

# Cahier des charges :

## Caractérisation et essais en vue de l'application d'un traitement par désorption thermique

### 1. Introduction

Cette mission de caractérisation et essais intervient après la présélection des techniques et la caractérisation préliminaire du sol, qui permet notamment de définir la nature des contaminants (métalliques, organiques) et leur teneur globale, ainsi que la composition granulométrique du sol.

Les principales caractéristiques du site, du sol et des polluants qui ont conduit à la présélection de cette technique sont rappelées ci-dessous ainsi que les limites associées à l'application des techniques de lavage chimique :

<b>Rappel de la problématique</b>	<u>Caractéristiques de la zone polluée :</u>  <u>Nature de la pollution :</u>  <u>Situation de la pollution vis-à-vis de la zone saturée :</u>  <u>Etat physique de la pollution :</u>
<b>Limites liées à la mise en œuvre</b>	<i>Mise en œuvre in situ : ce mode de mise en œuvre est encore à un stade en cours de développement ;</i>  <i>Mise en œuvre sur site ou hors site : selon la quantité à traiter</i>
<b>Limites liées à la nature de la pollution</b>	<i>Technique inadaptée au traitement de polluants corrosifs, de polluants minéraux (excepté le mercure), d'oxydants et de réducteurs. Souvent appliquée aux pollutions par des produits pétroliers</i>
<b>Limites liées aux caractéristiques générales de la pollution</b>	-
<b>Limites liées aux caractéristiques du sol</b>	<i>Composition granulométrique : matériau poreux constitué de particules de taille inférieure à 50 mm</i>  <i>Teneur en eau : nécessite une quantité d'énergie plus importante mais peut améliorer la décontamination</i>  <i>Manœuvrabilité : cas de traitement sur site ou hors site</i>
<b>Limites liées à la concentration en polluant</b>	-
<b>Limites liées à d'autres paramètres spécifiques</b>	<i>Risque de réadsorption en cas d'importantes surfaces spécifiques</i>

**Tableau 1 : Rappel des caractéristiques à la base de la présélection des techniques de désorption thermique**

Les délais et coûts maximaux attendus pour la réalisation des essais sont précisés ci-dessous. Le candidat à la réalisation des caractérisations et essais en vue de l'application Caractérisation et essais en vue de l'application d'un traitement par extraction sous pression réduite et extraction multiphasique précisera les délais et coûts qu'il prévoit pour la réalisation de sa prestation au regard de ces objectifs.

