

BE8400044

2

ETR-311

ETR-311

European company for the chemical
processing of irradiated fuels

**ESSAIS PILOTES DE DENITRATION
ET DE SEPARATION DU MERCURE
DANS LES SOLUTIONS HEWC**

L. Humblet
J.-P. Hendrickx
J. van Geri



EUROCHEMIC
B-2400 MOL
(Belgium)

Jun 1984

**ESSAIS PILOTES DE DENITRATION
ET DE SEPARATION DU MERCURE
DANS LES SOLUTIONS HEWC**

**L. Humblot
J.-P. Hendrickx
J. van Geel**

Juin 1984

RESUME

Avant leur vitrification, les solutions HEWC (high-enriched waste concentrate) doivent être traitées, afin d'en éliminer le mercure et une partie des nitrates.

Une installation pilote a permis de tester le procédé développé en laboratoire (voir l'ETR-310) et de déterminer les paramètres nécessaires à la réalisation définitive.

L'installation est décrite, ainsi que les essais qui y ont été réalisés. Les résultats sont satisfaisants et démontrent que le procédé est applicable. Les teneurs en mercure résiduel sont de l'ordre de 25 mg/l, bien en dessous des 40 mg/l fixées comme valeur à atteindre.

Le mécanisme de réduction du mercure n'est pas encore bien connu, ainsi que le montre l'observation de la formation de composés de mercure volatils.

Pendant la dénitrification, un pic de production de vapeurs nitreuses impose que la colonne d'absorption soit surdimensionnée.

L'instrumentation et les méthodes analytiques qui ont été modifiées ou ajoutées depuis l'ETR-310 sont également décrites.

TABLE DES MATIERES

1.	Introduction	1
2.	Description de l'installation	3
2.1	Localisation	3
2.2	Evaporateur	3
2.3	Circuit des off-gas	3
2.4	Réserve d'expansion	6
2.5	Cuve de HEWC	6
2.6	Cuve de formol	6
2.7	Cuves de CDHEWC et de condensat	6
2.8	Système de refroidissement	7
2.9	Pompes	7
2.10	Pompe à vide	7
3.	Déroulement des essais	9
3.1	Collecte des résultats	9
3.2	Evolution des essais	9
4.	Evolution depuis l'édition du livre de procédé	13
4.1	Paramètres d'addition de formol	13
4.2	Température de travail	13
4.3	Volume d'eau de lavage	14
4.4	Récupération de l'acide	14
4.5	Composition des gaz	14
4.6	Transfert du mercure par air-lift	16
4.7	Tests de corrosion	16
5.	Instrumentation	19
5.1	Mesure des températures	19
5.2	Mesure des débits gazeux	19
5.3	Mesure des débits liquides	19
5.4	Programmeur d'évaporation	19
5.5	Mesure des niveaux	20
5.6	Mesure de conductivité	20
6.	Méthodes analytiques	21
6.1	Dosage titrimétrique de l'acide déficient et de l'aluminium	21
6.2	Dosage des nitrates	21
6.3	Dosage du mercure	22
6.4	Dosage du formol	22
6.5	Dosage de l'acide formique	23
6.6	Dosage de l'acidité dans le formol	24
6.7	Détermination du pourcentage de méthanol dans le formol	24
7.	Résumé des conditions de travail recommandées	25
8.	Conclusions	27
9.	Remarque	27
10.	Bibliographie	29
	Annexe 1: Diagramme d'écoulement	
	Annexe 2: Programme des essais de dénitrification dans l'unité pilote	
	Annexe 3: Formulaire de collecte des résultats des essais	
	Annexe 4: Résultats des essais	
	Annexe 5: Débits types des off-gas au début de la dénitrification	

1. INTRODUCTION

Eurochemic a envisagé la construction d'un atelier de vitrification destiné au traitement final de ses effluents de haute activité. Parmi les études préalables à la réalisation de ce projet, la mise au point d'un procédé d'élimination du mercure se trouvant dans les solutions HEWC (high-enriched waste concentrate) a été réalisée. Ce procédé est basé sur la réduction du mercure à l'état métallique par le formaldéhyde.

Une première série d'essais à l'échelle laboratoire en a démontré les possibilités. Ces essais ont fait l'objet d'un rapport (1). Ils ont également permis de fixer les paramètres nécessaires à la réalisation d'une unité pilote, et de publier une édition provisoire d'un livre de procédé (2).

Les opérations de dénitrification et de précipitation du mercure réalisées dans l'unité pilote ont permis de définir les conditions de travail définitives et de fixer les derniers paramètres nécessaires aux études d'ingénierie de l'installation définitive (3). Ce sont les résultats obtenus au cours de ces essais qui font l'objet du présent rapport.

2. DESCRIPTION DE L'INSTALLATION

2.1 Localisation

L'installation pilote a été construite dans le laboratoire 114 du bâtiment du développement industriel. Elle s'organise autour de l'évaporateur qui reproduit pratiquement à l'échelle 1/20 le modèle retenu pour l'installation définitive. Le diagramme d'écoulement se trouve en annexe 1.

2.2 Evaporateur

Il s'agit d'un évaporateur type marmite ayant les caractéristiques principales suivantes:

- hauteur: 2.375 mm
- diamètre: 700 mm
- volume maximum: 760 l
- chauffage par deux doubles enveloppes
- surface chauffée: 8.696 + 6.577 cm²
- épaisseur de paroi: 4 mm
- matériel: Acier AISI 304L (AFNOR Z2 CN 18/10).

Le fond est muni d'un "bol" (diamètre de 219 mm et hauteur de 200 mm) permettant de rassembler le mercure précipité. La vitesse d'évaporation maximum est de 38 l/h (100 l par heure et par m²). L'évacuation du mercure se fait par air-lift sous vide.

- Volume de HEWC traité: 200 l.
- Volume après concentration: 125 l.

2.3 Circuit des off-gas

2.3.1 Colonne de lavage

L'évaporateur sera surmonté d'une colonne de lavage garnie d'anneaux Raschig. Par suite du manque de place dans le laboratoire, la colonne de lavage a été installée à côté de l'évaporateur. Ses principales caractéristiques sont les suivantes:

- diamètre: 221 mm
- hauteur: 3.015 mm
- garnissage: 3 x 7 kg d'anneaux Raschig 15x15
- débit de recyclage: 0-40 l/h
- débit d'arrosage: 0-50 l/h
- matériel: Acier AISI 304L + 3 virolles en verre.

La position de la colonne à côté de l'évaporateur a été à l'origine de certains phénomènes de blocage de conduite entre l'évaporateur et la colonne. Ces observations seront décrites plus loin. On pouvait supposer que ces bouchages disparaîtraient lorsque la colonne serait placée sur l'évaporateur. Afin de confirmer cette hypothèse, un élément de colonne a été ajouté sur l'évaporateur avant les derniers essais (voir photo p. 5).

- Diamètre: 221 mm
- hauteur: 675 mm
- garnissage: anneaux Raschig 15x15 sur 40 cm.

Cette colonne était alimentée en continu par la reprise des solutions recueillies au pied de la colonne de lavage.

Les solutions arrivant au pied de la colonne de lavage sont reprises par une pompe qui les ramène dans l'évaporateur (à la fin des essais, dans l'élément de colonne surmontant celui-ci). La présence de mercure condensé empêchait le bon fonctionnement de la pompe. On a été amené à ajouter un pot permettant de collecter et de sortir le mercure entre le pied de colonne et la pompe. Bien entendu, ce dispositif n'existera pas dans l'installation définitive.

2.3.2 Condenseur

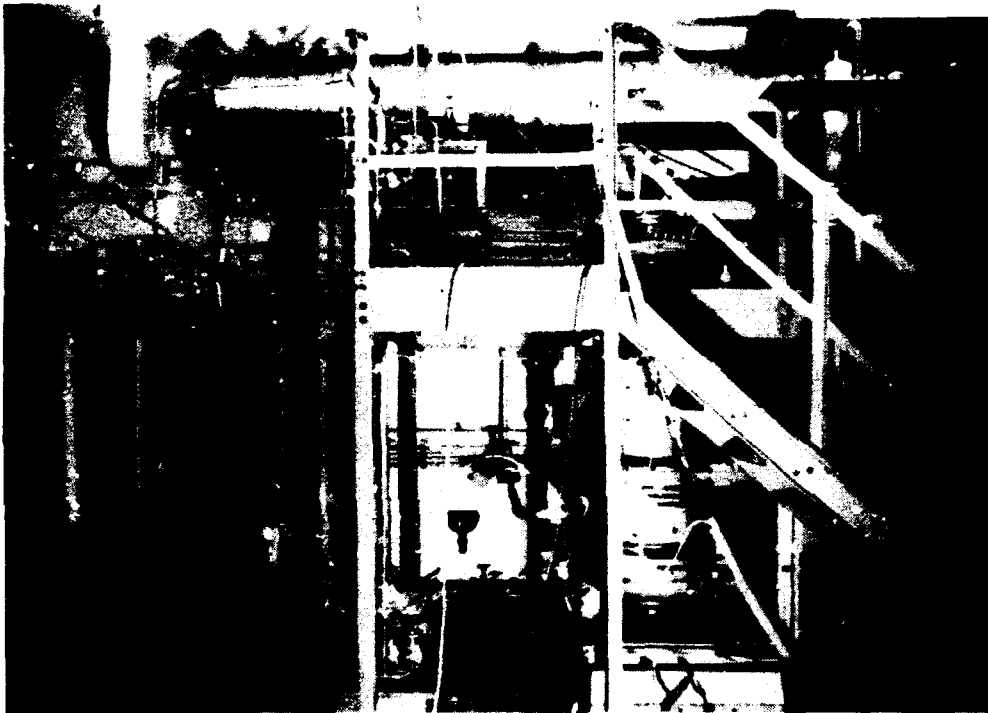
Le condenseur fait suite à la colonne de lavage. Il s'agit d'un condenseur classique à faisceaux tubulaires horizontal avec une pente de 3%.

- Matériel: Acier AISI 304L
- surface de refroidissement: 2,4 m²
- diamètre de la virolle: 209 mm
- longueur: 1.950 mm
- nombre de tubes: 28
- nombre de passes: 4
- nombre de chicanes: 5
- débit d'eau de refroidissement: ca. 1 m³/h.

2.3.3 Colonne d'absorption

La colonne d'absorption est du type à plateaux perforés.

- Matériel: Acier AISI 304L
- diamètre: 219 mm
- hauteur: 2.600 mm
- nombre de plateaux: 8



↑
*Vue générale de
l'installation.
De gauche à droite:
les cuves de formol,
condensat, HEWC
et CDHEWC;
l'évaporateur.
Au dessus: le vase
d'expansion.*

←
*Élément de
colonne de lavage
sur l'évaporateur.*

- distance entre plateaux: 250 mm
- nombre de trous par plateau: 80
- diamètre des trous: 4 mm.

Une rampe d'arrosage alimentée par de l'eau déminéralisée est montée en tête de colonne. L'acide dilué peut être repris par air-lift au pied de la colonne pour être recyclé; il alimente une seconde rampe.

2.3.4 Evacuation des incondensables

L'Evacuation des incondensables se fait par la ligne de ventilation des boîtes à gants. Elle est assurée par un éjecteur à air qui sert en même temps à maintenir la dépression dans toute l'installation. La capacité maximum de l'éjecteur est de 120 m³/h. Le débit d'air moteur est asservi à la dépression de l'évaporateur. Cette dépression est maintenue constante quelles que soient les variations de perte de charge dans la colonne de lavage et la colonne d'absorption.

2.4 Réserve d'expansion

Un réservoir de 1,7 m³ a été prévu pour servir de vase d'expansion au cas où la réaction de dénitrification s'emballerait, provoquant d'abondantes quantités de mousse. Ce réservoir est relié à l'évaporateur par une conduite de deux pouces. Cette conduite est normalement fermée par un clapet de sécurité s'ouvrant à la pression de 100 g/cm².

- Matériel: Acier AISI 304L
- diamètre du réservoir: 600 mm
- longueur du réservoir: 6.000 mm.

2.5 Cuve de HEWC

La cuve de HEWC est une cuve de 700 l en acier AISI 304L, munie d'un agitateur et d'un chauffage par circulation de vapeur dans une double enveloppe. Une ouverture dans le couvercle permet l'introduction des réactifs.

2.6 Cuve de formol

Cuve de 700 l en acier AISI 304L, munie d'un agitateur. Chauffage par serpentin à circulation d'eau chaude, remplacé par des bandes chauffantes électriques, permettant une régulation de la température.

2.7 Cuves de CDHEWC et de condensat

Deux cuves de 700 l en acier AISI 304L. - CDHEWC = concentré dénitré HEWC.

2.8 Système de refroidissement

On utilise un système en circuit fermé. La circulation est assurée par une pompe centrifuge dont le débit maximum est de 3,5 m³/h. Le refroidissement de l'eau du circuit fermé est assuré par un appareil à plaque APU PARAFLOW, type HXU-6 IT.

- Puissance thermique: 40.000 kcal/h
- surface d'échange: 1,68 m²
- coefficient d'échange propre: 2.905 kcal/h.m² °C
- coefficient d'échange sale: 2.320 kcal/h.m² °C.

