

7/99

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Ecole Nationale Polytechnique

Département de Génie Chimique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Projet de fin d'études

Essais d'élimination des traces d'eau
dans le kérosène sur un filtre
à base de kieselguhr

Proposé et Dirigé par :
M. O. HADJADJ-AOUL

présenté par :
M. M. S. TAMOUZA

Promotion : Juin 99

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Ecole Nationale Polytechnique

Département de Génie Chimique



Projet de fin d'études

Essais d'élimination des traces d'eau
dans le kérosène sur un filtre
à base de kieselguhr

Proposé et Dirigé par :
M. O. HADJADJ-AOUL

présenté par :
M. M. S. TAMOUZA

Promotion : Juin 99

Dédicaces

Aux plus "cools" parents du monde

A doc Ryad et Añlem

A mon adorable Amel

A Assia Madiid et leur petite famille

A puce Nabil et Leïla

A Siñemlane...

Au Bourdon

A Meñdi et son adorable famille

A Añmed et Sabri "couple de tous les temps"

A tous ceux qui me sont chers (ils se reconnaîtront d'eux-mêmes)

A la mémoire d'Éléonora



Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens à remercier Monsieur O. HADJADJ-AOUL pour son soutien, son aide et ses conseils.

Je remercie également Monsieur E. H. BENYOUCEF de me faire l'honneur de présider mon jury.

Je suis particulièrement reconnaissant à Madame S. HADDOUM, Madame A. MEFTI et Monsieur T. AHMED-ZAÏD d'avoir bien voulu juger mon travail.

Enfin, toute ma gratitude à tous ceux qui ont participé à l'élaboration de ce mémoire, notamment Monsieur IRBAH ainsi que l'équipe du laboratoire de la raffinerie d'Alger

Merci

SOMMAIRE



PROBLEMATIQUE

INTRODUCTION

I. LE KEROSENE

I. 1. Propriétés normalisées exigées

I. 2. Origine des traces d'eau existantes dans le kérosène produit à la raffinerie d'Alger

I. 3. Les effets néfastes de l'eau

I. 4. Aptitudes du kérosène à relâcher l'eau

II. LE KIESELGUHR

II. 1. spécifications

II. 2. Les principaux gisements de kieselguhr en Algérie

II. 3. Domaines d'utilisation du kieselguhr

II. 4. Le kieselguhr en filtration

II. 4. 1. Aptitudes du kieselguhr pour la filtration

II. 4. 2. Utilisation du kieselguhr pour la rétention de l'eau et des émulsions

III. TRAITEMENT DES MATERIAUX A ETUDIER

III. 1. Importance de l'activation du kieselguhr

III. 2. Le lavage acide

III. 2. 1. Préparation des échantillons

III. 2. 2. Protocole opératoire

III. 3. Le lavage à l'eau distillée



III. 4. Calcination des matériaux obtenus

III. 4. 1. Préparation de fondants

III. 4. 2. Protocole opératoire

III. 5. Mesure des densités des échantillons

III. 6. Analyse chimique par spectrométrie d'absorption atomique

III. 7. Analyse par diffraction-RX

III. 8. Résultats et discussion

IV. ESSAIS PRELIMINAIRES DE FILTRATION SUR LES MATERIAUX OBTENUS

IV. 1. Etape préliminaire

IV. 2. Protocole opératoire

IV. 3. Résultats et discussion

CONCLUSION

BIBLIOGRAPHIE

PROBLEMATIQUE

La présence de l'eau dans le kérosène, fut-elle en traces, est indésirable. En effet, cette présence peut susciter de nombreux ~~de~~ problèmes tels que l'apparition, à haute altitude, de givrage ou la corrosion microbienne des réservoirs et des canalisations. L'industrie aéronautique a déjà prévu des systèmes de préchauffage du carburant ou l'adjonction d'un additif anti-glace ; et l'injection d'inhibiteurs de corrosion, en vue de parer à ces problèmes. Cependant, ces solutions demeurent provisoires et onéreuses.

A la raffinerie d'Alger, le problème d'élimination de l'eau du kérosène présente une réelle préoccupation, depuis plusieurs années. Le problème ne réside pas réellement dans la vétusté des installations de cette raffinerie. L'infiltration d'eau ou sa formation peut se faire à plusieurs niveaux, et de diverses manières le long du process et dès l'extraction du puits de pétrole (addition des inhibiteurs de corrosion, traitement de dessalement des eaux de forage, etc.). A cet égard, il faut signaler qu'à la raffinerie d'Alger, le procédé d'élimination des traces d'eau, actuellement en vigueur, pose de sérieux problèmes de fonctionnement et la complexité des paramètres entrants en jeu rend très délicate sa bonne marche.

En raffinage comme dans les autres industries, on a souvent recours à différentes méthodes pour la séparation des solides, des émulsions ou simplement de l'eau. La filtration paraît être un procédé recommandé pour de telles tâches. Le kieselguhr est un matériau qui possède en filtration, des vertus particulières. C'est, en outre, une des matières premières les plus abondantes en Algérie. La conception et la mise en œuvre d'un filtre à base de kieselguhr, pour pallier ce genre de problèmes, seraient donc intéressants.

INTRODUCTION

Le kérosène est un produit d'importance stratégique. Sa qualité doit répondre à des exigences strictes, en vue de minimiser des problèmes parfois lourds de conséquences. L'élimination de l'eau de ce combustible constitue un souci majeur, malgré les remèdes prévus par l'industrie aéronautique.

En raffinage, l'élimination des traces d'eau est impérative. Cependant, les procédés existants et spécialement prévus pour cette fin ne sont pas toujours efficaces. Par conséquent, on a souvent recours à d'autres procédés de séparation comme la filtration. En effet, des filtres d'origine étrangère ont déjà été utilisés.

Dans le but de valoriser une matière première algérienne, nous avons tenté d'élaborer un filtre à base de kieselguhr. Pour cela, nous avons traité deux échantillons différents, en provenance de Sig et de Mostaganem. Ce traitement comprend un lavage acide afin d'éliminer les éléments de surface, et une calcination pour l'obtention d'un matériau cristallin.

Les essais préliminaires de filtration ont été effectués à l'aide d'un kérosène fourni par la raffinerie d'Alger.

CHAPITRE I : LE KEROSENE

CHAPITRE I :

LE KEROSENE

Le kérosène ou carburéacteur, alimente les avions à réaction. Il doit être en particulier caractérisé par sa fluidité aux basses températures (de l'ordre de -50°C) et sa capacité à conduire à une combustion rayonnante, ce qui permet de limiter les échanges de chaleur. Il existe quelques types de kérosènes, le plus utilisé étant le TR0 en France, ou JP1 aux Etats-Unis. Le kérosène a une densité de l'ordre de 0,8 à 15°C , densité comprise entre celle de l'essence et celle du gasoil [2].

I. 1. Propriétés normalisées exigées

Indépendamment des opérations de stockage et de manutention, l'utilisation du kérosène en aviation, à haute altitude, impose des spécifications sévères assurant un maximum de garantie [3, 11]. Les spécifications les plus importantes sont les suivantes :

I. 1. 1. Densité

La densité est influencée par deux autres propriétés fondamentales, à savoir la courbe de distillation et la composition chimique. La densité tout au moins dans les limites pratiques des combustibles pour turbines (0.750 à 0.850), est en relation avec le pouvoir calorifique supérieur au kilogramme [9].

I. 1. 2. La tenue au froid

Après deux ou trois heures de vol à l'altitude de croisière, les réservoirs ont pratiquement atteint la température extérieure ambiante. Ainsi en cours de vols du type long ou moyen courrier, la température du carburéacteur peut descendre jusqu'à -40°C . Le carburant doit rester suffisamment fluide pour assurer l'alimentation du réacteur [3].

Il faut noter que la présence d'eau en traces, même dissoute, dans le kérosène présente un risque qu'il importe d'éviter. En effet, lorsque la température décroît, l'eau devient moins soluble (figure 1) et se dépose sous forme de fines gouttelettes qui commencent à givrer dès la température de 0°C . Les cristaux de glace ainsi formés risquent d'obturer les filtres ou les

canalisations. L'industrie aéronautique a déjà prévu des systèmes de réchauffage du carburant ou l'adjonction d'un additif anti-glace pour empêcher l'agglomération des cristaux [3].

Rappelons que les additifs anti-glace utilisés à des teneurs maximales de 0.15% (1500 ppm en volume) sont de type : Méthoxy-2éthanol ou β -méthoxyéthoxy-2éthanol [3].

Le paramètre utilisé pour caractériser la tenue au froid des carburateurs est le point de disparition des cristaux, plus connu encore sous son appellation anglo-saxonne : *Freezing Point*. C'est la température à laquelle les cristaux formés au cours d'un refroidissement disparaissent quand on laisse remonter la température [3]. Si l'on refroidit progressivement le combustible on peut constater, aux environs de 0°C un premier phénomène dû à la congélation de l'eau dissoute (ou en suspension) sous forme de fins cristaux de glace [9].

La différence entre le «point de congélation» et le «point de trouble» réside dans le fait que dans le premier cas, l'essai est effectué avec agitation alors que dans le second il reste à l'état statique ; en tout état de cause les températures obtenues sont très voisines [9].

Il faut signaler à cet égard que l'on peut faire appel, pour l'élimination de l'eau du kérosène en raffinerie, à des traitements supplémentaires sur silicagel ou charbon actif [11].

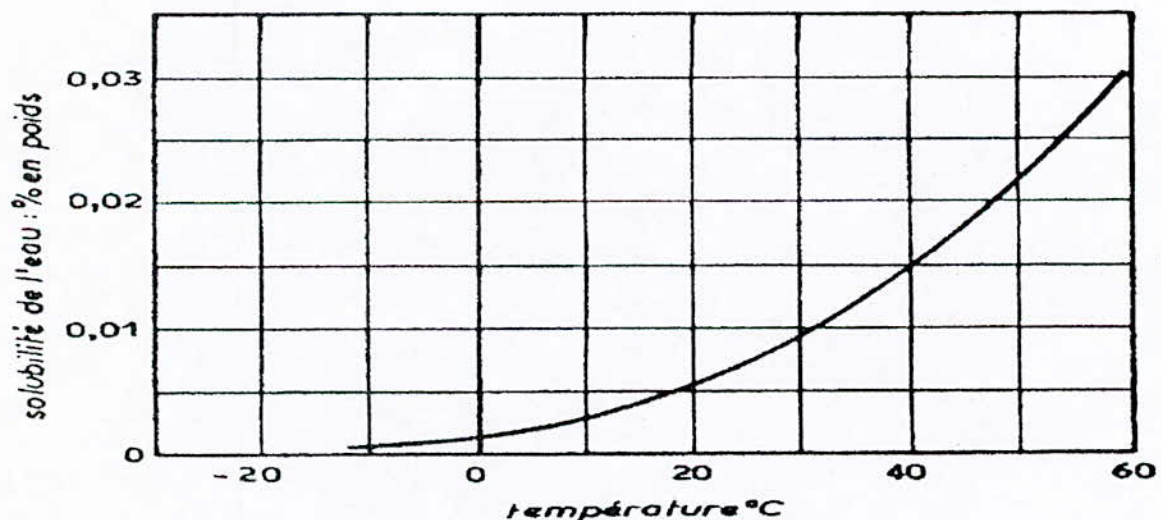


Figure 1 : Courbe de solubilité de l'eau dans le kérosène.[11]

I. 1. 3. Point éclair

C'est la propriété la plus couramment utilisée pour caractériser l'inflammabilité des produits pétroliers [3].