## 2. Essais d'orientation

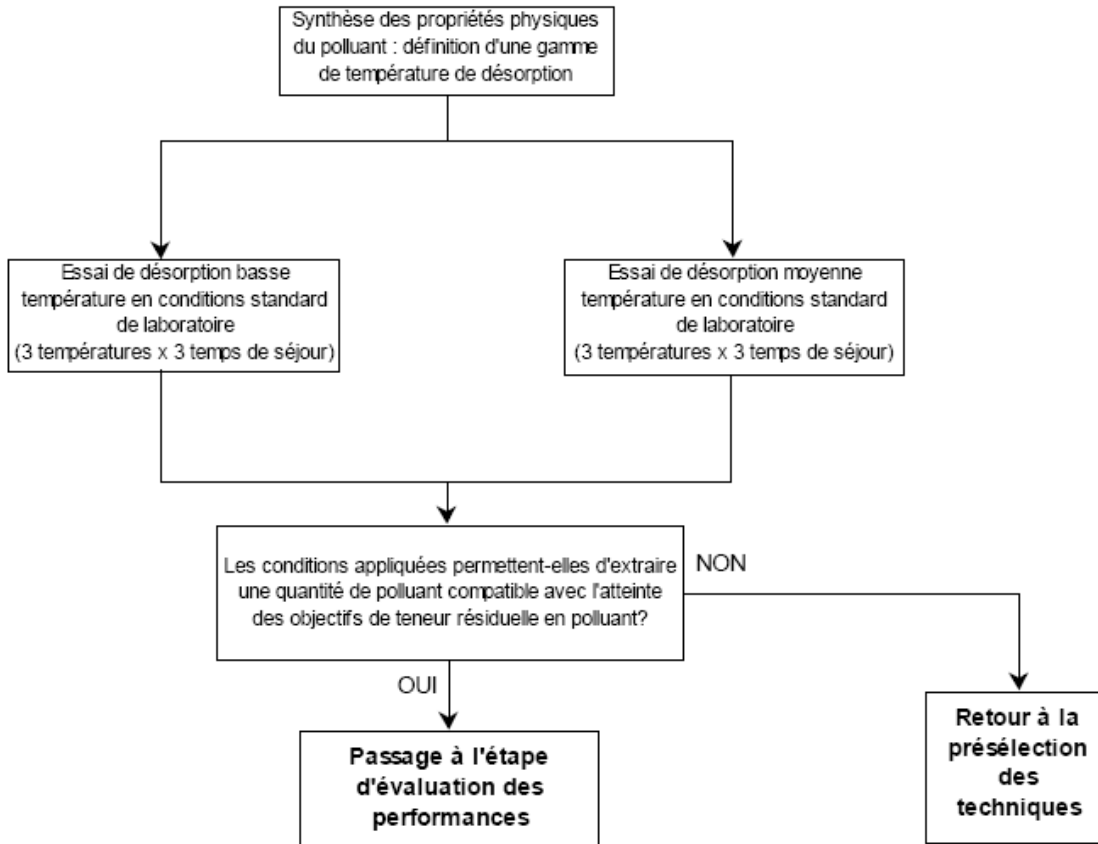


Figure 1 : Procédure d'essais d'orientation d'un traitement par désorption thermique

### 2.1. Détermination du couple température / temps de séjour

Il s'agit de déterminer les couples température/temps de séjour à appliquer à un sol pollué afin d'atteindre les objectifs de traitement en termes d'abattement de la pollution cible. Les essais d'orientation proposés ici permettent d'optimiser ce couple pour des quantités réduites de sol.

Certains procédés de traitement peuvent présenter une durée maximale de traitement applicable. On devra tenir compte de cette limite. Par ailleurs, quel que soit le procédé, pour une durée de traitement maximale raisonnable (en termes de contraintes économiques, de temps disponible pour effectuer le traitement...) ou limitée par la technologie employée, il est recommandé de ne pas appliquer une température excessive du fait de la « fragilité du sol ». La désorption thermique constitue une technique non destructive. Rappelons que la matière organique naturelle commence à se dégrader à partir de 300 °C. Des études sur la décomposition thermique de la matière humique ont montré que des produits de pyrolyse (alcanes, phénols, hydrocarbures aromatiques polycycliques...) se forment entre 400 et 500 °C. Lorsque des produits de dégradation sont détectés il devient délicat de parler de désorption thermique.

La question à laquelle répondent les essais d'orientation est la suivante : dans une gamme de température limitée et dans une gamme de durée de traitement limitée, existent-ils des couples Température/Durée qui permettent d'atteindre l'abattement de la teneur des polluants cibles voulu ?

Les essais d'orientation permettent également de déterminer la masse de sol obtenu après traitement, par la mesure de la perte de masse des échantillons de sol. Cette information complémentaire permet d'estimer la masse de sol à gérer après traitement pour l'humidification et un éventuel transport.

Selon le point d'ébullition du (des) polluant(s) à désorber, le choix sera fait entre une désorption basse température (~250 °C à ~450 °C) ou moyenne température (~450 °C à ~650 °C).

### 2.1.1 Préparation des échantillons de sol

Compte tenu des quantités limitées de sol utilisées pour les essais d'orientation, il est nécessaire de procéder à une séparation granulométrique dans le cas d'un sol présentant une fraction grossière. La granulométrie du sol finalement testé doit être compatible avec la quantité de sol testé (10 grammes dans le protocole proposé). Les estimations de la teneur finale de polluants cibles, de perte de masse lors du traitement doivent tenir compte de cette séparation granulométrique préalable lorsqu'elle est nécessaire.