2.9 Pompes

La pompe d'alimentation en formol est une pompe doseuse à diaphragme avec un débit maximum de 50 l/h. La pompe de reprise du pied de colonne de lavage est une pompe centrifuge à accouplement magnétique; débit maximum de 200 l/h. Les autres pompes (alimentation HEWC du dénitracteur, vidange du dénitracteur, reprise des condensats, reprise du CDHEWC, alimentation de la cuve de formol), sont des pompes à engrenage d'un débit nominal de 600 l/h.

2.10 Pompe à vide

La pompe assurant le vide dans le système d'évacuation du mercure par air-lift est une pompe à un étage d'une capacité de 8 m³/h.

3. DEROULEMENT DES ESSAIS

Les paramètres à prendre en compte pour les études d'ingénierie (3) ayant été définis, on a préparé un programme des essais à réaliser dans l'unité pilote (voir annexe 2). Ce programme reprend en détail toutes les opérations nécessaires à la réalisation d'un essai, dans l'ordre où elles doivent se faire. Les paramètres à déterminer sont également repris, ainsi que les méthodes à utiliser pour leur détermination. Au fur et à mesure des essais, suivant l'expérience acquise, le programme a été modifié et il a évolué. La version finale, qui est représentée en annexe 2, est celle qui a été suivie pour les cinq derniers essais.

3.1 Collecte des résultats

Les résultats ont été notés suivant le formulaire présenté en annexe 3. Ils ont été rassemblés en un tableau que l'on trouve en annexe 4.

3.2 Evolution des essais

3.2.1 Utilisation de nitrite de sodium

La réaction de dénitrification a toujours commencé après une période de latence variant de 5 à 10 minutes et correspondant à une concentration théorique en formol de 0,04 à 0,08 M/l. L'absence de turbulence dans la solution favorise une concentration plus grande à la sortie du tube d'alimentation et accélère le processus de déclenchement de la réaction. Les concentrations données ci-dessus doivent donc être considérées comme des indications pratiques.

Il n'a jamais été nécessaire d'utiliser du nitrite de sodium pour démarrer la réaction. Par contre, pour le retraitement des condensats il a fallu faire régulièrement appel au nitrite pour déclencher la réaction et détruire l'excès de formol. On a généralement introduit 500 à 1.000 ml d'une solution saturée (ca. 2 M) de nitrite de sodium.

3.2.2 Colonne d'absorption

La colonne d'absorption a été calculée en tenant compte du débit moyen des vapeurs nitreuses (quantité totale de nitrate à détruire divisée par le temps prévu pour la dénitrification), mais en réalité, lors du démar-

rage de la réaction, on observe un pic de débit gazeux (voir un exemple en annexe 5) pouvant atteindre 3 à 4 fois la valeur moyenne calculée. Dans ces conditions, la colonne fonctionne mal, et la récupération d'acide se fait avec un mauvais rendement.

On a tenté d'améliorer celui-ci en augmentant le nombre de trous par plateau qui avait été prévu initialement, puis en ajoutant 3 m³/h d'oxygène à l'entrée du condenseur, afin d'éliminer une partie des calories d'oxydation et de faire fonctionner la colonne à la température la plus basse possible. On a ainsi pu obtenir des rendements allant jusqu'à 48%, mais ces valeurs n'ont pu être reproduites et les rendements ont fluctué assez fortement au cours des essais.

3.2.3 Recyclage des condensats

Dans le procédé initialement prévu, les condensats et l'acide recombinaient étaient utilisés pour détruire l'excès de formol après la dénitrification. On a constaté que cette façon de faire favorisait une remise en solution du mercure et allongeait le temps d'opération. De plus, cette opération s'est avérée inutile, car le formol en excès est distillé pendant la concentration et les teneurs dans le CDHEWC sont toujours inférieures à 0,02 M.

Il est préférable de traiter les condensats après les HEWC. On peut y ajouter l'acide recombinaient et compléter par la quantité nécessaire d'acide concentré afin d'obtenir la destruction du formol. Ainsi réalisée, cette opération constitue un excellent rinçage de l'évaporateur.

3.2.4 Redissolution du mercure

On a constaté à plusieurs reprises que le mercure se redissolvait dans les solutions de HEWC maintenues dans l'évaporateur. Il est impératif d'évacuer le CDHEWC dès que la concentration est terminée.

3.2.5 Taux d'évaporation

Le taux d'évaporation de 100 l par heure et par mètre carré est impératif. On a observé du moussage lorsque l'on a dépassé ce taux.

3.2.6 Pertes de mercure

On a relevé régulièrement des teneurs en mercure très élevées dans les condensats et l'acide recombinaient pendant la dénitrification. De même, les quantités de mercure métallique retrouvées principalement au pied de

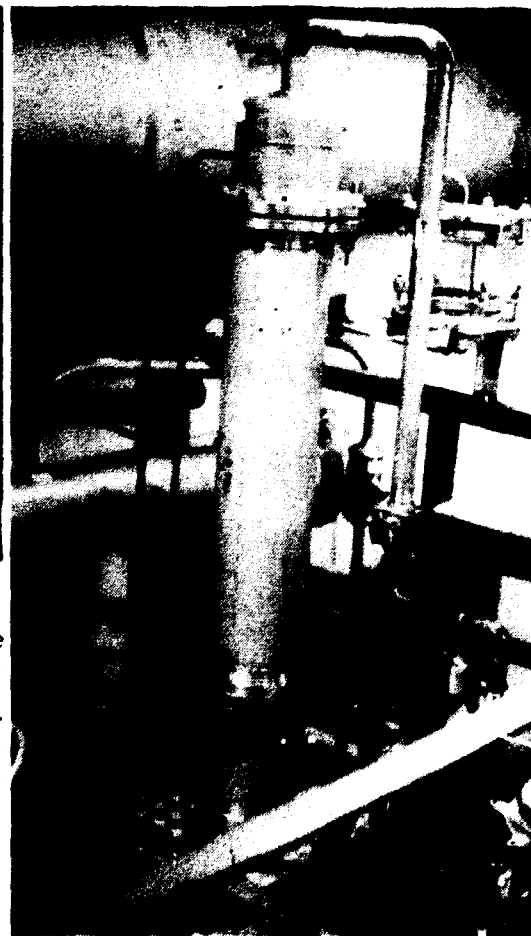
la colonne de lavage et dans une moindre mesure à la sortie du condenseur sont importantes (au delà de 300 g dans la colonne et 80 g à la sortie du condenseur).

On a tenté de réduire ces valeurs en faisant bouillir la solution pendant la précipitation du mercure afin d'augmenter le volume de condensats que l'on pouvait recycler en tête de colonne de lavage. De cette façon on augmentait le débit de lavage de la colonne sans augmenter le volume de DHEWC. Cette méthode n'a pas donné les résultats escomptés, au contraire, les quantités de mercure quittant l'évaporateur ont encore augmenté. De plus, on a constaté des montées en pression dans l'évaporateur, provenant d'obstruction de la ligne reliant l'évaporateur à la colonne de lavage. Un hublot installé sur la ligne a permis l'observation de la formation d'un dépôt solide capable d'obstruer la ligne en quelques minutes (voir photos).



↑
*Dépôt solide de sels de mercure
en formation.*

→
*Colonne d'absorption,
condenseur et vase d'expansion.*



L'analyse de ce composé donne les résultats suivants:

Hg	88,5%	en poids
N ₂ nitrique	3,73%	en poids
N ₂ ammoniacal	< 0,01%	en poids
C total	0,077%	en poids
CN ⁻	0	

Il s'agit donc d'un mélange de nitrate, oxyde et un peu de mercure métallique. On peut supposer qu'il y a formation d'un sel de mercure sublimant à 100° C, et que ce sel se décompose et se dépose sous la forme observée. La nature et l'origine de ce sel sublimable n'ont pas pu être déterminées. Ce phénomène est fortement réduit lorsque l'on maintient la température de la solution en dessous de 100 °C pendant la précipitation du mercure. D'autre part, on a installé en même temps que le hublot un ajutage permettant d'envoyer un fin jet d'eau dans la ligne. On a observé que ce jet d'eau entraînait le dépôt formé vers l'évaporateur.

On pouvait donc conclure que les grandes quantités de mercure que l'on trouvait au pied de la colonne de lavage provenaient de ce sel sublimable. On pouvait déduire également que lorsque la colonne de lavage serait installée au dessus de l'évaporateur, le mercure entraîné serait lavé et retournerait dans celui-ci. Pour vérifier ce raisonnement on a installé un élément de colonne de lavage au-dessus de l'évaporateur après l'essai no. P27. Dès lors, on a pu observer que les dépôts sont lavés au fur et à mesure de leur formation et que les quantités de mercure retrouvées au pied de la colonne de lavage avaient fortement diminué.

Même si les quantités diminuent, on retrouve encore quelques grammes de mercure à la sortie du condenseur. Il faudra, dans l'installation définitive, installer une ligne de retour du condenseur vers l'évaporateur. Cette ligne, munie d'une vanne, permettra d'évacuer le mercure recueilli dans une poche à la sortie du condenseur. Etant donné le temps imparti, il n'a pas été possible d'évaluer complètement l'influence du déplacement de la colonne de lavage.

4. EVOLUTION DEPUIS L'EDITION DU LIVRE DE PROCEDURE

4.1 Paramètres d'addition de formol

Le débit d'alimentation en formol varie pour tenir compte de l'évolution des vitesses de réaction. Les débits, faibles au début (25 ml par l et par h), sont augmentés progressivement par palier pour passer à 55 ml par l et par h à la fin de la destruction de l'acide libre et à 87 ml par l et par h à la fin de la précipitation du mercure. Les valeurs ci-dessus sont indicatives. L'idéal serait de pouvoir faire varier le débit d'une façon continue en tenant compte des impératifs suivants:

- durée d'addition de formol: 3.30 h;
- volume total à ajouter: 215 ml/l (à la concentration de 40%);
- débit initial: 25 ml par l et par h.

Dans le livre de procédé, on avait prévu d'ajouter 300 ml/l HEWC de formol. La concentration de la solution utilisée à ce moment était 30%.

Les solutions commerciales utilisées dans le pilote avaient une concentration de 40%. Il y a intérêt à utiliser cette concentration: le volume total à ajouter diminuant il y a moins d'eau à évaporer. Mais en plus, on a constaté que 215 ml/l de HEWC étaient suffisants.

On a fait varier la durée d'alimentation entre 3.00 et 4.30 h. Les débits nécessaires pour ajouter la quantité totale en 3 h sont trop importants. Les risques de moussage sont plus grands. Quelques essais avec une durée d'alimentation de 3 h ont été réussis, mais ils ont été assez difficiles à conduire; 3.30 h semble une durée optimale. Il n'y a pas d'avantage à dépasser ce temps. Les valeurs résiduelles en mercure et la récupération d'acide ne sont pas améliorées.

4.2 Température de travail

Les premiers essais se sont déroulés selon le schéma adopté pendant les essais de laboratoire. On commençait l'alimentation en formol lorsque la température d'ébullition était atteinte. Mais, la réaction étant très exothermique, l'ébullition qui accompagne la dénitrification devient très violente. A plusieurs reprises, il y a eu des débordements. Il y avait également du mercure qui s'échappait de la colonne de lavage et que l'on retrouvait à la sortie du condenseur.

Les condensats obtenus au cours de cette étape contiennent du mercure. Il faut donc les recycler. Mais ils sont également acides. Leur recyclage entraîne donc une augmentation de la consommation totale de formol. Les conditions qui ont été finalement retenues sont les suivantes:

- chauffage jusqu'à 91° C; arrêt du chauffage (la température continue à monter jusqu'à 95° C);
- commencer l'alimentation en formol;
- la température s'élève jusqu'à 98-99° C;
- contrôler la température pendant toute la durée de l'alimentation en formol et la maintenir entre 95 et 98° C;
- après l'arrêt de l'alimentation, augmenter la température jusqu'à l'ébullition et maintenir celle-ci avec production minimum de condensat pendant 2.30 h;
- ensuite, augmenter le débit de vapeur pour obtenir une production de 36 l/h de distillat.

4.3 Volume d'eau de lavage

Tout au long des essais, on a toujours essayé de réduire les différents volumes d'eau de lavage dans les colonnes au strict minimum. Mais ces volumes sont encore trop importants. Ils seront diminués dans l'installation définitive. En effet, on a essayé de maintenir les teneurs en mercure dans les solutions prélevées au pied de la colonne de lavage à des valeurs aussi basses que possible en lavant abondamment la colonne. On s'est aperçu à la fin des essais que le simple fait de placer un élément de colonne au dessus de l'évaporateur faisait descendre ces valeurs de façon beaucoup plus radicale. On peut donc raisonnablement conclure que lorsque toute la colonne de lavage sera installée au dessus de l'évaporateur, on pourra, sans risque de voir s'échapper le mercure, diminuer le volume d'eau de lavage.

4.4 Récupération de l'acide

Compte tenu des remarques présentées au paragraphe 3.2.2, le rendement obtenu dans l'installation pilote a varié entre 10 et 48% avec une valeur moyenne de 22%.

4.5 Composition des gaz

L'analyse de la composition des gaz est difficile. Au cours du prélèvement de l'échantillon dans l'ampoule, on introduit inévitablement une certaine quantité de vapeur d'eau qui se condense et dissout le NO₂ de l'échantillon.

On a rincé l'ampoule d'échantillonnage par de l'eau, puis on a titré par de la soude titrée, afin de déterminer la quantité totale de NO₂, le reste a été analysé par chromatographie en phase gazeuse.

