

SÉPARATION D'INSOLUBLES EN PHASE LIQUIDE PAR ÉLECTROFLOTTATION

PAR J. DOLLFUS * ET J.-L. BURGAUD *

Introduction

Bien que les principes de la flottation soient en général connus des praticiens de traitement d'eau et d'effluents, il ne nous semble pas inutile d'en rappeler les bases, afin d'éclairer ce qui va suivre.

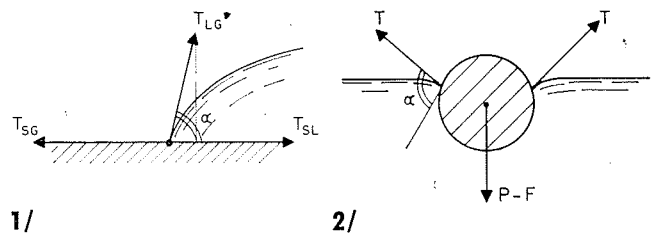
Les propriétés de tension superficielle des liquides, dues au phénomène fondamental de l'attraction moléculaire, sont utilisables, à petite échelle, pour maintenir à la surface horizontale d'un liquide des particules solides de densité supérieure à l'unité.

On peut rappeler en effet que la surface d'un liquide au contact d'une paroi solide (fig. 1), se fait avec un certain angle α qui dépend des trois tensions : solide-gaz, liquide-gaz et solide-liquide, de façon que les forces soient en équilibre au point de contact :

$$T_{SG} = T_{SL} + T_{LG} \cos \alpha$$

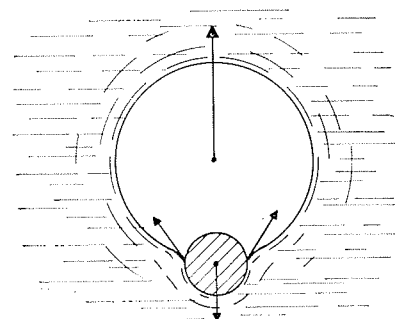
Connaissant la forme géométrique d'une particule solide, sa masse volumique et l'angle de contact α , il est théoriquement possible de calculer les conditions limites de flottabilité et les dimensions maximales des particules pouvant rester à la surface du liquide (fig. 2).

Cette propriété est encore valable si on remplace la surface libre horizontale du liquide par la surface intérieure d'une bulle gazeuse. La particule vient se placer au pôle inférieur de la bulle et l'assemblage ainsi réalisé prend une vitesse ascen-



sionnelle, fonction de son poids apparent résultant (fig. 3).

Le principe de la flottation consiste donc essentiellement, à réaliser dans le milieu liquide, un flux ascendant de bulles gazeuses susceptibles de capter les particules solides en suspension, et les entraîner vers la surface libre où elles sont ramassées mécaniquement. En fait, la flottation classique,



* Ingénieurs à Saint-Gobain. Techniques Nouvelles (S.G.N.), Courbevoie.

3/

telle qu'elle est employée industriellement, principalement dans le triage des minerais, fait appel à des réactifs auxiliaires de conditionnement, qui introduisent des différences de mouillabilité entre les divers solides en suspension, et provoquent ainsi un enrichissement statistique à la surface, de tel ou tel constituant.

Cas de l'épuration des eaux

L'épuration physique des eaux polluées nous conduit à envisager un problème différent.

Une fois retirées les particules solides les plus grosses, supérieures à quelques 10^{es} de mm, ce qui est relativement aisé à l'aide d'un simple tamisage, par exemple, on se trouve généralement en présence d'une suspension à faible concentration, *constituée d'un grand nombre de particules très fines qu'il s'agit d'extraire le plus complètement possible*. On aura donc intérêt, pour améliorer la probabilité d'accrochage, à employer un système capable de réaliser économiquement un flux de bulles gazeuses relativement fines et nombreuses.

