

**RECHERCHES EFFECTUEES A L'ETABLISSEMENT D'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR DES SCIENCES (UNIVERSITE DE MADAGASCAR) EN 1973 - 1974 SUR UN PROCEDE D'EXTRACTION D'HUILE A PARTIR DU GRES BITUMINEUX DE BEMOLANGA.**

par M. RABESIAKA Jean  
Mme RABARISOA Isabelle  
M. RA FENOMANANTSOA Alphonse

(Service de Chimie - BP. 906) TANANARIVE  
Etablissement d'Enseignement  
Supérieur des Sciences.

*Sommaire*

Les études en statique ont conduit à penser à la possibilité de faire fonctionner un four à alimentation continue dans le procédé de combustion pour la distillation des grès de Bemolanga. Elles ont contribué à l'amélioration du système de séparation des brouillards produits par la combustion ainsi qu'à la construction de l'appareillage susceptible d'être utilisé pour arriver à ce fonctionnement en continu. Les essais faisant l'objet de cette étude font suite à ces études en statique. Il nous ont permis :

- de faire fonctionner un four à alimentation continue
- de stabiliser le front de combustion à un niveau déterminé suivant le débit d'air injecté.
- d'établir des bilans matière et calorifique au cours des essais stabilisés
- de produire une huile représentative de l'état stable.

Ces essais nous ont permis en outre de réaliser une amélioration de l'appareillage initial et de présenter le dispositif final mis au point pour le bon fonctionnement du procédé.

## I - INTRODUCTION

La mise en exploitation du grès bitumineux de BEMOLANGA peut être envisagée de différentes manières.

On peut considérer deux grandes voies possibles :

1. — soit l'extraction en surface du bitume contenu dans le grès par exploitation en carrière du gisement lorsque celui-ci ne se trouve pas à une profondeur excessive.

2. — soit l'extraction « in situ » par un procédé tendant à déplacer l'huile : combustion in situ, drainage à la vapeur, etc.

Les études effectuées jusqu'à présent concernent surtout la possibilité d'une exploitation « ex-situ ».

Deux types de procédés ont été essayés :

1. — Extraction par lavage du grès bitumineux à la vapeur et à l'eau chaude suivant un procédé dérivé de celui de la G.C.O.S. (Great Canadian Oil Sand). Dans cette optique un pilote a été réalisé à Bemolanga par la SOGREAH en 1962 pour le compte de la Société des Pétroles de Madagascar (S. P. M.)

2. — Distillation des bitumes par la chaleur dans un four, le résidu de distillation (hydrocarbures lourds) étant utilisé comme combustible. Ce procédé est dérivé de celui étudié par le US Bureau of Mines pour les schistes à kérosène.

Alors que le procédé par combustion donne directement de l'huile pompable, deux opérations sont nécessaires pour avoir de l'huile pompable dans l'extraction par lavage à l'eau chaude ; à savoir :

- séparation du bitume des grès.
- traitement préalable du bitume récupéré qui est très visqueux pour le rendre plus fluide : cracking, etc.

En outre le procédé par combustion utilise une granulométrie plus grande que lors de l'extraction par lavage et de ce fait réduit l'opération mécanique de broyage.

Dans le but d'approfondir les connaissances à ce sujet, des études préliminaires ont été réalisées par M. F. LEANDRI et qui définissaient dans quelles conditions on pouvait envisager l'épuisement des grès bitumineux par la chaleur.

Des essais en statique sont ensuite entrepris par M. H. DELYE permettant d'envisager dans la suite la possibilité de faire fonctionner le four en continu pour réaliser des bilans matière et calorifique corrects et produisant une huile représentative dans le but de réaliser un procédé industriel en continu.

## II - EXPERIENCES ANTERIEURES

M. F. LEANDRI dans son rapport «Distillation des grès bitumineux de Bemolanga» définissait dans quelles conditions on pouvait envisager l'épuisement des grès bitumineux par la chaleur. Le principe est le suivant :

- Les grès bitumineux sont introduits en haut du four et de l'air est injecté par le bas, le bitume est distillé par les gaz chauds provenant de la combustion des résidus de la distillation.

- Les essais sont effectués dans une cellule placée verticalement sans réalimentation en sable, le front de combustion se déplaçant vers le haut.

M. H. DELYE dans son rapport «Distillation des grès de Bemolanga» avait repris ces essais en statique ce qui lui avait permis :

- d'apporter une amélioration dans le système de séparation des brouillards produits par la combustion.

- de mettre au point une cellule de combustion munie de résistances de chauffage extérieures qui compensent les pertes calorifiques.

Les caractéristiques de la cellule sont :

- diamètre intérieur : 84 mm
- longueur utile : 300 mm
- isolant en béton réfractaire ; 15 mm d'épaisseur
- 4 résistances compensatrices d'une puissance totale de 2.500 W.

Les conditions des essais sont les suivantes :

- charge faite avec une granulométrie comprise entre 0,2 et 1 cm
- teneur moyenne en bitume 8%
- on simule la combustion du résidu de la distillation par injection d'air.

Alors, les grès sont épuisés par balayage à l'azote; puis quand toute la cellule est à une température supérieure à 400°C, on injecte l'air et on met à feu.

- le résidu est craqué et une partie brûle
- les pertes calorifiques sont compensées à l'aide de résistances chauffantes extérieures.

Mais ces essais n'ont pas conduit à un état stable permettant d'établir des bilans matière et calorifique corrects. De plus la qualité de l'huile produite n'est pas représentative de celle qui serait produite lors d'un essai en four à alimentation continue. Enfin le problème de l'alimentation en continu n'est pas résolu.

### III - BUT DES ESSAIS

Le fonctionnement d'un four en continu est intimement lié au bon écoulement de grès. On se propose d'étudier les différents points suivants :

- vérifier le bon écoulement des grès imprégnés vers le bas de la cellule ; s'assurer que ceux-ci n'ont pas tendance à s'agglomérer sous l'action de la chaleur.
- vérifier si l'appareillage utilisé est approprié aux fins que l'on veut atteindre ; à savoir :
  - . opérer sur un four à alimentation continue
  - . obtenir un front de combustion stabilisé à un niveau déterminé
  - . atteindre un état stable permettant de calculer le rendement de l'opération et d'établir des bilans matière et calorifique convenables.
  - . obtenir un échantillon d'huile représentatif permettant une étude de valorisation.

### IV - PROGRAMME INITIAL

Le but principal à atteindre est de savoir si le fonctionnement d'un four à alimentation continue est possible ou non. Au cours des essais on étudiera successivement :

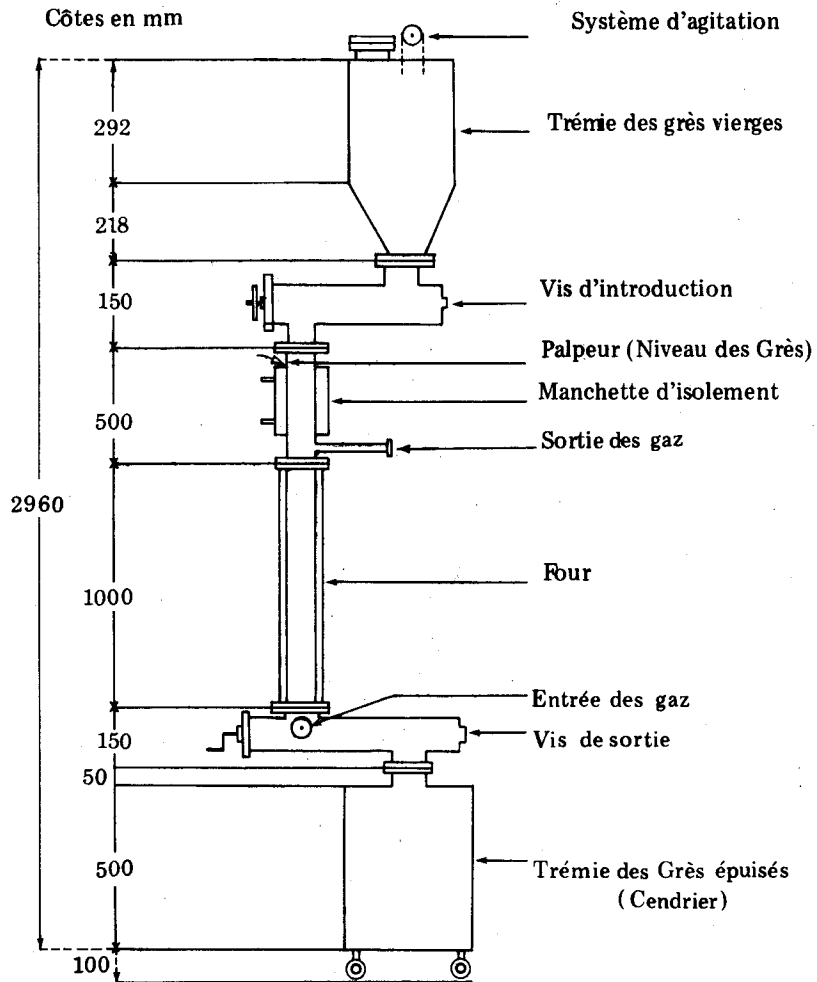
- la possibilité du fonctionnement en continu
- la possibilité de stabiliser le front de combustion
- l'influence d'une injection de vapeur d'eau sur le rendement et la qualité de l'huile
- le recyclage des gaz de combustion dans le circuit des gaz
- l'établissement des bilans matière et calorifique au cours des essais à front stabilisé
- l'influence de la granulométrie des grains sur le rendement.

### V - APPAREILLAGE

L'appareillage initial présente deux versions qui diffèrent essentiellement par le système d'évacuation des grès épuisés ou cendres.

Dans le premier cas, ce système est constitué par 2 grilles superposées l'une étant

Fig. 1 PLAN D'ENSEMBLE DE L'APPAREILLAGE



mobile et l'autre fixe. L'inconvénient est que les mailles sont trop larges et les grès épuisés s'écoulent même dans la position « fermée » des 2 grilles.

Ce système d'évacuation n'étant pas approprié aux fonctions qu'on lui demande, il est remplacé dans le second cas par un système de vis sans fin.

L'appareillage utilisé au début des essais se présente alors comme l'indique la figure I.

*- Système d'alimentation - ( Fig. 2 )*

Il est constitué par une trémie de forme cylindrique et qui se termine sous forme de cône à sa partie inférieure.

A l'intérieur se trouve un système de brassage qui agite les grès. Ce système d'agitation est formé par un axe portant deux vis sans fin et des palettes qui raclent la paroi de la trémie. Cet axe est terminé par un pignon planétaire qui s'emboîte avec un pignon satellite lequel est relié à une roue dentelée permettant la mise en place d'une chaîne que l'on manie pour agiter le grès et en même temps gratter la trémie.

*- Système d'Introduction - ( Fig. 3 )*

Il est constitué par un système de vis sans fin qui porte à son extrémité une roue dentelée permettant la mise en place d'une chaîne. L'ensemble fonctionne de la même façon que le pédalage d'une bicyclette à la seule différence qu'ici il n'y a pas de pédale mais à la place une manivelle qui se trouve sur la petite roue et qui sert à faire fonctionner l'ensemble.

Le grès de la trémie peut ainsi être introduit dans le four par l'intermédiaire de la vis sans fin en tournant la manivelle.

*- Manchette d'isolement - ( Fig. 4 )*

On a constaté qu'au cours des essais préliminaires effectués à Boussens, les grès imprégnés s'agglomèrent sous l'action de la chaleur. Pour faciliter la descente de grès dans le four on a intercalé entre le four et la vis d'introduction une manchette munie de réfrigérant. De cette façon la vis d'introduction se trouve à une température voisine de la température ambiante et les grès ne risquent plus d'être agglomérés avant d'être introduits dans le four.

De plus c'est sur la partie inférieure de la manchette d'isolement que se trouve la sortie des gaz.