Les premiers échantillonnages se sont faits en faisant passer le courant gazeux dans l'ampoule. Cette façon de faire permet l'absorption d'un excès de NO₂. Par après, on a utilisé une ampoule mise préalablement sous vide. Mais cela pose le problème de la représentativité de l'échantillon (on extrait des gaz se trouvant dans la ligne d'échantillonnage).

Les résultats montrent une variation de la composition entre le début et la fin de la dénitrification. Le NO apparaît dès le début de la réaction en quantités importantes (jusqu'à 30% du volume des off-gas), puis diminue pour disparaître après 2 heures.

Le NO₂ est le principal composant des off-gas. La teneur dépasse les 40% dès les premières minutes pour diminuer progressivement jusqu'à la fin de la concentration. Le N₂O n'apparaît que plus tard. On le détecte après une heure. Sa teneur semble culminer à près de 20% après 2 heures pour diminuer ensuite jusqu'à la fin de la dénitrification.

Les concentrations en CO₂ varient d'un essai à l'autre. Elles se situent le plus souvent aux alentours de 20% du volume des off-gas dès le début de la dénitrification. On trouvera un exemple des résultats obtenus dans le tableau 1 reprenant les valeurs relevées pour les off-gas de l'essai P 32.

Tableau 1 Essai P 32 - Résultats des analyses de gaz

Temps écoulé	NO ₂ volume %	O ₂ volume %	N ₂ volume %	NO volume %	N ₂ O volume %	CO ₂ volume %
10 min.	36,8	-	16,6	18,6	-	28
15 min.	42,3	-	5,6	30,5	-	21,6
60 min.	39,9	-	13,9	25,6	-	20,6
2 heures	21,5	-	22,2	6,2	17,5	32,6
6 heures	13,1	10,4	46,5	-	10,4	19,6

4.6 Transfert du mercure par air-lift

Deux transferts de mercure ont été réalisés pendant les essais. Ils ne présentent aucune difficulté, si ce n'est que le volume de mercure transféré était très petit. Après 10 essais, il y a 400 ml maximum dans le fond du dénitrateur. Le temps pendant lequel l'air-lift fonctionne est très court et ne permet pas une lecture du débit d'air moteur.

Avant le deuxième transfert, on a introduit du mercure supplémentaire dans l'évaporateur, afin de disposer du temps nécessaire. Cependant, le flotteur du débitmètre n'était pas encore stabilisé à la fin du passage du mercure. Lorsque sa position a été stable, l'air-lift amenait du CDHEWC. A ce moment le débit d'air se situait à 400 m³/h. Il faut remarquer que les différences de densité entre le mercure et le CDHEWC modifient la pression à vaincre, et que le débit pour le transfert du mercure est probablement plus bas.

4.7 Tests de corrosion

A la fin des essais, aucune trace de corrosion n'est visible dans l'évaporateur. Des échantillons d'aciers spéciaux, susceptibles d'être utilisés pour la fabrication de l'évaporateur, ont été testés en conditions réelles. Six échantillons de chaque nuance ont été préparés et pesés. Ils ont ensuite été groupés en trois lots qui ont été suspendus dans l'évaporateur. Le premier lot, suspendu près du fond, est resté en permanence en phase liquide. Le deuxième lot, suspendu dans le haut, est resté dans la phase vapeur. Le troisième lot a été suspendu à un niveau correspondant à 200 l de solution, de sorte qu'il s'est trouvé alternativement en phase liquide et en phase vapeur.

Les échantillons ont été repesés après l'essai P 27, puis après l'essai P 32. Les pertes de poids sont très faibles et il est difficile de conclure. Le tableau 2 donne le poids de chaque échantillon avant le test, la surface, la perte de poids après le dernier essai, puis la perte de poids exprimée par unité de surface.

La durée totale des essais est de 435 heures (18 jours). Cette durée est évidemment insuffisante pour ce genre de test. Cependant, il semble bien que d'une façon générale la corrosion est plus marquée dans la région de l'interface liquide-vapeur. Il apparaît aussi que le Hastelloy C 276 surtout, et l'Uranus S 1 subissent une corrosion plus importante que les autres alliages.

Tableau 2

Type d'acier	Positionnement	Poids initial g	Surface cm ²	Poids perdu g	Poids perdu g/cm ² . 10 ⁻⁴
304 L Tube 1½"	phase liquide	11,37751	11,6351	0,00186	1,60
		11,07106	11,0214	0,00180	1,63
	phase vapeur	11,40507	11,6249	0,00167	1,44
		11,47507	11,5956	0,00197	1,70
304 L Tube 1½ "	phase liquide et vapeur	11,30045	11,2601	0,00262	2,33
		11,03042	11,3373	0,00242	2,13
	phase liquide	4,44055	5,9363	0,00105	1,77
		5,42520	6,9775	0,00120	1,72
304 L Tôle	phase vapeur	5,25581	6,9303	0,00081	1,17
		6,46750	8,2233	0,00080	0,973
	phase liquide et vapeur	5,07562	6,5444	0,00127	1,94
		6,34872	8,1763	0,00172	2,10
304 L Tôle	phase liquide	2,30347	6,8524	0,00191	2,79
		2,26300	6,4792	0,00145	2,24
	phase vapeur	2,32287	6,5706	0,00107	1,63
		2,11764	6,3679	0,00084	1,32
316 Tube 3/4"	phase liquide et vapeur	2,24369	6,4733	0,00112	1,73
		2,45457	6,8924	0,00165	2,39
	phase liquide	5,42159	6,7264	0,00159	2,36
		4,38325	5,9660	0,00125	2,10
316 L Tôle	phase vapeur	5,00644	6,2402	0,00106	1,70
		6,97358	8,0565	0,00088	1,09
	phase liquide et vapeur	5,75098	6,9090	0,00098	1,42
		5,41895	6,5909	0,00125	1,90
316 L Tôle	phase liquide	7,14740	8,1467	0,00164	2,01
		5,58014	6,6411	0,00127	1,91
	phase vapeur	5,39917	6,4725	0,00077	1,19
		4,89253	5,9507	0,00058	0,975
Uranus S 1 Tôle	phase liquide et vapeur	4,90900	5,9912	0,00110	1,84
		4,96115	6,1671	0,00145	2,35
	phase liquide	0,95952	2,2471	0,00152	6,76
		2,08511	2,5044	0,00211	8,43
Uranus 6 S Tôle	phase vapeur	1,27189	2,7737	0,00179	6,45
		0,83044	2,0276	0,00129	6,36
	phase liquide et vapeur	1,25297	2,7418	0,00219	7,99
		1,19795	2,6415	0,00208	7,87
Hastelloy C 276 Tôle	phase liquide	2,83865	3,8987	0,00005	0,128
		1,61057	2,7730	0,00007	0,252
	phase vapeur	2,43790	3,6269	0,00005	0,138
		1,85374	2,9578	0,00004	0,135
Hastelloy C 276 Tôle	phase liquide et vapeur	2,06515	3,2033	0,00055	1,72
		1,83606	2,8087	0,00024	0,854
	phase liquide	3,14439	3,9905	0,01757	44,03
		1,76379	2,6233	0,01150	43,84
Hastelloy C 276 Tôle	phase vapeur	2,45219	3,2815	0,01005	30,63
		2,65590	3,5648	0,01020	28,61
	phase liquide et vapeur	2,44228	3,2882	0,00997	30,32
		2,25897	3,1196	0,00968	31,03

5. INSTRUMENTATION

L'instrumentation n'ayant été prévue que pour une durée limitée et un petit nombre d'essais, il n'a pas été jugé utile de l'équiper d'une panoplie complète d'instruments de contrôle et de mesure. Il a cependant été possible de suivre le procédé de manière satisfaisante à l'aide de l'instrumentation dont on a disposé.

5.1 Mesure des températures

La température dans les différentes cuves était enregistrée. De même, la température des solutions dans l'évaporateur était enregistrée et lue sur un appareil digital de précision.

5.2 Mesure des débits gazeux

La mesure des débits gazeux avant et après la colonne d'absorption s'est faite à l'aide de rotamètres. La précision de ces mesures a laissé fortement à désirer. D'une part, la lecture était très difficile à réaliser à la suite de phénomènes de battements qui faisaient osciller les flotteurs, et d'autre part, la précision même de la lecture était très faible.

On a quelque peu remédié aux phénomènes de battement en munissant les rotamètres d'une tige coulissante permettant de supporter le flotteur. Au moment de la mesure, on abaissait la tige jusqu'à ce que le flotteur soit juste libéré et on effectuait la lecture à ce moment.

5.3 Mesure des débits liquides

Toutes ces mesures étaient réalisées à l'aide de rotamètres. Ceux-ci ont été calibrés dans l'installation même. Les indications fournies pouvaient être recoupées grâce aux différents volumes mesurés dans les cuves. La précision de ces mesures a toujours été très bonne.

5.4 Programmeur d'évaporation

A l'origine, on avait prévu un programmeur qui devait assurer une vitesse d'évaporation constante pendant toute la durée de cette étape, en tenant compte de la variation de densité pour corriger les indications des tubes bulleurs. Il n'a pas été possible de faire fonctionner cet instrument de façon fiable avant la fin des essais. Le contrôle de l'évaporation s'est toujours fait manuellement.

5.5 Mesure des niveaux

La mesure du niveau dans l'évaporateur se faisait à l'aide de tubes bulleurs. La mesure de la pression différentielle était enregistrée, mais en même temps elle se faisait sur un tube en U avec une grande précision. Toutefois, étant donné les grandes variations de la densité des solutions, le manque d'abaque qui eut permis de déterminer facilement le niveau réel, et l'absence de moyen instantané pour passer de la mesure de niveau à la mesure de densité, il n'a pas été possible d'utiliser le système de mesure de niveau avec la précision qu'il permettait.

5.6 Mesure de conductivité

Un pot avait été prévu à la sortie du condenseur, permettant l'installation d'une cellule de mesure de la conductivité. On espérait de la sorte suivre les différentes étapes du procédé, principalement le démarrage de la dénitrification. L'instrumentation nécessaire n'ayant pas été disponible en temps voulu, on a prélevé des échantillons dont on a mesuré la conductivité à l'aide d'une cellule METROHM EA 655-150. Les valeurs relevées varient de 1.10^{-2} à 5 Siemens par cm (S/cm) à la sortie du condenseur, et 6.10^{-2} à 6.10^{-1} S/cm à la sortie de la colonne d'absorption.

De toute façon, la technique adoptée, consistant à travailler vers les 95° C pendant la dénitrification et la précipitation, ne produit pratiquement pas de distillat. La mesure de conductivité telle qu'elle avait été prévue perd donc pratiquement toute son utilité. La meilleure façon de mettre en évidence le démarrage de la réaction de dénitrification sera de suivre la température dans l'évaporateur. Celle-ci monte de quelques degrés dès que la dénitrification commence.

Une autre méthode consisterait à mesurer la variation de l'acidité dans la colonne d'absorption ou éventuellement une mesure de la quantité de NO₂ dans la colonne de lavage. Cette dernière mesure pourrait être réalisée par une simple détection photo-électrique.

6. METHODES ANALYTIQUES

Les méthodes analytiques utilisées pour suivre le procédé ont déjà été décrites dans l'ETR-310. Certaines de ces méthodes ont été adaptées ou remplacées.

6.1 Dosage titrimétrique de l'acide déficient et de l'aluminium

Voir ETR-310, p. 29. Corrigez la formule de calcul de l'acide déficient comme suit:

$$\frac{\text{ml NaOH } 0,5 \text{ M} - \text{ml HNO}_3 \text{ } 0,5 \text{ M}}{0,5 \text{ ml (aliquote)}} - 2 \times \text{M Al} = \text{M acide déficient}$$

6.2 Dosage des nitrates

Le dosage avec l'électrode manque de précision, il a été remplacé par un dosage d'azote par la méthode de Kjeldahl. On a utilisé à cet effet un appareil semi-automatique de Büchi.

Réactifs: NaOH 10 M

alliage de Devarda

solution 0,1 N H₂SO₄ titrée

solution 0,1 N NaOH titrée

solution rouge de methyl 1% solution alcoolique

Instrumentation: appareil Kjeldahl de Büchi

burette 50 ml

verrerie de laboratoire

Mode opératoire:

L'appareil étant prêt, introduire successivement:

- 1 à 10 ml d'aliquote (contenant 0,1 à 2 mmôle de NO₃⁻)
- 0,7 à 0,8 g d'alliage de Devarda
- 10 ml NaOH 10 M.

Mettre en position, sous la sortie du réfrigérant, un Erlenmeyer contenant 25 ml de H₂SO₄ 0,1 N.

S'assurer que la sortie du réfrigérant plonge dans le liquide, ajouter éventuellement de l'eau distillée.

Faire passer la vapeur dans le compartiment contenant la solution à analyser. Distiller 10 à 15 minutes. Retirer l'Erlenmeyer. Titrer l'excès d'acide par NaOH 0,1 N.

Calcul: $\frac{25 - n \times 0,1}{v} = \text{concentration molaire en NO}_3^-$

n = volume de NaOH 0,1 N

v = volume de l'aliquote

6.3 Dosage du mercure

Dosage par absorption atomique, voir ETR-310, p. 31.

