

Projet 48. Développement d'un engrais liquide potassium à partir des poussières de cimenterie.

OBJECTIFS DU PROJET

Le but du projet est de développer une technique d'extraction de la potasse des CKD en vue d'obtenir un fertilisant liquide. Les objectifs du projet sont:

1. Développer un procédé d'extraction de la potasse et autres éléments nutritifs des CKD
2. Obtenir une technique de concentration des éléments nutritifs dans les solutions obtenues dans l'objectif 1 pour avoir un fertilisant économique et facilement valorisable
3. Obtenir un matériel solide qui serait réutilisé dans la production de ciment
4. Tester et optimiser les applications de ces nouveaux engrais en comparaison avec les engrais conventionnels.

CONTEXTE

La potasse (K) est un des éléments nutritifs le plus important dont la plante a besoin. La potasse veille, entre autre, à la solidité de la plante. La potasse favorise le développement des organes de réserve (tubercules, racines, fruits), ainsi que la coloration des fruits et des fleurs, tout en rendant les végétaux plus résistants aux maladies. La potasse est aussi incontournable dans la qualité des produits puisqu'il donne le goût sucré aux fruits mais permet aussi d'accumuler les sucres sous forme d'amidon dans les tubercules, les grains et les racines.

Plusieurs sources de potassium sont utilisés en agriculture : chlorure, sulfates nitrates, hydroxyde et carbonates. Néanmoins, en production d'engrais foliaires, le coût des sources pures reste exorbitant et l'industrie est toujours à la recherche des alternatives moins coûteuses.

Les poussières de four cimenterie (ciment kiln dust, CKD) est un résidu de l'industrie du ciment. Son contenu en éléments fertilisants et sa propriété chaulante lui ont valu une place importante dans l'agriculture. Par ailleurs, l'industrie du ciment souhaiterait le recycler dans sa production. La présence de potassium constitue un handicap majeur car le potassium a un effet négatif sur la qualité du ciment. On sait que la potasse des CKD est très soluble et, par conséquent, son extraction permettrait le recycler dans le four. Quant au potassium extrait pourrait valoriser comme engrais. Aucune étude n'a été conduite pour savoir si le recyclage des CKD par l'extraction de potasse est rentable pour les deux industries.

AVANCEMENT SCIENTIFIQUE OU TECHNOLOGIQUE

Cette recherche permettra d'acquérir des connaissances et de développer un procédé simple et économique de production d'engrais à partir des CKD et de recycler ces derniers dans la production de ciment. Pour Agro-100, ce projet devrait permettre d'obtenir un fertilisant liquide économique. Le procédé développé offrira un CKD pauvre en potasse et réutilisable dans la production de ciment.

DESCRIPTION DES ACTIVITÉS

Le CKD provenait de la cimenterie Charlevoix Michigan (États-Unis). La composition chimique du CKD a été déterminée par fluorescence aux rayons X avec l'analyseur Niton XRF.

Une série d'essais de lixiviation par trempage et en colonne a été conduite en faisant réagir des échantillons de CKD avec de l'eau chaude à un rapport pondéral liquide/solide de 3/1, 4/1 et 5/1. Pour le lessivage par trempage, on a mélangé le CKD avec de l'eau distillée dans une fiole conique et on a maintenu le mélange sous agitation continue (150 tr / min) pendant 30, 60, 120, et 300 minutes à température ambiante (23 ± 2 °C). La solution a été filtrée sous vide sur une membrane de 0,45 µm. Dans la lixiviation en colonne, un échantillon de CKD a été introduit dans une colonne en PVC de 10 cm de diamètre x 30 cm de longueur équipée d'une membrane de 0,45 µm et un tissu en laine de verre pour empêcher la poussière de s'échapper. De l'eau distillée chaude a été passée à travers la poussière (à température ambiante) par gravitation jusqu'à ce que le plus liquide ait traversé la colonne. Tous les tests ont été répétés 4 fois. Le volume du lixiviat obtenu a été noté. Les résidus solides humides et secs (après 72 h à 70 °C) ont été pesés, et analysés pour leur composition élémentaire en utilisant l'analyseur Niton XRF. Les lixiviats ont été concentrés à 90, 80, 70, 60 et 50% par chauffage sous vide en utilisant Buchi Rotavapor B-153 (à 45 °C et pression de 760 Hg). Avant et après l'évaporation, la composition élémentaire a été déterminée par spectrophotomètre d'absorption atomique. Des tests supplémentaires avec l'acide acétique ou l'acétate d'ammonium ont été réalisés dans le but d'améliorer l'extraction de la potasse.

