

INSTITUT DE RECHERCHES HYDROLOGIQUES

SOCIETE A RESPONSABILITE LIMITEE AU CAPITAL DE 300000F

54000 NANCY - 10, rue Ernest BICHAT - Tél. (28) 53.26.55
R.C. NANCY 55 B 9. C.C.P. 1410-65 G

DOCUMENT



n° 3745-4

AGENCE FINANCIERE de BASSIN "RBIN-MEUSE"

Recherche et évolution d'adsorbants
B grande surface développée

Essais complémentaires de caractérisation
d'échantillons préparés à l'échelle pilote

RH 76.67

septembre 1976

Ce document complète notre rapport RH 75.76 de décembre 1975 "Recherche et évaluation d'adsorbants à grande surface développée. Application au traitement d'un effluent d'industrie textile".

Il regroupe l'ensemble des résultats des essais complémentaires exécutés en 1976 et ayant pour objet l'évaluation des propriétés adsorbantes de nouveaux échantillons de coke Electrolor activé B l'échelle pilote par les soins des Houillères du Bassin de Lorraine, Laboratoire de la Cokerie de Marienau :

- Résultats obtenus sur l'échantillon du 2.4.76
- Résultats obtenus sur l'échantillon du 6.7.76

CARACTERISATION de l'ECHANTILLON du 2.4.76

(Réf. H.B.L. : Indice d'Iode 68,G)

1 - OBJET et NATURE des ESSAIS ENTREPRIS

Ces essais ont essentiellement pour but de déterminer si le coke Electrolor activé préparé avec un four pilote permet l'extrapolation des conditions de fabrication à l'échelle industrielle présente des propriétés d'adsorption aussi bonnes que celles du produit fabriqué en laboratoire que nous avons utilisé lors de notre étude, "Recherche et évaluation d'adsorbants à grande surface développée. Application au traitement d'un effluent d'industrie textile" (rapport BB 75.76 de décembre 1975).

Les essais entrepris sont donc sommaires et consistent à tracer les isothermes d'adsorption de substances bien caractérisées dans les mêmes conditions que nous l'avons fait précédemment. On en déduit la capacité d'adsorption maximum du matériau étudié, et si celle-ci se révèle satisfaisante, nous envisageons de passer à l'échelle de l'installation pilote d'ores et déjà les résultats fourniraient en outre des données sur la cinétique de l'adsorption.

II - RESULTATS OBTENUS

La méthode de travail a été décrite en détail dans le rapport REI 75.71 aux paragraphes III.1 à III.5. Nous avons travaillé dans des conditions identiques à celles retenues précédemment en utilisant les mgss polluants-kcsis:

- Le phénol ordinaire C_6H_5OH
- Un détergent anionique le dodécylsulfate de sodium
- Un colorant réactif bleu choisi par ceux qui utilisent la Manufacture d'Impression de Wessering (colorant R commercialisé sous la marque CIBACPLINE).

II.1 Résultats des essais d'adsorption :

Les résultats des différents essais sont reportés dans les tableaux suivants :

Phénol : Solution initiale à 100 mg/l de phénol

Essai N°	Dose d'adsorbant mg/l (M)	Phénol résiduel mg/l	Phénol adsorbé mg/l (X)	Rapport $\frac{X}{M}$
	-	100	-	-
1	100	98,2	1,8	0,018
2	250	95,7	4,3	0,017
3	500	91,5	8,5	0,017
4	2500	60	40	0,016

Détergent anionique : Solution initiale à 100 mg/l de dodécylsulfate de sodium

	Dose d'adsorbant mg/l (M)	Détergent résiduel mg/l	Détergent adsorbé mg/l (X)	Rapport $\frac{X}{M}$
	-	100	-	-
1	20	98	2	0,10
2	50	95	5	0,10
3	100	91	9	0,09
4	500	57	43	0,09

Colorant K : Solution B 200 mg/l de matières sèches à partir d'une pâte contenant 14,4 % de matikres sèches

• Estimation sur la base de la coloration :