I. 1. 4. Domaine d'inflammabilité

Un mélange de carburant et d'air n'est inflammable qu'à l'intérieur d'un certain domaine de composition, pratiquement indépendant de la pression. En revanche, les températures minimales et maximales du carburant, pour obtenir une phase vapeur inflammable au-dessus du réservoir, sont liées à la volatilité du produit et à la pression ambiante. Ainsi lors de la montée en altitude et de la réduction de pression, on assistera à une diminution des températures du carburant susceptibles de conduire à une phase gazeuse inflammable. Le dégagement de l'air dissous et la création d'une atmosphère plus riche en oxygène au-dessus du réservoir contribuent également à la modification de ce domaine [3].

I. 1. 5. Conductivité électrique

L'initiation de l'explosion d'un mélange air-carburant peut provenir d'une décharge brutale d'électricité statique. Or, au cours de sa circulation dans les canalisations, un fluide se charge en électricité qui mettra d'autant plus de temps à se dissiper que le produit sera mauvais conducteur. Les hydrocarbures présentent tous une très faible conductivité électrique. Elle est par exemple de quelques picosiemens par mètre pour le carburéacteur (contre $10 \mu\text{S} / \text{m}$ pour l'eau). La conductivité électrique augmente avec la température, la mobilité des ions étant favorisée par une faible viscosité du produit [3].

Pour éviter tout risque, compte tenu des basses températures et des grandes vitesses de circulation enregistrées, la conductivité électrique du Jet A1 doit se situer entre 50 et 450 pS/m. Une valeur plus forte risquerait d'altérer la précision des jauges capacitives. On augmente la conductivité électrique du carburéacteur à l'aide d'additifs antistatiques qui s'ionisent fortement dans l'hydrocarbure. Les plus connus de ces additifs sont l'ASA 3 produit par *Shell* et le STADIS. La matière active de ces additifs est constituée d'un mélange, en parties égales, de sels de chrome d'acides mono et dialkylsilyliques [3].

I. 2. Origine des traces d'eau existantes dans le kérosène produit à la raffinerie d'Alger

Les sources de formation et d'addition d'eau, entre brut à l'extraction et les produits finis, sont nombreuses. Pour satisfaire les exigences, le procédé prévoit à la section D (figure 2), une installation pour l'élimination des traces d'eau du kérosène. Un dysfonctionnement de cette installation peut altérer la qualité du produit fini.

I. 2. 1. Procédé de la section D

Le JET A1 est neutralisé par une solution de soude, à la sortie de l'unité de distillation. Cette opération vise à neutraliser dans le JET A1, les acides naphthéniques indésirables qui agissent comme stabilisateurs d'émulsions d'eau dans les hydrocarbures. Le JET A1 est ensuite envoyé vers le précipitateur électrostatique afin d'en extraire l'eau en suspension résultant de la neutralisation. A la sortie, il est dopé avec une quantité de STADIS pour ramener sa conductivité électrique à une valeur répondant aux spécifications exigées [6].

Par suite au contrôle de qualité et après l'injection de l'additif antistatique, le JET A1 est stocké dans des bacs. Enfin, il passe par une batterie de filtres du type FAUDY, permettant d'en extraire les traces d'eau restantes ainsi que les autres impuretés. Il est à préciser que les éléments coalescents FAUDY sont constitués de papier filtrant en tissus de coton ou en fibre de verre. Dans ces filtres «séparateurs d'eau», le procédé de séparation se déroule en deux étages. Le premier étage est celui de la coalescence, où d'abord les solides sont retenus, et parallèlement commence la séparation d'émulsion. Le mélange carburant/eau traverse ensuite la partie coalescente enroulée, ainsi les petites gouttelettes d'eau sont coalescées et forment des grosses gouttes, qui par leur poids spécifique descendent dans le réservoir pour vidange [6].

La qualité du kérosène produit par la raffinerie d'Alger semble être altérée par un dysfonctionnement du précipitateur D109. En outre, le manque de maîtrise des variables opératoires, imposées par le procédé, rend la tâche quelque peu délicate, pour l'obtention d'un produit de qualité.

En réalité, la quantité d'eau présente dans le kérosène produit par la raffinerie d'Alger paraît tellement importante, qu'il est indispensable de prévoir périodiquement une purge manuelle,

au niveau des bacs de stockage. Une décantation d'eau est généralement obtenue après quelques jours de stockage.

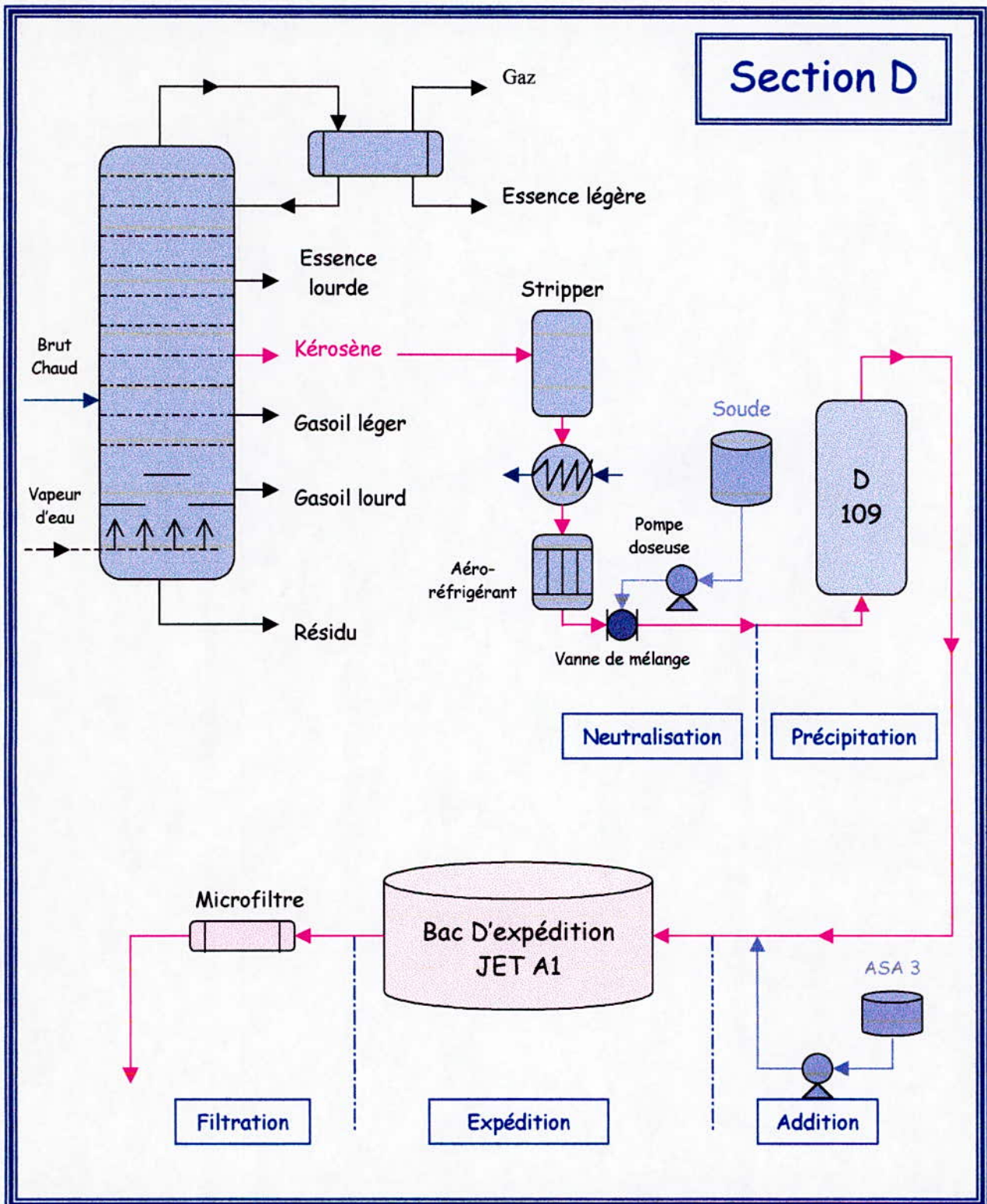


Figure 2 : Procédé de la section D à la raffinerie d'Alger [6].

I. 2. 2. Conditions opératoires du précipitateur D109

Le précipitateur D109 fonctionne dans les conditions suivantes.

a. Débit

Le débit opératoire est limité au maximum à 37 m³/h. Il représente une vitesse ascensionnelle dans les cellules (électrodes soumises à une haute tension) de 40 cm/min, qu'il y a lieu de ne pas dépasser afin d'éviter un entraînement de la phase dispersée dans les hydrocarbures. L'opération à débit réduit implique une prolongation du temps de séjour, et par conséquent, une amélioration du produit [6].

b. Pression

La pression doit être suffisante pour maintenir le produit à traiter en phase liquide dans l'appareil, ce dernier fonctionne à 3 ou à 8 kg/cm² [6].

c. Température

La température de fonctionnement doit être de 40°C. Une variation brusque de la température peut engendrer la formation d'émulsion stable au niveau de l'interface [6].

d. Soude

La soude doit être préparée à base d'une eau de qualité, et ne doit pas donner naissance à des émulsions. Le bac de soude doit être purgé de temps à autre afin d'en éliminer toutes les impuretés [6].

La quantité de soude anhydre consommée est fonction du débit et de l'indice d'acidité du produit à traiter. La plage de concentration, de la soude, en usage à la raffinerie d'Alger se situe entre 2 et 5 % pondéral [6].

f. Pertes de charge à travers la vanne de mélange

Un bon traitement à la soude nécessite un bon mélange des deux phases, grâce à la vanne de mélange. Réglée durant la marche par rapport aux résultats d'analyse obtenus, sur le produit de sortie (acidité, point de trouble), la perte de charge doit être maintenue constante [6].

I. 2. 3. Elimination de l'eau par le procédé électrique

Le précipitateur D109 comprend un dispositif d'élimination d'eau, à l'aide d'un procédé électrique, qui se compose de :

a. Un réservoir

Le réservoir vertical est conçu de façon à recevoir et accommoder les différents équipements qui lui sont assujettis. Les dimensions sont déterminées par les impératifs du process (capacité de l'unité, température et pression de service) [6].

b. Equipement interne

L'équipement interne est réalisé de façon à réduire, au maximum, les pertes de charge. La distribution de l'émulsion est radiale sur toute la section de l'appareil ; la vitesse du produit à la sortie du distributeur est prédéterminée afin d'obtenir une répartition optimale, du produit sans engendrer d'émulsification supplémentaire. Il se compose notamment d'un collecteur de soude usée, des électrodes de prétraitement et des cellules de coalescence [6].