### 2.1.2 Conditions opératoires

Pour la réalisation des essais d'orientation, un four (Carbolite type CWS 13/5) sous balayage d'azote pouvant contenir au moins 3 récipients identiques en pyrex d'une capacité de 40 mL est utilisé. Chacun des récipients contient une dizaine de grammes de sol pesée précisément.

Ces échantillons sont alors placés simultanément dans le four programmé en isotherme à la température de traitement voulue. A titre d'exemple, le premier échantillon est laissé dans le four 5 minutes, le second 10 minutes et le troisième 15 minutes. A leurs sorties du four, les récipients sont fermés hermétiquement puis refroidis. Les récipients sont alors repesés afin d'évaluer la perte de masse de l'échantillon lors du traitement. Les méthodes d'extraction et d'analyse doivent être adaptées aux polluants suivis. La méthode qui suit est utilisée lors des essais d'orientation pour des sols dont les polluants cibles sont des HAP. Les HAP sont extraits par soxhlet (méthode EPA 3540C), l'analyse est effectuée par séparation chromatographique suivie d'une détection par spectrométrie de masse. Le Tableau 1 présente les 3 étapes de la méthode utilisée.

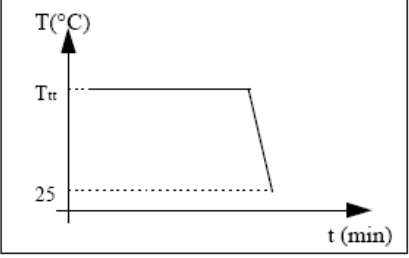
Traitement thermique isotherme du sol dans le four	Extraction des HAP contenus dans le sol traité	Analyse des 16 HAP par GC/MS
 <p>Ttt : Température de traitement</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Méthode Soxhlet (EPA 3540C)</li> <li>Volume du ballon: 100 mL <ul style="list-style-type: none"> <li>Solvant: Acétone:Dichlorométhane (1:1)</li> </ul> </li> <li>Volume de solvant : 60 mL</li> <li>Durée : ~2 h</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Ajout d'étalon interne (naphtalène d8)</li> <li>colonne : HP 5MS 30 m</li> <li>Détection en SIM des pics parents pour chacun des HAP</li> </ul>

Tableau 2 : Méthode employée pour les essais d'orientation sur des sols pollués par des HAP

Les pertes de masse des échantillons de sol lors du traitement sont calculées comme suit :

$$P = \frac{M_{finale} - M_{initiale}}{M_{initiale}} \times 100$$

Avec : P : perte de masse de l'échantillon (%)  
M<sub>initiale</sub> : la masse de l'échantillon avant traitement  
M<sub>finale</sub> : la masse de l'échantillon après traitement

Pour chaque température testée, les échantillons sont traités pendant des durées différentes.

L'exploitation des mesures de perte de masse sur ces différents échantillons peut être présentée comme suit :