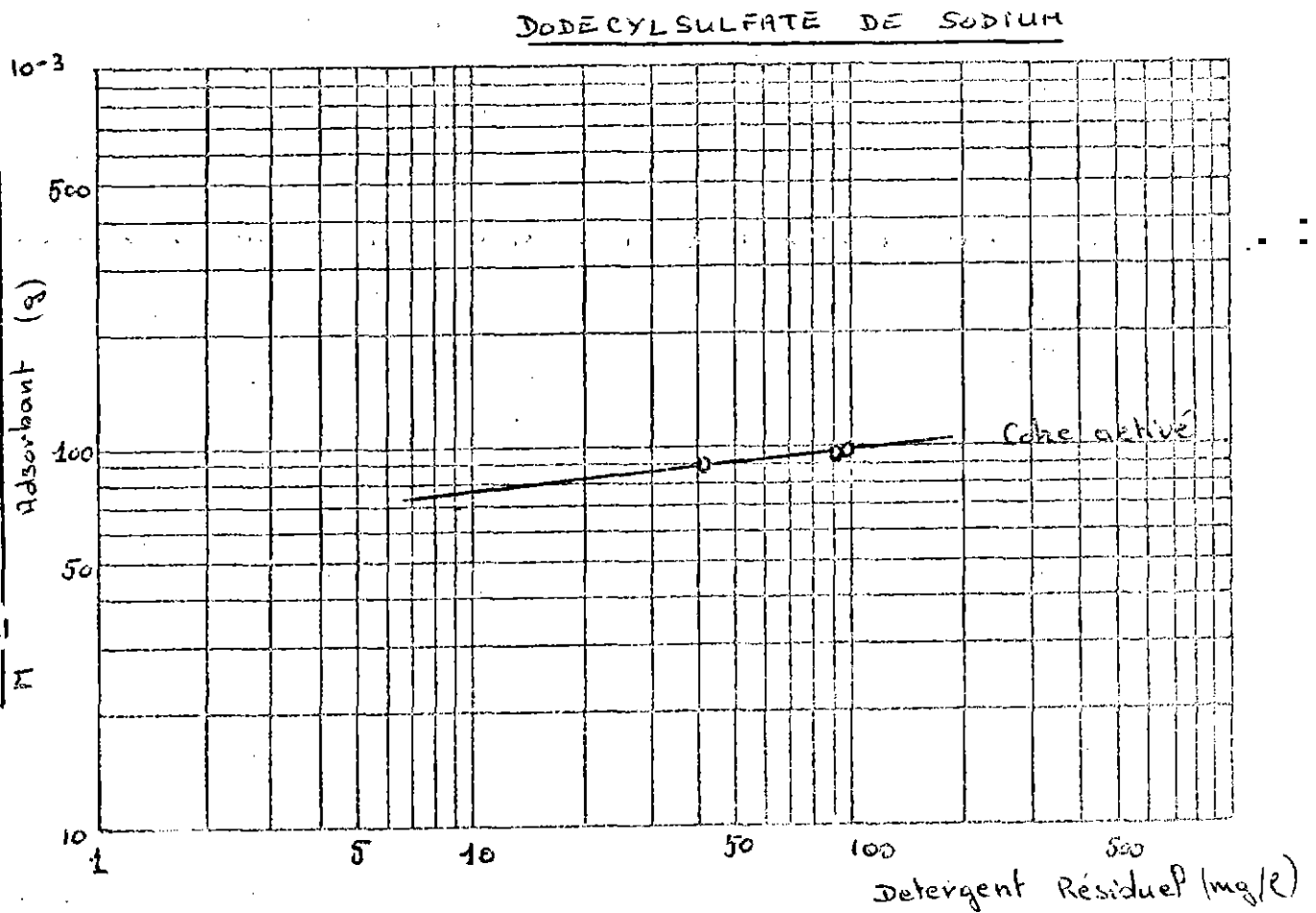
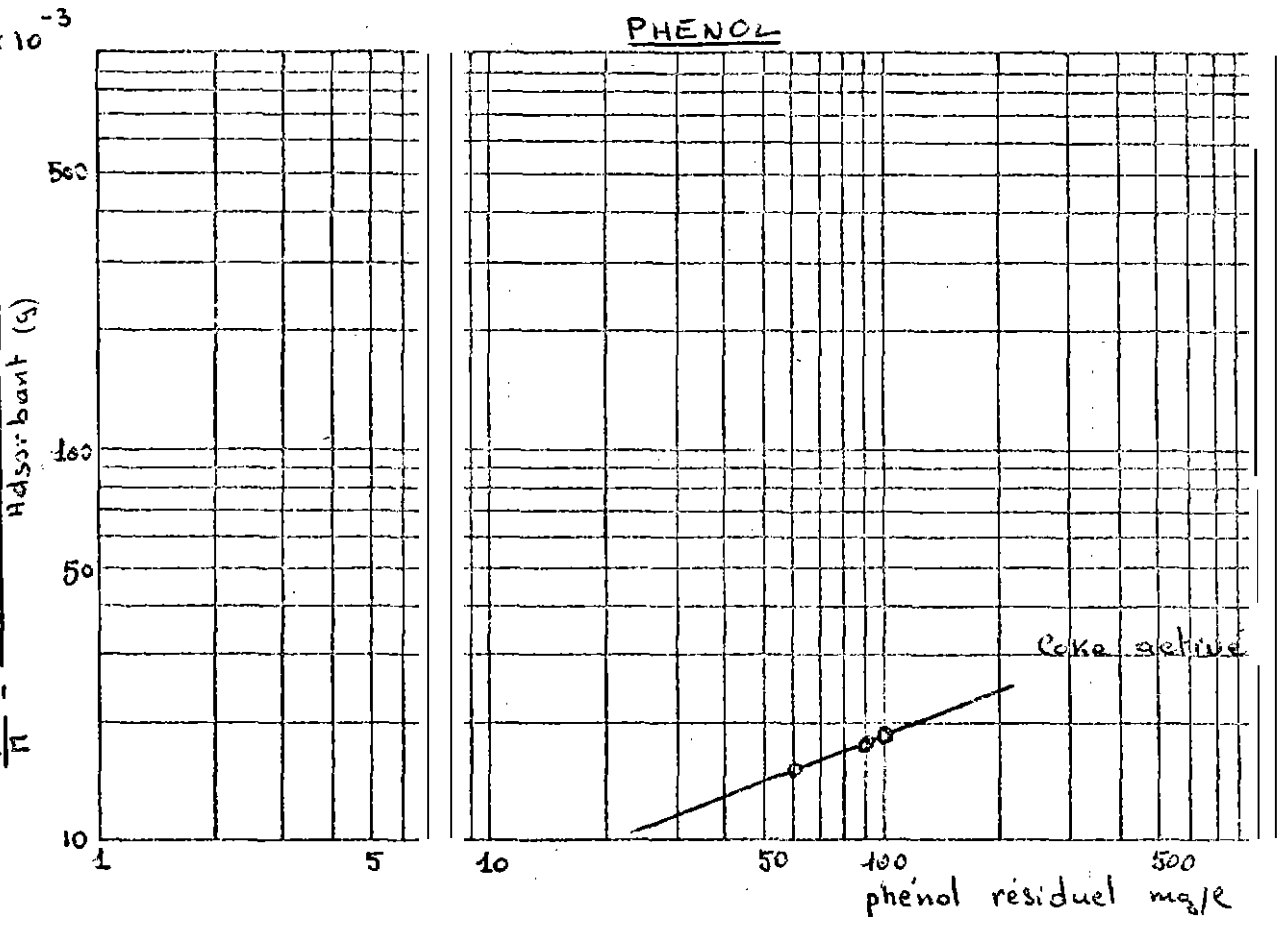
Essai N°	Dose d'adsorbant mg/l (M)	Coloration résiduelle %	Coloration adsorbée X	Eapport $\frac{X}{M}$
	-	100	-	-
1	1000	99	2	0,0020
2	2500	98	4	0,0016
3	5000	95	10	0,0020
4	10000	81	38	0,0038