Le collecteur de soude usée est équipé d'une plaque positionnée de telle façon à éviter la formation de courants préférentiels. Les électrodes de prétraitement sont deux grilles horizontales et parallèles situées dans la partie inférieure de l'appareil ; la distance qui les sépare peut être ajustée lors du montage. Leur rôle est de coalescer la phase dispersée. Les cellules de coalescence (électrodes principales) sont constituées d'un ensemble de cellules verticales de 165mm de côté. Le champ électrique maintenu dans chaque cellule par l'application d'une tension élevée et ajustable, compris entre 10 et 30 kVolts (en courant continu) permet la coalescence des particules les plus fines de la phase dispersée [6].

I. 3. Les effets néfastes de l'eau

Dans les opérations de stockage et de distribution, l'élimination de l'eau est un souci permanent. Les principaux problèmes liés à sa présence éventuelle dans le carburant sont les suivants :

- La formation de microcristaux de glace à partir de 0°C risque de colmater les filtres et les canalisations.
- L'humidité constitue un facteur aggravant de la corrosion (pipe-lines, cuves, réservoirs et équipements de l'avion) diminuant d'autant la durée de vie des installations. Les débris solides provenant de cette dégradation peuvent de plus perturber l'alimentation en carburant des moteurs.
- L'eau favorise la prolifération de micro-organismes à l'interface avec le carburéacteur. Outre les risques de colmatage dus à la croissance des bactéries ou de champignons, les micro-organismes peuvent générer des substances corrosives susceptibles d'attaquer les métaux ou les revêtements synthétiques. Ils produisent également des produits surfactants qui rendent difficile l'élimination de l'eau [3].
- L'absorption des additifs antistatiques par les gouttelettes d'eau, peut provoquer la saturation des filtres et, par conséquent, leurs remplacements fréquents [6].

I. 4. Aptitudes du kérosène à relâcher l'eau

A la sortie de la raffinerie, le carburéacteur est généralement exempt d'eau libre et ne contient qu'une faible quantité d'eau dissoute. Mais l'humidité de l'air et la respiration des bacs contribuent à une introduction permanente d'eau dans le produit. Aussi pour favoriser les opérations de décantation et de filtration, on est conduit à déterminer l'aptitude du carburéacteur à relâcher l'eau qu'il contient.

Une première méthode (ASTM D1094) est destinée à détecter la présence de composés miscibles à l'eau et leur influence sur l'interface eau-hydrocarbure. La seconde méthode figurant dans les spécifications permet de mesurer l'aptitude du carburéacteur à relâcher l'eau en passant à travers un milieu coalescent. C'est la détermination du *Water Separation Index Modified* (WSIM), décrite dans la norme ASTM D 2550. Le WSIM du JET A1 doit être supérieur à 85 ; cette limite peut être réduite à 70 si le carburéacteur contient un additif

antistatique, qui a pour effet de diminuer la coalescence de l'eau. En outre, il existe une autre méthode similaire (ASTM D 3948) qui utilise un appareil portable facilitant les contrôles sur le terrain, l'indice déterminé (variant de 0 à 100) est le *Micro Separometer Surfactants* (MSEP) relié au WSIM par la relation empirique suivante : $MSEP = 0.60 \text{ WSIM} + 40$ [3].

L'importance des spécifications exigées du kérosène, et plus précisément la nécessité d'obtenir un produit exempt d'eau a été mise en évidence.

L'inadaptation et l'inefficacité des installations d'élimination déjà existantes à la raffinerie d'Alger, pour l'élimination des traces d'eau, amènent souvent au recours aux filtres. Par conséquent, il nous a semblé intéressant de concevoir un filtre à base d'un matériau poreux, local tel que le kieselguhr.

CHAPITRE II : LE KIESELGUHR

CHAPITRE II :

LE KIESELGUHR

Le kieselguhr, acide silicique naturel [8], appelé encore silice fossile, farine fossile, terre de diatomées (ou d'infusoires), diatomite, tripoli, terre de Moler (en raison de certaines provenances), il est constitué par l'amoncellement de microscopiques frustules de diatomées (figure 3). Ces frustules sont elles-mêmes constituées de silice hydratée et sont mélangées d'une plus ou moins grande quantité d'argile [1]. A ce propos, il faut noter que les diatomites algériennes ne contiennent pas d'argile [12]. Une silice légère (silice globulaire) confondue généralement avec la terre de diatomées, est employée aux mêmes usages [1].

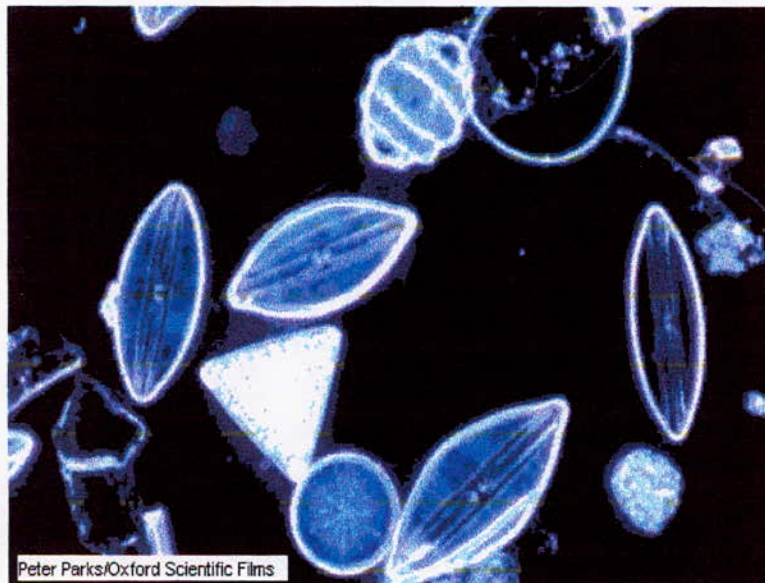


Figure 3 : Diatomées [10]

II. 1. Spécifications

Le kieselguhr est une matière ressemblant à la craie, farineuse, peu compact, de couleur blanche, verdâtre ou rougeâtre [8]. Ses spécifications sont les suivantes.

II. 1. 2. La densité absolue

La densité absolue du kieselguhr varie entre 1.9 et 2.3, elle est analogue à celle de l'opale qui forme également une silice hydratée [5].

II. 1. 3. La densité apparente

La densité apparente constitue, dans beaucoup de cas, un facteur important dans la détermination de la qualité. La densité apparente du kieselguhr peut s'établir de la façon suivante.

La roche préalablement réduite en poudre, est séchée pendant 48 heures dans une étuve à air, chauffée à 100/110°C. La densité apparente doit être prise sur le poids d'un litre dans des conditions de tassement bien déterminées. Pour se trouver exactement dans ces conditions, on utilisera l'appareil préconisé par la commission des Méthodes d'Essais (appareil Le Chatellier). On arrêtera le remplissage lorsque le kieselguhr atteindra le bord du litre du récipient préconisé, et on enlèvera l'excès de matière en faisant glisser l'arête d'une règle plate sur ce bord, puis on pèsera. On prendra comme densité apparente la moyenne de cinq essais [5].

II. 1. 4. Le point de fusion

Le point de fusion du kieselguhr est de 1500 à 1600°C. Pour certaines qualités impures, le point de fusion descend à 1200 et 1300°C. Le point de ramollissement est généralement de 1100°C, On admet qu'une diatomite de qualité moyenne n'offre aucune modification de forme, volume et aspect, jusqu'à la température de 871°C [5].

II. 1. 5. Indice de réfraction

L'indice de réfraction de la diatomite est variable, mais se trouve généralement compris entre 1.44 et 1.46 [5].

II. 1. 6. Porosité et pouvoir absorbant

Dans la plupart des diatomites, les propriétés poreuses et d'absorption varient avec la densité apparente. La porosité d'une diatomite de bonne qualité varie entre 80 et 85%. Plus la densité apparente est petite, plus le pouvoir absorbant sera grand [5].

Le pouvoir absorbant d'un bloc de kieselguhr peut être déterminé en séchant celui-ci à fond, en le pesant et en le saturant ensuite d'eau, puis en le pesant de nouveau. La différence correspond à l'eau désorbée et peut être traduite en pourcentage du poids initial ou comme coefficient d'absorption, qui constitue l'expression en centimètres cubes d'eau absorbée par gramme de produit sec [5].

II. 1. 7. La chaleur spécifique

La chaleur spécifique du kieselguhr est en moyenne de 0.25 [cal / kg°C] [5].

II. 2. Les principaux gisements de kieselguhr en Algérie

Des gisements de réserves importantes se situent sur une vaste étendue, depuis l'ouest d'Oran jusqu'au sud de Rabelais (ancienne mer sahélienne). L'épaisseur des couches varie entre 20 et 50 mètres [5], notamment à Ouillis qui est situé à 34 km au nord-est de Mostaganem [16], Cassaigne (Sidi-Ali), Pont du Chélif, Saint-Aimé, Perrégaux (Mohammedia), Saint-Denis du Sig (Sig) et Saint-lucien (Aïn Larbâa) [5].

Les gisements les plus importants sont : le gisement de Ouillis et le gisement de Grimez, actuellement en exploitation, appelé Tallaït, à Sig [12].

Contrairement au gisement de Sig où l'exploitation est souterraine, le gisement de Ouillis était exploité à ciel ouvert [16]. L'extraction à ciel ouvert est entreprise quand les gisements ont une certaine épaisseur, et dès que les stériles qui recouvrent les gisements, marne, sable et gravier, ont été enlevés, le plus souvent mécaniquement [8].

Le gisement de Ouillis est un dépôt marin [16]. Les couches de diatomées marines sont constituées par une roche très riche en silice (Ouillis : 90%) [5, 12].

II. 3. Domaines d'utilisation du kieselguhr

Les utilisations du kieselguhr sont résumées sur le tableau 1 :

Tableau 1 : Les utilisations du kieselguhr [8]

Domaines d'application		
Comme agent d'épuration, de décoloration, de clarification et de filtration	Traitement de l'eau (eau potable, eau industrielle, effluents)	
	Epuraton et clarification de solutions aqueuses	Solutions de sels organiques
		Solutions de combinaisons organiques à poids moléculaire élevé (colle, gélatine, vitamines...)
		Acides minéraux
		Jus de fruits
		Produits de l'amidonnerie et de la sucrerie
		Mélanges de l'industrie des denrées alimentaires
	Traitement des boissons alcooliques (bière, vins, spiritueux)	
	Traitement de solutions de produits organiques	Produits unitaires
		Mélanges (par exemple laques et résines)
Traitement d'huiles synthétiques et minérales		
Comme agents porteurs et agents de magasinage	Comme catalyseurs et supports de catalyseurs de réactions chimiques	
	Comme supports de substances réactionnelles (protection contre les gaz)	
	Pour la lutte contre les nuisances	
	Piles galvaniques et batteries	
Comme charges	De couleurs minérales et de laques de couleurs	
	En cosmétique	
	En papeterie	
Comme base de produit chimiques	Industrie chimique	
	Verrerie	
	Industrie du bois	
	Industrie du bâtiment	
	Industrie des abrasifs	
	Fabrication de matières plastiques	
Industrie des explosifs		

II. 4. Le kieselguhr en filtration

Le kieselguhr demeure un agent de filtration dont l'usage est des plus répandus.