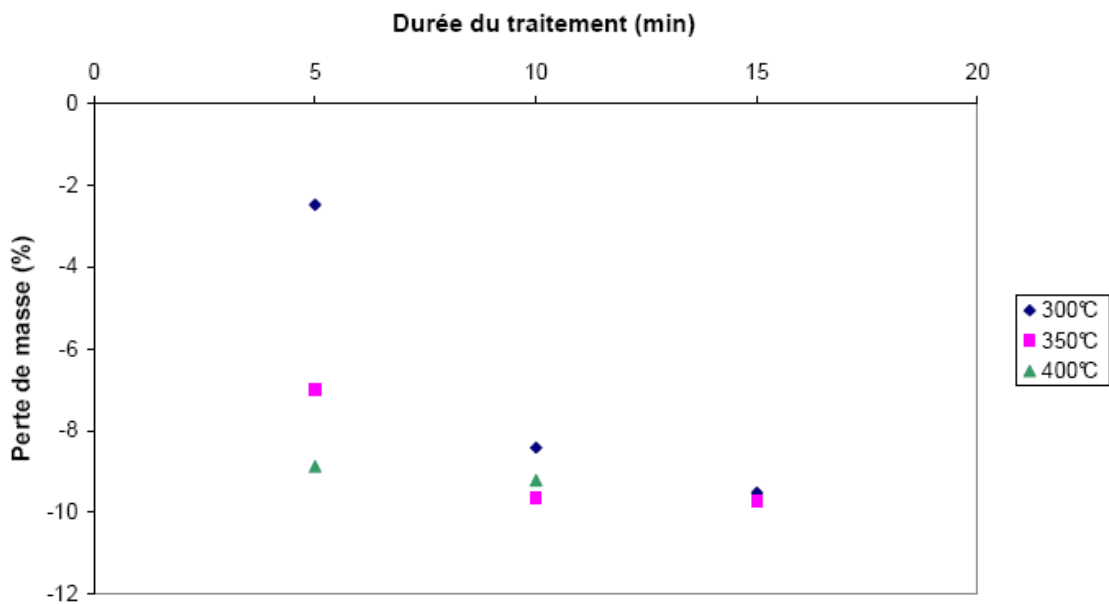


Figure 3 : Exemple de représentation de la Perte de masse des échantillons lors des essais d'orientation

La perte de masse prend en compte l'évaporation de l'humidité du sol. Il ne s'agit donc pas d'un indicateur de suivi de l'abattement de la pollution. Ce paramètre permet toutefois de cibler la gamme de température à mettre en œuvre en considérant que l'extraction des polluants n'est efficace qu'une fois l'humidité extraite.

L'exploitation des résultats d'analyse de la teneur en polluants obtenus sur ces mêmes échantillons peut être présentée comme suit :

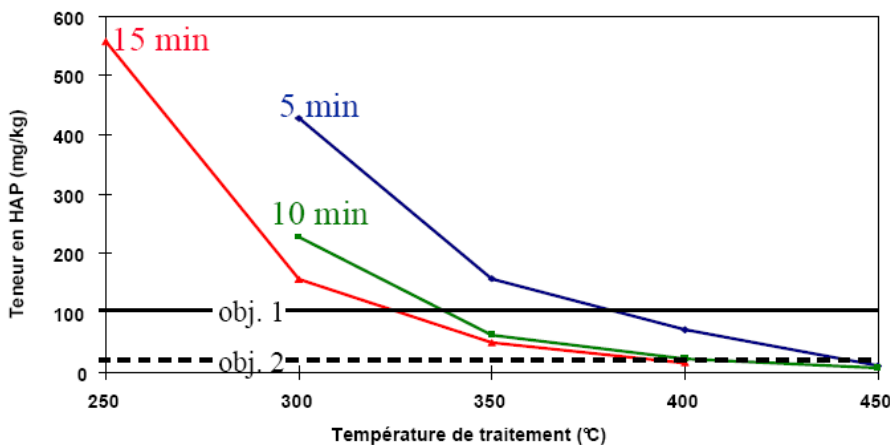


Figure 4 : Exemple de représentation graphique des résultats des essais d'orientation

## 2.2. Valeurs « guide »

Si aucune des conditions de température et de temps de séjour dans les limites fixées ne permet l'extraction des polluants cibles en quantités compatibles avec l'atteinte des objectifs fixés en termes de teneur en polluant résiduel, l'obtention de résultats lors d'une étude à l'échelle de pilote est compromise. Toutefois, étant données les très faibles quantités de sol utilisées, les essais doivent être multipliés afin de compenser les aléas de l'échantillonnage.

### 3. Caractérisation en vue de l'évaluation des performances

Les performances de l'application Caractérisation et essais en vue de l'application d'un traitement par extraction sous pression réduite et extraction multiphasique doivent être jugées, en tenant compte des objectifs fixés, par comparaison des résultats d'analyses et essais obtenus sur le sol avant et après traitement.