• Estimation sur la base de la ECO :

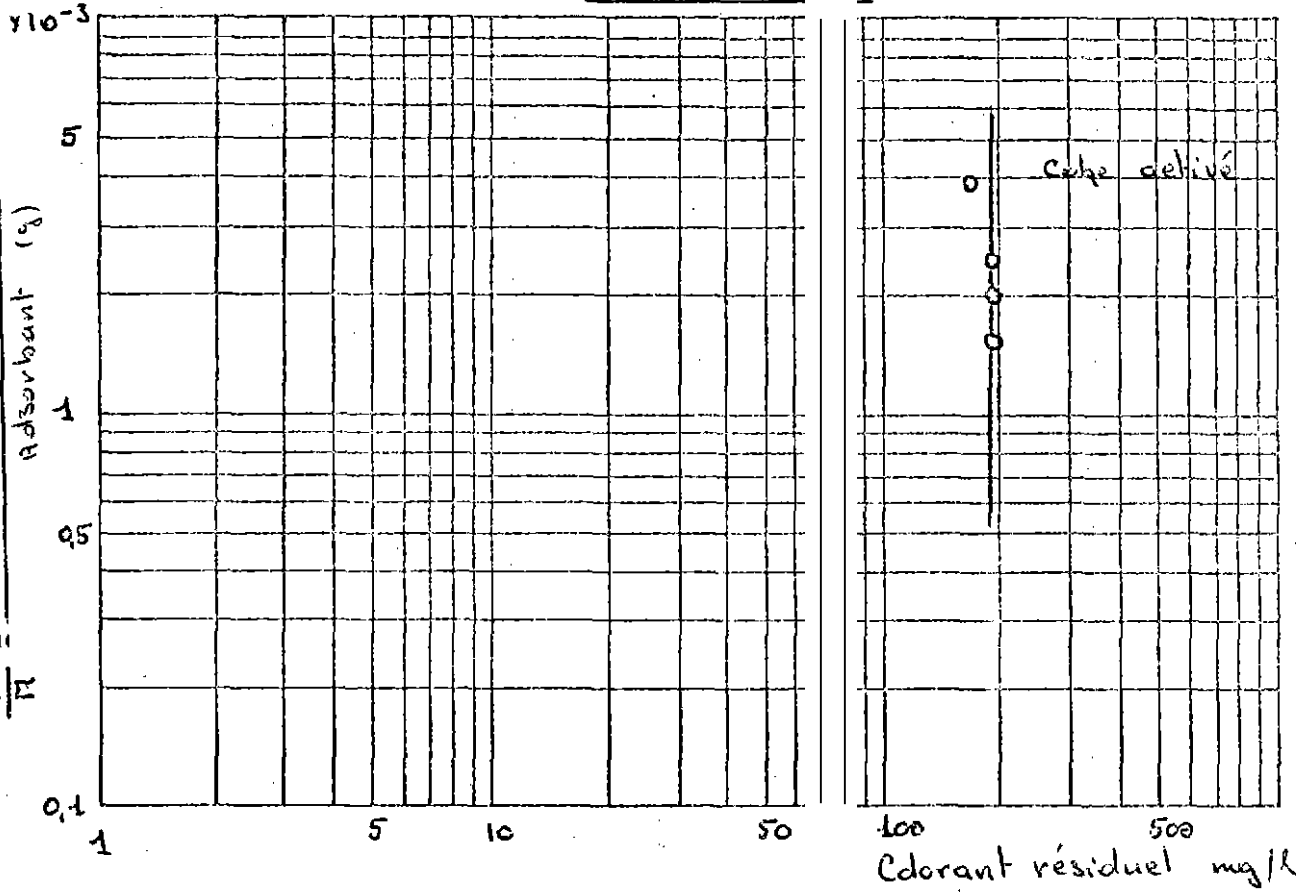
Essai NO	Dose d'adsorbant mg/l (M)	DCO résiduelle mg O ₂ /l	NCO éliminée (X) mg O ₂ /l	Rapport $\frac{X}{M}$
	-	72	-	
1	1000	68	4	0,0040
2	2500	64	8	0,0072
3	5000	56	16	0,0032
4	10000	46	21	0,0024