Or, les expériences menées par certains auteurs (Tomlinson et Fleming), ont montré qu'il s'avérait difficile de réaliser systématiquement par insufflation mécanique, même avec de fins capillaires, des bulles gazeuses de diamètre sensiblement inférieur au millimètre. Or les bulles de cette dimension, telles que celles produites dans la flottation, provoquent une agitation défavorable à l'accrochage des particules fines. Sans qu'il soit possible de préciser la taille optimale des bulles gazeuses, qui est d'ailleurs fonction de la répartition granulométrique des solides, on est en droit de penser qu'elle se situe nettement en deçà de cette valeur.

Génération gazeuse par électrolyse

Les eaux à traiter ont en général une conductibilité électrique faible, mais néanmoins suffisante pour qu'une électrolyse simple soit possible. Elle provoque la formation de bulles d'oxygène et d'hydrogène, dont la dimension moyenne, de l'ordre de 0,2 mm, et même plutôt un peu inférieure à cette valeur, peut être évaluée à partir de leur vitesse ascensionnelle.

Trois constatations intéressantes s'imposent alors :

1. La dimension trouvée en moyenne est à rapprocher des résultats obtenus sur l'ébullition nucléée (formule de Jakob : $d = 0,25$ mm; formule de M. Séméria : $d = 0,16$ mm, à la pression normale).

On a tout lieu de penser que le mécanisme de leur formation répond aux mêmes principes que celui de l'ébullition nucléée, avec toutefois une différence importante qui réside dans le fait que leur dimension est pratiquement invariable une fois qu'elles sont détachées de l'électrode.

Cette dimension correspond sensiblement, en mouvement ascensionnel, à la zone limite entre le régime de Stokes et le régime de Newton, probablement un peu en deçà de cette limite.

On peut donc admettre que le mouvement des bulles n'engendre pas, ou tout au moins peu, de turbulence localisée.

2. Sans qu'une démonstration puisse pour l'instant en être donnée, on est cependant en droit d'avancer l'hypothèse d'une influence prépondérante du type d'écoulement sur la probabilité d'accrochage entre bulle gazeuse et particule solide, celui-ci ne pouvant avoir lieu, efficacement, que si les conditions hydrodynamiques sont telles que le film laminaire résiduel entre bulle et particule soit facilement rompu, et que le solide « émerge » à l'intérieur de la bulle, avant que l'un et l'autre n'aient commencé à s'écartier.

3. La coalescence entre bulles voisines au cours de leur trajet, est pratiquement nulle.

Le flux total de gaz fabriqué grâce à l'électrolyse, est donné par la loi de Faraday. On trouve pour les conditions normales = 0,62 l/A.h environ.

Notons encore que le diamètre de décrochage des bulles dépend de la dimension des électrodes, de leur orientation, de la nature du métal et de son état de surface.

Toutefois, l'influence de ces paramètres est trop complexe pour pouvoir être mise sous forme de relations chiffrées.

Il faudrait mentionner également l'influence des charges électriques, qui n'est peut-être pas négligeable dans les phénomènes à petite échelle, mais difficile à mettre en évidence.

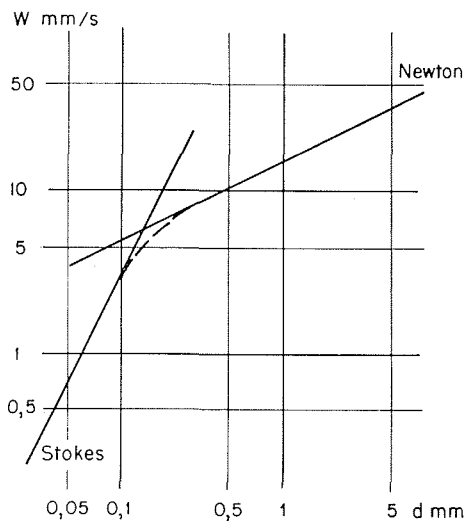
Organisation rationnelle d'un appareil d'électroflottation

Tout le monde peut faire l'expérience simple de laboratoire suivante : dans un récipient plein d'effluents à traiter, on place un jeu d'électrodes alimentées en courant redressé basse tension. On interrompt le courant au bout de quelques minutes, et on obtient une eau claire surmontée d'une pulpe concentrée à la surface. Le passage de cette expérience à la construction d'un appareillage industriel met en jeu un certain nombre d'étapes à franchir.

