



We will be under the same roof

Ingénierie des Procédés- Etudes Générales
Audits Energétiques- Cogénération

**TRAITEMENT DES EFFLUENTS LIQUIDES
PAR
CRISTALLISATION**

Critères de sélection et données économiques

**Med NEJIB BOUJNAH,
Ingénieur conseil,
PARTNERS.**

INTRODUCTION

Les systèmes de cristallisation sont de plus en plus utilisés pour les traitements des effluents liquides. Bien que ces installations soient assez bien connues dans des procédés d'industrie chimiques ou agro-alimentaires, elles le sont beaucoup moins dans le domaine du traitement des effluents.

La sélection de ce type d'installations doit répondre à deux critères principaux :

- **Fiabilité technique et simplicité d'exploitation :**

Une cristallisation mal conçue ou mal adaptée aux besoins de l'exploitant, pourrait mobiliser un nombre important d'opérateurs qui étaient destinés au suivi d'autres opérations plus importantes dans le procédé et, dans certains cas, nécessiterait des investissements supplémentaires qui risqueraient de fausser les conclusions économiques ayant permis d'opter pour cette technologie contre d'autres solutions.

- **Rentabilité :**

Il n'est pas possible d'analyser la rentabilité d'un projet de traitement d'effluents sans intégrer la complexité technologique du système sélectionné et ses coûts d'entretien.

Ainsi, une recompression mécanique de la vapeur peut tourner à la catastrophe après quelques semaines d'exploitation, parce que certaines impuretés corrosives n'ont pas été spécifiées correctement, ou parce qu'une désurchauffe n'a pas bien fonctionné.

Il est également à noter que la plupart des installations de cristallisation nécessitent des opérations de lavage de fréquences variables, mais souvent toutes les deux ou quatre semaines. Cette contrainte exige des bacs tampons, un surdimensionnement de l'installation et une disponibilité des opérateurs.

TECHNOLOGIES

Peu de sociétés ont développé des équipements de cristallisation spécifiques au traitement des effluents. Par ailleurs, les technologies rencontrées dans l'industrie chimique ou agro-alimentaire sont souvent proposées.

Parmi ces technologies, le cristalliseur à circulation forcée est le plus rencontré. Le

dimensionnement de ce type d'équipement dépend principalement de la quantité d'eau à évaporer qui peut être de quelques centaines de kilogrammes à plusieurs dizaines de tonnes. Il permet d'obtenir des cristaux d'une granulométrie moyenne de 200 à 600 microns, selon les produits, et offre un cycle de fonctionnement de 2 à 4 semaines.

Pour certaines applications, des cristalliseurs plus performants, type Oslo ou à circulation interne et destruction des fines, sont également utilisés, notamment pour la récupération de sulfate d'ammonium à partir d'effluents d'unités de caprolactame. Ces cristalliseurs permettent d'obtenir une granulométrie moyenne de 1.5 à 2.5 mm et ont un cycle de fonctionnement de 2 à 6 mois.

Des cristalliseurs à calandre continuent également à être proposés, notamment pour des petites capacités. Ces appareils permettent d'obtenir une granulométrie moyenne comparable à celle obtenue par des cristalliseurs à circulation forcée, mais leur cycle de fonctionnement est très court (3 à 5 jours).

Quelque soit la technologie de cristallisation utilisée, les installations de cristallisation peuvent être optimisées thermiquement en tenant compte du coût des utilités disponibles ou à prévoir sur le site. Ainsi, des unités avec Recompression Mécanique de la vapeur, avec thermo-recompression ou à multiples effets peuvent être utilisées. Le tableau N°1 donne les consommations d'utilités pour trois schémas thermiques différents.

EXEMPLES D'APPLICATION

Les installations de cristallisation peuvent, entre autres, être utilisés dans les domaines suivants :

- Récupération de chlorure de sodium ou de chlorure de calcium à partir d'effluent d'incinération d'ordures ménagères,
- Récupération de sulfate d'ammonium à partir d'effluents de caprolactame ou de méthylméthacrylate.
- Récupération de sulfate de sodium,
- Récupération de sulfate de zinc, de cuivre, ... à partir d'effluents d'unités de traitement de surface.

Le tableau N°II donne une indication sur la composition de certains effluents et les capacités à traiter.

EQUIPEMENTS ANNEXES

Certains équipements annexes peuvent influencer de façon considérable la fiabilité et les performances des unités de cristallisation :

* Systemes de séparation

La plupart des produits récupérés par cristallisation auraient une granulométrie moyenne de 200 à 600 microns ; dans ce cas des essoreuses à poussoir ou à vis sont généralement utilisés. Dans le cas où la granulométrie serait plus faible, les règles suivantes sont à respecter :

- Cristaux de 0.1 à quelques microns : filtres sous pression ou à précouche,
- Cristaux de 10 à 100 microns : filtres à tambours ou filtre à disques,
- Cristaux de 100 à 200 microns : filtre à bande.

Dans certains cas le choix du système de séparation peut conditionner la sélection des matériaux de construction, comme nous allons le montrer dans l'exemple suivant.

Exemple :

Solution à traiter 10 000 kg/h contenant 3% de NaCl et 0.025% de MgCl₂. Système sans purge.

BUT : Récupérer le NaCl sous forme de cristaux.

➤ Cas 1 - Essoreuse :

L'humidité finale obtenue avec une essoreuse à poussoir, pour des cristaux de NaCl de l'ordre de 300 microns de moyenne, est de l'ordre de 3%.