11.2 Tracé des isothermes d'adsorption

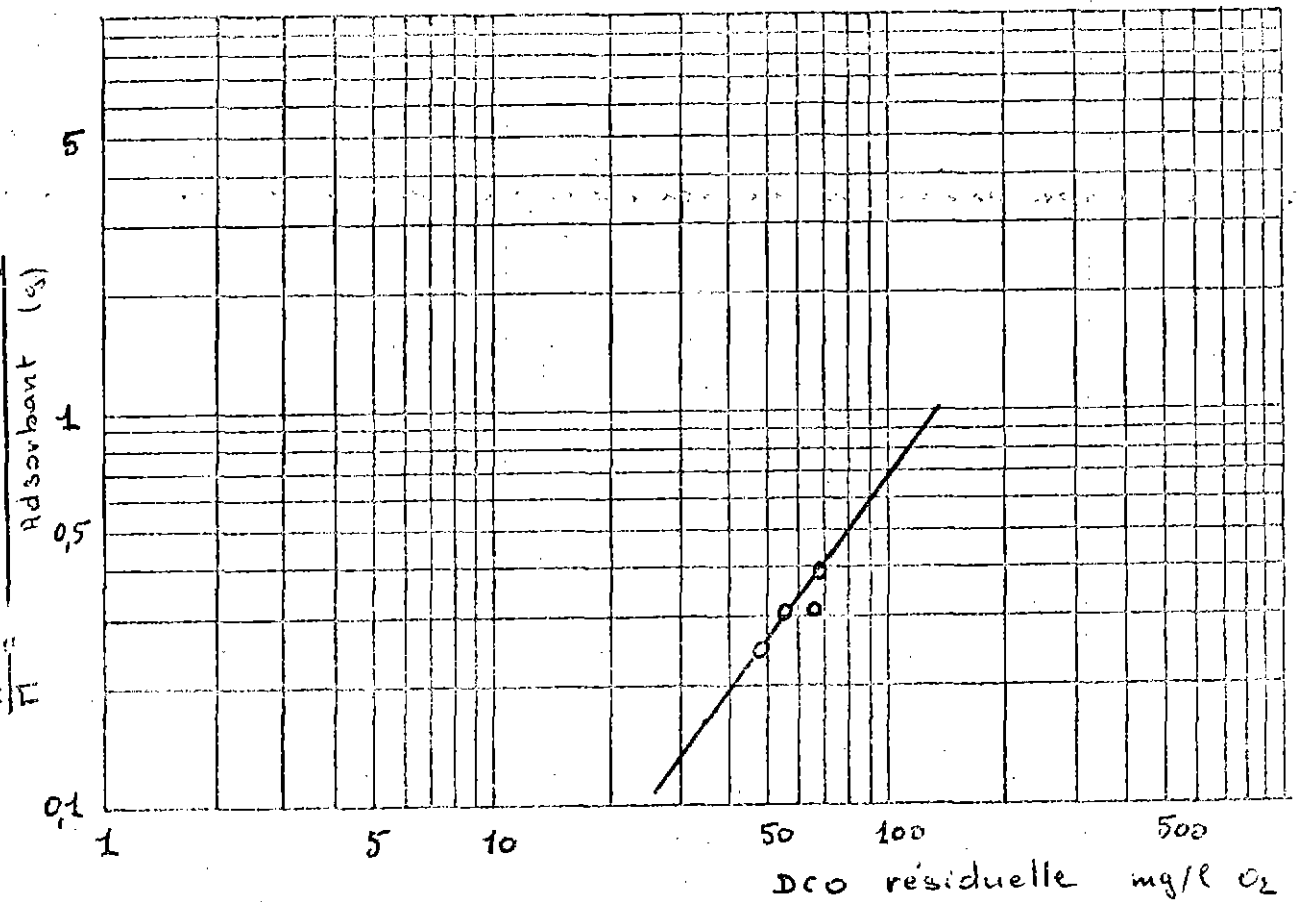
Ces courbes sont reportées sur les deux pages suivantes.



COLORANT



COLORANT K (DCO)



III - INTERPRETATION des RESULTATS et CONCLUSION

Les points expérimentaux des graphiques précédents sont approximativement alignés, ce qui traduit la validité de la loi d'adsorption de FREUNDLICH

L'extrapolation de ces droites à la valeur de concentration initiale détermine le paramètre

$(\frac{X}{M})_0$ qui représente la capacité maximum de fixation théorique.

On estime que $(\frac{X}{M})_0$ doit être supérieur à 0,1 pour que l'adsorbant soit considéré comme techniquement valable.

Le tableau ci-dessous montre les valeurs de $(\frac{X}{M})_0$ pour les différents polluants-tests dans le cas du coke Electrolor activé en laboratoire et en four pilote.

Valeurs de $(\frac{X}{M})_0$:

Polluant-test	Coke Electrolor activé en laboratoire	Coke Electrolor activé en four pilote
Phénol	0,015	0,018
Dodécylsulfate de sodium	0,500	0,100
Colorant réactif K	0,240	0,005

A l'exception du cas du phénol où l'adsorption est d'ailleurs médiocre dans les deux cas, le coke Electrolor activé dans le four pilote possède une capacité d'adsorption nettement moins bonne que le même produit préparé en laboratoire. Il serait donc souhaitable de poursuivre les essais concernant le mode d'activation et de tester dans les mêmes conditions les nouvelles échantillons qui seront préparés.