Fig. 2 TREMIE D'INTRODUCTION

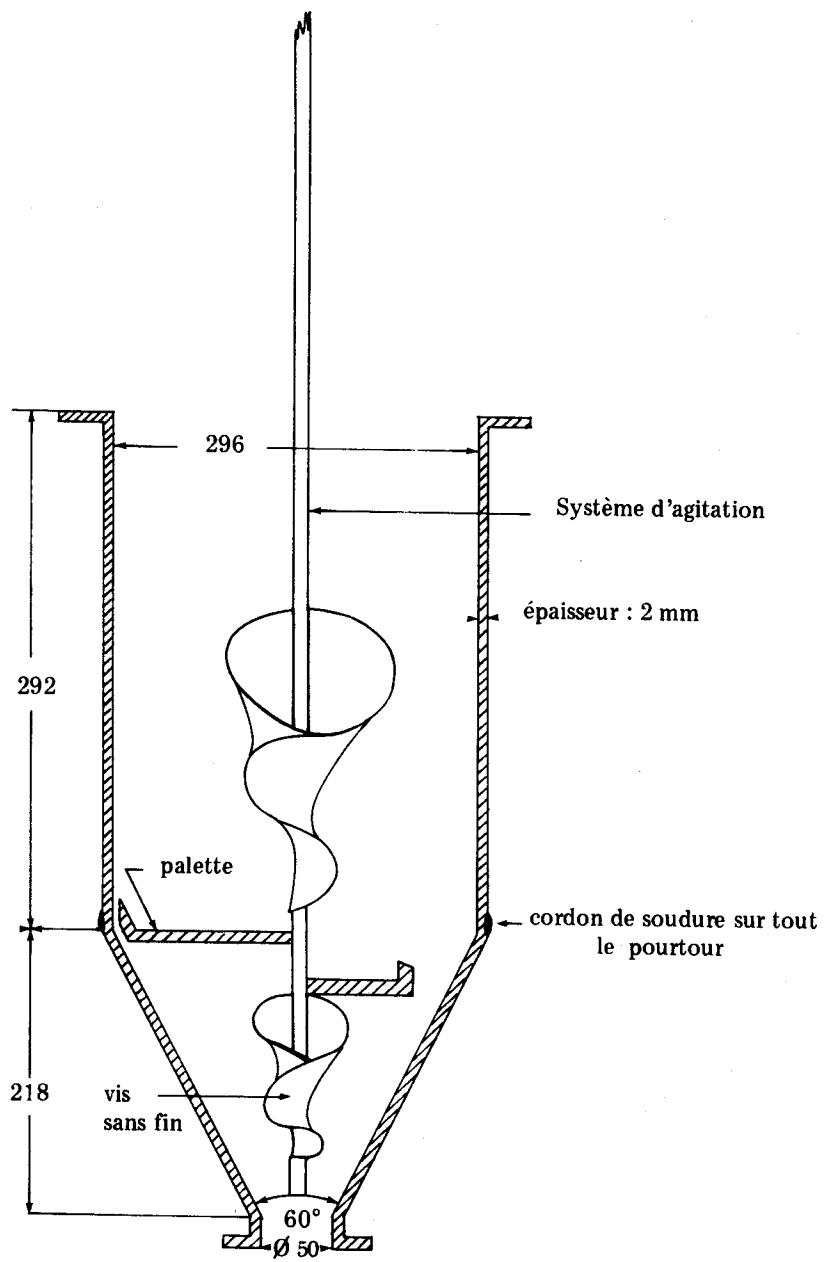


Fig. 3 VIS D'INTRODUCTION

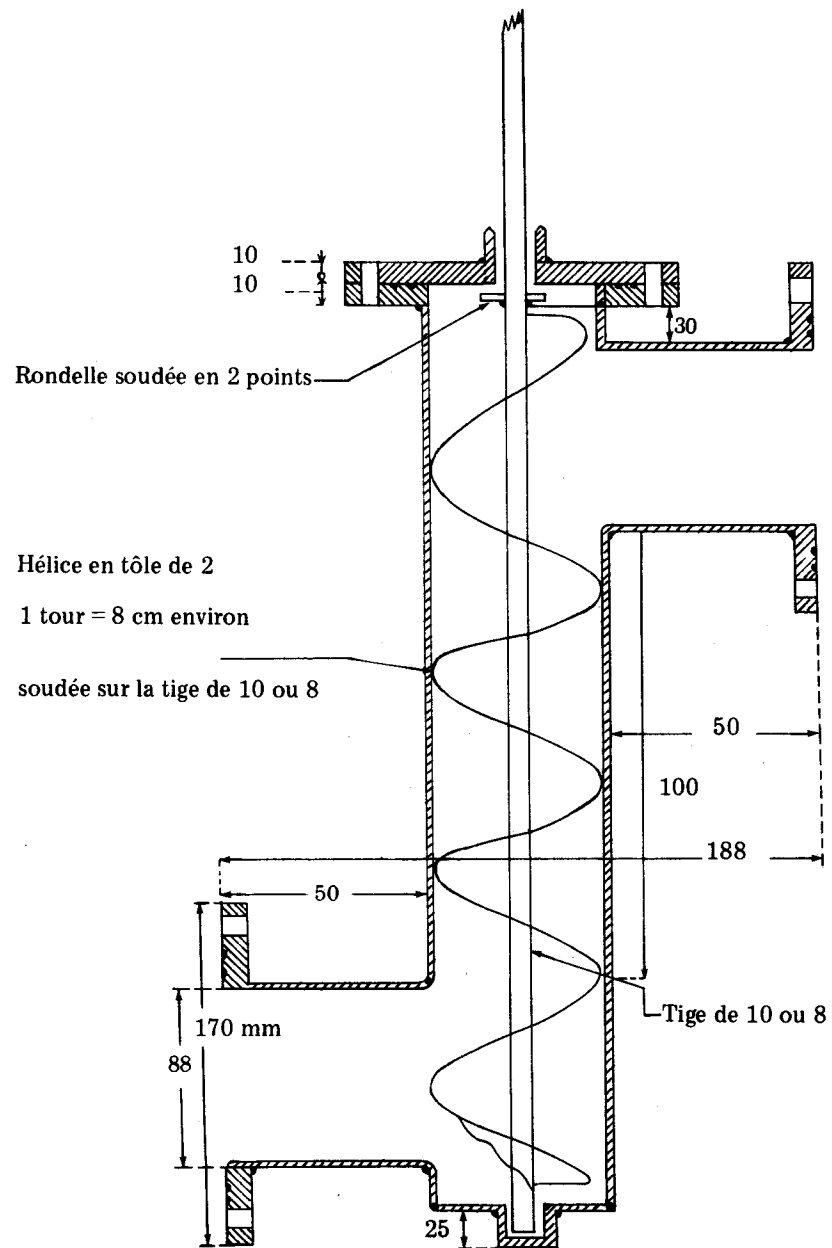
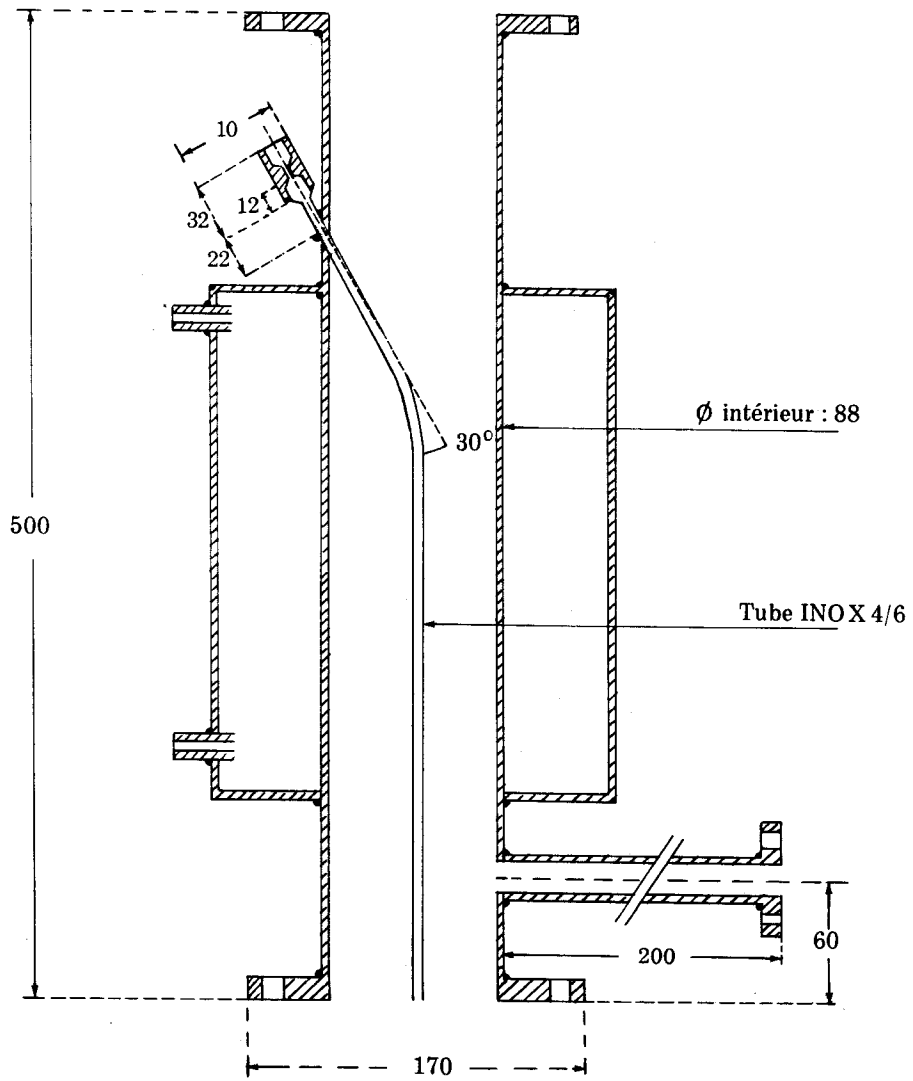




Fig. 4 MANCHETTE D'ISOLEMENT



*- Cellule de combustion ou four - ( Fig. 5)*

Les essais en statique ont conduit à la conception d'un four dont les caractéristiques sont les suivantes :

- diamètre intérieur : 84 mm
- épaisseur du tube : 2 mm
- longueur du four : 1 000 mm
- le soutènement est fait avec du métal déployé fixé aux brides du four puis enrobé dans du béton réfractaire d'une épaisseur de 20 mm.
- la compensation des pertes calorifiques est assurée par 10 résistances de 500W chacune.
- prise de température par 10 thermocouples espacés de 10 cm
- calorifuge en amiante
- une tôle spéciale pour calorifugeage recouvre le tout.

Théoriquement le four est divisé en quatre zones :

- une zone de préchauffage de grès située dans la partie supérieure du four
- zone de distillation du bitume
- zone de combustion des hydrocarbures lourds : résidu de distillation
- zone de grès épuisés.

*- Système d'Evacuation - ( Fig. 6)*

Il est constitué par une vis sans fin semblable à celle de l'introduction. Le système est terminé par une manivelle qui permet l'évacuation des grès épuisés vers le cendrier.

Au-dessous de la bride supérieure se trouve l'orifice servant à l'injection des gaz ( air ou azote ).

*- Cendrier - ( Fig. 7)*

Il sert de réceptacle aux grès épuisés. C'est une sorte de petite barrique munie de 3 roulettes et de 2 anses sur le flanc pour faciliter le transport des cendres après les essais.

*- Système de récupération des huiles*

Il est constitué par une série de réfrigérants et de récupérateurs en verre où l'on recueille la majorité des huiles condensées. Cependant les brouillards produits par la combustion contiennent encore des gouttelettes et d'huile ; d'où nécessité d'améliorer la séparation.