II. 4. 1. Aptitudes du kieselguhr pour la filtration

Les aptitudes du kieselguhr pour la filtration sont les suivantes [5] :

- a. Son poids spécifique est tel qu'il reste suffisamment longtemps en suspension dans le liquide, ce qui lui permet de rester uniformément réparti dans la masse à filtrer au moment du passage dans le filtre.
- b. Ses propriétés filtrantes sont très développées par suite même de sa porosité.
- c. Sa composition chimique le classe parmi les produits inertes et elle n'a aucune influence sur les qualités physiques ou chimiques du produit à filtrer.

Comme agent de filtration, le kieselguhr est utilisé non seulement dans la clarification des liquides, mais également dans le but d'activer la filtration et de donner, conséquemment, une capacité de filtration plus grande à l'installation. Il semble que la pureté du kieselguhr forme le facteur le plus important [5].

L'ennemi d'une bonne filtration est incontestablement l'argile. Une diatomite chargée d'alumine doit être très nettement rejetée. L'alumine et l'oxyde de fer réunis représentent 40% du poids de l'argile [5].

Parmi les impuretés contenues dans les diatomites, il faut tenir compte non seulement de l'alumine, mais également du fer, des sels solubles et du sable [5]. Si le kieselguhr renferme des matières organiques, il faut le calciner [12].

Les carbonates de chaux et de magnésie ne sont nuisibles que lorsqu'il s'agit de filtrer des liqueurs acides [5].

II. 4. 2. Utilisation du kieselguhr pour la rétention de l'eau et des émulsions

La flottation, les filtres à tissus et les dispositifs similaires filtrent très mal les émulsions, si bien que coagulation chimique ou floculation suivie d'une filtration sur anthracite ou sur sable est préférée [4].

Il est bien établi que des filtres à base de diatomite ont été utilisés avec succès pour la rétention de l'eau et des émulsions [4]. Des filtres spéciaux de diatomite mélangée avec de l'amiante, pour s'assurer qu'il n'y aura pas d'entraînement de particules dans le filtrat, ont donné des résultats satisfaisants [13]. Si le filtrat ne contient qu'une quantité insignifiante (1 ou 2 ppm) du condensât et qu'il n'y a pas une quantité importante de solides en suspension devant être extraite, la filtration sur ce genre d'installation peut être réalisable sans aucun additif. Cependant, de la diatomite supplémentaire est continuellement rajoutée au condensât devant être filtré [13, 4].

En outre, la diatomite est utilisée pour la filtration des huiles de vaseline et de paraffine ; ce procédé de filtration se fait généralement en deux étapes : Une première filtration sur diatomite est effectuée afin d'enlever toutes les matières colloïdales et l'eau. Suivie d'une deuxième, sur un mélange de diatomite avec un agent de décoloration (terre à foulon, terre activée, etc.). Le poids diatomite équivaut à 20 à 25% de celui du décolorant. Ce mélange est ajouté à l'huile au moment du traitement [5].

La deuxième filtration produit donc la décoloration, et le kieselguhr servira à accélérer la filtration et permettra l'emploi d'une pression moins forte, tout en prolongeant les cycles de filtration et la durée de vie de la toile [5].

L'origine, les particularités et les aptitudes du kieselguhr pour la filtration ont été mises en évidence.

Il en ressort donc qu'il est important de tenir compte des caractéristiques spécifiques du matériau lors de son traitement, afin de permettre l'obtention d'un filtre adéquat et adapté à l'objectif de l'élimination des traces d'eau.

CHAPITRE III :
TRAITEMENT DES
MATERIAUX A ETUDIER

CHAPITRE III :

TRAITEMENT DES MATERIAUX A ETUDIER

Pour parer au problème de la présence d'eau en trace dans le kérosène produit par la raffinerie d'Alger, nous avons tenté de concevoir un filtre à base de diatomite algérienne. Il s'agit de deux échantillons différents, provenant de Sig et de Mostaganem, dénommées respectivement GS-I_A et OBK.

Suite aux résultats de leur caractérisation [12], nous avons suivi pour leur traitement, la méthode d'Atanassov [7]. Ce traitement comprend deux étapes : la première étant un lavage à l'acide chlorhydrique à 10%, suivi d'une filtration sous vide et d'un lavage à l'eau jusqu'à PH neutre. Cette option de lavage à 10% d'HCl vise à éliminer partiellement la constitution minérale du matériau, en vue de rendre sa surface plus active pour l'élimination de l'eau. La deuxième étape consiste à calciner le matériau résultant du lavage en présence de fondants.

III. 1. Importance de l'activation du kieselguhr

La filtration est un procédé important, ce qui a poussé les producteurs américains d'abord et les Allemands ensuite, à se pencher sur la production d'une qualité spéciale de diatomite qui, par son traitement et par son activation, c'est à dire par l'amélioration de toutes ses qualités physiques, donne à l'industrie le produit filtrant nécessaire et recherché [5].

Le traitement du kieselguhr vise à éliminer les impuretés qu'il contient, à augmenter la porosité et surtout à éliminer l'oxyde de fer nuisible à la plupart des filtrations. Les avantages de ce traitement sont constitués par une clarification très améliorée du produit à filtrer, une vitesse de filtration accélérée et un rendement accru de la surface filtrante [5].

L'étude de la filtration au moyen des diatomites activées a donné des résultats concluants, si bien que la plupart des industries ont basé tout le problème de leurs filtrations sur l'utilisation de ces diatomites spécialement traitées [5].

Les facteurs ayant une action directe sur le pouvoir filtrant sont : la formation moléculaire, la dimension des grains ainsi que le pouvoir absorbant, la densité réelle et apparente, la porosité et la vitesse de décantation [5].

Calcinée à une température de 6 à 700 °C, la diatomite offre le maximum de porosité et son pouvoir absorbant des liquides et des gaz se trouve au point le plus développé. Aux températures plus élevées, la diatomite se rétracte et la densité apparente augmente avec la température pour arriver à la densité absolue de 2.3 environ au point de fusion. Au-delà de 871°C, la diatomite se transforme en trydimite et ensuite en cristobalite [5].

Le plan adopté pour le traitement des échantillons est expliqué par la figure 4.

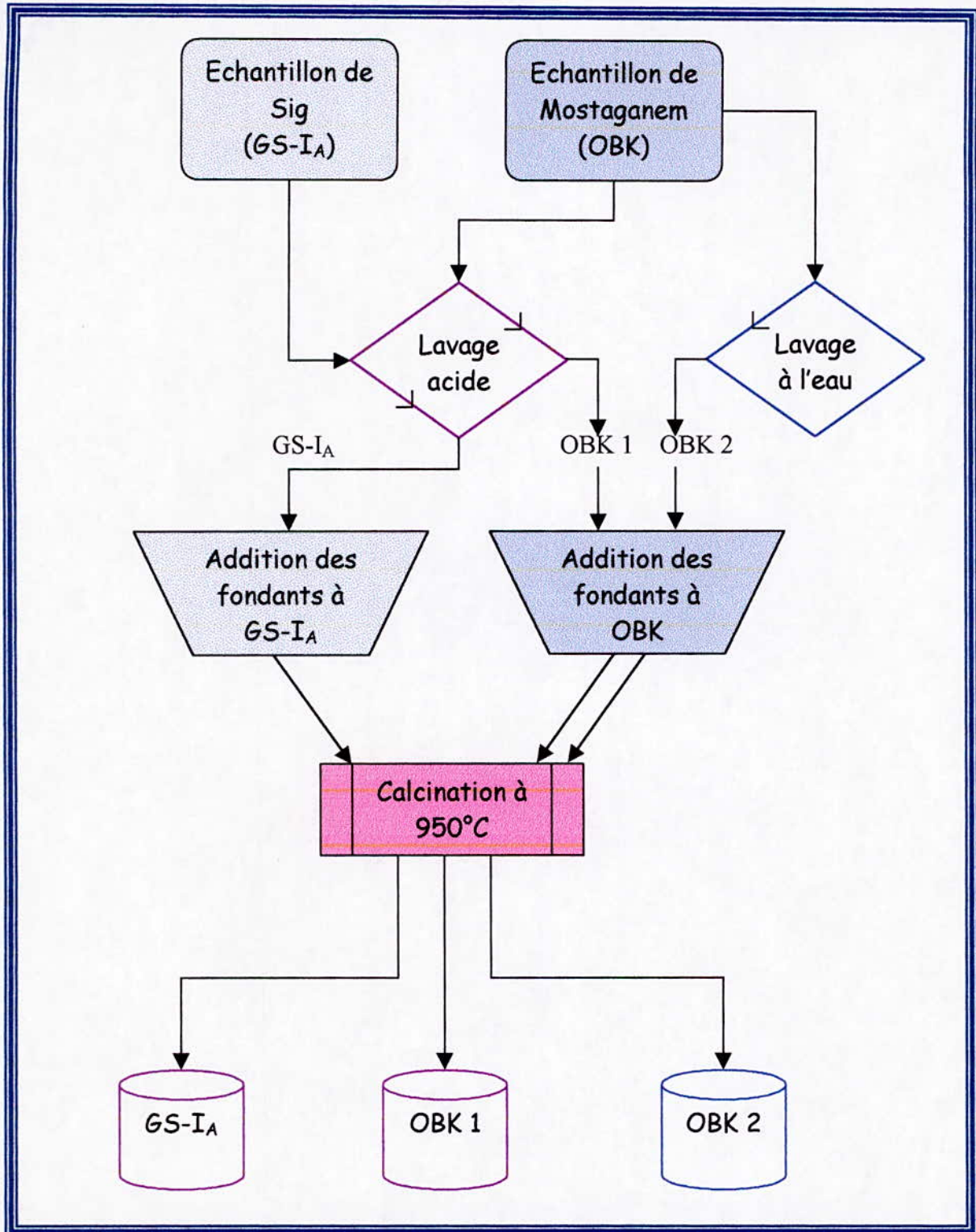


Figure 4 : Protocole opératoire du traitement des matériaux

III. 2. Le lavage acide

Le lavage acide vise à éliminer les minéraux de surface qui peuvent boucher les pores du matériau, et empêcher l'écoulement à travers ce dernier.

II. 2. 1. Préparation des échantillons

Le kieselguhr est concassé, finement broyé et tamisé. Le tamisage nécessite un chauffage préalable dans une étuve. La fraction recueillie est de 100 / 125 μm .

II. 2. 2. Protocole opératoire

L'échantillon étudié est attaqué à chaud à l'acide chlorhydrique à 10% pendant trois heures, la vitesse d'agitation est comprise entre 300 et 350 tours par minute (figure 5).

A la fin de cette opération, le mélange est filtré sous vide et lavé à l'eau distillée jusqu'à PH neutre. Enfin, le gâteau obtenu est séché dans une étuve à 100°C.