CARACTERISATION de l'ECHANTILLON du 6.7.76

(Réf. HBL : LCC n° P 3120)

5 - OBJET et NATURE des ESSAIS ENTREPRIS

Ces essais ont essentiellement pour but de déterminer si le coke Electrolor activé préparé dans de nouvelles conditions d'activation présente des propriétés d'adsorption aussi bonnes que celles du produit fabriqué en laboratoire que nous avons utilisé lors de notre étude "Recherche et évaluation d'adsorbants à grande surface développée. Application au traitement d'un effluent industriel textile" (rapport RH 75.76 de décembre 1975) et meilleures que celles du produit fabriqué en pilote et précédemment testé (rapport NI 76.22 d'avril 1976).

Les essais entrepris sont donc sommaires et consistent à tracer les isothermes d'adsorption de substances bien caractérisées dans les mêmes conditions que nous avons fait précédemment. On en déduit la capacité d'adsorption maximum du matériau étudié et celle-ci se révèle satisfaisante, nous envisageons de passer à l'échelle de l'installation pilote dont les résultats fourniraient en outre des données sur la cinétique de l'adsorption.

II - RESULTATS OBTENUS

La méthode de travail a été décrite en détail dans le rapport RH 75.76 aux paragraphes 111.1. à 111.3. Nous avons travaillé dans des conditions identiques à celles retenues précédemment en utilisant les mêmes polluants-tests :

- Le phénol ordinaire C_6H_5OH
- Un détergent anionique : le dodécylsulfate de sodium
- Un colorant réactif bleu choisi par ceux qui utilisent la Manufac'ture d'Impression de Wesserling (colorant B commercialisé sous la marque CIDACROÏE).

11.1 . Résultats des essais d'adsorption

Les résultats des différents essais sont reportés dans les tableaux suivants :

Phénol : Solution initiale à 100 mg/l de phénol

Essai n°	Dose l'adsorbant (M) (mg/l)	Phénol résiduel (mg/l)	Phénol adsorbé (X) (mg/l)	Rapport $\frac{X}{M}$
	-	100	-	
1	100	98	2	0,020
2	250	93	7	0,028
3	500	89	11	0,022
4	2500	46	54	0,022

Détergent anionique : Solution initiale à 100 mg/l de dodécylsulfate de sodium

Essai n°	Dose l'adsorbant (M) (mg/l)	Détergent résiduel (mg/l)	Détergent éliminé (X) (mg/l)	Rapport $\frac{X}{M}$
	-	100	-	
1	20	97	3	0,15
2	50	97	3	0,06
3	100	97	3	0,03
4	500	95	5	0,01

.../...

Colorant K : Solution à 200 mg/l de matières sèches à partir d'une pâte contenant 14,4 % de matières sèches

■ Estimation sur la base de la DCO :

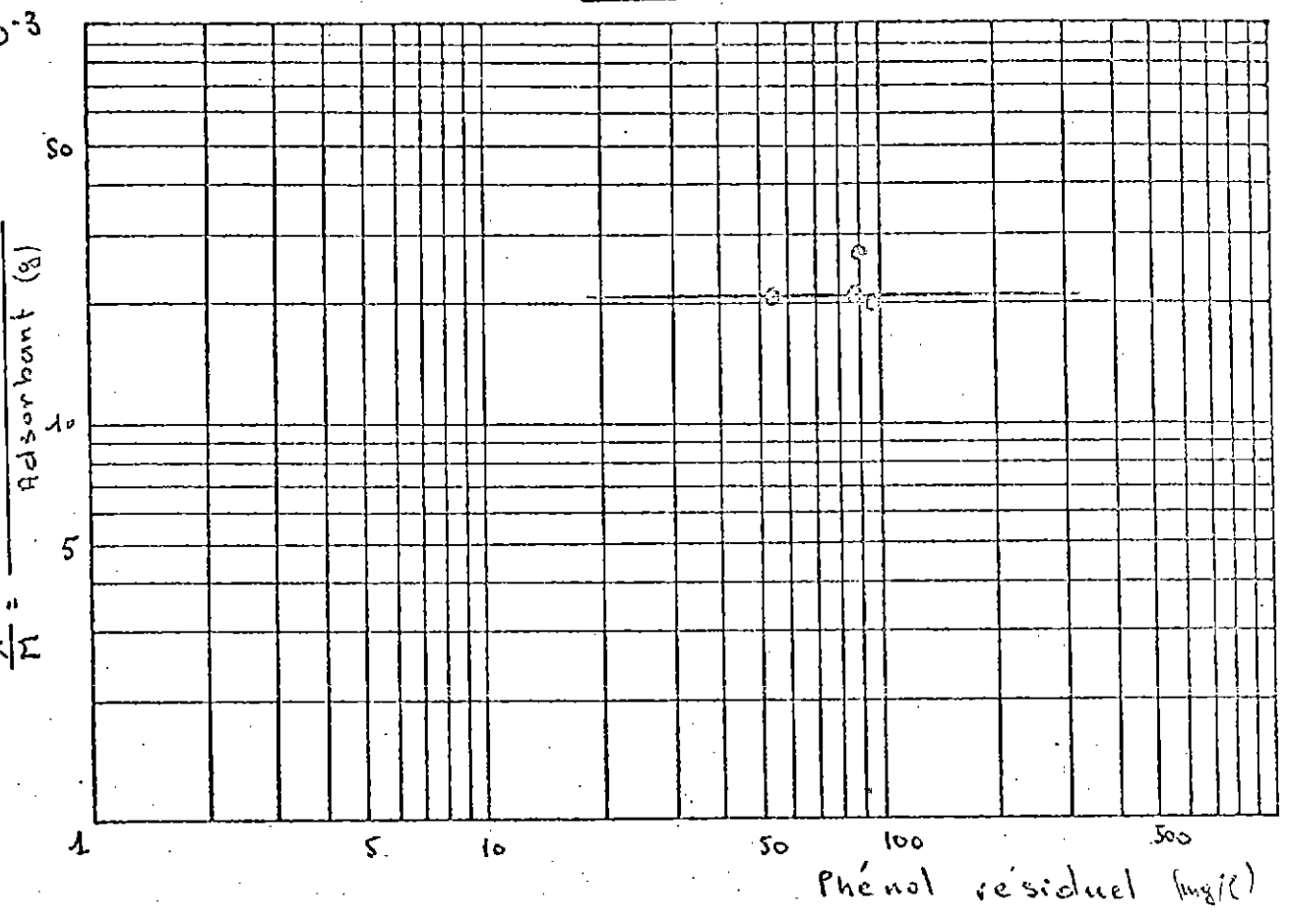
Essai n°	Dose s'adsorbant (M) (mg/l)	DCO résiduelle (mg O ₂ /l)	DCO éliminée (X) (mg O ₂ /l)	Rapport $\frac{X}{M}$
	-		-	-
1	1000		4	0,0040
2	2500	68	8	0,0072
3	5000	68	8	0,0032
4	10000	56	20	0,0020