Fig.5 - CELLULE DE COMBUSTION ou FOUR

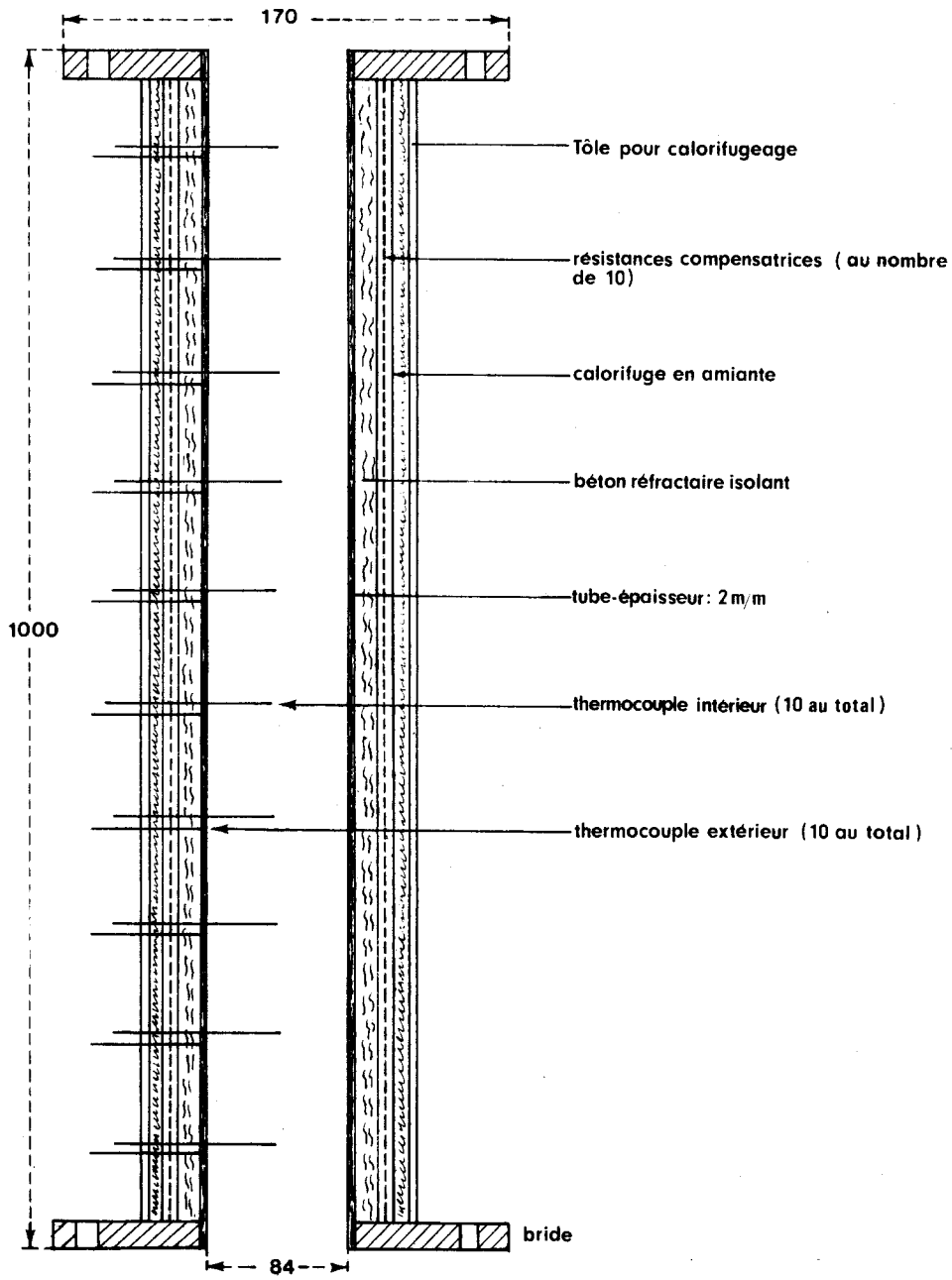


Fig. 6 VIS D'EVACUATION

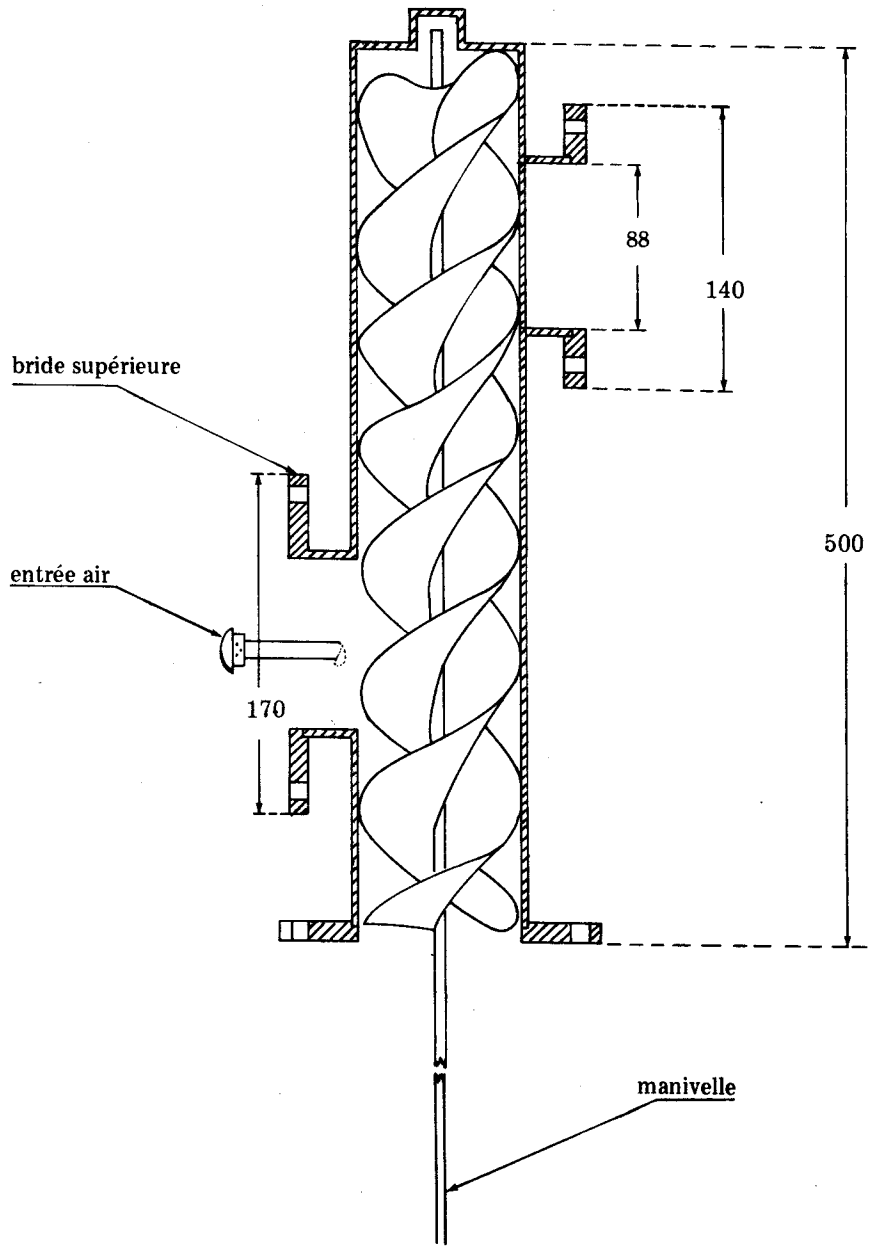
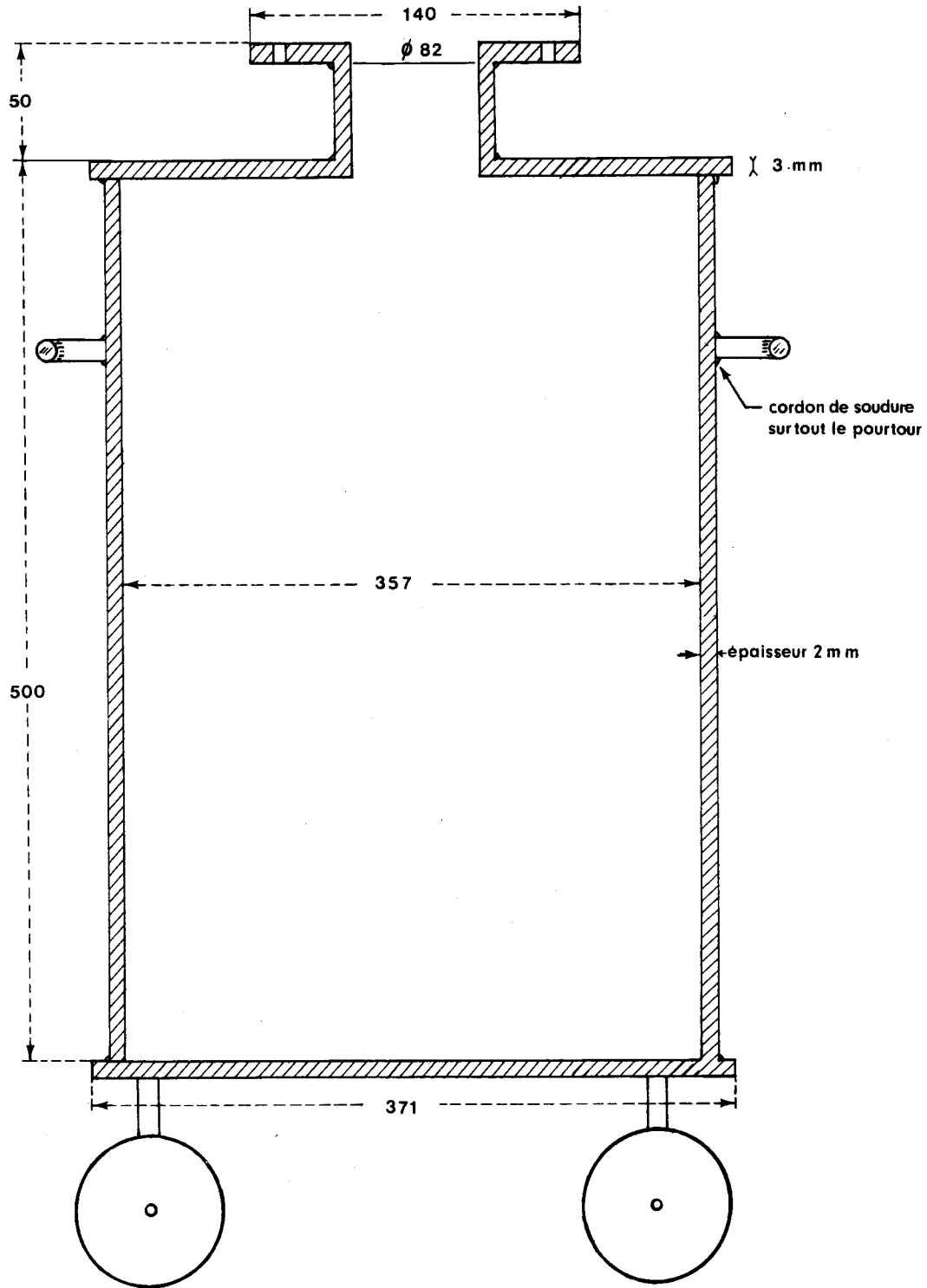


Fig.7 - TREMIE DES GRES EPUISES OU CENDRIER



*- Système de Séparation -*

Le moyen de séparation est un séparateur électrostatique. Le principe est basé sur l'ionisation des particules soumises à une haute tension. Les gouttelettes d'huile condensées sont recueillies à la base du séparateur.

*- Circuit des gaz -*

*Gaz injectés*

L'air et l'azote utilisés proviennent de bouteilles d'air comprimé et d'azote. Ils passent d'abord à travers les compteurs d'entrée munis de rotamètres indiquant le débit et de manomètres mesurant la pression. Ils arrivent au bas du four par l'orifice d'injection situé au niveau de la vis sans fin d'évacuation.

*Gaz sortis*

Ils passent par les récupérateurs en verre puis à travers le séparateur électrostatique où des gouttelettes d'huiles se condensent encore. Ensuite ils arrivent dans un compteur qui donne la quantité de gaz sortis. Ils sortent alors à l'air libre par l'intermédiaire d'une torche. Deux ramifications du circuit permettent l'analyse des gaz par un meuble des analyseurs qui indique la teneur en  $O_2$ ,  $CO_2$  et  $CO$  des gaz de sortie et l'analyse par chromatographie, donnant la composition de ces gaz.

## VI - E X P E R I E N C E S

On peut diviser en trois catégories les essais effectués :

- les premières essais : familiarisation avec l'appareillage ;
- les essais effectués sans débit fixe ni front de combustion stabilisé ; reprise des expériences en statique
- les essais faits avec un débit fixe et un front de combustion stabilisé .

Le sigle utilisé pour numéroter les essais est D. B. M.

- D pour distillation
- B pour Bemolanga
- M pour Madagascar

par analogie à DGBB (Distillation des grès de Bemolanga effectuée à Bousens).

Les neuf premiers essais effectués nous ont aidé surtout à connaître les principales difficultés rencontrées pour la mise au point d'un procédé définitif d'un four à alimentation continue aux fins de l'utiliser d'une manière industrielle.

A —

Les essais 1 et 2 ont été menés par M. H. DELYE qui avait montré comment on procède pour arriver à la distillation des bitumes contenus dans les grès :

- utilisation du chauffage
- utilisation des matériels mis en service pour contrôler la combustion : analyseurs, enregistreurs de températures et des teneurs en  $O_2$ , CO et  $CO_2$ .
- emploi du séparateur électrostatique pour essayer de récupérer le maximum d'huile

Les essais 3 à 9 sont effectués dans le but de concevoir quel sera l'appareillage adéquat ainsi que la manière avec laquelle il faut agir ou conduire l'expérience pour mener à terme la recherche :

- utilisation de sable comme support au début d'une expérience dans le but d'économiser les grès,
- chauffage de toute la cellule à une température supérieure à  $350^{\circ} C$  avant d'injecter l'air
- utilisation de l'enregistreur de températures
  - . pour vérifier jusqu'à quel niveau du four le grès vierge est descendu : ceci se traduit par une chute brusque de température
  - . pour connaître la fin de combustion à un niveau déterminé: celle-ci se traduit par un pic
- charge maximale à mettre dans la trémie au-delà de laquelle la descente de grès est très difficile.



B —

Après ces essais de «rôdage», nous avons entrepris des expériences (essais 10 à 14) que l'on peut qualifier de semi-continues : on opère tant qu'il reste encore de grès dans la trémie, mais ici on laisse la combustion s'effectuer du niveau inférieur au niveau supérieur du four avant de procéder à des descentes de grès vierges ou épuisés.

Ces essais nous ont permis notamment ;

- d'entrevoir la possibilité de faire fonctionner un four en continu
- de connaître la manière avec laquelle il faut agir pour stabiliser le front de

combustion à un niveau déterminé.

En même temps des préparations de gaz au laboratoire sont faites pour identifier la nature des gaz de sortie par chromatographie.

C —

Les essais 14 jusqu'à la fin sont effectués en continu avec le front de combustion stabilisé et des débits d'air fixes.

Nous avons aussi réussi au cours de ces essais à établir un bilan pour un débit donné.

#### - CHRONOLOGIE DES ESSAIS -

Nous allons essayer de faire un compte rendu rapide des essais effectués.

- DBM<sub>3</sub> — L'essai n'a pu être conduit jusqu'au bout à cause des problèmes techniques au niveau de la manchette :
- manchette bouchée
  - jeu insuffisant du palpeur manchette
  - palpeur gratteur dessoudé.
- DBM<sub>4</sub> — L'essai n'a pas marché à cause des problèmes dûs au claquage des résistances et de la panne du boîtier de commande de chauffage. Une seule résistance fonctionnelle ne permet pas de mener à terme l'essai. De plus un gâteau se forme entre les deux palpeurs manchettes.
- DBM<sub>5</sub> — On a réussi pour la première fois à faire fonctionner l'appareillage durant 7 heures et à épuiser une quantité importante de grès.
- DBM<sub>6</sub> — L'expérience a été continuée avec ce qui reste de grès de l'essai précédent. Malheureusement le colmatage au niveau des palpeurs manchette fait qu'on n'a pas pu terminer l'essai.
- L'expérience n'a pas été menée jusqu'à la fin car il n'y avait que trois résistances fonctionnelles. Cependant c'est pour la première fois qu'on utilise le système gratteur à axe rotatif et qui est fixé à un pignon planétaire qui s'emboîte à un pignon satellite lequel est mû à l'aide d'une manivelle. Les guides et supports de l'axe sont soudés l'un à la partie supérieure de la manchette, l'autre au niveau de la vis sans fin d'évacuation.
- DBM<sub>7</sub> — On utilise au cours de cet essai des résistances gainées dans du plâtre. On a constaté que le bas du four est bloqué par du grès cokéfié.



- DBM<sub>8</sub> — La granulométrie utilisé est différente : diamètre compris entre 1 et 2 cm ; ceci dans le but d'éviter la pénétration de poussières vers le système séparateur lors de la descente de grès. En effet la granulométrie utilisée au cours des essais 1 à 7 est la suivante, pour une charge de 15 kg :

$$\begin{aligned} 0,5 < \phi < 1 & : 7,8 \text{ kg soit } 52\% \\ 0,42 < \phi < 0,5 & : 4,2 \text{ kg soit } 28\% \\ 0,208 < \phi < 0,42 & : 3,0 \text{ kg soit } 20\% \end{aligned}$$

Au cours de cet essai on constate que les grès colmate le bas du four.

- DBM<sub>9</sub> — Même granulométrie que la DBM<sub>8</sub>. On constate encore le colmatage du bas du four tandis que le palpeur four qui a été encore fonctionnel jusqu'à cet essai a été brisé. On remarque aussi que la granulométrie initiale est détruite au niveau de la vis d'introduction par suite du brassage de grès dans la trémie.

La granulométrie pour les essais qui vont suivre est la suivante : diamètre compris entre 0,5 et 1 cm.

- DBM<sub>10</sub> — On a ajouté une palette supplémentaire sur l'axe du système gratteur au niveau 10 du four pour empêcher la formation de coke à ce niveau.

Le système marche d'une façon semi-continue avec un débit variant de 170 à 190 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>.

- DBM<sub>10 bis</sub> — On a effectué l'essai sans démonter l'appareillage. Le problème rencontré est toujours le colmatage du bas du four. Le débit d'air varie de 25 à 50 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>.

- DBM<sub>11</sub> — On a constaté qu'au cours des essais précédents de l'huile arrive jusqu'au meuble des analyseurs et risque de détériorer les appareils de mesure : on a mis des filtres en laine de verre après le séparateur électrostatique et avant le meuble des analyseurs pour retenir cette huile. La palette additionnelle du bas du four a été cassée. De plus le problème de colmatage du bas de four n'est pas encore résolu.

- DBM<sub>12 - 12 bis - 12 ter</sub>

- Pour empêcher le colmatage du bas du four, on a mis juste au dessous de la bride supérieure de la vis d'évacuation un système semblable au palpeur manchette. Les essais ont été menés avec un débit d'air variant de 123 à 170 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>.

Mais le problème reste toujours le même : blocage du bas du four avec en plus apparition de phénomène de surpression.

- DBM 13 - 13 bis — Au cours de ces 2 essais on a commencé à entrevoir la possibilité de maintenir le front de combustion stabilisé. Le problème qui reste à résoudre est le phénomène de surpression alors qu'aucun colmatage n'est signalé dans le circuit ni en haut ni en bas du four ni au niveau de la manchette.
- DBM 14 — C'est à partir de cet essai qu'on a réussi à stabiliser le front de combustion et à injecter un débit fixe d'air :  $50 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$ .
- Le front de combustion est stabilisé aux niveaux 1 et 2 du four. Les palettes sont doublées pour mieux gratter la paroi du four. L'expérience dure longtemps.
- DBM 15 — L'essai est repris avec le même débit d'air mais cette fois la stabilisation du front est effectuée au niveau 7. Malheureusement l'expérience n'a pu être menée à terme car le système gratteur est mis hors d'usage.
- DBM 16 — On a repris l'expérience avec un débit de  $50 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$  avec le front stabilisé au niveau 7. On ne rencontre pas de difficulté particulière à part le phénomène de surpression.
- Le problème d'utilisation d'un four à alimentation continue et à front stabilisé semble être résolu.
- DBM 17 — L'essai est fait avec un débit de  $100 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$  dans le but de stabiliser le front de combustion au niveau 7. Malheureusement la défaillance du système gratteur n'a pas permis de terminer l'essai jusqu'au bout.
- DBM 18 — Le débit d'air utilisé est de  $100 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$ . On a essayé de stabiliser le front de combustion au niveau 6. Mais le four qui a été tordu au cours des derniers essais n'a pas tenu le coup, de même la défaillance du système gratteur provoque l'arrêt prématuré de l'essai.
- DBM 19 — On a utilisé pour la première fois le four qui a été réparé entièrement et dont les résistances sont maintenant des cordons chauffants. L'axe du système gratteur est condamné au pignon. Le débit utilisé est fixé à  $100 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$ . On n'a pas réussi à stabiliser le front de combustion à un niveau, sans doute à cause de la nouveauté du four.
- DBM 20 — Même débit qu'à l'essai précédent. Cette fois aussi l'expérience n'est pas réussie car les 2 palpeurs manchette sont bloqués empêchant la descente de grès vierge et provoquant la surpression.
- DBM 21 — L'expérience est menée avec un débit d'air de  $50 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$  et on a pu stabiliser le front de combustion au niveau 7. On n'a pas rencontré de problème particulier.

la descente de grès vierge et provoquant la surpression.