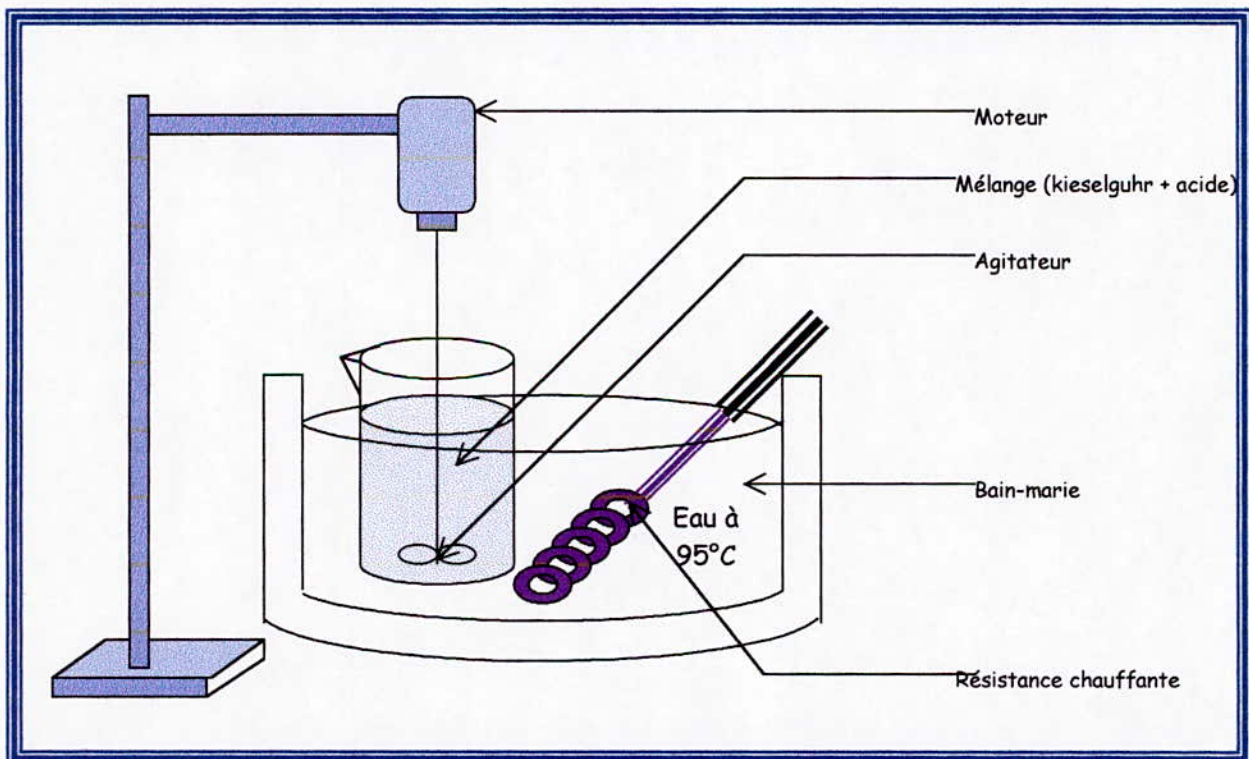


Figure 5 : Conditions opératoires du lavage acide

III. 3. Le lavage à l'eau distillée

Dans le but de rendre moins onéreux le traitement du kieselguhr, nous avons directement tenté un lavage à l'eau distillée, de l'échantillon de Mostaganem, sans lavage acide préalable. Les critères motivant le choix de cet échantillon pour ce traitement sont liés à sa porosité plus élevée à l'état naturel, par rapport à celui de Sig. Des essais à blanc l'ont confirmé.

III. 3. 1. Protocole opératoire

Après essais préliminaires, nous avons pris une quantité déterminée de diatomite dans un bêcher, à laquelle nous avons ajouté de l'eau distillée tiède, nous avons ensuite chauffé le mélange jusqu'à 90°C, sans agitation.

Le mélange obtenu a subi une filtration, un lavage à l'eau distillée tiède, ainsi qu'un séchage, analogues à ceux du protocole opératoire précédent.

III.4. Calcination de matériaux obtenus

La calcination est effectuée par la méthode volume à volume, en mode statique. Elle consiste à convertir la masse de la prise d'essais à calciner en volume calculé par la relation « $m = \rho \cdot V$ », et d'y ajouter le volume équivalent en solution de fondants.

Pour faire aboutir la calcination, il est impératif de tenir compte du mode d'imprégnation. Une bonne imprégnation implique un rendement élevé de la réaction de conversion par calcination des phases amorphes en α -cristobalite.

III. 4. 1. Préparation de fondants

La solution de fondants est préparée à base de carbonate de sodium (Na_2CO_3) et de carbonate de potassium (K_2CO_3). Sa concentration dépend du matériau à traiter. Pour l'échantillon de Sig (GS-I_A), nous avons utilisé une solution à 5% en masse, alors que pour celui de Mostaganem (OBK), nous avons pris 7.5% en masse [12].

III. 4. 2. Protocole opératoire

Après essai préliminaire, le mélange est introduit, dans un four préalablement chauffé à 950°C, dans des creusets en céramique. Après trois heures de calcination en présence de fondants, les échantillons sont retirés.

III. 5. Mesure des densités des échantillons

Chaque mesure a nécessité trois essais, la moyenne des trois essais est retenue.

III. 5. 1. Densités de la diatomite

Les densités des matériaux obtenus ont été mesurées par la méthode des pesées.

a. Densité apparente

Nous avons utilisé pour cette mesure une éprouvette de 10 ml, dans laquelle nous avons introduit notre poudre ; nous avons donc obtenu après tassement, une masse de kieselguhr broyé équivalente à un volume de 10 ml.

La valeur de la densité sera égale au rapport (*masse de 10 ml de poudre / masse de 10 ml d'eau*).

b. Densité totale (absolue)

En utilisant une éprouvette de 10 ml, nous avons suivi le protocole opératoire suivant.

- Prélever une masse déterminée de poudre (du matériau) dans une éprouvette
- Compléter, à l'aide d'une burette la quantité d'eau nécessaire pour atteindre 10 ml ; Il est impératif d'attendre que l'eau ait pénétré tous les pores (une agitation pourrait être nécessaire). Noter ensuite, le volume indiqué par la burette
- Prendre la masse du mélange ainsi obtenu

Ayant le volume total (V_T), le volume ajouté (V_a), la masse totale (m_T) ainsi que la masse du matériau sous forme de poudre (m_m), nous pouvons adopter le raisonnement suivant :

$$m_T = m_m + m_{eau}$$

$$\rho_T = m_T / V_T = (m_m + m_{eau}) / V_T$$

$$\Rightarrow m_m = \rho_T \cdot V_T - m_{eau}$$

C'est à dire

$$\rho_m \cdot V_m = \rho_T \cdot V_T - \rho_{eau} \cdot V_{eau}$$

D'où

$$\rho_m = \frac{\rho_T \cdot V_T - \rho_{eau} \cdot V_{eau}}{V_t - V_{eau}}$$

La densité totale sera donc exprimée comme suit :

$$d_T = \frac{\rho_m}{\rho_{eau}} = \frac{\rho_T \cdot V_T - \rho_{eau} \cdot V_{eau}}{\rho_{eau} \cdot (V_T - V_{eau})}$$

La présence de certains éléments solubles dans l'eau, dans la diatomite n'ayant pas subit de lavage, rend ce type de mesure de la densité totale inadéquate. Nous n'avons donc pu mesurer que la densité totale du kieselguhr après lavage, supposant que celui-ci a éliminé, en grande partie, les particules susceptibles de passer en solution dans l'eau.

III. 5. 2. Densité des filtrats

Pour mesurer ces densités, nous avons utilisé un pycnomètre.

III. 6. Analyse chimique par spectrométrie d'absorption atomique

La spectrométrie d'absorption atomique est une méthode d'analyse quantitative, qui permet l'analyse minérale des éléments en solution [15].

Tout instrument d'absorption atomique contient les mêmes éléments de base (figure 6), à savoir : une source de lumière primaire, un système pour moduler le rayonnement provenant de la source, un atomiseur, un monochromateur est un détecteur couplé à un système électronique pour enregistrer et traiter les signaux [15].

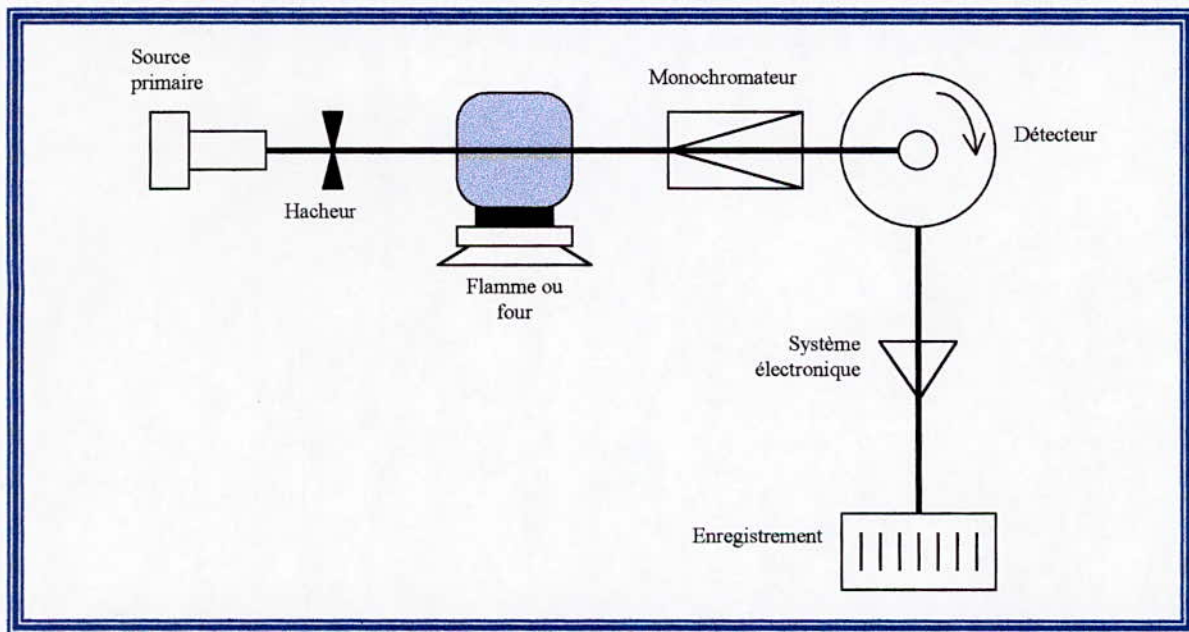


Figure 6 : schéma du principe de la spectrométrie d'absorption atomique [15]

Le principe est le suivant : une radiation caractéristique de l'élément à doser de longueur d'onde λ_0 et d'intensité I_0 est émise. Lors du passage de ce rayonnement au travers du nuage électronique produit par l'atomiseur, les atomes à l'état fondamental peuvent absorber de la lumière, de telle sorte qu'à la sortie du nuage, l'intensité lumineuse soit égale à I ; sans variation de la longueur d'onde. Les atomes qui sont passés à l'état excité reviennent très rapidement à l'état fondamental, en émettant des radiations de même longueur d'onde λ_0 . Le monochromateur sert à éliminer les radiations autres que celles de longueur d'onde λ_0 . Les signaux sont finalement détectés et enregistrés. Cette méthode a recours à un étalonnage [15].