II.2. Tracé des isothermes d'adsorption

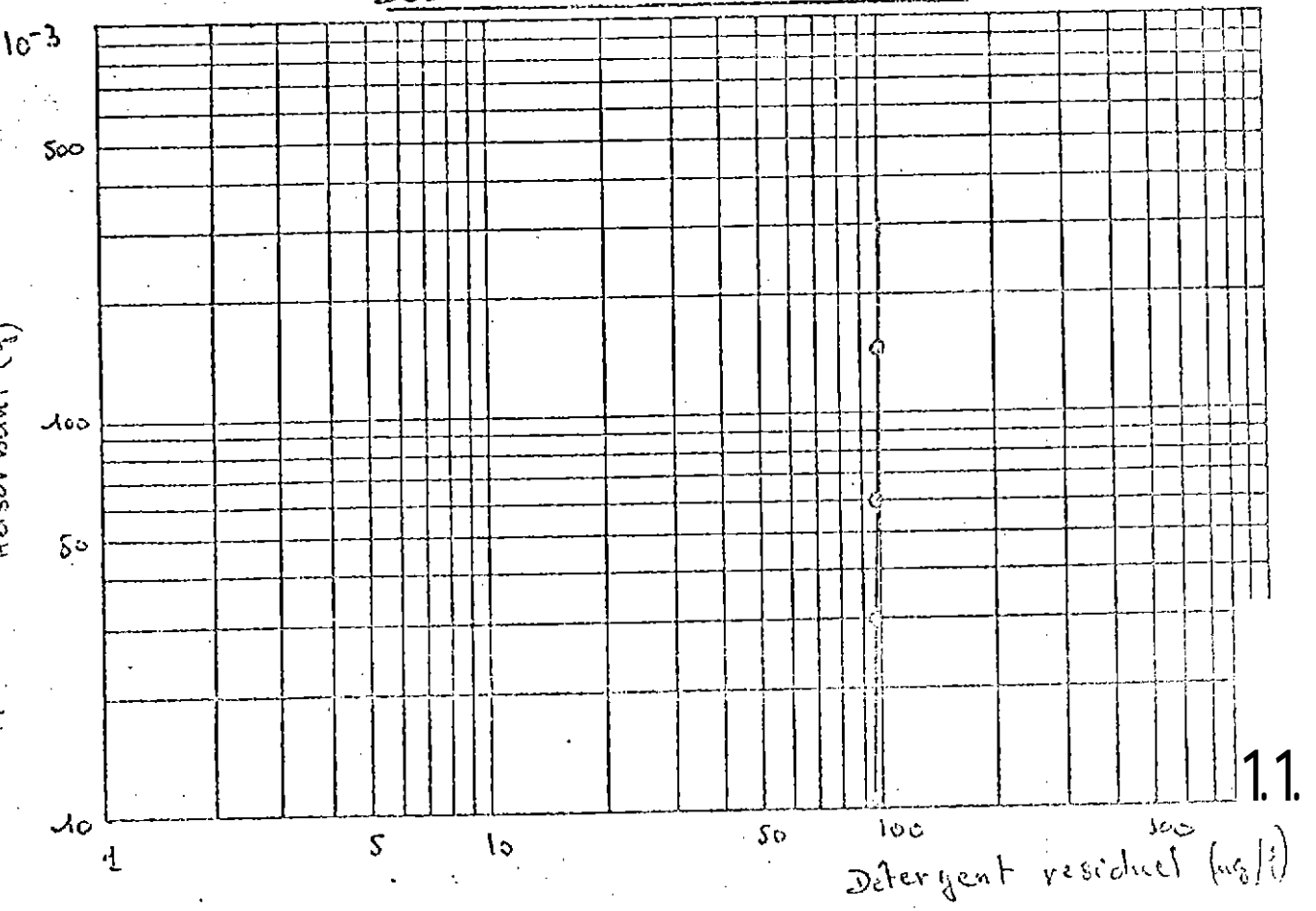
Ces courbes sont reportées sur les deux pages suivantes

.../...

