70 %). Il n'existe pas actuellement dans l'industrie minérale de technique de séparation solide-liquide spécifiquement conçue pour accroître la concentration solide de 400 à environ 700-800 g/l (concentration maximale d'alimentation du filtre). Un décanteur continu assisté par électro-osmose serait un moyen technique approprié pour assurer cette fonction. Ce type de procédé serait très probablement transposable à d'autres secteurs de l'industrie minérale.

Le schéma 2 est le cas où il n'existe pas de débouché commercial. Pour ce second cas, l'objectif est de respecter, voire d'anticiper les contraintes réglementaires à moindre coût (recyclage de l'eau de procédé pour limiter les prélèvements dans le milieu naturel, réduction des volumes de boue et corrélativement stabilisation de leurs propriétés mécaniques). La déshydratation par électro-osmose est a priori une technique adaptée pour répondre à ces critères. Le moyen technique pourrait être des bassins aménagés pour faire de la déshydratation par électro-osmose.

## Sommaire

<b>Introduction .....</b>	<b>7</b>
Positionnement du problème.....	7
Présentation du site d'étude.....	8
Objectif de la phase 1 .....	9
<b>1. Caractérisation des boues de lavage de Vignat.....</b>	<b>11</b>
1.1. Nature des échantillons étudiés et types d'essais réalisés .....	11
1.2. Caractérisation physique : analyses granulométriques et mesures de surface spécifique.....	13
1.2.1. Analyses granulométriques .....	13
1.2.2. Détermination de la surface spécifique .....	14
1.3. Analyses chimiques.....	15
1.3.1. Analyse chimique des solides .....	15
1.3.2. Analyse chimique des eaux .....	16
1.4. Analyse minéralogique par diffractométrie des rayons X et interprétation cristallochimique.....	19
1.5. Mesure du potentiel électrocinétique (potentiel).....	21
1.6. Possibilités d'utilisation comme matière première dans les matériaux céramiques .....	23
Détermination de la courbe de Bigot.....	23
Essais de comportement à la cuisson .....	24
<b>2. Etude de la séparation solide-liquide.....</b>	<b>27</b>
2.1. Essais de décantation.....	27
2.2. Essais de filtration .....	29
2.2.1. Objectif des essais et conditions expérimentales .....	29
2.2.2. Résultats expérimentaux .....	31
2.2.3. Estimation des performances de la filtration industrielle par modélisation .....	33
<b>Conclusion .....</b>	<b>37</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>43</b>
<b>Liste des figures.....</b>	<b>45</b>
<b>Liste des tableaux.....</b>	<b>46</b>
<b>Liste des annexes .....</b>	<b>47</b>

## Introduction

### **Positionnement du problème**

Selon la nature du gisement, le mode d'exploitation et le schéma d'élaboration, les granulats produits peuvent être caractérisés par une proportion significative d'éléments fins (limite normative fixée à 80  $\mu\text{m}$ ) et d'argiles (fraction < 2  $\mu\text{m}$ ). La propreté constitue un critère essentiel d'utilisation des granulats, notamment dans le secteur des bétons hydrauliques où un excès d'argile peut être à l'origine de désordre dans l'ouvrage. Pour les rendre compatibles avec les critères normatifs en vigueur, les stations de production peuvent être amenées à laver les granulats. Les eaux de lavage faiblement chargées en fines (~ 50 g/l) sont généralement transférées vers un décanteur. Au cours de cette étape de décantation en ligne, des coagulants et/ou des floculants peuvent être ajoutés pour favoriser l'épaississement des boues et la clarification de l'eau surnageante. L'eau clarifiée en sur-verse du décanteur est renvoyée dans les circuits de lavage et de criblage. La boue pré-épaissie en sous-verse du décanteur est transférée dans des bassins de décantation (lagunes) où elle va lentement continuer à s'épaissir. A ce niveau, une partie de l'eau pourra également être pompée et renvoyée dans les circuits de production. Outre le lavage proprement dit, l'eau est également nécessaire pour les opérations de criblage.

Les schémas actuellement mis en œuvre posent des problèmes techniques et environnementaux, les techniques de décantation gravitaire ne permettant pas d'atteindre rapidement des siccités élevées des boues de lavage :

- Recyclage limité des eaux de lavage dans les circuits. L'application à venir d'une taxe sur l'eau constituera une incitation financière supplémentaire en faveur d'un recyclage optimal des eaux de procédé.
- La forte teneur en eau des boues de lavage limite les possibilités de réutilisation. A titre indicatif, la valorisation d'une boue argileuse en céramique nécessite d'atteindre des siccités supérieures à 75 % pour rendre le matériau pelletable et façonnable.
- La teneur en eau des boues en sous-verse de décanteur est dans le meilleur des cas limitée à 500 g/l. Le stockage de ces boues nécessite donc de disposer de bassins de très grandes capacités. Les surfaces nécessaires ne sont pas toujours disponibles sur le site lui-même (nécessité de transférer les boues). L'implantation du bassin sur le site peut également conduire à "geler" une part importante du gisement.
- Sur le plan environnemental, les bassins posent des problèmes évidents : risques de rupture accidentelle des digues, risque de débordement en période de forte pluviométrie (pluie d'orage), sécurité des personnes en cas de chute ("sables mouvants").



Les enjeux sont considérables. Les boues de lavage de granulat représentent en France une production annuelle évaluée à 6 millions de tonnes de matière sèche. Sur les sites d'exploitation les plus importants, la masse de boue accumulée dans les bassins peut être supérieure à 1 million de m<sup>3</sup>. Les volumes d'eau concernés sont également considérables. Sur le seul site pilote considéré pour cette étude, les débits d'eau de lavage et de criblage sont de l'ordre de 800 m<sup>3</sup>/h.

Parmi les techniques proposées pour améliorer les circuits de séparation solide-liquide dans les carrières de granulats, nous citerons les surfloculateurs/compacteurs de floccs (exemple du TASSTER Neyrtec) et le filtre-pressé. La première vient en substitution ou en complément aux décanteurs conventionnels ; néanmoins, la concentration solide de la boue reste limitée et est généralement comprise entre 400 et 600 g/l. La filtration sous pression (filtre-pressé conventionnel ou filtre-pressé à membrane) est actuellement une technique éprouvée permettant d'atteindre en fonctionnement de type cyclique automatisé des siccités supérieures à 75 %.

La déshydratation par électro-osmose représente une alternative potentielle à ces techniques, en particulier à la filtration sous pression. Un des avantages de principe de l'électro-osmose est que cette technique est envisageable pour assécher, in situ, la boue déposée dans les bassins existants.

Ce projet de recherche sur la faisabilité technico-économique de la déshydratation par électro-osmose s'inscrit donc dans une démarche générale d'amélioration de la séparation solide-liquide sur les boues de lavage de granulats. L'objectif général d'une telle démarche est triple : 1) réduire les volumes de boue et stabiliser les rejets fins, tout en réduisant, voire supprimant les bassins de décantation, 2) optimiser le recyclage de l'eau de procédé, 3) atteindre une siccité compatible avec des utilisations potentielles aval.

### ***Présentation du site d'étude***

Le groupe REDLAND est naturellement confronté à ce problème de gestion des boues de lavage. La première urgence concerne les bassins de décantation existants. Outre les bassins existants, REDLAND mène d'ores et déjà des réflexions sur un nouveau schéma de séparation solide-liquide qui permettrait de réduire, voire de supprimer les bassins de décantation. Pour fixer l'importance du sujet, 70 sites REDLAND sont concernés par le problème des bassins de décantation. Parmi l'ensemble de ces sites, celui de VIGNAT (exploitation de quartzite située en Normandie) retient plus particulièrement leur attention et constitue le site pilote de ce projet.

Les quelques données suivantes sur le site de VIGNAT permettent de mieux cerner l'enjeu :

- Site d'exploitation situé en Normandie produisant actuellement 1,7 millions de tonnes de granulats par an. La capacité de production maximale est supérieure à 2 millions de tonnes par an. Le matériau exploité est un quartzite.
- Débit d'eau de lavage de 800 à 900 m<sup>3</sup>/h à une concentration solide d'environ 35 à 40 g/l, d'où un débit de matière sèche de 30 à 35 t/h. Sur la base d'une durée de fonctionnement annuelle de 2 500 heures, la production de fines peut être évaluée à 80 000 t/an de matière sèche.
- L'eau de lavage chargée en fine est conditionnée par un flocculant (flocculant SNF-Floerger de type copolymère acrylamide/acrylate) et envoyée dans deux décanteurs d'environ 20 mètres de diamètre. Une part de l'eau de procédé est récupérée en surverse du décanteur. En raison d'un défaut de conception, l'épaississement des boues dans le décanteur est très limité. Ces dernières sont rejetées dans le bassin à une concentration faible, voisine de 100 g/l.
- Le bassin de décantation est d'une superficie de 6 hectares. L'épaisseur des sédiments est de 15 mètres en moyenne, soit un volume de boue d'approximativement 900 000 m<sup>3</sup>. *Ce bassin est actuellement saturé, d'où l'urgence du problème posé.*

### **Objectif de la phase 1**

Le présent rapport concerne la phase 1 du projet de recherche en partenariat associant le BRGM, EDF et REDLAND. L'objectif de cette phase est d'acquérir un ensemble de données préliminaires afin de vérifier l'aptitude des fines de VIGNAT à la déshydratation par électro-osmose et de proposer différents schémas potentiels de séparation solide-liquide. Ces schémas pourront s'appliquer soit au traitement des boues sédimentées dans le bassin actuel, soit au traitement au fil de l'eau des boues produites ultérieurement. Les scénarios proposés devront être confortés et validés dans les phases ultérieures du projet. Outre la séparation solide-liquide, les travaux présentés dans le cadre du présent rapport permettent également d'esquisser les principales voies de valorisation des fines de VIGNAT.

Les travaux réalisés dans le cadre de la phase 1 peuvent être décomposés comme suit :

- Caractérisation minéralogique, chimique, physique (granulométrie et surface spécifique) et détermination des propriétés électrocinétiques. Définition des principales voies de valorisation (travaux BRGM).
- Etude préliminaire de la décantation et de la filtrabilité, l'objectif étant de fournir des éléments comparatifs entre les méthodes de séparation mécanique et l'électro-osmose (travaux BRGM).
- Etude préliminaire de la déshydratation par électro-osmose (travaux EDF).

Seuls les deux premiers points, traités par le BRGM, sont présentés dans le cadre du présent rapport.

# 1. Caractérisation des boues de lavage de Vignat

## 1.1. NATURE DES ECHANTILLONS ETUDIES ET TYPES D'ESSAIS REALISES

Les échantillons retenus pour cette étude ont été prélevés à différentes localisations sur le site d'exploitation. Les différents échantillons prélevés ainsi que la nature des essais réalisés sont présentés dans le tableau 1.

**Fraction 0-80  $\mu\text{m}$  du circuit primaire** : cet échantillon a été préparé à partir du concassé 0-150 mm du circuit primaire, prélevé en amont des tambours débourbeurs. Après un premier tamisage à 2mm, la fraction – 2 mm a été mise en pulpe et tamisée en voie humide à 80  $\mu\text{m}$  sans aucun ajout de dispersant. Ce protocole de préparation permet de disposer d'un échantillon de fines de quartzite, absolument exempt de floculant. Tous les autres échantillons de fines prélevés plus en aval dans le circuit de lavage sont susceptibles d'avoir adsorbé des floculants (floculants résiduels présents dans les eaux de lavage, conditionnement avant transfert dans les décanteurs), d'où un comportement vraisemblablement modifié en séparation solide-liquide.

**Sous-verse épaisseur** : cette boue, prélevée en sous verse d'un des deux décanteurs présents sur le site de VIGNAT, constitue l'alimentation du bassin de décantation. L'échantillon dont nous disposons correspond à un prélèvement réalisé le 8/10/1997.

**Echantillons lagune** : différents prélèvements de boue ont été réalisés dans le bassin de décantation. Nous disposons d'échantillons prélevés à l'amont du bassin (zone d'alimentation) et à l'aval du bassin :

1. **Amont lagune** : prélèvement réalisé le 8/10/1997.
2. **Aval lagune – bassins I et IV** : ces deux échantillons ont été prélevés à l'aval du bassin de décantation au cours du premier trimestre 1997. Les boues ont été stockées dans de petits bassins, numérotés de I à IV, construits en bordure de la lagune.
3. **Aval lagune EDF** : cet échantillon, très voisin de l'échantillon aval du bassin IV, a été prélevé lors de la campagne du 8/10/1997. *Les différents essais EDF de déshydratation par électro-osmose ont été réalisés sur ces échantillons.*

Outre les échantillons de boues, des prélèvements d'échantillons d'eau ont également été réalisés.

Nature des échantillons	$\omega$	Granul.	Chimie	DRX	SS	$\xi$	Décant.	Filtr.	Cuisson
Fraction 0-80 $\mu\text{m}$ du circuit primaire.		•	•	•	•	•	•	•	
Sous-verse épaisseur (prélèvement du 8/10/97)	•	•			•		•		
Amont lagune (prélèvement du 8/10/97)	•	•							
Aval lagune – Bassin I		•							
Aval lagune – Bassin IV		•							
Aval lagune EDF (prélèvement du 8/10/97)	•	•	•		•				•
Eau aval lagune (prélèvement du 8/10/97)			•						
Eau surverse épaisseur (prélèvement du 8/10/97)			•						

$\omega$  : teneur en eau/concentration solide

**Granul.** : analyse granulométrique

**Chimie** : analyse chimique

**DRX** : analyse minéralogique par diffractométrie des rayons X

**SS** : mesure de la surface spécifique (isotherme d'adsorption d'azote – formalisme BET)

$\xi$  : mesure du potentiel électrocinétique (potentiel Zéta  $\xi$ )

**Décant.** : essai de décantation en éprouvette

**Filtr.** : essai de filtration sous pression.

**Cuisson** : essai de comportement à la cuisson (application comme matière première pour des produits de terre cuite).

Tabl. 1 – Nature des échantillons étudiés et type d'essais réalisés

## 1.2. CARACTERISATION PHYSIQUE : ANALYSES GRANULOMETRIQUES ET MESURES DE SURFACE SPECIFIQUE.

### 1.2.1. Analyses granulométriques

L'analyse granulométrique des échantillons a été réalisée par tamisage en voie humide jusqu'à 80  $\mu\text{m}$ . La granulométrie du passant au tamis de 80  $\mu\text{m}$  a été mesurée par diffractométrie laser en voie humide sur un diffractomètre MALVERN MASTERSIZER S. Pour cette dernière mesure, les échantillons sont dispersés à une concentration de 5 g/l par passage aux ultrasons pendant 15 secondes, en présence de DISPEX (5 mg/g) et d'hexamétaphosphate (5 mg/g) Les résultats sont présentés synthétiquement dans les tableaux 2 et 3. Les courbes de distribution granulométrique mesurées par granulométrie laser sont reportées dans l'annexe 1.

	Granulométrie par tamisage – poids (%)		
	+125 $\mu\text{m}$	-125 $\mu\text{m}$ +80 $\mu\text{m}$	-80 $\mu\text{m}$
Aval lagune – bassin I		1,79	98,21
Aval lagune – bassin IV		0,54	99,46
Sous-verse épaisseur (prélèvement du 8/10/97)	0,03	0,76	99,21
Amont lagune (prélèvement du 8/10/97)	0,33	4,50	95,17
Aval lagune (prélèvement du 8/10/97)		0,29	99,71

Tabl. 2 - Analyse granulométrique par tamisage

	Granulométrie par diffractométrie laser de la fraction passant au tamis de 80 µm				
	d90 (µm)	d75 (µm)	d50 (µm)	d25 (µm)	d10 (µm)
Fraction 0-80 µm du circuit primaire.	59,98	35,30	13,69	4,35	1,76
Aval lagune. Prélèvement drag-line. Bassin I	54,28	32,60	13,01	4,27	1,77
Aval lagune. Prélèvement drag-line. Bassin IV	40,07	20,84	8,17	3,26	1,51
Sous-verse épaisseur (prélèvement du 8/10/97)	65,95	41,07	15,06	4,92	2,04
Amont lagune (prélèvement du 8/10/97)	74,46	56,29	38,59	20,69	4,98
Aval lagune (prélèvement du 8/10/97)	40,59	23,28	9,66	3,67	1,64

d90 (µm) : 90 % de la masse est d'une granulométrie inférieure à d90

**Tabl. 3** - Analyse granulométrique par diffractométrie laser de la fraction passant au tamis de 80 µm

### 1.2.2. Détermination de la surface spécifique

Les valeurs de surface spécifique sont déduites des isothermes d'adsorption d'azote, traitées selon le formalisme BET. Préalablement à la mesure, les échantillons sont dégazés pendant 12 h sous un vide de 30 millitorrs, à une température de 100 °C. La transformée linéaire BET est appliquée à 5 points de mesure correspondant à des pressions relatives comprises entre 0,05 et 0,25. Les mesures ont été réalisées sur un appareil Micromeritics Gemini 2370. Elles ont porté sur la fraction fine inférieure à 80 µm. Pour l'échantillon issu du circuit primaire, une mesure complémentaire a été réalisée sur la fraction -2 µm.

Les caractéristiques physiques des boues (granularité et surface spécifique) prélevées dans la lagune évoluent logiquement en fonction de leur position par rapport à l'alimentation. Les échantillons " amont " et " aval EDF " (ou aval lagune - bassin IV qui lui est équivalent) représentent les deux pôles extrêmes avec des valeurs de surface spécifique de 2,65 et 17,90 m<sup>2</sup>/g. L'échantillon de sous-verse du décanteur qui constitue l'alimentation de la lagune présente naturellement des caractéristiques physiques intermédiaires.

	Surface spécifique (m <sup>2</sup> /g)
Fraction 0-80 µm du circuit primaire.	12,36
Fraction 0-2 µm du circuit primaire	32,87
Sous-verse épaisseur. Fraction 0-80 µm (prélèvement du 8/10/97)	9,94
Amont lagune. Fraction 0-80 µm (prélèvement du 8/10/97)	2,65
Aval lagune. Fraction 0-80 µm (prélèvement du 8/10/97)	17,90

**Tabl. 4** – Résultats des mesures de surface spécifique déduites des isothermes d'adsorption d'azote

La fraction 0-2 µm préparée par tamisage et élutriation des fines du circuit primaire développe une surface spécifique élevée de 32,87 m<sup>2</sup>/g. Ainsi que le montrera l'étude minéralogique, cette valeur significativement élevée est due à la présence conjointe de minéraux argileux (en particulier d'illite) et d'oxydes de fer (goethite).

Il convient de souligner que, compte tenu de ses caractéristiques physiques (surface spécifique de 18 m<sup>2</sup>/g, d<sub>50</sub> = 9,66 µm et d<sub>10</sub> = 1,64 µm), l'échantillon " aval lagune EDF " présente les caractéristiques de filtration les moins favorables.

### 1.3. ANALYSES CHIMIQUES

#### 1.3.1. Analyse chimique des solides

L'échantillon 0-80 µm du circuit primaire a été fractionné par combinaison de tamisage humide (coupure à 20 µm) et d'élutriation (coupures à 4 et 2 µm). L'élutriation a été réalisée avec des élutriateurs cylindro-coniques de 100 et 25 cm<sup>2</sup> de section, en présence de dispersant (DISPEX N40 et Hexamétaphosphate à 3 mg/g). Le fractionnement granulométrique conduit aux distributions pondérales suivantes : +20-80 µm : 42,27% ; +4-20 µm : 25,19% ; +2-4 µm : 10,59% ; -2 µm : 21,94%. L'analyse chimique de ces différentes fractions couplée à la connaissance de la minéralogie par diffractométrie des rayons X permet de quantifier l'évolution de la composition minéralogique en fonction de la granulométrie (paragraphe 1.4.)

Les résultats d'analyse chimique sont présentés dans le tableau 5. L'interprétation cristallochimique de ces résultats est présentée de manière complète dans le paragraphe 1.4. La fraction  $-2\mu\text{m}$  présente les teneurs les plus élevées en Aluminium et en Potassium ; ces teneurs traduisent la présence d'argile et, en particulier, d'illite. Il convient également de souligner la forte teneur en fer de cette fraction qui s'explique par la présence d'oxyhydroxydes de fer. Ces phases très fines couvrent la surface des minéraux présents, notamment les argiles, et peuvent ainsi jouer un rôle déterminant sur les propriétés électrocinétiques du matériau.

Les teneurs en carbone organique et en soufre sont compatibles avec l'application comme matière première pour produits de terre cuite. En revanche, les teneurs en Fluor sont dans la fourchette admissible haute (pyrohydrolyse du fluor dans le four, avec dégagement d'acide fluorhydrique dans les fumées).

### **1.3.2. Analyse chimique des eaux**

Les résultats sont reportés dans le tableau 6. Les résultats n'appellent pas de commentaires particuliers. La salinité et la conductivité des eaux de Vignat sont peu élevées et parfaitement compatibles avec la mise en œuvre de l'électroosmose.



Unité	Perte au feu à 1 000 °C	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
<i>LDI</i>	0,10	0,20	0,20	0,05	0,1	0,10	0,20	0,20	0,05
<i>LDS</i>	100	100	60	100	30	60	50	15	15
Fraction 0-80 µm du circuit primaire	5,84*	63,26*	18,26*	3,78*	n.m.	0,54*	0,53*	0,36*	3,75*
Fraction +20-80 µm du circuit primaire.	2,71	77,67	10,41	1,43	n.m.	0,27	0,30	< 0,20	2,36
Fraction +4-20 µm du circuit primaire	5,76	62,45	20,28	2,85	n.m.	0,29	0,45	< 0,20	3,72
Fraction +2-4 µm du circuit primaire	11,05	47,41	25,97	3,97	n.m.	2,12	0,83	1,10	4,64
Fraction -2 µm du circuit primaire	9,45	44,08	27,33	9,30	n.m.	0,59	0,93	0,52	6,02
Aval lagune. (prélèvement du 8/10/97)	6,00	62,10	20,30	3,70	0,4	0,20	0,60	< 0,20	3,85

Unité	TiO <sub>2</sub>	MnO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Total	C minéral	C organique	Soufre total	Fluor
	%	%	%		%	%	%	mg/Kg
<i>LDI</i>	0,05	0,02	0,05		0,05	0,05	0,01	50
<i>LDS</i>	15	1	40		100	100	100	10000
Fraction 0-80 µm du circuit primaire	2,68*	0,02*	0,37*	99,39*	< 0,05	0,15	0,03	400
Fraction +20-80 µm du circuit primaire.	3,74	< 0,02	0,11	< 99,22				
Fraction +4-20 µm du circuit primaire	3,05	< 0,02	0,30	< 99,37				
Fraction +2-4 µm du circuit primaire	1,38	0,02	0,86	99,35				
Fraction -2 µm du circuit primaire	0,82	0,03	0,71	99,78	0,20	0,30	0,02	840
Aval lagune. (prélèvement du 8/10/97)	1,65	< 0,02	0,21	< 99,23	< 0,05	0,15	0,02	460

*LDI* : limite inférieure de dosabilité

*LDS* : limite supérieure de dosabilité

n.m. : Fer ferreux non mesuré. Le fer total est alors exprimé sous forme ferrique Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

\* : valeurs recalculées

Tabl. 5 - Analyse chimique des boues

	pH	Résist. $\rho$	Cond. $\gamma$	Si	Al	Ca	Na	K	Mg	Mn
Unité		$\Omega.cm$	$\mu S.cm^{-1}$	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	$\mu g/l$
LDI	0,10	0,1	0,1	0,5	0,03	0,1	0,1	0,3	0,1	5
LDS	14	10000	10000	10000	10000	10000	10000	10000	10000	10000
Eau surverse épaisseur (prélèvement du 8/10/97)	8,00	4098	244	9,1	< 0,03	26,2	13,1	5,0	2,6	8
Eau amont lagune (prélèvement du 8/10/97)	7,80	4016	249	10,9	< 0,03	26,2	12,1	6,2	2,8	< 5

	Fe	Fluor	$NH_4^+$	Cl <sup>-</sup>	$CO_3^{2-}$	$HCO_3^-$	$NO_2^-$	$NO_3^-$	$SO_4^{2-}$	Ortho phosphate
Unité	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l
LDI	0,02	0,1	0,1	0,1	3	3	0,1	0,1	0,1	0,1
LDS	10000	10000	10000	10000	10000	10000	10000	10000	10000	10000
Eau surverse épaisseur (prélèvement du 8/10/97)	< 0,02	0,2	< 0,1	19,1	< 3	77	1,32	14,2	16,0	0,2
Eau aval lagune (prélèvement du 8/10/97)	< 0,02	0,2	< 0,1	19,1	< 3	87	0,81	13,1	16,5	1,0

Tabl. 6 - Analyse chimique de l'eau prélevée sur le site de Vignat.

#### **1.4. ANALYSE MINÉRALOGIQUE PAR DIFFRACTOMETRIE DES RAYONS X ET INTERPRETATION CRISTALLOCHIMIQUE**

L'analyse minéralogique est déterminée par diffractométrie des rayons X. Elle est déterminée à partir du diagramme de poudre pour la fraction primaire 0-80 µm et sur lames orientées (normale - glycolée pendant 12 heures - chauffée à 490°C pendant 4 heures) pour la fraction argileuse - 2 µm du circuit primaire. Ces analyses sont réalisées sur un appareillage SIEMENS D 5000 automatisé dans les conditions expérimentales suivantes :

- Balayage de 4 à 84°2θ pour les poudres et de 2 à 36°20 pour les argiles sur lames.
- Vitesse de balayage de 0,02°/seconde (2θ),
- Echantillon tournant pour les poudres, fixe pour les argiles.

Le traitement des spectres met en œuvre le logiciel Diffrac AT. L'estimation des proportions d'argile est déterminée par la mesure de la surface des pics de diffraction.

La diffractométrie des rayons X permet d'identifier les principaux constituants minéralogiques : quartz, feldspath de type orthose, mica, illite et kaolinite.

Ces données partielles sont complétées par la connaissance de la composition chimique des différentes fractions granulométriques. Elle conduit à prendre en compte deux phases supplémentaires non détectées en diffractométrie des rayons X. Il s'agit de la goéthite et des oxydes de titane (rutile et anatase).

L'estimation de la composition minéralogique des différentes fractions granulométriques est obtenue mathématiquement par résolution d'un système d'équations surdéterminé. Les formules structurales du tableau 7 constituent les hypothèses de calcul. Les estimations des compositions minéralogiques des différentes fractions sont présentées dans le tableau 8. La fraction fine 0-80 µm du circuit primaire est majoritairement constituée de quartz (36 %), de phyllosilicate potassique (mica ou illite selon la granulométrie) et de kaolinite. Le quartz est logiquement la phase prédominante dans la fraction la plus grenue (-80+20 µm). L'illite et dans une moindre mesure, la kaolinite sont les deux constituants majoritaires de la fraction 0-2 µm. La teneur élevée en goéthite (8,3%) est la seconde caractéristique importante de cette fraction.

Quartz	SiO <sub>2</sub>
Orthose, feldspath potassique	6 SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> K <sub>2</sub> O
Muscovite, mica potassique	(K,Na) <sub>2</sub> Al <sub>(4-x)</sub> (Mg,Fe <sup>2+</sup> ) <sub>x</sub> Si <sub>(6+x)</sub> Al <sub>(2-x)</sub> (OH) <sub>4</sub> O <sub>20</sub> x=0.817 dans la fraction -4+2µm x=0.584 dans la fraction -20+4µm x=0.707 dans la fraction -80+20µm
Illite	(K,Na) <sub>(2-x-z)</sub> Al <sub>(4-y)</sub> (Mg,Fe <sup>2+</sup> ) <sub>y</sub> Si <sub>(6+x+y)</sub> Al <sub>(2-x-y)</sub> (OH) <sub>(4+z)</sub> O <sub>(20-z)</sub> Na <sub>0.083</sub> K <sub>1.567</sub> Al <sub>3.444</sub> Mg <sub>0.278</sub> Fe <sup>2+</sup> <sub>0.278</sub> Si <sub>6.877</sub> Al <sub>1.123</sub> (OH) <sub>4.029</sub> O <sub>19.971</sub>
Kaolinite	2 SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2H <sub>2</sub> O
Goethite	αFeO(OH)
Calcite	CaCO <sub>3</sub>
Oxydes de Ti : rutile et anatase	TiO <sub>2</sub>

Tabl. 7 - Compositions chimiques des constituants minéraux de l'échantillon 0-80 µm du circuit primaire de la carrière de Vignat.

	Fraction -2µm Elutriateur	Fraction -4+2µm Elutriateur	Fraction -20+4µm Tamisage Elutriateur	Fraction -80+20µm Tamisage	Fraction 0-80µm
Distribution pondérale %	21.94	10.59	25.19	42.27	
Quartz %		7.2	34.8	62.5	35.9
Orthose %		5.0		1.7	1.3
Muscovite %		42.9	32.1	18.0	20.2
Illite %	68.7				15.1
Kaolinite %	18.7	34.6	27.0	12.6	19.9
Goethite %	8.3	2.6	2.2	0.9	3.0
Calcite %	1.0	3.8	0.5	0.5	1.0
Oxydes de Ti %	0.8	1.4	3.0	3.7	2.6
Eau %	2.5	2.5	0.4	0.1	1.0
Total %	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0

Tabl. 8 - Estimations des compositions minéralogiques pour l'échantillon 0-80 µm du circuit primaire de la carrière de Vignat, et pour les produits des fractionnements granulométriques.

## 1.5. MESURE DU POTENTIEL ELECTROKINETIQUE (POTENTIEL $\xi$ ).

L'électroosmose et l'électrophorèse sont des phénomènes électrocinétiques. Quand un solide finement divisé se trouve en suspension et est placé dans un champ électrique, on observe un déplacement des particules vers l'une ou l'autre des électrodes suivant le signe de leur charge de surface : c'est le phénomène d'électrophorèse. Quand ce même solide se trouve à forte concentration au point de constituer une matrice fixe, on observe cette fois une migration de l'eau vers l'électrode de même signe que les charges de surface des particules solides : c'est le phénomène d'électroosmose.

Sans entrer dans des considérations théoriques trop complexes, les phénomènes électrocinétiques sont liés à l'existence de charges électriques à la surface des solides lorsqu'ils sont plongés dans l'eau. Pour une phase solide donnée, la charge surfacique (intensité et signe) va principalement dépendre du pH de la solution. La charge de la surface va être compensée par des ions de charge opposée qui assurent la neutralité électrique de l'ensemble. Différentes théories décrivent la distribution des contre-ions en solution autour de la surface chargée.

La théorie des différents effets électrocinétiques repose sur le concept de potentiel électrocinétique ou potentiel Zêta ( $\xi$ ). Ce potentiel est défini comme la valeur que prend le potentiel à une certaine distance de la surface du solide, dans un plan appelé plan d'arrachement ou plan de cisaillement. La notion de base est qu'il existe au voisinage immédiat de la particule, une couche de liquide et de contre-ions qui reste "solidaire" du solide.

Le principe de base de la mesure du potentiel électrocinétique consiste à mesurer la vitesse de déplacement des particules sous l'effet d'un champ électrique. La relation classique de Helmholtz-Smoluchowski lie le potentiel  $\xi$  et la vitesse de migration électrophorétique  $V$  :

$$\bar{V} = \frac{\epsilon_r \xi}{4\pi \eta} \bar{E}$$

où  $\epsilon_r$  désigne la constante diélectrique du milieu,  $E$  le champ électrique, et  $\eta$  la viscosité du liquide. Outre le pH, la valeur du potentiel électrocinétique va étroitement dépendre de la force ionique du milieu (concentration en électrolyte). A un pH donné, une augmentation de la concentration en électrolytes va conduire à une diminution du potentiel électrocinétique. L'adsorption de molécules à la surface des particules va également modifier la valeur du potentiel Zêta et la position du plan de cisaillement. C'est notamment le cas, lorsque l'on met en œuvre des flocculants et/ou des dispersants polymériques.

D'un point de vue expérimental, les mesures ont été réalisées sur la fraction 0-2  $\mu\text{m}$  du circuit primaire. Cet échantillon a été préparé selon un protocole spécifique, excluant tout ajout de dispersant qui modifierait la valeur de potentiel électrocinétique.

D'un point de vue expérimental, les mesures ont été réalisées sur la fraction 0-2  $\mu\text{m}$  du circuit primaire. Cet échantillon a été préparé selon un protocole spécifique, excluant tout ajout de dispersant qui modifierait la valeur de potentiel électrocinétique.

La fraction 0-80  $\mu\text{m}$  du circuit primaire est mise en suspension dans des solutions acidifiées à un pH de 4 par ajout d'acide chlorhydrique. Cette première phase d'échange permet de substituer les ions qui compensent la charge électrique des particules solides par des ions  $\text{H}^+$ . Après plusieurs cycles d'échange, la suspension est centrifugée, puis le culot solide remis en suspension dans de l'eau déminéralisé jusqu'à disparition totale des molécules de HCl en excès. La suspension ainsi obtenue est parfaitement dispersée et stable. On procède alors au fractionnement granulométrique par combinaison de tamisage et d'élutriation jusqu'à obtenir une fraction 0-2  $\mu\text{m}$ .

Le potentiel électrocinétique a été mesuré dans l'eau du site, à différents pH compris entre 3 et 11. Une mesure complémentaire a également été réalisée dans une solution de force ionique contrôlée ( $\text{KCl } 10^{-2} \text{ M}$ ). L'appareillage utilisé est un Zétamètre MALVERN, Zetasizer IV équipé d'un vélocimètre à laser ; cette technologie permet la mesure automatique de la vitesse électrophorétique des particules.

Les résultats des mesures électrocinétiques sont présentés sur la figure 1. La valeur du potentiel Zêta à pH=8 (pH des eaux de carrière) est d'environ -21 mVolts. Le potentiel électrocinétique se stabilise autour de -20 mVolts dans un domaine de pH proche de la neutralité : ce comportement est très vraisemblablement lié aux oxy/hydroxydes de fer (goéthite) qui recouvrent les particules argileuses (illite et kaolinite) ; en effet, le point isoélectrique de la goéthite est compris entre pH 6 et 7.

