

ÉTUDE DE LA FAISABILITÉ DU TRAITEMENT DES BOUES DE RECTIFICATION EN VUE DE LEUR VALORISATION

Benoît Jourdan, James Ollivier et Olivier Thomas

École des mines d'Alès, Laboratoire génie de l'environnement industriel

Cet article présente une étude de faisabilité du traitement des boues de rectification. Trois procédés de traitement sont étudiés : le lavage par une solution détergente, l'extraction par solvant organique et le pressage mécanique. Ces traitements ont pour but de séparer les particules métalliques de la phase liquide des boues en vue de leur valorisation en cimenteries ou en centres pyrométallurgiques. Les résultats obtenus montrent que les détergents ont une faible efficacité pour éliminer la fraction organique des boues de rectification avec des rendements de l'ordre de 20 %. Les solvants organiques peu polaires comme l'hexane et l'éther de pétrole ont de meilleures efficacités, comprises entre 75 et 90 %. De même, le pressage mécanique sous une contrainte élevée (supérieure à 2 600 kg.cm⁻²) permet d'éliminer la phase liquide des boues avec des rendements élevés, de l'ordre de 95 %. Ces rendements permettent d'envisager la valorisation des boues en pyrometallurgie mais sont insuffisants pour une valorisation en cimenteries. Un couplage de ces traitements pourrait alors être envisagé.

The aim of this paper is to study three separation processes to separate metallic particles from grinding sludge. Indeed, considering their high concentration in steel, the grinding sludge can be valorised in several industries such as cement works and pyrometallurgy factories. The treatments investigated are aqueous surfactant cleaning, organic solvent washing and mechanical compression. This study illustrates low efficiency of surfactants (around 20 %) to remove the organic content (cutting oil and lubricants) of the sludge. In contrast, better efficiencies (around 90 %) are obtained with non-polar organic solvent washing and with mechanical compression, allowing the valorisation of the sludge in pyrometallurgy factories. However, the yields obtained are insufficient for cement factory valorisation. Thus, combination of these treatments is recommended.

INTRODUCTION

Les boues de rectification sont des déchets industriels spéciaux (DIS) générés lors des opérations d'usinage des métaux et représentent dans les industries de fabrication mécanique un flux annuel d'environ 50 000 tonnes. Elles forment un mélange biphasique constitué de fines particules (1 à 100 μ m) d'acier et de débris de meule contaminés par des fluides de coupe et des huiles-machines (lubrifiants utilisés pour le graissage des machines-outils). Elles peuvent être éliminées par stockage en centre d'enfouissement technique de classe I ou par incinération dans des unités adaptées au traitement des DIS, mais ces filières ont un coût élevé (entre 200 et 450 € par tonne) et occasionnent une perte d'énergie et de matière première. En effet, de par leur composition riche en acier et en éléments d'alliage à forte valeur (chrome, tungstène, vanadium...), les boues de rectification peuvent être valorisées par coïncinération en cimenteries et par pyrometallurgie. L'apport de fer lors de l'élaboration du ciment contribue à réduire d'environ 50 °C la température de fusion du clinker et favorise l'hydratation du béton [Thomas, 1994] et les éléments d'alliage participent à la production d'oxydes métalliques dans les procédés pyrometallurgiques [Malosse, 1999].

Pour intégrer ces filières de valorisation, la composition des boues de rectification doit satisfaire à divers critères d'ordre technique et réglementaire. Parmi ceux-ci, la teneur en fraction organique est un critère primordial : elle est limitée à 0,5 % pour une valorisation en cimenteries et à 10 % pour une valorisation en pyrometallurgie. La fraction organique provient des fluides de coupe et des huiles-machines. Ces liquides sont des huiles minérales ou de synthèse constituées par des mélanges complexes d'hydrocarbures de différentes compositions chimiques (naphténiques, aromatiques ou paraffiniques). Selon le procédé d'usinage employé, les fluides de coupe sont utilisés purs (« fluides à huile entière ») ou dilués dans l'eau (« fluides aqueux ») dans des proportions variant de 1 à 10 % en volume [Belkacem, 1995] et contiennent divers additifs (extrême-pression, inhibiteurs de corrosion...) essentiellement constitués par des hydrocarbures hétéro-atomiques (N, S, Cl, P) qui favorisent les opérations d'usinage [Dahmen, 1997]. Les boues de rectification dont les teneurs en fraction organique peuvent atteindre 50 % doivent donc subir des traitements afin de

séparer la phase organique des particules métalliques en vue de leur valorisation.

Les travaux décrits dans cet article présentent une étude de faisabilité de trois procédés de traitement : le lavage par une solution détergente, l'extraction par solvant organique et le pressage mécanique. Les détergents ont été utilisés pour traiter des sols et des sédiments contaminés par des polluants organiques tels que les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et les polychlorobiphényles (PCB) [Gannon *et al.*, 1989 ; Edwards *et al.*, 1994]. Ils ont récemment été appliqués au traitement de boues de rectification à huile entière et ont permis d'obtenir des teneurs résiduelles en fraction organique de l'ordre de 3 % [Fu *et al.*, 1999]. Les solvants organiques sont usuellement employés pour l'extraction de composés organiques (hydrocarbures pétroliers, HAP, PCB) dans des matrices solides en vue de leur identification et de leur quantification [Dean *et al.*, 1995 ; Berset *et al.*, 1999 ; Camel, 2000]. En raison de leur pouvoir dégraissant élevé, ils sont largement utilisés pour le dégraissage de pièces métalliques mais n'ont pas été étudiés pour traiter des boues de rectification. Enfin, le pressage mécanique par piston est un procédé qui permet d'agglomérer des mélanges biphasiques en formant des gâteaux plus ou moins friables selon la pression appliquée. Des pressions de 90 kg.cm⁻² ont été appliquées sur des boues de rectification et ont permis d'obtenir des galettes friables dont la teneur résiduelle en fraction organique est d'environ 20 % [Ribeyron, 1999]. Des pressions supérieures de l'ordre de 3200 kg.cm⁻² appliquées sur des boues de rectification mélangées à des copeaux d'acier (de dimensions comprises entre 100 et 150 mm) ont permis d'obtenir des gâteaux sous forme de briquettes dont la teneur en fraction organique est d'environ 2,5 % [Brafman, 1999].