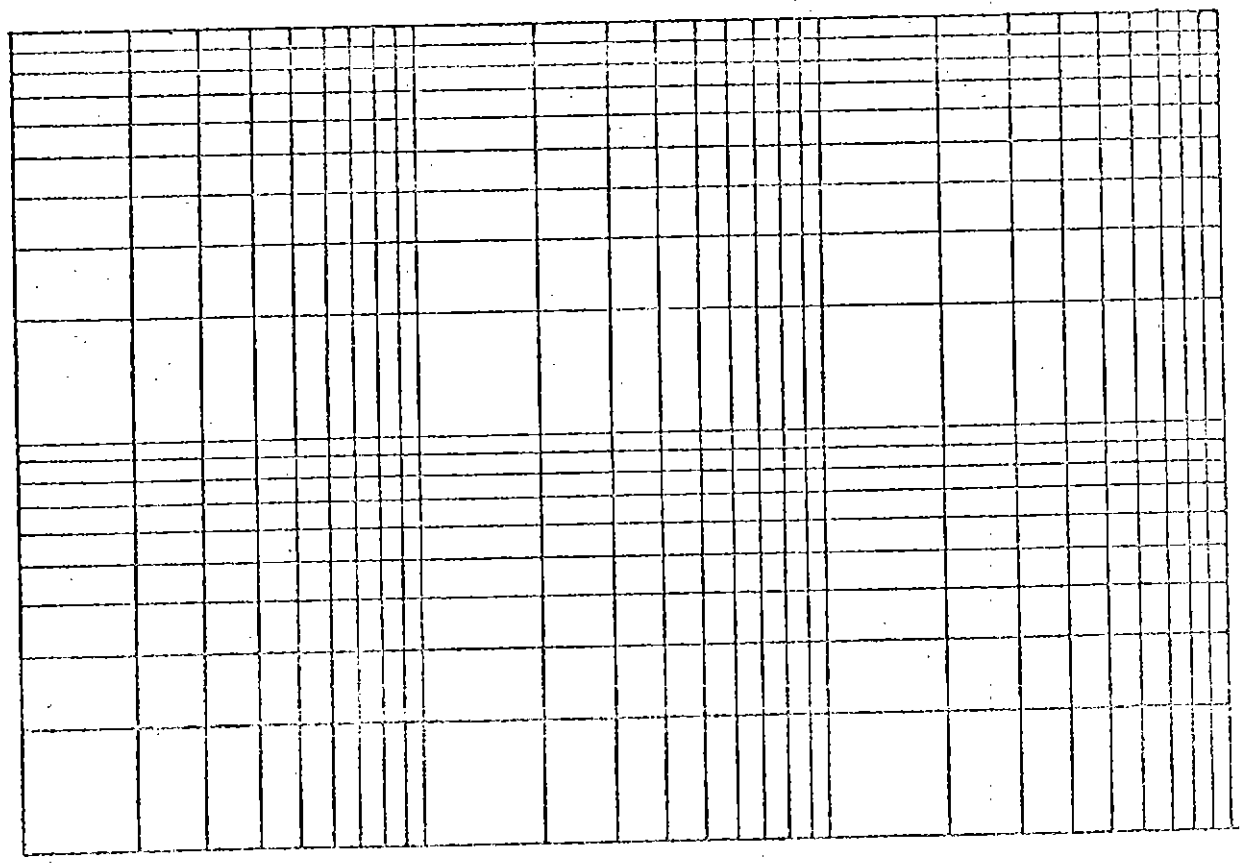
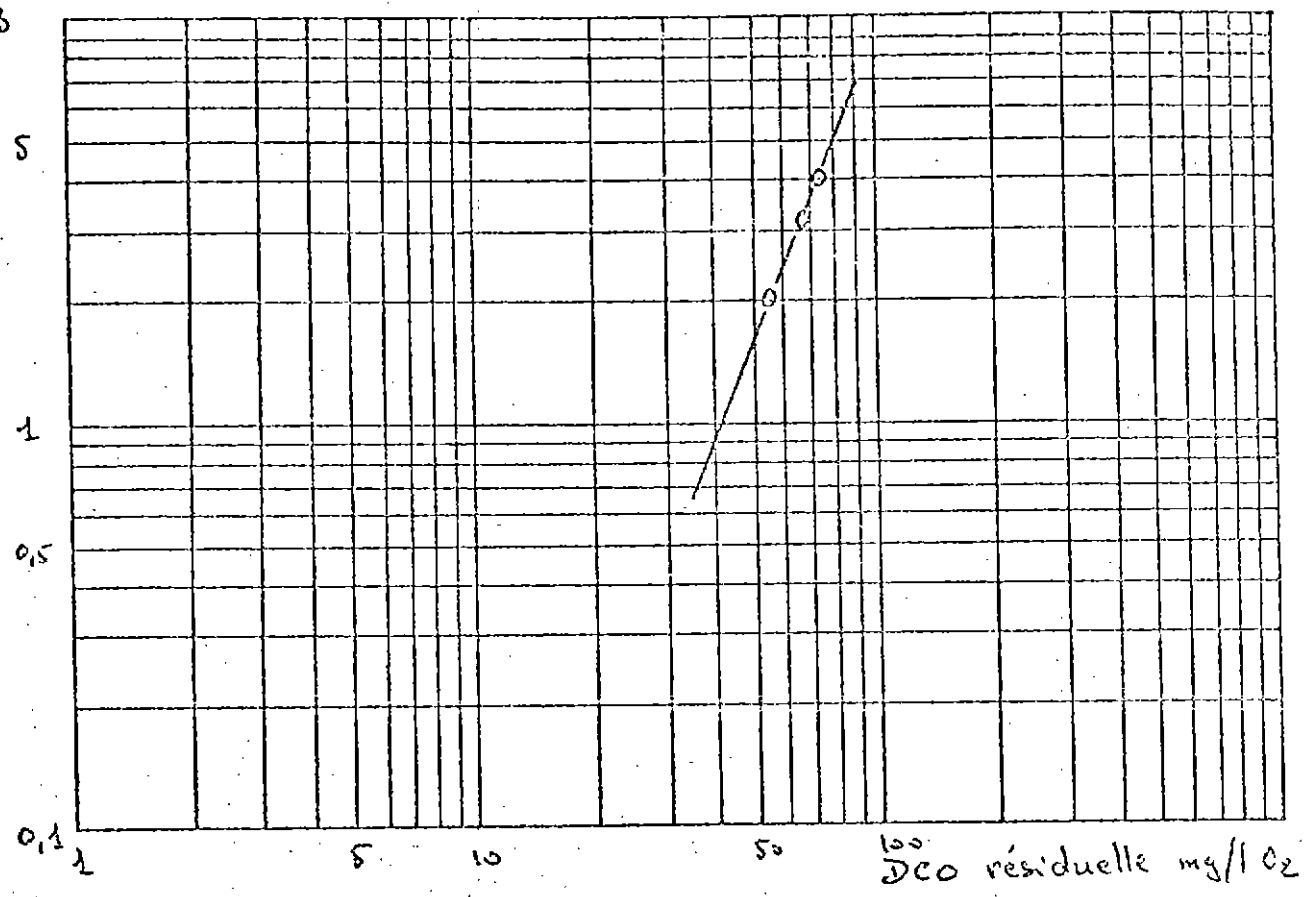
Phenol