Connaissant le potentiel Zêta et la conductivité des eaux du site, il est possible de calculer le rendement *théorique* maximum de l'électroosmose :

$$\mu_e / \gamma = \frac{\varepsilon \zeta}{\eta} / \gamma = 6,2 \cdot 10^{-7} \text{ m}^3 / \text{A.s} = 2,23 \text{ l/Ah}$$

où

$\mu_e$  désigne la mobilité électrophorétique,

$\gamma$ , la conductivité de l'eau

$\varepsilon$ , la constante diélectrique

$\zeta$ , le potentiel électrocinétique

$\eta$ , la viscosité du liquide

Ce rendement théorique maximale est du même ordre de grandeur que le rendement que l'on peut espérer obtenir sur une boue à faible concentration solide ; il est donné à titre indicatif. Il est naturellement très supérieur aux valeurs expérimentales obtenues sur la boue partiellement épaissie, comme l'échantillon "aval lagune". De nombreux facteurs se conjuguent pour expliquer cet écart. Nous citerons en particulier : 1) le potentiel électrocinétique réel de la boue est significativement différent de celui mesuré en laboratoire sur une suspension excessivement diluée (interpénétration des doubles couches, pH évolutif au cours de l'électroosmose, conductivité locale différente de celle

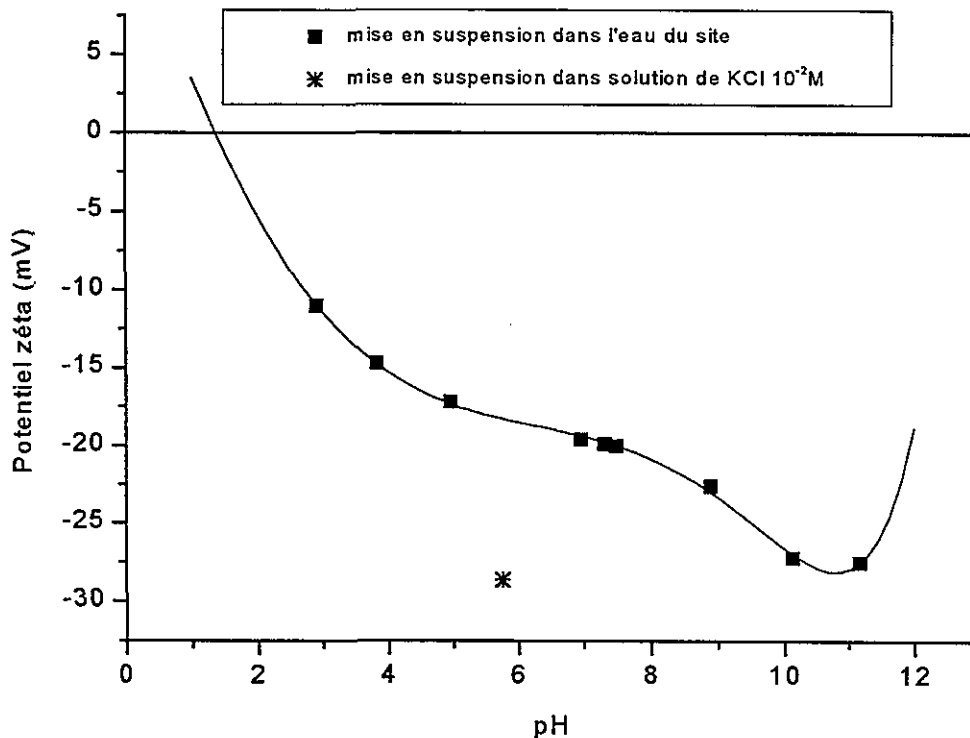


Fig. 1 – Aval lagune. Fraction -2 µm. Evolution du potentiel Zéta en fonction du pH

## 1.6. POSSIBILITES D'UTILISATION COMME MATIERE PREMIERE DANS LES MATERIAUX CERAMIQUES

Des essais préliminaires de comportement à la cuisson ont été réalisés sur l'échantillon "aval lagune EDF". L'échantillon a été remis en suspension à une concentration de 560 g/l. Cette suspension a été filtrée sur un filtre cloche Gauthier sous une pression d'air comprimé de 15 bars. Le gâteau de filtration a constitué la matière première pour la détermination de la courbe de Bigot et pour des essais de cuisson.

### **Détermination de la courbe de Bigot**

Cet essai consiste à mesurer le retrait d'une éprouvette prismatique au cours du séchage. On distingue un premier départ d'eau, appelée eau colloïdale, qui donne lieu à un retrait important. Le départ de l'eau résiduelle, appelée eau d'interposition, conduit à un retrait négligeable puis nul.

La détermination de la courbe de Bigot a été réalisée par le Centre Technique des Tuiles et Briques (CTTB). Le rapport d'essai est présenté dans l'annexe 2. Le gâteau de

La détermination de la courbe de Bigot a été réalisée par le Centre Technique des Tuiles et Briques (CTTB). Le rapport d'essai est présenté dans l'annexe 2. Le gâteau de filtration transmis au CTTB présentait une teneur en eau initiale trop élevée, d'où des difficultés pour obtenir des éprouvettes correctes. Il a donc été asséché par des passages successifs dans une extrudeuse jusqu'à obtenir une pâte de consistance "normale" facilement extrudable. La teneur en eau correspondant à cette consistance est de 28,9 % (exprimée sur base sèche), soit 22,4% sur base humide. La détermination de courbe a ensuite été réalisée sur barelattographe ADAMEL sur des éprouvettes prismatiques d'environ 30 x 15 x 15 mm.

Pour une teneur en eau de départ de 28,9% (base sèche), la pâte subit un retrait modéré de 4,25% (retrait exprimé en % de la longueur sèche). Le retrait cesse pour une teneur en humidité résiduelle encore sensible (teneur en eau d'interposition de 20,8%). La conclusion du CTTB est qu'un tel matériau doit être facile à sécher.

### **Essais de comportement à la cuisson**

Les essais de cuisson ont porté sur des éprouvettes prismatiques d'environ 100 x 20 x 20 mm, fabriquées par extrusion (extrudeuse de laboratoire NETZSCH). La teneur en eau de façonnage était de 32,5 % (base sèche), soit une valeur sensiblement plus élevée que la valeur optimale déterminée par le CTTB (28,9%). Malgré cette valeur de teneur en eau, le façonnage des barrettes n'a pas posé de difficultés particulières. Les résultats des essais de cuisson sont présentés synthétiquement dans le tableau 9.

Les différents essais ont porté sur l'échantillon "aval lagune EDF" qui est le plus fin et le plus riche en minéraux argileux. Les retraits de séchage et de cuisson seront plus faibles pour un échantillon représentatif de la production de fines au fil de l'eau. En utilisation industrielle, il serait nécessaire d'ajouter un dégraissant pour limiter l'ampleur des retraits.

Pour produire un matériau céramique de type grès, la température de cuisson de 1100 °C est insuffisante du fait d'une absorption d'eau élevée de 5,96 %. La gamme de température comprise entre 1100 et 1200 °C doit donc être explorée. La prédominance de K<sub>2</sub>O sur les oxydes fondants Na<sub>2</sub>O, CaO et MgO, ainsi que la présence d'illite apportant le fondant potassique sous une forme minéralogique finement divisée et réactive, constituent les principaux avantages de ce matériau pour les applications en céramiques de types "terre cuite" et "grès rustiques".

En conclusion, les caractéristiques des fines de Vignat (compositions chimiques et minéralogiques, couleur, comportement à la cuisson, aptitude au séchage,...) en font une excellente matière première pour produits de terre cuite et carreaux rustiques de type grès façonné par extrusion. Néanmoins, avant une conclusion définitive, il conviendrait de vérifier auprès des Centres Techniques que la présence de Fluor ne constitue pas un obstacle à l'utilisation dans les matériaux céramiques. En effet, la présence de cet élément peut conduire à des problèmes de qualité des produits (altération possible de la couleur des produits cuits par condensation de composés fluorés dans un four continu,



Eau de façonnage (% base sèche)	32,36 à 32,58			
Eau de façonnage (% base humide)	24,45 à 24,57			
Retrait au séchage (% base sèche)	5,15			
Température de cuisson (°C)	950	1 000	1 050	1 100
Retrait de cuisson (% base sèche)	0,21	2,21	5,47	7,78
Perte au feu (% base sèche)	5,04	5,06	5,16	5,27
Absorption d'eau après cuisson (% sur cuit)	22,02	18,63	12,67	5,96

Essai de cuisson : montée en température de 150 °C/h, palier de cuisson 1h30, descente libre avec balayage d'air.

**Tabl. 9** – Aval lagune EDF. Essais de comportement à la cuisson

## 2. Etude de la séparation solide-liquide

Nous avons reporté dans le tableau 10, la teneur en eau et la concentration solide de trois principaux échantillons. La concentration solide de la sous-verse épaisseur était de 113 g/l, le jour du prélèvement. Cette concentration solide très faible traduit très clairement un dysfonctionnement du décanteur qui n'assure pas correctement sa fonction d'épaisseur. Les essais de décantation présentés dans le paragraphe suivant le confirmeront.

La teneur en eau des échantillons prélevés dans la lagune est de 23,7 % pour l'amont et de 39,8% pour l'aval. Il convient de rappeler que ces valeurs se rapportent à des échantillons prélevés à la surface des sédiments. La teneur en eau doit diminuer significativement dans les sédiments les plus profonds.

Nature des échantillons	Teneur en eau (base humide) %	Concentration solide %	Concentration solide (g/l)
Sous-verse épaisseur (prélèvement du 8/10/97)	89,36	10,64	112,97
Amont lagune (prélèvement du 8/10/97)	23,66	76,34	~ 1469,9
Aval lagune EDF (prélèvement du 8/10/97)	39,80	60,20	~ 969,5

Tabl. 10 – Détermination des teneurs en eau

### 2.1. ESSAIS DE DECANTATION

Les essais de décantation ont été réalisés dans des pistons en verre d'un volume de 2 litres. On note la variation en fonction du temps de la hauteur de l'interface entre la zone de clarification et la suspension en décantation. Les caractéristiques de décantation ont été déterminées sans et avec addition d'un flocculant (copolymère FLOERGER AN923 de type acrylamide/acrylate à 20/25 % de groupements anioniques, dosé à 50 et 100 g/t) pour une concentration initiale en solide de 50 g/l. Cette concentration initiale a été atteinte en redispersant la boue telle que reçue dans l'eau du site.

Les données expérimentales ont été traitées selon les méthodologies classiques de Kynch-Roberts (recherche du point de compression, des concentrations et vitesses de sédimentation dans la zone de compression), Talmage et Fitch pour les estimations des surfaces spécifiques de décantation. Ces méthodologies sont reconnues pour les

dimensionnements des épaisseurs alimentés par des suspensions fines donnant des sédiments fortement compressibles.

Les résultats expérimentaux sont présentés synthétiquement dans le tableau 11. Les courbes de décantation sont reportées dans l'annexe 3. Nous avons indiqué les surfaces spécifiques de décantation correspondant à la concentration ultime atteinte après 24 h de décantation.

Les caractéristiques de décantation des échantillons non floculés n'ont pu être déterminées : les mauvaises caractéristiques de clarification rendent impossibles l'identification d'une interface entre le surnageant et le sédiment au cours des premières heures de décantation. Une étude complémentaire en laboratoire de la cinétique de clarification serait nécessaire pour préciser le dimensionnement du décanteur en fonction des performances de clarification recherchées.

	Floculant g/t	Sédimentation libre		Début de compression			Zone de compression	
		Co g/l	Vo cm/min	Tc min	Vc cm/min	Cc g/l	Cinf g/l	Surface spécifique de décantation m <sup>2</sup> /t/h
Fraction 0-80 µm du circuit primaire	0	50	Clarification insuffisante Interface non identifiable			~ 364		
Fraction 0-80 µm du circuit primaire	50	50	-2,29	7,0	-1,52	56,8	423	16,7
Sous-verse épaisseur. (prélèvement du 8/10/97)	0	50	Clarification insuffisante Interface non identifiable					
Sous-verse épaisseur. (prélèvement du 8/10/97)	50	50	-19,1	1,77	-5,21	90,1	561	3,0
Aval lagune. (prélèvement du 8/10/97)	0		Clarification insuffisante Interface non identifiable			~ 309		
Aval lagune. (prélèvement du 8/10/97)	50	50	-2,06	6,94	-1,32	56,0	421	19,6
Aval lagune. (prélèvement du 8/10/97)	100	50	-7,09	3,19	-3,63	68,2	455	5,7

Co : concentration initiale en solide de la pulpe  
Vo : vitesse de sédimentation libre  
Tc : temps au point de compression  
Vc : vitesse de décantation au point de compression

Cc : concentration en solide de la pulpe au point de compression

Cinf : concentration ultime de la pulpe après environ 24h de décantation

Tabl. 11 - Synthèse des données de décantation

Les résultats de décantation (tableau 12) montrent que moyennant un dimensionnement et des conditions opératoires adaptées, la concentration solide des décantats peut atteindre 400 g/l pour des surfaces spécifiques de décantation compatibles avec les débits à traiter. Cette valeur de concentration solide est sans commune mesure avec la valeur mesurée le jour du prélèvement en sortie de décanteurs (112,97 g/l). L'ajout de flocculant à un dosage modéré (entre 50 et 100 g/t) améliore significativement les caractéristiques d'épaississement et de clarification. La surface spécifique de décantation la plus faible (3,0 m<sup>2</sup>/t/h) est obtenue pour la sous-verse épaisseur avec un dosage en flocculant de 50 g/t. A un dosage en flocculant équivalent, les surfaces de décantation de la fraction 0-80 µm du circuit primaire et de la boue aval lagune EDF sont respectivement de 16,7 et 19,6 m<sup>2</sup>/t/h. Ces écarts sont dus pour une large part aux caractéristiques intrinsèques des échantillons : les échantillons aval lagune EDF et fraction 0-80 µm du circuit primaire développent des surfaces spécifiques de 12,4 et 17,9 m<sup>2</sup>/g contre 9,94 m<sup>2</sup>/g pour la sous-verse décanteur. De plus, les écarts sont vraisemblablement accentués en raison du caractère floculé de l'échantillon prélevé en sortie de décanteur.

Les meilleures performances d'épaississement et de clarification ont été atteintes en présence de flocculant. Les essais ont été réalisés avec un flocculant de synthèse, ne posant à ce jour aucun problème en terme de protection de l'environnement tant qu'il n'est pas notablement surdosé. Néanmoins, des essais du même type pourrait être réalisés avec des coagulants minéraux et/ou des flocculants organiques naturels (par exemple, alginates, amidons, polysaccharides) pour anticiper une éventuelle évolution de la législation.

## **2.2. ESSAIS DE FILTRATION**

L'étude de la filtrabilité des fines de lavage est présentée en totalité dans l'annexe 4.

### **2.2.1. Objectif des essais et conditions expérimentales**

L'objectif de ces essais est de caractériser le comportement des suspensions lors d'une séparation mécanique solide-liquide par filtration sous pression à l'aide d'un filtre à volume de chambre variable, similaire dans son principe à un filtre-presse à membranes. L'étude a porté sur deux lots de fines de lavage : 1) Aval lagune EDF, 2) Fraction 0-80 µm du circuit primaire.

Cette caractérisation couvre les déterminations des paramètres de base permettant d'estimer par calcul le rendement de filtration d'une presse industrielle, exprimée en masse de matière sèche séparée par unité de surface et de temps:

- résistance moyenne à la filtration à pression constante dans le domaine de la filtration libre ou de formation du gâteau par dépôt du solide sur le médium filtrant;
- humidité résiduelle en fin de formation libre, correspondant, le plus souvent en opération industrielle, au moment où le gâteau dans un filtre-presse occupe la totalité du volume disponible de la chambre;

- compressibilité du gâteau formé par déterminations des résistances spécifiques pour plusieurs valeurs de la pression de filtration;
- vitesse de consolidation ou d'expulsion de l'eau résiduelle, traduite par un coefficient moyen de consolidation, à partir du gâteau formé en fin de filtration libre, sous l'action d'une contrainte mécanique de compression normale à la surface du gâteau. L'élimination de l'eau par compression mécanique implique que le gâteau soit compressible et se déforme sous la contrainte, donnant de ce fait, en fin de consolidation, un gâteau d'épaisseur inférieure à l'épaisseur initiale, cette dernière correspondant le plus souvent à la profondeur totale de la chambre.
- variation du coefficient moyen de consolidation en fonction de la valeur de la contrainte.

La connaissance de ces paramètres de base permet l'estimation du rendement de filtration pour toute condition opératoire: relation pression-débit, dépendante des courbes caractéristiques des pompes utilisées pour alimenter la presse - profondeur des chambres ou épaisseur maximale possible des gâteaux - valeur maximale de la pression de filtration libre - nombre (un ou deux) de surfaces de collecte (surfaces drainantes) du filtrat produit par la compression mécanique du gâteau - durée de la phase de compression généralement conduite à pression constante - valeur de la contrainte de consolidation.

L'étude réalisée comporte deux parties:

- acquisition des données de base par des essais de filtration-consolidation, sur une presse de laboratoire;
- estimations par calcul des performances d'un filtre-presse à membranes, sur la base des données expérimentales et de paramètres standard relatifs aux courbes caractéristiques des pompes, à la valeur de la résistance du médium filtrant, à la durée du débâtissage-rebâtissage de la presse, par plateau, en utilisant un modèle qui permet de simuler les diverses phases de fonctionnement du filtre-presse à membranes.

Les essais de filtration ont été réalisés sur des suspensions obtenues par décantation statique selon des conditions simulant le processus d'épaississement par gravité dans un décanteur continu comportant des zones de compression et d'épaississement de volumes suffisants. Les fines, redispersées dans l'eau du site de Vignat, ont été épaissies par décantation statique dans un piston en verre, pendant 16 à 18 heures. Au terme de l'épaississement, l'eau clarifiée surnageante est éliminée ; le décantat à une concentration en solide comprise entre environ 360 et 375 g/l a été utilisé comme pulpe d'alimentation des essais de filtration à pression constante.

La procédure de préparation simule un traitement simple d'une pulpe de fines au fil de l'eau, impliquant une clarification-décantation-épaississement dans un décanteur fonctionnant en continu et dont le volume d'épaississement de la cuve constitue une réserve pour une alimentation des presses fonctionnant en continu, la pulpe d'alimentation du décanteur peut être floculée par apport de floculant de type polyacrylamide avec un dosage modéré de 50g/t.

Cinq essais ont été effectués sur les pulpes décantées en laboratoire:

- 3 essais sur la pulpe "aval bassin EDF" telle quelle, sans addition de coagulant ou floculant, sous des pressions de filtration et de consolidation de: 5, 10 et 15 bars;
- 1 essai sur la pulpe "aval bassin EDF" floculée par 50g/t de floculant AN 923, sous une pression de filtration et consolidation de 15 bars;
- 1 essai sur la pulpe de fines  $-80\mu\text{m}$  du circuit primaire, sans apport de coagulant ou de floculant, sous une pression de filtration-consolidation de 15 bars.

Les essais sont réalisés sur un filtre de laboratoire à volume de chambre variable, d'une surface filtrante de  $100\text{ cm}^2$ . Le processus de filtration peut être décomposé en deux phases successives :

- **période de filtration libre sous pression P constante, appliquée à une suspension**, pendant laquelle le gâteau se forme sur le médium filtrant ; elle s'achève lorsque la face interne du piston vient en contact avec la face supérieure du gâteau formé par filtration.
- **période de consolidation sous pression P constante appliquée à un solide compressible**, pendant laquelle une partie de l'eau associée au gâteau formé précédemment par filtration, est expulsée par la face reposant sur le médium filtrant du fait de la variation de volume imposée par la contrainte mécanique. Le processus d'expression de l'eau - consolidation du gâteau, est suivi par le volume de filtrat V écoulé en fonction du temps.

## 2.2.2. Résultats expérimentaux

L'ensemble des paramètres utiles pour la caractérisation des matériaux et le dimensionnement d'une installation de filtration-consolidation sous pression est présenté dans le tableau de synthèse n°11.

Les données du tableau 11 indiquent une diminution très importante de la valeur de la résistance moyenne à la filtration pour la pulpe "aval bassin EDF", consécutive à un apport modéré de floculant (50g/t).

	Résistance moyenne à la filtration à 15bars (cm/g)
sans floculant	$1.76 \cdot 10^{12}$
50 g/t floculant	$0.967 \cdot 10^{12}$

Cette observation montre clairement qu'une addition de floculant augmentera le rendement de filtration à un coût modéré.

	Aval Bassin EDF P=5bars	Aval Bassin EDF P=10bars	Aval Bassin EDF P=15bars	Aval Bassin EDF P=15bars	Fraction 0-80 µm du circuit Ire P=15bars
Conditionnement	Sans Flocculant	sans flocculant	sans flocculant	floculant AN 923 50g/t	sans flocculant
<b>FILTRATION LIBRE</b>					
Concentration de l'alimentation	366.2 g/l 29.76 %	367.9 g/l 29.87 %	373.0 g/l 30.21 %	368.8 g/l 29.93 %	375.7 g/l 30.38 %
Masse de solide sec déposé par unité de volume de filtrat* (g/cm <sup>3</sup> )	0.5048	0.4985	0.5042	0.5062	0.5045
Résistance spécifique à la filtration (cm/g)	1.15 . 10 <sup>12</sup>	1.56 . 10 <sup>12</sup>	1.76 . 10 <sup>12</sup>	9.67 . 10 <sup>11</sup>	1.16 . 10 <sup>12</sup>
Porosité du gâteau (%)	0.5077	0.4806	0.4694	0.5032	0.4567
Teneur en eau du gâteau (%)	27.64	25.52	24.68	27.28	23.74
Perméabilité du gâteau (m/s)	6.43 . 10 <sup>-10</sup>	4.61 . 10 <sup>-10</sup>	4.04 . 10 <sup>-10</sup>	7.72 . 10 <sup>-10</sup>	6.18 . 10 <sup>-10</sup>
Durée de filtration libre (s)	20 547	14462	10370	5799	7681
<b>CONSOLIDATION</b>					
Durée de consolidation (s)	2704	3004	2103	2195	2702
Siccité en début de consolidation (%)	72.36	74.48	75.32	72.72	276.26
Siccité maximale (%)	76.78	78.23	79.19	84.01	83.72
Indice des vides	0.8165	0.7514	0.7095	0.5139	0.5250
Volume de solide sec par unité de surface (cm <sup>3</sup> /cm <sup>2</sup> )	1.1131	1.1226	1.1072	1.1108	1.1598
Coefficient moyen de consolidation (cm <sup>2</sup> /s)	0.00043	0.00063	0.00083	0.00089	0.00073

\* valeur expérimentale.

Tabl. 12 - Synthèse des données relatives aux essais de filtration-consolidation d'échantillons de fines de lavage de Vignat, sur cellule de filtration à volume de chambre variable

Les mesures réalisées montrent également une augmentation importante de la résistance moyenne à la filtration avec la finesse de la pulpe initiale caractérisée par la granularité et la surface spécifique mesurée par adsorption d'azote et la méthode BET :

	Fraction 0-80 µm du circuit primaire	Aval bassin EDF
Résistance moyenne à la filtration à 15 bars (cm/g)	$1.16 \cdot 10^{12}$	$1.76 \cdot 10^{12}$
Surface spécifique (m <sup>2</sup> /g)	12.36	17.90
d99 (µm)*	108.2	76.3
d90 (µm)	65.9	40.6
d75 (µm)	41.1	23.3
d50 (µm)	15.1	9.7
d25 (µm)	4.9	3.7
d10 (µm)	2.0	1.6
<2µm (%)	9.77	13.05

\*déterminations par diffractométrie laser, méthode Fraunhofer, distributions en volume.

Il convient de souligner en dernier lieu, les valeurs très faibles de perméabilité des gâteaux de filtration. Elles sont comprises entre 4 et  $7 \cdot 10^{-10}$  m/s, soit des valeurs inférieures à la valeur réglementaire de  $1 \cdot 10^{-9}$  m/s imposée pour les barrières passives de Centre d'Enfouissement Technique (CET).

### 2.2.3. Estimation des performances de la filtration industrielle par modélisation

Les paramètres caractéristiques de filtration et de consolidation dérivés des données expérimentales ont été utilisés comme données de base pour l'estimation des performances de la filtration industrielle à l'aide d'un modèle de fonctionnement d'un filtre-presse à membranes alimenté par une pompe centrifuge de remplissage et par une pompe à membranes pour la partie du cycle sous haute pression. Le modèle de calcul, adapté à la description de filtrations de suspensions concentrées fréquemment rencontrées dans l'industrie minérale, a été développé sous le logiciel Mathcad 5+, il doit permettre l'optimisation du dimensionnement et du fonctionnement du filtre-presse quand l'ensemble des données expérimentales sera disponible.



### Pulpe "Aval Bassin EDF" floculée

Les résultats expérimentaux ont mis clairement en évidence que l'échantillon ponctuel "aval bassin EDF" présente une filtrabilité notablement inférieure à celle de l'échantillon de fines de Vignat produit par le circuit de préparation primaire, n'ayant pas subi les ségrégations granulométriques imposées aux échantillons "aval bassin" du fait de la sédimentation progressive des particules grenues lors de l'écoulement de l'eau vers le déversoir.

Le choix de l'échantillon "aval bassin EDF" implique une forte pénalisation des rendements de filtration. Afin de compenser en partie cette pénalisation, les données sur l'échantillon "aval bassin EDF", floculé par 50g/t de floculant AN 923, ont été utilisées comme base de calcul. Ces dernières données sont malheureusement incomplètes au stade de l'étude préliminaire. Nous ne disposons pas des coefficients de variation de la résistance à la filtration et de la porosité des gâteaux en fonction de la pression de filtration. Les valeurs relevées sur la pulpe "aval bassin EDF" non floculée ont donc été intégrées aux données de base. Les données de base de la modélisation pour les pulpes "aval bassin" flocuées sont présentées en totalité dans l'annexe 1. La concentration solide de l'alimentation du filtre est voisine de 30%.

Pour des siccités comprises entre 0.7272 et 0.82 les rendements nets de filtration sont compris entre 19.55 et 17.36 kg/m<sup>2</sup>/h

Le tableau suivant présente l'influence de la profondeur des chambres du filtre sur le rendement net de filtration :

Profondeur des chambres du filtre (cm)	Siccité du gâteau (fraction décimale)	Rendement net de filtration * (kg/m <sup>2</sup> /h)	Epaisseur du gâteau (cm)
3.0	0.7272	19.54	3.00
	0.8200	17.36	2.37
2.8	0.7272	20.08	2.80
	0.8200	17.92	2.22
2.6	0.7272	20.59	2.60
	0.8200	18.47	2.06
2.4	0.7272	21.05	2.40
	0.8200	18.99	1.90
2.2	0.7272	21.41	2.20
	0.8200	19.44	1.74

\* y compris les temps de débâtissage et de rebâtissage

Afin d'estimer le gain en rendement que l'on peut espérer obtenir par accroissement de la concentration en solide de la pulpe alimentant la presse, il a été admis que la variation de

résistance spécifique moyenne à la filtration pouvait être décrite par la relation établie sur les pulpes à environ 30% de solide. Généralement la résistance a tendance à légèrement diminuer lorsque la concentration en solide de l'alimentation augmente, du fait de la diminution des vitesses de filtrat. Toutefois, sur des pulpes floculées, la tendance inverse est parfois observée du fait d'une baisse de l'efficacité de la floculation lorsque la viscosité de la pulpe augmente. Une détermination expérimentale de la variation de la résistance à la filtration avec l'augmentation de concentration solide est indispensable en vue d'une optimisation du rendement. Toutefois, l'hypothèse précédente a été adoptée afin d'estimer, en première approche, le gain possible de rendement consécutif, par exemple, à une augmentation de concentration de l'alimentation de la presse, par électro-osmose. Une vérification expérimentale ultérieure sera nécessaire si le gain potentiel était jugé comme attractif. Les résultats des calculs sont présentés sous forme synthétique au tableau suivant:

Concentration solide de l'alimentation (g/l)	Concentration solide de l'alimentation (fraction décimale)	Siccité du gâteau (fraction décimale)	Rendement net de filtration* (kg/m <sup>2</sup> /h)
368.8	0.2993	0.7272	19.54
		0.8200	17.36
400	0.3195	0.7272	21.15
		0.8200	18.61
450	0.3506	0.7272	23.71
		0.8200	20.56
500	0.3803	0.7272	26.24
		0.8200	22.45
550	0.4085	0.7272	28.75
		0.8200	24.25
600	0.4335	0.7272	31.22
		0.8200	25.99
650	0.4612	0.7272	33.65
		0.8200	27.66
700	0.4859	0.7272	36.05
		0.8200	29.25

\* y compris les temps de débâtissage et de rebâtissage

Le gain potentiel en rendement est très important, de ce fait, une vérification expérimentale mériterait d'être engagée.

### ***Pulpe "aval bassin EDF" sans ajout de floculant***

Les résultats donnés par le modèle du filtre-presse pour des conditions de filtration identiques à celles des essais et une pression maximale de 15 bars en filtration comme en consolidation, sont présentés au tableau suivant :

Profondeur des chambres du filtre (cm)	Siccité du gâteau (fraction décimale)	Rendement net de filtration* (kg/m <sup>2</sup> /h)
3.0	0.7540	11.63
	0.7800	11.02
2.8	0.7540	12.19
	0.7800	11.56
2.6	0.7540	12.77
	0.7800	12.14
2.4	0.7540	13.39
	0.7800	12.75
2.2	0.7540	14.03
	0.7800	13.38

\* y compris les temps de débâtissage et de rebâtissage

### ***Pulpe 0-80 µm du circuit primaire sans ajout de floculant***

L'estimation des rendements nets de filtration est basée sur des conditions de filtration identiques à celles de l'essai. Concernant les coefficients de variation de la résistance à la filtration et de la porosité des gâteaux en fonction de la pression de filtration, nous avons adopté les valeurs mesurées sur la pulpe "aval bassin EDF" non floculée. Pour ces conditions, la filtration-consolidation sous 15 bars de la fraction 0-80 µm du circuit primaire conduirait à des rendements nets de filtration compris entre 14.67 et 16.39kg/m<sup>2</sup>/h pour des siccités comprises entre 0.82 et 0.76.

## CONCLUSION

### **Principaux résultats acquis dans le cadre de la première phase du projet de recherche en partenariat**

Les différents essais réalisés au cours de cette phase préliminaire ont permis d'identifier les caractéristiques prédominantes des boues de lavage de la carrière de Vignat :

- Le fonctionnement gravitaire de la lagune se traduit par une variabilité des caractéristiques des boues déposées depuis l'amont (zone d'alimentation) vers l'aval. L'échantillon " amont " est logiquement le plus grossier avec un diamètre médian (d50) de 38,6  $\mu\text{m}$  et une surface spécifique de 2,65  $\text{m}^2/\text{g}$ . L'échantillon " aval EDF " représente le pôle le plus fin avec un diamètre médian de 9,7  $\mu\text{m}$  ; il développe une surface spécifique de 17,9  $\text{m}^2/\text{g}$ . La différenciation granulométrique induit une évolution de la composition minéralogique, avec notamment un accroissement des teneurs en minéraux argileux à l'aval de la lagune. Cette hétérogénéité se traduit également par des valeurs de teneur en eau différentes des sédiments prélevés: les échantillons " Amont " se consolident plus rapidement que les échantillons " Aval ", d'où des teneurs en eau plus faible (23,7 % pour " l'amont " contre 39,8 % pour " l'aval ". Compte tenu de ses caractéristiques physiques et minéralogiques, les boues " Aval lagune EDF " sont les plus défavorables en terme de séparation solide-liquide.
- Sur le plan minéralogique, les fines de lavage sont majoritairement constituées de quartz, de phyllosilicates potassiques (mica dans les fractions grenus et illite dans la fraction argileuse < 2  $\mu\text{m}$ ) et de kaolinite. Les principaux minéraux accessoires (en terme de proportion) sont la goéthite, les oxydes de titane, la calcite et l'orthose. Ces différents minéraux ne sont pas distribués de manière homogène dans les différentes fractions granulométriques. Le quartz est le constituant le plus grenu des boues ; il représente un peu plus de 60% de la fraction -80+20  $\mu\text{m}$ . La fraction la plus fine (< 2  $\mu\text{m}$ ) est majoritairement composée de minéraux argileux (illite, kaolinite) et d'oxyhydroxydes de fer. Ces derniers, vraisemblablement exprimés sous forme de goéthite, se fixent à la surface des autres minéraux et modulent en partie les propriétés électrocinétiques des fines de Vignat.
- Le potentiel électrocinétique (potentiel Zêta) de la fraction 0-2  $\mu\text{m}$  en suspension dans l'eau de carrière est voisine de -20 mV. La conductivité des eaux du site est modérée (240 à 250  $\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ ). D'un point de vue théorique, ces deux paramètres sont parfaitement compatibles avec la mise en œuvre de l'électroosmose.

Les caractéristiques intrinsèques des boues de Vignat permettent d'envisager deux voies principales de valorisation :

- **Matériau d'étanchéité :** les perméabilités des gâteaux de filtration sont très faibles (comprises entre 4 et  $7.10^{-10}$  m/s) et permettent d'envisager une application comme matériau d'étanchéité, en particulier comme constituant des barrières passives des Centres d'Enfouissement Technique (CET). En effet, ces valeurs sont inférieures à la limite réglementaire de  $1.10^{-9}$  m/s. La faisabilité d'utilisation en barrière passive passera obligatoirement par la réalisation d'essais de laboratoire complémentaires (essais de perméabilité "conventionnels", limites d'Atterberg, essais Proctor et CBR, essais de cisaillement,...) et de planches d'essais (optimisation de la teneur en eau, recherche des conditions de mise en œuvre,...).
- **Utilisation comme matière première dans les matériaux céramiques :** les caractéristiques des fines de Vignat (compositions chimiques et minéralogiques, couleur, comportement à la cuisson, aptitude au séchage,...) en font une excellente matière première pour produits de terre cuite et grès cérame (carreaux de grès extrudés à pâtes fortement colorées ; composant pour pâtes à carreaux de couleurs rouge, jaune et noire). Néanmoins, avant une conclusion définitive, il conviendrait de vérifier auprès des Centres Techniques que la présence de Fluor ne constitue pas un obstacle à l'utilisation dans les matériaux céramiques. En effet, la présence de cet élément peut conduire à des problèmes de qualité des produits (altération possible de la couleur des produits cuits par condensation de composés fluorés) et surtout à des risques de rejets nocifs pour l'environnement dans les fumées émises. (Compte tenu de caractéristiques chimiques et minéralogiques favorables, une évaluation de l'aptitude à l'expansion par voie thermique, mériterait d'être réalisée en perspective d'une utilisation éventuelle comme granulat léger d'argile expansée).

Les différents essais réalisés ont permis de préciser les principaux paramètres utiles pour le dimensionnement d'un circuit de séparation solide-liquide incluant une étape de décantation et une étape de filtration sous pression :

- Les essais de décantation statique ont souligné un dysfonctionnement des décanteurs en service sur le site. La concentration solide de l'échantillon prélevé en sous-verse de décanteur est de 113 g/l. Les résultats expérimentaux montrent que sous réserve d'un dimensionnement et de conditions opératoires adaptés, la concentration solide des boues peut atteindre 400 g/l. Les surfaces spécifiques de décantation évoluent suivant les caractéristiques des échantillons ; l'échantillon "Aval lagune EDF" présente logiquement les caractéristiques de décantation les plus défavorables, avec une surface spécifique de  $19,6 \text{ m}^2/\text{t/h}$  après conditionnement par un flocculant de synthèse dosé à 50g/t. Les caractéristiques de décantation des échantillons non flocculés n'ont pas pu être déterminées, faute d'une clarification suffisante. Une étude complémentaire de laboratoire serait nécessaire pour préciser les caractéristiques de clarification des échantillons de Vignat. L'ajout de flocculant à un dosage modéré de 50 à 100 g/t améliore significativement les caractéristiques de clarification et d'épaississement.

- Les caractéristiques de filtration sous pression ont été déterminées sur une presse de laboratoire à volume de chambre variable, similaire dans son principe à un filtre-pressé à membranes. La phase de filtration libre conduit à des gâteaux d'une siccité comprise entre 72,3 et 76,2%. La phase de consolidation améliore significativement la siccité des gâteaux ; pour des pressions de 15 bars, les valeurs maximales de siccité sont comprises entre 79,2 % (échantillon " aval lagune EDF " non floculé) et 84,0 % (échantillon " aval lagune EDF " conditionné par un floculant de synthèse dosé à 50g/t). Une addition de floculant augmente significativement la siccité des gâteaux et les rendements de filtration à un coût modéré. Il convient de souligner à nouveau que le choix de l'échantillon " Aval bassin EDF " implique une forte pénalisation des rendements de filtration. Les paramètres caractéristiques de filtration et de consolidation dérivés des données expérimentales ont été utilisés comme données de base pour l'estimation des performances de la filtration industrielle à l'aide d'un modèle de fonctionnement d'un filtre-pressé à membranes. L'application du modèle de calcul à l'échantillon " Aval bassin EDF " floculé (dosage en floculant de synthèse de 50g/t) conduit aux projections suivantes. Pour une concentration en solide de la pulpe alimentant la presse de 30% et une pression de filtration de 15 bars, les rendements nets de filtration sont compris entre 19.55 et 17.36 kg/m<sup>2</sup>/h avec des siccités de gâteau comprises entre 72,7 et 82,0 %. Les calculs ont également permis d'évaluer le gain en rendement que l'on peut espérer atteindre par accroissement de la concentration en solide de la pulpe alimentant la presse. Pour une siccité finale du gâteau de 82%, le rendement net de filtration augmente de 68% si la concentration solide de l'alimentation passe de 30% (369 g/l) à 48,6% (700 g/l). Une vérification expérimentale serait naturellement nécessaire si le gain potentiel est considéré comme attractif.