La mise en œuvre et l'efficacité de ces trois procédés de traitement sont étudiées et comparées sur des boues de rectification provenant d'une usine de fabrication de roulements pour automobiles.

PRÉPARATION ET ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

Les expérimentations sont menées sur deux types de boues de rectification : une boue de rectification à huile entière et une boue de rectification à fluide aqueux contenant deux fluides de coupe (émulsions d'huile minérale). Après échantillonnage, les boues de rectification sont homogénéisées à l'aide d'une spatule et stockés dans des récipients en verre à une température de 4 °C jusqu'à l'analyse. Des échantillons d'une masse d'environ exactement 10 g (lavage par solution détergente), 2 g (lavage par solvant organique) et 20 g (pressage mécanique) sont préparés.

L'efficacité des procédés étudiés est évaluée selon deux paramètres : la teneur en eau et la teneur en fraction organique des boues de rectification avant et après traitement. La teneur en eau est estimée par une mesure de la perte des échantillons après séchage en étuve à 50 °C jusqu'à masse

constante. La teneur en fraction organique est déterminée par une pyrolyse de 15 minutes à 400 °C. Cette méthodologie de caractérisation a été développée lors de précédents travaux [Jourdan, 2001].

LAVAGE PAR UNE SOLUTION DÉTERGENTE

L'objectif des expérimentations est d'étudier la capacité des détergents à éliminer la fraction organique des boues de rectification. Dans un premier temps, l'influence du mode et de la durée de lavage est évaluée, puis la nature et la concentration d'emploi du détergent sont examinées.

Matériel et méthodes

La faisabilité du lavage par une solution détergente est étudiée sur la boue de rectification à fluide aqueux dont la teneur en fraction organique initiale est estimée à 182 mg.g⁻¹ d'échantillon sec. Le traitement comprend une étape de lavage suivie d'une étape de rinçage afin d'éliminer le détergent car ce dernier peut fausser par excès les analyses de la teneur en fraction organique des échantillons traités.

Les échantillons sont introduits dans un volume de 100 mL d'une solution aqueuse contenant le détergent Tween 80 (Prolabo) ou le détergent Prochinor FL71 (Ceca). Deux modes de lavage sont étudiés : l'agitation mécanique (table Variomag HP6P battant à 120 cps.min⁻¹) et la sonication (bain à ultrasons Branson 2210, 47 kHz, 70 W). Après lavage, le mélange échantillon – solution détergente est séparé par décantation puis filtration sur filtre papier. L'échantillon lavé est ensuite rincé par ajout d'un volume de 100 mL d'eau. Le mélange est agité mécaniquement durant 5 minutes, puis séparé par décantation et filtration sur filtre papier. L'efficacité du traitement est estimée d'après la formule suivante :

$$E_D = \frac{T_{0s} - T_{1s}}{T_{0s}} \times 100 \quad (1)$$

E_D : efficacité du lavage par la solution détergente (%),

T_{0s} : teneur en fraction organique de l'échantillon non traité (mg.g⁻¹ d'échantillon sec),

T_{1s} : teneur en fraction organique de l'échantillon traité (mg.g⁻¹ d'échantillon sec).

Influence du mode et de la durée de lavage

Des échantillons de boues sont lavés durant 120 minutes par le détergent Tween 80 employé à une concentration de 1 %. Le tableau 1 présente les efficacités de lavage obtenues par agitation mécanique et par sonication. Les essais sont répétés à trois reprises.

On constate que la sonication n'améliore pas l'élimination des composés organiques des échantillons. Le lavage par agitation mécanique est retenu pour sa simplicité de mise en œuvre. L'influence de la durée de lavage par agitation mécanique est alors étudiée avec des échantillons lavés durant 15, 30, 60, 90, 120, 150 ou 180 minutes par le détergent Tween 80 employé à une concentration de 1 % (Figure 1).

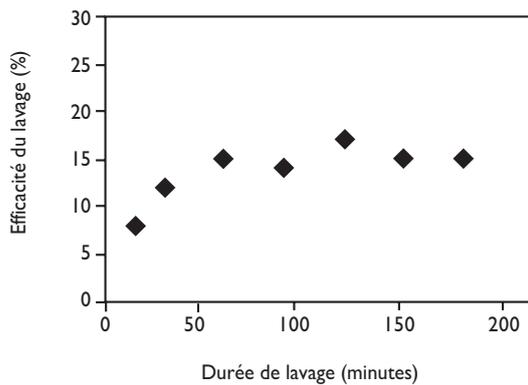
Tableau 1 : Influence du mode de lavage par une solution détergente

Mode de lavage	Efficacité du lavage E_D (%)
Agitation mécanique	16,0 ± 1
Sonication	17,4 ± 1

Figure 1 : Influence de la durée de lavage des boues de rectification par une solution détergente

On observe qu'au-delà de 60 minutes, l'efficacité du lavage des échantillons est équivalente : une durée de 60 minutes est donc retenue pour la suite des expérimentations.

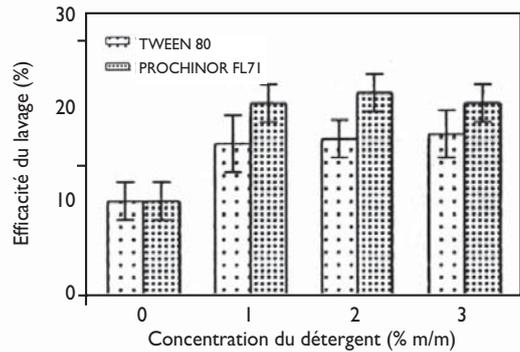
Influence de la nature et de la concentration du détergent



Les détergents Tween 80 et Prochinor FL71 sont utilisés à des concentrations massiques de 0 % (eau seule), 1 %, 2 % et 3 % (Figure 2). Les échantillons sont lavés durant 60 minutes sous agitation mécanique.

Figure 2 : Influence de la nature et de la concentration du détergent

Ces résultats montrent que l'efficacité du lavage dépend de la nature du détergent utilisé : l'efficacité obtenue avec le détergent Prochinor FL71, environ 20 %, est supérieure à celle du détergent Tween 80, environ 16 %. Ces valeurs sont supérieures à celle obtenue par le lavage de la boue par de l'eau seule (efficacité voisine de 10 %). Par ailleurs, on constate que des concentrations d'emploi en détergent supérieures à 1 % n'améliorent pas l'élimination des composés organiques de la boue à fluide aqueux.