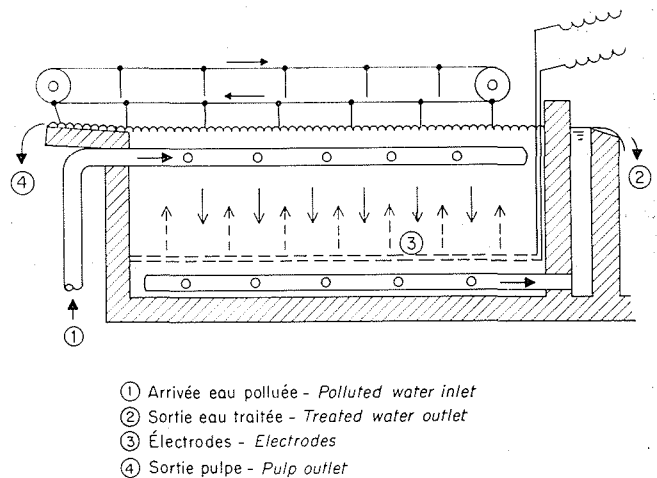
Il faut remarquer tout d'abord que les électrodes ne peuvent pratiquement être disposées qu'en nappes horizontales, si l'on veut éviter des courants de convection par écart de densité, qui pourraient constituer un important facteur de perturbation.

D'autre part, le flux de bulles gazeuses étant obligatoirement ascendant, on a le choix entre trois possibilités pour le courant liquide :

- horizontal,
- ascendant,
- descendant.



4/



5/

Dans le système à écoulement horizontal, il s'avère très difficile d'éviter, aux extrémités tout au moins, des courants parasites de recirculation dus à des différences de densité de bulles.

Le système à courant ascendant (à co-courant) semble peu commode, en raison de la difficulté présentée par le triage à la partie supérieure du liquide traité et des impuretés.

Le seul système valable consiste par conséquent à réaliser un courant descendant aussi homogène que possible. De cette manière, les bulles de gaz et les particules solides marchent à contre-courant, ce qui constitue le mouvement le plus favorable, tant du point de vue des gradients de concentration, que de la probabilité de rencontre.

Il y a un véritable effet de filtration du liquide par les bulles, surtout au voisinage des électrodes. Celles-ci sont constituées de plaques perforées ou de fils entrecroisés laissant passer à travers elles le liquide traité, qui est recueilli à la partie inférieure (fig. 5).

Paramètres dimensionnels et fonctionnels

1. Dimensions en plan.

Il est donc possible, sur ce schéma, de construire des cuves de traitement aussi grandes que l'on veut en plan, pourvu que l'on s'assure d'une bonne répartition du débit d'alimentation et de soutirage de l'eau traitée, de façon à éviter toute circulation parasite, et à réaliser une vitesse uniforme du liquide à travers toute la section horizontale des électrodes. Dans la pratique, la forme et les dimensions en plan des unités seront limitées par les moyens mécaniques de recueillement en surface de la pulpe, et par l'implantation des canalisations électriques d'amenée du courant aux électrodes.

2. Hauteur.

Plus la hauteur de la cuve est grande, plus le temps de séjour du liquide et des bulles est élevé et plus la probabilité de rencontre est grande.

Cependant, à partir d'une certaine hauteur, l'utilisation des bulles est suffisante et aller plus loin pourrait avoir des effets néfastes par l'augmentation des possibilités de décrochage des particules et des mouvements de convection parasites. Dans la pratique, une hauteur de liquide de 0,50 à 1,00 m au-dessus des électrodes paraît convenir.

3. Capacité en débit de liquide.

Si on augmente progressivement le débit liquide dans un même appareil, on provoque :

- une diminution du temps de séjour;
- une augmentation de la vitesse du liquide à travers l'électrode. Lorsque cette vitesse atteint la valeur de la vitesse ascensionnelle des assemblages gaz-solide, il y a entraînement des impuretés dans le liquide traité.