DBM<sub>22</sub> — Le débit employé est de  $100\text{m}^3/\text{h}/\text{m}^2$ . L'expérience est menée à terme avec un front de combustion stabilisé en 7. Pas de difficulté particulière.

DBM<sub>23 - 23 bis</sub>

— Ces 2 essais ne sont pas faits dans la même optique que les expériences précédentes et ne méritent pas d'être traités ici. En effet on a effectué ces essais sous vide, ceci dans le but d'augmenter le rendement et où l'injection d'air est assurée par une vanne de fuite pour vide. C'est au cours de l'essai DBM<sub>23</sub> qu'on a utilisé le nouveau système gratteur, l'ancien étant trop malmené pour durer. Ce système gratteur est muni de palettes de part et d'autre de l'axe rotatif.

DBM<sub>24</sub> — L'essai est effectué avec un débit de  $150\text{m}^3/\text{h}/\text{m}^2$ . Le front a été stabilisé temporairement au 7. L'essai n'a pu être terminé à cause du blocage des palpeurs manchette, qui est dû à la formation de coke à ce niveau à cause de la température assez élevée du haut du four (supérieure à  $350^\circ\text{C}$ ) et de l'encombrement de ce niveau.

DBM<sub>25</sub> — On a repris l'expérience précédente avec le même débit d'air et une palette additionnelle au-dessus du niveau 1 du four. On a réussi à stabiliser le front de combustion au niveau 8. L'expérience a été rapide il faut 5 heures pour épuiser la charge de la trémie. A la fin les 2 palpeurs sont bloqués lorsque la température du niveau 1 augmente.

DBM<sub>26</sub> — Il reste un seul palpeur fonctionnel au niveau de la manchette. L'expérience est menée à terme pour un débit de  $200\text{m}^3/\text{h}/\text{m}^2$ , avec le front de combustion stabilisé au 7.

Le problème de colmatage du haut du four semble entièrement être résolu.

DBM<sub>27</sub> — L'essai est effectué avec un débit de  $250\text{m}^3/\text{h}/\text{m}^2$ . Le front de combustion a été stabilisé temporairement au niveau 7. L'essai n'a pu être terminé car le palpeur manchette a été mis hors d'usage et le grès a rempli la manchette.

DBM<sub>28 - 29</sub>

— Ces essais ont été menés dans le but de savoir si l'absence de chauffage au niveau 1 du four permet encore la récupération d'huile.

L'expérience a montré qu'il n'y a que très peu d'huile qui descend dans les récupérateurs lorsque le haut du four est laissé sans chauffage.

(DBM<sub>28</sub> et au début de la DBM<sub>29</sub>) alors que l'huile descend normalement lorsqu'on chauffe le niveau 1. Si on ne chauffe pas ce niveau : le bitume se condense juste avant la sortie vers les séparateurs ; d'où très peu de descente d'huile.

— R E S U L T A T S —

Nous pouvons séparer en deux parties les résultats obtenus :

- d'une part le résultat d'ordre qualitatif
- d'autre part le résultat d'ordre quantitatif.

*RESULTAT QUALITATIF -*

Nous allons traiter ici les difficultés d'ordre technologique et technique que nous avons rencontrées avant d'aboutir à la mise au point de l'appareillage et de la technique finalement utilisés pour la bonne efficacité du procédé.

— *Difficulté d'ordre technologique*

Nous allons procéder à une étude systématique des matériels et des modifications qu'ils ont subies au cours des essais pour présenter à la fin le dispositif final que nous avons mis au point.

*a) - Trémie d'alimentation -*

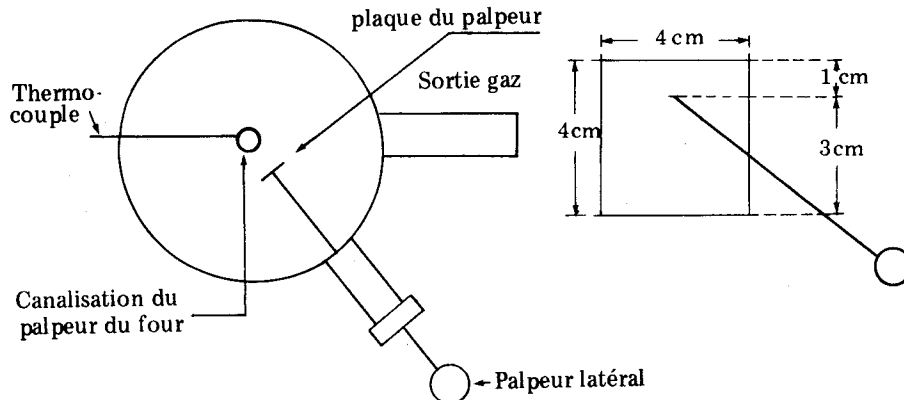
— La trémie en elle-même n'a pas subi de modifications. Cependant lorsqu'on arrive à épuiser les grès de la trémie, on constate que le système gratteur de celle-ci a les palettes trop courtes pour racler la paroi et que vers sa partie inférieure, il existe une zone où s'agglutinent les grès finement pulvérisés. On a donc essayé de redresser les palettes existantes pour racler la partie inférieure et ajouté une palette supplémentaire dans le même but.

*b) - Manchette d'isolement -*

1/ — Au début (DBM 1 et DBM 2) il y avait le système de guidage du palpeur four (voir fig. 4). Ce palpeur part de la partie supérieure de la manchette et arrive jusqu'à la moitié du four. Ce palpeur permet d'évaluer approximativement la hauteur du grès dans le four.

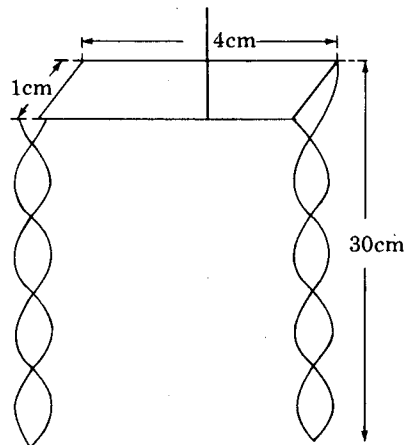
Cependant ce palpeur est difficile à manipuler car ce n'est qu'une simple tige terminée par un disque de métal. De plus il se casse souvent au cours des essais et ne permet pas de savoir si la hauteur de grès arrive jusque dans la manchette; d'où risque de colmatage par les grès qui ont tendance à former un bloc compact.

2/ — Le palpeur a été complété par un autre palpeur (DBM 3). Le premier palpeur est un palpeur latéral. La réalisation est indiquée par le schéma suivant :

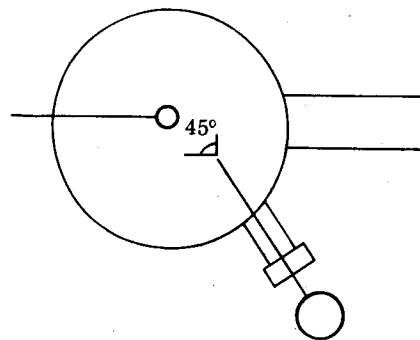


Il est situé vers la partie inférieure de la manchette à 2 cm au-dessus de la bride. La plaque du palpeur est rectangulaire.

Le 2<sup>e</sup> palpeur est un palpeur gratteur. A la place du disque terminal, on a mis 2 lames de fer tordues en hélice.



Le palpeur latéral permet de savoir à quel moment le four est rempli. Cependant sa forme amoindrit beaucoup son efficacité. De plus son mouvement est arrêté par le guide du palpeur-four contre lequel il bute lorsqu'on le manipule. Il sera alors utilisé sous forme d'un V comme le montre la figure ci-contre.

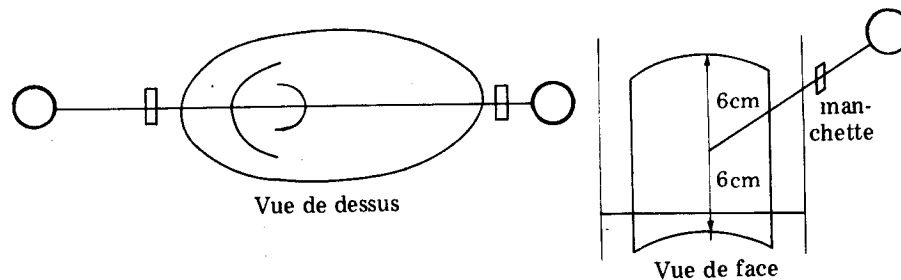


Outre son rôle de palpeur permettant de savoir si le four est rempli, il est aussi utilisé pour dégager la manchette. Le palpeur gratteur permet d'empêcher le colmatage de la partie supérieure du four. Cependant il est fragile et se casse souvent. De plus

les lames de fer ne supportent ni la température élevée ni la force exercée sur le palpeur pour racler la paroi du four et se déforment.

3/ — Comme on constate un bouchage fréquent de la partie inférieure de la manchette, le palpeur latéral a été renforcé (DBM<sub>4</sub>). En effet au lieu d'un seul palpeur manchette, il y en a à présent deux palpeurs latéraux qui se présentent sous forme de deux plaques semi-circulaires s'emboîtant l'une sur l'autre comme l'indique la figure :

Epaisseur : 4 à 5 mm



Ces deux palpeurs permettent de repérer le niveau de grès dans le four. Alors on ne risque plus de faire descendre du grès supplémentaire qui ne fait qu'obturer la manchette. Par contre on constate qu'il y a toujours formation de «gâteau» de grès entre ces deux palpeurs.

Un seul palpeur fonctionnel permet à la fois d'empêcher cette formation de gâteau et de juger la hauteur de grès dans le four car on s'est rendu compte que le colmatage de ce niveau provient surtout du chauffage.

4/ — Le palpeur-gratteur en forme d'hélice est remplacé par un autre système gratteur (DBM<sub>5</sub>). Celui-ci est constitué par une tige d'acier ( $\varnothing 12$ ) allant de la manchette au four et comportant des palettes également en acier ( $\varnothing 6$ ). On fait tourner le système par une manivelle. La manchette porte le support sur lequel repose le pignon satellite qui est fixé à la tige par 3 vis. Sur le pignon satellite vient s'emboîter le pignon planétaire lequel est relié à une manivelle d'évacuation. Les palettes se trouvent d'un même côté de l'axe.

Depuis sa réalisation le système a subi quelques modifications :

- manivelle remplacée par une clé 32
- les palettes de la manchette ont été supprimées (DBM<sub>13</sub>)
- elles ont été doublées au niveau du four (DBM<sub>14</sub>). Sa défaillance (DBM<sub>17-18</sub>) entraîne son remplacement par un autre plus robuste ( $\varnothing 13$ ) de même conception mais avec les palettes de part et d'autre de l'axe et la partie supérieure est soudée et vissée au pignon satellite.

Le rôle joué par le système - gratteur est primordial pour la réalisation des essais car :

il empêche la formation de coke  
permet de lutter contre la surpression.

c) - Four -

Le four a subi des déformations car il était tordu (DBM<sub>14</sub>) et a dû être redressé (DBM<sub>15</sub>). Mais le béton réfractaire est cassé en morceau et entraîne des pertes calorifiques importantes (DBM<sub>17-18</sub>). Le four a dû être refait en entier.

Un support a été réalisé pour prévenir dans la suite la déformation (DBM<sub>15</sub>). Ce support se trouve au niveau de la bride inférieure du four.

La défaillance fréquente des résistances chauffantes au cours des premiers essais conduit à l'utilisation des résistances gainées dans du plâtre (DBM<sub>7</sub>). La réfection du four a provoqué la ré-utilisation de résistances chauffantes qui fonctionnent bien maintenant.

Le colmatage du bas du four entraîne la mise en place à ce niveau d'un système gratteur semblable à celui du palpeur-manchette (DBM<sub>12</sub>). Cependant on s'aperçoit que ce colmatage est dû surtout à une mauvaise manipulation car on ne l'a plus rencontré lorsqu'on a réussi le fonctionnement en continu. Du même coup ce système gratteur a été supprimé (DBM<sub>20</sub>).

d) - Système d'injection de gaz -

Pour empêcher la pénétration de sable dans le conduit d'injection d'air ou d'azote, ce conduit a été recouvert d'un chapeau.

#### *Difficulté d'ordre technique*

Au cours des essais, nous nous sommes heurtés à des problèmes techniques qu'il nous a fallu résoudre.

a) - Colmatage -

Il se rencontre au niveau de la manchette et du haut du four ainsi que le bas du four.

Nous avons déjà parlé de la cause du colmatage du bas du four. En ce qui concerne la manchette et le haut du four : ce colmatage est dû, soit à l'abondance de grès vierge descendu, soit à la formation de coke.

On y remédie en utilisant la possibilité du palpeur-manchette :

- cesser la descente de grès vierge dès que l'on sent une résistance du palpeur ;
- tirer à fond le palpeur pour empêcher la présence de grès derrière le palpeur ;
- utiliser un chauffage convenable du niveau 1 : pas trop faible (condensation de bitume) ni trop fort (formation de coke).

La température du chauffage optimale pour ce niveau se trouve entre 230 et 270°C.

*b) - Surpression -*

Elle est provoquée par le tassement brutal de grès lorsqu'on procède à la descente de grès épuisés qui vont être remplacés par des grès vierges. De plus, ce tassement brutal entraîne la pénétration de sable dans les récupérateurs à huile. Une autre cause est la différence de porosité entre le grès épuisé et le grès vierge ce qui fait que le gaz injecté a plus de difficulté à traverser le grès épuisé et cela fait augmenter la pression.

Pour remédier à cette surpression : agiter fréquemment mais lentement le système gratteur surtout avant et après la descente de grès vierge. De plus, cela évite aussi la descente de sable vers les récupérateurs.

*c) - Formation de coke -*

Elle est due à un chauffage poussé sans combustion. On ne l'a plus rencontrée depuis l'utilisation du système gratteur qui empêche le grès de se cokéfier. Nous avons déjà insisté sur le rôle primordial du système gratteur.

*d) - Utilisation d'un support sable -*

Nous avons utilisé un support sable pour deux raisons :

- pour économiser le grès,
- pour empêcher le colmatage du niveau 10 au cours du démarrage de l'essai.

*e) - Système de séparation -*

Nous avons utilisé un séparateur électrostatique pour condenser les gouttelettes d'huile entraînées dans le brouillard produit par la combustion. Cependant, ce séparateur n'est pas bien approprié compte tenu de la dimension de l'appareillage utilisé. De plus, il semble peu efficace car de l'huile se condense dans le compteur de sortie et même dans le meuble des analyseurs.

Il a été remplacé à partir de la DBM<sub>15</sub> par un séparateur à billes (billes en terre cuite). On constate alors une meilleure récupération d'huile entraînée par les gaz formés lors de la combustion. La mise en série de 2 séparateurs ( le 1<sup>er</sup> et un autre



avec des billes de verre ) (DBM<sub>23</sub>) augmente l'efficacité de la séparation .