### 4. Evaluation des performances

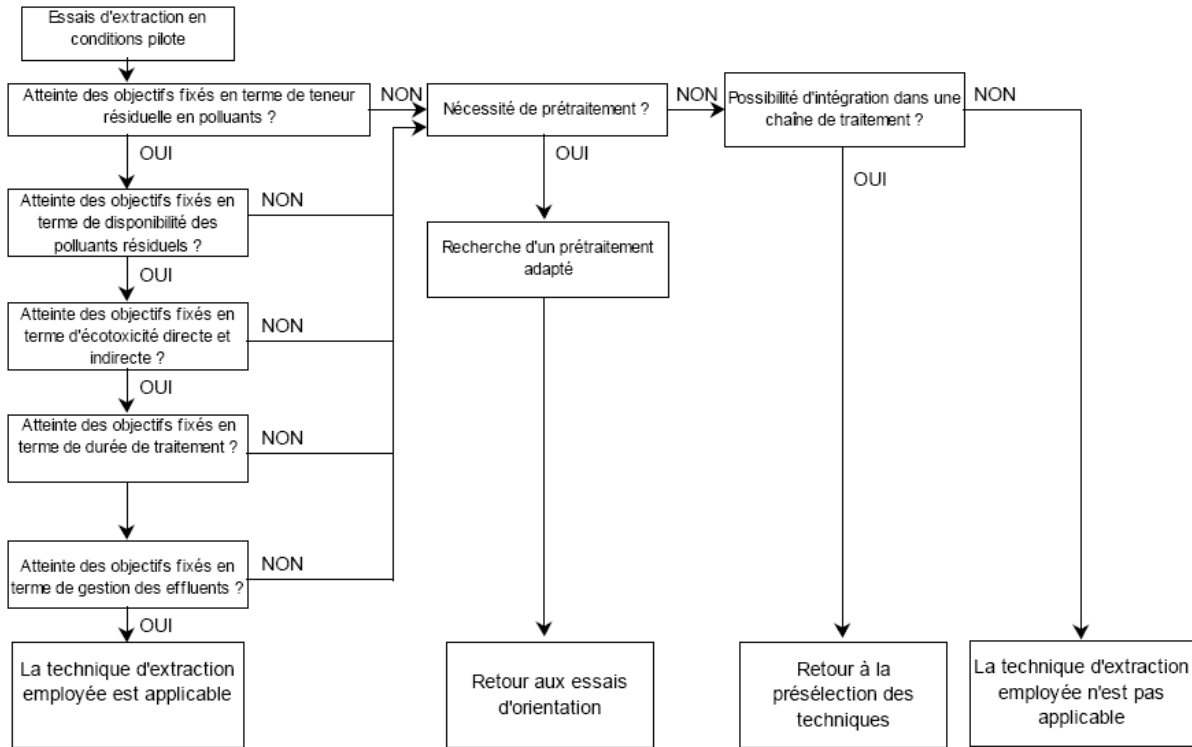


Figure 5 : Procédure d'essais d'évaluation des performances d'un traitement de lavage par désorption thermique

La faisabilité du traitement par désorption thermique sera évaluée à ce niveau de la procédure d'essais selon l'atteinte, dans les conditions pilotes optimisées, des objectifs fixés en terme principalement de teneur en polluants et de durée de traitement. L'évaluation sera ensuite complétée en termes de disponibilité des polluants, d'écotoxicité directe et indirecte du sol traité, et de gestion des effluents.

#### 4.1. Essais de désorption

L'évaluation des performances de désorption thermique se fait par la mesure de la concentration finale du polluant dans le sol après traitement et comparaison avec l'objectif de traitement fixé.

Pour une unité de traitement donnée, la teneur résiduelle dépend essentiellement de la température imposée et du temps de séjour du solide dans l'enceinte. Pour une évaluation de la traitabilité, un découplage de ces deux paramètres permet de mieux appréhender la cinétique du processus de désorption pour une terre donnée.