La détermination à l'aide d'une électrode spécifique n'a pas de reproductibilité suffisante.

6.4 Dosage du formol

Réactifs:

- solution standard d'iode 0,1 N: dissoudre 12,7 g d'iode dans une solution de 40 g de KI dans un peu d'eau (25 ml environ). Agiter. Après dissolution totale, amener à 1 litre. La solution est stable si elle est conservée à l'abri de la lumière;
- solution standard de thiosulfate 0,1 N: dissoudre 24,821 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dans un litre d'eau bouillie. Attendre 24 h. S'il se forme un précipité de soufre, il faut filtrer et retitrer. La lumière accélère la décomposition des solutions;
- solution de NaOH à 10%;
- solution de H_2SO_4 6 N: verser 170 ml d' H_2SO_4 concentré dans de l'eau. Compléter à 1 litre;
- empoi d'amidon: délayer 2 g d'amidon dans un peu d'eau et verser le mélange en agitant dans un litre d'eau bouillante, faire bouillir quelques minutes. Conserver en flacons bien bouchés.

Instrumentation: pH mètre

agitateur magnétique

verrerie de laboratoire

Mode opératoire:

- Dans un Erlenmeyer de 250 cc, introduire successivement 10 ml H_2O , une aliquote de la solution à analyser (de 1 à 100 ml) de 10 à 50 ml de solution d'iode (suivant la concentration prévue en formol).
- Amener le pH à 11,5 avec NaOH 10% (la solution devient jaune).
- Garder 15 minutes dans l'obscurité.
- Amener le pH à 1,5 avec H_2SO_4 6 N (la solution devient brune).
- Titrer par $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N en employant quelques ml d'empoi d'amidon vers la fin de la titration.
- Faire un essai à blanc.

Calcul: $\frac{T \times (B-M)}{2 \times A}$ = concentration molaire en formol

T = titre de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

B = nombre de ml consommés pour l'essai à blanc

M = nombre de ml consommés pour la détermination

A = volume de l'aliquote

Dosage spectrophotométrique du formol

Voir ETR-310, p. 32. Cette méthode est destinée au contrôle des faibles teneurs en formol. Elle dure assez longtemps. On lui préfère autant que possible la méthode précédente.

6.5 Dosage de l'acide formique

Réactifs:

- solution standard de permanganate de potassium 0,1 N (ampoule TITRISOL ou produit similaire). Sinon: peser 3,17 g de KMnO_4 P.A. Dissoudre dans un litre d'eau. Faire bouillir. Maintenir un peu en dessous de 100° C pendant une heure. Laisser reposer en flacon bouché pendant 2 ou 3 jours. Titrer;
- solution standard de thiosulfate 0,1 N: dissoudre 24,821 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dans un litre d'eau bouillie. Attendre 24 heures. S'il se forme un précipité de soufre, il faut filtrer et retitrer. La lumière accélère la décomposition des solutions;
- solution de NaOH 10%;
- solution de KI à 20%;
- solution de H_2SO_4 6 N: verser 170 ml d' H_2SO_4 dans de l'eau. Compléter à 1 litre.

Instrumentation: pH mètre

plaque chauffante

agitateur magnétique

verrerie de laboratoire

Mode opératoire:

- Dans un Erlenmeyer de 250 ml introduire successivement 50 ml H_2O , une aliquote de la solution à analyser (de 1 à 10 ml) et 50 ml de KMnO_4 0,1 N.
- Faire bouillir légèrement pendant 15 minutes.
- Refroidir.
- Amener le pH à 1,5 avec H_2SO_4 6 N.
- Ajouter 10 ml de KI 20%.

- Titrer par $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N en employant quelques ml d'empois d'amidon vers la fin de la titration.
- Faire un essai à blanc.

Calcul:
$$\frac{T \times (B - M)}{2 \times A} = \text{concentration molaire en acide formique}$$

T = titre de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

B = nombre de ml consommés pour l'essai à blanc

M = nombre de ml consommés pour la dénitration

A = volume de l'aliquote

Dosage spectrophotométrique de l'acide formique

Voir ETR-310, p. 33. Ajouter anhydride acétique à la liste des réactifs. Remplacer 50 à 100 μl d'acide acétique par 50 à 100 μl d'anhydride acétique dans le mode opératoire. Cette méthode dure assez longtemps. On lui préfère autant que possible la méthode précédente.

6.6 Dosage de l'acidité dans le formol

Voir ETR-310, p. 34. A faire une fois par lot de formol.

6.7 Détermination du pourcentage de méthanol dans le formol

Voir ETR-310, p. 35. Une fois par lot de formol.

7. RESUME DES CONDITIONS DE TRAVAIL RECOMMANDEES

1e étape: Dénitration (avec recyclages des condensats éventuels)

Formol 15 M .

Temps d'alimentation: 3.30 h.

Débit d'alimentation: 0 à 30 min. 5 l/h
 30 à 60 min. 8 l/h
 60 à 90 min. 12 l/h
 90 à 120 min. 15 l/h.

Dénitration sans addition de formol: 2.30 h.

Température pendant la 1e étape; 94 à 99° C.

Débit d'alimentation d'eau en tête de colonne de lavage:

0 à 60 min. 15 l/h
 60 à 210 min. 35 l/h
 210 à 240 min. 20 l/h
 240 à 360 min. 10 l/h.

Colonne d'absorption:

débit d'alimentation d'eau: 0 à 120 min. 25 l/h
 120 à 360 min. 10 l/h
 débit de recyclage interne: 150 l/h
 débit d'air d'oxydation: 15 m³/h
 débit d'oxygène: 0 à 210 min. 3 m³/h.

2e étape: Concentration

Vitesse d'évaporation: 35 l/h.

Temps de concentration: 6 à 7 h.

Pas de recyclage de condensat.

Colonne d'absorption:

pas d'introduction d'eau
 débit de recyclage interne: 150 l/h
 débit d'air d'oxydation: 5 m³/h
 volume final de solution: 126 l.

3e étape: Traitement des condensats

Ebullition avec 15 l d'acide nitrique concentré pendant 2 à 3 heures.

Durée totale de l'opération: 16 à 20 heures.

Composition de la solution initiale HEWC

Al ³⁺	1,68 M
HNO ₃	0,49 M
NO ₃ ⁻ total	5,66 M
Hg ²⁺	2,78 g/l
Fe ³⁺	1,17 g/l
Ni ²⁺	0,037 g/l
Zr ⁴⁺	0,09 g/l
SO ₄ ²⁻	2,88 g/l
F ⁻	0,72 g/l

Composition de la solution finale CDHEWC

	Référence	Résultats obtenus*
Al ³⁺	2,66 M	2,45 M
NO ₃ total	5 M	4,9 M
Hg ²⁺	< 40 mg/l	< 40 mg/l
déficiences en acide	- 3 M	- 2,8 M
HCOH	< 0,02M	< 0,02 M

* En appliquant au mieux les conditions de travail recommandées.

8. CONCLUSIONS

Le procédé choisi pour l'élimination du mercure est applicable aux solutions HEWC, et permet d'abaisser la teneur en mercure résiduel aux valeurs fixées. Il permet en même temps d'abaisser considérablement la teneur en nitrate.

Le personnel affecté à l'installation ayant été requis pour des tâches plus urgentes, le temps a manqué pour terminer les tests et optimiser les valeurs de certains paramètres comme les débits d'eau de lavage. Ceux-ci pourront être mieux définis, soit pendant les tests de qualification de l'installation définitive, soit au cours d'une campagne de tests à effectuer dans l'installation actuelle.

9. REMARQUE

Il faut signaler que des tests d'orientation réalisés à l'aide d'une unité d'essai de 10 l ont montré l'intérêt qu'il y aurait de procéder sous vide partiel, afin de réduire les températures de réaction. Bien entendu, pour pouvoir tester une telle méthode à l'échelle de 200 l, il faudrait procéder à des modifications relativement importantes de l'installation.

10. BIBLIOGRAPHIE

1. J.-P. HENDRICKX, L. HUMBLET, J. VAN GEEL
Séparation du mercure des solutions HEWC - Essais de laboratoire
ETR-310, 1982, 42 p.
2. P. FAVRE
Séparation du mercure des solutions HEWC. Livre de procédé -
Options de base
Edition interne du Département du Développement Industriel
d'Eurochemic.
3. S. MERLIN
Séparation du mercure - Livre de procédé
Document SGN G/P-SM/nf, Annexe 1, 1923-181 du 30.1.1981.

ANNEXE 2 PROGRAMME DES ESSAIS DE DENITRATION DANS L'UNITE PILOTE DE 200 l

No. de séquence	OPERATIONS	PARAMETRES A DETERMINER	METHODES	PROCEDURES
1	Contrôle de l'installation.			Fermer toutes les vannes sauf V508, V509 et V907 qui restent ouvertes.
1.1	Mise sous tension.			Actionner l'interrupteur général.
1.2	Inspection des contrôles.			S'assurer que tous les contrôles sont actifs et que la pompe P301 est en position "automatique".
2	Préparer 200 l de solution.			Introduire 100 l d'eau; démarrer le mixer M102; ajouter les sels; compléter à 200 l; chauffer, ouvrir V906, V106, V109 et V111.
2.1	Répéter 2 deux fois.			
3	Transférer 200 l de HEWC du tank 10 dans l'évaporateur.			Ouvrir V103, V104; démarrer P101; contrôler le niveau.
4	Echantillonner le HEWC.	Composition du HEWC.	Analyses chimiques.	Prélever par S20-1. Peut remplacer la séquence 13.3.
4.1	Echantillonner le tank 50 (formaldéhyde).	Teneur en formaldéhyde et en méthanol.	Densité.	Prélever par S50-1.
5	Démarrer l'air-jet et l'air comprimé.			Ouvrir V814 et V905. Laisser V814 et V905 ouvertes jusqu'à la fin des opérations.
5.1	Régler la ventilation sur les tanks.			Régler V801. Laisser ouvert.
6	Démarrer le chauffage de l'évaporateur (en conduite semi-manuelle).	Puissance de chauffe.	A déterminer.	Ouvrir V906, V201, V202, V203, V209, V219, V207, V208 (laisser ouvert). Indiquer la température sur le panneau de contrôle. Mettre l'interrupteur sur TC.

No. de séquence	OPERATIONS	PARAMETRES A DETERMINER	METHODES	PROCEDURES
6.1	Veiller à ce que l'eau, recueillie dans le cyclone 801, puisse s'évacuer.			Ouvrir V808 (laisser ouvert).
6.2	Démarrer le refroidissement dans la colonne de lavage.	Débit d'eau de refroidissement.	Débitmètre.	Ouvrir V904 (laisser ouvert). Démarrer la pompe P952; ouvrir V958, V959, V968, V971, V972, V305. Régler V307, laisser ouvert.
6.3	Démarrer le refroidissement dans le condenseur.	Débit d'eau de refroidissement.	Débitmètre.	Ouvrir V701, régler V702, laisser V708, V707 ouvert (laisser échapper l'air par V970).
6.4	Démarrer le refroidissement dans la colonne d'absorption.	Débit d'eau de refroidissement.	Débitmètre.	Ouvrir V804 et V812. Laisser ouvert.
6.5	Démarrer l'arrosage en tête de colonne d'absorption.			Ouvrir V809, laisser ouvert jusqu'à ce que le fond de la colonne soit rempli.
6.6	Démarrer l'air-lift de recyclage de l'acide dans la colonne d'absorption? Débit maximum 155 l/h.	Débit de recyclage de l'acide dans la colonne d'absorption.	Réglage du débit d'air (débitmètre) après calibration (pot de mesure).	Ouvrir V813, régler V806, laisser ouvert.
6.7	Contrôler la fermeture de l'alimentation en formaldéhyde.			V502 doit être fermée.
6.8	Démarrer D501 et laisser circuler en circuit fermé.	Vitesse d'addition du formaldéhyde.	Débit de la pompe.	Ouvrir V501 et V503. Puis ouvrir V504.
7	Lorsque la température dans l'évaporateur atteint 91° C, arrêter le chauffage (la température monte encore jusqu'à 94° C) et attendre 15 minutes.			Mettre le réglage de la vanne d'entrée de vapeur sur le panneau de contrôle sur 0.
7.1	Mettre l'interrupteur de la pompe 301 en position "manuelle". De cette façon elle arrose en permanence la colonne de lavage au dessus du dénitratureur.			Panneau de contrôle. Ouvrir V302 et 304; laisser ouvert.
7.2	Démarrer l'air d'oxydation dans la colonne d'absorption	Débit d'air d'oxydation 15 Nm ³ /h.	Débitmètre.	Ouvrir et régler V807.