*f) - Analyse -*

La défaillance du stabilisateur de tension entraîne la mise hors service du meuble des analyseurs ce qui rend très difficile le contrôle des essais (DBM<sub>23</sub> à DBM<sub>26</sub>).

En outre, les analyseurs ne fonctionnent plus aussi bien que lors des premiers essais. De plus, après la défaillance du chromatographe et sa remise en état, ce chromatographe n'a plus sa sensibilité initiale et cela va certainement se répercuter sur les résultats obtenus.

La cause principale des défauts de ces appareils est sans doute l'arrivée d'huile à l'intérieur des cellules de mesure surtout lors des premiers essais. Ceci a nécessité la mise en place des filtres en laine de verre et des filtres + P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pour arrêter l'huile et l'eau afin de protéger les appareils.

Nous présentons à la figure 8 le dispositif final mis au point pour la bonne marche du procédé.

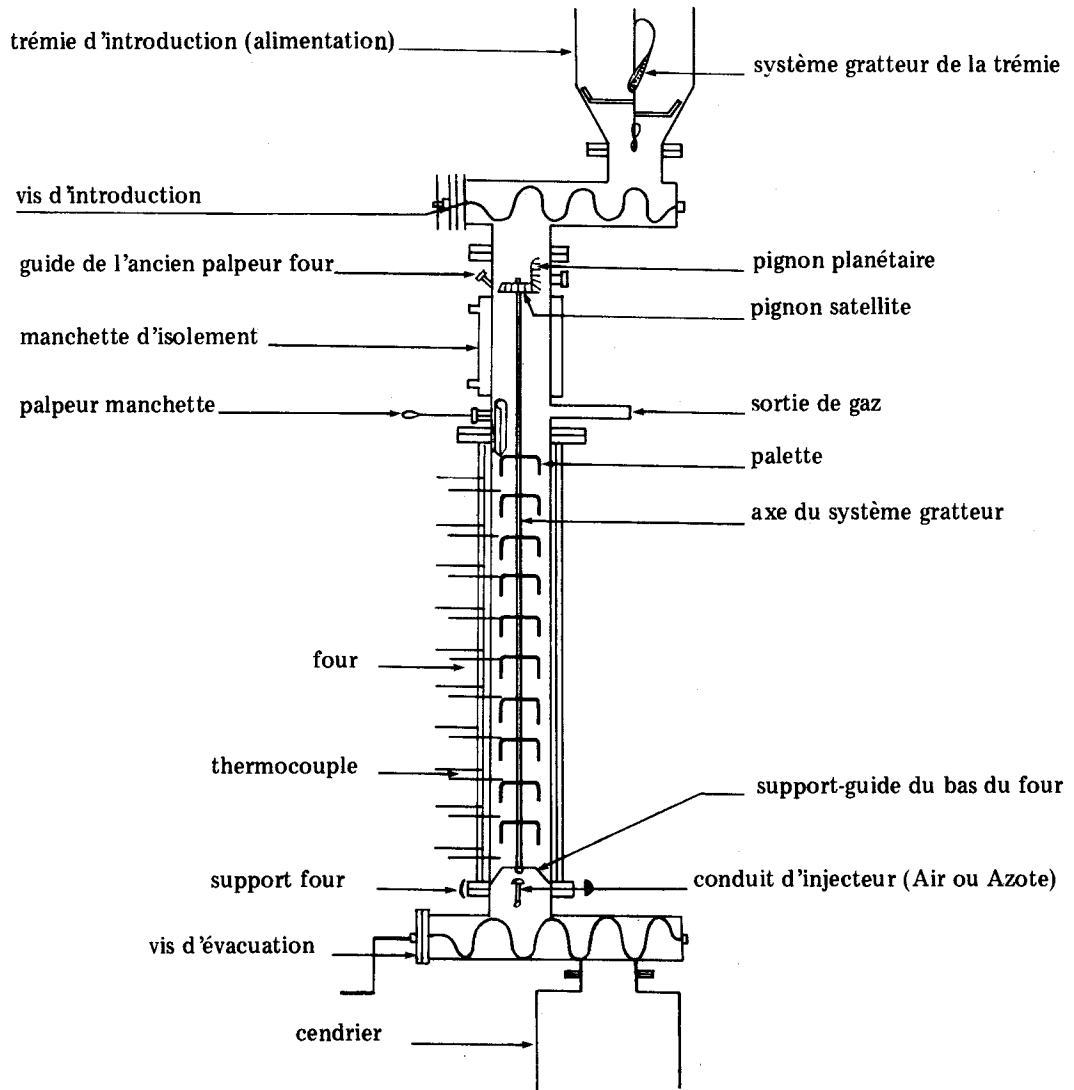
#### *RESULTAT QUANTITATIF :*

Ce résultat est donné sous réserve de considérer les difficultés rencontrées au cours des essais .

Il est consigné sous forme d'un tableau dans lequel on rencontre toutes les données obtenues :

- débit d'air,
- rendement en huile,
- quantité de grès traité,
- volume, densité et poids de l'huile obtenue,
- température du front,
- durée de l'essai,
- vitesse de front,
- niveau de stabilisation du front de combustion

Fig. 8 DISPOSITIF FINAL



N° des Essais	Débit en m <sup>3</sup> /h/m. <sup>2</sup>	Rendement	Quantité de grès traité en kg	QUANTITE D'HUILE			T du front en°C	T haut four	Durée	Vitesse du front m/j.	Remarques Générales	Difficultés
				Volume en CC.3	Densité	Poids en g.						
10	170 - 190	46	12	472cc	0,92	434	570 - 920		6h			Colmatage du bas du four
10bis	25 - 50	65	15	837	0,92	770	540 - 915		6h			Colmatage du bas du four
11	123 - 150	57	13	725	0,916	664	560 - 885		6h		utilisation de filtre en laine de verre	Colmatage du bas du four
12	123 - 170	52	13 28,5 15 0,5	1.435	0,921	1.322	650 - 920		7h30		blocage de la vis d'introduction	Colmatage au niveau de la manchette Surpression
590 - 980							5h					
565 - 670							3h30					
13	123 - 170	57	27	1.405	0,922	1.295	570 - 750		6h		Surpression	
13bis							600 - 700		12h			
14	50	59	12	600	0,8815	529	560 - 760		24h		Front stabilisé en 1 et 2	Surpression Four tordu
15	50	58	8	415	0,926	384	740		6h	5	Front stabilisé en 7	Système gratteur hors d'usage
16	50	61	14	700	0,908	636	680		8h	6,60	Front stabilisé en 7	Surpression
17	100 (?)	36 (?)	7	225								Défaillance du système gratteur
18	100 (?)	25 (?)	4,5	100								Défaillance du four et du système gratteur
19	100	60,4	10,5	570	0,921	525	680		7h	7,30	Front non stabilisé 5, 6, 7	Surpression
20	100	?		250								Palpeurs manchette bloqués - Surpression -

N° des Essais	Débit en m <sup>3</sup> /h/m <sup>2</sup>	Rendement	Quantité de grès traité en Kg	QUANTITE D'HUILE			T du front en °C	T haut four	Durée	Vitesse du front m/j	Remarques Générales	Difficultés
				Volume	Densité	Poids en g.						
21	50	59,7 (72)	12,5	805	0,916	737	560 Pics à 700	280	7h	6,5	Front stabilisé en 7	
22	100	73,6	11	753	0,9125	688	600 Pics à 710	270	6h	8,4	Front stabilisé en 7	
24	150	41,7	14	545	0,921	502	650 Pics à 800	350			Refait en DBM 25	Blocage des palpeurs manchette
25	150	50,5 (65,5)	13,5	586	0,925	541,5	650 Pics à 700	300	5h	13	Front stabilisé en 8 -	Palpeur bloqué à la fin de l'essai
26	200	49 (58)	10,5	475	0,923	438,4	650	350	4h	14	Front stabilisé en 7	
27	250	40,1 (48)	9,3	340	0,9245	314,3	650 Pics à 810	230	2h	15	Front stabilisé en 7 Temporairement	Palpeur manchette hors d'usage

**BILAN MATIERE ET CALORIFIQUE**

Nous avons essayé lorsque le front a été stabilisé, de réaliser un bilan matière et calorifique pour chaque débit d'air.

Pour bien comprendre la suite, nous allons donner la signification des abréviations rencontrées au cours du bilan, surtout en ce qui concerne les gaz.

*Notations :*

$V_g$  = Quantité de gaz sorti,

*Air injecté :*

% Volume  $N_2 = N_2^a$

% Volume  $O_2 = O_2^a$

*Gaz produits :*

% Volume  $N_2 = N_2^g$

% Volume  $O_2 = O_2^g$

% Volume CO =  $CO_g$

% Volume  $CO = CO_2^g$

$$\text{Volume } N_2 \text{ produit} = V_g \times \frac{N_2^g}{100}$$

$$\text{Volume } O_2 \text{ injecté} = V_g \times \frac{N_2^g}{100} \times \frac{O_2^a}{N_2^a}$$

$$\text{Volume CO produit} = V_g \times \frac{CO_g}{100}$$

$$\text{Volume } CO_2 \text{ produit} = V_g \times \frac{CO_2^g/100}{100}$$

Nous allons maintenant donner les essais de bilan réalisé au cours des expériences à front stabilisé et suivant les débits utilisés.

*DEBIT DE  $50 M^3/H/M^2$ .*

Le bilan réalisé pour ce débit a été établi lors de l'essai DBM<sub>21</sub>

Nous avons : Grès = Huile + Partie brûlée + Résidu

**HUILE :**

Huile réelle = Huile produite - Eau

soit  $889,08 \text{ g} - 2,415 = 886,67 \text{ g}$

*Partie brûlée*

Grès consommé	=	12,500 kg
Résidu	=	9,800 kg
Huile	=	0,88 kg
Eau	=	0,096 kg
Brûlé	=	12,500 - 10,785 = 1,715 kg

*Remarque* : Cette partie brûlée comprend aussi le poids des carbonates décomposés.

*GAZ* —

On fait l'hypothèse suivante :

— On suppose que  $O_2$  ne donne que  $CO_2$ ,  $CO$  et  $H_2O$

Quantité d'air injecté :

$$97.706 - 95.845 = 1.861 \text{ dm}^3$$

à 24°, 1 C sous 868,6 mbar  
Pression moyenne de l'essai = 44,6 mm de H<sub>g</sub>

Volume d'air injecté ramené aux conditions normales de température et de pression :

$$1.861 \text{ dm}^3 \frac{[ 760 ( 868,6 ) + 44,6 ] 273}{1.013} = 1566,62 \text{ dm}^3$$

297,1 x 760

Quantité de gaz sorti ou  $V_g$  :

$$112.459 - 109.925 = 2.534 \text{ dm}^3$$

$V_g$  ramené aux conditions standard est :

$$2.534 \text{ dm}^3 \frac{[ 760 ( 868,6 ) + 67 ] 273}{1013} = 2201,79 \text{ dm}^3$$

297,1 x 760

$$N_2^a = \frac{79}{100} \times 1566,62 = 1237,63 \text{ dm}^3$$

$$O_2^a = \frac{21}{100} \times 1566,62 = 328,99 \text{ dm}^3$$

*Gaz produits*

$$V_{N_2} \text{ produit} : 2201,79 \times \frac{76,54}{100} = 1685,250 \text{ dm}^3$$

$$V_{O_2} \text{ injecté : } 2201,79 \times \frac{76,54}{100} \times \frac{328,99}{1237,63} = 447,97 \text{ dm}^3$$

$$V_{CO} \text{ produit : } 2201,79 \times \frac{0,15}{100} = 3,30 \text{ dm}^3$$

$$V_{CO_2} \text{ produit : } 2201,79 \times \frac{11,32}{100} = 249,24 \text{ dm}^3$$

$$V_{O_2} \text{ produit : } 2201,79 \times \frac{4,21}{100} = 92,69 \text{ dm}^3$$

*Bilan carbone -*

Poids de carbone brûlé en grammes  
Les carbonates minéraux ont donné :

$$259,166 - 142,675 = 116,491 \text{ dm}^3 \text{ de } CO_2$$

Donc le poids de carbone brûlé est de :

$$\left[ (249,24 - 116,49) + 3,30 \right] \times \frac{12}{22,4} = 72,88 \text{ g}$$

*Bilan Hydrogène -*

$$\text{Eau : } 2 \left( 447,97 - 92,69 - \frac{3,30}{2} - 131,805 \right) \times \frac{18}{22,4} = 356,50 \text{ g}$$

Poids hydrogène formé :

$$356,50 \times \frac{2}{18} = 39,61 \text{ g}$$

Poids huile brûlée :

$$39,61 + 72,88 = 112,49 \text{ g}$$

Bitume = Huile + Brûlé + Hydrocarbures :

$$886,67 + 112,49 + 119,81 = 1118,97 \text{ g}$$

$$\text{Rapport } \frac{\text{hydrogène}}{\text{carbone}} = \frac{H}{C} = \frac{39,61}{72,88} = 0,36$$

*Bilan hydrocarbures :*

$$C_1 = \frac{16 \times 2,44 \times 2.201,79}{100 \times 22,4} = 38,37 \text{ g}$$

$$C_2 = \frac{0,19 \times 28 \times 2.201,79}{100 \times 22,4} = 5,23 \text{ g}$$

$$C_2 = \frac{0,36 \times 30 \times 2.201,79}{100 \times 22,4} = 10,62 \text{ g}$$

$$C_3 = \frac{0,58 \times 42 \times 2.201,79}{100 \times 22,4} = 23,94 \text{ g}$$

$$X_1 = \frac{0,5 \times 2.201,79}{100 \times 22,4} = 0,49 \text{ mole}$$

$$IC_4 = \frac{0,21 \times 58 \times 2.201,79}{100 \times 22,4} = 11,97 \text{ g}$$

$$NC_4 = \frac{0,26 \times 58 \times 2.201,79}{100 \times 22,4} = 14,82 \text{ g}$$

$$IC_4 = \frac{0,27 \times 56 \times 2.201,79}{100 \times 22,4} = 14,86 \text{ g}$$

*Résultats -*

- Rendement : Huile récupérée seule = 59,70 %  
Huile récupérée et celle des verreries = 72 %
- Flux d'air utilisé :  $50 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$
- Vitesse de déplacement du front : 6,50m/jour

*DEBIT DE  $100 \text{ m}^3/\text{H}/\text{m}^2$  -*

Le bilan réalisé est fait lors de l'essai DBM<sub>22</sub>

*BILAN MATIERE -*

$$\text{Grès (G)} = \text{Huile (H)} + \text{Brûlé} + \text{Résidu (R)}$$

*Huile :*

$$\begin{aligned} \text{Huile réelle} &= \text{Huile produite} - \text{Eau} \\ &= 753,8 \text{ g} - 65 = 688,8 \text{ g} \\ \text{Eau libre} &= 65 \text{ g} \\ \text{Eau totale} &= 65 + 20 = 85 \text{ g} \end{aligned}$$

*Brûlé :*

$$\begin{aligned} \text{Grès consommé} &= 11 \text{ kg} \\ \text{Résidu (R)} &= 9,3 \text{ kg} \\ \text{Huile (H)} &= 0,689 \text{ kg} \\ \text{Eau} &= 0,085 \text{ kg} \\ \text{Brûlé (B)} &= 11 - (9,3 + 0,689 + 0,085) = 0,926 \text{ kg} \end{aligned}$$



Gaz :

On suppose que  $O_2$  ne donne que  $CO$ ,  $CO_2$  et  $H_2O$ .