### ***Propositions préliminaires en vue de la poursuite du projet de recherche en partenariat***

Un des principaux objectifs de cette phase préliminaire était de proposer un ou plusieurs schémas potentiels de séparation solide-liquide. ***Parmi les différents schémas possibles, deux retiennent plus particulièrement notre attention (figures 2 et 3).*** Cette sélection prend en compte à la fois les données expérimentales spécifiques aux boues de Vignat et les informations bibliographiques sur la déshydratation par électro-osmose des fines de l'industrie minière (en particulier, schlamms de charbon et de phosphate). Le choix de l'un ou l'autre schéma dépend de la possibilité de valoriser ou non les fines produites. Dans les deux cas, la première étape de séparation solide/liquide est l'épaississement dans un épaisseur conventionnel pour amener la concentration solide de la boue de 40 g/l à environ 400 g/l. Le décanteur épaisseur conventionnel est le procédé le plus simple et le plus économique dans ce domaine de concentration solide. En revanche, il impliquera très vraisemblablement d'utiliser des coagulants et/ou des floculants. C'est pourquoi, il conviendrait de tester dans la phase ultérieure des coagulants minéraux ou des floculants naturels pour anticiper toute possibilité d'évolution de la législation sur

l'emploi des flocculants de synthèse. La déshydratation par électro-osmose intervient dans chacun de ces deux schémas, mais à un stade différent :

**Schéma 1 : il existe un débouché commercial comme matière première pour l'industrie céramique ou comme matériau d'étanchéité.** Pour ce premier cas, le respect des spécifications aval imposera très vraisemblablement de fournir des produits de siccité homogène et constante, de l'ordre de 80%. Le filtre-presse à membranes est une technique éprouvée qui permettra de garantir le respect du cahier des charges des utilisateurs, d'où son utilisation en fin de circuit de séparation solide-liquide. L'électro-osmose intervient en amont du filtre-presse. En effet, les modélisations ont montré que l'accroissement de la concentration en solide de la pulpe d'alimentation du filtre doit permettre d'accroître le rendement net de filtration (gain potentiel de 60 à 70%). Or il n'existe pas actuellement dans l'industrie minérale de technique de séparation solide-liquide spécifiquement conçue pour accroître la concentration solide de 400 à environ 700-800 g/l. L'électro-osmose (où pour être plus exact, l'électrophorèse) est a priori très performante dans ce domaine de concentration solide (rendement énergétique optimum, effets liés à l'électrolyse de l'eau assez limités) Un décanteur continu assisté par électro-osmose serait le moyen technique idéal pour assurer cette fonction. Ce type de procédé serait très probablement transposable à d'autres secteurs de l'industrie minérale.

**Schéma 2 : il n'existe pas de débouché commercial.** Pour ce second cas, l'objectif est de respecter, voire d'anticiper les contraintes réglementaires à moindre coût. Ces contraintes seront 1) d'optimiser le recyclage de l'eau de procédé pour limiter les prélèvements dans le milieu naturel, 2) de réduire les volumes de boue et corrélativement de stabiliser leurs propriétés mécaniques. Le respect de ces contraintes n'implique pas nécessairement d'atteindre des siccités de 80% ou plus, ni de produire des lots d'humidité homogène. Les performances de siccité à atteindre dépendront principalement du degré de stabilité mécanique recherché. La déshydratation par électro-osmose est a priori une technique adaptée pour répondre à ces critères. Le moyen technique pourrait être des bassins aménagés pour faire de la déshydratation par électro-osmose.

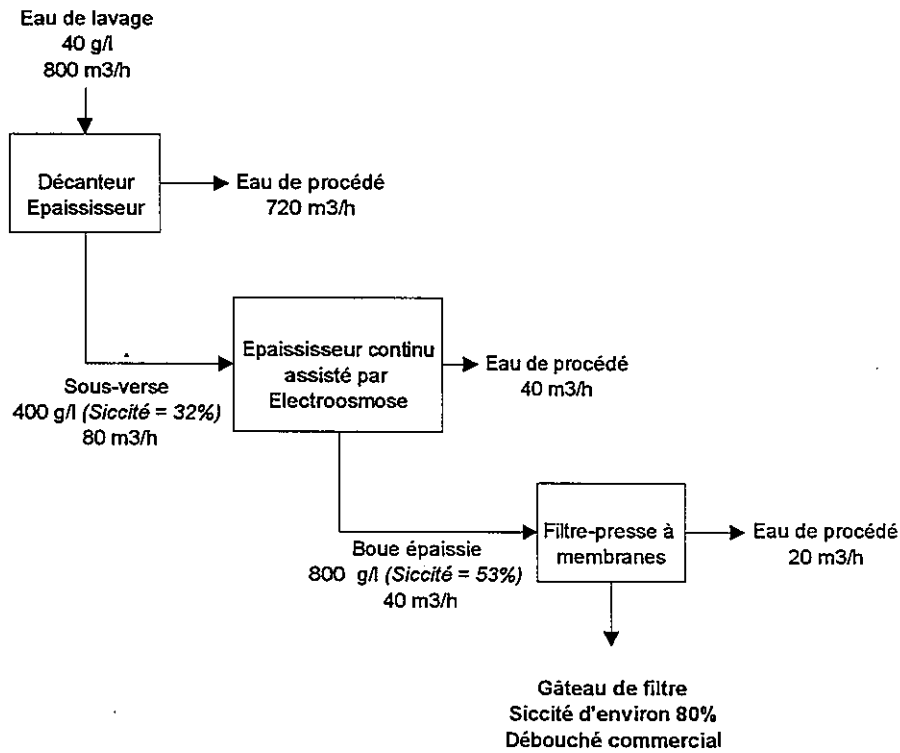


Fig. 2 – Représentation schématique du circuit de séparation solide/liquide n°1

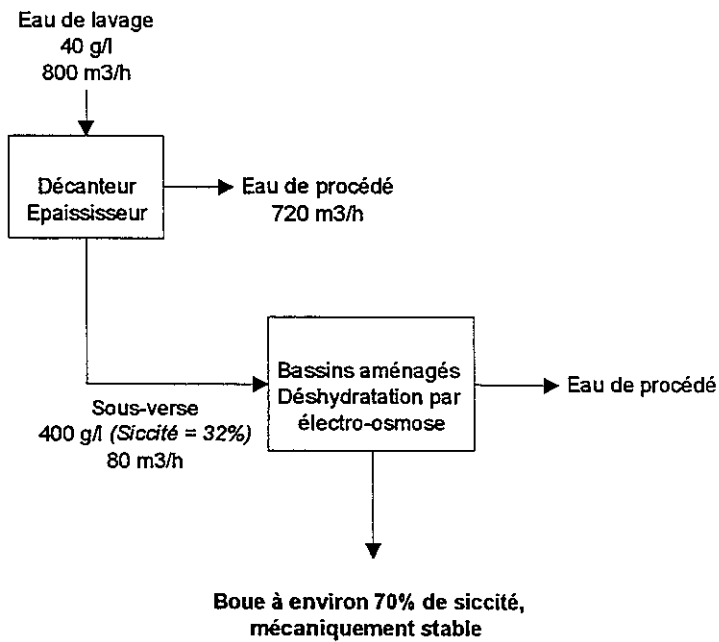


Fig. 3 – Représentation schématique du circuit de séparation solide/liquide n°2



## Bibliographie

- Atesok G. (1987) – Application of electrokinetic dewatering-settling method on the flotation tailing below 20 micron of Zonguldak-Amasra coal preparation plant, in Turkey. *J.A. Moulijn et al.*, Amsterdam. pp. 483-490, 4 fig.
- Baticle P., Hita I. – La déshydratation industrielle de boues de station d'épuration par électro-osmose. *L'eau, l'Industrie, les nuisances*, 197. 4 p., 3 fig.
- Bonnemay M., Royon J. (1974) – Electro-osmose. 12 p., 10 fig.
- Cooling L.F., Jones E.E., Pettet E.J. (1952) – Dewatering of sewage sludge by electro-osmosis. *The Water and Sanitary Engineer*. pp. 246-250, 4 fig., 1 tabl.
- Gopalakrishnan S., Mujumdar A.S., Pirkonen P.M., Weber M.E. (1996) – Electrokinetically enhanced vacuum dewatering of mineral slurries. *Filtration & Separation*. pp. 929-932, 3 fig., 2 tabl.
- Iwata M., Igami H., Murase T., Yoshida H. (1991) – Analysis of electro-osmotic dewatering. *Journal of chemical engineering of Japan*, 24. pp. 45-50, 10 fig.
- Lockhart N.C. (1981) – Sedimentation and electro-osmotic dewatering of coal-washery slimes. *FUEL*, 60. pp. 919-923, 5 fig., 1 tabl.
- Lockhart N.C. (1983) – Electro-osmotic dewatering of fine tailings from mineral processing. *Intern. Journal of Mineral Processing*, 10. pp. 131-140, 6 fig., 2 tabl.
- Lockhart N.C., Stickland R.E. (1984) – Dewatering coal washery tailings ponds by electro-osmosis. *Powder Technology*, 40. pp. 215-221, 2 fig., 1 tabl.
- Lockhart N.C., Veal C.J. (1996) - Coal dewatering: Australian R&D trends. *Coal Preparation*, 17, pp. 5-24. 10 fig., 1 tabl.
- Morlay L.A., Parry W.T. (1974) – Electro-osmotic stabilization of mine materials. *Society of Mining Engineers, AIME*, 256, pp. 176-181, 12 fig., 3 tabl.
- Rabie H.R., Mujumdar A.S., Weber E. (1994) – Interrupted electro-osmotic dewatering of clay suspensions. *Sep. Technol.*, 4, pp. 38-46, 16 fig.
- Shang J.Q., Lo K.Y. (1997). Electrokinetic dewatering of a phosphate clay. *Journal of Hazardous Materials*, 55, pp. 117-133, 12 fig., 2 tabl.

- Sprute R.H., Kelsh D.J. (1982) – Electrokinetic densification of solids in a coal mine sediment pond. A feasibility study. Part 1 : Laboratory and field tests. *Bureau of Mines Report of Investigations*. RI 8666, 32 p., 15 fig., 8 tabl.
- Sprute R.H., Kelsh D.J., Thompson S.L. (1988) – Electrokinetic densification of solids in a coal mine sediment pond. A feasibility study. Part 2 : Design of and operational system. *Bureau of Mines Report of Investigations*. RI 9137, 75 p., 27 fig., 10 tabl.
- Sunderland J.G. (1987) – Electrokinetic dewatering and thickening. I. Introduction and historical review of electrokinetic applications. *Journal of applied electrochemistry*, 17, pp. 889-898, 1 fig.
- (1984) – Electrical separation tested in phosphate settling ponds. *Chem. & Engineer News*, 62, pp. 23-24, 1 fig.
- (1984) - Improving clay settling in Florida phosphate operations. *Phosphorus & Potassium*, 130, pp. 30-31, 2 fig.

## Liste des figures

Fig. 1 – Aval lagune. Fraction $-2 \mu\text{m}$ . Evolution du potentiel Zéta en fonction du pH. ....	23
Fig. 2 – Représentation schématique du circuit de séparation solide/liquide n° 1.....	41
Fig. 3 – Représentation schématique du circuit de séparation solide/liquide n° 2.....	41

## Liste des tableaux

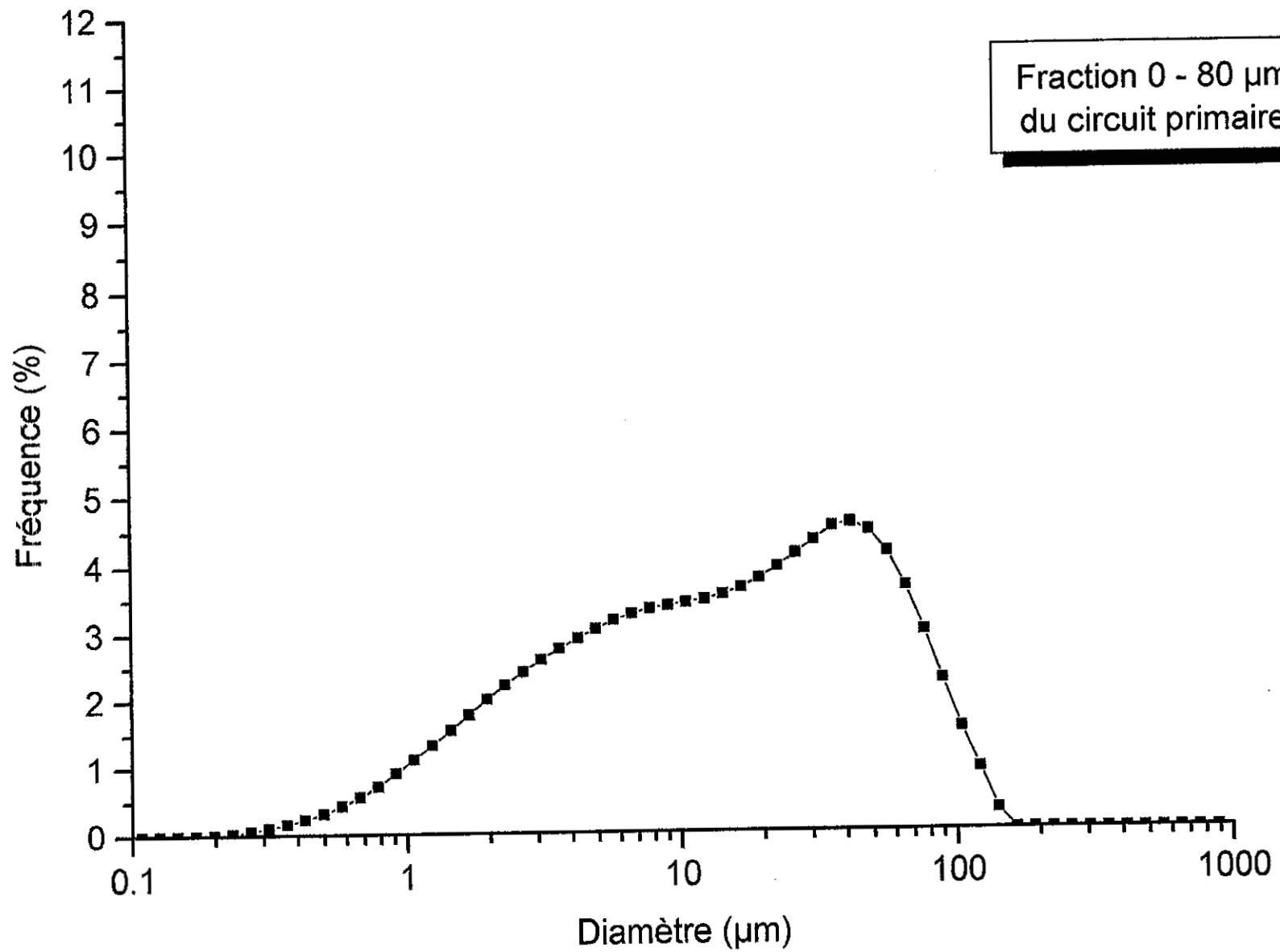
Tabl. 1 - Nature des échantillons étudiés et type d'essais réalisés.....	12
Tabl. 2 - Analyse granulométrique par tamisage.....	13
Tabl. 3 - Analyse granulométrique par diffractométrie laser de la fraction passant au tamis de 80 µm.....	14
Tabl. 4 - Résultats des mesures de surface spécifique déduites des isothermes d'adsorption d'azote.....	15
Tabl. 5 - Analyse chimique des boues.....	17
Tabl. 6 - Analyse chimique de l'eau prélevée sur le site de Vignat.....	18
Tabl. 7 - Compositions chimiques des constituants minéraux de l'échantillon 0-80 µm du circuit primaire de la carrière de Vignat.....	20
Tabl. 8 - Estimations des compositions minéralogiques pour l'échantillon 0-80 µm du circuit primaire de la carrière de Vignat, et pour les produits des fractionnements granulométriques.....	20
Tabl. 9 - Aval lagune EDF. Essais de comportement à la cuisson.....	25
Tabl. 10 - Détermination des teneurs en eau.....	27
Tabl. 11 - Synthèse des données de décantation.....	28
Tabl. 12 - Synthèse des données relatives aux essais de filtration-consolidation d'échantillons de fines de lavage de Vignat, sur cellule de filtration à volume de chambre variable.....	32

## **Liste des annexes**

- Annexe 1 - Analyse granulométrique par diffractométrie laser de la fraction passant au tamis de 80  $\mu\text{m}$
- Annexe 2 - Détermination de la courbe de Bigot sur l'échantillon " Aval lagune EDF ".
- Annexe 3 - Données de décantation.
- Annexe 4 - Etude de la filtrabilité.

## **Annexe 1**

### **Analyse granulométrique par diffractométrie laser de la fraction passant au tamis de 80 $\mu\text{m}$**





# MASTERSIZER

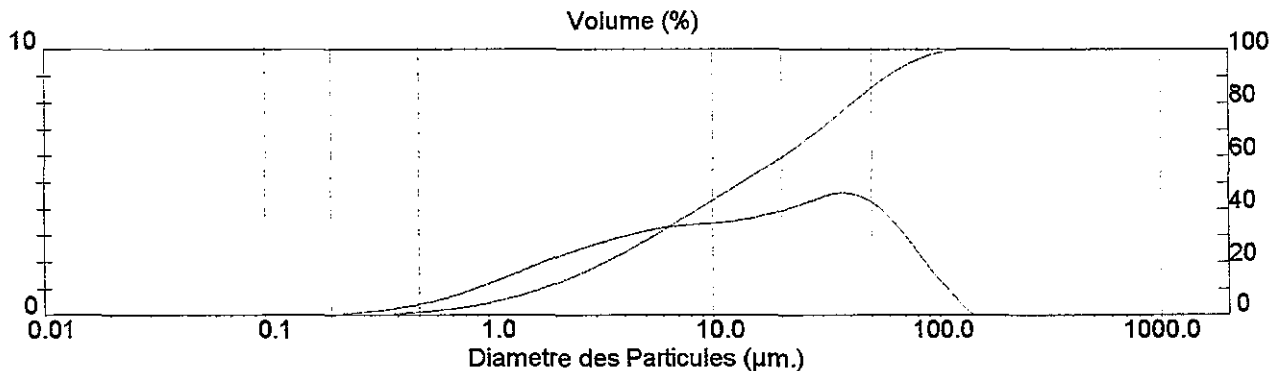
## Result: Analysis Report

Sample Details		
Sample ID: Boues Vignat	Run Number: 17	Measured: Mar 21 Oct 1997 12:55
Sample File: VIGNAT	Record Number: 19	Analysed: Mar 21 Oct 1997 12:55
Sample Path: C:\SIZERS\DATA\		Result Source: Analysed
Sample Notes: Fraction 0 - 80 µm du circuit primaire		

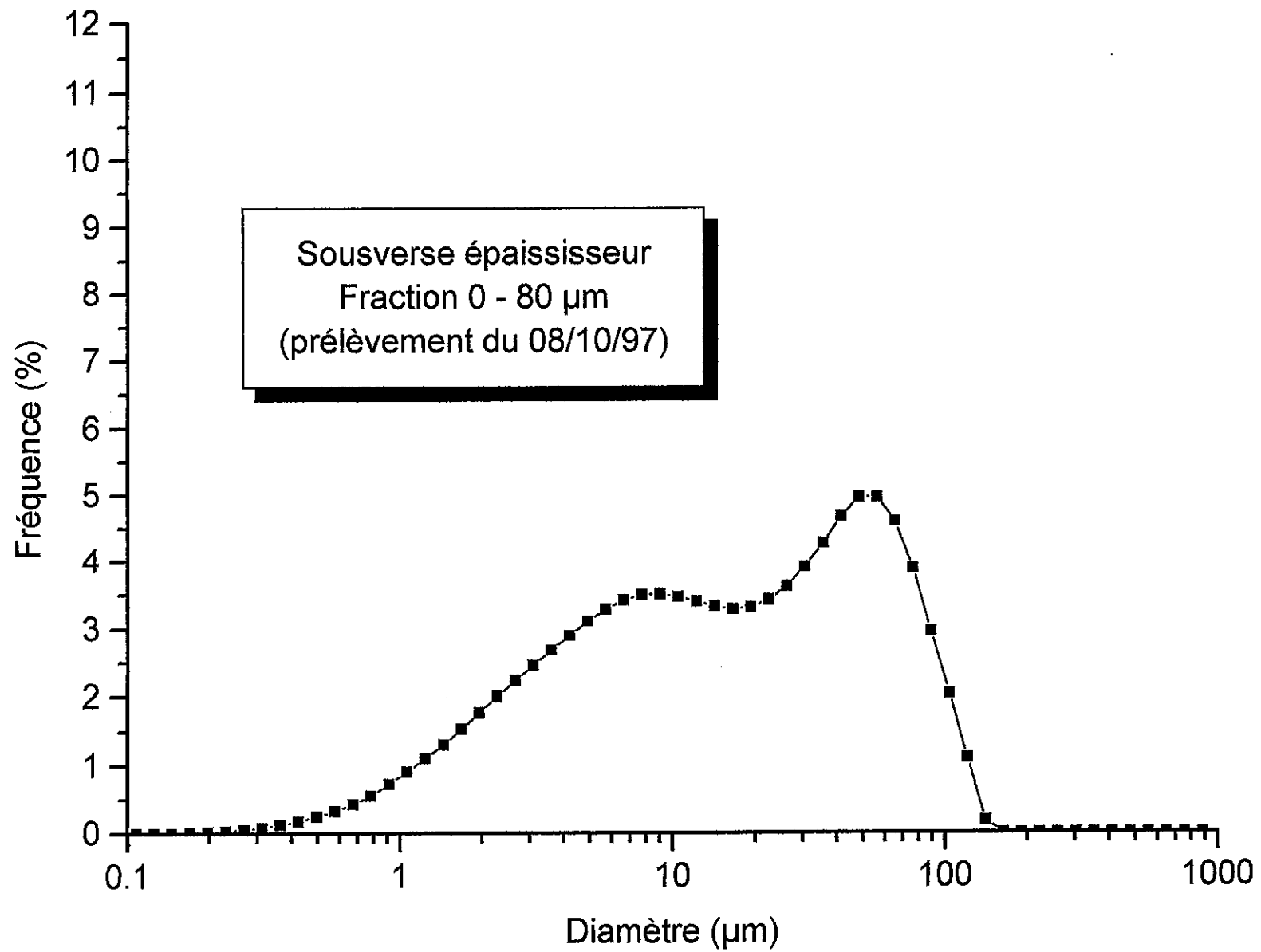
System Details			
Range Lens: 300RF mm	Beam Length: 2.40 mm	Sampler: None	Obscuration: 10.4 %
Presentation: 3\$\$D	[Fraunhofer]		Residual: 0.316 %
Analysis Model: Polydisperse			
Modifications: None			

Result Statistics			
Distribution Type: Volume	Concentration = 0.0070 %Vol	Density = 1.000 g / cub. cm	Specific S.A. = 1.3091 sq. m / g
Mean Diameters:	D (v, 0.1) = 1.76 µm	D (v, 0.5) = 13.69 µm	D (v, 0.9) = 59.98 µm
D (v, 0.25) = 4.35 µm	D (v, 0.75) = 35.30 µm	Span = 4.251E+00	Uniformity = 1.331E+00

Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%	Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%
0.05	0.00	0.06	0.00	6.63	3.34	7.72	37.08
0.06	0.00	0.07	0.00	7.72	3.38	9.00	40.46
0.07	0.00	0.08	0.00	9.00	3.42	10.48	43.88
0.08	0.00	0.09	0.00	10.48	3.47	12.21	47.35
0.09	0.00	0.11	0.00	12.21	3.54	14.22	50.89
0.11	0.00	0.13	0.00	14.22	3.64	16.57	54.53
0.13	0.00	0.15	0.00	16.57	3.78	19.31	58.30
0.15	0.00	0.17	0.00	19.31	3.94	22.49	62.25
0.17	0.00	0.20	0.00	22.49	4.13	26.20	66.38
0.20	0.03	0.23	0.03	26.20	4.32	30.53	70.70
0.23	0.06	0.27	0.10	30.53	4.52	35.56	75.22
0.27	0.11	0.31	0.21	35.56	4.57	41.43	79.79
0.31	0.17	0.36	0.37	41.43	4.46	48.27	84.24
0.36	0.24	0.42	0.61	48.27	4.15	56.23	88.39
0.42	0.33	0.49	0.94	56.23	3.64	65.51	92.03
0.49	0.44	0.58	1.38	65.51	2.98	76.32	95.01
0.58	0.57	0.67	1.95	76.32	2.24	88.91	97.26
0.67	0.72	0.78	2.66	88.91	1.53	103.58	98.79
0.78	0.91	0.91	3.58	103.58	0.91	120.67	99.70
0.91	1.12	1.06	4.70	120.67	0.30	140.58	100.00
1.06	1.33	1.24	6.03	140.58	0.00	163.77	100.00
1.24	1.55	1.44	7.58	163.77	0.00	190.80	100.00
1.44	1.78	1.68	9.36	190.80	0.00	222.28	100.00
1.68	2.00	1.95	11.36	222.28	0.00	258.95	100.00
1.95	2.22	2.28	13.58	258.95	0.00	301.68	100.00
2.28	2.41	2.65	15.99	301.68	0.00	351.46	100.00
2.65	2.59	3.09	18.59	351.46	0.00	409.45	100.00
3.09	2.76	3.60	21.34	409.45	0.00	477.01	100.00
3.60	2.91	4.19	24.25	477.01	0.00	555.71	100.00
4.19	3.05	4.88	27.30	555.71	0.00	647.41	100.00
4.88	3.17	5.69	30.47	647.41	0.00	754.23	100.00
5.69	3.27	6.63	33.74	754.23	0.00	878.67	100.00









# MASTERSIZER

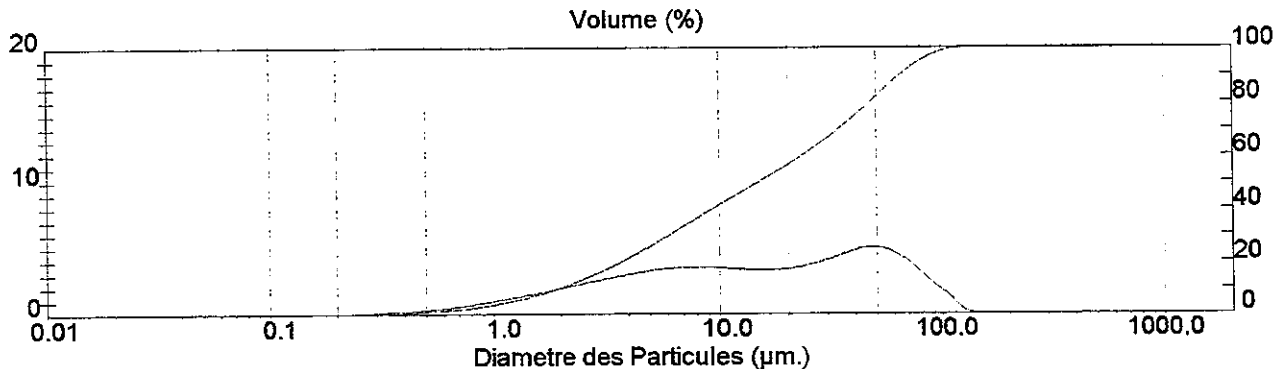
## Result: Analysis Report

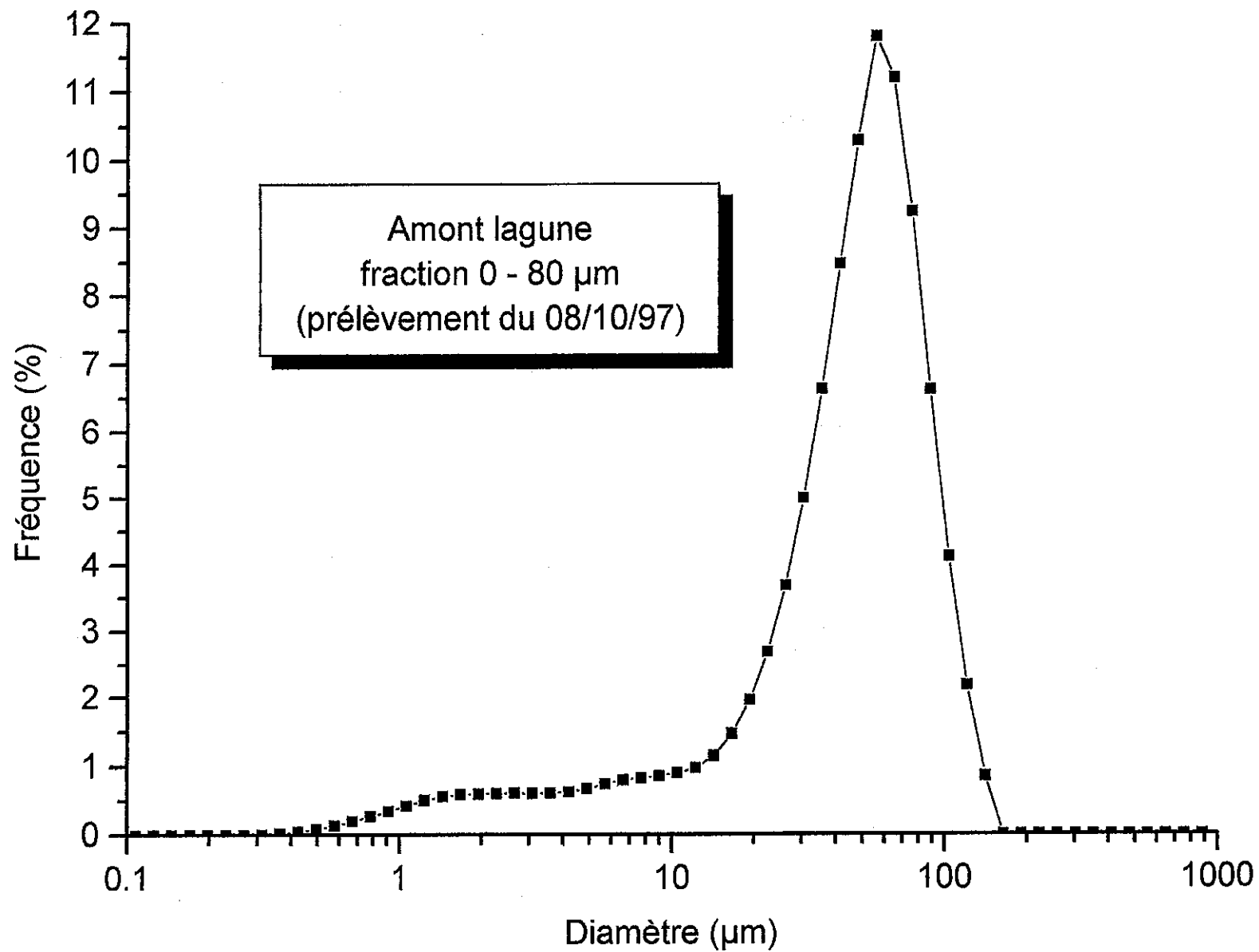
Sample Details		
Sample ID: Boues Vignat	Run Number: 25	Measured: Jeu 26 Feb 1998 15:56
Sample File: VIGNAT	Record Number: 34	Analysed: Jeu 26 Feb 1998 15:56
Sample Path: C:\SIZERS\DATA\		Result Source: Analysed
Sample Notes: Sousverse épaisseur, -80 µm, prélèvement du 08/10/97		

System Details			
Range Lens: 300RF mm	Beam Length: 2.40 mm	Sampler: MS17	Obscuration: 4.7 %
Presentation: 3\$\$D	[Fraunhofer]		Residual: 0.619 %
Analysis Model: Polydisperse			
Modifications: None			

Result Statistics			
Distribution Type: Volume	Concentration = 0.0034 %Vol	Density = 1.000 g / cub. cm	Specific S.A. = 1.1737 sq. m / g
Mean Diameters:	D (v, 0.1) = 2.04 µm	D (v, 0.5) = 15.06 µm	D (v, 0.9) = 65.95 µm
D (v, 0.25) = 4.92 µm	D (v, 0.75) = 41.07 µm	Span = 4.244E+00	Uniformity = 1.338E+00

Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%	Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%
0.05	0.00	0.06	0.00	6.63	3.50	7.72	35.07
0.06	0.00	0.07	0.00	7.72	3.51	9.00	38.58
0.07	0.00	0.08	0.00	9.00	3.47	10.48	42.05
0.08	0.00	0.09	0.00	10.48	3.40	12.21	45.44
0.09	0.00	0.11	0.00	12.21	3.33	14.22	48.77
0.11	0.00	0.13	0.00	14.22	3.29	16.57	52.06
0.13	0.00	0.15	0.00	16.57	3.31	19.31	55.37
0.15	0.01	0.17	0.01	19.31	3.42	22.49	58.79
0.17	0.02	0.20	0.03	22.49	3.62	26.20	62.42
0.20	0.04	0.23	0.06	26.20	3.92	30.53	66.33
0.23	0.06	0.27	0.12	30.53	4.27	35.56	70.61
0.27	0.09	0.31	0.21	35.56	4.67	41.43	75.28
0.31	0.13	0.36	0.34	41.43	4.97	48.27	80.24
0.36	0.18	0.42	0.53	48.27	4.97	56.23	85.21
0.42	0.25	0.49	0.78	56.23	4.60	65.51	89.82
0.49	0.33	0.58	1.11	65.51	3.89	76.32	93.70
0.58	0.44	0.67	1.55	76.32	2.96	88.91	96.67
0.67	0.56	0.78	2.11	88.91	2.04	103.58	98.70
0.78	0.73	0.91	2.84	103.58	1.11	120.67	99.82
0.91	0.91	1.06	3.75	120.67	0.18	140.58	100.00
1.06	1.10	1.24	4.86	140.58	0.00	163.77	100.00
1.24	1.31	1.44	6.17	163.77	0.00	190.80	100.00
1.44	1.54	1.68	7.71	190.80	0.00	222.28	100.00
1.68	1.77	1.95	9.47	222.28	0.00	258.95	100.00
1.95	2.00	2.28	11.47	258.95	0.00	301.68	100.00
2.28	2.23	2.65	13.70	301.68	0.00	351.46	100.00
2.65	2.46	3.09	16.16	351.46	0.00	409.45	100.00
3.09	2.69	3.60	18.85	409.45	0.00	477.01	100.00
3.60	2.90	4.19	21.75	477.01	0.00	555.71	100.00
4.19	3.11	4.88	24.86	555.71	0.00	647.41	100.00
4.88	3.29	5.69	28.15	647.41	0.00	754.23	100.00
5.69	3.42	6.63	31.57	754.23	0.00	878.67	100.00