On peut par ailleurs, fournir un rendement global de l'opération de désorption en déterminant un taux de désorption définit comme suit :

$$\text{Taux de désorption (\%)} = \frac{\text{Teneur initiale en polluant} - \text{Teneur finale en polluant}}{\text{Teneur initiale en polluant}} * 100$$

Le dispositif pilote continu de désorption thermique correspondant doit permettre :

- d'une part, le découplage de la température de traitement, du temps de séjour appliqué aux particules subissant le traitement thermique

- d'autre part, d'appliquer un temps de séjour identique à toutes les particules (réacteur piston), indépendamment de leur granulométrie et de leur densité et ce, en atmosphère réductrice.

Le schéma du principe de fonctionnement d'un tel pilote est donné dans la Figure 5.

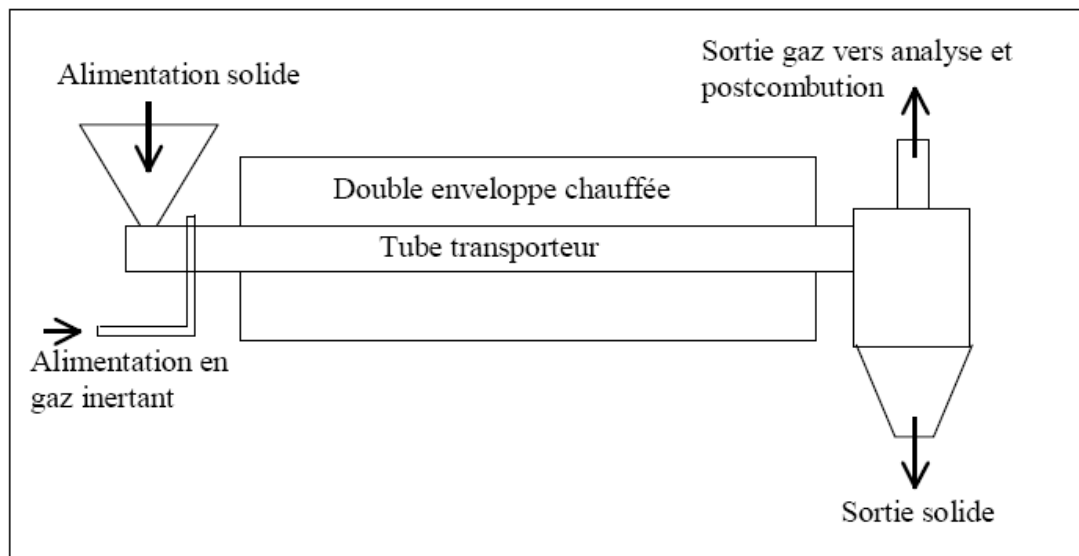


Figure 6 : Schéma de principe du pilote de désorption thermique

#### **Dispositif expérimental**

Le dispositif préconisé développé par l'UTC, consiste essentiellement en un réacteur tubulaire rectiligne dans lequel le solide progresse en continu par transport vibro-fluidisé, de type piston ; la vitesse d'avancement du solide ne dépendant que des paramètres de vibration du bâti (fréquence, inclinaison du bâti). Ainsi, le temps de séjour du solide dans ce type de dispositif peut être ajusté par réglage de ces paramètres, permettant de faire subir aux solides la même durée de traitement et ce, indépendamment de la nature du solide traité. Le débit de solide est fixé par l'alimentation et impose différents niveaux de remplissage du tube.

Par ailleurs, l'apport thermique a lieu par apport indirect, par le biais d'une double enveloppe permettant d'assurer l'uniformité de la température de traitement du solide et ce, à différents niveaux.

Enfin, le maintien d'un « ciel » interne au tube (au-dessus du lit particulaire transporté) permet d'assurer non seulement le contrôle de l'atmosphère de traitement thermique (conditions réductrices) mais aussi l'évacuation des vapeurs et gaz produits par le solide lors de son traitement thermique.