Conclusion

Dans les conditions opératoires étudiées, le lavage par une solution détergente s'avère avoir une faible efficacité pour traiter la boue de rectification à fluide aqueux. Les teneurs en fraction organique de la boue lavée diminuent de l'ordre de 20 % par rapport à la boue avant lavage. Il est possible d'expliquer cette faible efficacité par la présence dans les boues de rectification d'huiles-machines, composés organiques de nature très peu polaire et dont l'élimination par une solution détergente s'avère difficile.

LAVAGE PAR SOLVANT ORGANIQUE

Le but de cette partie est d'étudier l'efficacité des solvants organiques à extraire les composés organiques des boues de rectification. Plusieurs solvants sont testés et les conditions de lavage (volume de solvant et durée de lavage) sont évaluées sur les rendements d'élimination de la fraction organique des échantillons.

Matériel et méthodes

Le lavage par solvant organique est étudié sur des boues de rectification à huile entière et à fluide aqueux dont les teneurs initiales en fraction organique sont respectivement de 412 et 121 mg.g⁻¹ d'échantillon brut. Les solvants de lavage étudiés (Carlo Erba Reagenti et de pureté > 99 %) appartiennent à différentes familles : hydrocarbonés, alcools, cétones et éthers (tableau 2).

Les échantillons de boues de rectification (de masse M_E) sont lavés par une masse M_S représentant un volume V mL de solvant. L'extraction des composés organiques est réalisée par agitation mécanique (table Variomag HP6P battant à 120

Tableau 2 : Liste des solvants étudiés pour le lavage des boues de rectification

Solvant de lavage	Famille chimique	Formule brute	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Densité à 25 °C	T _{éb} (°C)	Constante diélectrique à 25 °C
Acétone	Cétone	C ₃ H ₆ O	58	0,79	57	20,7
Méthyléthylcétone	Cétone	C ₄ H ₈ O	72	0,81	80	18,5
Diisopropyléther	Ether	C ₆ H ₁₄ O	102	0,72	69	3,9
Ether de pétrole	Hydrocarbures	- (Mélange) -	-	0,65	40 - 60	2,0
Hexane	Hydrocarbures	C ₆ H ₁₄	86	0,66	69	1,9
Méthanol	Alcool	CH ₄ O	32	0,79	64	32,6

cps.min.⁻¹). La séparation du mélange échantillon - solution de lavage est réalisée par une décantation suivie d'une filtration sur un filtre séparateur de phase exempt de matières grasses et à filtration rapide (Whatmann IPS). La quantité de composés organiques extraits des échantillons est estimée par une mesure du résidu sec (M_R) à 50 °C sur une partie aliquote (MA) de la solution de lavage :

$$Q = \frac{M_R}{M_A} \times M_S \times 1000 \quad (2)$$

Q : quantité de composés organiques extraits par le solvant (mg.g⁻¹ d'échantillon brut),

M_R : masse du résidu sec (g),

M_A : masse de la partie aliquote prélevée (g),

M_S : masse du solvant de lavage (g),

M_E : masse de l'échantillon brut (g).

L'efficacité du solvant de lavage est alors estimée d'après la formule suivante :

$$E_S = \frac{Q}{T_{ob}} \times 100 \quad (3)$$

E_S : efficacité du lavage par solvant (%),

Q : quantité de composés organiques extraits par le solvant (mg.g⁻¹ d'échantillon brut),

T_{ob} : teneur en fraction organique de l'échantillon non traité (mg.g⁻¹ d'échantillon brut).

Influence de la nature du solvant

La Figure 3 présente les efficacités des solvants étudiés. Le volume de solvant utilisé est de 20 mL et les durées de lavage sous agitation mécanique sont de 15 minutes. Les essais sont répétés à trois reprises.

On constate que les solvants étudiés ont une efficacité d'élimination des composés organiques comprises entre environ 60 % et 90 % pour la boue de rectification à huile entière et entre environ 50 % et 75 % pour la boue de rectification à fluide aqueux. D'après la Figure 4 qui présente les efficacités des solvants en fonction de leur polarité (caractérisée par leur constante diélectrique), on constate que les solvants peu

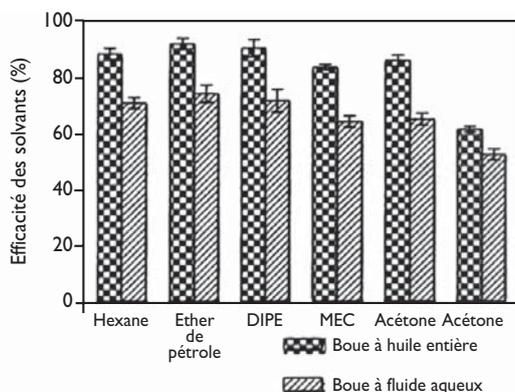


Figure 3 : Influence de la nature des solvants

polaires comme l'hexane, l'éther de pétrole et le DIPE ont une bonne efficacité pour extraire les composés organiques des boues de rectification. Les cétones (acétone et MEC) qui sont des solvants polaires ont des rendements inférieurs. Le méthanol qui est le solvant le plus polaire parmi les solvants utilisés, élimine les composés organiques des boues de rectification avec un faible rendement.

Ces résultats montrent que plus la polarité des solvants augmente et plus leur efficacité diminue. Les composés organiques des boues de rectification ont donc une nature peu polaire. Dans le cas de la boue de rectification à fluide aqueux, on peut supposer la prédominance des huiles-machines de nature peu polaire par rapport aux fluides de coupe miscibles dans l'eau et de nature polaire.