Résultats et conclusion

La composition de CKD utilisé était de 2,59% de K, 37,4% de Ca, 1,46% de Mg, 5,36% de Si, 11% de S, 1% de Fe et des quantités négligeables de métal. Les tests de lixiviation ont révélé qu'une grande quantité de potassium présent dans le produit a été libérée en 30 minutes en cas de lixiviation par trempage. Le meilleur rapport liquide/solide était de 5/1. Aucune différence significative n'a été trouvée entre les temps de lixiviation. La lixiviation discontinue élimine environ 62% de K introduit dans le système (1,04% de poids sec K dans le produit final). Dans le lessivage en colonne, l'élimination était de 73% (0,70% K de poids sec dans le produit final). Cependant, la lixiviation de la colonne prend beaucoup de temps car les fines particules dans la CKD ont tendance à cimenter et la percolation est très lente. La lixiviation en colonne doit être couplée à une agitation ou faite sous pression pour une lixiviation rapide. Le faible taux de récupération en lixiviation par trempage est dû

au système de filtration (filtration sous vide) utilisé. Nous avons également noté que la CKD absorbait 25% d'eau ajoutée, ce qui nécessite de disposer d'un système de chauffage pour recycler le CKD dans le four à ciment. La libération d'autres minéraux (Ca, Mg, Fe, Al, Si, ...) était faible (1-5%). La concentration moyenne de K dans le filtrat était de 3,6 g/L et la cristallisation est obtenue après l'évaporation de 25-30% du filtrat. Ceci suggère un besoin d'éliminer les impuretés métalliques du filtrat pour une évaporation efficace. La lixiviation avec l'acide acétique n'a pas affecté la concentration du potassium. Par contre, l'acide acétique accroît l'extraction du calcium.

En résumé, il est techniquement possible d'obtenir une CKD recyclable dans le système de four par lessivage du potassium avec de l'eau chaude dans un rapport eau/CKD de 5/1 suivi par filtration et séchage. En raison de la faible teneur en potassium et de la présence d'impuretés dans cette CKD, le processus de récupération d'engrais de potassium liquide n'est pas économiquement viable. La récupération de potasse sous forme solide n'est pas non plus viable car elle exigerait des étapes supplémentaires.

Références

Balusson, H. S. Balusson et J. Patarin 2014. Procédé de traitement des digestats, engrais obtenu par le procédé et unité de traitement. Brevet WO 2014/060687 A1.

D'AMico, P., C. Poling and T. Lesniak. 2014. Ceemnt kiln dust treatment system and method. Patent US 8876967 B2.

GonCalves, C., H. TYran, F. Puig and R. Shenassa. 2008. Chloride and potassium removal efficiency of an ash leachingsystem Pulp and Paper Canada 109:T43-48.

Tiwari, M.K., S. Bajpai, U.K. Dewagan and R.K. Tamrakar. 2015. Suitability of leaching test methods for fly ash and slag: A review. Journal of Radiation Research and Applied Sciences 8:523-537.

Zhan, G and Z. Guo. 2013. Basic properties of sintering dust from iron and steel plant and potassium recovery. Journal of environmental Sciences 25:1226-1234

Zhan, G. And Z. Guo. 2013. Water leaching kinetics and recovery of potassium from sintering dust. Transactions of nonferrous metals Society of China 23:3770-3779.

Zhang, ., J. Chen, K. Perthel, T.B. Edil and W.J. Likos. 2014. Leaching characteristics of fly ash from municipal solid waste incineration. University Of Wisconsin-Madison. SSW Research Program. Student project report.