Une analyse de ces gaz peut être effectuée en sortie de ce dispositif. De même, le séparateur en sortie de four permet la récupération du solide traité pour analyse et ce, pour chaque couple température/temps de séjour.

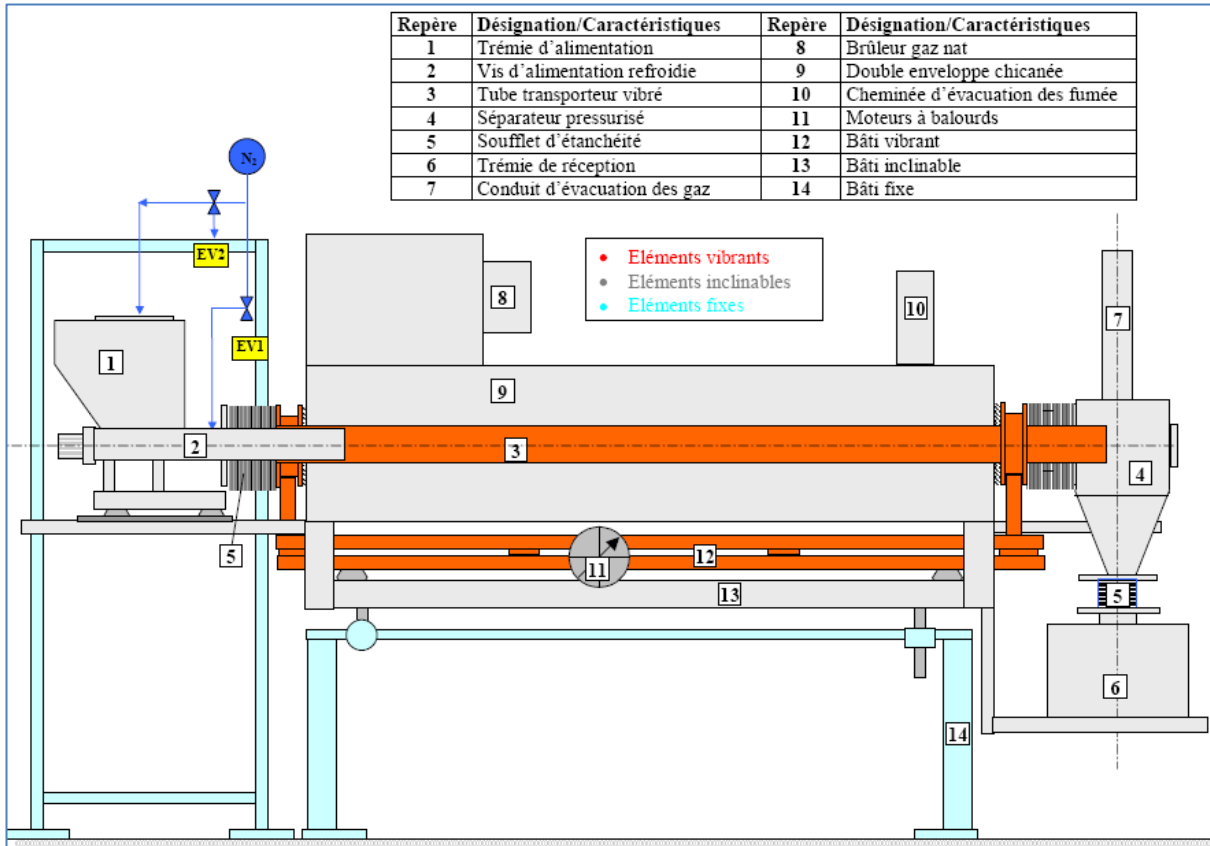


Figure 7 : Description du dispositif expérimental

### Protocole expérimental

La plage de fonctionnement du pilote de désorption thermique ainsi défini, se caractérise par :

- Une température ajustable : 200 à 600°C
- Une atmosphère de traitement réductrice ( $O_2 < 2\%$  d'oxygène)
- Un temps de séjour ajustable : 40 s à 15 minutes
- Un débit d'alimentation en solide variable : 0,5 à 10 kg/h