# MASTERSIZER

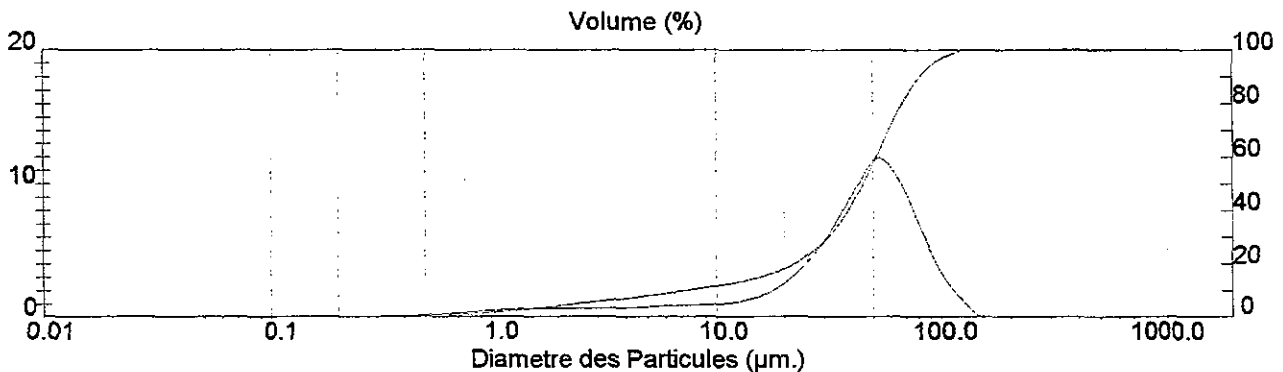
## Result: Analysis Report

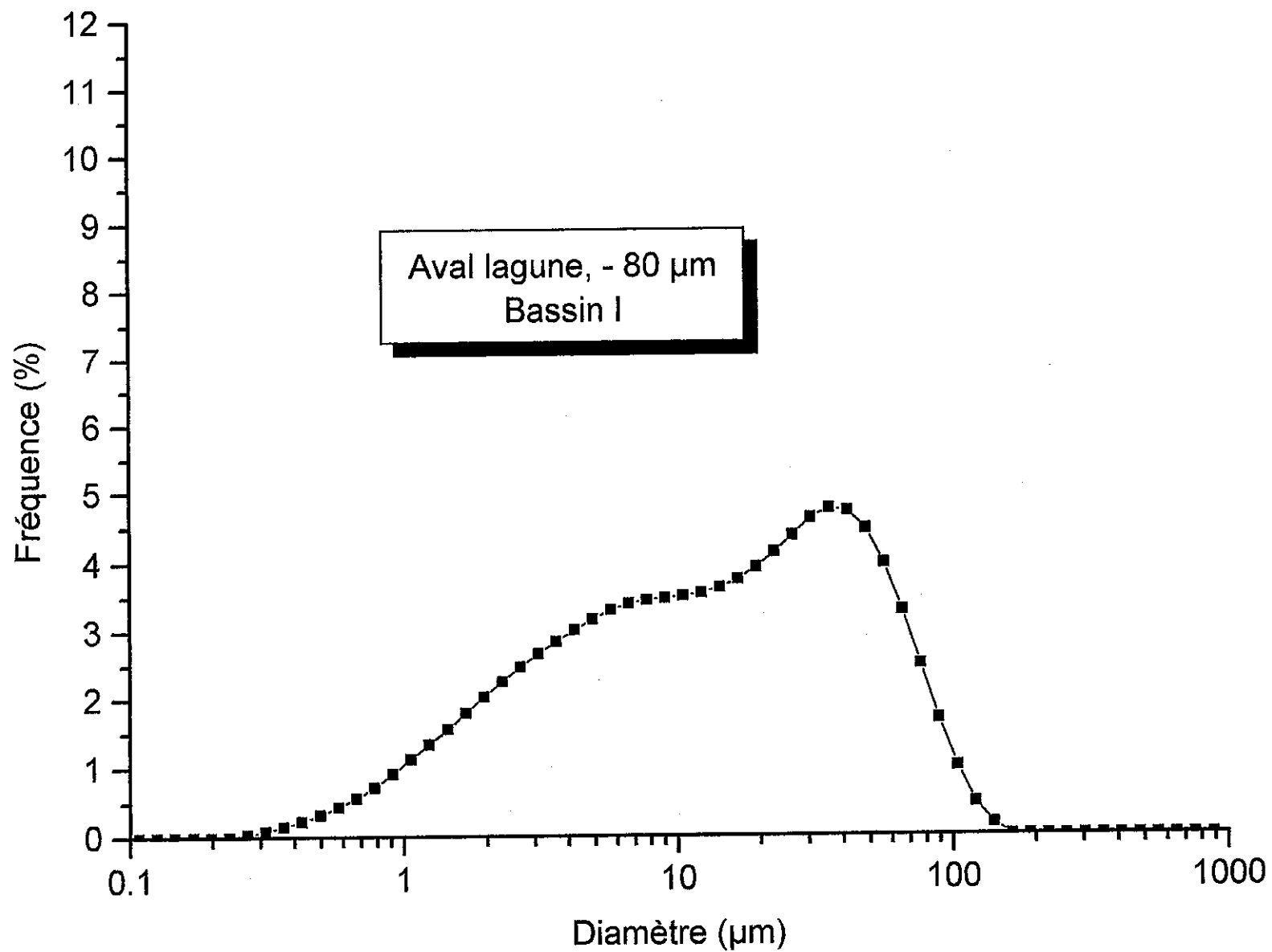
Sample Details		
Sample ID: Boues Vignat	Run Number: 18	Measured: Mer 22 Oct 1997 10:43
Sample File: VIGNAT	Record Number: 24	Analysed: Mer 22 Oct 1997 10:43
Sample Path: C:\SIZERS\DATA\		Result Source: Analysed
Sample Notes: Amont lagune, -80 µm, prélèvement du 08/10/97		

System Details			
Range Lens: 300RF mm	Beam Length: 2.40 mm	Sampler: None	Obscuration: 9.6 %
Presentation: 3\$\$D	[Fraunhofer]		Residual: 0.323 %
Analysis Model: Polydisperse			
Modifications: None			

Result Statistics			
Distribution Type: Volume	Concentration = 0.0179 %Vol	Density = 1.000 g / cub. cm	Specific S.A. = 0.4688 sq. m / g
Mean Diameters:	D (v, 0.1) = 7.79 µm	D (v, 0.5) = 45.62 µm	D (v, 0.9) = 82.59 µm
D (v, 0.25) = 27.45 µm	D (v, 0.75) = 63.63 µm	Span = 1.640E+00	Uniformity = 4.791E-01

Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%	Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%
0.05	0.00	0.06	0.00	6.63	0.83	7.72	9.95
0.06	0.00	0.07	0.00	7.72	0.86	9.00	10.81
0.07	0.00	0.08	0.00	9.00	0.90	10.48	11.71
0.08	0.00	0.09	0.00	10.48	0.98	12.21	12.70
0.09	0.00	0.11	0.00	12.21	1.15	14.22	13.85
0.11	0.00	0.13	0.00	14.22	1.46	16.57	15.30
0.13	0.00	0.15	0.00	16.57	1.96	19.31	17.26
0.15	0.00	0.17	0.00	19.31	2.68	22.49	19.95
0.17	0.00	0.20	0.00	22.49	3.68	26.20	23.63
0.20	0.00	0.23	0.00	26.20	5.00	30.53	28.63
0.23	0.00	0.27	0.00	30.53	6.63	35.56	35.26
0.27	0.01	0.31	0.01	35.56	8.47	41.43	43.73
0.31	0.02	0.36	0.03	41.43	10.29	48.27	54.02
0.36	0.05	0.42	0.08	48.27	11.80	56.23	65.82
0.42	0.09	0.49	0.17	56.23	11.20	65.51	77.02
0.49	0.14	0.58	0.31	65.51	9.23	76.32	86.25
0.58	0.20	0.67	0.51	76.32	6.61	88.91	92.86
0.67	0.27	0.78	0.78	88.91	4.12	103.58	96.98
0.78	0.35	0.91	1.13	103.58	2.17	120.67	99.15
0.91	0.43	1.06	1.56	120.67	0.85	140.58	100.00
1.06	0.50	1.24	2.06	140.58	0.00	163.77	100.00
1.24	0.56	1.44	2.62	163.77	0.00	190.80	100.00
1.44	0.59	1.68	3.22	190.80	0.00	222.28	100.00
1.68	0.60	1.95	3.82	222.28	0.00	258.95	100.00
1.95	0.61	2.28	4.43	258.95	0.00	301.68	100.00
2.28	0.61	2.65	5.04	301.68	0.00	351.46	100.00
2.65	0.61	3.09	5.65	351.46	0.00	409.45	100.00
3.09	0.61	3.60	6.26	409.45	0.00	477.01	100.00
3.60	0.63	4.19	6.89	477.01	0.00	555.71	100.00
4.19	0.67	4.88	7.57	555.71	0.00	647.41	100.00
4.88	0.74	5.69	8.31	647.41	0.00	754.23	100.00
5.69	0.80	6.63	9.11	754.23	0.00	878.67	100.00







# MASTERSIZER

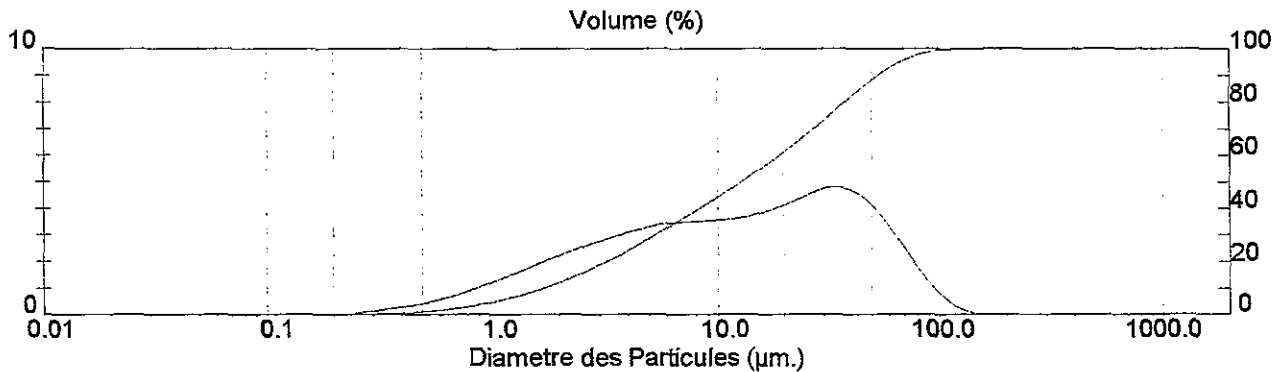
## Result: Analysis Report

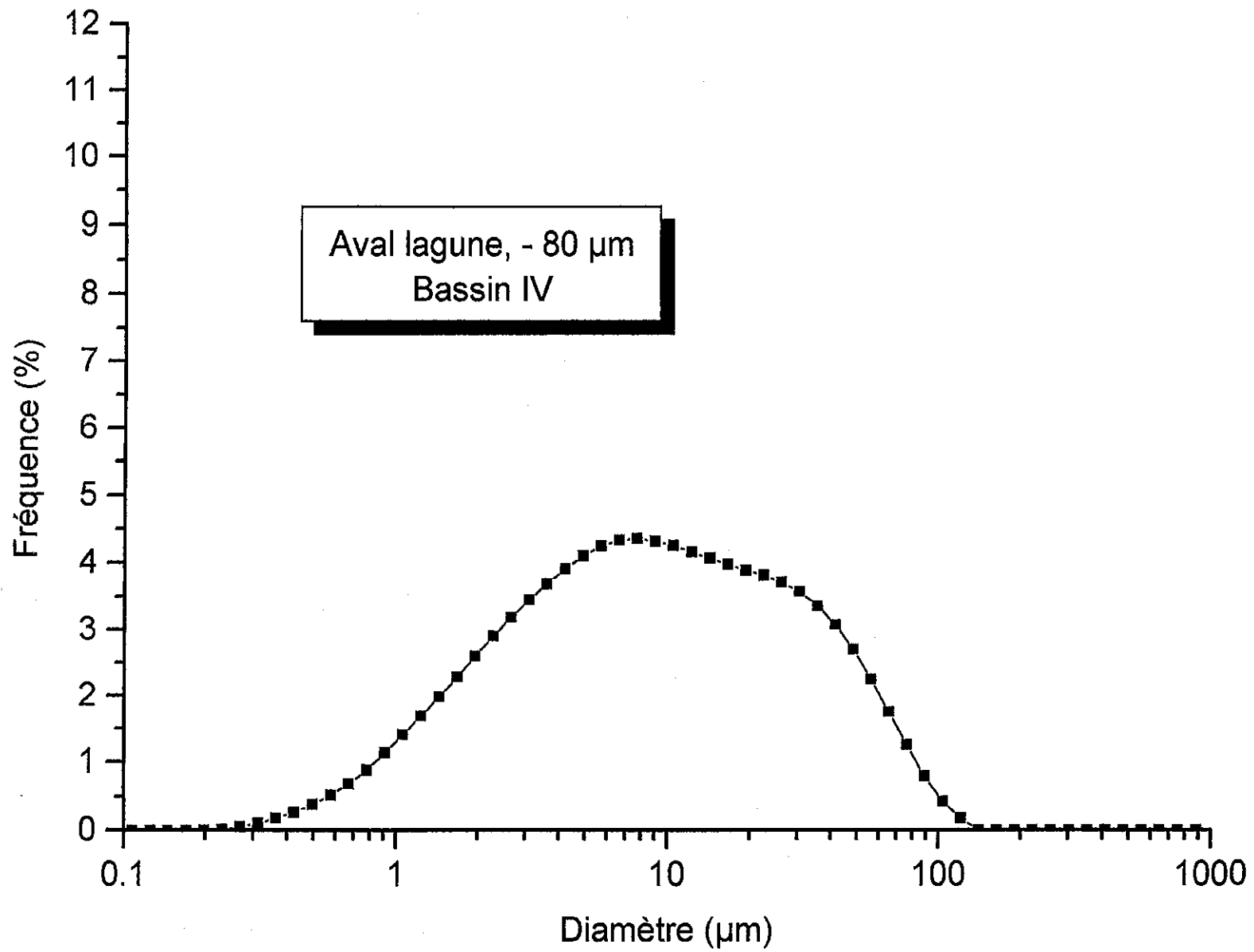
Sample Details		
Sample ID: Boues Vignat	Run Number: 10	Measured: Mar 21 Oct 1997 10:23
Sample File: VIGNAT	Record Number: 11	Analysed: Mar 21 Oct 1997 10:23
Sample Path: C:\SIZERS\DATA\		Result Source: Analysed
Sample Notes: Aval lagune, -80µm Bassin I		

System Details			
Range Lens: 300RF mm	Beam Length: 2.40 mm	Sampler: None	Obscuration: 5.9 %
Presentation: 3\$\$D	[Fraunhofer]		Residual: 0.341 %
Analysis Model: Polydisperse			
Modifications: None			

Result Statistics			
Distribution Type: Volume	Concentration = 0.0039 %Vol	Density = 1.000 g / cub. cm	Specific S.A. = 1.3095 sq. m / g
Mean Diameters:	D (v, 0.1) = 1.77 µm	D (v, 0.5) = 13.01 µm	D (v, 0.9) = 54.28 µm
D (v, 0.25) = 4.27 µm	D (v, 0.75) = 32.60 µm	Span = 4.036E+00	Uniformity = 1.275E+00

Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%	Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%
0.05	0.00	0.06	0.00	6.63	3.45	7.72	37.96
0.06	0.00	0.07	0.00	7.72	3.48	9.00	41.44
0.07	0.00	0.08	0.00	9.00	3.51	10.48	44.95
0.08	0.00	0.09	0.00	10.48	3.55	12.21	48.50
0.09	0.00	0.11	0.00	12.21	3.63	14.22	52.13
0.11	0.00	0.13	0.00	14.22	3.76	16.57	55.89
0.13	0.00	0.15	0.00	16.57	3.93	19.31	59.82
0.15	0.00	0.17	0.00	19.31	4.14	22.49	63.96
0.17	0.00	0.20	0.00	22.49	4.37	26.20	68.34
0.20	0.00	0.23	0.00	26.20	4.62	30.53	72.96
0.23	0.04	0.27	0.04	30.53	4.75	35.56	77.71
0.27	0.09	0.31	0.13	35.56	4.72	41.43	82.43
0.31	0.16	0.36	0.29	41.43	4.46	48.27	86.89
0.36	0.24	0.42	0.52	48.27	3.98	56.23	90.87
0.42	0.33	0.49	0.85	56.23	3.29	65.51	94.16
0.49	0.44	0.58	1.30	65.51	2.50	76.32	96.66
0.58	0.57	0.67	1.87	76.32	1.69	88.91	98.35
0.67	0.73	0.78	2.59	88.91	1.00	103.58	99.35
0.78	0.92	0.91	3.52	103.58	0.48	120.67	99.83
0.91	1.13	1.06	4.64	120.67	0.17	140.58	100.00
1.06	1.34	1.24	5.98	140.58	0.00	163.77	100.00
1.24	1.56	1.44	7.54	163.77	0.00	190.80	100.00
1.44	1.79	1.68	9.33	190.80	0.00	222.28	100.00
1.68	2.03	1.95	11.37	222.28	0.00	258.95	100.00
1.95	2.26	2.28	13.63	258.95	0.00	301.68	100.00
2.28	2.47	2.65	16.10	301.68	0.00	351.46	100.00
2.65	2.67	3.09	18.77	351.46	0.00	409.45	100.00
3.09	2.85	3.60	21.62	409.45	0.00	477.01	100.00
3.60	3.01	4.19	24.63	477.01	0.00	555.71	100.00
4.19	3.17	4.88	27.80	555.71	0.00	647.41	100.00
4.88	3.30	5.69	31.11	647.41	0.00	754.23	100.00
5.69	3.40	6.63	34.51	754.23	0.00	878.67	100.00







# MASTERSIZER

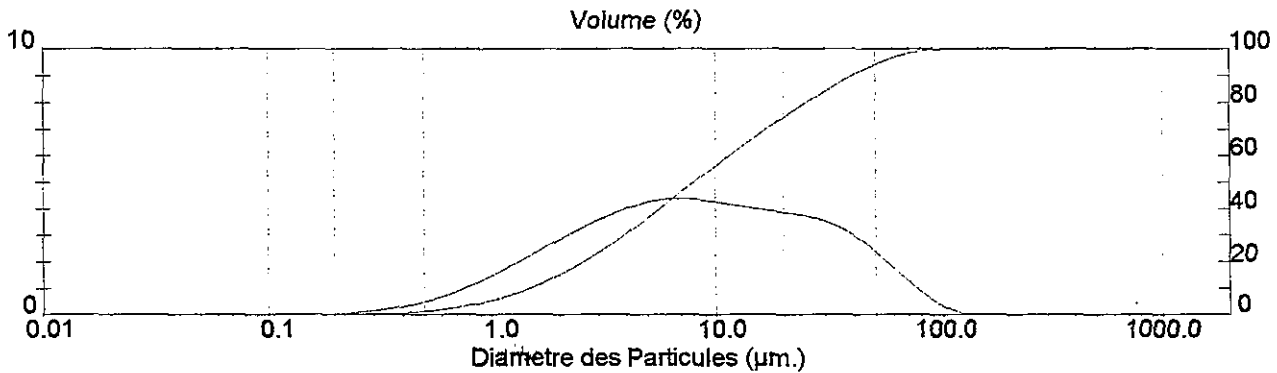
## Result: Analysis Report

Sample Details		
Sample ID: Boues Vignat	Run Number: 13	Measured: Mar 21 Oct 1997 12:06
Sample File: VIGNAT	Record Number: 15	Analysed: Mar 21 Oct 1997 12:06
Sample Path: C:\SIZERS\DATA\		Result Source: Analysed
Sample Notes: Aval lagune, -80µm Bassin IV		

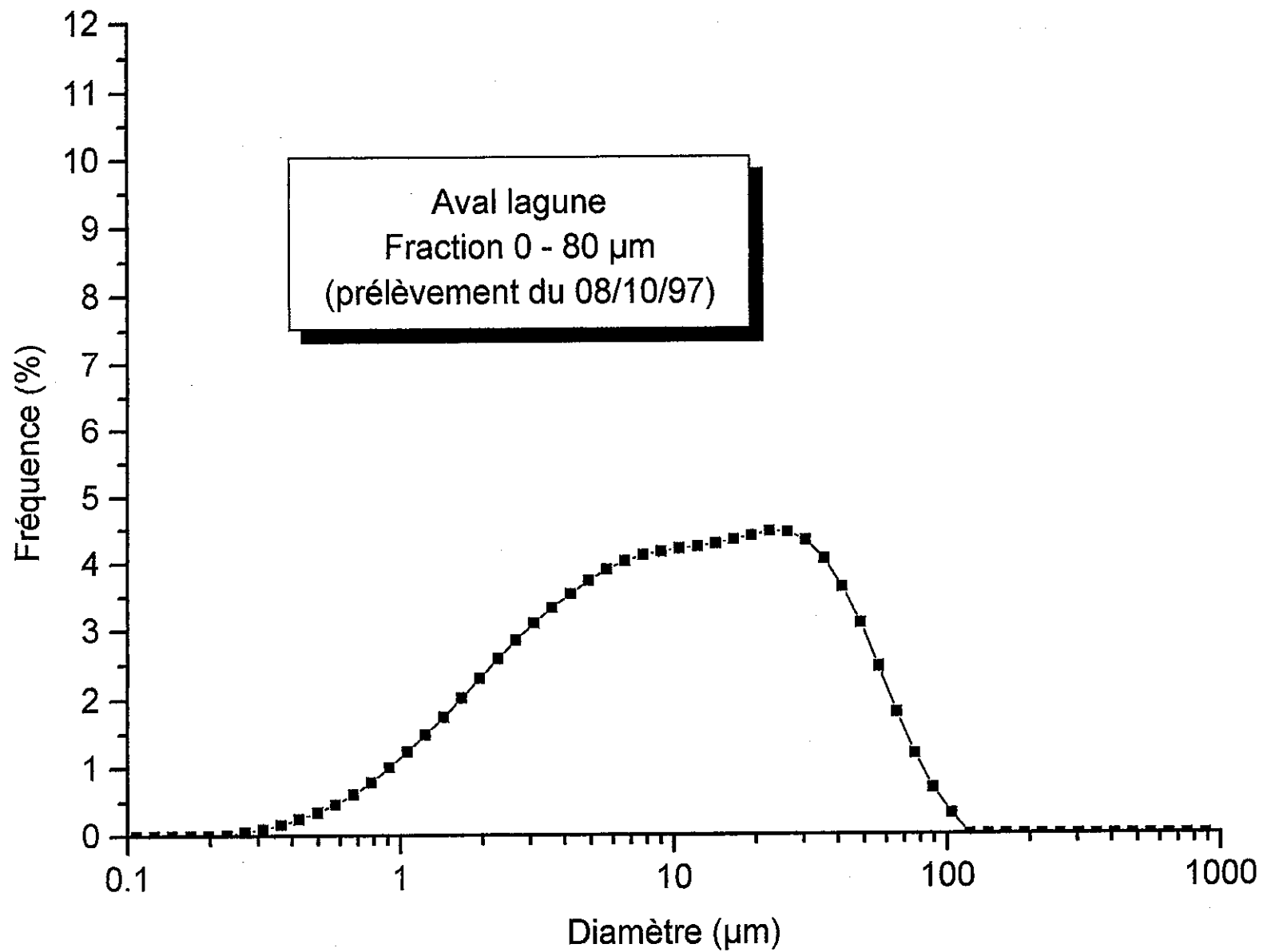
System Details			
Range Lens: 300RF mm	Beam Length: 2.40 mm	Sampler: None	Obscuration: 5.0 %
Presentation: 3\$\$D	[Fraunhofer]		Residual: 0.362 %
Analysis Model: Polydisperse			
Modifications: None			

Result Statistics			
Distribution Type: Volume	Concentration = 0.0027 %Vol	Density = 1.000 g / cub. cm	Specific S.A. = 1.5982 sq. m / g
Mean Diameters:	D (v, 0.1) = 1.51 µm	D (v, 0.5) = 8.17 µm	D (v, 0.9) = 40.07 µm
D (v, 0.25) = 3.26 µm	D (v, 0.75) = 20.84 µm	Span = 4.721E+00	Uniformity = 1.439E+00

Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%	Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%
0.05	0.00	0.06	0.00	6.63	4.36	7.72	48.41
0.06	0.00	0.07	0.00	7.72	4.32	9.00	52.73
0.07	0.00	0.08	0.00	9.00	4.25	10.48	56.98
0.08	0.00	0.09	0.00	10.48	4.16	12.21	61.14
0.09	0.00	0.11	0.00	12.21	4.07	14.22	65.21
0.11	0.00	0.13	0.00	14.22	3.98	16.57	69.18
0.13	0.00	0.15	0.00	16.57	3.90	19.31	73.08
0.15	0.00	0.17	0.00	19.31	3.82	22.49	76.90
0.17	0.00	0.20	0.00	22.49	3.72	26.20	80.62
0.20	0.02	0.23	0.02	26.20	3.58	30.53	84.20
0.23	0.06	0.27	0.07	30.53	3.37	35.56	87.57
0.27	0.11	0.31	0.18	35.56	3.08	41.43	90.64
0.31	0.18	0.36	0.36	41.43	2.70	48.27	93.34
0.36	0.27	0.42	0.63	48.27	2.25	56.23	95.59
0.42	0.38	0.49	1.02	56.23	1.75	65.51	97.35
0.49	0.52	0.58	1.54	65.51	1.25	76.32	98.60
0.58	0.69	0.67	2.22	76.32	0.80	88.91	99.39
0.67	0.88	0.78	3.11	88.91	0.43	103.58	99.82
0.78	1.14	0.91	4.24	103.58	0.18	120.67	100.00
0.91	1.40	1.06	5.65	120.67	0.00	140.58	100.00
1.06	1.69	1.24	7.33	140.58	0.00	163.77	100.00
1.24	1.98	1.44	9.31	163.77	0.00	190.80	100.00
1.44	2.29	1.68	11.60	190.80	0.00	222.28	100.00
1.68	2.60	1.95	14.20	222.28	0.00	258.95	100.00
1.95	2.90	2.28	17.10	258.95	0.00	301.68	100.00
2.28	3.19	2.65	20.29	301.68	0.00	351.46	100.00
2.65	3.46	3.09	23.74	351.46	0.00	409.45	100.00
3.09	3.70	3.60	27.45	409.45	0.00	477.01	100.00
3.60	3.92	4.19	31.36	477.01	0.00	555.71	100.00
4.19	4.10	4.88	35.46	555.71	0.00	647.41	100.00
4.88	4.25	5.69	39.71	647.41	0.00	754.23	100.00
5.69	4.34	6.63	44.05	754.23	0.00	878.67	100.00









# MASTERSIZER

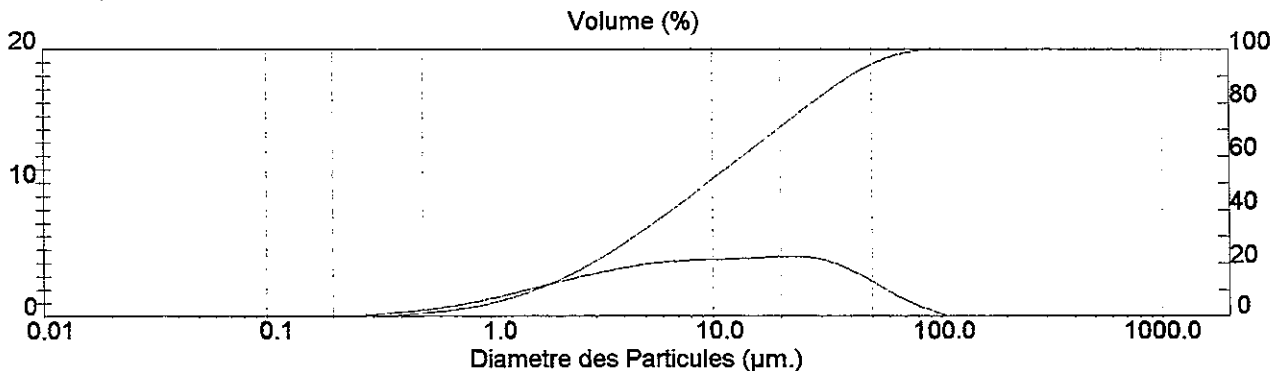
## Result: Analysis Report

Sample Details		
Sample ID: Boues Vignat	Run Number: 20	Measured: Mer 22 Oct 1997 13:39
Sample File: VIGNAT	Record Number: 28	Analysed: Mer 22 Oct 1997 13:39
Sample Path: C:\SIZERS\DATA\		Result Source: Analysed
Sample Notes: Aval lagune EDF, -80 µm,prélèvement du 08/10/97		

System Details			
Range Lens: 300RF mm	Beam Length: 2.40 mm	Sampler: None	Obscuration: 6.8 %
Presentation: 3\$\$D	[Fraunhofer]		Residual: 0.395 %
Analysis Model: Polydisperse			
Modifications: None			

Result Statistics			
Distribution Type: Volume	Concentration = 0.0040 %Vol	Density = 1.000 g / cub. cm	Specific S.A. = 1.4691 sq. m / g
Mean Diameters:	D (v, 0.1) = 1.64 µm	D (v, 0.5) = 9.66 µm	D (v, 0.9) = 40.59 µm
D (v, 0.25) = 3.67 µm	D (v, 0.75) = 23.28 µm	Span = 4.033E+00	Uniformity = 1.251E+00

Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%	Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%
0.05	0.00	0.06	0.00	6.63	4.12	7.72	43.87
0.06	0.00	0.07	0.00	7.72	4.17	9.00	48.04
0.07	0.00	0.08	0.00	9.00	4.21	10.48	52.25
0.08	0.00	0.09	0.00	10.48	4.24	12.21	56.50
0.09	0.00	0.11	0.00	12.21	4.29	14.22	60.78
0.11	0.00	0.13	0.00	14.22	4.34	16.57	65.12
0.13	0.00	0.15	0.00	16.57	4.40	19.31	69.52
0.15	0.00	0.17	0.00	19.31	4.47	22.49	73.99
0.17	0.00	0.20	0.00	22.49	4.45	26.20	78.44
0.20	0.02	0.23	0.02	26.20	4.33	30.53	82.77
0.23	0.05	0.27	0.07	30.53	4.06	35.56	86.82
0.27	0.10	0.31	0.18	35.56	3.64	41.43	90.46
0.31	0.17	0.36	0.35	41.43	3.09	48.27	93.55
0.36	0.25	0.42	0.60	48.27	2.46	56.23	96.00
0.42	0.35	0.49	0.95	56.23	1.80	65.51	97.81
0.49	0.47	0.58	1.42	65.51	1.19	76.32	99.00
0.58	0.62	0.67	2.03	76.32	0.68	88.91	99.69
0.67	0.79	0.78	2.82	88.91	0.31	103.58	100.00
0.78	1.01	0.91	3.83	103.58	0.00	120.67	100.00
0.91	1.24	1.06	5.08	120.67	0.00	140.58	100.00
1.06	1.49	1.24	6.57	140.58	0.00	163.77	100.00
1.24	1.75	1.44	8.33	163.77	0.00	190.80	100.00
1.44	2.03	1.68	10.35	190.80	0.00	222.28	100.00
1.68	2.31	1.95	12.66	222.28	0.00	258.95	100.00
1.95	2.59	2.28	15.25	258.95	0.00	301.68	100.00
2.28	2.85	2.65	18.10	301.68	0.00	351.46	100.00
2.65	3.10	3.09	21.20	351.46	0.00	409.45	100.00
3.09	3.33	3.60	24.53	409.45	0.00	477.01	100.00
3.60	3.55	4.19	28.08	477.01	0.00	555.71	100.00
4.19	3.74	4.88	31.82	555.71	0.00	647.41	100.00
4.88	3.91	5.69	35.73	647.41	0.00	754.23	100.00
5.69	4.03	6.63	39.76	754.23	0.00	878.67	100.00



## **Annexe 2**

### **Détermination de courbe de Bigot sur l'échantillon " Aval lagune EDF "**

# **CENTRE TECHNIQUE DES TUILES ET BRIQUES**

17, rue Letellier 75015 PARIS - ☎ (33) 01. 44.37.07.10

SERVICES TECHNIQUES - ☎ (33) 01. 45.37.77.77

Fax (33) 01.45.37.77.97

## **COMPTE RENDU DE RECHERCHE**

Demandeur **B.R.G.M.**  
Département DR/GGP 005  
BP 6009  
45060 ORLEANS CEDEX 2

---

Objet **DETERMINATION DE COURBE DE BIGOT D'UN ECHANTILLON  
DE GATEAU DE FILTRATION REÇU AU CTTB LE 12/01/1998**

---

Référence 19 429

Clamart, le 26 janvier 1998

Le Chef du Service Céramique



C. BARDIN

**DETERMINATION DE COURBE DE BIGOT  
D'UN ECHANTILLON DE GATEAU DE FILTRATION REÇU  
AU CTTB LE 12/01/1998**

**1      CONDITION D'ESSAI**

L'échantillon a été soumis à une extrusion d'éprouvettes d'environ 30 x 15 x 15 mm avec son humidité initiale à l'arrivée au laboratoire.

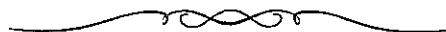
Du fait de sa consistance, il a été nécessaire de multiplier les passages dans l'extrudeuse pour obtenir des éprouvettes correctes, et une partie de l'eau a été exsudée lors de cette opération.

La détermination de courbe a ensuite été réalisée sur barelattographe ADAMEL.

**2      RESULTAT (voir graphique)**

Pour une teneur en humidité de 28,9% la pâte subit au séchage un retrait modéré de 4,25% et le retrait cesse pour une teneur en humidité résiduelle encore sensible.

Un tel matériau doit être facile à sécher.