Influence du volume de solvant

Plusieurs volumes de solvant sont étudiés : 5 mL, 10 mL, 20 mL et 30 mL. Pour une masse d'échantillon d'environ exactement 2 g, ces volumes correspondent à des rapports

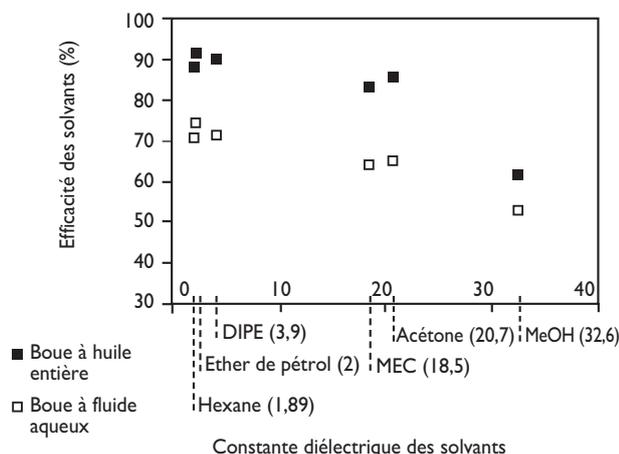


Figure 4 : Influence de la polarité des solvants

Liquide/Solide (L/S) respectifs de 2,5, 5, 10 et 15 (unité : mL.g⁻¹). Des rapports L/S inférieurs à 2,5 ne sont pas étudiés car le volume de solvant utilisé est proche du volume minimal de mouillage des boues. La Figure 5 présente les efficacités des solvants en fonction des rapports L/S. La durée de lavage sous agitation mécanique est de 15 minutes. Les essais sont répétés à trois reprises.

Le lavage de la boue à huile entière par des solvants polaires avec un rapport L/S supérieur à 10 (acétone et MEC) ou à 5 (méthanol) n'améliore pas l'élimination des composés organiques. En revanche, le rapport L/S a une influence peu significative lors de l'utilisation de solvants peu polaires comme l'hexane, l'éther de pétrole et le DIPE. Dans le cas de la boue à fluide aqueux, le rapport L/S a une influence peu significative quelque soit le solvant de lavage utilisé. Ces résultats montrent que les solutions de lavage des deux types de boues de rectification par des solvants peu polaires ne sont pas saturées pour un rapport L/S égal à 2,5.

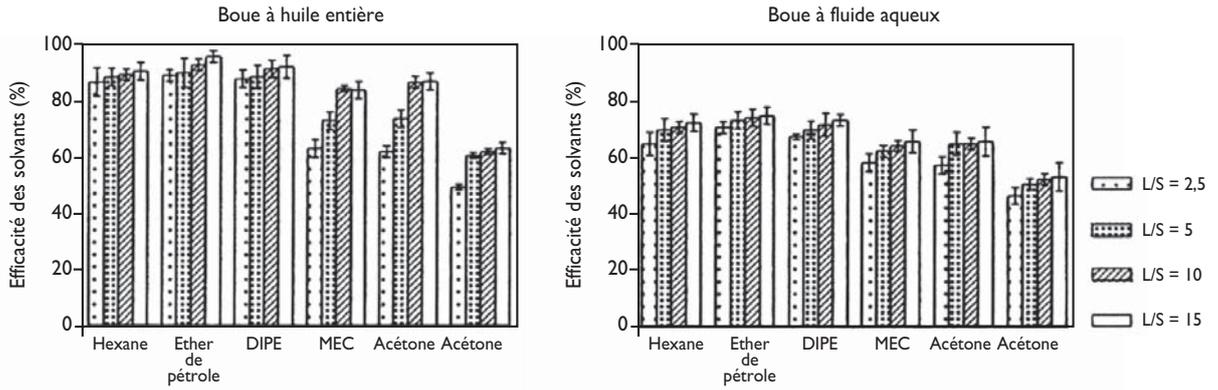


Figure 5 : Influence du volume de solvant

Influence de la durée de lavage

Les durées de lavage étudiées sont 10, 15, 30, 60 et 120 minutes. Le volume de solvant utilisé est 5 mL pour une masse d'échantillon d'environ exactement 2 g, soit un rapport L/S égal à 2,5. La figure 6 présente les efficacités de l'éther de pétrole et l'hexane en fonction de la durée de lavage.

On observe que des durées de lavage supérieures à 10 minutes n'améliore pas les efficacités quelque soit le solvant, hexane ou éther de pétrole. De courtes durées de lavage suffisent donc à extraire les composés organiques des boues.

Conclusion

Le lavage par solvant organique présente une bonne efficacité pour extraire les composés organiques des boues de rectification. Les solvants les plus efficaces sont des solvants peu polaires comme l'hexane, l'éther de pétrole ou le diisopropyléther dont l'efficacité atteint respectivement environ 90 % et 75 % sur les boues de rectification à huile entière et à fluide aqueux.

PRESSAGE MÉCANIQUE

Le pressage mécanique permet de séparer la phase liquide des boues de rectification en agglomérant les particules

solides sous la forme d'une galette. Dans un premier temps, des essais sont réalisés avec la boue de rectification à fluide aqueux pour étudier l'influence de la durée de pressage, de la contrainte de pressage et de l'adjonction de copeaux sur l'élimination de la phase liquide des échantillons. D'après la littérature, l'adjonction de copeaux d'acier aux boues de rectification lors de leur pressage peut favoriser l'élimination de la phase liquide [Thomas, 1997]. L'influence de la contrainte de pressage est ensuite évaluée sur les deux types de boues de rectification.

Matériel et méthodes

Les échantillons sont placés dans un module de pressage puis pressés à l'aide d'une presse hydraulique (FOG PI 30) de puissance maximale 50 tonnes. Deux modules de pressage spécialement fabriqués pour les expérimentations sont utilisés ; ils sont notés MPI et MP2. Ils comprennent les éléments suivants : deux pistons entre lesquels l'échantillon est pressé, une chemise qui guide la course des pistons lors du pressage et un extracteur qui permet d'extraire la galette de boue pressée (Figure 7). Le module MP2 est de forme similaire au module MPI avec des dimensions réduites pour atteindre des contraintes de pressage plus élevées. L'utilisation de ces modules permet d'obtenir des