No. de séquence	OPERATIONS	PARAMETRES A DETERMINER	METHODES	PROCEDURES
7.3	Démarrer l'air-lift de transfert du trop plein du fond de la colonne d'absorption vers le tank 40.	Débit d'eau d'arrosage dans la colonne d'absorption (contrôle).	Réglage du débit d'air (débitmètre) après calibration (pot de mesure); mesure du volume dans la cuve.	Ouvrir V814, régler V810. Fermer V811 (sur tank 60).
7.4	Démarrer l'arrosage en tête de colonne d'absorption? 25 l/h pendant les 2 premières heures; 10 l/h après 2 h, jusqu'à la fin de la dénitration.	Débit d'eau d'arrosage en tête de colonne d'absorption.	Débitmètre.	Ouvrir et régler V809, laisser ouvert.
7.5	Remplir la garde hydraulique.			Mettre un flexible entre V212 et 904bis (eau déminéralisée) et ouvrir V212.
7.6	Démarrer l'arrosage en tête de la colonne de lavage? Débit: 0 à 60': 15 l d'eau/h; 60 à 240': 35 l d'eau/h; 240 à 270': 20 l d'eau/h; 270 à 360': 10 l d'eau/h.	Débit d'eau d'arrosage en tête de colonne de lavage.	Débitmètre.	Régler V310.
7.7	Démarrer l'alimentation en formaldéhyde? Débit: 0 à 30': 5 l/h; 30 à 60': 9 l/h; 60 à 90': 9 l/h; 90 à 120': 11 l/h; 120 à 210': 17,33 l/h.		Contrôle du débit.	Ouvrir V501, V502 (laisser ouvert); démarrer et régler D501, ouvrir V503, fermer V502, puis ouvrir V502 (laisser ouvert), fermer V503, ouvrir V504.
7.8	Ouvrir l'arrivée d'oxygène dans le condenseur.	Débit d'oxygène 3 Nm ³ /h.	Débitmètre.	Ouvrir et régler le détendeur sur la bouteille d'oxygène.
7.9	Observer le démarrage de la réaction.	Vitesse d'addition du formaldéhyde (contrôle).	Observation.	
7.10	S'il y a des condensats (il y en aura très peu), les récupérer par le petit récipient après le condenseur et les recycler vers le dénitrificateur.	Volume transféré.	Mesure de volume.	Ouvrir V709. Récupérer le liquide et le transférer dans le dénitrificateur par la vanne de réserve.

No. de séquence	OPERATIONS	PARAMETRES A DETERMINER	METHODES	PROCEDURES
7.11	Augmenter progressivement le débit de formaldéhyde (voir 7.7).	Débit et durée d'addition de formaldéhyde.	Mesure de volume; calibrage de la pompe.	Régler D501, ouvrir V503, fermer V502, puis ouvrir V502 (laisser ouvert), fermer V503, ouvrir V504.
7.12	Redémarrer le chauffage, si nécessaire, pour maintenir la température entre 95 et 97° C.			Augmenter le réglage de la vanne vapeur sur le panneau de contrôle.
7.13	Contrôler la conductivité des condensats.	Conductivité des condensats.	Mesure de conductivité.	
7.14	Contrôler la présence de NO ₂ dans les off-gas et dans l'air du labo.	Composition des off-gas.	Détecteur spécifique.	Utiliser l'appareil de mesure de NO ₂ .
7.15	Echantillonner les off-gas après 10', 15', 60', 120', 360'.	Composition des vapeurs nitreuses à la sortie de l'évaporateur.	Chromatographie en phase gazeuse.	Prélever par S20-2.
7.16	Echantillonner (à intervalles réguliers) le HEWC (après 60', 120', 180').	Variation de la teneur en mercure.	Electrode spécifique et absorption atomique.	Prélever par S20-1.
7.17	Echantillonner (à des intervalles réguliers) les condensats s'il y en a (après 60', 120', 180').	Acidité et teneur en formaldéhyde et en HNO ₃ . Teneur en mercure.	Potentiométrie. Absorption atomique.	Prélever par S60-1.
7.18	Echantillonner (à intervalles réguliers) le fond de la colonne de lavage (après 60', 120', 180').	Acidité et formaldéhyde. Teneur en mercure.	Potentiométrie, colorimétrie. Absorption atomique.	Prélever par S30-1.
7.19	Echantillonner à intervalles réguliers le fond de la colonne d'absorption (après 60', 120', 180').	Acidité de l'acide recombéné. Teneur en formaldéhyde et mercure.	Potentiométrie, colorimétrie et absorption atomique.	Prélever par S80-1.
7.20	Après avoir ajouté 43 l de formaldéhyde (durée: 3.30 h), arrêter la pompe d'alimentation.	Débit et durée d'addition en formaldéhyde.		Arrêter D501, fermer V501, V502. Si le tank 50 est vide, fermer V508 et V509.
7.21	Arrêter l'arrivée d'oxygène.			Fermer le détendeur sur la bouteille d'oxygène.
7.22	Augmenter lentement le chauffage et travailler à ébullition à reflux total avec peu de condensat (durée totale de cette opération: 2.30 h).			Indiquer une plus haute température sur le tableau de contrôle.

No. de séquence	OPERATIONS	PARAMETRES A DETERMINER	METHODES	PROCEDURES
7.23	Recycler régulièrement les condensats vers le dénitracteur.			Ouvrir V603 et V311. Démarrer P601 et régler V309. Ou bien ouvrir V602 et V510 et démarrer P601.
7.24	Après 2.30 h, la teneur en mercure dans le HEWC doit être moins que 1% de la teneur en mercure initiale.	Teneur en mercure.	Electrode spécifique et absorption atomique.	Prélever par S20-1.
7.24.1	Echantillonner le DHEWC.	Voir 7.16.	Voir 7.16.	Voir 7.16.
7.24.2	Echantillonner le fond de la colonne de lavage.	Voir 7.18.	Voir 7.18.	Voir 7.18.
7.24.3	Echantillonner le fond de la colonne d'absorption.	Voir 7.19.	Voir 7.19.	Voir 7.19.
7.24.4	Echantillonner le condensat.	Voir 7.17.	Voir 7.17.	Voir 7.17.
7.24.5	Echantillonner le tank 60.	Acidité, teneur en formaldéhyde et en mercure.	Potentiométrie, colorimétrie, absorption atomique.	Prélever par S60-1.
7.24.6	Echantillonner le tank 40.	Acidité, teneur en formaldéhyde et en mercure.	Potentiométrie, colorimétrie, absorption atomique.	Prélever par S40-1.
7.24.7	Relever le volume dans: - le dénitracteur - le tank 50 - le tank 40	Volume de DHEWC. Volume de condensat. Volume de l'acide recombéné.	Indicateur de niveau. Indicateur de niveau. Indicateur de niveau.	Lire le volume sur le panneau de contrôle. Lire le volume sur la colonne en verre calibrée sur le tank. Lire le volume sur la colonne en verre calibrée sur le tank.
7.24.8	Recycler les condensats du tank 60 vers le dénitracteur.			Ouvrir V602 et V510. Démarrer P601.
7.25	Arrêter l'arrosage de la colonne de lavage.			Fermer V310.
7.26	Arrêter l'arrosage de la colonne d'absorption.			Fermer V809.

No. de séquence	OPERATIONS	PARAMETRES A DETERMINER	METHODES	PROCEDURES
7.27	Arrêter le refroidissement de la colonne de lavage.			Fermer V305 et V307.
8	Augmenter le chauffage pour commencer la concentration.	Puissance de chauffe.	A déterminer.	Augmenter le réglage de la vanne vapeur sur le panneau de contrôle.
8.1	Diminuer l'air d'oxydation dans la colonne d'absorption (5 m ³ /h).			Régler V807.
8.2	Passer P301 de position "manuelle" en position "auto".			Remettre l'indicateur sur le panneau de contrôle sur "auto".
8.3	Transférer le trop plein de la colonne d'absorption vers le tank 60.			Fermer V814, ouvrir V811.
8.4	Contrôler la présence de NO ₂ dans les off-gas.	Composition des off-gas.	Détecteur.	Utiliser l'appareil de mesure de NO ₂ .
8.5	Echantillonner les gaz à la sortie de l'évaporateur.	Composition moyenne des vapeurs nitreuses à la sortie de l'évaporateur.	Chromatographie en phase gazeuse.	Prélever par S20-2.
8.6	A la fin de la concentration, échantillonner le CDHEWC (Al: 2,66 M; acide déficient: 3 M).	Composition du CDHEWC. Densité et caractéristiques physiques.	Analyses chimiques et physiques.	Prélever par S20-1.
8.7	Ajouter, si nécessaire, une quantité stochiométrique de HNO ₃ concentré pour détruire l'excès en formaldéhyde.	Teneur en formol.	Colorimétrie, titration.	Prélever par S20-1.
8.8	Lorsque la teneur en formaldéhyde dans le CDHEWC est < 0,02 M, arrêter le chauffage.	Teneur en formol.	Colorimétrie, titration.	Mettre l'indicateur de température sur le panneau de contrôle à 0. Fermer V906, V201, V202, V203, V219, V207, V208, V209.
8.9	Echantillonner le fond de la colonne de lavage.	Voir 7.18.	Voir 7.18.	Voir 7.18.
8.10	Echantillonner le fond de la colonne d'absorption.	Voir 7.19. Présence de formaldéhyde.	Voir 7.19. Colorimétrie.	Voir 7.19.

No. de séquence	OPERATIONS	PARAMETRES A DETERMINER	METHODES	PROCEDURES
8.11	Vider la colonne d'absorption dans le tank 40 après avoir arrêté l'air-lift de recyclage dans cette colonne.			Fermer V806 et V813. Mettre un flexible entre V809 et V102 et entre V113, V401 et V809. Démarrer P. 101.
8.12	Echantillonner le tank 40.	Acidité, formol, mercure.	Potentiométrie, colorimétrie, absorption atomique.	Prélever par S40-1.
8.13	Echantillonner le tank 60.	Acidité, formol, mercure.	Potentiométrie, colorimétrie, absorption atomique.	Prélever par S60-1.
8.14	Relever le volume des tanks 60 et 40.	Les volumes.	Indicateur de niveau.	Lire le tube calibré sur les tanks 60 et 40.
8.15	Etablir un bilan des condensats.	Teneur en formaldéhyde, acide formique et HNO_3 .	Colorimétrie, potentiométrie.	
8.16	Refroidir le dénitrateur jusqu'à 90-95° C.			Ouvrir V204 et V205.
8.17	Transférer l'acide du tank 40 vers le tank 60.			Mettre un flexible entre V407 et V601. Ouvrir V402, V407 et V601. Démarrer P401.
8.18	Rinçage du tank 40.			Raccorder le flexible "eau déminéralisée" avec V401. Ouvrir V401 et V904bis.
8.19	Echantillonner le tank 60.	Acidité, formol, mercure.	Potentiométrie, colorimétrie, absorption atomique.	Prélever par S60-1.
8.20	Relever le volume du tank 60.	Volume condensat et acide recombéné.	Indicateur de niveau.	Lire le volume sur le tube calibré du tank 60.
8.21	Transférer le CDHEWC vers le tank 40.			Ouvrir V404 et V405, démarrer la pompe P401.
8.22	Relever le volume dans le tank 40.	Volume de CDHEWC.	Indicateur de niveau.	Lire le volume sur le tube calibré du tank 40.
9	Recyclage des condensats et acide recombéné (si nécessaire). Si la teneur en formaldéhyde est 150 ppm, continuer immédiatement à partir de 10.	Formaldéhyde, acidité.	Colorimétrie, potentiométrie.	Prélever par S60-1 (Voir 8.19).

No. de séquence	OPERATIONS	PARAMETRES A DETERMINER	METHODES	PROCEDURES
9.1	Transférer les condensats et l'acide recombinaé du tank 60 vers l'évaporateur.			Ouvrir V602 et V510. Démarrer la pompe P601.
9.2	Démarrer le chauffage de l'évaporateur (en conduite semi-manuelle).			Ouvrir V906, V201, V202, V203, V209, V219, V207, V208 (laisser ouvert). Mettre le réglage de la vanne vapeur sur 50 sur le panneau de contrôle.
9.3	Démarrer le système de refroidissement.			Voir 6.2, 6.3, 6.4.
9.4	Ajouter la quantité nécessaire de HNO ₃ concentré pour détruire le formaldéhyde en excès.			Mettre un flexible entre le bidon de HNO ₃ concentré et V102. Ouvrir V102 et V104. Démarrer P101.
9.5	Démarrer, si nécessaire, la réaction avec 1 l de solution 2 M de nitrite de sodium.			Mettre un flexible entre V102 et le récipient qui contient le nitrite. Ouvrir V104 et V102. Démarrer P101.
9.6	Echantillonner la solution retraitée après une demie heure de réaction.	Formol, acidité, mercure.	Colorimétrie, potentiométrie, absorption atomique.	Prélever par S20-1.
9.7	Lorsque la teneur en formaldéhyde dans la solution atteint <0,05 M = < 150 ppm, arrêter la vapeur.	Teneur en formol.	Colorimétrie, titration.	Fermer V906, V201, V202, V203, V219, V207, V208, V209.
9.8	Refroidir le dénitrateur jusqu'à 90-95° C.			Ouvrir V204 et V205.
9.9	Transférer la solution retraitée vers le tank 60.			Mettre un flexible entre V407 et V601. Ouvrir V404, V407 et V601. Démarrer la pompe P401.
9.10	Évacuer les condensats.			Ouvrir V603.
10	Arrêter le refroidissement.			Arrêter la pompe P952. Fermer V701, V702, V958, V959, V968, V971, V972.
10.1	Arrêter l'air-lift de recyclage dans la colonne d'absorption.			Fermer V806 et V813.