Cette vitesse limite se détermine assez facilement par l'expérience; elle dépend des caractéristiques des impuretés et du conditionnement préalable éventuel qui leur a été appliqué. Dans la pratique, elle se situe vers 4 m/h.

4. Intensité électrique.

Le flux de bulles gazeuses produites par l'électrolyse est proportionnel à l'intensité électrique. Selon la concentration en solides et la granulométrie, il existe un flux minimal dont la limite n'est pas très précise. Il convient de fonctionner au-dessus de ce minimum, mais sans exagération, car un flux trop élevé conduit à augmenter les instabilités hydrodynamiques qui engendrent des courants de convection parasites, et l'énergie consommée croît comme le carré de l'intensité. Il y a évidemment intérêt à réduire autant que possible l'écartement

des électrodes dans la limite compatible avec les possibilités technologiques de construction.

A titre d'exemple, une unité industrielle fonctionne dans de bonnes conditions avec une intensité de 100 A/m² sous basse tension (5 à 10 V). On peut calculer que cela correspond approximativement à une bulle de 0,18 mm par mm³ de liquide, et chaque point d'une section droite horizontale est balayée en moyenne pendant le temps de séjour par 30 à 40 bulles.

On voit par conséquent que les chances de rencontre sont considérables.

Conditionnement préalable

Les performances du procédé ainsi défini dépendent en très grande partie de la faculté d'accrochage entre bulle gazeuse et particule solide, qui est fonction de la morphologie et de l'état de surface de la particule.

La fixation est tributaire de la mouillabilité du solide par le liquide. Plus elle est faible, meilleur est l'accrochage.

Dans certains cas, tels que les résidus de papeterie à concentration modérée, les conditions sont assez favorables pour que le rendement d'épuration soit excellent, sans aucun adjuvant.

Dans d'autres cas, particules très fines, morphologie ou mouillabilité peu favorables, il est nécessaire de recourir à un conditionnement préalable qui peut revêtir deux aspects :

- modification de l'état de surface pour le rendre plus hydrophobe, par adjonction d'un produit chimique, généralement organique, appelé « collecteur », dont la molécule a un pôle hydrophobe et un autre attiré par le solide;
- modification de la morphologie par floculation, qui assemble plusieurs particules en un flocon de forme et de dimensions plus favorables à l'accrochage ou à l'emprisonnement des bulles.

Pour chaque cas particulier nouveau, une étude expérimentale préalable doit être effectuée, en vue de fixer les conditions optimales de l'utilisation éventuelle de ces adjuvants, conditions qui sont en général inaccessibles au calcul.

Signalons en outre que de fins globules dispersés de liquide hétérogène au liquide porteur se comportent de la même manière que des particules solides, ce qui permet d'en réaliser une épuration également très efficace, et ce qui étend d'une manière considérable le champ d'action du procédé.

Avantages et économie du procédé

Du côté avantages, par rapport aux procédés connus, on peut citer :

- grande efficacité et champ étendu d'application;
- réglage facile du flux des bulles gazeuses par la tension aux bornes;

- faible encombrement en hauteur et construction simple;
- pulpe concentrée, peu chargée en liquide (beaucoup moins humide que les boues de décanation, par exemple);
- coût d'exploitation peu élevé, consommation de l'ordre de 100 à 200 Wh par m³ traité. Selon la puissance nécessaire, le courant basse tension redressé est produit par des batteries de cellules à semi-conducteurs ou par des machines tournantes;
- facilité de conditionnement préalable; en particulier dans le cas de la floculation, aucune agitation mécanique ne risque de briser le floc préalablement formé.

La quantité de réactif nécessaire est presque toujours inférieure à celle utilisée en décanation.

Par contre, il convient d'inscrire du côté inconvénients les difficultés suivantes :

- Corrosion de l'anode. Dans les cas courants d'eau peu concentrée en sels dissous, on peut utiliser de l'acier inoxydable 18/10 du type courant à bas carbone.