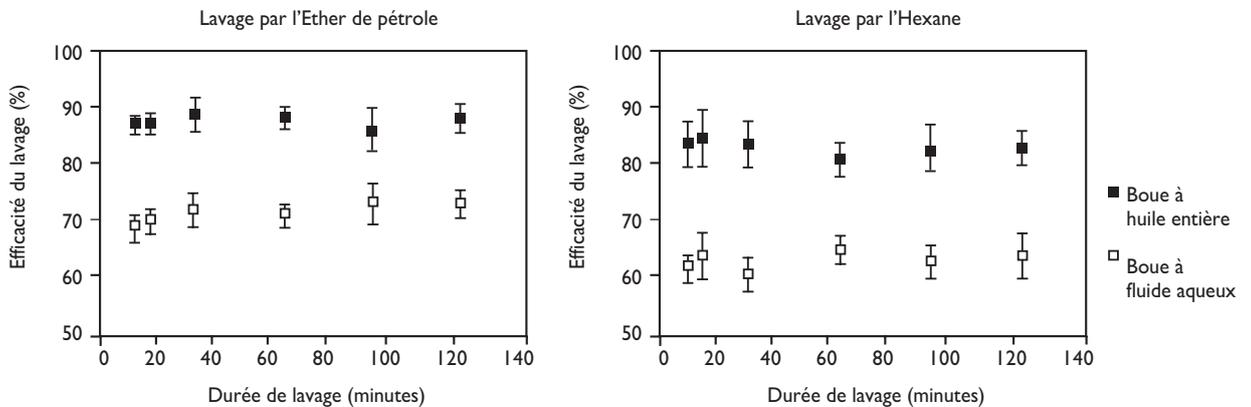
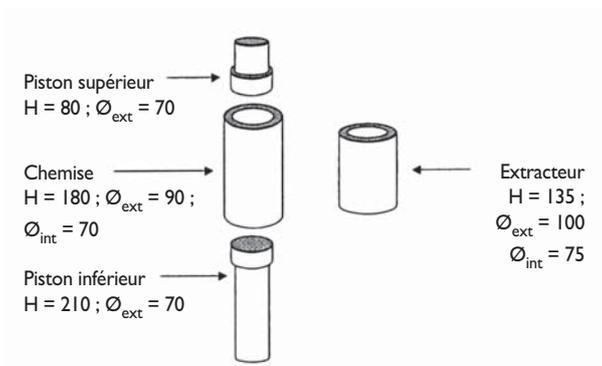


Figure 6 : Influence de la durée de lavage par l'éther de pétrole et par l'hexane

gallettes de surface d'environ 38,5 cm² avec le module MPI et 9,6 cm² avec le module MP2 sous des contraintes maximales d'environ 1 300 kg.cm⁻² et 5 200 kg.cm⁻² respectivement.

Deux séries d'expérimentations sont menées avec les modules MPI et MP2 sur des boues de rectification dont la composition est présentée dans le Tableau 3. La hauteur de la galette sous contrainte (étape réalisée avec le module MP2 uniquement) est mesurée à l'aide d'un pied à coulisse (Mitutoyo CD-20DC de course maximale 200 mm et de précision 0,1 μ m).

L'efficacité du pressage est évaluée par sa capacité à éliminer la phase liquide des boues de rectification. Les rendements d'élimination des fractions aqueuse et organique des échantillons sont calculées par rapport aux teneurs initiales d'après la formule suivante :



H = Hauteur ; Ø_{ext} = Diamètre externe ; Ø_{int} = Diamètre interne

Figure 7 : Schéma et caractéristiques du module de pressage MPI

$$E_p = \frac{T_{OS} - T_{IS}}{T_{OS}} \times 100 \quad (4)$$

E_p : efficacité du pressage mécanique (%),

T_{IS} : teneur en eau ou en fraction organique de l'échantillon pressé (mg.g⁻¹ d'échantillon sec),

T_{OS} : teneur en eau ou en fraction organique de l'échantillon non traité (mg.g⁻¹ d'échantillon sec).

Tableau 3 : Composition des boues de rectification utilisées pour les expérimentations de pressage		
Echantillons	Teneur en eau (mg.g ⁻¹ d'échantillon sec)	Teneur en composés organiques (mg.g ⁻¹ d'échantillon sec)
Expérimentations avec le module MPI		
Boue à huile entière	Nd	382
Boue à huile aqueux	898	154
Expérimentations avec le module MP2		
Boue à huile entière	Nd	405
Boue à huile aqueux	866	209

Nd : Non déterminé

Influence de la durée de pressage et de l'adjonction de copeaux

Des essais de pressage réalisés sous de faibles contraintes de pressage (comprises entre 80 à 1 170 kg.cm⁻²) avec la boue de rectification à fluide aqueux (Figure 8 - a) révèlent que des durées de pressage supérieures à 30 secondes n'améliorent pas la perte de masse des échantillons ; la phase liquide des boues étant extraite uniquement lors de la montée en pression. De même, ces essais montrent que l'adjonction de copeaux d'acier (de dimensions comprises entre 2 et 30 mm) dans les échantillons avant pressage, ne favorise pas une élimination plus importante de la phase liquide de la boue de rectification ; sous de faibles contraintes, les copeaux jouant un rôle de ressort qui limite l'expulsion de la phase liquide des boues (Figure 8 - b).

Pour la suite des expérimentations, la durée d'application de la contrainte est fixée à 30 secondes et les boues de rectification sont pressées sans adjonction de copeaux.

Influence de la contrainte de pressage

La présente les pertes de masse des boues de rectification en fonction de la contrainte de pressage. Pour une contrainte de 1560 kg.cm⁻² les pertes de masse atteignent les valeurs 33 % et 49 % respectivement pour la boue de rectification à huile entière et à fluide aqueux. L'application de contraintes supérieures n'apportent qu'un faible gain en terme d'élimination de la phase liquide : sous la contrainte la plus élevée, 3 130 kg.cm⁻², les pertes de masse atteignent 38 % pour la boue à huile entière et 52 % pour la boue à fluide aqueux.