Air injecté =  $3.138 \text{ dm}^3$  à  $25^\circ\text{C}$  sous  $869,6 \text{ mbar}$

Pression moyenne de l'essai =  $59 \text{ mm de Hg}$

Gaz sortis =  $3.417 \text{ dm}^3$  à  $26^\circ\text{C}$

Volume d'air injecté ramené aux conditions normales :

$$3.138 \text{ dm}^3 \frac{\left(\frac{760 \times 869,6}{1.013} + 59\right) 273}{298 \times 760} = 2.690,95 \text{ dm}^3$$

Volume d'air sorti ou  $V_g$  ramené aux conditions normales :

$$3.417 \frac{\left(\frac{760 \times 869,6}{1.013} + 59\right) 273}{299 \times 760} = 2.920,40 \text{ dm}^3$$

$$O_2^a = 2.690,95 \times \frac{21}{100} = 565,10 \text{ dm}^3$$

$$N_2^a = 2.690,95 \times \frac{79}{100} = 2.125,85 \text{ dm}^3$$

Gaz Produits :

$$V_{N_2} \text{ produit} = 2.920 \times \frac{76,58}{100} = 2.236,44 \text{ dm}^3$$

$$V_{O_2} \text{ injecté} = 2.920,40 \times \frac{76,58}{100} \times \frac{565,10}{2.125,85} = 594,50 \text{ dm}^3$$

$$V_{CO_2} \text{ produit} = 2.920,40 \times \frac{12,13}{100} = 354,24 \text{ dm}^3$$

$$V_{CO} \text{ produit} = 2.920,40 \times \frac{0,20}{100} = 5,84 \text{ dm}^3$$

$$V_{O_2} \text{ produit} = 2.920,40 \times \frac{5,02}{100} = 146,60 \text{ dm}^3$$

**BILAN CARBONE —**

Les carbonates minéraux ont donné :  $200,56 \text{ dm}^3$  de  $CO_2$

Poids de carbone brûlé en grammes :

$$\left[ 5,84 + (354,24 - 200,56) \right] \times \frac{12}{22,4} = 85,45 \text{ g}$$

**BILAN HYDROGENE -**

Poids d'eau formée :

$$2 ( 594,50 - 146,60 - 354,24 - 2,92 ) \times \frac{18}{22,4} = 145,83 \text{ g}$$

Poids d'hydrogène brûlé :

$$145,83 \times \frac{2}{18} = 16,20 \text{ g}$$

$$\text{Rapport } \frac{\text{Hydrogène}}{\text{Carbone}} = \frac{\text{H}}{\text{C}} = \frac{16,20/85,45}{85,45} = 0,19$$

Poids d'huile brûlée :

$$16,20 + 85,45 = 101,65 \text{ g}$$

Bitume = Huile + Brûlé + Hydrocarbures :

$$688,80 + 101,65 + 198,48 = 988,93 \text{ g}$$

**BILAN HYDROCARBURES -**

$$C_1 = 2.920,40 \times \frac{2,2}{100} \times \frac{16}{22,4} = 45,89 \text{ g}$$

$$C_2 = 2.920,40 \times \frac{0,926}{100} \times \frac{28}{22,4} = 33,80 \text{ g}$$

$$C_2 = 2.920,40 \times \frac{0,48}{100} \times \frac{30}{22,4} = 18,77 \text{ g}$$

$$C_3 = 2.920,40 \times \frac{0,46}{100} \times \frac{42}{22,4} = 25,19 \text{ g}$$

$$C_3 = 2.920,40 \times \frac{0,55}{100} \times \frac{44}{22,4} = 31,55 \text{ g}$$

$$X_1 = 2.920,40 \times \frac{0,64}{100 \times 22,4} = 0,83 \text{ mole}$$

$$IC_4 = 2.920,40 \times \frac{0,57}{100} \times \frac{56}{22,4} = 41,62 \text{ g}$$

$$NC_4 = 2.920,40 \times \frac{0,022}{100} \times \frac{58}{22,4} = 1,66 \text{ g}$$

**RESULTATS -**

Rendement : Huile récupérée seule = 73,0%

Huile récupérée + celle des verreries = 82,7%

Flux d'air utilisé =  $100 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 

Vitesse de déplacement du front = 8,40 m/jour

DEBIT DE 150 M<sup>3</sup>/H/M<sup>2</sup> —

BILAN MATIERE —

$$\text{Grès (G)} = \text{Huile (H)} + \text{Brûlé (B)} + \text{Résidu (R)}$$

$$\text{Huile réelle} = \text{Huile produite} - \text{eau}$$

$$= 772,5 \text{ g} - 75 = 697,5 \text{ g}$$

Cette quantité tient compte des huiles restées dans les verreries  
Sans les huiles des verreries, elle est de :

$$616,5 - 75 = 541,5 \text{ g}$$

$$\text{Eau libre} = 75 \text{ g}$$

$$\text{Eau totale} = 75 + 30 = 105 \text{ g}$$

Brûlé :

$$\text{Grès consommé} = 13,500 \text{ kg}$$

$$\text{Résidu} = 11,500 \text{ kg}$$

Partie brûlée :

— Si on ne tient compte que des huiles récupérées :

$$13,500 - (11,5 + 0,5415 + 0,105) = 1,353 \text{ kg}$$

— si l'on tient compte des huiles de verreries :

$$13,500 - (11,500 + 0,7725 + 0,105) = 1,1225 \text{ kg}$$

Gaz :

$$\text{Quantité d'air injecté} = 4\,135 \text{ dm}^3$$

à 26° C sous 868,5 mbar

Pression moyenne de l'essai : 73,4 mm de Hg

Volume d'air injecté aux conditions normales :

$$4\,135 \text{ dm}^3 \frac{\left( \frac{760 \times 868,5}{1\,013} + 73,4 \right) 273}{299 \times 760} = 3\,601,57 \text{ dm}^3$$

$$\text{Volume d'air sorti} = 4\,444 \text{ dm}^3 \text{ à } 24^\circ\text{C}$$

Volume d'air sorti aux conditions normales :

$$V_g = 4\,444 \text{ dm}^3 \frac{\left( \frac{760 \times 868,5}{1\,013} + 73,4 \right) 273}{297 \times 760} = 3\,896,77 \text{ dm}^3$$

$$\text{O}_2^a = 3\,601,57 \times \frac{21}{100} = 756,33 \text{ dm}^3$$

$$\text{N}_2^a = 3\,601,57 \times \frac{79}{100} = 1\,845,24 \text{ dm}^3$$

*Gaz produits :*

$$V_{N_2} \text{ produit} = 3\,896,77 \times \frac{80,66}{100} = 3\,143,13 \text{ dm}^3$$

$$V_{O_2} \text{ injecté} = 3\,896,77 \times \frac{80,66}{100} \times \frac{756,33}{2\,845,24} = 835,52 \text{ dm}^3$$

$$V_{CO_2} \text{ produit} = 3\,896,77 \times \frac{2,832}{100} = 110,37 \text{ dm}^3$$

$$V_{CO} \text{ produit} = 3\,896,77 \times \frac{0,79}{100} = 30,78 \text{ dm}^3$$

$$V_{O_2} \text{ produit} = 3\,896,77 \times \frac{16,5}{100} = 642,97 \text{ dm}^3$$

*Bilan Carbone :*

La décomposition des carbonates minéraux ont donné :

$$27 \text{ dm}^3 \text{ de } CO_2$$

Poids de carbone brûlé en grammes :

$$(110,37 + 30,78 - 27) \times \frac{12}{22,4} = 61,15 \text{ g}$$

*Bilan Hydrogène :*

Poids d'eau formée :

$$2(835,52 - 642,97 - 110,37 - \frac{30,78}{2}) \times \frac{18}{22,4} = 107,34 \text{ g}$$

Poids d'hydrogène:

$$107,34 \times \frac{2}{18} = 11,92 \text{ g}$$

$$\text{Rapport : } \frac{\text{Hydrogène}}{\text{Carbone}} = \frac{H}{C} = \frac{11,92}{61,15} = 0,19$$

$$\text{Poids d'huile brûlé} = 61,15 + 11,92 = 73,07 \text{ g}$$

Bitume = Huile + Brûlé + Hydrocarbures

– Si l'on ne tient compte que des huiles récupérées :

$$541,50 + 73,07 + 95,37 = 709,94 \text{ g}$$

– Si l'on ne tient compte des huiles de verreries :

$$697,5 + 73,07 + 95,37 = 865,94 \text{ g}$$

*Bilan Hydrocarbures*

$$C_1 = 3\,896,77 \times \frac{0,24}{100} \times \frac{16}{22,4} = 6,68 \text{ g}$$

$$C_2 = 3\,896,77 \times \frac{0,30}{100} \times \frac{28}{22,4} = 14,61 \text{ g}$$

$$C_2 = 3\,896,77 \times \frac{0,13}{100} \times \frac{30}{22,4} = 6,78 \text{ g}$$

$$C_3 = 3\,896,77 \times \frac{0,02}{100} \times \frac{42}{22,4} = 0,15 \text{ g}$$

$$C_3 = 3\,896,77 \times \frac{0,35}{100} \times \frac{44}{22,4} = 26,79 \text{ g}$$

$$X_2 = 3\,896,77 \times \frac{0,12}{100 \times 22,4} = 0,21 \text{ mole}$$

$$X_1 = 3\,896,77 \times \frac{0,15}{100 \times 22,4} = 0,26 \text{ mole}$$

$$NC_4 = 3\,896,77 \times \frac{0,4}{100} \times \frac{58}{22,4} = 40,36 \text{ g}$$

*Résultats :*

— Rendement :

— Huile récupérée : 50,5 %

— Huile récupérée + huile des verreries = 65,1 %

— Flux d'air utilisé :

$F = 150 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$

— Vitesse de déplacement du front de combustion : 13m/jour

*DEBIT DE 200 M<sup>3</sup>/H/M<sup>2</sup>:*

Le bilan réalisé pour ce débit a été fait lors de l'essai DBM<sub>26</sub>

*BILAN MATIERE :*

Grès (G) = Huile (H) + Brûlé (B) = Résidu (R)

*Huile :*

Huile réelle = Huile produite - Eau

— Si l'on ne tient compte que des huiles récupérées

568,425 - 130 = 438,425 g

— Si l'on tient compte des huiles de verreries

650,125 - 130 = 520,125 g

Brûlé :

Grès consommé	=	10,500 kg
Résidu	=	9,603 kg
Eau	=	130 g
Huile	=	520,125g

Partie brûlée :

$$10,500 - (9,603 + 0,130 + 0,520) = 247 \text{ g}$$

Gaz :

On suppose que  $O_2$  ne donne que  $CO$ ,  $CO_2$  et  $H_2O$

Quantité d'air injecté =  $3.068 \text{ dm}^3$  à  $21^\circ\text{C}$  sous  $869,4 \text{ mbar}$

Pression moyenne de l'essai =  $124 \text{ mm de Hg}$

Quantité d'air injecté aux conditions normales :

$$3.068 \text{ dm}^3 \frac{(\frac{760 \times 869,4}{1.013} + 124) 273}{294 \times 760} = 2.909,80 \text{ dm}^3$$

Quantité de gaz sortis ou  $V_g$  ramenée aux conditions normales :

$$3.265 \text{ dm}^3 \frac{(\frac{760 \times 869,4}{1.013} + 124) 273}{294 \times 760} = 3.096,64 \text{ dm}^3$$

$$N_2^a = 2.909,80 \times \frac{79}{100} = 2.298,74 \text{ dm}^3$$

$$O_2^a = 2.909,80 \times \frac{21}{100} = 611,06 \text{ dm}^3$$

Gaz produits —

$$V_{N_2} \text{ produit} = 3.096,64 \times \frac{69,22}{100} = 2.143,49 \text{ dm}^3$$

$$V_{O_2} \text{ injecté} = 3.096,64 \times \frac{611,06}{2.298,74} = 823,16 \text{ dm}^3$$

$$V_{CO} \text{ produit} = 3.096,64 \times \frac{0,25}{100} = 7,74 \text{ dm}^3$$

$$V_{CO_2} \text{ produit} = 3.096,64 \times \frac{2,287}{100} = 70,82 \text{ dm}^3$$

$$V_{O_2} \text{ produit} = 3.096,64 \times \frac{9,78}{100} = 302,85 \text{ dm}^3$$

*Bilan Carbone* —

Poids de carbone brûlé en grammes

Les carbonates minéraux ont donné : 29,19 dm<sup>3</sup> de CO<sub>2</sub>

$$\text{Poids de carbone brûlé est donc : } [ 7,74 + ( 70,82 - 29,19 ) \frac{12}{22,4} ] = 26,45\text{g}$$

*Bilan Hydrogène* —

Poids d'eau formée :

$$2 [ 823,16 - ( 302,85 + 70,82 - \frac{7,74}{2} ) ] \times \frac{18}{22,4} = 716,18 \text{ g}$$

$$\text{Poids d'hydrogène brûlé : } 716,18 \times \frac{2}{18} = 79,57 \text{ g}$$

$$\text{Rapport : } \frac{\text{Hydrogène}}{\text{Carbone}} = \frac{\text{H}}{\text{C}} \text{ apparent} = \frac{79,57}{26,45} = 3$$

Poids d'huile brûlée :

$$26,45 + 79,57 = 106,02 \text{ g}$$

Bitume = Huile + Brûlé + Hydrocarbures :

$$= 520,125 + 106,02 + 5,91 = 632,055 \text{ g}$$

*Bilan Hydrocarbures* :

$$C_1 = \frac{0,054}{100} \times \frac{3.096,64}{22,4} \times 16 = 1,19 \text{ g}$$

$$C_2 = \frac{0,008}{100} \times \frac{3.096,64}{22,4} \times 28 = 0,31 \text{ g}$$

$$C_2 = \frac{0,016}{100} \times \frac{3.096,64}{22,4} \times 30 = 0,66 \text{ g}$$

$$C_3 = \frac{0,015}{100} \times \frac{3.096,64}{22,4} \times 44 = 0,91 \text{ g}$$

$$C_3 = \frac{0,007}{100} \times \frac{3.096,64}{22,4} \times 42 = 0,41 \text{ g}$$

$$X_1 = \frac{0,286}{100} \times \frac{3.096,64}{22,4} = 0,40 \text{ mole}$$

$$IC_4 = \frac{0,011}{100} \times \frac{3.096,64}{22,4} \times 56 = 0,85 \text{ g}$$

$$NC_4 = \frac{0,005}{100} \times \frac{3.096,64}{22,4} \times 78 = 0,54 \text{ g}$$

$$C_4^{2-T} = \frac{0,013}{100} \times \frac{3.096,64}{22,4} \times 56 = 1,04 \text{ g}$$

$$X_3 = \frac{0,030}{100} \times \frac{3.096,64}{22,4} = 0,41 \text{ mole}$$

$$X_4 = \frac{0,004}{100} \times \frac{3.096,64}{22,4} = 0,06 \text{ mole}$$

**Résultats :**

— Rendement :