La vitesse de corrosion est alors de l'ordre de 1 mm/an, ce qui nécessite un changement annuel de cette pièce, au demeurant peu onéreuse.

Dans certains cas cependant, il s'avère plus intéressant d'utiliser une anode inattaquable, soit parce que la corrosion serait trop rapide, soit parce que l'on désire s'affranchir du changement périodique.

Le titane recouvert d'une couche de quelques microns de platine, fournit une excellente solution; sa durée est pratiquement illimitée.

- Dépôts sur les électrodes. Avec les eaux chargées en bicarbonates et à degré hydrotimétrique élevé, du carbonate peut se déposer à la longue sur la cathode, et certains insolubles ont tendance à se fixer sur l'une des électrodes. Il faut alors procéder périodiquement à une inversion de polarité sur les électrodes, ce qui provoque, soit la disparition des solides par flottation, soit la redissolution des corps déposés.

Domaines d'application

En nous bornant à un cas particulier que nous avons plus spécialement expérimenté, nous pouvons donner quelques résultats obtenus à l'échelle semi-industrielle avec des eaux de papeterie.

- a) sans adjuvant :
- concentration en solides à l'entrée environ 1 g/l
 - consommation électrique 140 Wh/m³
 - volume relatif de gaz produit . 15 cm³/g solide
 - concentration en solides à la sortie < 10 mg/l

b) avec adjuvant :

- concentration en solides à l'entrée environ 1 g/l
- consommation électrique 60 Wh/m³
- quantité de flocculant (SO₄)₃ Al₂ 60 mg/l
- volume relatif de gaz produit . 8 cm³/g solide
- concentration en solides à la sortie ~ 0 mg/l
(non mesurable)

Ce procédé est applicable à toute épuration physique d'eaux brutes et résiduaires, aussi bien pour la séparation des émulsions de liquides hétérogènes tels que des huiles en fins globules, que pour la clarification par enlèvement des particules solides.

Cependant, nous insisterons à nouveau sur la caractéristique essentielle de ce procédé adapté à des concentrations relativement modérées, et des dispersions fines, ce qui le différencie considérablement de la flottation classique, procédé de masse tel qu'il est employé pour l'enrichissement des minerais.

Conclusion

L'électroflottation fait intervenir des phénomènes complexes dont l'analyse mathématique est difficile. Cependant, les nombreuses données expérimentales qui ont été accumulées permettent de calculer les installations industrielles, dont les premières réalisations sont en cours.

Alors que le problème du traitement des eaux est à l'ordre du jour, et que de nombreux industriels doivent faire face à des difficultés accrues pour l'alimentation en eau de leur usine et l'évacuation de leurs résidus, nous pensons que ce nouveau procédé efficace et de mise en œuvre facile, peut apporter une aide précieuse à tous ceux qui ont à effectuer des séparations d'insolubles.

Nous sommes persuadés que l'électroflottation peut trouver de nombreuses et intéressantes applications, et si le domaine du traitement des eaux industrielles ou non semble particulièrement prometteur, il reste probable que de multiples autres applications pourront être mises en évidence.

Discussion

Président : M. P. KOCK

Avant de donner la parole à M. DOLLFUS, M. le Président souligne la singularité et la présentation scientifique de cette communication, dont l'intérêt pratique néanmoins ne paraît pas douteux, vu l'importance de la séparation des matières dans le domaine de l'assainissement.

Sous le couvert d'un procédé nouveau qui recourt aux polymères, les Américains prétendent même, selon un point de vue quelque peu optimiste des choses, résoudre, par flottation des matières solides, presque tout le problème de l'épuration.

L'application de l'électricité au traitement des eaux, quant à elle, a également le vent en poupe; c'est ainsi qu'à la suite d'une suggestion italienne reprise par les Anglais, on a équipé récemment Guernesey avec un appareil d'électrolyse d'eau de mer pour le traitement des effluents avant leur déversement dans le milieu marin. Il y a là une application qu'il sera intéressant de suivre, car il est certain que, dans tous les pays qui disposent d'un littoral de plus en plus peuplé et occupé, ces questions de déversement en mer soulèvent des problèmes délicats, tant au point de vue technique qu'au point de vue financier.