No. de séquence	OPERATIONS	PARAMETRES A DETERMINER	METHODES	PROCEDURES
10.2	Arrêter l'air-lift du transfert du trop plein du fond de la colonne d'absorption vers le tank 60.			Fermer V810 et V811.
11	Transférer le mercure du fond de la colonne de lavage vers l'évaporateur.			Ouvrir V313 et récupérer le mercure. Introduction du mercure dans l'évaporateur par la vanne de réserve.
11.1	Transférer le mercure qui se trouve dans le petit récipient après le condenseur vers l'évaporateur.			Ouvrir V709 et récupérer le mercure. Introduction du mercure dans l'évaporateur par la vanne de réserve.
11.2	Après plusieurs opérations, transférer le mercure qui se trouve dans l'évaporateur par air-lift vers le récipient 205.	Vide réalisé, débit de soutirage, débit d'air de l'air-lift.		Ouvrir V216, V217, régler V218. Démarrer P201.
11.3	Contrôler visuellement la bonne marche de l'opération.			
11.4	Peser le mercure soutiré.	Bilan mercure	Pesée.	Ouvrir V214, soutirer par V215.
12	Introduire 20 l ^e d'une solution de thiosulfate de soude 0,1 N ^e dans le tank 60.	Rinçage de l'installation.		Mettre un flexible entre V601 et V113 et entre V102 et le récipient de thiosulfate. Ouvrir V601, V113 et V102. Démarrer P101.
12.1	Rinçage de l'installation.			Ouvrir V602, V802, V803, V311, V309. Démarrer P601. Vérifier que D301 est en position automatique et que V302 et V304 sont ouvertes. Régler V806 et V810.
12.2	Evacuation du liquide de rinçage.			Mettre un flexible entre V407 et V601. Ouvrir V404, V407, V601, V603. Démarrer P401.
13	Eventuellement recyclage du CDHEWC (voir 14).			

No. de séquence	OPERATIONS	PARAMETRES A DETERMINER	METHODES	PROCEDURES
13.1	Transférer le CDHEWC vers le tank 10.			Mettre un flexible entre V407 et V101. Ouvrir V407, V101, V402. Démarrer P401.
13.2	Ajuster CDHEWC en HEWC.			Démarrer M102. Ajouter HNO_3 , H_2O $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ suivant besoin.
13.3	Echantillonner HEWC.	Contrôle.		Par S10-1.
14	Eventuellement évacuation du CDHEWC.			Ouvrir V406.
15	Arrêter l'air-jet et l'eau déminéralisée.			Fermer V814 et V904.
16	Fin des opérations.			Fermer V905.

- Notes:**
1. Les valeurs marquées * sont données à titre indicatif; elles varieront au cours des essais.
 2. Sauf indications contraires, toutes les vannes que l'on ouvre pendant une opération doivent être refermées à la fin de celle-ci. De même, les pompes utilisées pour un transfert doivent être arrêtées à la fin de celui-ci.

MESURES D'URGENCE

INCIDENTS	No. de séquence	OPERATIONS	PROCEDURES
La réaction ne démarre pas.	A1	S'assurer qu'il y a alimentation en formol pendant 15 minutes.	Contrôler le niveau du tank 50. Contrôler le débit de la pompe par le pot de mesure x 501. (Ouvrir V503, fermer V502, puis ouvrir 504)
	A2	Introduire 1 l de solution 2 M de nitrite de sodium.	Mettre un flexible entre V102 et le récipient de nitrite, ouvrir V104, démarrer P101.
	A3	Répéter A2 après 5 minutes si la réaction n'est pas encore démarrée.	
La réaction s'emballe.	B1	Mettre D301 en position manuelle.	Interrupteur du panneau de contrôle en position M.
	B2	Arroser le dénitracteur.	Ouvrir V303, fermer V302, démarrer D301, régler D301 au maximum.
	B3	Arrêter l'alimentation en formol.	Arrêter D501.
	B4	Couper le chauffage.	Fermer V906.
	B5	Refroidir le dénitracteur.	Fermer V207, ouvrir V205 et V204.
	B6	Après l'incident relacher la surpression du vase d'expansion.	Ouvrir V213.
	B7	Remplir la garde hydraulique.	Flexible sur V212.
Arrêt du système de refroidissement.	C1	Isoler le système de refroidissement	Arrêter la pompe P952, fermer V971, V968, V972.
	C2	Mise en service du système de secours.	Ouvrir V903, ouvrir le cadenas de la vanne et la vanne V911, ouvrir le robinet d'eau froide.

ANNEXE 3 FORMULAIRE DE COLLECTE DES RESULTATS DES ESSAIS
(appliqué au dernier essai)

SEPARATION DE MERCURE

Dénitration P-32

Date: 23.2.83

Durée: 12.10 h

HEWC Volume: 200 l

Densité: 1,307 g/ml

Viscosité:

Composition: $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$: 1,68 M

$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$: 0,0137 M

HNO_3 : 0,52 M

$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$: 0,021 M

$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$: 0,0006 M

Na_2SO_4 : 0,030 M

$\text{Zr}(\text{NO}_3)_4$: 0,001 M

NaF : 0,038 M

Formaldéhyde

Concentration: 14,15 M : 38,35%

Acidité (CHOOH): 0,014 M

Méthanol: 5%

Densité: 1,108 g/cm³

Volume ajouté: 43 l

Débit d'alimentation: de 0 à 30 min.: 5 l/h

de 30 à 90 min.: 9 l/h

de 90 à 120 min.: 11 l/h

de 120 à 210 min.: 17,3 l/h

Durée d'alimentation: 3.30 h

Durée de dénitration: 6 h

Durée de concentration: 6.10 h

Puissance de chauffe: dénitration: -

concentration: -

Températures: Tank 10: 20° C

Dénitrateur 20: 94 à 100° C (dén.); 100 à 108° C (conc.)

Colonne 30 - en pied: 75 ° C (dén.); 85° C (conc.)

en tête: -

Tank 40: 20° C

Tank 50: 45° C

Tank 60: 35° C

Les débits

- débit d'eau d'arrosage en tête de colonne de lavage:

de 0 à 60 minutes: 15 l d'eau/h

de 60 à 240 minutes: 35 l d'eau/h

de 240 à 270 minutes: 20 l d'eau/h

de 270 à 360 minutes: 10 l d'eau/h

durée d'arrosage: 6 h

volume: 145 l

- débit d'eau d'arrosage en tête de colonne d'absorption:

pendant la dénitrification: 25 l d'eau/h. Durée: 2 h. Volume: 87 l.

10 l d'eau/h. 4 h.

pendant la concentration: 0 l d'eau/h.

- débit de recyclage dans la colonne d'absorption:

pendant la dénitrification: 150 l/h

pendant la concentration: 150 l/h

- débit du transfert de l'acide recombiné de la colonne d'absorption vers le tank 40:

pendant la dénitrification: 25 l/h. Durée: 2 h. Volume: 105 l.

10 l/h. 4 h.

pendant la concentration: 0 l/h

volume fond colonne d'absorption après concentration: 18 l

- recyclage des condensats:

Très peu de condensat pendant les premières heures de dénitrification.

Après 345 minutes: recyclage de 7 l de condensat vers le dénitrificateur.

Après 360 minutes (fin dénitrification): recyclage de 6 l de condensat vers le dénitrificateur.

- débit d'air d'oxydation:

pendant la dénitrification: 15 m³/h. Durée: 6 h. Volume: 90 m³.

pendant la concentration: 5 m³/h. Durée: 6.10 h. Volume: 31 m³.

- débit d'oxygène: 3 m³/h. Durée: 3.30 h. Volume: 10,5 m³.
 - système de refroidissement:
 - débit d'eau de refroidissement total: 3,500 m³/h
 - débit d'eau de refroidissement dans la colonne de lavage: 0,100 m³/h
 - débit d'eau de refroidissement dans le condenseur: 2,200 m³/h
 - débit d'eau de refroidissement dans la colonne d'absorption: 0,100 m³/h
-

La dépression

- les cuves: ~ 5 cm c.e.
 - le dénitrateur: ~ 15 cm c.e.
-

Transfert mercure

- vide réalisé: -
 - volume mercure: -
 - durée du transfert: -
-

Récupération mercure

- dans le récipient après le condenseur: 1,5 g
 - dans le récipient avant P 301: 31 g
-

Consignes particulières pour l'essai

1. Essai avec les conditions de P-26 (chauffer à 94° C - alimenter en formol - lorsque 43 l de formol ont été ajoutés, augmenter le chauffage jusqu'à ébullition à reflux).
 2. Arrosage dans la colonne de lavage: de 0 à 60 min.: 15 l/h;
de 60 à 210 min.: 35 l/h.
 3. Diminuer le débit d'eau d'arrosage de la colonne d'absorption jusqu'à 10 l/h après 120 minutes de dénitruration.
 4. Ajouter les 43 l de formol en 3.30 h, alimenter très lentement au début: de 0 à 30 minutes: 6 l/h;
de 30 à 60 minutes: 8 l/h.
 5. Après l'addition de formol, travailler pendant 2.30 h à ébullition à reflux total.
-

Remarques particulières sur l'essai

Test réussi sans aucune difficulté.

ECHANTILLON	Volume	Al	Acide déficient	Acidité	NO ₃ ⁻	Hg µg/ml	CH ₂ O	CHOOH + formiate	Conductivité	d	Remarques
HEWC											
initiale	200 l	1,68 M	-	0,52 M	5,70 M	2.730	< 0,02 M	-	-		
60'		1,52 M	- 0,14 M	-	4,75 M	2.390	< 0,02 M	-	-		
120'		1,22 M	- 0,24 M	-	3,60 M	996	0,13 M	-	-		
180'		1,02 M	- 0,45 M	-	2,40 M	268,5	0,47 M	-	-		
DHEWC		0,86 M	- 0,97 M	-	2,10 M	11,1	0,42 M	-	-		
CDHEWC	135 l	2,45 M	- 2,80 M	-	4,90 M	23,7	< 0,02 M	0,33 M	-		
Colonne de lavage											
60'		-	-	1,17 M	-	652	< 0,02 M	-	-		
120'		-	-	0,20 M	-	1.046	< 0,02 M	-	-		
180'		-	-	0,12 M	-	75,2	< 0,02 M	-	-		
Fin de dénitrification		-	-	0,05 M	-	14,1	0,37 M	-	-		
Fin de concentration		-	-	0,19 M	-	17,1	0,138 M	-	-		
Sortie condenseur											
Dénitrification: 60'		-	-	-	-	-	-	-	-		
120'		-	-	-	-	-	-	-	-		
180'		-	-	-	-	-	-	-	-		
Fin de dénitrification		-	-	0,19 M	-	545	0,53 M	-	-		
Fin de concentration		-	-	0,30 M	-	1.300	< 0,02 M	-	-		
Colonne d'absorption											
60'		-	-	1,63 M	-	22,4	-	-	5,85.10 ⁻¹ S/cm		
120'		-	-	1,30 M	-	8,9	-	-	4,96.10 ⁻¹ S/cm		
180'		-	-	1,01 M	-	21,3	-	-	3,23.10 ⁻¹ S/cm		
Fin de dénitrification		-	-	-	-	7,16	-	-	1,06.10 ⁻¹ S/cm		
Fin de concentration		-	-	0,41 M	-	9,5	-	-	1,40.10 ⁻¹ S/cm		
Tank de condensat											
Fin de dénitrification	6 l	-	-	0,15 M	-	57,5	0,45 M	-	3,75.10 ⁻² S/cm		
Fin de concentration	225 l	-	-	0,17 M	-	75,4	0,21 M	-	3,13.10 ⁻¹ S/cm		
Tank 40											
Acide recombéné	105 l	-	-	1,06 M	-	24,7	< 0,02 M	-	3,28.10 ⁻¹ S/cm		
Retraitement condensats											
Condensats + acide recombéné	330 l	-	-	0,4 M	-	49,3	0,11 M	-	1,13.10 ⁻¹ S/cm		
HNO ₃ 11,4 M ajouté	15 l	-	-	11,4 M	-	-	-	-	-		
Solution retraitée	345 l	-	-	-	-	8	0,0035 M (= 505 ppm)	-	-		