La conduite d'un essai s'effectue selon le protocole expérimental suivant :

### Préchauffage du four

Afin d'assurer une parfaite homogénéité de la température le long du tube transporteur, le pilote doit être préchauffé pendant quelques heures (environ 1 demi-journée) grâce à un brûleur gaz qui alimente la double enveloppe en fumées chaudes. Ensuite, pendant la durée de l'essai, la stabilité thermique de l'ensemble est maintenue grâce au brûleur qui agit en régulation sur la température de consigne.

### Alimentation en solide

Les terres polluées qui satisfont aux critères de manœuvrabilité sont prélevées de façon homogène en vérifiant la compatibilité de leur granulométrie avec le diamètre du tube transporteur et les systèmes d'alimentation (vis ou auge vibrante). Au besoin, un criblage ( $< 5$  cm) est effectué afin d'éliminer les éléments grossiers qui pourraient endommager les équipements. Un étalonnage du débit est ensuite effectué. Le débit choisi dépendra essentiellement de la teneur en polluant dans le sol, compte tenu des systèmes aval de traitement.

### Temps de séjour

Les paramètres vibratoires du pilote sont réglés de manière à obtenir le temps du traitement thermique souhaité. Le temps de séjour est vérifié à chaud et en régime établi, par l'introduction de billes d'argile sur le lit de terre. L'influence du temps de séjour sur la désorption thermique des polluants est étudiée soit, en agissant directement sur les paramètres vibratoires, soit, en soumettant les terres soit à plusieurs passages successifs dans le four.

### **Conduite de l'essai**

Les conditions opératoires étant déjà fixées (temps de séjour et température), l'essai peut alors être réalisé, après avoir préalablement démarré les équipements avals de traitement des gaz désorbés (postcombustion, traitement de fumées et extracteur). Pour une meilleure gestion de l'essai, un inertage (à l'azote) peut s'avérer nécessaire, en particulier pendant les phases de mise en régime. Les terres traitées, correspondant au régime établi, sont échantillonnées pour les analyses ultérieures de polluants. Pendant l'essai, une analyse des gaz émise peut également être effectuée de manière à définir le traitement de fumée adapté au sol étudié.

### **4.2. Valeurs "guide"**

L'évaluation des performances du traitement par désorption thermique selon les couples température / temps de séjour définis lors des essais d'orientation est faite par la comparaison des résultats d'analyse de teneur résiduelle en polluant cible dans le sol traité à l'issue des différentes conditions imposées avec les objectifs, de teneur résiduelle en polluant.



## 5. Synthèse des résultats

Les résultats de faisabilité de ces techniques sur la base des essais d'orientation et de l'évaluation des performances du traitement par désorption thermique sont présentés selon le modèle de fiche ci-dessous.

<b>DESCRIPTION DE LA PROBLEMATIQUE RENCONTREE ET DE L'USAGE PREVU</b>	Typologie de pollution, caractéristiques du sol, du site, cibles à protéger, voies de transfert
<b>OBJECTIFS DE REHABILITATION RECHERCHES</b>	Réduction des risques sanitaires Réduction des risques environnementaux Réduction des nuisances et autres risques
<b>RESULTATS DES ESSAIS D'ORIENTATION</b>	<i>Passage à l'évaluation des performances</i> <i>Abandon de cette technique</i>
<b>RESULTATS DE L'EVALUATION DES PERFORMANCES</b>	<i>Technique applicable</i> <i>Technique non applicable</i>
<b>COMPARAISON DES PERFORMANCES</b> Teneur résiduelle / objectifs Concentration disponible / objectifs Ecotoxicité Aptitude à un support végétal /objectifs Durée de traitement / objectifs	
<b>EQUIPEMENT COMPLEMENTAIRE NECESSAIRE</b> (gestion des effluents)	
<b>COMMENTAIRE</b>	