L'appareil utilisé pour l'analyse de nos échantillons et solutions de lavage est de marque *Perkin-Elmer 800 B*.

III. 7. Analyse par diffraction-RX

C'est une méthode d'analyse semi-qualitative qui permet de renseigner sur la nature des structures des cristaux en présence [14].

Le principe de la diffraction-RX est le suivant (voir figure 7) : l'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière donne naissance à une émission dans toutes les directions, d'un rayonnement de même longueur d'onde et de phase cohérente. Les ondes diffractées dépendent de la structure atomique de la matière [14].

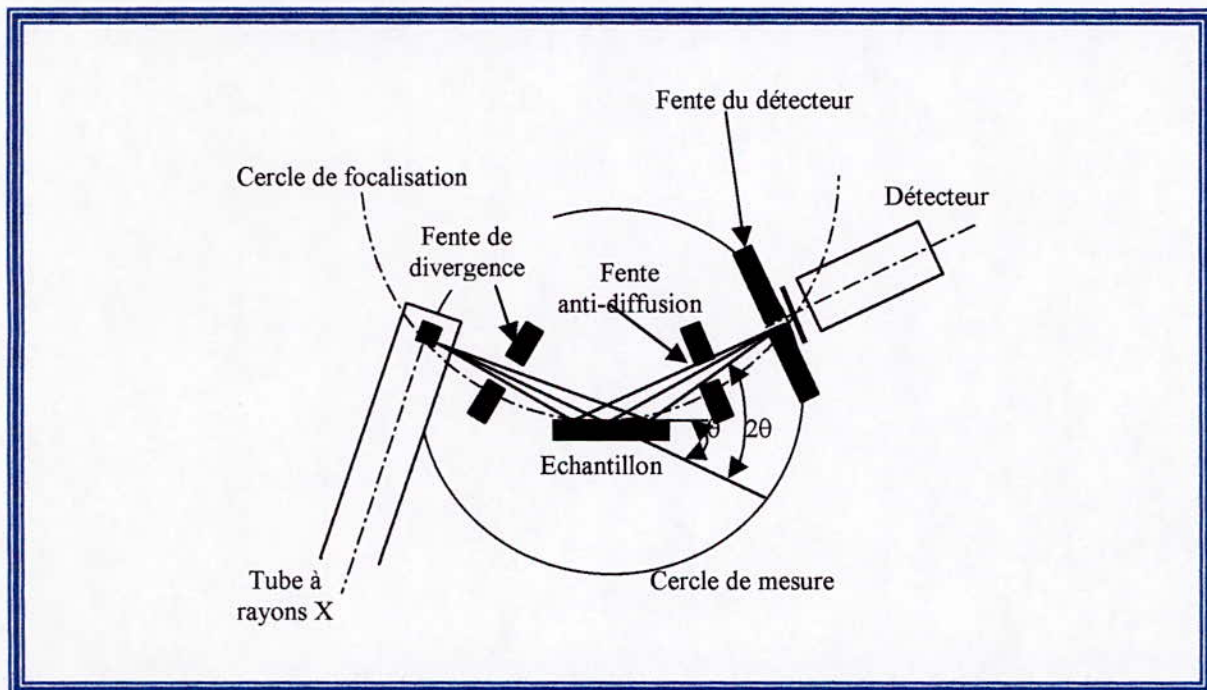


Figure 7 : Schéma d'un diffractomètre

Nous avons fait appel à cette méthode pour analyser les échantillons avant et après leur calcination. Le but de cette analyse est donc de vérifier s'il y a eu conversion des phases amorphes en α -cristobalite, comme il est rapporté par la bibliographie [5].

L'appareil utilisé pour l'analyse de nos échantillons est un diffractomètre pour poudre de marque *Phillips PW 170*.

III. 8. Résultats et discussion

Les résultats de mesure des densités des deux échantillons traités sont rapportés dans les tableaux 2 et 3 :

Tableau 2 : Densités apparentes des échantillons GS-I_A et OBK

GS-I _A		OBK	
Avant lavage	Après lavage	Avant lavage	Après lavage
0.277	0.278	0.439	0.380
0.299	0.241	0.469	0.417
0.284	0.292	0.392	0.452
Moyenne des densités			
0.287	0.270	0.433	0.418

Les valeurs rapportées dans le tableau 2 semblent conformes à la fourchette de comparaison citée en bibliographie. En effet, nous constatons une diminution de la densité apparente après lavage, ce qui pourrait porter à croire qu'il y a eu augmentation de la porosité et élimination des éléments de surface.

Ces résultats montrent aussi que le kieselguhr en provenance du gisement de Ouillis (région de Mostaganem) présente une densité apparente supérieure à celle de celui de Sig.

Tableau 3 : Densités totales des échantillons GS-I_A et OBK

GS-I _A	OBK
1.479	2.141
1.718	2.458
1.504	2.357
Moyenne des densités	
1.594	2.319

Les valeurs du tableau 3 nous renseignent sur l'ordre de grandeur des densités totales de nos échantillons.

Les résultats de mesure des densités de filtrats sont consignés dans le tableau 4 :

Tableau 4 : Densités des filtrats obtenus après lavage acide

GS-IA	OBK
1.182	1.180
1.183	1.175
1.180	1.176
Moyenne des densités	
1.182	1.177

Les résultats du tableau 4 montrent que la densité moyenne du filtrat issu du lavage de l'échantillon de Sig est supérieure à celle du filtrat obtenu par lavage de l'échantillon de Mostaganem. Si l'on suppose que l'acide utilisé avait la même densité pour chaque lavage et que le volume d'eau évaporé pendant les lavages était le même ; il semblerait alors qu'il y ait eu passage d'une quantité plus importante d'éléments (ou d'éléments ayant une densité plus élevée), lors du lavage de l'échantillon de Sig. Cela montre aussi que le lavage acide a bien attaqué les éléments de surface et les a éliminés.

Les masses des prises d'échantillons avant et après lavages, ainsi que les rendements massiques sont rapportés sur le tableau 5.

Tableau 5 : Lavage des échantillons étudiés.

Traitement	Matériau	Masse initiale (g)	Masse finale (g)	Rendement massique (%)
Lavage à l'acide chlorhydrique à 10%	GS-IA	150	116.41	77.61
		100	79.79	79.79
		170	133.03	78.26
		130	103.41	79.55
	OBK	170	133.16	78.33
		140	-	-
		110	92.61	84.19
		110	95.68	86.98
Lavage à l'eau distillée	OBK	30	25.55	85.16
		120	103.76	86.47
		120	101.35	84.46

On peut constater que les rendements massiques des lavages varient entre 77 et 87%.

Les résultats figurant sur le tableau 5 semblent confirmer ceux obtenus par les mesures de densités. La différence de masse peut être expliquée, mis à part les pertes lors des manipulations, par un passage d'éléments de surface en solution. L'élimination de ces éléments a donc bien eu lieu.

Les caractéristiques des échantillons calcinés sont rapportés dans le tableau 6.

Tableau 6 : Caractéristiques observées avant et après calcination

Caractéristiques	Avant calcination			Après calcination		
	GS-IA	OBK 1	OBK 2	GS-IA	OBK 1	OBK 2
Couleur	Blanc	Brun	Brun	Blanc	Blanc rosâtre	Blanc rougeâtre
Consistance après broyage	Farineuse			Cristalline		

Nous avons pu observer que les échantillons ont changé de couleur et de consistance, ils semblent avoir subi une conversion de structure.

Tableau 7 : Bilans massiques de la calcination

matériau	Masse initiale (g)	Masse finale (g)	Rendement massique (%)
GS-IA	150	146.65	97.70
	200	194.36	97.18
	50	48.67	97.35
OBK 1	130	126.52	97.32
	110	107.71	97.92
	70	68.23	97.47
OBK 2	110	108.70	98.82
	90	87.86	97.62
	10	9.66	96.60

Les masses initiales données par le tableau 7, sont celles des échantillons avant imprégnation. La calcination a vraisemblablement donné lieu à une perte de masse. Les rapports de masses, sont très proches, la perte de masse est presque la même pour tous les échantillons.

Les résultats de l'analyse chimique sont rapportés dans le tableau 8

Tableau 8 : Analyse chimique des échantillons de kieselguhr lavés

Matériau	Traitement	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	K ₂ O (%)	Na ₂ O (%)
GS-I _A	Lavage acide	86.88	2.6	0.77	0.24	0.37	0.45	0.24
OBK 1	Lavage acide	91.38	3.70	0.67	0.08	0.20	0.50	0.20
OBK 2	Lavage à l'eau	83.50	3.45	1.38	0.08	0.18	0.45	0.24

Ces résultats portent à croire que le lavage acide augmente la teneur en silice, vu la différence des teneurs en silice des deux échantillons de Mostaganem. En outre, la teneur en silice de l'échantillon de Mostaganem à l'état brut est de 90% [16]. Une augmentation de la teneur en silice semble avoir eu lieu, impliquant par conséquent, une élimination des éléments de surface.

L'échantillon en provenance ce Sig paraît contenir, après lavage, moins d'alumine que les deux autres échantillons.

Le lavage à l'eau semble avoir moins de d'effet sur l'élimination de l'oxyde de fer, la teneur en Fe₂O₃ des deux échantillons de Mostaganem varie du simple au double.

Enfin, les sommes des pourcentages ne sont pas égales à 100, il faut donc tenir compte d'autres éléments et impuretés existant dans ces échantillons.

Tableau 9 : Analyse chimique des filtrats issus du lavage acide des échantillons

Filtrat issu du lavage acide de	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	K ₂ O (%)	Na ₂ O (%)
GS-I _A	0.006325	0.008250	0.050250	0.117500	0.022750	0.001400	0.002600
OBK	0.004375	0.072000	0.010000	0.000525	0.008750	0.002500	0.007550

A première vue, les filtrats semblent contenir, en teneurs différentes, des éléments propres aux échantillons de kieselguhr.

Les teneurs en oxyde de fer sont relativement importantes, cela porte à croire que l'acide chlorhydrique attaque cet élément en priorité, l'alumine est classée en second lieu.

D'après les valeurs mentionnées dans les tableaux 8 et 9, l'échantillon en provenance de Sig paraît contenir une quantité de Chaux importante, relativement à celui de Mostaganem.

Tableau 10 : Analyse chimique, du kieselguhr lavé avant et après calcination.

matériau	Traitement	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	K ₂ O (%)	Na ₂ O (%)
GS-I _A	Lavage acide	86.88	2.6	0.77	0.24	0.37	0.45	0.24
	Calcination	82.75	2.50	0.64	0.15	0.29	4.20	1.36
OBK 1	Lavage acide	91.38	3.70	0.67	0.08	0.20	0.50	0.20
	Calcination	89.88	3.90	0.85	0.17	0.24	4.20	1.63
OBK 2	Lavage à l'eau	83.50	3.45	1.38	0.08	0.18	0.45	0.24
	Calcination	81.83	3.40	0.85	0.09	0.20	4.50	1.96

Nous pouvons remarquer, en premier lieu que les sommes des pourcentages n'atteignent pas un total de 100, cela pourrait s'expliquer par les pertes au feu qui n'ont pas été effectuées.