* NaCl cristaux	: 297
* NaCl dans la liqueur mère	: 3
* MgCl ₂ dans la liqueur mère	: 2.5
* H ₂ O	: 9.4
* % MgCl ₂ dans la liqueur mère	: 16.9%

➤ Cas 2 - Filtre à bande / Humidité 15 %

* NaCl cristaux	: 278
* NaCl dans la liqueur mère	: 22
* H ₂ O	: 53.4
* % MgCl ₂ dans la liqueur mère	: 3.2%

Le choix des matériaux de construction n'est pas le même pour l'une ou l'autre option.

* **Dévésiculeurs**

Dans le cas d'une cristallisation par évaporation, ce qui est souvent le cas pour les effluents, les vapeurs dégagées peuvent contenir jusqu'à 1% de gouttelettes de la liqueur mère et dans la plupart des cas ne sont pas réutilisables dans cet état. Des systèmes de séparation de gouttelettes très simples peuvent être utilisés pour le lavage de ses vapeurs. Ainsi, des dévésiculeurs à matelas à haute densité permettent de réduire ses gouttelettes jusqu'à moins de 10 ppm. Les séparateurs à chevron permettent d'obtenir moins de 50 ppm.

* **Laveurs des gaz**

Pour des installations de cristallisation par évaporation avec recompression mécanique de la vapeur, notamment pour les solutions de vapeurs salines, des laveurs de vapeur sont nécessaires afin de rester avec des matériaux standards pour les compresseurs.

* **Séparation du gypse**

Certains effluents sont saturés en gypse ; celui-ci précipiterait en même temps que le produit à cristalliser, ce qui engendre des cycles de fonctionnement très courts et une diminution de la pureté du produit final.

Le gypse cristallisant souvent avec une granulométrie moyenne inférieure à 50 microns, des systèmes d'hydrocyclones très simples permettent de le maintenir en suspension dans la boucle de circulation et par conséquent le grossissement des cristaux, ce qui augmenterait le cycle de fonctionnement. Les cristaux de gypse fins sont alors déchargés dans la purge, ce qui permet d'avoir une bonne pureté du produit principal à cristalliser.

SELECTION DES MATERIAUX DE CONSTRUCTION

Très peu de sociétés donnent une garantie de résistance à la corrosion du matériau sélectionné. Au mieux elles garantissent que le matériau proposé a été utilisé pour des applications similaires. Au pire, elles donnent des garanties avec une centaine de conditions que les clients ne pourraient jamais respecter (composition, température, pH).

Cette attitude est compréhensible étant donné que, d'une part le fournisseur de l'installation de traitement d'effluents n'est pas maître du procédé en amont, et ne peut contrôler les

variations susceptibles d'affecter l'effluent à traiter ; d'autre part les essais de corrosion sont souvent comparatifs, faits à partir de solutions « synthétiques » et sont rarement effectuées dans les conditions réelles d'exploitation de l'installation.

Pour toutes ces raisons, il est difficile de donner des préconisations au niveau du choix des matériaux de construction, mais certaines règles doivent être respectées pour le choix de ces matériaux.

* Solutions salines :

- 316 L jusqu'à 60°C - 65°C
- Uranus B6 ou Duplex 1.4462 jusqu'à 80°C - 90°C
- 19.25hMo/31.27hMo au-dessus de 90°C
- Le Monel est prohibé en présence d'ammoniac
- L'acier au carbone détensionné est utilisé pour les calandres des échangeurs en contact avec les buées.

* Chlorures :

- 316 L détensionné jusqu'à 500 ppm
- Uranus B6 316Ti jusqu'à 2 000 ppm
- Certaines impuretés, telles que les organiques ou certains minéraux, peuvent jouer le rôle d'inhibiteur de corrosion. Ainsi, le 316L est utilisé pour des purges de caprolactam contenant plusieurs milliers de ppm de chlorures.

* Titane : Le titane est prohibé en présence de soude caustique.

* Acier au carbone : Dans certains cas l'acier au carbone avec une surépaisseur de corrosion, peut s'avérer plus intéressant que des alliages nobles.

Exemple : CaCl_2 à température élevée :

Les évaporateurs peuvent être en acier carbone au lieu du Monel. Acier carbone pour condenseur et tuyauteries de buées.

- * Acier caoutchouté -graphite :

Beaucoup d'installations d'évaporation et de cristallisation travaillent sous vide à des températures inférieures à 85°C.

L'acier caoutchouté et le graphite peuvent être utilisés pour la plupart des produits traités et pour la majorité des équipements utilisés (chaudronnerie, échangeurs, pompes de transfert et de circulation, essoreuses,...).

Au niveau coût, l'acier caoutchouté est équivalent au 316 ; le graphite au nickel.

- * Une attention particulière doit être accordée aux tubes des échangeurs. Le titane Grade 2 ou le duplex ne coûteraient pas beaucoup plus cher que le 316L.

DONNEES ECONOMIQUES

Les graphiques I, II et III donnent une estimation des coûts d'investissement pour trois types d'installation de cristallisation (simple effet, simple effet avec thermo-recompression et simple effet avec recompression mécanique de la vapeur) et pour trois matériaux différents (316L, Uranus B6 et nickel).

Les prix indiqués sont pour des installations clés en main et pour les schémas de procédés ci-joint.

Ces prix ont été obtenus à partir d'estimation d'une centaine de projets qui ont été suivis ou réalisés par l'auteur.