COURBE DE BIGOT

Humidité en % du poids sec

ETs B.R.G.M  
Référence 19429

32  
28  
24  
20  
16  
12  
8  
4  
0

20.8

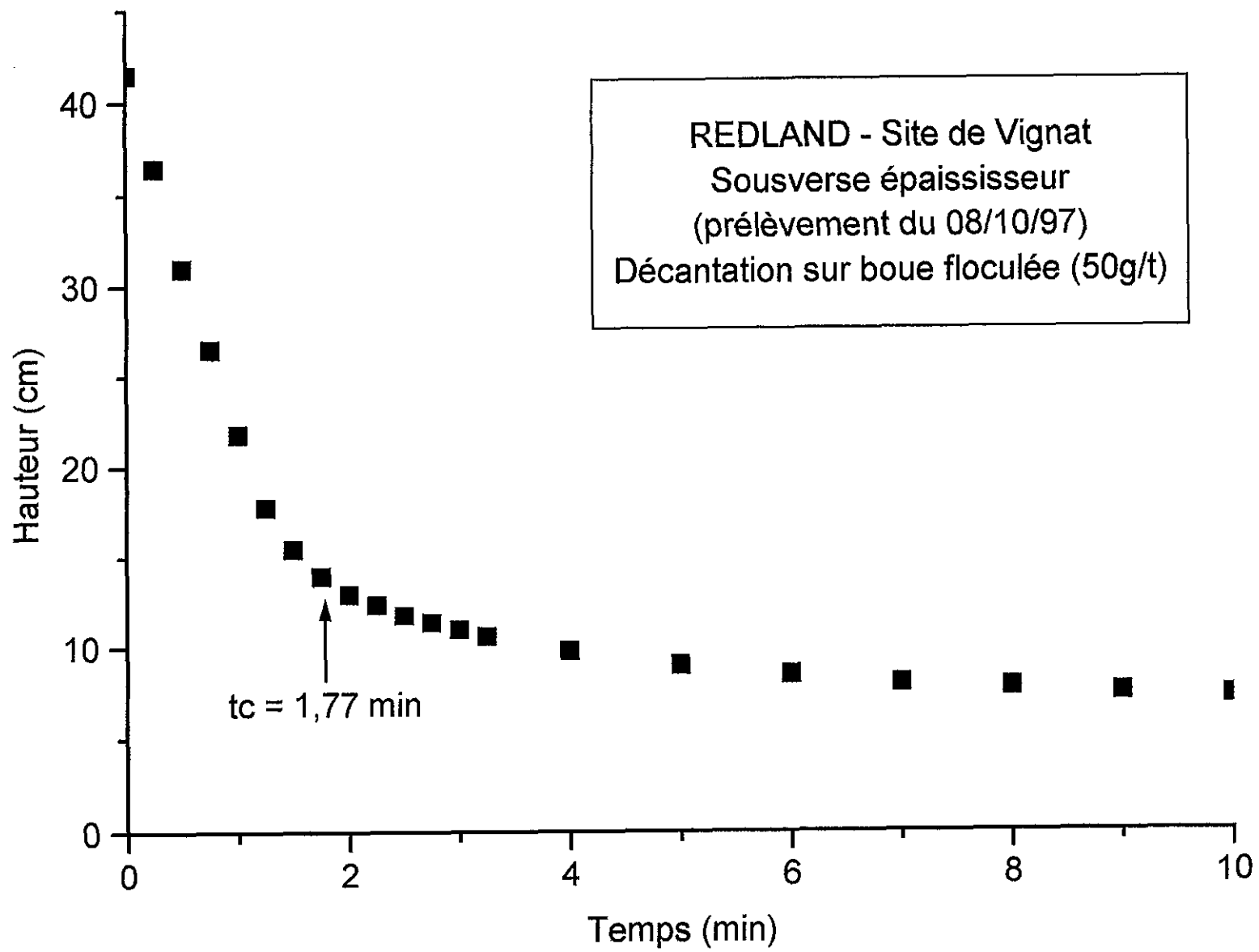
Eau colloïdale	8.10
Eau d'interposition	<u>20.80</u>
Eau totale	28.90

Retrait en % de la longueur sèche

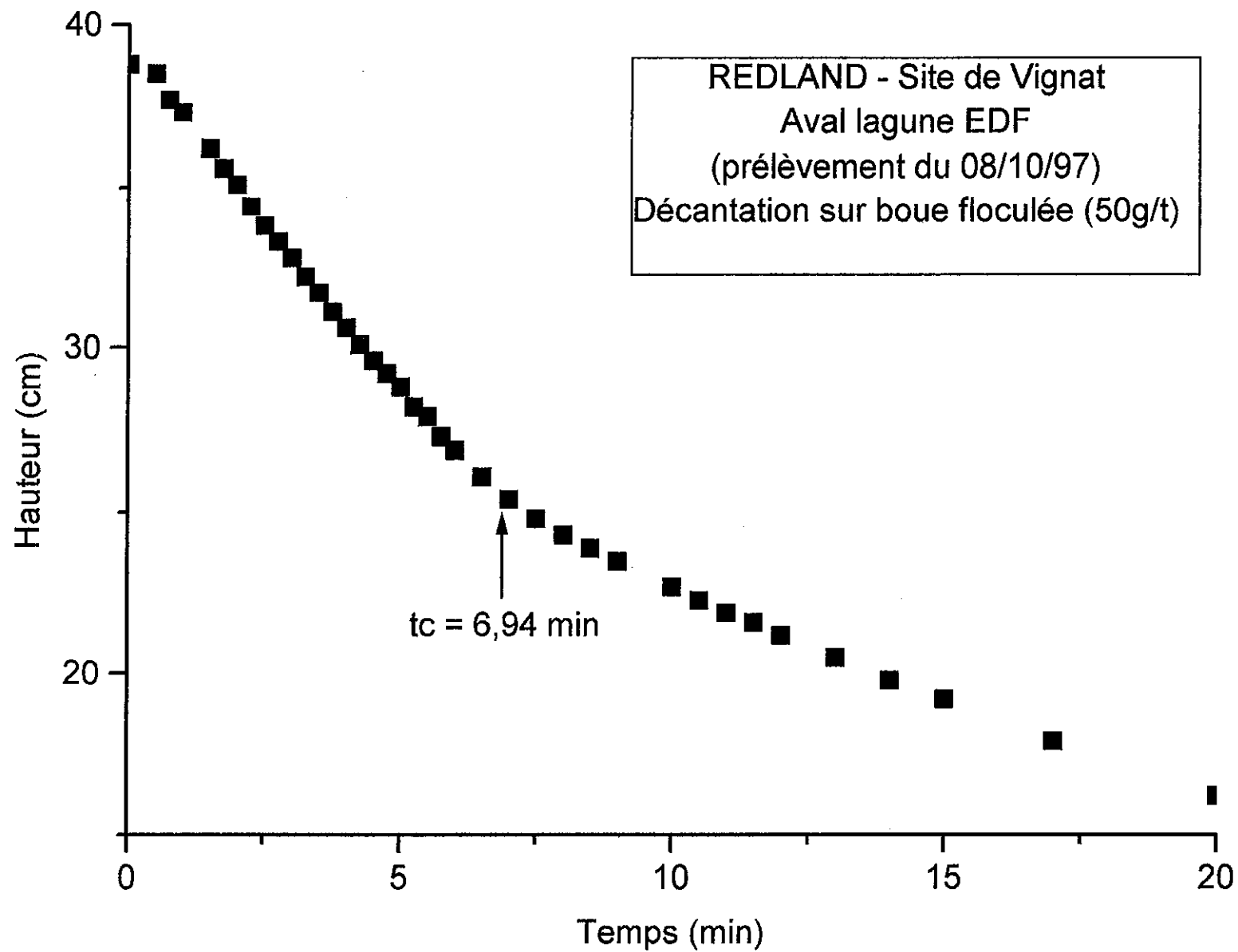
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11

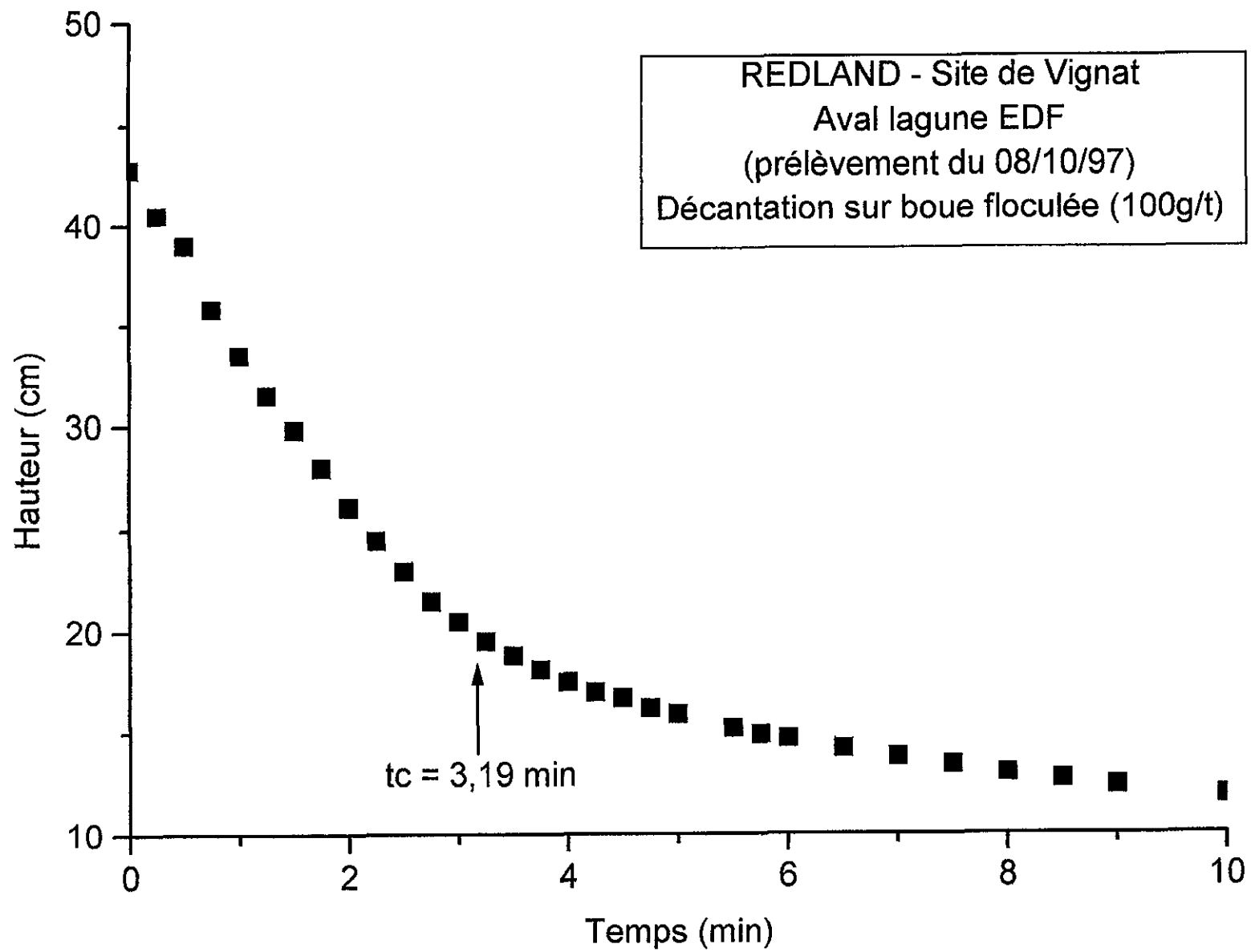
## **Annexe 3**

### **Données de décantation**









## **Annexe 4**

### **Etude de la filtrabilité**

**RAPPORT PROVISOIRE**

***FINES DE LAVAGE DE LA CARRIERE DE VIGNAT  
EXPLOITEE PAR REDLAND***

***Etude préliminaire de la filtrabilité des fines de lavage***

**Note technique  
BRGM DR/GGP n° 98/41  
Avril 1998**

**G. BAUDET, H. GABORIAU A. SERON et M. BARON**



## SOMMAIRE

<b>1. Acquisition des données expérimentales par des essais sur cellule de filtration de laboratoire à volume de chambre variable.....</b>	<b>2</b>
1.1. Dispositif expérimental de filtration-consolidation.....	3
1.2. Traitement des données expérimentales.....	6
1.2.1. Période de filtration libre.....	6
1.2.2. Période de consolidation.....	7
1.3. Résultats.....	8
<b>2. Estimations de performances de la filtration industrielle .....</b>	<b>17</b>
2.1. Bases de la modélisation du filtre-presse appliqué à la séparation solide-liquide sur des suspensions à forte concentration en solide.....	17
2.1.1. Description du comportement de la suspension lors de la filtration .....	17
2.1.2. Description du comportement du gâteau lors de la consolidation dans un filtre-presse à volume de chambre variable .....	18
2.1.3. Description succincte du filtre .....	18
2.1.4. Phase de filtration-consolidation.....	18
2.2. Applications préliminaires du modèle à l'estimation des rendements de filtration pour un échantillon typique de fines de lavage de Vignat.....	20

L'étude a été conduite en laboratoire sur deux lots de fines de lavage:

- échantillon "aval bassin" prélevé en 1997,
- échantillon de fines du circuit primaire, préparé en laboratoire par tamisage en voie humide à 80µm de la fraction -2mm fournie en 1997 par Redland, séparée par tamisage humide de la roche concassée.

en vue de caractériser le comportement des suspensions lors d'une séparation mécanique solide-liquide par filtration sous pression à l'aide d'un filtre à volume de chambre variable, similaire dans son principe à un filtre-presse à membranes.

Cette caractérisation couvre les déterminations des paramètres de base permettant d'estimer par calcul le rendement de filtration d'une presse industrielle, exprimée en masse de matière sèche séparée par unité de surface et de temps:

- résistance moyenne à la filtration à pression constante dans le domaine de la filtration libre ou de formation du gâteau par dépôt du solide sur le médium filtrant;
- humidité résiduelle en fin de formation libre, correspondant, le plus souvent en opération industrielle, au moment où le gâteau dans un filtre-presse occupe la totalité du volume disponible de la chambre;
- compressibilité du gâteau formé par déterminations des résistances spécifiques pour plusieurs valeurs de la pression de filtration;
- vitesse de consolidation ou d'expulsion de l'eau résiduelle, traduite par un coefficient moyen de consolidation, à partir du gâteau formé en fin de filtration libre, sous l'action d'une contrainte mécanique de compression normale à la surface du gâteau. Dans un filtre-presse à membranes la contrainte est appliquée à la surface du gâteau par déplacement de la membrane sous l'effet d'une pression pneumatique ou hydraulique exercée par injection d'air comprimé ou d'eau pressurisée entre l'une des parois fixes de la chambre et la face interne de la membrane. L'élimination de l'eau par compression mécanique implique que le gâteau soit compressible et se déforme sous la contrainte, donnant de ce fait, en fin de consolidation, un gâteau d'épaisseur inférieure à l'épaisseur initiale, cette dernière correspondant le plus souvent à la profondeur totale de la chambre.
- variation du coefficient moyen de consolidation en fonction de la valeur de la contrainte.

La connaissance des paramètres de base permet l'estimation du rendement de filtration pour toute condition opératoire: relation pression-débit, dépendante des courbes caractéristiques des pompes utilisées pour alimenter la presse - profondeur des chambres ou épaisseur maximale possible des gâteaux - valeur maximale de la pression de filtration libre - nombre (un ou deux) de surfaces de collecte (surfaces drainantes) du filtrat produit par la compression mécanique du gâteau - durée de la phase de compression généralement conduite à pression constante - valeur de la contrainte de consolidation.

L'étude réalisée comporte deux parties:

- acquisition des données de base par des essais de filtration-consolidation, sur une presse de laboratoire;
- estimations par calcul des performances d'un filtre-presse à membranes, sur la base des données expérimentales et de paramètres standard relatifs aux courbes caractéristiques des pompes, à la valeur de la résistance du médium filtrant, à la durée du débâtissage-rebâtissage de la presse, par plateau, en utilisant un modèle qui permet de simuler les diverses phases de fonctionnement du filtre-presse à membranes.

## **1. Acquisition des données expérimentales par des essais sur cellule de filtration de laboratoire à volume de chambre variable.**

Les essais de filtration ont été réalisés sur des suspensions obtenues par décantation statique selon des conditions simulant le processus d'épaississement par gravité dans un décanteur continu comportant des zones de compression et d'épaississement de volumes suffisants.

Un volume de la suspension initiale du lot de fines "aval bassin" à une concentration d'environ 500g/l, été prélevé pour obtenir une masse de solide d'environ 300g de matière sèche. Cette suspension initiale a été diluée par l'eau du site de Vignat pour donner une suspension à environ 150g/l, cette dernière a été épaissie par décantation statique dans un piston en verre, pendant 16 à 18 heures. Au terme de l'épaississement, l'eau clarifiée surnageante a été séparée du décantat par une pipette à entrées latérales couplée à un dispositif d'aspiration lente. Le décantat à une concentration en solide comprise entre environ 360 et 375 g/l a été utilisé comme pulpe d'alimentation des essais de filtration à pression constante.

Un essai a été effectué sur une pulpe "aval bassin" floculée par apport de floculant légèrement anionique, copolymère acrylamide-acrylate de sodium, Floerger AN 923 dosé à 50g/t, le floculant, en solution à 0.5g/l, a été introduit dans la pulpe à 150g/l avec une pipette, le conditionnement a été réalisé par un agitateur manuel à piston perforé avant repos d'environ 16h et récupération du décantat floculé pour essai de filtration.

Un essai a été conduit sur un échantillon de fines  $-80\mu\text{m}$  séparée de la pulpe du circuit primaire, la pulpe diluée à environ 50g/l obtenue par tamisage humide a été épaissie pendant environ 16h, le décantat à une concentration en solide d'environ 376g/l a été utilisé comme alimentation du filtre d'essai.

La procédure de préparation simule un traitement simple d'une pulpe de fines au fil de l'eau, impliquant une clarification-décantation-épaississement dans un décanteur fonctionnant en continu et dont le volume d'épaississement de la cuve constitue une réserve pour une alimentation des presses fonctionnant en continu, la pulpe d'alimentation du décanteur peut être floculée par apport de floculant de type polyacrylamide avec un dosage modéré de 50g/t.

Cinq essais ont été effectués sur les pulpes décantées en laboratoire:

- trois essais sur la pulpe "aval bassin" telle quelle, sans addition de coagulant ou floculant, sous des pressions de filtration et de consolidation de: 5, 10 et 15 bars;
- un essai sur la pulpe "aval bassin" floculée par 50g/t de floculant AN 923, sous une pression de filtration et consolidation de 15 bars;
- un essai sur la pulpe de fines  $-80\mu\text{m}$  du circuit primaire, sans apport de coagulant ou de floculant, sous une pression de filtration-consolidation de 15 bars.

### **1.1 Dispositif expérimental de filtration-consolidation**

Le dispositif expérimental mis en oeuvre, comprend:

- une cellule de surface filtrante  $100\text{cm}^2$ , constituée d'un cylindre, d'un piston, en acier chromé dur et d'une embase en acier inoxydable comportant un support du médium filtrant en tôle d'acier inoxydable perforée et un dispositif de rainures concentriques communicantes pour collecter le filtrat. Des joints toriques assurent les étanchéités entre cylindre et piston, entre cylindre et embase.

- un bâti de pressage à deux tirants, équipé d'un vérin hydraulique pour appliquer la pression de filtration ou de consolidation sur le piston. Une pompe hydraulique manuelle, à huile, équipée d'un manomètre de contrôle est utilisée pour actionner le vérin.
- un récipient de collecte du filtrat, disposé sur une balance automatique à plateau pour déterminer avec une sensibilité de  $10^{-2}$ g la masse ou le volume du filtrat écoulé  $V$  en fonction du temps  $t$ . La balance, équipée d'une interface série, est couplée à un micro-ordinateur portable qui permet d'enregistrer les couples de valeurs temps-volume de filtrat écoulé, via un logiciel spécifique d'acquisition.

Le schéma du dispositif expérimental est présenté à la figure 1.

Les essais de filtration à pression constante sont réalisés sur un volume, de suspension épaissie, de  $800$  à  $850\text{cm}^3$ , versée dans le cylindre, le piston est introduit et la pression appliquée. L'origine du temps correspond à la première goutte de filtrat recueillie dans le récipient, le temps  $t_0$  et le volume  $V_0$  de filtrat correspondant au début de la filtration à la pression nominale constante  $P$ , sont notés en vue de l'exploitation des données.

Le processus de la séparation mécanique liquide-solide, schématisé sur la figure 2, implique deux phases consécutives:

- **période de filtration libre sous pression  $P$  constante, appliquée à une suspension**, pendant laquelle le gâteau se forme sur le médium filtrant, elle s'achève lorsque la face interne du piston vient en contact avec la face supérieure du gâteau formé par filtration.
- **période de consolidation sous pression  $P$  constante appliquée à un solide compressible**, pendant laquelle une partie de l'eau associée au gâteau formé précédemment par filtration, est expulsée par la face reposant sur le médium filtrant du fait de la variation de volume imposée par la contrainte mécanique. Le processus d'expression de l'eau-consolidation du gâteau, est suivi par le volume de filtrat  $V$  écoulé en fonction du temps.

Une durée importante de plusieurs heures est recommandée pour cette seconde période afin d'atteindre l'équilibre du système sous contrainte constante de compression. Sur des matériaux moyennement compressibles, l'équilibre est généralement dépendant de la contrainte  $P$ . Sur certains matériaux deux régimes de consolidation sont observés: consolidation primaire dépendant principalement de la valeur de la contrainte appliquée  $P$  en termes de siccité et d'épaisseur ultime du gâteau consolidé (valeurs asymptotiques), consolidation secondaire lente dépendante de  $P$  et du temps d'application de la contrainte (fluage).

Pour les durées importantes de consolidation, la mesure de  $V=f(t)$  présente une précision insuffisante, il devient indispensable d'analyser le processus en termes de variations de l'épaisseur  $L$  du gâteau avec une précision de l'ordre du micromètre.



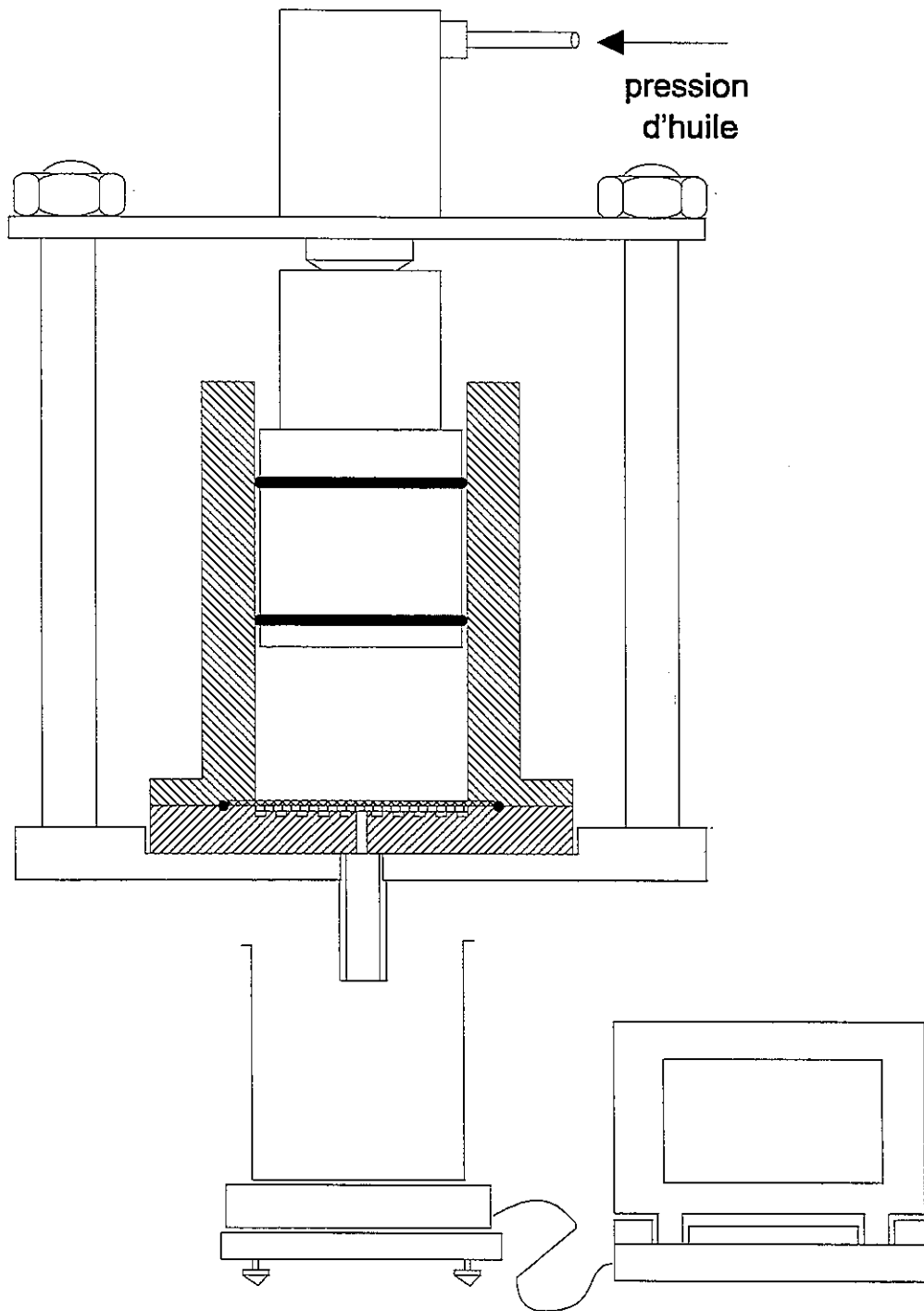
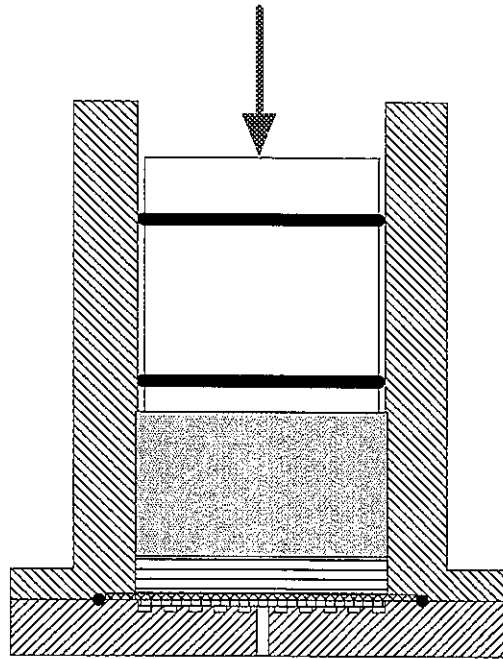
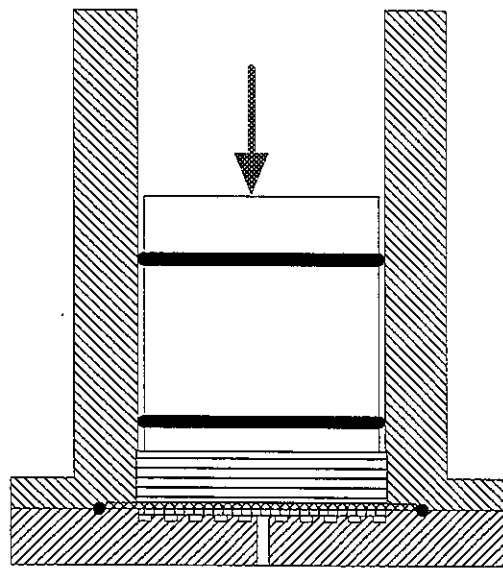


Figure 1 : Cellule de filtration à volume de chambre variable. Dispositif expérimental utilisé pour les mesures de filtrabilité des suspensions.



**Pression appliquée à la suspension  
Formation du gâteau, filtration libre.**



**Pression appliquée au solide compressible  
Variation de volume, consolidation.**

Figure 2 : Schéma de principe de la séparation solide-liquide dans une cellule de filtration à volume de chambre variable.

## 1.2 Traitement des données expérimentales

Les bases théoriques impliquées dans le traitement des données sont présentées de façon synthétique aux paragraphes suivants.

### 1.2.1 Période de filtration libre

Le processus de filtration libre à pression constante est décrit par la relation suivante:

$$\frac{t - t_0}{V - V_0} = \frac{\eta \cdot \alpha \cdot m}{2 \cdot P \cdot S^2} (V + V_0) + \frac{\eta \cdot R_m}{P \cdot S} \quad (1)$$

**t**: temps en s;

**V**: volume de filtrat écoulé (cm<sup>3</sup>);

**P**: pression de filtration en dynes/cm<sup>2</sup> (0.1 Pa ou 10<sup>-6</sup> bar)

**t<sub>0</sub>**: temps en s pour lequel la pression nominale constante P est atteinte;

**V<sub>0</sub>**: volume de filtrat correspondant à V<sub>0</sub>;

**S**: surface filtrante (cm<sup>2</sup>);

**m**: masse de solide sec déposé par unité de volume de filtrat en régime de filtration libre (g/cm<sup>3</sup>);

**η**: viscosité du filtrat à la température de l'essai (Poise, P, 1P= 0.1 Pa·s)

**R<sub>m</sub>**: résistance du médium de filtration (cm<sup>-1</sup>, 1cm<sup>-1</sup>=10<sup>2</sup> m<sup>-1</sup>)

**α**: résistance spécifique moyenne à la filtration du gâteau déposé au terme de la période de filtration libre (cm/g, 1cm/g=10m/kg)

La représentation graphique de  $\frac{t - t_0}{V - V_0}$  en fonction de V ou (V-V<sub>0</sub>) ou (V+V<sub>0</sub>), dans un système cohérent d'unités, donne une droite de pente a, la valeur expérimentale de a est utilisée pour calculer la valeur de la résistance spécifique α qui caractérise la filtrabilité de la suspension. La fin de la période de filtration libre est marquée par une déviation des points expérimentaux par rapport à la relation linéaire, ce qui permet une estimation du temps t<sub>fl</sub> de filtration libre, une représentation graphique complémentaire des données:

$(V + V_{eq}) \cdot \frac{\Delta V}{\Delta t} = f(t + t_{eq})$  où V<sub>eq</sub> est le volume théorique de filtrat recueilli au temps t<sub>eq</sub> qui aurait conduit à la formation d'un gâteau de résistance égale à celle du médium filtrant, favorise une détermination plus précise de t<sub>fl</sub>.

La relation (1) est une expression linéarisée de type:

$$\frac{t - t_0}{V - V_0} = a \cdot (V + V_0) + b$$

dans laquelle la pente  $a = \frac{\eta \cdot \alpha \cdot m}{2 \cdot P \cdot S^2}$ , ce qui permet de déterminer la valeur inconnue de α à partir de la valeur expérimentale de a.

Si les données expérimentales sont suffisamment précises, il est possible d'estimer la valeur de R<sub>m</sub> à partir de l'ordonnée à l'origine de la relation linéaire (1), représentée selon les abscisses

V, (V+Vo) ou V-Vo. L'expérience montre que la détermination de Rm est peu fiable, notamment pour des valeurs faibles de to et Vo.

Les essais sont effectués pour plusieurs valeurs de la pression constante P, ce qui conduit à une relation entre  $\alpha$  et P, cette relation est généralement bien représentée par l'expression :

$\alpha = \alpha_0 \cdot P^n$  où l'exposant n rend compte de la compressibilité du dépôt.

La relation :  $\varepsilon = 1 - (1 - \varepsilon_0) \cdot P^m$  assure généralement une description satisfaisante de la variation de la porosité moyenne  $\varepsilon$  des gâteaux obtenus pour différentes valeurs de P.

### 1.2.2 Période de consolidation

Selon le comportement du gâteau formé par filtration, le processus de consolidation peut être décrit par l'une ou une combinaison des expressions suivantes:

$$S_c = \frac{S_{clim} \cdot S_{co}}{S_{co} + (S_{clim} - S_{co}) \cdot \exp\left(-\frac{\pi^2}{4} \cdot T_c\right)} \quad (2)$$

$$S_c = \frac{S_{clim} \cdot S_{co}}{S_{clim} - \frac{(4 \cdot T_c / \pi)^{0.5}}{(1 + (4 \cdot T_c / \pi)^v)^{(1/2 \cdot v)}} \cdot (S_{clim} - S_{co})} \quad (3)$$

$$S_c = \frac{S_{clim} \cdot S_{co}}{S_{clim} - (S_{clim} - S_{co}) \cdot ((1 - B) \cdot (1 - \exp(-\pi^2 \cdot T_c / 4)) + B \cdot (1 - \exp(\beta \cdot tc)))} \quad (4)$$

où:

**S<sub>c</sub>** est la siccité du gâteau en fraction décimale (masse de solide sec/masse de gâteau humide)

**T<sub>c</sub>** est le facteur temporel de consolidation défini par  $T_c = \frac{i^2 \cdot C_e \cdot tc}{\omega_0^2}$

**i** : nombre de surfaces drainantes par gâteau (i= 1 ou 2)

**C<sub>e</sub>**: coefficient moyen de consolidation modifié, (en cm<sup>2</sup>/s), qui reflète la vitesse avec laquelle la valeur ultime d'épaisseur ou de siccité est atteinte, cette dernière est principalement une fonction de la pression P. La variation du coefficient moyen de consolidation avec la pression

est souvent décrite par la relation:  $C_e = C_{e0} \cdot P^\gamma$ .

**tc**: temps de consolidation donné par t-tfl (s)

**$\omega_0$** : volume de solide sec par unité de surface de la section droite du filtre (cm)

**S<sub>co</sub>**: siccité initiale du gâteau au début de la phase de consolidation ou à la fin de la phase de filtration libre, (fraction décimale).

**S<sub>clim</sub>**: valeur maximale possible de la siccité pour la pression P, atteinte à l'équilibre pour un temps de consolidation théoriquement infini (fraction décimale).

**v**: indice de comportement en consolidation dans l'équation (3), une valeur de 2.85 correspond à une solution approchée du modèle de Terzaghi développé pour décrire la consolidation des

sols. Dans le cas de gâteaux de filtre comprimés, des valeurs expérimentales comprises entre 2.85 et 4 ont été observées, il apparaît que  $v \rightarrow 4$  quand  $P \rightarrow \infty$ .

**B**: constante de fluage, précisant la partie de la variation de siccité attribuable à la consolidation secondaire, (fraction décimale).

Les modèles (2) à (4) sont dérivés par un bilan matière des modèles initiaux développés par les chercheurs japonais pour décrire la variation relative de volume ou d'épaisseur  $L$  du gâteau au cours de la consolidation (surface constante de la section droite du filtre), la variation relative d'épaisseur est exprimée par le rapport de consolidation  $U_c$ :

$$U_c = \frac{L_0 - L}{L_0 - L_{lim}}$$
 dans lequel les indices sur  $L$  ont les significations attribuées aux valeurs de la siccité  $Sc$ .

Les données documentaires indiquent les domaines d'applicabilité des modèles (2) à (4) :

- modèle (2): consolidation de gâteaux moyennement compressibles dans lesquels la variation de la pression du liquide en fonction de la distance au médium filtrant peut être décrite par un arc de sinusoïde.
- modèle (3) : consolidation de gâteaux sans effet prononcé de consolidation secondaire, (fluage) ( $v=2.85$ ), ou avec effet de fluage ( $v$  compris entre 2.85 et 4). Les évaluations montrent que le modèle (2) décrit de façon satisfaisante les variations de  $L$  ou  $Sc$  pour les durées de consolidation  $t_c$  courtes ( $<2000s$ ) quand un effet de fluage est présent, tandis que le modèle (3) décrit correctement les variations à long et très long terme, la combinaison des deux modèles apparaît comme bien adaptée pour une description complète du processus de consolidation avec effet de fluage.
- modèle (4): consolidation de gâteaux en deux régimes, consolidation primaire, consolidation secondaire traduisant un fluage. Le nombre élevé de paramètres et la nécessité d'une expérimentation très longue constituent des limitations à ses applications pratiques.

### 1.3 Résultats:

Un exemple de résultats de traitement des données relatives à la suspension de fines  $-80\mu m$  du circuit primaire, filtrée et consolidée sous une pression de 15 bars, est présenté aux diagrammes des figures 3 à 5.

Le diagramme  $(t-t_0)/(V-V_0)=f(V-V_0)$ , en unités cohérentes (CGS ou MKS) met clairement en évidence une partie linéaire correspondant à la période de filtration libre à pression constante dont la pente permet de déterminer la valeur de la résistance spécifique moyenne à la filtration  $\alpha$  du gâteau déposé. L'expression (1) permet formellement de déterminer la résistance  $R_m$  du médium filtrant à partir d'un diagramme  $(t-t_0)/(V-V_0)=f(V-V_0)$  ou  $f(V+V_0)$  ou  $f(V)$ , toutefois, les erreurs expérimentales, qui ont peu d'incidence sur la détermination de  $\alpha$ , ne permettent pas toujours d'obtenir une estimation fiable de  $R_m$ . Deux estimations de  $R_m$  ont été dérivées des données relatives aux suspensions, "aval bassin" sans flocculant filtrée sous 5 bars, "aval bassin" avec flocculant filtrée sous 15 bars.

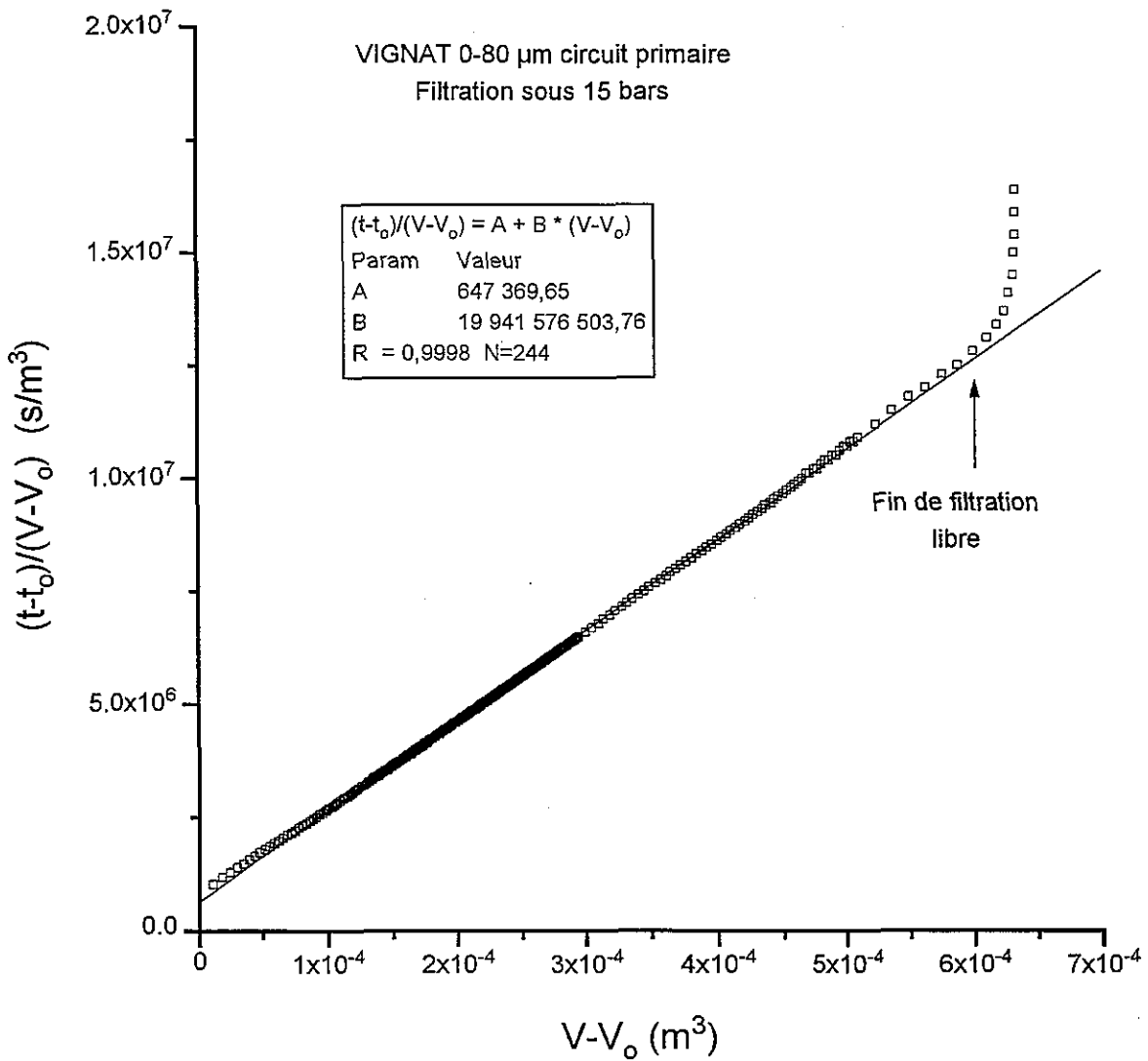


Figure 3 : Fines de lavage -80 $\mu\text{m}$ , échantillon du circuit de préparation primaire. Diagramme de filtration pour la détermination de  $\alpha$ .