— On ne tient compte que les huiles récupérées : 49%

— Huiles récupérées + huiles des verreries = 58,04%

— Flux d'air utilisé :

$$F = 200 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$$

— Vitesse de déplacement du front : 14 m/jour

**BILAN CALORIFIQUE :**

Ne connaissant pas le pouvoir calorifique des parties brûlées, nous nous contentons seulement de donner l'énergie nécessaire pour chauffer le four et compenser les pertes calorifiques:

**DEBIT DE 50 M<sup>3</sup>/H/M<sup>2</sup>:**

La valeur des résistances est de : 96,8 Ω

R<sub>1</sub> fonctionne pendant 8,66 h à 140 V = 1.753,47 W/h

R<sub>2</sub> fonctionne pendant 6,216 h à 140 V  
2,11 h à 100 V Au total = 1.476,59 W/h

R<sub>3</sub> fonctionne pendant 1,05 h à 140 V  
0,33 h à 130 V  
3,33 h à 100 V  
3,65 h à 120 V Au total = 1.157,20 W/h

R<sub>4</sub> fonctionne pendant 1,34 h à 140 V  
3,65 h à 120 V  
3,33 h à 100 V Au total = 1.158,305 W/h



R<sub>5</sub> fonctionne pendant 1,05 h à 140 V  
 0,3 h à 130 V  
 3,65 h à 120 V  
 3,33 h à 100 V Au total = 1.157,200 W/h

R<sub>6</sub> fonctionne pendant 1,05 h à 140 V  
 0,3 h à 125 V  
 1,26 h à 120 V  
 1,06 h à 100 V  
 0,31 h à 80 V  
 4,34 h à 50 V Au total = 690,547 W/h

R<sub>7</sub> fonctionne pendant 8,33 h à 140 V = 1.686,653 W/h

R<sub>8</sub> fonctionne pendant 1,83 h à 140 V  
 0,25 h à 120 V  
 0,216h à 100 V  
 0,216h à 80 V  
 4,75 h à 50 V Au total = 566,993 W/h

R<sub>9</sub> fonctionne pendant 2,83 h à 140 V  
 0,25 h à 120 V  
 0,216h à 100 V  
 4,816h à 50 V Au total = 771,177 W/h

R<sub>10</sub> fonctionne pendant 4 h à 140 V  
 4,33 h à 100 V Au total = 1.257,231 W/h

Au total = 11.675,363 W/h

On suppose que la moitié de cette énergie est dissipée et que seule l'autre moitié sert à chauffer le four et à compenser les pertes calorifiques :

Puissance consommée :

$$\frac{11.675,363}{2} = 5.837 \text{ W/h} = 5,837 \text{ KW/h}$$

DEBIT DE 100 M<sup>3</sup>/H/M<sup>2</sup> :

R<sub>1</sub> fonctionne pendant 8h à 140 V = 1.619,834 W/h

R<sub>2</sub> fonctionne pendant 3,93 h à 140 V  
 4,07 h à 80 V Au total = 1.064,84 W/h

R<sub>3</sub> fonctionne pendant 1,83 h à 140 V  
 2,07 h à 125 V  
 4,06 h à 80 V Au total = 973,10 W/h

R<sub>4</sub> fonctionne pendant 1,83 h à 140 V  
 1,58 h à 125 V  
 0,5 h à 100 V  
 0,3 h à 80 V  
 3,8 h à 60 V Au total = 838,38 W/h

R<sub>5</sub> fonctionne pendant 1,83 h à 140 V  
 1,58 h à 125 V  
 0,5 h à 100 V  
 0,3 h à 80 V  
 3,8 h à 60 V Au total = 838,38 W/h

R<sub>6</sub> fonctionne pendant 1,83 h à 140 V  
 1 h à 125 V  
 0,56 h à 100 V  
 0,1 h à 50 V Au total = 593,39 W/h

R<sub>7</sub> fonctionne pendant 8 h à 140 V = 1.6 19,83 W/h

R<sub>8</sub> fonctionne pendant 2,93 h à 140 V  
 0,33 h à 125 V  
 0,16 h à 100 V  
 0,26 h à 80 V Au total = 680,26 W/h

R<sub>9</sub> fonctionne pendant 2,93 h à 140 V  
 0,33 h à 125 V  
 0,16 h à 100 V  
 0,26 h à 80 V Au total = 680,26 W/h

R<sub>10</sub> fonctionne pendant 8 h à 140 V = 1619,83 W/h

Au total = 10.528,10 w/h

En supposant que la moitié de l'énergie dégagée est dissipée, la puissance consommée est :

$$\frac{10.528,10}{2} = 5.264,05 \text{ W/h} = 5,264 \text{ kW/h}$$

DEBIT DE 150 M<sup>3</sup>/H/M<sup>2</sup>—

R<sub>1</sub> fonctionne pendant 7,95 h à 125 V = 1.283,25 W/h

R<sub>2</sub> fonctionne pendant 7,95 h à 125 V = 1.283,25 W/h



R <sub>3</sub> fonctionne pendant	3,66 h à 125 V	
	1,4 h à 100 V	
	3,5 h à 80 V	Au total = 966,71 W/h
R <sub>4</sub> fonctionne pendant	3,66 h à 125 V	
	1,4 h à 100 V	
	3,5 h à 80 V	Au total = 966,71 W/h
R <sub>5</sub> fonctionne pendant	0,7 h à 125 V	
	7,25 h à 100 V	Au total = 891,96 W/h
R <sub>6</sub> fonctionne pendant	0,7 h à 125 V	
	1,63 h à 100 V	Au total = 281,38 W/h
R <sub>7</sub> fonctionne pendant	5,05 h à 125 V	
	0,4 h à 125 V	
	2,5 h à 100 V	Au total = 1.137,98 W/h
R <sub>8</sub> fonctionne pendant	3,5 h à 125 V	
	0,83 h à 100 V	
	3,6 h à 75 V	Au total = 859,88 W/h
R <sub>9</sub> fonctionne pendant	3,5 h à 125 V	
	0,83 h à 100 V	
	3,6 h à 75 V	Au total = 859,88 W/h
R <sub>10</sub> fonctionne pendant	5,43 h à 125 V	= 876,49 V
Au total = 9.377,69 W/h		

Si l'on suppose que la moitié de l'énergie dégagée est dissipée, la puissance consommée sera :

$$\frac{9377,69}{2} = 4688,84 \text{ W/h} = 4,688 \text{ KW/h}$$

DEBIT DE 200 M<sup>3</sup>/H/M<sup>2</sup>:

R <sub>1</sub> fonctionne pendant	3,4 h à 125 V	
	2'06 h à 200 V	
	0,66 h à 125 V	Au total = 1.506,58 W/h
R <sub>2</sub> fonctionne pendant	5,96 h à 125 V	= 962,04 W/h
R <sub>3</sub> fonctionne pendant	5,96 h à 125 V	= 962,04 W/h
R <sub>4</sub> fonctionne pendant	1,5 h à 125 V	
	4,46 h à 100 V	Au total = 702,86 W/h
R <sub>5</sub> fonctionne pendant	1,5 h à 125 V	
	0,68 h à 75 V	
	3,48 h à 100 V	Au total = 641,13 W/h
R <sub>6</sub> fonctionne pendant	2,68 h à 125 V	
	1,53 h à 100 V	Au total = 590,65 W/h

R<sub>7</sub> fonctionne pendant 2,68 h à 140 V  
 3,48 h à 100 V Au total = 902,14 W/h

R<sub>8</sub> fonctionne pendant 5,96 h à 125 V = 962,04 W/h

R<sub>9</sub> fonctionne pendant 5,96 h à 125 V = 962,04 W/h

R<sub>10</sub> fonctionne pendant 5,96 h à 125 V = 962,04 W/h

Au total = 9.153,56 W/h

Si la moitié de l'énergie dégagée est dissipée, la quantité d'énergie consommée sera :

$$\frac{9153,56}{2} = 4576,78 \text{ W/h} = 4,576 \text{ kw/h}$$

*AUTRES RESULTATS :*

Les résultats donnés sont faits dans le but de valoriser les huiles obtenues.

DBM<sub>10-10 bis</sub>

- Teneur en bitume du grès = 7,88 %
- Densité de l'huile produite = 0,92 à 22°C
- Viscosité cinématique 30°C

- Viscosimètre n° 6.046
- 1<sup>ère</sup> boule = 101,655 CSK ) - 102,337 CSK
- 2<sup>ème</sup> boule = 103,020 CSK )

- Viscosimètre n° 4.828
- 1<sup>ère</sup> boule = 101,004 CSK
- 2<sup>ème</sup> boule =

- Teneur en eau de l'huile produite = 0,35 %
- Indice Conradson = 2,268 %

DBM<sub>11</sub> :

- Teneur en bitume du grès = 9,01 %
- Densité de l'huile à 23°C = 0,916
- Viscosité cinématique à 37,3 C

- Viscosimètre n° 6.046
- 1<sup>ère</sup> boule = 34,227 CSK ) - 32,842 CSK
- 2<sup>ème</sup> boule = 31,457 CSK



- Teneur en eau de l'huile produite = 0,3%
- Teneur en gas oil 23% (volume)
- Indice Conradson 1,286%

DBM<sub>12-12 bis</sub>

- Teneur en bitume du grès = 9,02%
- Densité de l'huile à 22<sup>o</sup>5 C = 0,921
- Viscosité cinématique à 37<sup>o</sup>,8C
  - Viscosimètre n° 4.828
  - 1<sup>ère</sup> boule = 26,04 CSK
  - Viscosimètre n° 6.046
  - 1<sup>ère</sup> boule = 26,30 CSK ) - 26,07 CSK
  - 2<sup>ème</sup> boule = 25,85 CSK)
- Teneur en eau de l'huile produite = 0,5%

DBM<sub>13-13 bis</sub>

- Teneur en bitume du grès = 8,40%
- Densité de l'huile à 22° C = 0,922
- Viscosité cinématique à 37<sup>o</sup>8 C
  - Viscosimètre n° 6.046
  - 1<sup>ère</sup> boule = 41,07 ) - 41,50 CSK
  - 2<sup>ème</sup> boule = 41,94 )
  - Viscosimètre n° 4.828
  - 1<sup>ère</sup> boule = 43,49 CSK
- Teneur en eau de l'huile produite = 0,25%
- Teneur en gas oil = 24% (volume)

DBM<sub>14</sub>

- Teneur en bitume du grès = 7,44%
- Densité de l'huile à 25<sup>o</sup>C = 0,8815
- Teneur en eau de l'huile produite = 0,3%

DBM<sub>15</sub>

- Teneur en bitume du grès = 8,28%
- Densité de l'huile à 26<sup>o</sup>C = 0,926

DBM<sub>16</sub>

- Teneur en bitume du grès = 8,00%
- Densité de l'huile à 27°C = 0,908
- Teneur en eau de l'huile = 0,5%
- Indice Conradson 0,534%

DBM<sub>19</sub>

- Teneur en bitume du grès = 8,28%
- Densité de l'huile à 26°C = 0,921
- Viscosité cinématique à 37°C C
  - Viscosimètre n° 4.828
  - 1<sup>ère</sup> boule = 42,042 CSK ) - 41,217 CSK
  - 2<sup>ème</sup> boule = 40,392 CSK )
  - Viscosimètre n° 4.828
  - 1<sup>ère</sup> boule = 40,746 CSK

- Teneur en eau de l'huile = 0,1%

DBM<sub>21</sub>

- Teneur en bitume du grès = 9,88%
- Densité de l'huile à 22°C = 0,916
- Viscosité cinématique à 37°C C
  - Viscosimètre n° 6.046
  - 1<sup>ère</sup> boule = 45,1682 CSK ) - 44,62 CSK
  - 2<sup>ème</sup> boule = 44,064 CSK )
  - Viscosimètre n° 4.828
  - 1<sup>ère</sup> boule = 40,7035 CSK
- Teneur en eau de l'huile produite = 0,3%
- Indice Conradson 0,469%
- Teneur en carbone minéral :
  - du résidu d'extraction = 1,609%
  - des cendres = 0,64%

DBM<sub>22</sub>

- Teneur en bitume du grès = 8,5%
- Densité de l'huile à 22°C = 0,915
- Viscosité cinématique à 37°C C

- Viscosimètre n° 6.046
- 1<sup>ère</sup> boule = 27,22 ) - 27,46 CSK
- 2<sup>ème</sup> boule = 27,70 )

- Viscosimètre n° 4.828
- 1<sup>ère</sup> boule = 26,82 CSK

- Teneur en eau de l'huile produite = 0,1%
- Teneur en carbone minéral
  - des résidus d'extraction = 1,557 %
  - des cendres = 0,53 %

DBM<sub>24</sub>

- Teneur en bitume du grès = 8,59 %
- Densité de l'huile à 22°C = 0,921
- Viscosité cinématique à 30°C

- Viscosimètre n° 6.046
- 1<sup>ère</sup> boule = 43,55 ) - 44,38 CSK
- 2<sup>ème</sup> boule = 45,21 )

- Viscosimètre n° 4.828
- 1<sup>ère</sup> boule = 45,15 CSK

- Teneur en eau de l'huile = 0,7%
- Teneur en gas oil = 28% (volume)
- Teneur en carbone minéral :
  - du résidu d'extraction = 0,58%
  - des cendres = 0,43%

DBM<sub>25</sub>

- Teneur en bitume du grès = 8,535%
- Densité de l'huile à 20°C = 0,925
- Viscosité cinématique à 30°C

- Viscosimètre n° 6.046
- 1<sup>ère</sup> boule = 47,49 ) - 48,02 CSK
- 2<sup>ème</sup> boule = 48,55 )

- Viscosimètre n° 4.828
- 1<sup>ère</sup> boule = 46,05 CSK

- Teneur en eau de l'huile produite = 0,3%
- Teneur en carbone minéral
  - du résidu d'extraction = 0,63%
  - des cendres = 0,43%

DBM<sub>26</sub>

- Teneur en bitume du grès = 8,53%
- Densité de l'huile à 22°C = 0,923
- Viscosité cinématique à 30°C
  - Viscosimètre n° 6.046
  - 1<sup>ère</sup> boule = 59,18 ) - 60,47 CSK
  - 2<sup>ème</sup> boule = 61,77 )
- Viscosimètre n° 4.828
- 1<sup>ère</sup> boule = 60,04 CSK
- Teneur en eau de l'huile produite = 0,1%
- Teneur en gas oil = 24% (volume)
- Teneur en carbone minéral
  - du résidu d'extraction = 0,676%
  - des cendres = 0,398%

DBM<sub>27</sub>

- Teneur en bitume du grès = 8,39%
- Densité de l'huile à 22°C = 0,9245
- Viscosité cinématique à 30°C
  - Viscosimètre n° 6.046
  - 1<sup>ère</sup> boule = 43,50 ) - 44,33 CSK
  - 2<sup>ème</sup> boule = 45,17 )
- Viscosimètre n° 4.828
- 1<sup>ère</sup> boule = 38,02 CSK

## ESSAI DE DISTILLATION -

Débit de 150 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>.