ANNEXE 4 RESULTATS DES ESSAIS

ESSAI No.	DATE DE L'ESSAI	DUREES				HEWC [1]					DHEWC [1]					
		ADDITION FORMOL	EBULLITION Ref. tot.	CONCENTRATION	TOTAL	1 Volume 1 (200)*	2 [Al] M (1,68)*	3 [Hg] g/l (2,78)*	4 [HNO ₃] M (0,49)*	5 [NO ₃] M (5,66)*	6 Volume 1	7 [Al] M	8 [Hg] mg/l	9 [H ⁺] M	10 [NO ₃] M	11 [CH ₂ O] M
1	10.02.82	3.55 h	2 h	10.35 h	16.30 h	200	1,64	2,25	0,42	5,78	304	1,08	68	- 0,86	2,20	0,71
2	26.03.82	3.45 h	2 h	7 h	12.45 h	225	1,39	2,18	0,67	5,0	274	1,14	12	- 0,83	2,95	1,56
3	17.05.82	4 h	2.35 h	8.45 h	15.20 h	210	1,63	2,40	0,59	5,55	311	1,10	2,6	- 1,90	1,45	0,55
4	09.06.82	4.40 h	2.20 h	6.35 h	13.35 h	200	1,70	3,70	0,60	5,52	415	0,82	19	- 0,89	1,47	-
5	25.06.82	3.55 h	2.30 h	7.05 h	13.30 h	200	1,77	4,70	1,46	7,0	416	0,82	18	- 1,04	1,27	0,90
6	10.08.82	4.25 h	2.05 h	11 h	17.30 h	200	1,74	3,563	0,42	5,87	395	0,88	2	- 0,76	1,85	0,92
7	02.09.82	4.30 h	2 h	6.05 h	12.35 h	218	1,68	3,315	0,01	5,45	482	0,76	2	- 0,32	1,68	0,95
8	20.09.82	4.25 h	2.20 h	5.45 h	12.30 h	222	1,59	3,47	0,72	5,37	504	0,70	1,5	- 0,55	1,27	0,50
9	28.09.82	4.15 h	2.05 h	4.55 h	11.15 h	206	1,70	4,47	0,50	5,5	449	0,78	13,6	- 0,38	1,80	0,75
10	06.10.82	4.10 h	2 h	4.45 h	10.55 h	225	1,50	3,762	0,80	5,32	412	0,82	230	- 0,84	1,25	0,72
11	11.10.82	4.20 h	2 h	5 h	11.20 h	225	1,48	3,31	0,64	5,5	302	1,1	1,8	- 0,6	2,25	0,69
12	22.10.82	4.25 h	2 h	8.55 h	15.20 h	200	1,68	3,045	0,70	5,85	442	0,76	3,2	- 0,62	1,57	0,58
13	27.10.82	4.20 h	2 h	8.45 h	15.05 h	200	1,68	3,05	0,48	5,63	436	0,77	16,2	- 0,74	1,87	0,517
14	03.11.82	4.17 h	2.03 h	7.40 h	14 h	200	1,72	2,80	0,46	5,75	382	0,90	132,5	- 0,85	2,12	0,37
15	08.11.82	4.15 h	2 h	6.30 h	12.45 h	200	1,70	2,87	0,40	5,95	389	0,92	42,4	- 1,04	2,27	0,45
16	15.11.82	4.25 h	2 h	7.30 h	13.55 h	200	1,67	3,16	0,10	5,75	407	0,82	25,8	- 0,79	2,22	0,47
17	17.11.82	4.20 h	2 h	7.35 h	13.55 h	200	1,65	2,09	0,45	5,50	371	0,89	281,5	- 1,23	2,05	0,36
18	26.11.82	4.15 h	3 h	7.55 h	15.10 h	200	1,71	3,15	0,47	6,4	398	0,86	32	- 0,82	2,4	0,486
19	02.12.82	3.30 h	3 h	7.45 h	14.15 h	200	1,71	3,023	0,48	6,23	407	0,84	7,5	- 1,08	2,2	0,23
20	08.12.82	3 h	3 h	6 h	12 h	200	1,67	3,07	0,48	6,28	422	0,79	82	- 0,98	2,04	0,22
21	05.01.83	3 h	3 h	6.40 h	12.40 h	200	1,64	2,70	0,47	6,27	420	0,78	85,6	- 0,86	1,95	0,210
22	11.01.83	3 h	3 h	6 h	12 h	200	1,69	2,86	0,47	5,80	412	0,82	476	- 1,14	1,80	0,22
23	13.01.83	3 h	3 h	5.20 h	11.20 h	200	1,66	2,79	0,48	5,85	377	0,88	39,5	- 1,06	1,92	0,23
24	19.01.83	3 h	3.30 h	6.40 h	13.10 h	200	1,64	2,76	0,66	5,77	420	0,78	6,5	- 1,06	1,9	0,23
25	21.01.83	4 h	2.30 h	8 h	14.30 h	200	1,68	2,75	0,40	6,1	442	0,76	6,8	- 1,22	1,88	0,23
26	26.01.83	3 h	3 h	7.55 h	13.55 h	200	1,66	2,4	0,48	6,27	405	0,82	32,2	- 0,94	1,9	0,23
27	01.02.83	3.55 h	2.05 h	7.35 h	13.35 h	200	1,60	2,59	0,50	6,27	400	0,80	2,25	- 0,52	2,15	0,23
28	15.02.83	3 h	3 h	6.45 h	12.45 h	200	1,66	2,6	0,48	5,8	405	0,82	13,05	- 0,54	2,10	0,41
29	16.02.83	3.55 h	2.50 h	8.40 h	16.25 h	200	1,66	2,87	0,48	5,8	431	0,77	18,9	- 0,54	2,07	0,45
30	17.02.83	3.25 h	2.35 h	7.15 h	13.15 h	200	1,64	2,97	0,60	5,65	410	0,80	5,9	- 0,33	1,95	0,43
31	18.02.83	3.40 h	2.30 h	7.40 h	13.50 h	200	1,60	2,73	0,55	5,60	421	0,76	12,8	- 0,22	1,90	0,21
32	23.02.83	3.30 h	2.30 h	6.10 h	12.10 h	300	1,68	2,73	0,52	5,70	391	0,86	11,1	- 0,97	2,1	0,42

[1] HEWC = High-enriched waste concentrate. DHEWC = Denitrated high-enriched waste concentrate.

* Données théoriques.

ESSAI No.	CDHEWC [1]						CONDENSATS RECYCLES					CONDENSATS FIN DE CONCENTRATION				ACIDE RECOMBINE			
	12 Volume 1 (126)*	13 [Al] M (2,66)*	14 [Mg] mg/l (< 40)*	15 [H ⁺] M (-3)*	16 [NO ₃] M (5)*	17 [CH ₂ O] M	après dénitrification					23 Volume 1	24 [Mg] mg/l	25 [H ⁺] M	26 [CH ₂ O] M	27 Volume 1	28 [Mg] mg/l	29 [H ⁺] M	30 [CH ₂ O] M
							18 Volume 1	19 Volume 1	20 [Mg] mg/l	21 [H ⁺] M	22 [CH ₂ O] M								
1	130	2,61	50	- 0,81	4,75	0,03		135**		-	-	460	6	0,134	0,27	-	-	-	-
2	117	2,60	62	- 4,00	4,43	0,07		177	49	0,95	0	295	33	0,025	0,37	-	-	-	-
3	152	2,39	101	- 3,83	3,70	0		22	3.070	2,23	0,32	305	1	0,09	0,06	120	101	-	-
4	114	2,86	25	- 5,17	3,48	0,05	8	25**	3.500	1,2	0	288	-	-	0,69	154	155	0,41	-
5	94	3,70	560	- 5,7	5,12	< 0,02	10	25**	3.540	1,64	< 0,02	305	47	0,31	0,77	165	348	1,45	-
6	175	2,06	11	- 2,07	3,35	0,04	10	90**	-	1,52	< 0,05	450	3	0,24	0,52	196	3	0,18	< 0,02
7	159	2,40	12	- 2,35	4,17	0,02	0	0	-	-	-	475	2	0,21	0,72	160	25	0,24	< 0,02
8	144	2,50	2,9	- 2,60	4,10	0,02	0	10**	-	4,6	< 0,02	408	3	0,32	0,33	168	39	0,29	< 0,02
9	150	2,12	15,7	- 1,74	4,40	0,03	0	9**	-	2,15	0,08	350	0,89	0,47	0,70	125	365	0,35	< 0,02
10	134	1,96	7,6	- 1,22	2,90	0,1	0	9**	9.360	0,49	< 0,02	133	0,45	0,22	0,725	162	4,7	0,43	< 0,02
11	130	3,0	4,1	- 3,4	5,0	0,04	15	23**	13.710	2,12	< 0,02	183	1,1	0,49	0,59	142	4,18	0,53	< 0,02
12	128	2,84	5,4	- 2,38	6,0	< 0,02	20	17	4.650	0,82	0,525	344	0,48	0,11	< 0,02	157	3,4	0,40	< 0,02
13	143	2,47	5,2	- 2,49	5,15	< 0,02	10	10	8.800	0,76	0,56	315	0,85	0,11	0,49	165	3,2	0,46	< 0,02
14	130	2,63	3,8	- 2,56	5,62	< 0,02	10	15	10.160	1,52	-	295	57,8	0,11	0,34	160	7,3	0,51	< 0,02
15	126	2,63	1,16	- 2,56	5,87	< 0,008	112	20	-	-	-	265	9,5	0,13	0,39	175	194	0,35	< 0,02
16	122	2,82	2,16	- 2,94	6,25	< 0,02	160	40	-	-	-	290	1,49	0,39	0,34	175	339,5	0,38	< 0,02
17	132	2,58	2,66	- 2,76	5,27	< 0,02	183	50	-	-	-	286	728	0,13	0,13	184	267	0,77	< 0,02
18	130	2,6	11	- 2,9	5,63	< 0,02	202,5	17	2.440	0,14	0,51	295	0,71	0,12	0,53	185	255	0,63	< 0,02
19	129	2,8	3,7	- 2,95	6,23	< 0,02	5	10	878	0,16	0,20	294	68	0,18	0,22	171	54,2	0,56	< 0,02
20	130	2,65	10,6	- 2,7	5,9	< 0,02	19	1**	13.200	4,4	< 0,02	270	9,35	0,14	0,22	118	58,6	1,17	< 0,02
21	128	2,70	14,5	- 2,65	5,3	< 0,02	8	10	78,6	0,24	0,2	294	86,8	0,17	0,234	122	123,6	2,07	< 0,02
22	130	2,75	186	- 2,68	5,62	< 0,02	0	10	3.650	0,61	0,205	303	826	0,09	0,21	120	42,7	1,51	< 0,02
23	130	2,62	6,3	- 2,44	4,85	0,01	0	6	4.110	0,65	0,23	247	750	0,14	0,20	127	51,2	0,8	< 0,02
24	132	2,58	6,2	- 2,46	5,42	< 0,02	18	10	1.430	0,12	0,22	290	26,3	0,14	0,22	120	36,5	0,8	< 0,02
25	130	2,58	5,75	- 2,71	5,75	< 0,02	18	6	2.090	0,11	0,24	302	19,6	0,11	0,45	148	20	0,56	< 0,02
26	129	2,68	5,9	- 2,66	5,93	< 0,02	20	8	1.480	0,08	0,19	295	162	0,09	0,20	114	30,8	0,97	< 0,02
27	127	2,74	4,3	- 2,08	6,15	< 0,02	65	10	2.775	0,19	0,22	270	428	0,17	0,209	94	115,6	1,16	< 0,02
28	132	2,49	19,3	- 2,28	5,25	0,007	27	10	2.010	0,15	0,53	252	4,75	0,16	0,39	99	35,9	0,97	< 0,02
29	131	2,49	13,1	- 2,18	5,4	< 0,02	42	7	2.433	0,53	0,01	257	6,8	0,16	0,29	103	36,6	0,77	< 0,02
30	125	2,52	25,4	- 2,24	5,35	0,012	10	14	55,4	0,26	0,52	263	16,1	0,16	0,39	134	61,7	0,95	< 0,02
31	127	2,57	15,7	- 1,74	5,85	< 0,02	30	3	28,4	0,12	0,21	266	28,9	0,15	0,23	116	22,2	0,35	< 0,02
32	135	2,45	23,7	- 2,8	4,9	< 0,02	7	6	57,5	0,15	0,45	225	75,4	0,17	0,21	105	24,7	1,06	< 0,02

[1] CDHEWC = Concentrat dénitré de HEDC.

* Données théoriques. ** Non recyclé.

ESSAI No.	CH ₂ O									
	DEBITS								39 Durée d'addit.	40 Quantité employée ml/l HEWC x 1000
	31	32	33	34	35	36	37	38		
	VOLUME	CONC.	Débit initial	Id. col. 33	Fin dest. Ac. libre	Id. col. 35	Fin précip. Hg	Id. col. 37		
1	N	1/h	ml/l HEWC.h x 1000	1/h	ml/l HEWC.h x 1000	1/h	ml/l HEWC.h x 1000			
1	40	15,2	8,5	42,5	13	65	20,1	100,5	3.55 h	200
2	52	15,2	7,5	33,3	15	66,7	25	111,1	3.45 h	231,1
3	60	15,2	4,5	21,4	13	61,9	24	114,3	4 h	285,7
4	61,5	15,2	4	20	9	45	17	85	4.40 h	307,5
5	65	15,2	10	50	20	100	24,7	123,5	3.55 h	325
6	60	15,2	8	40	12	60	17	85	4.25 h	300
7	60	15,2	8	36,7	13,5	61,9	15,4	70,6	4.30 h	275,2
8	60	14,65	8	36	14	63,1	15,7	70,7	4.25 h	270,3
9	55	14,65	5	24,3	17,5	84,9	14,4	69,9	4.15 h	267
10	50	14,65	8	35,5	18	80	15,7	69,8	4.10 h	222,2
11	49	15,3	8	35,5	9	40	13,3	59,1	4.20 h	213,3
12	45	15,3	8	40	10	50	11,2	56	4.25 h	225
13	42	15,3	8	40	8,5	42,5	10,9	54,5	4.20 h	210
14	37	15,3	8	40	9	45	8,7	43,5	4.17 h	185
15	37	15,3	6	30	9	45	9,8	49	4.15 h	185
16	37	15,3	6	30	8	40	9,1	45,5	4.25 h	185
17	37	15,3	4,5	22,5	7	35	10,9	54,5	4.20 h	185
18	42	14,97	5	25	7	35	13,33	66,65	4.15 h	210
19	41	14,97	4	20	5	25	16	80	3.30 h	205
20	40	14,97	8	40	10	50	15,5	77,5	3 h	200
21	40	14,97	8	40	10	50	15,5	77,5	3 h	200
22	40	14,97	8	40	10	50	15,5	77,5	3 h	200
23	40	14,97	8	40	10	50	16,1	80,5	3 h	200
24	40	14,7	8	40	10	50	15,5	77,5	3 h	200
25	40	14,7	6	30	9	45	12	60	4 h	200
26	40	14,7	8	40	10	50	15,5	77,5	3 h	200
27	43	14,7	6,5	32,5	5	25	16,4	82	3.55 h	215
28	43	14,15	7	35	10	50	17,2	86	3 h	215
29	43,5	14,15	4,5	22,5	5,5	27,5	17,4	87	3.55 h	217,5
30	46	14,15	6	30	8	40	18,2	96	3.25 h	230
31	43	14,15	2,5	12,5	11,5	57,5	17,4	87	3.40 h	215
32	43	14,15	5	25	11	55	17,3	86,5	3.30 h	215

Les chiffres imprimés en négatif se rapportent aux numéros des colonnes.