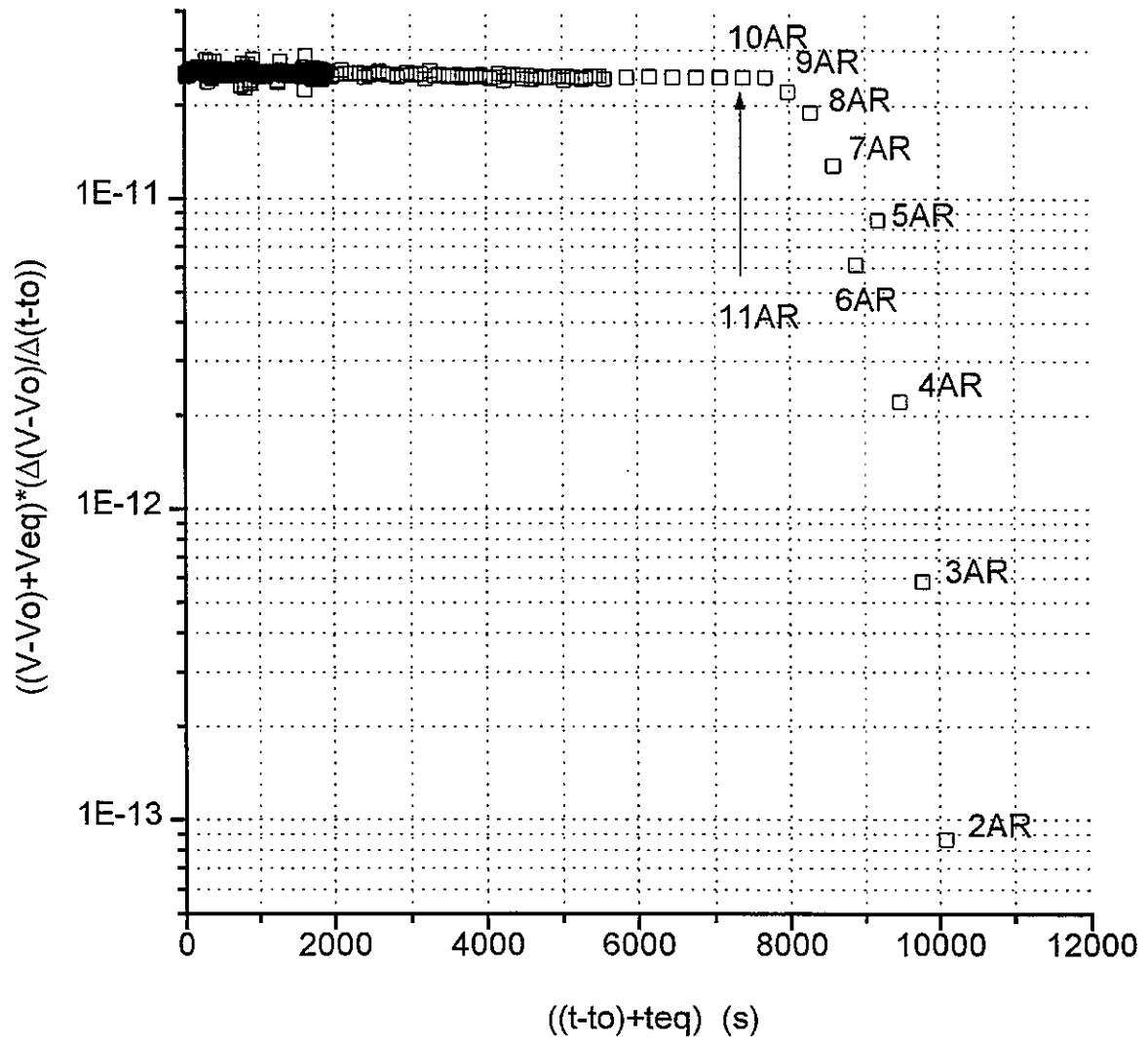


Figure 4 : Echantillon Vignat -80 $\mu$ m, circuit primaire, filtration sous 15 bars, sans flocculant  
recherche du point de d part de la phase de compression ( ou de fin de filtration libre).

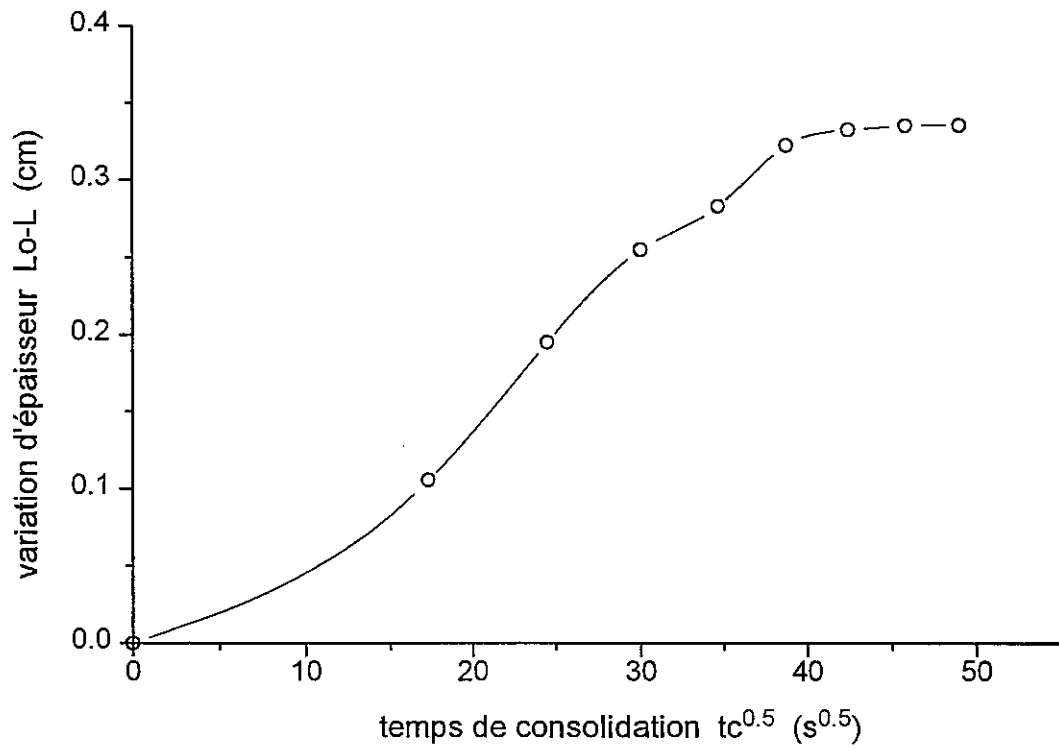
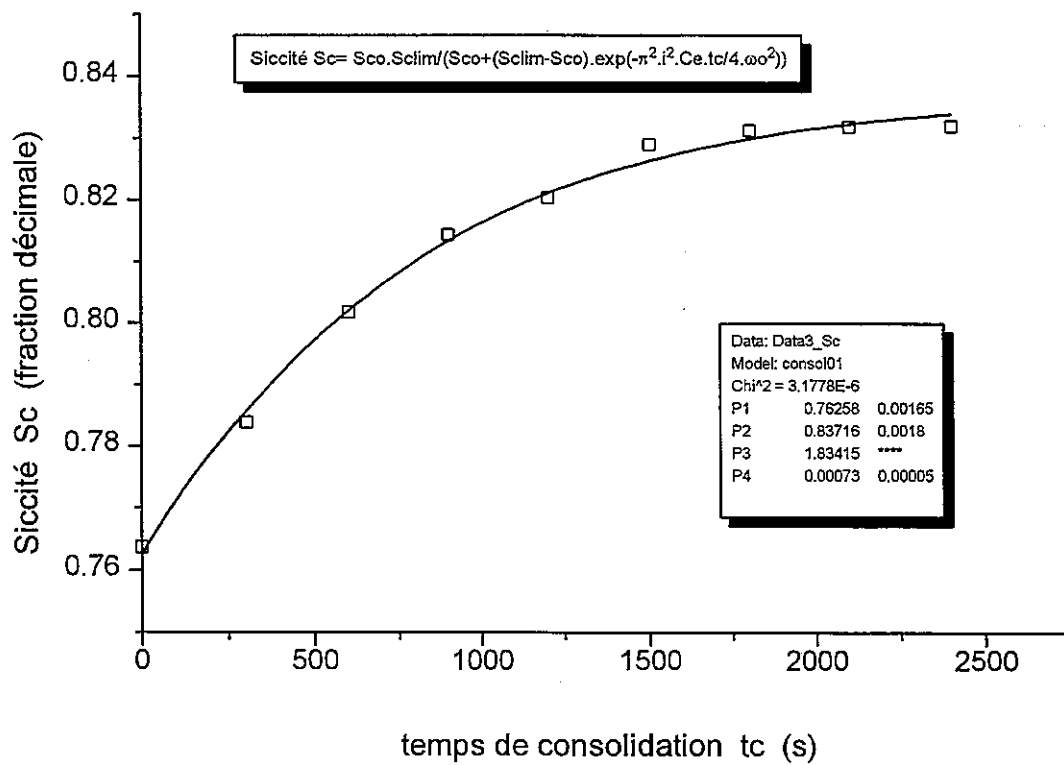


Figure 5 : Echantillon Vignat -80µm, circuit primaire 1997. Phase de consolidation sous contrainte de compression constante de 15 bars.





Le diagramme en échelles log :  $((V-V_0)+V_{eq}) \cdot (d(V-V_0)/d(t-t_0)) = f((t-t_0)+t_{eq})$  , en unités cohérentes, permet d'identifier la fin de la période de filtration libre ou de formation du gâteau à pression constante, suivie par la période de compression mécanique du gâteau ou de consolidation dont le point de départ est marqué par la rupture de la relation correspondant à une ordonnée quasi-constante en échelle log. Le temps t<sub>fl</sub> de fin de formation libre correspond dans cet exemple au point 10AR, sa détermination précise est indispensable pour obtenir un raccordement cohérent entre les deux périodes de filtration à pression constante et de consolidation à pression constante, raccordement dont dépendent les valeurs des paramètres caractéristiques de filtration et de consolidation.

Le diagramme Siccité  $S_c = f(t_c)$ , où  $t_c$  est le temps de consolidation ( $t_c = t - t_{fl}$ ) montre que le modèle (2) de la consolidation est applicable pour décrire la variation de siccité du gâteau en cours de compression-consolidation, sous pression constante de 15 bars dans un domaine de temps de compression compris entre 0 et 2700 secondes, réaliste vis à vis de la pratique industrielle. Pour 9 points expérimentaux, la valeur du coefficient de détermination R<sup>2</sup> de la régression est de 0.9960, ce qui montre un ajustement satisfaisant..

L'ensemble des paramètres utiles pour la caractérisation des matériaux et le dimensionnement d'une installation de filtration-consolidation sous pression est présenté dans le tableau de synthèse n°1.

Les variations des paramètres de filtration et de consolidation, en fonction de la pression d'alimentation du filtre ou de la contrainte de compression appliquée aux gâteaux, ne sont déterminables, compte tenu des données préliminaires disponibles, que sur la pulpe "aval bassin" 1997 , sans addition de floculant. Les relations classiques décrivant les variations de ces paramètres:

$$\alpha = \alpha_0 \cdot P^n \quad , \quad \varepsilon = 1 - (1 - \varepsilon_0) \cdot P^m$$

$$C_e = C_{e0} \cdot P^\gamma \quad , \quad e = e_0 - b \cdot \log P$$

où e est la valeur moyenne ultime de l'indice des vides dans le gâteau comprimé au terme de la consolidation, en fraction décimale.

sont assez bien vérifiées et peuvent être considérées comme applicables dans la modélisation du filtre-presse mise en oeuvre pour estimer et optimiser les rendements, comme l'indiquent les diagrammes des figures 6 et 7.

**Tableau 1 : Synthèse des données relatives aux essais de filtration-consolidation d'échantillons de fines de lavage de Vignat, sur cellule de filtration à volume de chambre variable**

	<b>Aval Bassin 1997 P=5bars</b>	<b>Aval Bassin 1997 P=10bars</b>	<b>Aval Bassin 1997 P=15bars</b>	<b>Aval Bassin 1997 P=15bars</b>	<b>Circuit Primaire 1997 P=15bars</b>
<b>conditionnement</b>	sans floculant	sans floculant	sans floculant	floculant AN 923 50g/t	sans floculant
<b>Filtration libre</b>					
$\rho_s$ (g/cm <sup>3</sup> )	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70
Cs (g/l)	366.2	367.9	373.0	368.8	375.7
Cs	0.2976	0.2987	0.3021	0.2993	0.3038
m (g/cm <sup>3</sup> ) expér.	0.5048	0.4985	0.5042	0.5062	0.5045
m (g/cm <sup>3</sup> ) calculé	0.5055	0.4987	0.5044	0.5087	0.5050
$\alpha$ (cm/g)	1.15.10 <sup>12</sup>	1.56.10 <sup>12</sup>	1.76.10 <sup>12</sup>	9.67.10 <sup>11</sup>	1.16.10 <sup>12</sup>
(m/kg)	1.15.10 <sup>13</sup>	1.56.10 <sup>13</sup>	1.76.10 <sup>13</sup>	9.67.10 <sup>12</sup>	1.16.10 <sup>13</sup>
$\varepsilon^*$	0.5077	0.4806	0.4694	0.5032	0.4567
H <sub>2</sub> O %*	27.64	25.52	24.68	27.28	23,74
B (m/s)	6.43E-10	4.61E-10	4.04E-10	7.72E-10	6.18E-10
Rm (cm <sup>-1</sup> )	3.28.10 <sup>10</sup>		1.33.10 <sup>10</sup>		
tfl (s)	20547	14462	10370	5799	7681
<b>Consolidation</b>					
tc (s)	2704	3004	2103	2195	2702
Sc <sub>0</sub>	0.7236	0.7448	0.7532	0.7272	0.7626
Sclim	0.7678	0.7823	0.7919	0.8401	0.8372
e	0.8165	0.7514	0.7095	0.5139	0.5250
$\omega_0$ (cm <sup>3</sup> /cm <sup>2</sup> )	1.1131	1.1226	1.1072	1.1108	1.1598
Ce (cm <sup>2</sup> /s)	0.00043	0.00063	0.00083	0.00089	0.00073

\* porosité et humidité sur base humide du gâteau, en fin de formation libre.

B: perméabilité moyenne du gâteau en fin de formation libre.

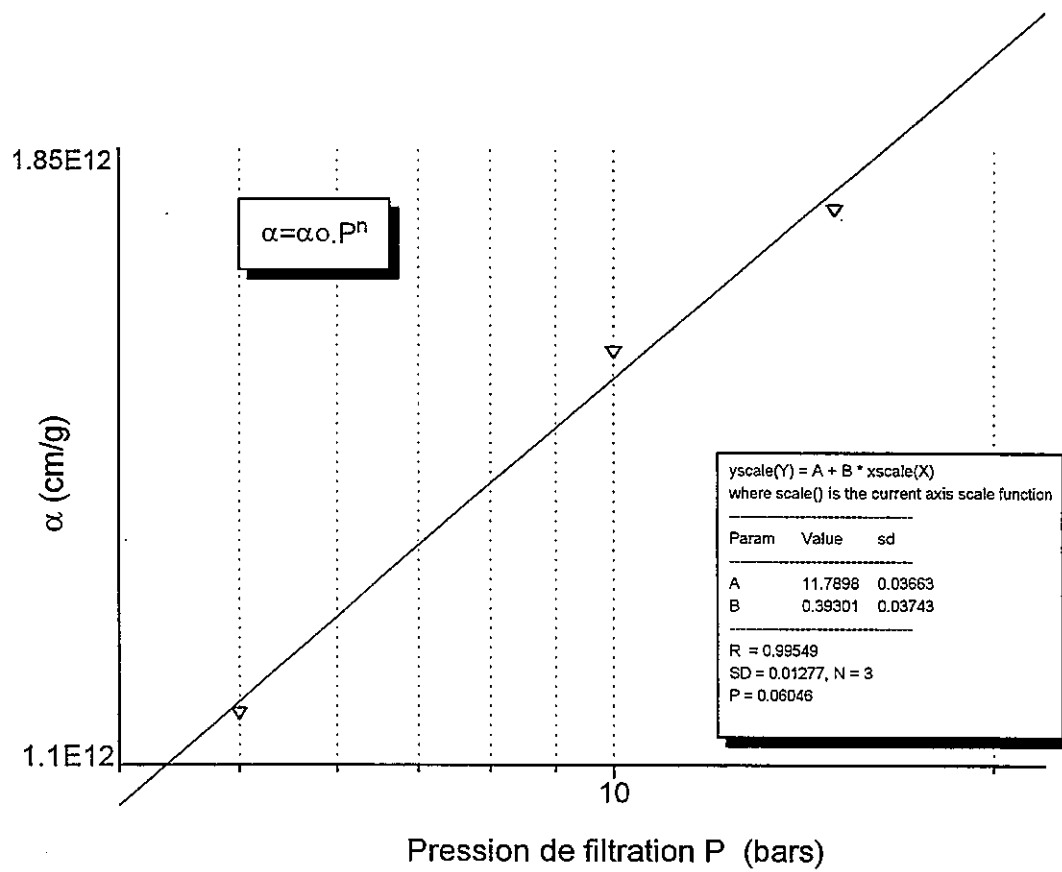
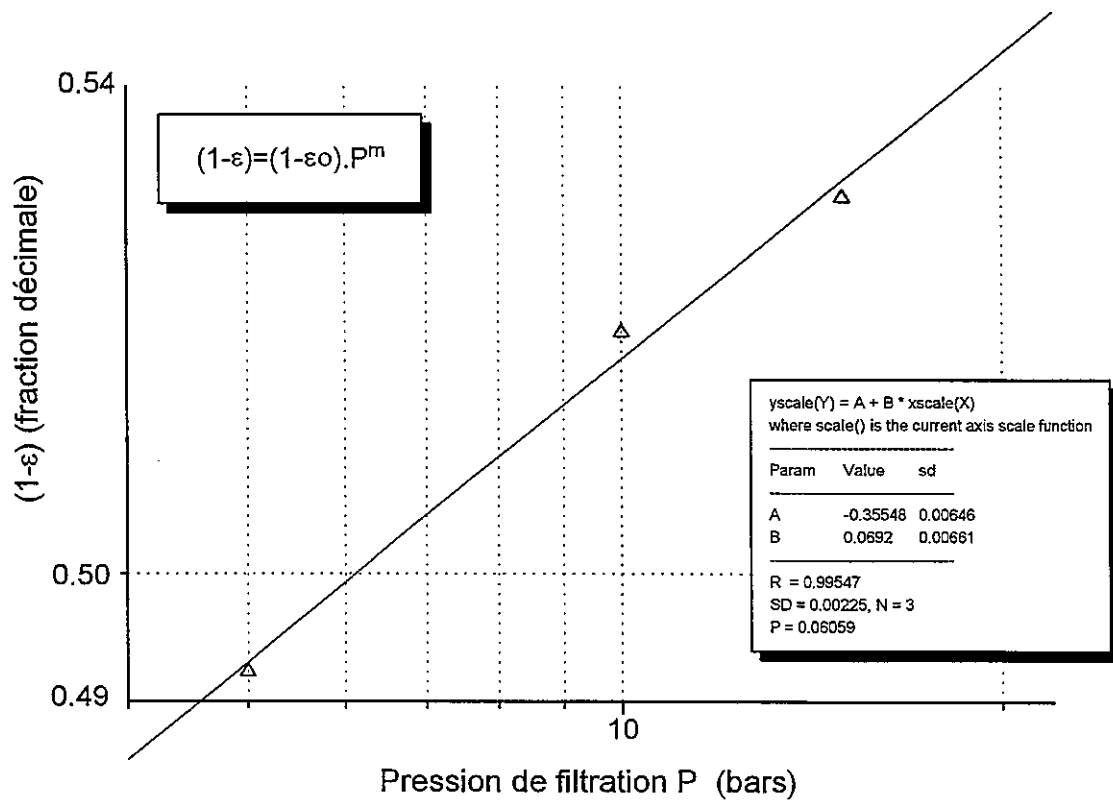


Figure 6 : Echantillon Vignat -80µm, aval bassin 1997. Synthèse des données sur la filtration libre en l'absence de floculant.



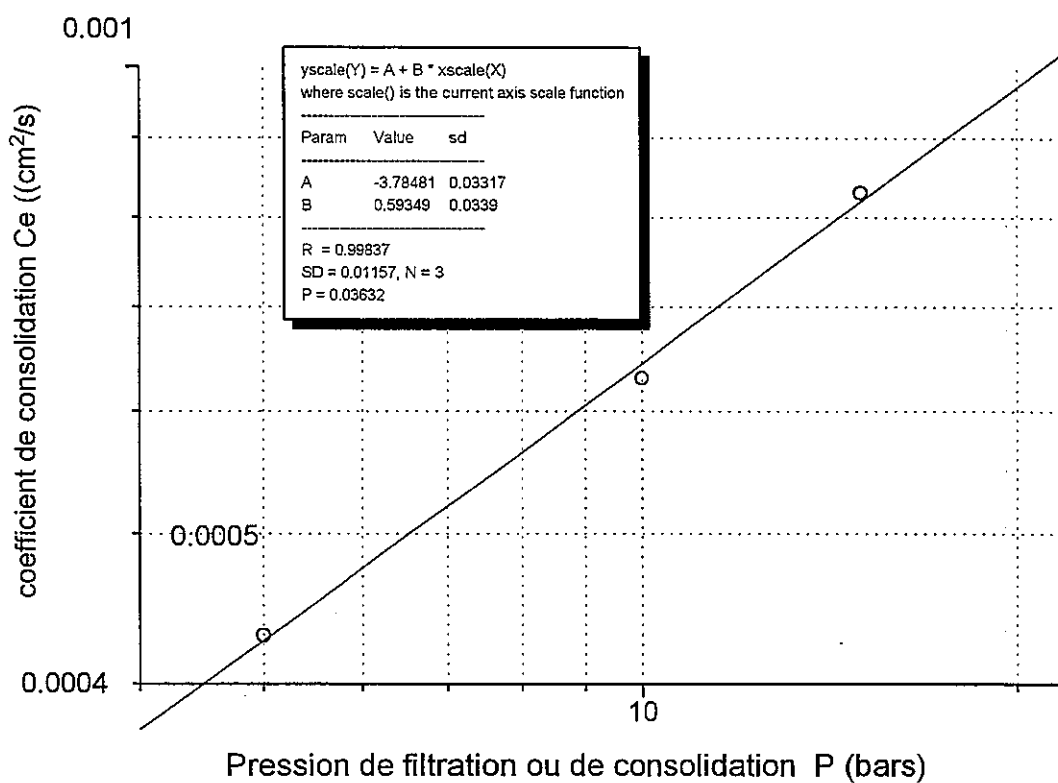
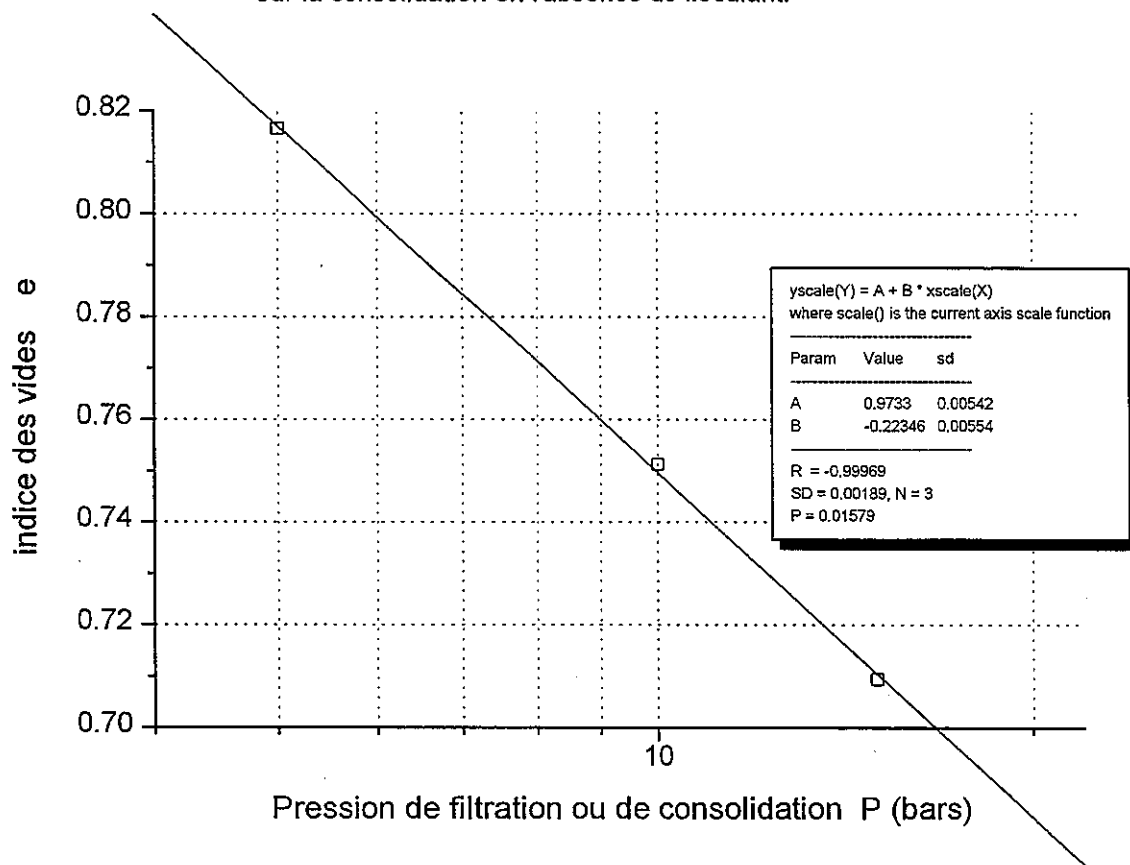


Figure 7 : Echantillon Vignat -80 $\mu\text{m}$ , aval bassin 1997. Synthèse des données sur la consolidation en l'absence de floculant.



Les valeurs des paramètres pour  $\alpha$  exprimé en cm/g, Ce en cm<sup>2</sup>/s,  $\epsilon$  et e en fraction décimale et P en bars, sont données au tableau suivant pour le domaine de pression de 5 à 15 bars:

Paramètres	valeurs
$\alpha_0$	$616.3 \cdot 10^9$
n	0.393
$\epsilon_0$	0.5589
m	0.0692
Ce0	$1.6413 \cdot 10^{-4}$
$\gamma$	0.5935
e0	0.9733
b	0.2235

Les données du tableau 1 indiquent:

-une diminution très importante de la valeur de la résistance moyenne à la filtration pour la pulpe "aval bassin", consécutive à un apport modéré de floculant (50g/t).

$\alpha$  (cm/g) pour P=15bars

sans floculant  $1.76 \cdot 10^{12}$   
 avec floculant (50g/t)  $0.967 \cdot 10^{12}$

Cette observation montre clairement qu'une addition de floculant augmentera le rendement de filtration à un coût modéré;

-une augmentation importante de la résistance moyenne à la filtration avec la finesse de la pulpe initiale caractérisée par la granularité et la surface spécifique SSA mesurée par adsorption d'azote et la méthode BET:

	Circuit primaire 1997	"aval bassin" 1997
$\alpha$ (cm/g) pour P=15bars	$1.16 \cdot 10^{12}$	$1.76 \cdot 10^{12}$
SSA (m <sup>2</sup> /g)	12.36	17.90
d99 ( $\mu$ m)*	108.2	76.3
d90 ( $\mu$ m)	65.9	40.6
d75 ( $\mu$ m)	41.1	23.3
d50 ( $\mu$ m)	15.1	9.7
d25 ( $\mu$ m)	4.9	3.7
d10 ( $\mu$ m)	2.0	1.6
<2 $\mu$ m (%)	9.77	13.05

\*déterminations par diffractométrie laser, méthode Fraunhofer, distributions en volume.

## 2. Estimations des performances de la filtration industrielle

Les paramètres caractéristiques de filtration et de consolidation dérivés des données expérimentales ont été utilisés comme données de base pour l'estimation des performances de la filtration industrielle à l'aide d'un modèle de fonctionnement d'un filtre-presse à membranes alimenté par une pompe centrifuge de remplissage et par une pompe à membranes pour la partie du cycle sous haute pression. Le modèle de calcul, adapté à la description de filtrations de suspensions concentrées fréquemment rencontrées dans l'industrie minérale, a été développé sous le logiciel Mathcad 5+, il doit permettre l'optimisation du dimensionnement et du fonctionnement du filtre-presse quand l'ensemble des données expérimentales sera disponible.

Si des capteurs appropriés sont utilisés pour réaliser des mesures en ligne, notamment de pression et de volume cumulé de filtrat en fonction du temps, le modèle après validation expérimentale, pourrait être utilisé en vue d'un pilotage intégral de la presse, permettant d'optimiser le rendement, à l'intérieur de certaines limites, dans le cas où les caractéristiques de filtrabilité de la pulpe d'alimentation seraient sujettes à des variations d'amplitude limitée.

### 2.1 Bases de la modélisation du filtre-presse appliqué à la séparation solide-liquide sur des suspensions à forte concentration en solide.

#### 2.1.1 Description du comportement de la suspension lors de la filtration:

Les principales variables utilisées sont:

Cs: concentration massique en solide, fraction décimale, de la pulpe d'alimentation.

$\rho_s$ : masse volumique de la phase solide, g/cm<sup>3</sup>.

$\eta$ : viscosité de la phase liquide, cP ou mPa.s

$\alpha$ : résistance spécifique moyenne du gâteau formé par filtration, cm/g.

$\varepsilon$ : porosité moyenne du gâteau déposé, fraction décimale.

Les variations de  $\alpha$  et  $\varepsilon$  avec la pression de filtration P ( en dynes/cm<sup>2</sup> ou 0.1 Pa) sont décrites par:

$\alpha = \alpha_0 \cdot P^n$  , n: coefficient de compressibilité du gâteau.

$\varepsilon = 1 - (1 - \varepsilon_0) \cdot P^m$ ,

Les paramètres de comportement sont liés par les relations suivantes:

$$B = \frac{1}{\alpha \cdot \rho_s \cdot (1 - \varepsilon)} \quad \alpha = \frac{k \cdot SS^2}{\rho_s} \cdot \frac{(1 - \varepsilon)^2}{\varepsilon^3} \quad \text{où}$$

B: perméabilité (cm<sup>2</sup> ou Darcy, 1 Darcy=0.986.10<sup>-8</sup> cm<sup>2</sup>)

k: constante de Kozeny, parfois proche de 5.

SS: surface spécifique du solide exprimée en cm<sup>2</sup>/cm<sup>3</sup>.

### 2.1.2 Description du comportement du gâteau lors de la consolidation dans un filtre- presse à volume de chambre variable:

Les gâteaux déposés par filtration dans les chambres sont comprimés par des membranes, ce qui entraîne une variation d'épaisseur et de siccité  $Sc$  par élimination d'eau. Si l'épaisseur ou la siccité ultime du gâteau sous l'action de la compression mécanique est principalement une fonction de la pression  $P$  appliquée par les membranes, avec une faible influence du temps de compression  $t_c$  (fluage négligeable), le processus de consolidation dépend du paramètre  $C_e$ .

$C_e$ : coefficient moyen de consolidation modifié, en  $cm^2/s$ , qui décrit la vitesse avec laquelle la valeur ultime d'épaisseur ou de siccité est atteinte, cette dernière est principalement une fonction de la pression  $P$ .

$e$ : valeur moyenne ultime de l'indice des vides dans le gâteau comprimé au terme de la consolidation, en fraction décimale.

Les variations de  $C_e$  et  $e$  avec la pression de consolidation  $P$  sont décrites par:

$$C_e = C_{e0} \cdot P^\gamma \quad e = e_0 - b \cdot \log P$$

Les modèles de consolidation exprimés par les expressions (2) à (4) sont utilisables pour décrire la siccité et l'épaisseur des gâteaux en fonction du temps de consolidation à contrainte constante.

### 2.1.3 Description succincte du filtre:

Les performances de filtration dépendent des caractéristiques des équipements : filtre et pompes, les paramètres pouvant être modifiés dans le modèle sont:

- $L_0$ : épaisseur des gâteaux déposés en fin de formation libre, cm, correspondant à la profondeur disponible des chambres du filtre.

- $R_m$ : résistance du médium filtrant,  $cm^{-1}$ .

- $P$ : pression maximale de filtration, dynes/ $cm^2$  (0.1 Pa)

-courbes caractéristiques typiques:  $P=f(Q)$ ,  $Q$  débit de suspension alimentée, de la pompe centrifuge d'alimentation, de la pompe à membranes haute pression.

- $S$ : surface totale de filtration de la presse, les valeurs standard (pour  $P \sim 0$ ) des débits de suspension délivrés par les pompes centrifuge  $Q_{pc}$  et à membranes  $Q_{pm}$ , sont définies par:

$$\frac{Q_{pc}}{S} = 0.8 m^3 / h / m^2 \quad \frac{Q_{pm}}{S} = 0.2 m^3 / h / m^2 \quad \text{homogènes à des vitesses } U_a \text{ de suspension alimentée.}$$

### 2.1.4 Phases de filtration-consolidation

Le modèle de filtre utilisé prend en compte les phases successives suivantes dans le processus de séparation mécanique solide-liquide:

#### Phase 1:

Elle inclut les séquences suivantes:

Remplissage des chambres de la presse par la pompe centrifuge, à débit quasi-constant.

Au terme du remplissage la pression dans les chambres augmente jusqu'à atteindre la pression nécessaire pour vaincre la résistance du médium filtrant. Le point de fonctionnement ( $Q_{tm}/S$ ,  $P_{tm}$ ), correspondant au début de l'écoulement du filtrat, est obtenu par l'intersection de la droite  $\eta \cdot R_m \cdot (Q/S)$  avec la courbe caractéristique réduite de la pompe  $P=f(Q/S)=f(U)$ , modélisée par une fonction analytique, la perte de charge dans les conduites d'alimentation des chambres sont négligées.

La filtration est conduite à débit et pression variables, de  $P_{tm}$  à la pression correspondant au débit maximum possible avec la pompe à membranes. Les calculs sont appliqués à l'unité de surface filtrante et n'impliquent qu'un nombre réduit de paramètres du système et paramètres expérimentaux: courbes caractéristiques des pompes,  $L_0$ ,  $C_s$ ,  $\rho_s$ ,  $\alpha_0$ ,  $n$ ,  $\epsilon_0$ ,  $m$ .

L'avancement de la séparation est suivi par:

- le volume cumulé, par unité de surface filtrante,  $V$  de filtrat écoulé en fonction du temps et de la pression. Le rapport entre le volume de filtrat et le volume de suspension alimentée est calculé par une expression analytique, fonction unique de la pression  $P$  et des données expérimentales:  $C_s$ ,  $\rho_s$ ,  $\epsilon_0$ ,  $m$ .
- l'épaisseur  $L$ , la densité  $\delta$  et la siccité  $S_c$  du gâteau déposé, fonctions du temps et de la pression  $P$ .
- la valeur du rapport  $m$  exprimant la matière sèche déposée sur le gâteau par unité de volume de filtrat, fonction de la pression  $P$ .