Les matériaux semblent s'être enrichis en sodium et en potassium, en cours de calcination ; cela est certainement dû à l'addition de fondants et pourrait expliquer la baisse de la teneur en silice.

Les autres éléments ne paraissent pas affectés par la calcination. L'influence majeure de celle-ci ne doit s'exprimer que par une conversion de la structure.

Les résultats obtenus par diffraction-RX sont représentés sur les figures 8 et 9.

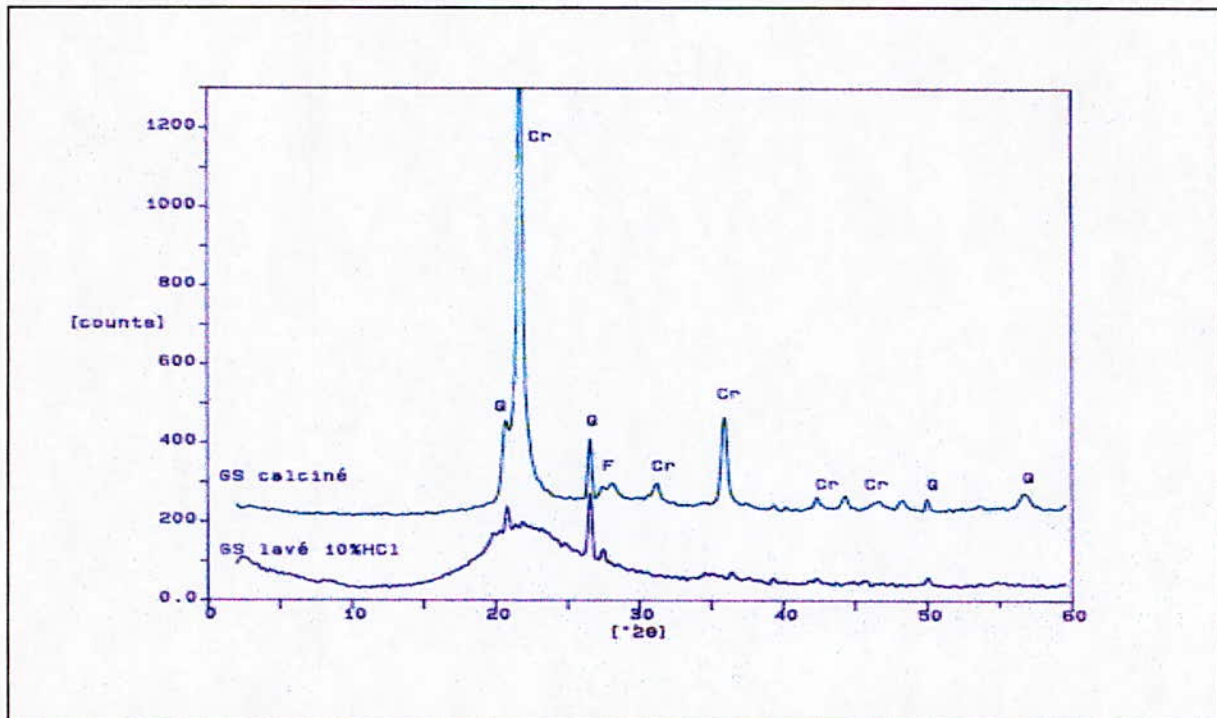


Figure 8 : Résultats de l'analyse par diffraction-RX de l'échantillon de Sig.

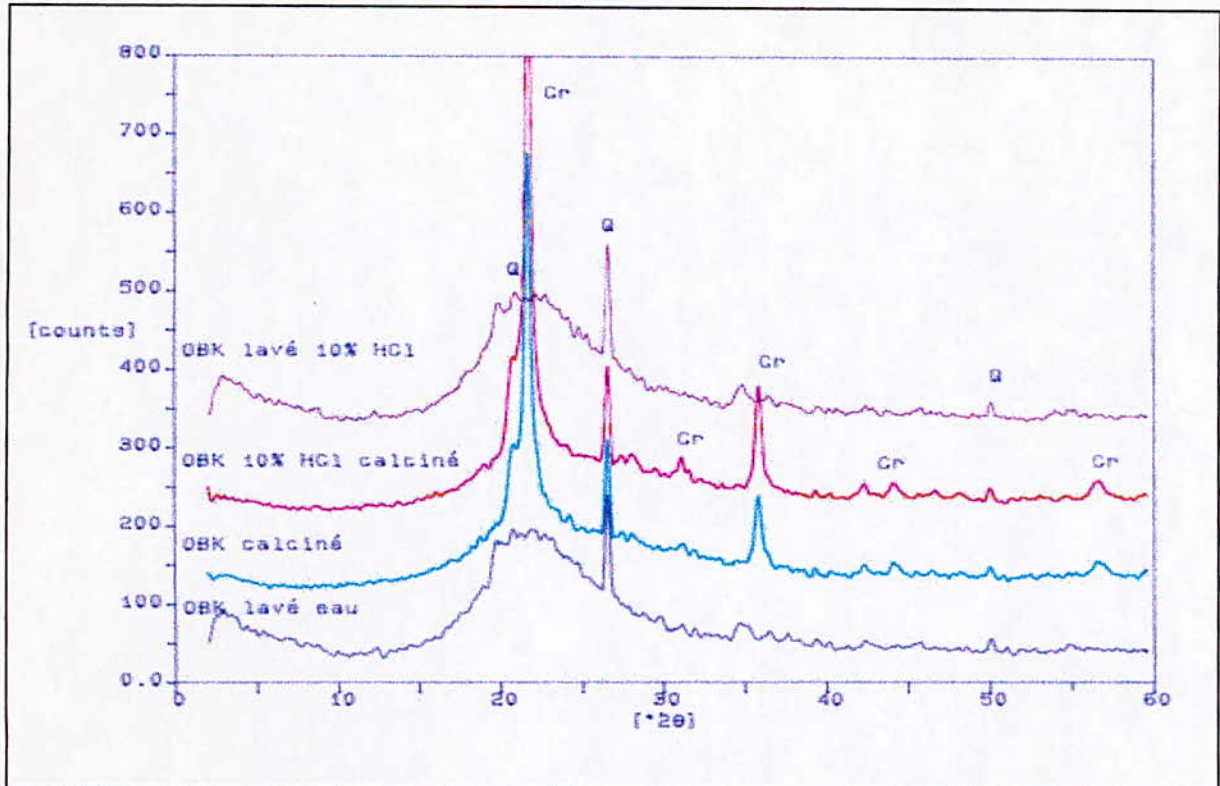


Figure 9 : Résultats de l'analyse par diffraction-RX de l'échantillon de Mostaganem

Les pics correspondants à l' α -cristobalite n'apparaissent que sur les diagrammes propres aux trois matériaux à l'état calciné. Cela voudrait dire que le matériau avant calcination ne contenait que très peu d' α -cristobalite.

Les résultats obtenus après calcination sont conformes à ceux attendus, la calcination a donc converti les phases amorphes en α -cristobalite. Ceci permet l'obtention d'un matériau plus poreux et éventuellement plus adapté à la filtration.

Nous avons relevé que les lavages avaient bien éliminé une partie des éléments de surface ; et la calcination en présence de fondants a bien converti les phases amorphes en α -cristobalite. Le rendement de cette conversion pourrait augmenter lors d'une calcination en mode dynamique.

CHAPITRE IV : ESSAIS
PRELIMINAIRES DE
FILTRATION SUR LES
MATERIAUX OBTENUS

CHAPITRE IV :

ESSAIS PRELIMINAIRES DE FILTRATION SUR LES MATERIAUX OBTENUS

IV. 1. Etape préliminaire

Le matériau aggloméré obtenu après calcination est broyé puis tamisé. Les fractions recueillies (G1, G2, G3) sont rapportées sur le tableau 11.

Tableau 11 : Granulométries des matériaux destinés à la filtration

Granulométrie (mm)	G1 : 1.25 / 3.20	G2 : 3.20 / 4.00	G3 : 4.00 / 6.30
--------------------	-------------------------	-------------------------	-------------------------

Nous avons envisagé l'utilisation de deux colonnes différentes, une colonne (C1) de longueur et diamètre moyens, et une seconde (C2) plus longue et de faible diamètre (tableau 12), pour connaître l'influence de ces paramètres sur l'essai de filtration.

Tableau 12 : Spécification des colonnes prévues pour la filtration

Colonne	Longueur (cm)	Diamètre interne (cm)	Volume utilisable (cm ³)
C1	24.50	2.60	130
C2	38.00	1.75	91

Le kérosène utilisé pour les essais de filtration possède une densité de 0.781, une teneur en eau de 17.286 ppm ainsi qu'une acidité de 0.0157 mg KOH/g.

IV. 2. Protocole opératoire

Le matériau séché à 120°C pendant une nuit et refroidi pendant une heure dans un dessiccateur, est transvasé dans la colonne dans les conditions ambiantes.

La filtration s'est faite à température ambiante et à pression atmosphérique. Le protocole opératoire est illustré par la figure 10.