- Distillation faite avec l'huile obtenue lors de l'essai DBM<sub>25</sub>
- Séchage sur C a C l<sub>2</sub>
- Volume = 100 cc

Pression	T°	D. 19°	Volume	Pression	T°	D. 19°	Volume
15 mm Hg	30°5 PI		Occ	22 mm Hg	196	0,8294	25
15	105	0,862	5	22	202	0,9112	30
15	136		10	24	218		35
17	160		15	24	234		40
15	167		0,894	20			

Débit de 200 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>



Débit de 200 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>

— Distillation faite avec l'huile obtenue lors de l'essai DBM<sub>26</sub>

— Séchage sur CaCl<sub>2</sub>

— Volume 100 cc

Pression	Volume	T	D. 17°3	Pression	Volume	T	D. 17°3
10 mm Hg	Occ	25 PI		10	48cc	226	0,922
10	5	86	0,855	10	53	240	0,971
10	10	107		10	58	259	
10	15	120		10	65	268	
10	20	142		10	70	268	
10	25	164		10	75	272	
10	32	180	0,898	10	80	272	trop visqueuses
10	39	200	0,922	10	86	274	

Débit de 50 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>

— Distillation faite avec l'huile obtenue lors de l'essai DBM<sub>16</sub>

— Séchage sur CaCl<sub>2</sub>

— Volume 100 cc

Pression	Volume	T	D. 19°2	Pression	Volume	T	D. 19°2
20 mm Hg	Occ	49 PI		20	43	216	0,908
20	5	97	0,841	20	47	219	
20	10	119		20	52	2385	
20	15	131		20	57	261	
20	22	165		20	62	232	
20	27	177		0,889	20	67	257
20	32	194		20	70	261	
20	38	202	0,908				

Débit de 50 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>

— Distillation faite sur de l'huile obtenue lors de l'essai DBM<sub>21</sub>

— Séchage de l'huile sur CaCl<sub>2</sub>

— Volume 100 cc

Pression	Volume	T	D. 17°3	Pression	Volume	T	D. 17°3	
20 mm Hg	20cc	22,5 PI		20 mm Hg	30cc	193	0,906	
20	5	193	0,830	20	35	209		
20	6	100		20	39	219		
20	10	128		20	42	222		
20	12	135		20	45	228		
20	15	145		20	50	233		
20	20	164	0,080	20	55	249		0,935
20	23	175		20	58	250,5		
20	26	183		20	60	250,5		
20	29	192		20	65	250,5		
				20	80	270	visqueuse	

Débit de 100 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>

- Distillation faite avec l'huile obtenue lors de l'essai DBM<sub>19</sub>
- Séchage de l'huile sur CaCl<sub>2</sub>
- Volume = 100 cc

Pression	Volume	Température	Pression	Volume	Température
40 mm Hg	0 cc	62,5 P. I.	40 mm	37	221
40 mm Hg	37 cc	221	40	39	237
40	7	121	40	42	240
40	10	139	40	47	242
40	13	151,5	40	50	250
40	15	152,5	40	57	264
40	20	189	40	62	264
40	23	195	20	73	240
40	25	201	20	77	251
40	27	207	20		269
40	30	211			

*REMARQUES SUR LES ESSAIS*

- Une étude complémentaire sur les huiles obtenues au cours des essais DBM a été effectuée à Boussens. Elle complète la présente étude rapport en ce qui concerne l'essai de la valorisation des huiles.
- En traçant la courbe Rendement = f (Débit) on constate que la représentation est une courbe en forme de cloche. Le rendement maximum serait obtenu pour un débit d'air compris entre 50 et 100 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>. En effet à partir de 100 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>, le rendement diminue à mesure que le débit augmente.
- La vitesse de déplacement du front de combustion augmente avec le débit d'air injecté.
- Le front de combustion tend à se déplacer rapidement vers le haut du four à mesure qu'on augmente le débit d'air.
- Nous avons pris les résultats à partir de la DBM10 car depuis cet essai, la granulométrie est comprise entre 0,5 et 1 cm. Le choix de cette granulométrie est qu'elle représente la moyenne utilisée jusqu'à présent. Et les grains de taille supérieure sont détruits au niveau de la trémie lors du grattage et cela augmente le pourcentage des fines.
- La difficulté d'approvisionnement en matériel nous a beaucoup retardés dans l'accomplissement du programme établi. De plus, faute de personnel qualifié sous la main, nous avons dû faire appel à des spécialistes étrangers pour la réparation des appareils mis hors de service. De cette façon, la réparation d'un appareil demande beaucoup de temps. Il en est de même pour résoudre les problèmes d'ordre technologique pour la mise au point de l'appareillage définitif.

Compte tenu de ces difficultés, nous n'avons pu étudier que les points suivants :

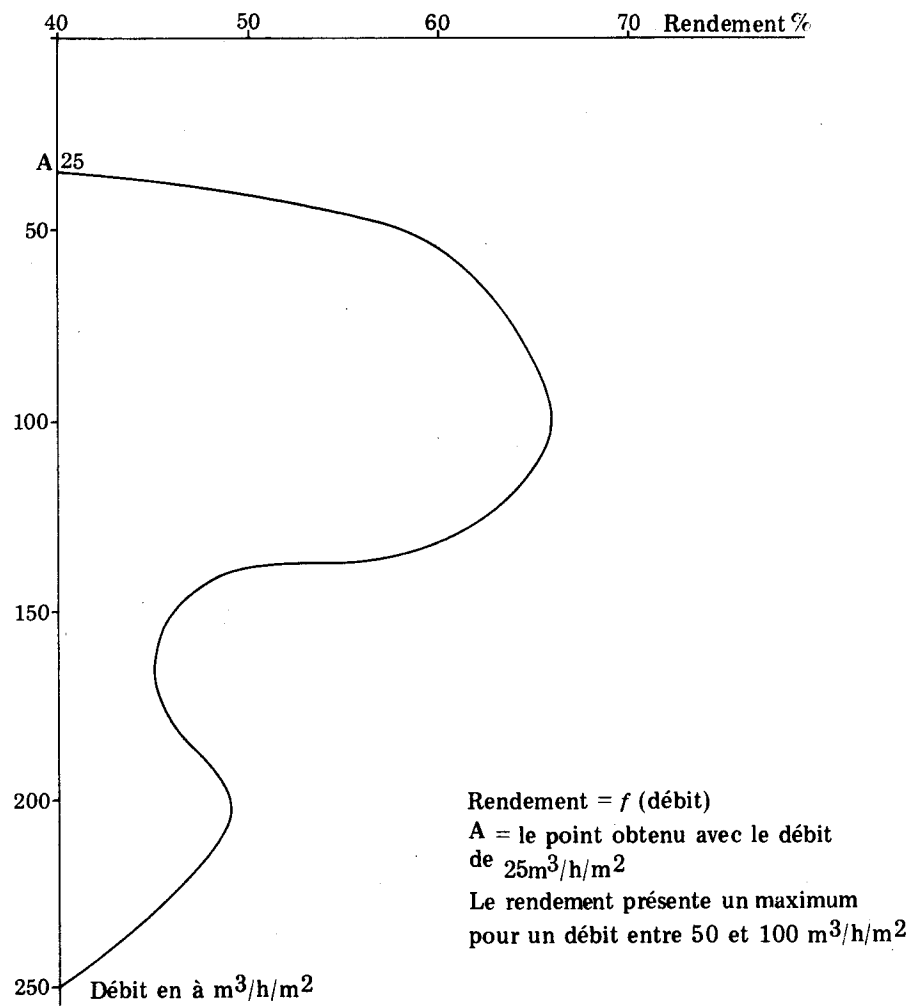
- possibilité du fonctionnement en continu
- possibilité de stabiliser le front de combustion à un niveau donné
- influence du débit injecté sur le rendement et la qualité de l'huile
- établissement des bilans matière et calorifique au cours des essais à front stabilisé.

Par contre, nous n'avons pas étudié les points suivants :

- influence de la granulométrie sur le rendement
- influence d'une injection de vapeur d'eau sur le rendement de la qualité de l'huile
- recyclage des gaz de combustion dans le circuit des gaz

Si le problème du fonctionnement en continu avec le front stabilisé et avec le débit d'air déterminé et qui varie d'un essai à l'autre a été résolu, par contre l'étude de valorisation de l'huile produite n'est faite qu'en partie. Cela est dû

## INFLUENCE DU DEBIT D'AIR SUR LE RENDEMENT



surtout au manque de matériels appropriés.

- Sur le plan fonctionnement, l'appareillage est parfaitement mis au point sauf s'il y a défaillance d'ordre technologique (palpeur brisé par exemple).
- La marche à suivre pour faire un essai à front stabilisé peut être établie comme suit :
  - mettre une charge inférieure ou égale à 15 kg dans la trémie. Ne pas dépasser cette quantité car il aurait une difficulté dans la descente de grès.
  - utiliser un support sable pour empêcher le colmatage du bas du four par cokéfaction de grès dans la partie supérieure de la vis d'évacuation.
  - Remplir le four de grès jusqu'à ce que le palpeur manchette offre une résistance prouve que le four est rempli. Ne pas ajouter de grès supplémentaire : risque de colmatage au niveau de la manchette et descente de grès dans les récupérateurs.
  - Chauffer uniformément au début puis suivre la montée des températures avec l'enregistreur de températures.
  - Simuler le balayage à l'azote pour la distillation des huiles de cette première descente de grès.
  - Quand la température du niveau où l'on veut stabiliser le front atteint 350-400° C injecter l'air dont le débit est déterminé avec le rotamètre.
  - Veiller à ce que les autres niveaux immédiatement supérieurs au niveau de stabilisation se trouvent à des températures inférieures à celle du niveau de combustion : risque de combustion à ces niveaux. Diminuer le chauffage au fur et à mesure que la combustion se fait.
  - Suivre la combustion avec l'enregistreur de température ( cela se traduit par un pic ). Dès que la température commence à descendre ou à se stabiliser, procéder à la descente du grès épuisé puis du grès vierge.
  - Important : faire fonctionner fréquemment le système gratteur pour empêcher la formation de coke et la surpression.
  - Procéder ainsi de suite jusqu'à épuisement de la charge de la trémie.
  - Veiller à ce que la température du niveau I ne dépasse pas 300° C: risque de cokéfaction à ce niveau.



## CONCLUSION

Nous avons pu voir qu'après la reprise des études en statique nous étions arrivés à obtenir tous les renseignements nécessaires pour mener à bien la possibilité de faire fonctionner un four à alimentation continue. Après des tâtonnements, la marche à suivre était tracée pour arriver à stabiliser le front de combustion à un niveau déterminé. Cette stabilisation nous a permis :

- de dresser un bilan matière et calorifique
- d'obtenir une huile représentative de l'état stable.

En ce qui concerne les résultats que nous avons obtenus il nous faut tenir compte de l'état des appareils de mesure. En effet nous avons déjà signalé la pénétration de l'huile dans ces appareils. Cela provoque une détérioration des appareils et après réparation ; ces appareils ne possèdent plus leur sensibilité initiale. Il en découle que les résultats sont en partie faussés en ce qui concerne la partie analyse.

Pour le bilan massique, on doit aussi tenir compte de la différence de sensibilité des balances utilisées. En effet les charges sont pesées avec une balance sensible au kilogramme près tandis que les produits sont pesés avec une balance sensible au  $1/10^e$  de gramme près - d'où les différences enregistrées dans les résultats. Compte tenu de ces appréciations, nous pouvons considérer ces résultats comme satisfaisants dans l'ensemble.

Sur le plan fonctionnement, nous avons pu constater que le front de combustion tend à se déplacer rapidement vers le haut du four à mesure que l'on augmente de débit d'air injecté. On en tiendra compte dans la construction d'un réacteur si l'on se décide à faire un jour une unité pilote, de même on tiendra compte aussi de la nécessité de détruire la formation de coke pour mener à bien l'expérience.

L'utilisation de gaz de recyclage permettrait de faire une économie d'énergie dans le bilan calorifique. Mais nous n'avons pas pu le vérifier. De même l'injection de vapeur d'eau en quantité déterminée lors de la combustion, influencerait d'une manière importante sur la nature et la qualité de l'huile, de même sur le rendement.

A notre avis, avant de se lancer dans la construction d'une unité pilote, il serait souhaitable d'étudier ces 2 facteurs pour avoir toutes les données nécessaires dans l'application du procédé de combustion à l'échelle industrielle.

Enfin la réalisation d'une unité pilote permettrait d'avoir une meilleure idée sur la rentabilité du procédé et de faire des bilans très corrects.

## BIBLIOGRAPHIE

- CLIFFORD B. Farris, Dr JAMES H. GARY, and Dr PHILIP F. Dickson. Operating characteristics of a continuous oil shale retort. Extrait de: Quarterly of the Colorado School of Mines Third Symposium on oil Shale. 5.15 april 1966.
- Retorting Studies Prior to the Gas-Combustion process. Extrait de : Development of the Bureau of Mines Gas-Combustion oil Shale Retorting Process. Bulletin 635 US Bureau of Mines 1966.
- By RUSSELL J. CAMERON  
Technology for utilisation of green river oil shale. Extrait de Preprint of the Proceedings of the 8 th World Petroleum congress Panel Discussion 10. 1971. Editeur Elsevier
- H. W. SOHNS, L. E. MITCHELL, R. J. COX, W. I. BARNET, and W. I. R. MURPHY, U.S. Bureau of Mines, Lamaric, Wyo. Heat Requirements for Retorting Oil Shale.
- Problems Associated With Retorting. Extrait de: Development of the Bureau Gas-Combustion oil Shale Retorting Process Bulletin 635, U.S. Bureau of Mines - 1966
- R. J. CAMERON, J. L. DAITLEY  
The International Synthetic Fuels Picture
- D. R. WILLIAMSON  
Oil Shales. Part. 5 - Oil Shale Retorts
- R. W. RAMMLER  
The Production of Synthetic Crude oil from oil sand by Application of the Lurgi-Ruhrigas-Process
- RUSSELL J. CAMERON - CAMERON and JONES  
The Cameron and Jones Vertical Kiln For Oil Shale Retorting.
- Rapport de la Société des Pétroles de Madagascar  
Tomes I et II  
GRES BITUMINEUX DE BEMOLANGA
- F. LEANDRY  
Distillation des Grès bitumineux de Bemolanga
- Rapport de H. DELYE  
Distillation des Grès de Bemolanga
- J. P. LACROIX  
La RAP et les Schistes bitumineux
- NORMES FRANCAISES DU PETROLE.