Pendant la filtration à débit et pression variables, le volume cumulé de filtrat  $V$  est calculé par une expression analytique faisant intervenir la courbe caractéristique de la pompe  $P=f(Q/S)$  modélisée par une fonction spline, le temps correspondant au filtrat écoulé  $V$  est déterminé par intégration numérique au point courant  $V$ :

$$t = \int_0^V \frac{dV}{Q/S}$$

#### **Phase 2:**

Filtration à débit quasi-constant par alimentation de la presse par la pompe à membranes fonctionnant dans le domaine de pression assurant un débit constant de suspension sur la courbe caractéristique.

Les couples: temps  $t$  - volume cumulé de filtrat  $V$  sont calculés par des expressions analytiques classiques, les résultats sont corrigés par les valeurs du rapport volumique entre filtrat écoulé et suspension alimentée.

#### **Phase 3:**

Filtration à débit et pression variables, gouvernée par la courbe caractéristique de la pompe à membranes, dans un domaine de pression borné inférieurement par la pression maximale correspondant à un débit constant de la pompe et supérieurement par la pression maximale de filtration.

La procédure de calcul basée sur des expressions analytiques et l'intégration numérique, est identique à celle utilisée pour la pompe centrifuge, elle conduit à la détermination des couples  $t$  -  $V$ .

#### **Phase 4:**

Filtration à pression constante et débit variable par alimentation de la presse à la pression constante maximale délivrable par la pompe à membranes.

Les couples  $t$ - $V$  sont calculés par une expression analytique classique, prenant en compte les résistances en série du médium filtrant et du gâteau déposé pendant les phases 1 à 3, au début de la phase à pression constante.

L'arrêt de la phase de filtration libre est défini par le volume cumulé maximal  $V_{fmax}$  de filtrat, séparé sous pression maximale, correspondant au remplissage des chambres d'épaisseur  $L_0$ .



La détermination de l'épaisseur  $L$  des gâteaux déposés en fonction du temps permet une simulation d'un cycle de filtration dont le processus de filtration libre est interrompu avant remplissage total du volume des chambres par le gâteau. Dans ce type de cycle, la filtration libre est achevée rapidement par le déplacement des membranes, elle est suivie par une phase de consolidation par compression mécanique des gâteaux.

#### **Phase 5:**

Consolidation des gâteaux précédemment formés par filtration libre dans les phases antérieures, sous l'action de la compression mécanique par les membranes. La pression de consolidation peut être inférieure, égale ou supérieure à la pression de filtration libre. Pour simplifier la modélisation, cette phase est supposée se dérouler à pression constante.

Le modèle donnant la meilleure description de la phase de consolidation est choisi pendant le traitement des données expérimentales des essais sur cellule de filtration de laboratoire ou sur filtre pilote.

Le modèle décrit la variation de siccité  $Sc$  et d'épaisseur  $L$  des gâteaux en fonction du temps de compression  $tc$ .

Les performances de filtration en termes de rendement net, exprimé en masse de solide sec déposé par unité de surface filtrante,  $Rf$  en  $g/cm^2/s$  ou  $RF$  en  $kg/m^2/h$ , sont calculées pour :

- une siccité  $Sc_u$  fixant l'objectif de siccité ultime des gâteaux, supérieure à la siccité  $Sc_o$  obtenue en fin de formation libre et inférieure à la siccité limite  $Sc_{lim}$ , déterminée expérimentalement pour des durées importantes de consolidation, cette limite approche la valeur asymptotique de la siccité pour une valeur imposée de la pression de consolidation .
- une épaisseur donnée  $Lo$  des gâteaux formés par filtration libre.
- un nombre donné  $N$  de plateaux.
- un dispositif d'alimentation défini par les courbes caractéristiques réduites des pompes.
- un médium filtrant défini par sa valeur de résistance  $R_m$  supposée constante (absence de colmatage). Le temps nécessaire au lavage périodique des toiles n'est pas pris en compte dans le rendement net calculé.
- un dispositif de débâtissage-rebâtissage automatique caractérisé par un temps mort de cycle, généralement compris entre 5 et 8 secondes par plateau.

Une valeur maximale de  $Rf$  est déterminable par optimisation des paramètres de dimensionnement de la presse:

$N$ , surface filtrante par gâteau  $2A$ , épaisseur  $Lo$ .

## **2.2 Applications préliminaires du modèle à l'estimation des rendements de filtration pour un échantillon typique de fines de lavage de Vignat**

### **Pulpe "aval bassin" floculée:**

Les résultats expérimentaux ont mis clairement en évidence que l'échantillon ponctuel "aval bassin" 1997, identique à celui étudié par EDF pour l'électro-osmose, présente une filtrabilité notablement inférieure à celle de l'échantillon de fines de Vignat produit par le circuit de préparation primaire, n'ayant pas subi les ségrégations granulométriques imposées aux échantillons "aval bassin" du fait de la sédimentation progressive des particules grenues lors de l'écoulement de l'eau vers le déversoir.

Le choix de l'échantillon "aval bassin" implique une forte pénalisation des rendements de filtration, afin de compenser en partie cette pénalisation, les données sur l'échantillon "aval

bassin" 1997, floculé par 50g/t de floculant AN 923, ont été utilisées comme base de calcul. Ces dernières données étant malheureusement incomplètes au stade de l'étude préliminaire, notamment en termes de variation des valeurs des paramètres avec la pression de filtration, les valeurs de  $n$  et  $m$  relevées sur la pulpe "aval bassin" non floculée ont été intégrées aux données de base. Les valeurs expérimentales de  $\alpha$  et  $\varepsilon$  pour 15 bars ont servi aux déterminations des paramètres  $\alpha_0$  et  $\varepsilon_0$ . Compte tenu d'une compressibilité généralement plus élevée des gâteaux floculés, le choix des paramètres  $m$  et  $n$  relatifs aux gâteaux non floculés conduit à une sous estimation des rendements.

Les données de base de la modélisation pour les pulpes "aval bassin" floculées sont présentées dans la liste suivante:

$C_s=0.2993$  ;  $\rho_s=2.70\text{g/cm}^3$  ;  $\rho=1\text{ g/cm}^3$  ;  $\eta=0.01\text{ Poise}$  ;  
 $\alpha_0=1.463.10^9$  ;  $n=0.393$  ;  $\varepsilon_0=0.841658$  ;  $m=0.0692$  ;  
 $R_m=8.10^9\text{ cm}^{-1}$  ;  $L_0=3\text{cm}$  ;  $N=150\text{ plateaux}$  ;  $i=2$  ; temps de débatissage-rebatissage : 6 secondes par plateau; P maximale=15 bars en filtration libre et en consolidation.  
 $C_e= 0.00089\text{ cm}^2/\text{g}$  ;  $S_{clim}=0.8401$  ;  $S_{cu}=0.82$  ;

Les résultats importants fournis par le modèle sont présentés dans les diagrammes des figures 8 et 9 donnant le volume cumulé de filtrat écoulé  $V_f$  par unité de surface filtrante, l'épaisseur  $L$  et la siccité  $S_c$  des gâteaux, en fonction du temps, le rendement net de filtration  $RF$  pour des siccités  $S_c$  comprises entre  $S_{c0}$  et  $S_{cu}$ .

Pour des siccités comprises entre 0.7272 et 0.82 les rendements nets de filtration  $RF$  sont compris entre 19.55 et 17.36  $\text{kg/m}^2/\text{h}$

Le tableau suivant présente l'influence de la profondeur  $L_0$  des chambres du filtre sur  $RF$ :

<b><math>L_0</math> (cm)</b>	<b><math>S_c</math> fraction décimale</b>	<b><math>RF</math> <math>\text{kg/m}^2/\text{h}</math></b>	<b><math>L</math> (cm)</b>
3.0	0.7272	19.54	3.00
	0.8200	17.36	2.374
2.8	0.7272	20.08	2.80
	0.8200	17.92	2.22
2.6	0.7272	20.59	2.60
	0.8200	18.47	2.06
2.4	0.7272	21.05	2.40
	0.8200	18.99	1.90
2.2	0.7272	21.41	2.20
	0.8200	19.44	1.74

Vignat -80 $\mu$ m, aval bassin 1997, 50g/t flocculant AN923.

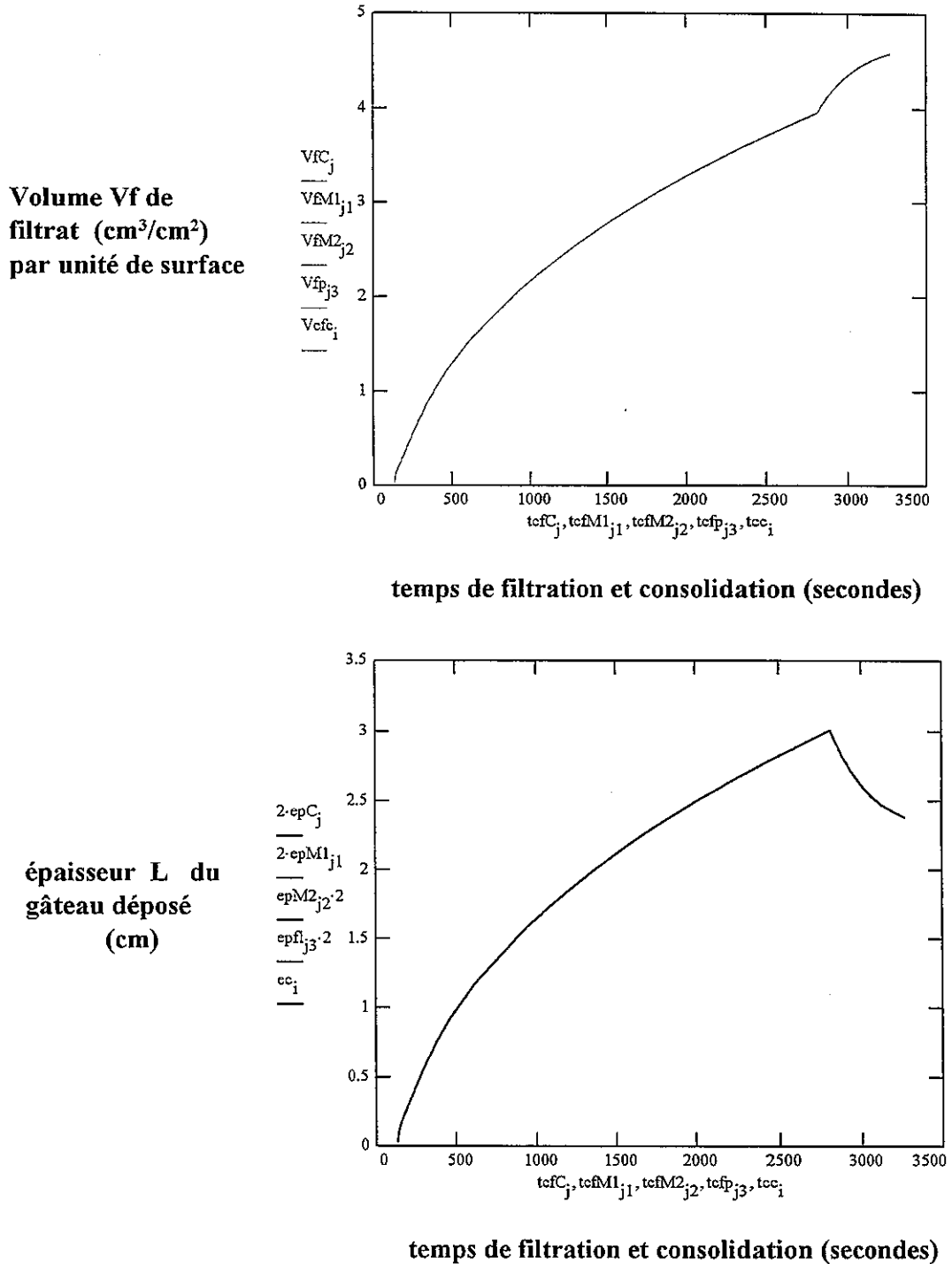


Figure 8 : Résultats fournis par le modèle pour  $L_0=3\text{cm}$  et  $C_s=0.2993$

Vignat -80 $\mu$ m, aval bassin 1997, 50g/t flocculant AN923.

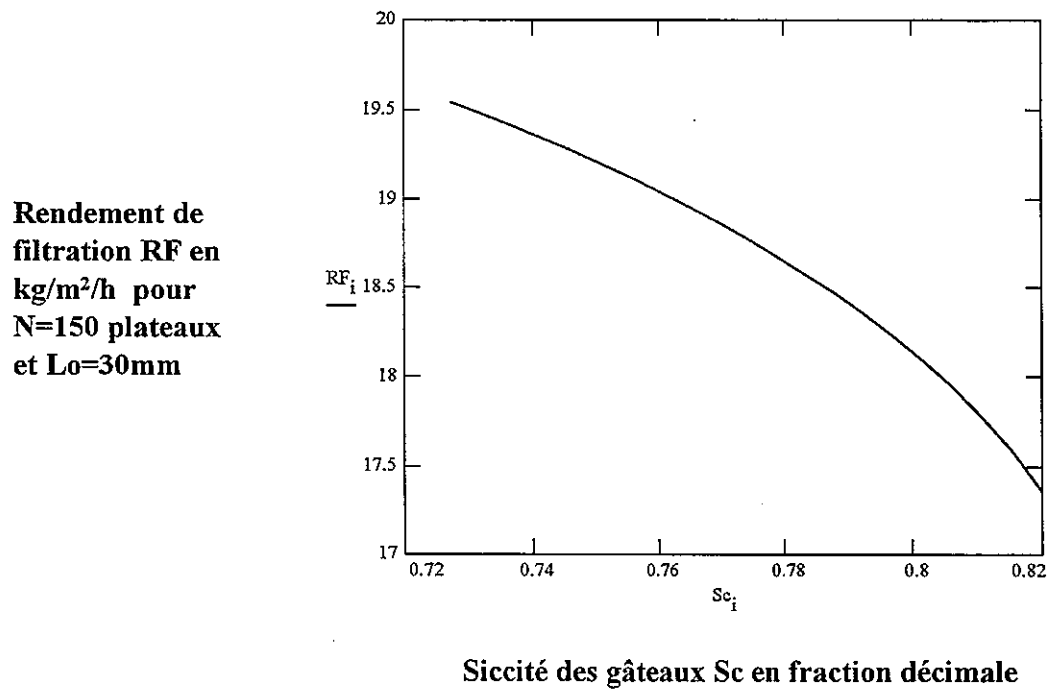
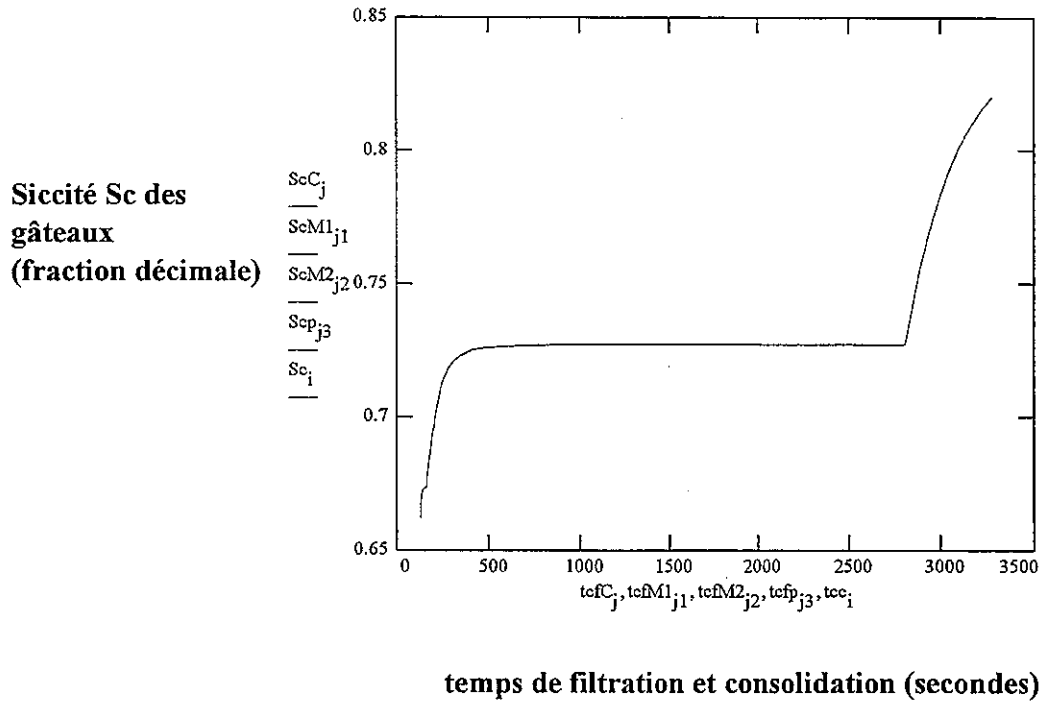


Figure 9 : Résultats fournis par le modèle pour Lo=3cm et Cs=0.2993

Afin d'estimer le gain en rendement que l'on peut espérer obtenir par accroissement de la concentration en solide de la pulpe alimentant la presse, il a été admis que la variation de résistance spécifique moyenne à la filtration pouvait être décrite par la relation établie sur les pulpes à environ 30% de solide. Généralement la résistance a tendance à légèrement diminuer lorsque la concentration en solide de l'alimentation augmente, du fait de la diminution des vitesses de filtrat. Toutefois, sur des pulpes flocculées, la tendance inverse est parfois observée du fait d'une baisse de l'efficacité de la floculation lorsque la viscosité de la pulpe augmente. Une détermination expérimentale de la variation de  $\alpha$  avec l'augmentation de  $C_s$  est indispensable en vue d'une optimisation du rendement. Toutefois, l'hypothèse précédente a été adoptée afin d'estimer, en première approche, le gain possible de rendement consécutif, par exemple, à une augmentation de concentration de l'alimentation de la presse, par électro-osmose. Une vérification expérimentale ultérieure sera nécessaire si le gain potentiel était jugé comme attractif. Les résultats des calculs sont présentés sous forme synthétique au tableau suivant:

$C_s$ g/l	$C_s$ fraction décimale	$S_c$ fraction décimale	RF kg/m <sup>2</sup> /h
368.8	0.2993	0.7272	19.54
		0.8200	17.36
400	0.3195	0.7272	21.15
		0.8200	18.61
450	0.3506	0.7272	23.71
		0.8200	20.56
500	0.3803	0.7272	26.24
		0.8200	22.45
550	0.4085	0.7272	28.75
		0.8200	24.25
600	0.4335	0.7272	31.22
		0.8200	25.99
650	0.4612	0.7272	33.65
		0.8200	27.66
700	0.4859	0.7272	36.05
		0.8200	29.25

Le gain potentiel en rendement est très important, de ce fait, une vérification expérimentale mériterait d'être engagée.

**Pulpe "aval bassin" non flocculée:**

Les résultats donnés par le modèle du filtre-presse pour des conditions de filtration identiques à celles des essais et une pression maximale de 15 bars en filtration comme en consolidation, sont présentés au tableau suivant:

Lo (cm)	Sc fraction décimale	RF kg/m <sup>2</sup> /h
3.0	0.7540	11.63
	0.7800	11.02
2.8	0.7540	12.19
	0.7800	11.56
2.6	0.7540	12.77
	0.7800	12.14
2.4	0.7540	13.39
	0.7800	12.75
2.2	0.7540	14.03
	0.7800	13.38

**Pulpe -80µm du circuit primaire sans flocculant :**

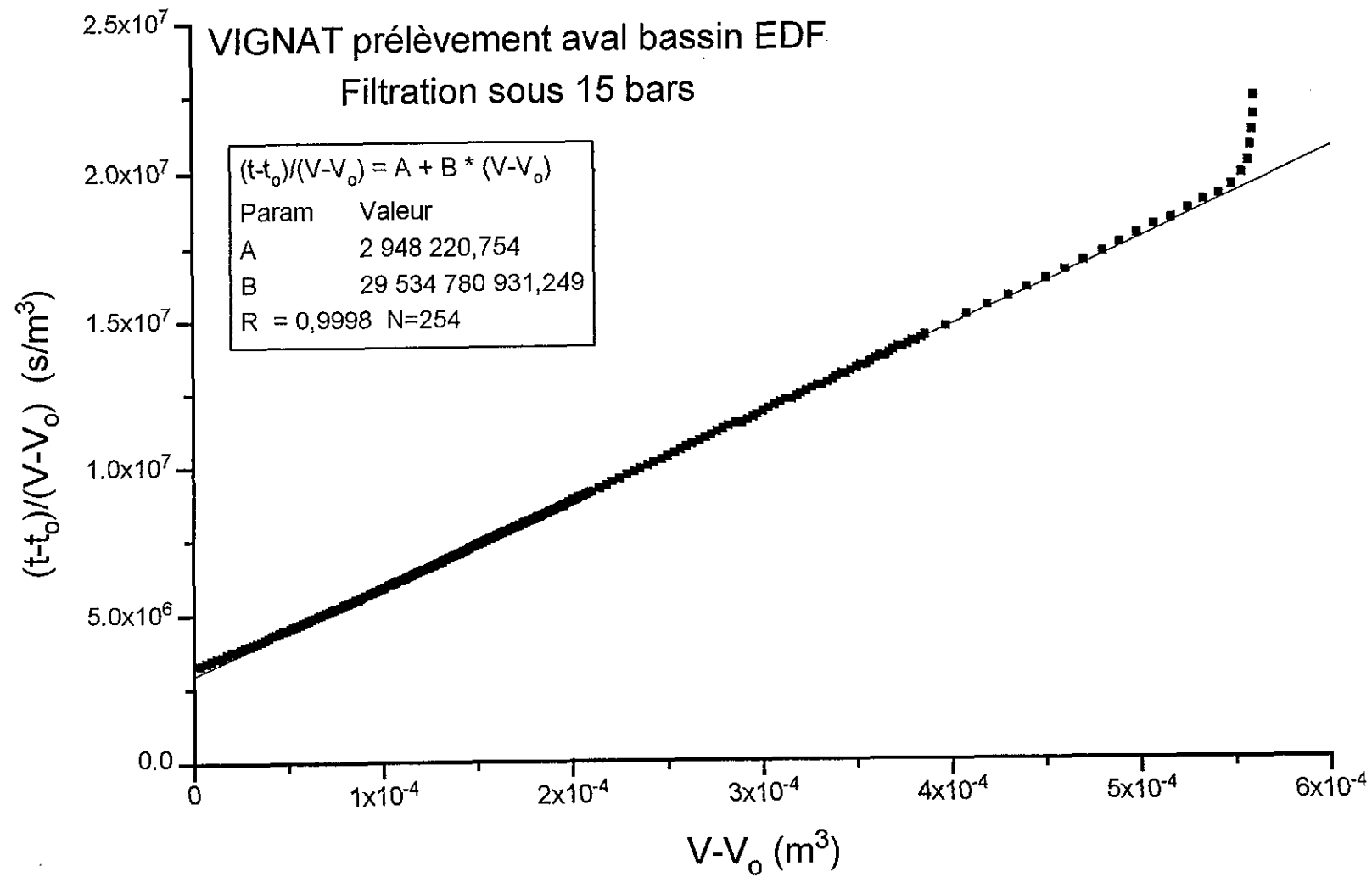
Sur la base de conditions de filtration identiques à celles de l'essai et en conservant les valeurs de n et m établies sur la pulpe "aval bassin" non flocculée, la filtration-consolidation sous 15 bars conduirait à des rendements de filtration RF compris entre 14.67 et 16.39kg/m<sup>2</sup>/h pour des siccités comprises entre 0.8200 et 0.7626.

## **ANNEXE**

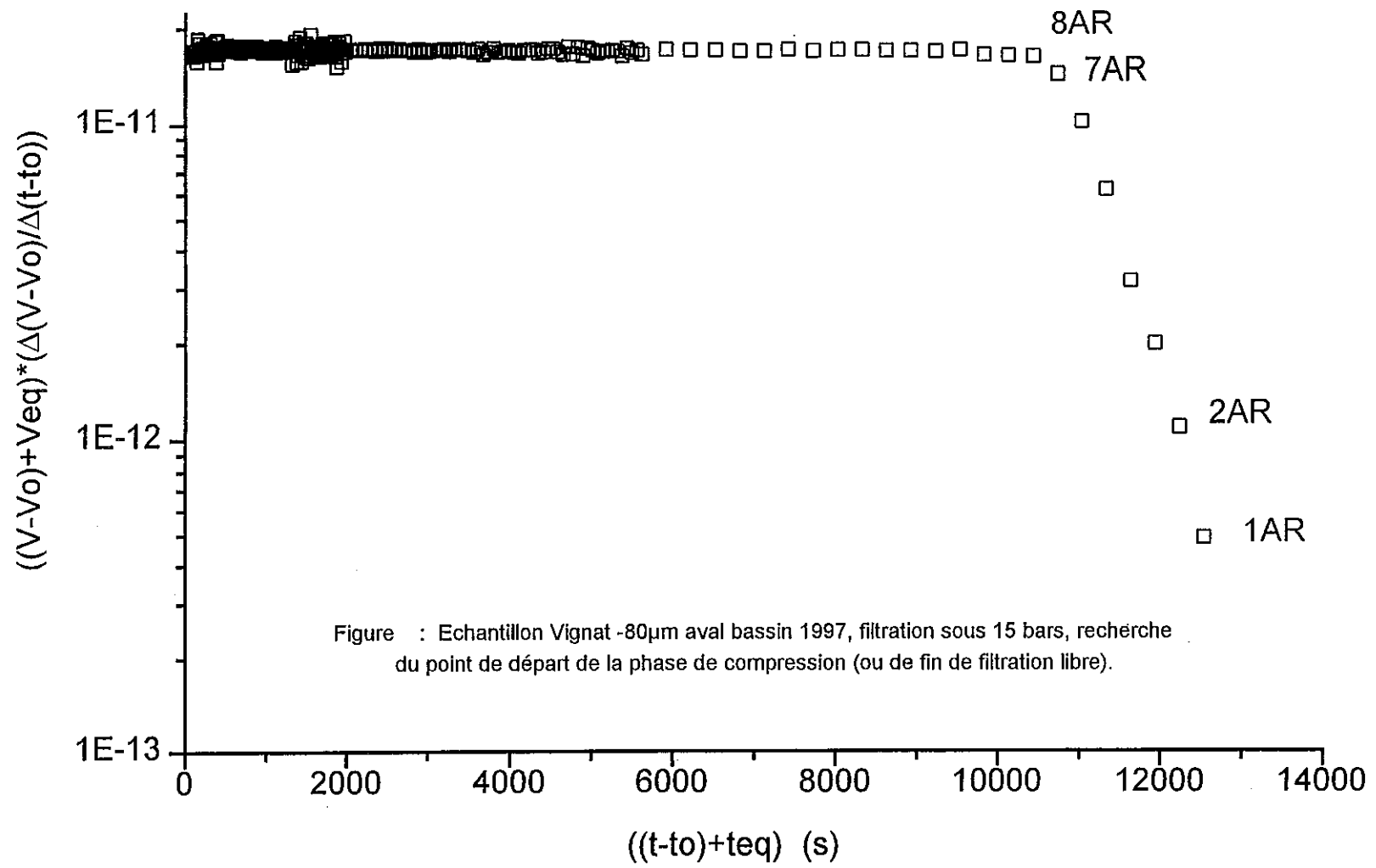
### **Diagrammes des essais de filtration-consolidation**

**Pulpe "aval bassin" non floculée, pour 15, 10 et 5 bars.**

**Pulpe "aval bassin" floculée, pour 15 bars.**







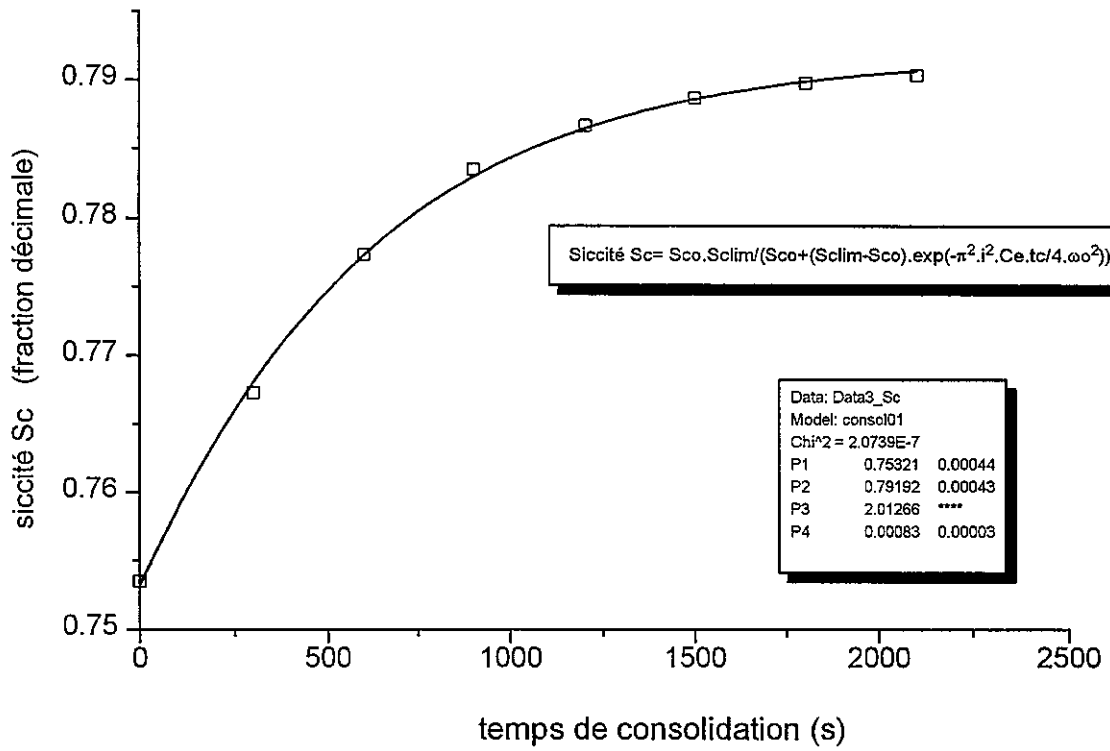
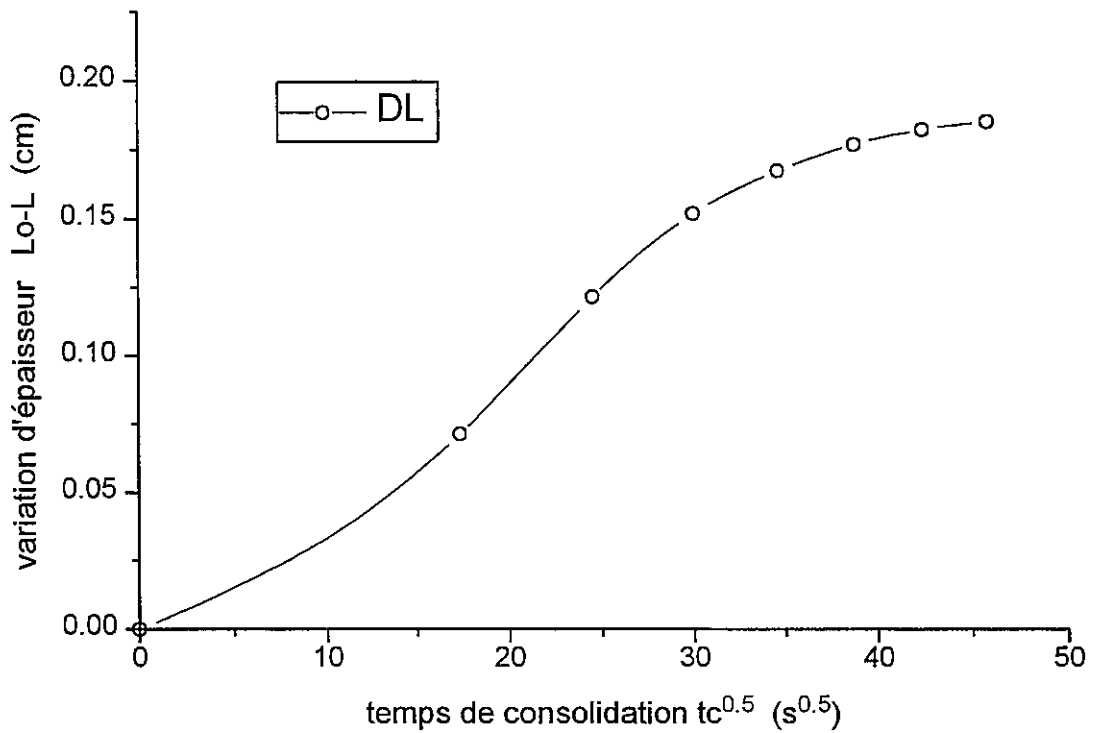
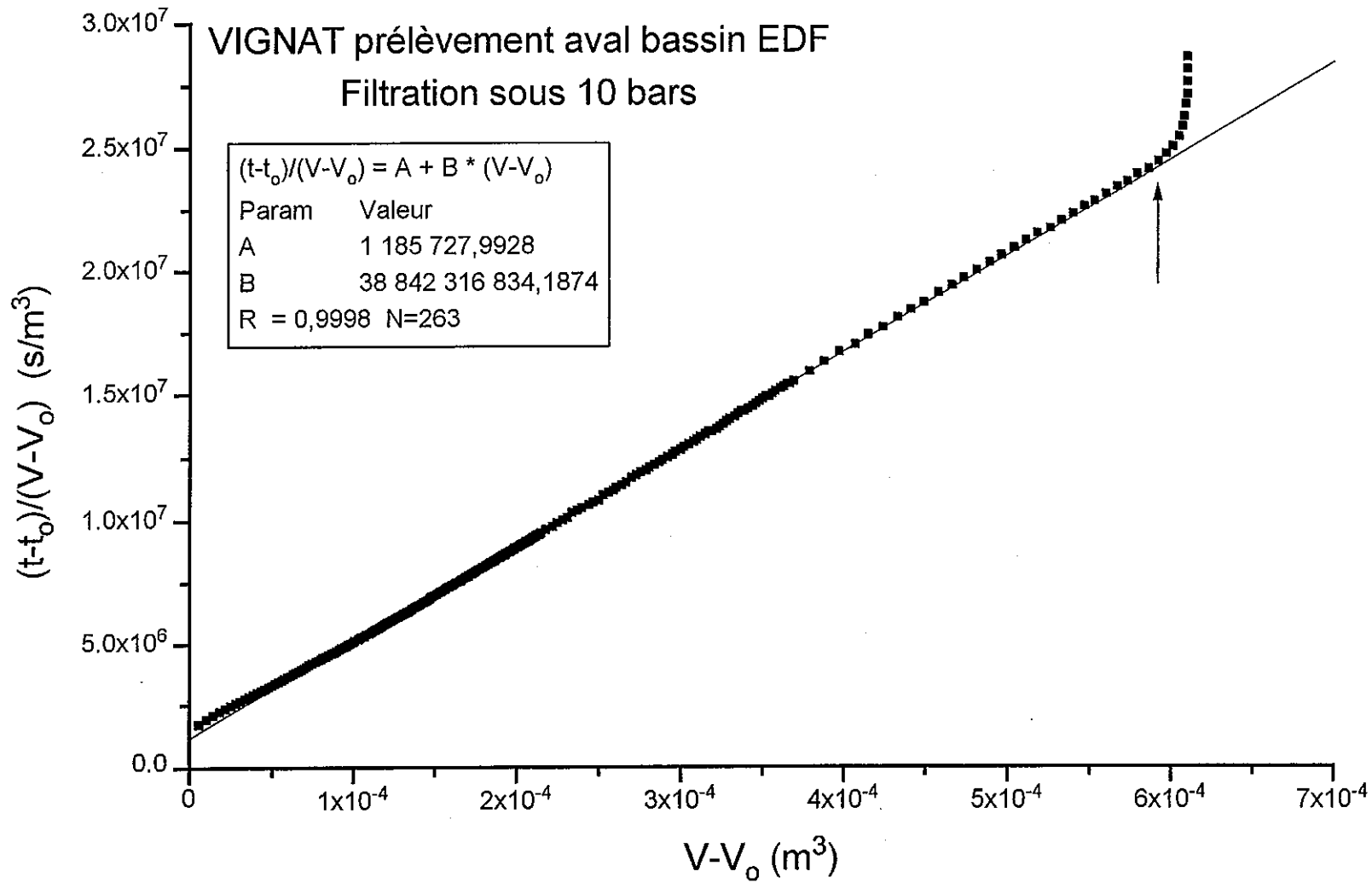
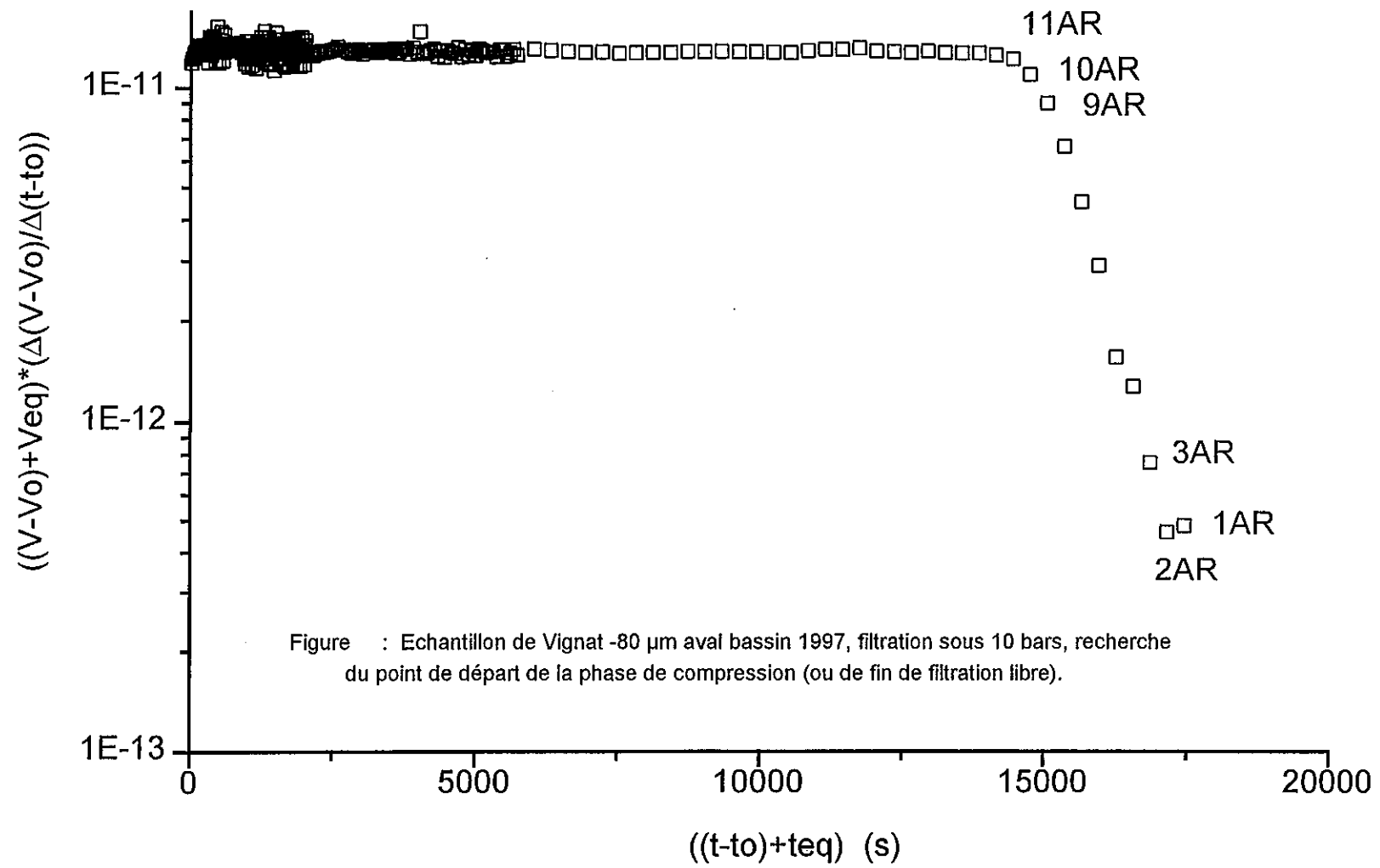


Figure : Echantillon Vignat -80 $\mu$ m, aval bassin 1997. Phase de consolidation à pression constante de 15 bars.