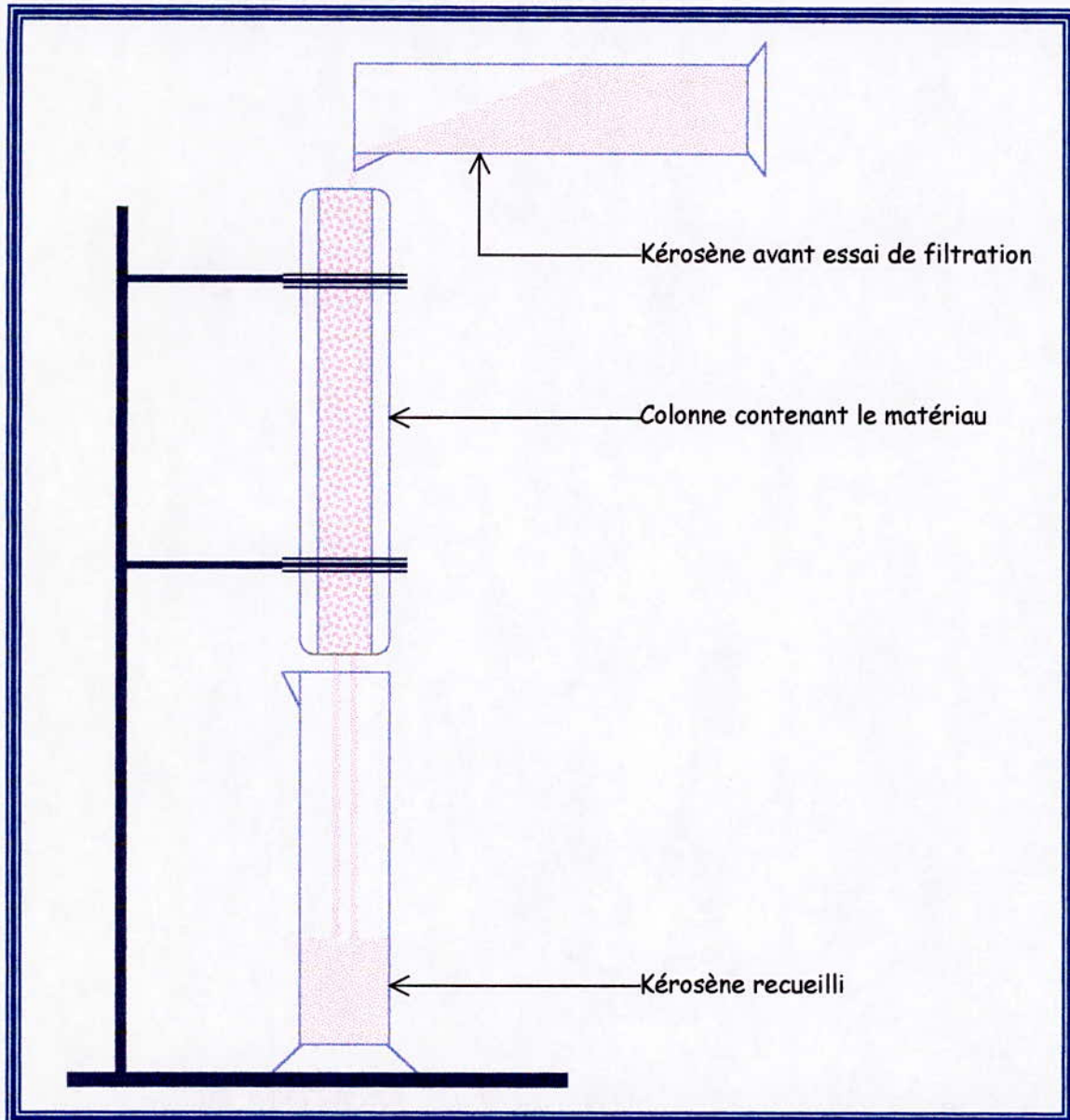


Figure 10 : Essai préliminaire de filtration sur les matériaux obtenus

IV. 3. Résultats et discussion

Les résultats des essais préliminaires des matériaux préparés sont consignés dans le tableau 13. L'analyse permettant de déterminer la teneur en eau s'est faite par la méthode de K. Fisher, sur un appareil de marque *Mettler DL 37*.

Les tests d'acidité sont conformes à la norme ISO 6618 (NF T 60-112).

Tableau 13 : Influence de nos matériaux sur la teneur en eau et l'acidité du kérosène

Propriété mesurée sur le kérosène	Kérosène à l'entrée de la colonne (C1)	Kérosène à la sortie de la colonne (C1) contenant :		
		GS-I _A (G1)	OBK 1* (G1)	OBK 2* (G1)
Teneur en eau (ppm)	17.286	35.723	50.192	46.223
Acidité (mg KOH / g)	0.0157	0.0141	0.0141	0.0141

* Rappelons les deux désignations :

OBK 1 : échantillon lavé avec de l'acide chlorhydrique et calciné.

OBK 2 : échantillon lavé avec de l'eau distillée et calciné.

Il a résulté des essais préliminaires effectués, que le kérosène sortant contenait plus de traces d'eau qu'il n'en contenait avant passage dans la colonne (voir tableau 13).

Pour expliquer ce résultat, nous avons émis deux hypothèses.

La première énonce qu'il est probable que le matériau ait absorbé de l'humidité de l'air ambiant pendant son transfert du dessiccateur à la colonne.

La seconde hypothèse repose sur des tests qui ont mis en évidence une baisse de l'acidité du kérosène, après passage dans la colonne (passage de 0.0157 à 0.0141 mg KOH / g (voir tableau 13)). Cette baisse semble impliquer une neutralisation partielle des acides se trouvant dans le kérosène, d'où une formation d'eau. Vraisemblablement, cette formation d'eau résulte de l'interaction des sites constitués de silanols (Si-OH) avec les hydrogènes acides du kérosène.

Comme nous pouvons le constater, les teneurs en eau diffèrent à la sortie des trois colonnes, alors que l'acidité est exactement la même. Sachant que la teneur en eau du kérosène était la même à l'entrée des trois colonnes ; nous pouvons, par un bilan de matière, montrer qu'il y a eu rétention (partielle) d'eau, différente pour chaque matériau utilisé.

Bilan sur l'eau

quantité entrée + quantité formée = quantité sortie + quantité retenue

L'acidité identique à la sortie de chaque colonne implique une consommation égale de protons (H^+), et par-là même, la formation d'une même quantité d'eau au sein de chaque colonne.

Ceci nous permet d'écrire pour la colonne contenant le matériau i , tel que $i = 1, 2, 3$:

quantité entrée + quantité formée = (quantité sortie)_i + (quantité retenue)_i

C'est à dire :

$$C^{de} = (quantité\ sortie)_i + (quantité\ retenue)_i$$

Ou bien :

$$(quantité\ retenue)_i = C^{de} - (quantité\ sortie)_i$$

Enfin, cette dernière équation montre qu'une variation de la quantité d'eau à la sortie implique une rétention d'eau, mais différente pour chaque matériau.

Les essais préliminaires de filtration nous ont permis d'observer un accroissement en traces d'eau. Ce résultat peut être expliqué par une rétention d'humidité par le matériau, lors de son transfert du dessiccateur à la colonne, ou par l'interaction des silanols (Si-OH) avec les hydrogènes acides du kérosène.

Le chauffage in situ du matériau dans la colonne pourrait éviter l'influence de l'humidité de l'air sur la filtration, et l'étude d'une calcination à température plus élevée, pourrait éventuellement contribuer à l'élimination des silanols et rendre par conséquent, nos matériaux plus inertes.

CONCLUSION

A travers cette étude, nous avons pu faire plusieurs observations concernant la nécessité d'éliminer les traces d'eau du kérosène, ainsi que l'adaptation d'un dispositif de filtration à cet effet.

Nous avons pu noter l'inefficacité de l'installation existante à la raffinerie d'Alger, et par conséquent la nécessité d'utilisation d'autres procédés tels que la filtration.

Dans cette optique, nous avons tenté le traitement de deux échantillons différents en provenance de Sig et de Mostaganem dans le but de résoudre un problème de filtration, tout en valorisant la diatomite algérienne.

Le traitement de ces échantillons a donné des résultats conformes à ceux attendus. En effet, les lavages acides semblent avoir permis d'obtenir un matériau plus poreux, et la calcination en présence de fondants a bien provoqué la conversion des phases amorphes en α -cristobalite.

Les résultats obtenus, après essais préliminaires de filtration du kérosène sur nos matériaux, suggèrent qu'une étude plus approfondie du traitement préconisé soit indispensable, pour l'obtention d'un matériau plus inerte.

Suite à cela, nous pouvons proposer un certain nombre de suggestions :

En premier lieu, il serait intéressant de faire des essais de calcination, de différentes durées et à différentes températures, afin de pouvoir obtenir un matériau de structure cristalline mais plus inerte. Il serait d'autant plus intéressant d'essayer un mode de calcination dynamique, car cela pourrait, éventuellement augmenter le rendement de la conversion en α -cristobalite.

En second lieu, on pourrait suggérer une optimisation des paramètres de lavages, tels que la température, la vitesse d'agitation, la durée du lavage, la concentration de l'acide chlorhydrique utilisé, etc. Ces facteurs pouvant être déterminants, méritent d'être pris en considération.

Enfin, il serait intéressant de connaître, lors des essais de filtration, l'influence de certains paramètres tels que l'humidité de l'air ambiant, les dimensions des colonnes utilisées, les conditions opératoires de température et de pression ainsi que la granulométrie de la substance filtrante.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Y. LETORT Isolants thermiques / Produits réfractaires, Techniques de l'ingénieur (A 2140).
- [2] "Carburants", *Encyclopédie® Microsoft® Encarta 98*. © 1993-1997 Microsoft Corporation.
- [3] J. C. GUIBET Carburants et moteurs (tome 2), Ed. Technip, Paris 1987
- [4] G. D. DICKEY Filtration, Reinhold Chemical Engineering Series, New York 1961
- [5] J. VANDEN BROECK La Diatomite (Kieselguhr), les diatomées et leurs emplois dans l'industrie, Société des silices fossiles de France, Paris 6°, 1948
- [6] A. MEDDOUR "Caractérisation du carburéacteur JET A1 et étude des divers paramètres qui influent sur sa conductivité électrique", Projet de fin d'études, Génie Chimique, ENP, juin 1992
- [7] A. Atanassov, Nauchni, Tri-plovdivsk Univ. **12** (3), 67 (1974) (Bulg.)
- [8] K. WINNACKER, L. KÜCHLER Technologie minérale, Tome IV, Troisième partie, Ed. Eyrolles, 1965
- [9] Y. DURIER Caractéristiques des carburants et combustibles, Ed. Technip, paris, 1971
- [10] "Diatomées", *Encyclopédie® Microsoft® Encarta 98*. © 1993-1997 Microsoft Corporation.
- [11] P. WUITHIER Raffinage et Génie Chimique, Tome I, Ed. Technip, Paris, 1965

[12] O. HADJADJ-AOUL "Etude de support chromatographique à base de matériaux locaux algériens", thèse de doctorat en cours, Génie Chimique, ENP

[13] T. N. NORRIS, "The Filtration of Boiler Feed-Water Using Diatomaceous Earth", Can. P. & P. Assoc., Tech. Sec., Ann. Meeting (1952).

[14] N. BROLL Caractérisation des solides cristallisés par diffraction X, Techniques de l'ingénieur (P 1080).

[15] J. VANDEGANS, A.M. KERSABIEC, M. HOENIG Spectrométrie d'absorption atomique, Techniques de l'ingénieur (P 2825)

[16] B. BELHOUADJEB "Etude comparative entre l'exploitation à ciel ouvert et l'exploitation souterraine du gisement de kieselguhr de Ouillis", projet de fin d'études, Mines et Métallurgie, ENP, 1969

Résumé

La nécessité de l'élimination des traces d'eau dans le kérosène, et l'inefficacité de l'installation existante à la raffinerie d'Alger, prévue à cet égard ; conduisent à l'utilisation d'autres moyens tels que la filtration. Dans cette optique et dans le but de valoriser une matière première algérienne, nous avons tenté de concevoir un filtre à base de kieselguhr, suite à un traitement comportant un lavage acide et une calcination.

Summary

The necessity of the elimination of water traces in the kerosene, and the inefficiency of the existent installation at the refinery of Algiers, anticipated to this sake ; drive to the utilization of other means such that the filtration. In this optic and for the purpose to valorize an Algerian raw material, we have tempted to conceive a filter to basis of diatomaceous earth, following a processing comprising an acidic washing and a calcination.

ملخص:

ضرورية نزع الماء من وقود الطائرات و عدم فعالية الجهاز الموجود في مصفاة الجزائر الموجهة لهذا الغرض ، تؤدى إلى استعمال إمكانيات أخرى مثل الترشيح .
في هذا المضمار و لتقييم مادة أولية جزائرية ، حاولنا صنع جهاز ترشيح بمادة الكيسلقور و ذلك بعد معالجته بغسيل حمضي و كلسنة.

Mots clés: Kérosène, eau, kieselguhr, filtration, lavage, calcination.