Après l'exposé de M. DOLLFUS, M. le Président ouvre la discussion :

M. DUFOURNET demande au conférencier de rappeler les charges « cursielles », c'est-à-dire les vitesses d'ascension du liquide traité.

M. DOLLFUS rappelle que, dans la cuve représentée dans la figure 5 de son mémoire, le liquide est introduit à la partie supérieure et repris à la partie inférieure, avec un déversoir pour régulariser le niveau. Dans ce cas, les vitesses descendantes du liquide, c'est-à-dire à contre-courant des bulles, sont de l'ordre de 4 m/h au minimum,

tandis que la vitesse ascensionnelle des bulles libres est de l'ordre de 15 m/h. Lorsque les bulles sont chargées de particules, leur vitesse diminue et on s'arrange pour que cette vitesse de 4 m/h corresponde approximativement à la vitesse limite à partir de laquelle les bulles accompagnées de solides pourraient être entraînées.

Sur la demande de Mlle RAISON (I.R.C.H.A.) M. BURGAUD, qui a fait l'expérimentation, indique que la distance des électrodes est de 3 à 5 mm.

M. DOLLFUS ajoute que l'on a intérêt à réduire le plus possible cette distance, puisque la puissance dépensée est le produit de la tension par l'intensité. Or, la quantité de bulles n'est fonction que de l'intensité; il serait donc souhaitable de la réduire au maximum; malheureusement, on se trouve tout de même limité par des considérations de technologie industrielle à un moment donné.

M. le Président félicite le conférencier de cette analyse extrêmement fine et poussée; il souligne l'intérêt que sont susceptibles de présenter les applications du procédé par flottation, dont le champ apparaît comme extrêmement vaste, sans doute au-delà même de celles que M. DOLLFUS a précisées. La flottation peut notamment ouvrir la voie à la flocculation, en relation avec le système de circulation verticale des bulles dont a fait état M. DOLLFUS.

M. le Président pense qu'en tout cas, le procédé par flottation doit valoir pour certains effluents industriels, dans les limites indiquées par le conférencier, c'est-à-dire pour une concentration pas trop forte et des dispersions assez fines, mais il ne désespère pas que la poursuite des recherches permette de l'étendre à d'autres cas dans le domaine de l'assainissement.

(See English abstract on next page.)

Abstract

Separation of insoluble particles in a liquid phase by electro-flotation

by J. Dollfus * and J. L. Burgaud *

Generally speaking, flotation relies on surface and interface tension properties to get solid particles to "hook" on to gas bubbles produced in a liquid. Conventional flotation methods (e.g. ore beneficiation) result in average enrichment in terms of a given constituent towards the surface, whereas the aim of polluted water treatment is to extract large quantities of fine matter after initial coarse separation.

Mechanically-produced gas bubbles are too big for really effective results, but sizes as small as 0.2 mm can be produced by electrolysis, this being the limit for laminar rising flow. The most rational industrial system is one with the polluted liquid and bubble flows in opposite directions which gives the best concentration gradients and highest interception probability. The liquid passes through electrodes arranged in sheets at the bottom of the tank and the sludge is removed from the surface by mechanical means. The liquid flow velocity limit is about 4 m/h; specific current and voltage are 100 A/m² and 8-10 V; the bubbles are swept over an effective depth of 0.5-1.0 m.

The liquid can be prepared before treatment if required, for example by flocculation, which sometimes makes treatment more effective.

The main advantages of the process are that it is very effective, easy to regulate, requires little room, gives a high sludge concentration, is economical to run and has simple conditioning requirements. For example, paper mill effluent at 1 g/l has been treated successfully with an input of 140 Wh/m³ without conditioning and 60 Wh/m³ after flocculation. Residual solids in the water after treatment were less than 10 mg/l in the first case, and there were none in the second.

The process is suitable for any raw or polluted water purification application and thus offers an exceptionally wide scope.

* Ingénieurs à Saint-Gobain. Techniques Nouvelles (S.G.N.), Courbevoie.