Exemple: $\blacksquare \times 1000$ = contenu indiqué en colonne 33 divisé par contenu indiqué en colonne 1, fois 1000.

ESSAI No.	MOLES NO ₃ ⁻								
	41 HEWC (1132)*	42 DHEWC	43 CDHEWC	44 Condensat. Fin dénitr.	45 Condensat. Fin conc.	46 Acide recomb.	47 Dénitrées Fin dénitr.	48 Dénitrées Total	49 NO ₃ recombiné %
1	1.156	669	617,5	-	61,6	-	487	476,9	-
2	1.125	808,3	518,3	168,1	7,37	-	148,6	599,3	-
3	1.165,5	451	562,4	49,1	27,45	-	665,4	575,6	-
4	1.104	610	396,7	30	-	63,14	464	< 707,3	< 8,9
5	1.400	528,3	481,3	41	94,55	239,25	831	824,1	29
6	1.174	730,7	586,2	136,8	108	35,28	306,5	479,8	7,35
7	1.188,1	809,8	663	-	99,75	38,4	< 378,3	425,3	9,03
8	1.192,1	640	590,4	46	130,56	48,72	506,1	471,1	10,34
9	1.133	808,2	660	19,4	164,5	43,75	305,4	308,5	14,18
10	1.197	515	388,6	4,4	29,26	69,66	677,6	779,1	8,94
11	1.237,5	679,5	650	48,8	89,67	75,26	509,2	479,8	15,12
12	1.170	693,9	768	13,9	37,84	62,8	462,2	364,2	17,24
13	1.126	815,3	736,4	7,6	34,65	75,9	303,1	355	21,38
14	1.150	809,8	730,6	22,8	32,45	81,6	317,4	387	21,08
15	1.190	837,6	739,6	-	34,45	61,25	< 352,4	416	14,72
16	1.150	903,5	762,5	-	113,1	66,5	< 246,5	274,4	24,23
17	1.100	760,5	695,6	-	37,18	141,68	< 339,5	367,2	38,58
18	1.280	955,2	731,9	2,38	35,4	116,55	322,4	512,7	22,73
19	1.246	895,4	803,7	1,6	52,92	95,76	349,4	389,4	24,59
20	1.256	860,9	767	4,4	37,8	138,06	390,7	451,2	30,6
21	1.254	819	678,4	2,4	50	252,5	432,6	525,6	48
22	1.160	741,6	730,6	6,1	27,3	181,2	412,3	402,1	45
23	1.170	723,8	630,5	3,9	34,6	101,6	442,3	504,9	20,1
24	1.154	798	715,4	1,2	40,6	96	354,8	398	24,1
25	1.220	831	747,5	0,7	33,2	82,9	388,3	439,3	18,9
26	1.254	769,5	765	0,6	26,5	110,6	483,9	462,5	23,9
27	1.254	860	781	1,9	45,9	109	392,1	427,1	25,5
28	1.160	850,5	693	1,5	40,3	96	308	426,7	22,5
29	1.120	892,2	707,4	3,7	41,1	79,3	224,1	371,5	21,3
30	1.130	799,5	668,5	3,6	42,1	127,3	326,9	419,2	30,4
31	1.120	799,9	743	0,4	39,9	40,6	319,7	337,1	12
32	1.140	821,1	661,5	0,9	38,2	111,3	318	440,3	25,3

Les chiffres imprimés en négatif se rapportent aux numéros des colonnes.
Exemple: -100 = contenu col. 41 moins contenu col. 42 moins contenu col. 44.

* Donnée théorique.

ESSAI No.	MOLES CH ₂ O											
	50 Ajoutées au HEWC	51 Restant dans le DHEWC	52 Id. col. 51 %	53 Restant dans le CDHEWC	54 Consommés pendant dénitr.	55 Id. col. 54 par moles NO ₃ dén.	56 Moles CH ₂ O/ Moles NO ₃ à détruire x1,88	57 Condensat Fin conc.	58 Consom. totale	59 Consom. pendant conc.	60 Id. col. 59 %	61 Consom. tot. par NO ₃ détruit
1	608	215,84	35,5	3,9	392,2	0,80	1,12	124,2	479,9	87,7	14,4	1,01
2	790,4	427,44	54,1	8,2	363	2,44	1,47	109,15	673,05	310	39,2	1,12
3	912	171	18,7	0	741	1,11	1,75	18,3	893,7	152,7	16,7	1,54
4	934,8	-	-	5,7	-	-	2,01	198,72	730,4	-	-	< 1,03
5	988	374,4	37,9	< 1,9	613,6	0,74	1,34	234,85	751,3	137,65	13,9	0,91
6	912	363,4	39,8	7	548,6	1,79	1,75	234	671	122,4	13,4	1,40
7	912	457,9	50,2	3,18	454,1	> 1,2	1,83	342	566,8	112,7	12,4	1,33
8	879	252	28,7	< 2,9	627	1,24	1,66	134,64	741,5	114,5	13	1,57
9	805,75	336,75	41,8	4,5	469	1,53	1,70	245	556,3	87,25	10,8	1,8
10	732,5	296,6	40,5	13,4	435,9	0,64	1,30	96,43	622,7	186,77	25,5	0,8
11	734,4	208,4	28,4	5,2	526	1,03	1,20	108	621,2	95,2	13	1,25
12	688,5	256,4	37,2	< 2,56	432,1	0,93	1,28	< 6,88	< 679,1	< 247	< 35,9	< 1,86
13	642,6	225,4	35,1	< 2,9	417,2	1,38	1,30	154,35	485,4	68,1	10,6	1,37
14	566,1	141,3	25	< 2,6	424,8	1,34	1,12	100,3	463,2	38,4	6,8	1,20
15	566,1	166,1	29,3	< 1	400	> 1,13	1,03	103,35	461,8	61,7	10,9	1,11
16	566,1	191,3	33,8	< 2,44	374,8	> 1,52	1,08	98,6	465,1	90,3	15,9	1,69
17	566,1	133,6	23,6	< 2,6	432,5	> 1,27	1,18	37,18	526,3	93,3	16,6	1,43
18	628,74	193,4	30,8	< 2,6	435,3	1,35	0,99	156,35	469,8	34,5	5,5	0,92
19	613,77	93,6	15,3	< 2,6	520,2	1,49	1,02	64,68	546,5	26,3	4,3	1,40
20	598,8	92,8	15,5	< 2,6	506	1,30	0,95	59,4	536,8	30,8	5,1	1,19
21	598,8	88,2	14,7	< 2,6	510,6	1,18	0,94	68,8	527,4	16,8	2,8	1,00
22	598,8	90,6	15,1	< 2,6	508,2	1,23	1,14	63,6	532,6	24,4	4,1	1,32
23	598,8	86,7	14,5	1,3	512,1	1,16	1,10	49,4	548,1	36	6,0	1,08
24	588	96,6	16,4	< 2,6	491,4	1,38	1,09	63,8	521,6	30,2	5,1	1,31
25	588	101,7	17,3	< 2,6	486,3	1,25	1,00	135,9	449,5	- 36,8	- 6,2	1,02
26	588	93,1	15,8	< 2,6	494,9	1,02	0,93	59	526,4	31,5	5,3	1,14
27	632,1	92	14,5	< 2,5	540,1	1,37	0,97	56,4	573,2	33,1	5,2	1,34
28	608,5	166,1	27,3	0,9	442,4	1,44	1,13	98,3	509,3	66,8	11	1,19
29	615,5	194	31,5	< 2,6	421,5	1,88	1,24	74,5	538,4	116,9	19	1,45
30	650,9	176,3	27,1	1,5	474,6	1,45	1,27	102,6	546,8	72,2	11,1	1,30
31	608,5	88,4	14,5	< 2,5	520,1	1,63	1,17	61,2	544,7	24,6	4,1	1,61
32	608,5	164,2	27	< 2,7	444,3	1,40	1,20	47,2	558,5	114,2	18,8	1,27

Les chiffres imprimés en négatif se rapportent aux numéros des colonnes.

ESSAI No.	Grammes de mercure										Rapport molaire NC ₃ /Al	
	62 HEWC	63 DHEWC	64 Hg élim. pendant dénitr.	65 CDHEWC	66 Hg élim. pendant concentr.	67 Hg élim. Total	68 Condensat Fin conc. /1000	69 Id. col. 68 %	70 Acide recombiné /1000	71 Id. col. 70 %	72 HEWC (3,66)*	73 CDHEWC (1,88)*
1	450	20,67	429,3	6,5	14,17	443,5	2,76	0,61	-		3,52	1,82
2	490,5	3,29	487,2	7,25	- 3,96	483,25	9,735	1,98	-		3,00	1,70
3	504	0,81	503,2	15,35	- 14,5	488,65	0,305	0,06	12,12	2,4	3,40	1,55
4	740	7,88	732,1	2,85	5,03	737,15	-	-	23,87	3,22	3,25	1,22
5	940	7,49	932,5	52,64	- 45,15	887,36	14,335	1,52	57,42	6,11	3,95	1,38
6	712,6	0,79	711,8	1,92	- 1,13	710,68	1,35	0,19	0,588	0,08	3,37	1,63
7	722,7	0,96	721,7	1,91	- 0,95	720,79	0,95	0,13	4	0,55	3,24	1,74
8	770,3	0,76	769,5	0,42	0,34	768,68	1,224	0,16	6,55	0,85	3,38	1,64
9	920,8	6,11	914,7	2,36	3,75	918,44	0,311	0,03	45,62	4,95	3,24	2,07
10	846,4	94,76	751,6	1,02	93,74	845,38	0,060	0,007	0,761	0,09	3,55	1,48
11	744,8	0,54	744,3	0,53	0,01	744,27	0,201	0,027	0,593	0,08	3,72	1,67
12	609	1,41	607,6	0,69	0,72	608,31	0,165	0,027	0,534	0,09	3,48	2,11
13	610	7,06	602,9	0,74	6,32	609,26	0,268	0,044	0,528	0,09	3,35	2,09
14	560	50,62	509,4	0,49	50,13	559,51	17,051	3,04	1,168	0,2	3,34	2,14
15	574	15,65	558,3	0,15	15,5	573,85	2,517	0,44	33,95	5,9	3,5	2,23
16	632	10,5	621,5	0,26	10,24	631,74	0,432	0,068	59,412	9,4	3,44	2,22
17	418	104,44	313,6	0,35	104,05	417,65	208,2	49,8	49,128	11,75	3,33	2,04
18	630	12,74	617,3	1,43	11,3	628,57	0,209	0,033	47,175	7,49	3,74	2,17
19	604,6	3,05	601,6	0,48	2,57	604,12	20	3,3	9,268	1,53	3,64	2,22
20	614	34,6	579,4	1,38	33,22	612,62	2,524	0,41	6,915	1,13	3,71	2,23
21	540	35,95	504,05	1,86	34,09	538,14	25,519	4,72	15,079	2,8	3,82	1,96
22	572	19,61	552,39	24,18	- 4,57	547,82	250,278	43,7	5,124	0,9	3,43	2,04
23	558	14,89	543,11	0,82	14,07	557,18	185,25	33,2	6,502	1,2	3,52	1,85
24	552	2,73	549,27	0,82	1,91	550,09	8,207	1,49	4,38	0,79	3,51	2,1
25	550	3,01	547	0,75	2,26	547,74	5,919	1,08	2,96	0,53	3,63	2,23
26	480	13,04	466,96	0,76	12,28	467,72	47,79	9,95	3,511	0,73	3,78	2,21
27	518	0,9	517,1	0,55	0,35	517,65	115,56	22,3	10,866	2,1	3,92	2,24
28	520	5,28	514,71	2,55	2,73	517,27	1,197	0,23	3,554	0,68	3,49	2,11
29	574	8,15	565,85	1,72	6,43	565,57	1,748	0,30	3,770	0,66	3,37	2,17
30	594	2,42	591,58	3,17	- 0,75	590,83	4,234	0,71	8,268	1,39	3,45	2,12
31	546	5,39	540,61	1,99	3,4	544,01	7,687	1,4	2,575	0,47	3,5	2,28
32	546	4,34	541,66	3,20	1,14	542,8	16,965	3,1	2,593	0,48	3,39	2,0

Les chiffres imprimés en négatif se rapportent aux numéros des colonnes.

* Données théoriques.

ANNEXE 5 DEBITS TYPES DES OFF-GAS AU DEBUT DE LA DENITRATION