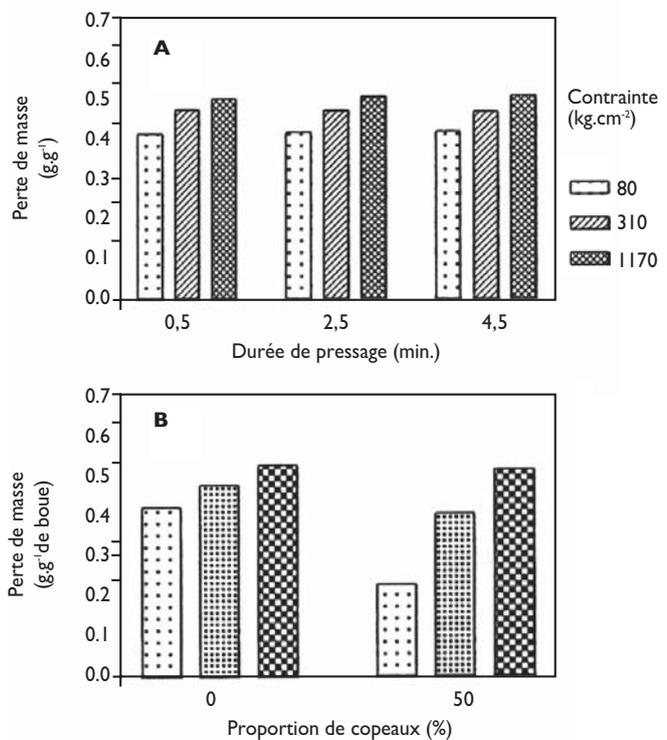


Figure 8 : Influence de la durée de pressage et de l'adjonction de copeaux

Les pertes de masse de la boue à huile entière correspondent uniquement à l'élimination de la fraction organique, avec des rendements (Figure 10 - a) qui s'élèvent à environ 60 % pour une contrainte de 1170 kg.cm⁻² et se stabilisent autour de 75 % à partir d'une contrainte de 1560 kg.cm⁻². Les pertes de masse de la boue à fluide aqueux correspondent à l'élimination des fractions aqueuse et organique. On constate que le pressage élimine préférentiellement la fraction aqueuse (Figure 10 - b) avec des rendements d'élimination élevés : voisins de 80 % dès l'application de faibles contraintes (80 kg.cm⁻²), ils atteignent environ 95 % pour des contraintes élevées (supérieures à 1560 kg.cm⁻²). Les rendements d'élimination de la fraction organique (Figure 10 - b) sont inférieurs à 15 % jusqu'à des valeurs de contraintes

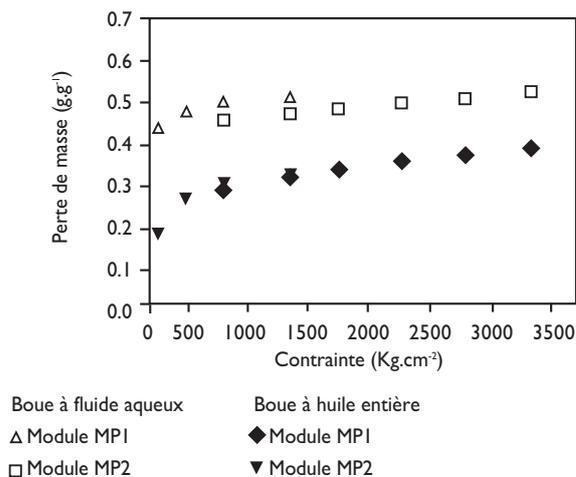


Figure 9 : Perte de masse des boues de rectification en fonction de la contrainte de pressage

voisines de 500 kg.cm⁻². Au-delà de cette contrainte, ils augmentent rapidement pour atteindre environ 60 % pour 1560 kg.cm⁻² et se stabilisent autour de cette valeur pour des contraintes plus élevées. Lors des expérimentations, on observe un changement d'apparence de la phase liquide extraite lors du pressage de la boue à fluide aqueux. D'abord de couleur vert pâle, iden-

tique à la couleur du liquide de coupe en utilisation, la phase liquide extraite est ensuite de couleur marron foncé à partir d'une contrainte voisine de 500 kg.cm⁻². Ces liquides correspondent à l'élimination de deux fractions de composés organiques : la première fraction correspondant au fluide de coupe en émulsion dans l'eau est éliminée avec la fraction aqueuse par un pressage de faible puissance ; elle représente environ 15 % de la fraction organique globale de la boue. La deuxième fraction correspondant aux huiles-machines nécessite l'application de contraintes de pressage plus importantes pour son élimination (contraintes supérieures à 500 kg.cm⁻²). On peut estimer la proportion d'huiles-machines à environ 85 % de la fraction organique globale de la boue ; ce résultat a été confirmé par de précédents travaux [Jourdan, 2001].

Les teneurs en fraction organique résiduelle mesurées sur les galettes obtenues après pressage sous des contraintes supérieures à 1560 kg.cm⁻² sont d'environ 10 % et 7,5 % respectivement pour la boue à huile entière et à fluide aqueux. D'après la qui présente les teneurs résiduelles totales en fluide (fractions aqueuse et organique) des boues de rectification, on constate que ces teneurs sont voisines quelle que soit la nature des boues.

Ce résultat conduit à supposer que les teneurs résiduelles en fluide sont déterminées par la porosité des galettes. Cette dernière correspond au volume des interstices entre les particules solides de la galette ; les interstices étant occupés par le fluide et par l'air interstitiel. La porosité des galettes est calculée de la façon suivante :

$$P_G = \frac{V_G - V_S}{V_G} \quad (5)$$

P_G : porosité de la galette sous contrainte,
 V_G : volume total de la galette (cm³),
 V_S : volume de la phase solide de la galette (cm³).

Avec :

M_G : masse de la galette (g),
 M_F : masse de fluide - constituée par les fractions aqueuse et organique - de la galette (g),
 ρ_S : masse volumique de la phase solide (7,8 g.cm⁻³, correspondant à la masse volumique des particules métalliques ; les débris de meule étant négligés).