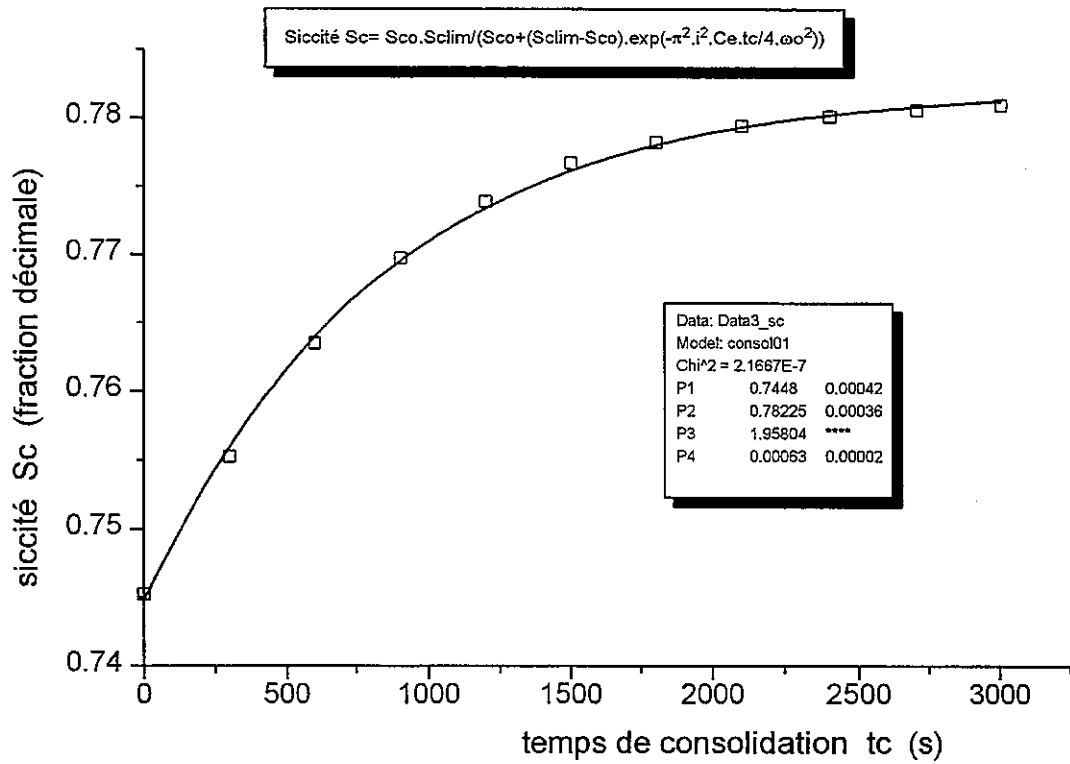
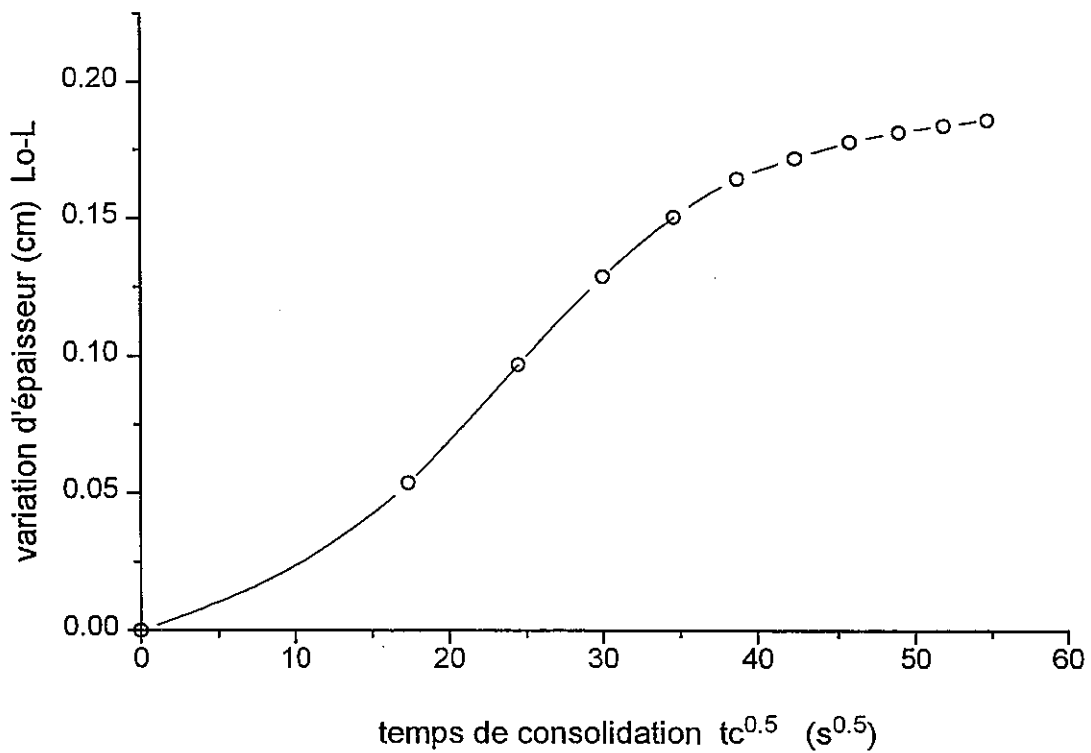
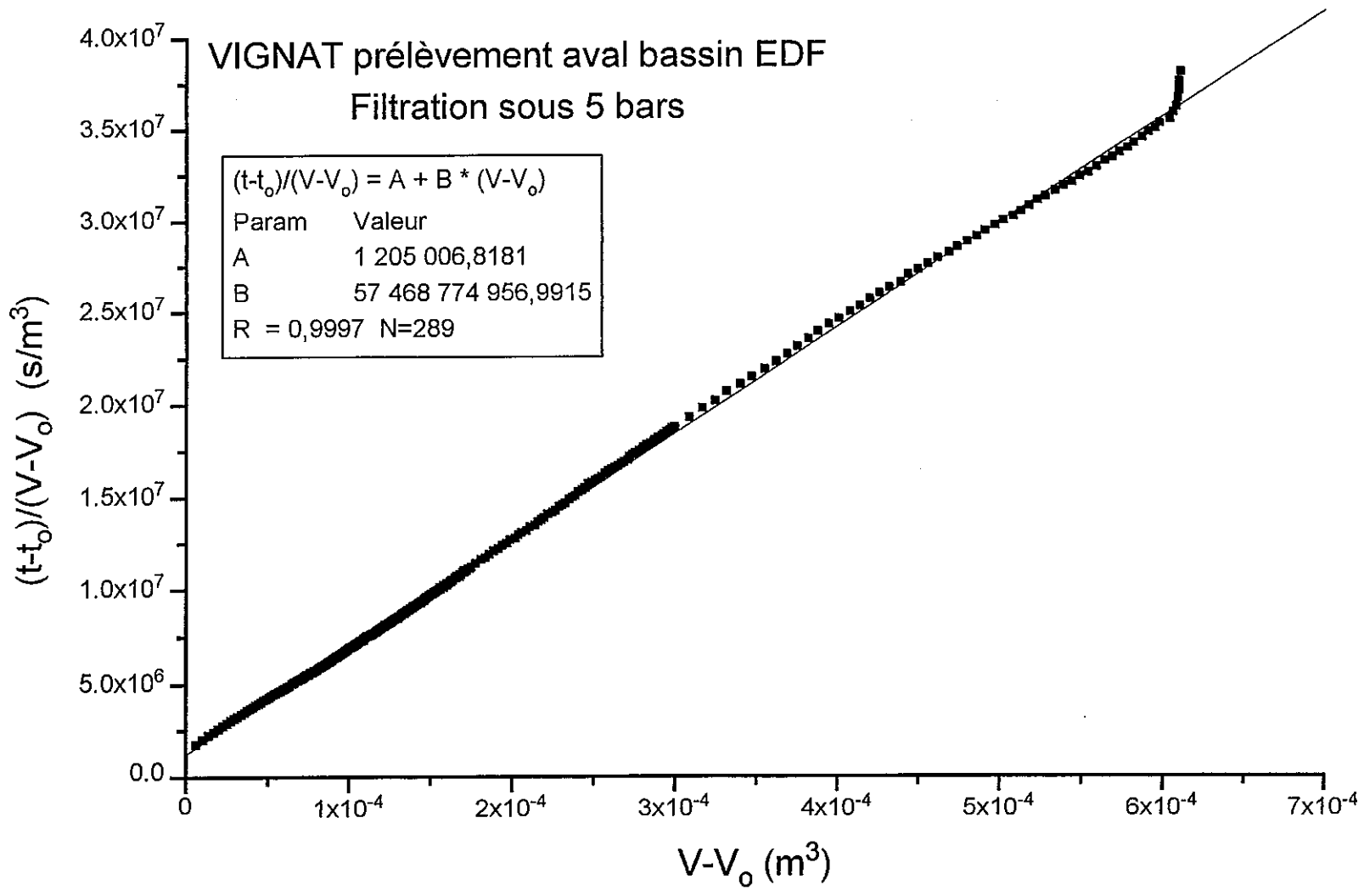
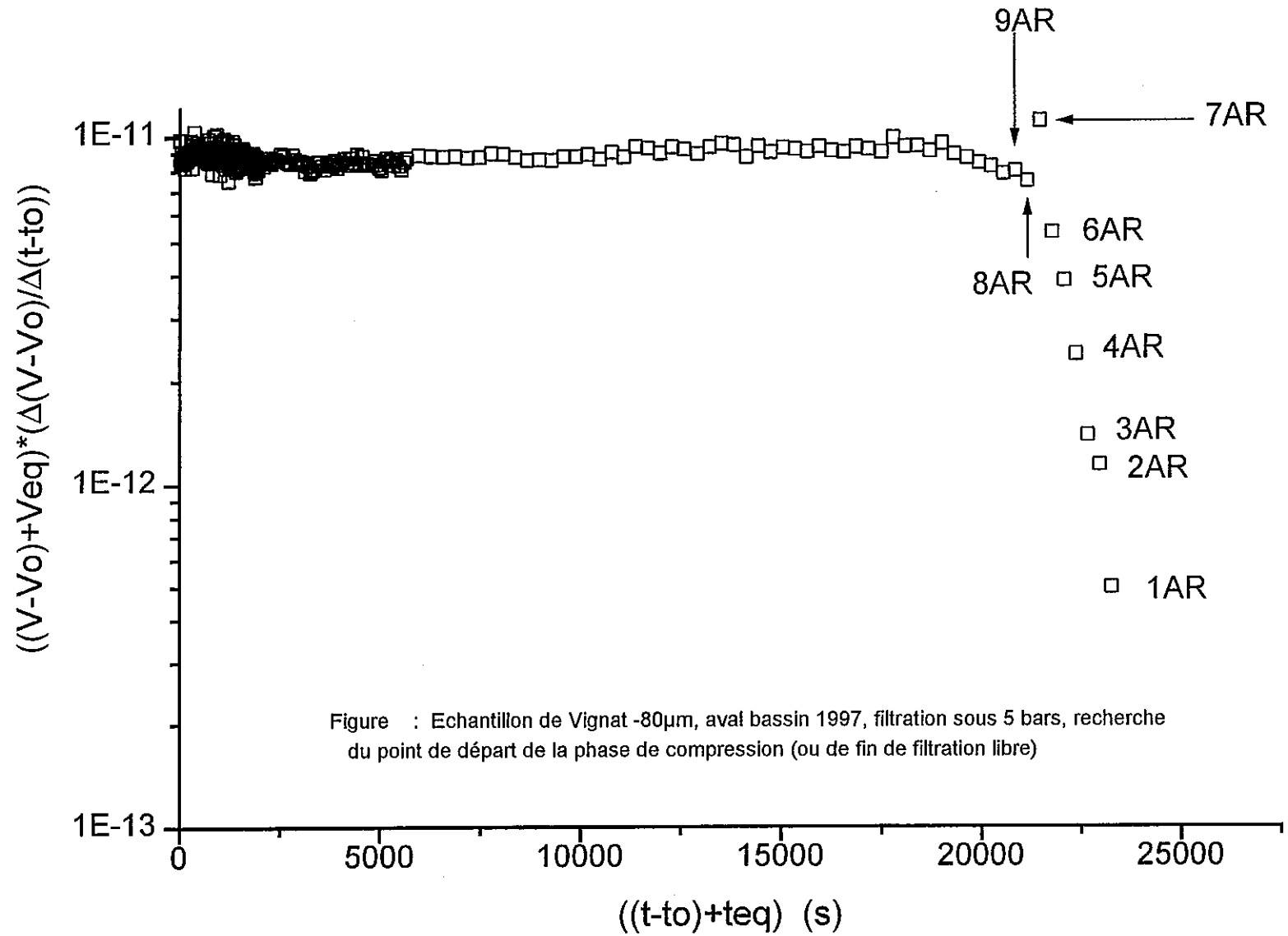


Figure : Echantillon Vignat -80µm, aval bassin 1997. Phase de consolidation à pression constante de 10 bars.







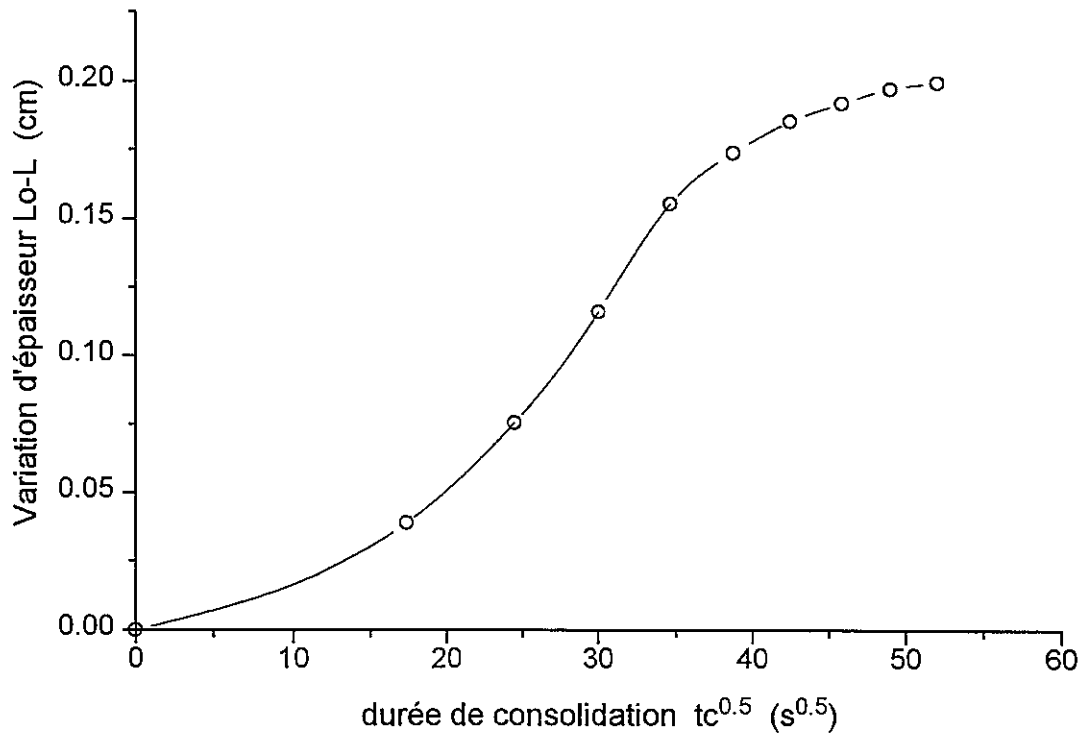
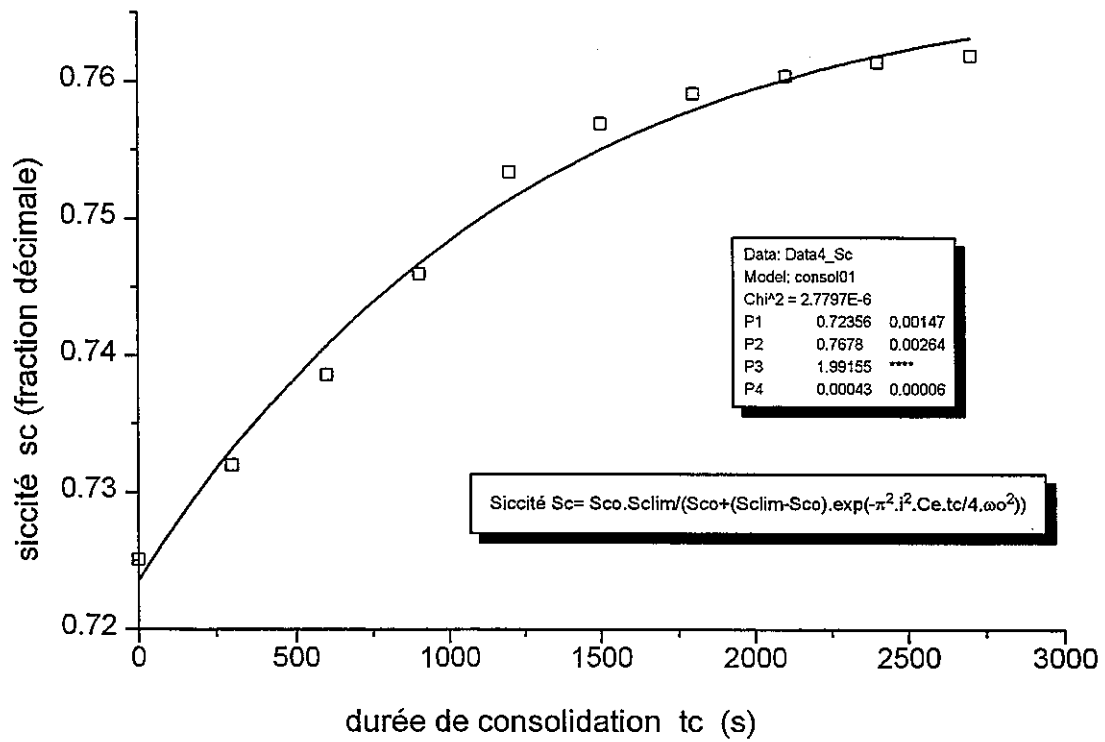
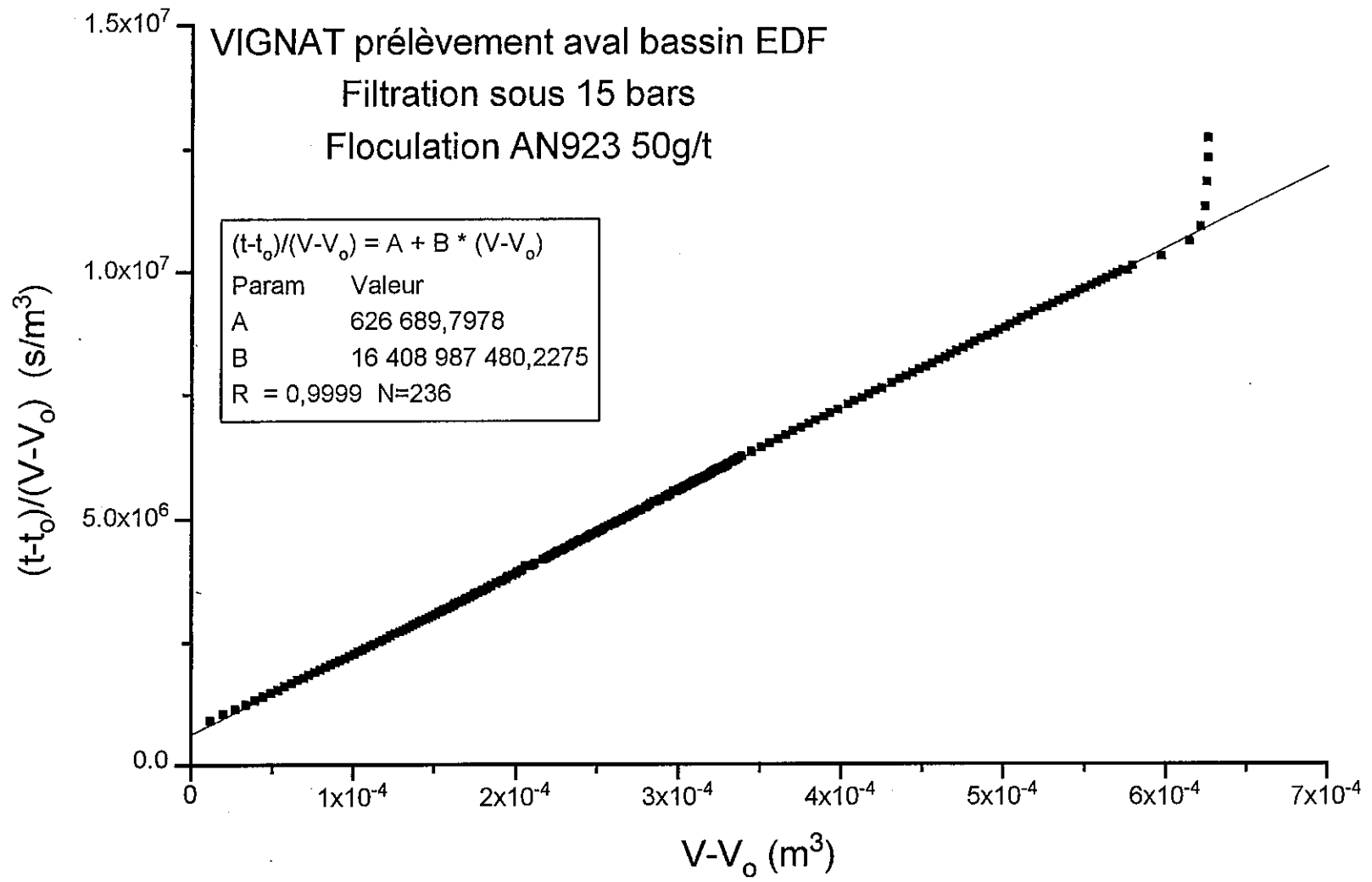
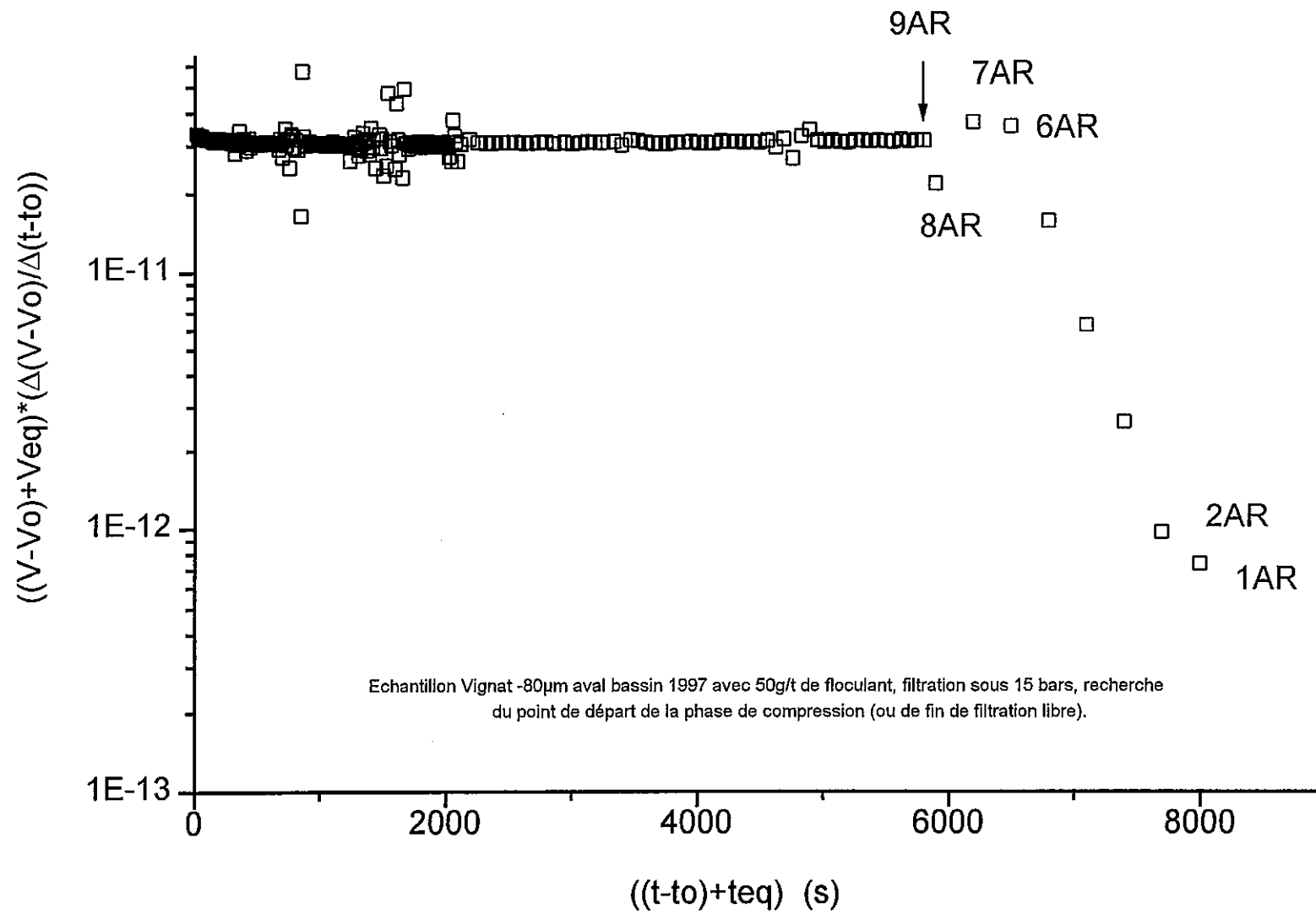


Figure : Echantillon Vignat -80 $\mu$ m, aval bassin 1997. Phase de consolidation à pression constante de 5bars. (départ consolidation au point 10AR)









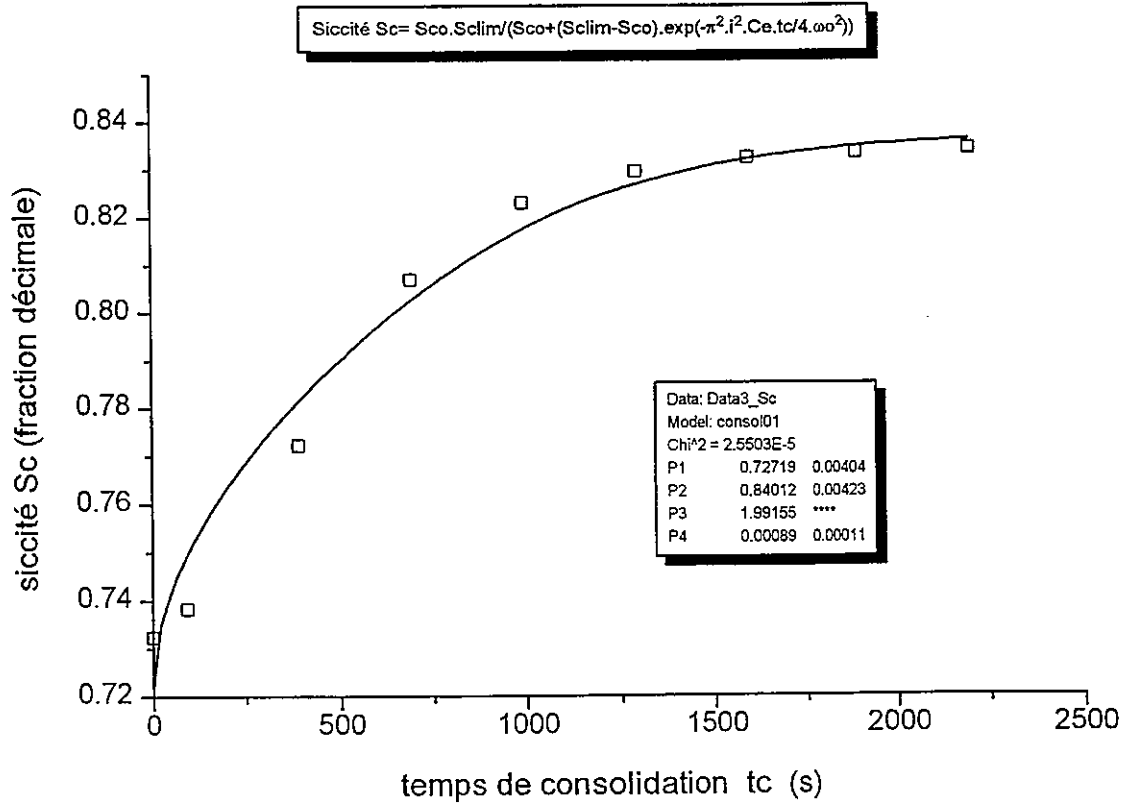
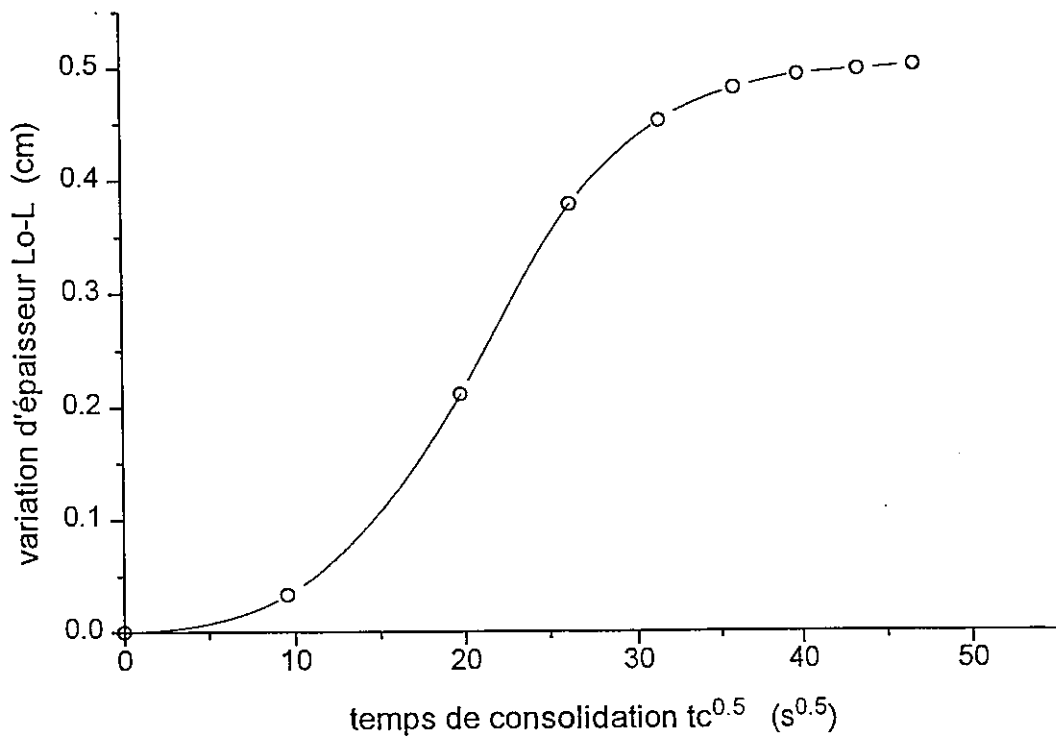


Figure : Echantillon Vignat -80µm, aval bassin 1997, avec 50g/t de flocculant, Phase de consolidation à pression constante de 15 bars.



**BRGM**  
**Direction de la Recherche**  
**Département Géomatériaux et Géoprocédés**  
BP 6009 - 45060 ORLEANS cedex 2 - France - Tél. : 33.2.38.64.34.34