DODÉCYLSULFATE DE SODIUM



COLORANT K (DCO)



III - INTERPRETATION des RESULTATS et CONCLUSION

Les points expérimentaux des graphiques précédents sont approximativement alignés, ce qui traduit la validité de la loi d'adsorption de FREUNDLICH.

L'extrapolation de ces droites à la valeur de concentration initiale détermine le paramètre

$(\frac{X}{M})_0$ qui représente la capacité maximum de fixation théorique

On estime que $(\frac{X}{M})_0$ doit être supérieur à 0,1 pour que l'adsorbant soit considéré comme techniquement valable.

Le tableau ci-dessous montre les valeurs de $(\frac{X}{M})_0$ pour les différents polluants-tests dans le cas du coke Electrolor activé en laboratoire et en four pilote,

Valeurs de $(\frac{X}{M})_0$:

Polluant-test	Coke électrolor activé en laboratoire (1975)	Coke électrolor activé en four pilote du 2-4-76	Coke électrolor activé reçu le 6-7-76
Phénol	0,015	0,018	0,021
Dodécylsulfate de sodium	0,500	0,100	0,130
Colorant réactif K	0,240	0,005	0,0045

L'ensemble de ces résultats montre que le nouvel échantillon de coke activé ne possède pas de propriétés adsorbantes sensiblement meilleures que l'échantillon précédent, et ceci malgré la modification des conditions d'activation et malgré un indice d'activation meilleur (74 au lieu de 68,6). De toute façon les résultats obtenus sont nettement moins bons qu'avec le coke activé en laboratoire que nous avons utilisé pour nos essais en 1975.

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Les essais d'activation entrepris à l'échelle pilote par les H.B.L. **sur** le coke Electrolor n'ont pas permis d'obtenir à ce jour un matériau de propriétés adsorbantes équivalentes à celles du coke activé préparé en laboratoire et que nous avons testé dans le cadre de la partie principale de cette étude (voir rapport RH 75.76 de décembre 1975).

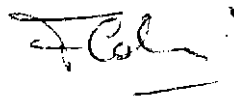
Les causes envisagées actuellement seraient les suivantes :

- soit le caractère exceptionnel de l'échantillon préparé en laboratoire par suite d'un phénomène non contrôlé au cours de l'opération
- soit l'insuffisance de température dans le four pilote **ou** le matériau utilisé (acier réfractaire) ne permet pas de dépasser 9500 C.

Enfin, il faut constater la médiocrité des propriétés adsorbantes des échantillons préparés vis-à-vis des polluants-tests (détergent, colorant, phénol), alors que les indices d'iode sont importants (fixation par le coke activé d'environ 70 % de son poids d'iode). Cette différence pourrait résulter d'une dimension de pores trop petite qui permettrait l'accès de molécules de petite taille **et** pas celui de molécules plus importantes comme celles que nous avons retenues pour notre étude.

Un dernier essai entrepris hors étude permettra de confirmer **ou** infirmer les hypothèses ci-dessus concernant les causes de **la** disparité de propriétés entre coke activé en laboratoire et en pilote.

INSTITUT DE RECHERCHES HYDROLOGIQUES
Le Directeur Scientifique,



F. COLIN