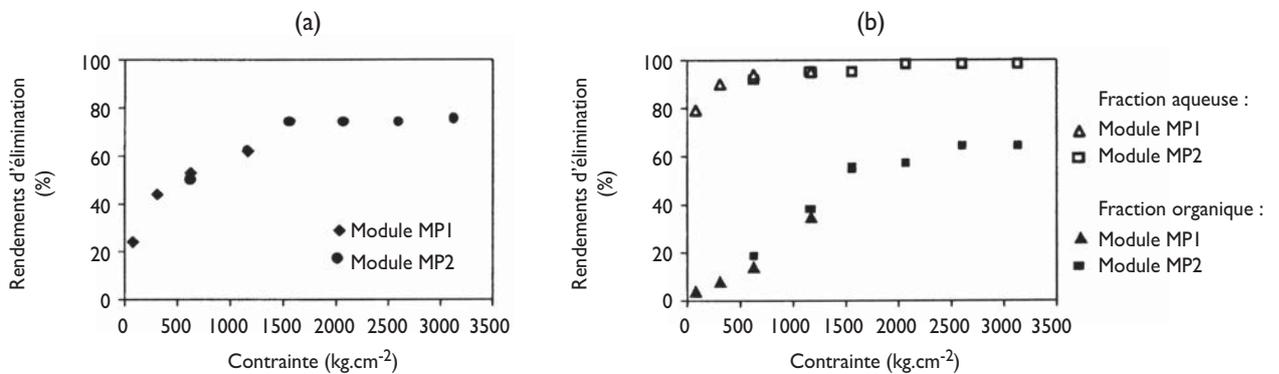


Figure 10 : Rendements d'élimination de la fraction organique de la boue à huile entière (a) et des fraction aqueuse et organique de la boue à fluide aqueux (b)

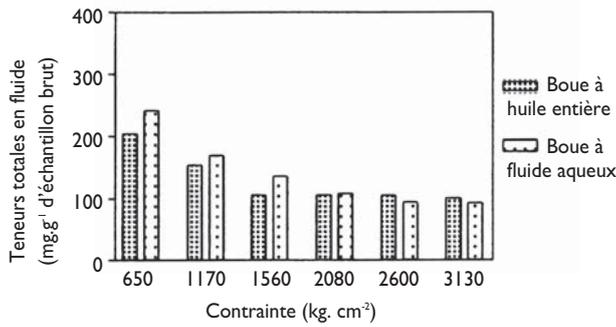


Figure 11 : Influence de la nature des boues de rectification sur les teneurs résiduelles de la phase liquide

La porosité des galettes est comparée à la proportion de fluide (tableau 4) définie par le volume de la phase liquide rapportée au volume total de la galette :

$$V_G = \frac{M_G - M_F}{\rho_S} \quad (6)$$

P_F : proportion de fluide dans la galette,
 V_F : volume de fluide de la galette (cm³) – calculé à l'aide des masses d'eau et de composés organiques et des masses volumiques (1 g.cm⁻³ pour l'eau et 0,85 g.cm⁻³ pour la fraction organique),
 V_G : volume de la galette (cm³).

Si les teneurs résiduelles en fluide sont conditionnées par la porosité des galettes et si cette dernière est entièrement occupée par le fluide, on doit obtenir $P_G = P_F$.

On constate que quelle que soit la contrainte de pressage, la proportion de fluide est supérieure à la porosité des galettes. Ces résultats aberrants s'expliquent par la conception du module de pressage qui ne permet pas d'évacuer totalement le fluide extrait lors du pressage. Une partie de ce liquide est réaspiré par la galette lors des deux étapes suivantes :

- une fois la boue pressée et lorsque la contrainte de pressage est annulée, on observe une expansion de la galette (la hauteur de la galette sortie du module de pressage est supérieure à la hauteur de la galette sous contrainte),

- lors de l'expulsion de la galette hors du module de pressage, cette dernière est souillée par une partie de fluide extrait de la boue qui s'est déposé sur la paroi interne de la chemise du module de pressage.

Les teneurs résiduelles en fluide mesurées sur les galettes sont par conséquent supérieures aux valeurs réelles. Pour s'affranchir de ce phénomène de réaspiration de fluide par la galette, les teneurs résiduelles maximales en fluide sont calculées en considérant que la porosité des galettes sous contrainte est entièrement occupée par du fluide (tableau 5). Elles sont exprimées en mg.g⁻¹ d'échantillon brut.

Les teneurs calculées de la phase liquide des boues de rectification pressées atteignent environ 3,3 % d'échantillon brut pour des contraintes supérieures à 2600 kg.cm⁻², alors que les teneurs mesurées sur les galettes après leur expul-

Tableau 4 : Porosité et proportion de liquide des galettes

Contrainte de pressage (kg.cm ⁻²)	Boue à huile entière		Boue à fluide aqueux	
	Porosité des galettes P_G	Proportion de liquide P_F	Porosité des galettes P_G	Proportion de liquide P_F
650	0,54	1,08	0,60	1,29
1200	0,44	0,94	0,44	0,80
1560	0,38	0,69	0,40	0,78
2080	0,32	0,73	0,37	0,68
2600	0,26	0,79	0,26	0,67
3130	0,25	0,77	0,25	0,68

sion du module sont d'environ 10 % d'échantillon brut. L'efficacité du pressage est en fait supérieure à celle obtenue par la mesure des teneurs en phase liquide sur les galettes après leur expulsion du module de pressage. Le calcul des teneurs en fluide permet d'évaluer les rendements d'élimination en fluide à environ 95 % pour les deux types de boues de rectification.

CONCLUSION

Les travaux présentés dans cette étude portent sur une étude de faisabilité du traitement des boues de rectification en vue de leur valorisation en cimenteries ou en centres pyrométallurgiques. Trois procédés de traitement sont étudiés afin d'éliminer la fraction organique des boues : le lavage par une solution détergente, l'extraction par solvant

Tableau 5 : Teneurs totales en fluide (mg.g⁻¹ d'échantillon brut) des boues de rectification pressées

Contrainte de pressage (kg.cm ⁻²)	Boue à huile entière	Boue à fluide aqueux
650	102	118
1200	72	73
1560	59	64
2080	46	57
2600	33	35
3130	33	32

organique et le pressage mécanique.

Le lavage par détergent s'avère peu efficace pour traiter les boues de rectification à fluide aqueux avec un rendement d'élimination des composés organiques d'environ 20 %. Ce procédé de traitement dont le principe est basé sur le transfert des composés organiques en phase aqueuse nécessite le traitement des effluents générés par les étapes de lavage et de rinçage. Ce dernier peut être effectué par la mise en œuvre de procédés comme l'ultrafiltration ou le cassage d'émulsion.

En revanche, le lavage par solvant organique permet d'atteindre des rendements supérieurs, compris entre 75 et 90 % selon le type de boue. L'utilisation de solvants pose cependant des contraintes d'ordre technique, environnementales et réglementaires. Le choix d'un solvant repose sur

un compromis entre son efficacité, sa toxicité, sa sécurité d'emploi, sa facilité de régénération et son coût. Dans l'optique d'un traitement industriel, par exemple par un lavage en cascade à contre-courant, l'utilisation de solvants organiques nécessite une unité de recyclage pour diminuer les coûts de traitement. D'autre part, le traitement des composés organiques volatils génère des coûts supplémentaires. Le pressage mécanique permet à la fois d'éliminer les fractions aqueuse et organique des boues de rectification. Sous une contrainte supérieure à 2600 kg.cm⁻² ce traitement permet d'obtenir des rendements d'élimination en fluide très élevés, voisins de 95 %. Le pressage mécanique peut être réalisé en interne dans l'entreprise qui génère les boues de rectification et présente deux avantages : d'une part, effectué immédiatement après la production des boues, il permet le recyclage du fluide générant ainsi des économies d'appoint en liquide de coupe. D'autre part, il permet de diminuer les coûts de transport des boues vers les centres de traitement en éliminant une large quantité de fluide. Les valeurs résiduelles en phase liquide des boues pressées permettent leur valorisation par voie pyrométallurgique (teneurs inférieures à 10 %) mais sont supérieures aux seuils imposés par la réglementation pour une valorisation en cimenteries (0,5 %). Une association de ces procédés pourrait alors être envisagée. Ainsi, un pressage mécanique constituerait un traitement primaire performant qui permettrait d'éliminer une large proportion de phase liquide des boues de rectification et qui, couplé à un traitement par lavage par solvant organique pourrait rendre les boues admissibles pour une valorisation en cimenteries.

Benoît Jourdan, James Ollivier et Olivier Thomas,

École des mines d'Alès, Laboratoire génie de l'environnement industriel
6 Avenue de Clavières, 30319 Alès Cedex, France

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (Ademe) et la société SNR Cevennes pour leur aide financière apportée dans le cadre de cette étude.

Références

- [Belkacem, 1995] : Belkacem M., Matamoros H., Cabassud C., Aurelle Y. et Cotteret J., New results in metal working wastewater treatment using membrane technology. *J. of Membrane Sci.*, 106, 195-205 (1995).
- [Berset et al., 1999] : Berset J.D., Ejem M., Holzer R., Lisher P. : Comparison of different drying, extraction and detection techniques for the determination of priority aromatic hydrocarbons in background contaminated soil samples. *Anal. Chim. Acta*, Vol. 383, pp. 263-275 (1999).
- [Brafman, 1999] : Brafman M. : Transformation des boues d'usinage en matières valorisables par compactage. Recueil de conférences : Boues d'usinage, le point sur les filières, St-Etienne (France), CETIM (2 juin 1999).
- [Camel, 2000] : Camel V. : Microwave-assisted solvent extraction of environmental samples, *Trends in analytical chemistry*, Vol. 19, N°4, pp. 229-248 (2000).
- [Dahmen, 1997] : Dahmen N., Schon J., Schmeider H. and Ebert K., Supercritical fluid extraction of grinding and metal cutting waste contaminated with oils. *Americ. Chem. Soc.*, Chapitre 19 (1997).
- [Dean et al., 1995] : Dean J.R., Barnabas I.J., Fowles I.A. : Extraction of polycyclic aromatic hydrocarbons from highly contaminated soils : a comparison between Soxhlet, Microwave and supercritical fluid extraction, *Analytical Proceedings Including analytical communications*, Vol. 32, pp. 305-308 (1995).
- [Edwards et al. 1994] : Edwards D.A., Zhongbao L., Luthy R.G. : Surfactant solubilization of organic compounds in soil/aqueous systems, *J. of Envir. Engineering*, Vol. 120, N°1, pp. 1-22 (Janvier/Février 1994).
- [Fu et al., 1999] : Fu H. et Matthews M.A., Separation processes for recovering alloy steels from grinding sludge: supercritical carbon dioxide extraction and aqueous cleaning. *Sep. Sci. and Technol.*, 34, 1411-1427 (1999).
- [Gannon et al., 1989] : Gannon K., Bibring P. : Soil clean-up by in-situ surfactant flushing laboratory results, *Sep. Sci. and Technol.*, Vol. 24, pp. 1073-1094 (1989).
- [Jourdan, 2001] : Jourdan B., Caractérisation et étude de faisabilité du traitement des boues de rectification en vue de leur valorisation, Thèse de Doctorat de l'Université d'Aix-Marseille I, 193 p. (2001).
- [Malosse, 1999] : Malosse R., Les besoins des industriels face aux problèmes des boues d'usinage et aux exigences réglementaires, Recueil de Conférences : Boues d'usinage, le point sur les filières, St-Etienne (France), CETIM (2 juin 1999).
- [Ribeyron, 1999] : Ribeyron J., Techniques de traitement des boues de rectification en interne. Recueil de Conférences : Boues d'usinage, le point sur les filières, St-Etienne (France), CETIM (2 juin 1999).
- [Thomas, 1994] : Thomas R., Déchets de rectification, Deux filières pour valoriser les boues, *Cetim-Information*, n°140, pp. 43-46 (Octobre 1994).
- [Thomas, 1997] : Valorisation des boues de l'industrie mécanique, *Bulletin du Cercle des Métaux, Matériaux et Environnement*, Vol. 16, N°15, pp.14.1-14.7 (1997).

DÉCHETS SCIENCES & TECHNIQUES, REVUE FRANCOPHONE D'ÉCOLOGIE INDUSTRIELLE

SAP - 7, chemin de Gordes - 38100 Grenoble - Tél. : 04 76 43 28 64 - Fax : 04 76 56 94 09 - Mél : dst@pro-environnement.com

Service abonnement : Joséphine Sambito/SAP (téléphoner du lundi au vendredi de 9 H à 12 H et de 13 H à 15H30).

N° de commission paritaire : 76929 - N° ISSN : 0753-3454. Dépôt légal : 402 juin 2002 - Imprimerie Louis Jean/Gap - Photocomposition SAP

Principaux associés : Groupe Reed Exposition France.