Tableau 1. Quelques caractéristiques chimiques du CKD utilisé

Élément	Unité	Valeur	Élément	Unité	Valeur
Al	%	1,74	Mn	ppm	544,63
Ca	%	37,30	Mo	ppm	7,70
Cl	%	1,42	Ni	ppm	51,04
Fe	%	1,04	Pb	ppm	26,60
K	%	2,59	Pd	ppm	< LOD
Mg	%	< LOD	Rb	ppm	168,99
P	%	0,07	Sb	ppm	< LOD
S	%	1,10	Sc	ppm	342,11
Si	%	5,36	Se	ppm	< LOD
Ag	ppm	< LOD	Sn	ppm	< LOD
As	ppm	< LOD	Sr	ppm	278,00
Au	ppm	7,83	Te	ppm	< LOD
Ba	ppm	214,53	Th	ppm	10,48
Cd	ppm	< LOD	Ti	ppm	630,81
Co	ppm	< LOD	U	ppm	< LOD
Cr	ppm	19,84	V	ppm	30,21
Cs	ppm	< LOD	W	ppm	39,47
Cu	ppm	13,48	Zn	ppm	10,90
Hg	ppm	< LOD	Zr	ppm	43,61

Tableau 2. Effet du ratio CKD/eau sur les caractéristiques des CKD après lessivage en batch.

CKD/ Eau	Durée	K	Ca	Al	Si	Mo	S	Cl	Fe	Mn	Zn	Pb	Ni	Cr	V
1/3	30	1,06 4	37,0	1,70	5,18	5,76 0	0,99	0,49	1,07 8	489	10,6 1	23,3	30,0	15,0	38,6
	60	1,05 4	36,3	1,83	5,03	5,20 0	0,94	0,50	1,02 3	472	10,8 2	22,4	42,4	20,4	29,9
	120	1,01 7	36,2	1,67	4,89	7,03 3	1,06	0,57	1,03 5	472	7,27	22,5	23,2	16,2	27,5
	300	0,93 4	36,3	1,60	5,03	6,93 3	1,12	0,53	1,03 0	463	7,99	20,3	17,7	13,6	36,2
1/4	30	0,98 1	36,9	1,70	5,18	5,78 3	0,99	0,52	1,02 5	475	10,0 4	23,3	29,9	15,3	38,7
	60	0,97 4	36,5	1,83	5,03	5,22 3	0,95	0,51	1,01 8	471	8,06	22,3	42,4	20,5	38,7
	120	0,96 8	36,1	1,63	4,89	7,03 3	1,06	0,58	1,01 5	472	7,97	21,5	41,6	16,0	27,4
	300	0,93	36,2	1,46	5,20	7,10 3	1,12	0,54	1,01 0	475	7,18	20,3	17,7	13,6	36,2
1/5	30	0,98	35,5	1,11	4,97	6,44 5	1,07	0,52	1,00 8	404	7,29	21,8	19,1	18,9	36,7
	60	0,96 4	35,6	1,39	5,18	6,54 5	1,02	0,52	1,01 8	414	9,56	20,9	26,1	18,9	31,7
	120	0,93 8	35,6	0,94	4,93	6,44 5	1,07	0,47	0,94 8	404	8,91	21,8	27,2	19,4	36,3
	300	0,90 2	35,2	1,14	5,13	5,07 8	1,04	0,48	1,02 5	418	8,76	22,8	21,1	16,3	41,6
Ratio		0,12 9	0,00 19	0,01 02	0,95 97	0,49 33	0,00 01	0,19 28	0,07 51	0,00 01	0,00 01	0,23 24	0,00 01	0,00 26	0,00 01
Durée		0,00 95	0,06 05	0,03 75	0,05 83	0,00 01	0,00 01	0,00 05	0,40 92	0,32 48	0,00 01	0,00 01	0,00 01	0,00 01	0,00 01
Ratio x Durée		0,87 67	0,50 73	0,81 52	0,53 99	0,00 01	0,00 01	0,00 01	0,30 2	0,00 63	0,00 01	0,00 01	0,00 01	0,00 01	0,00 01

Tableau 3. Effet du ratio CKD/eau sur les caractéristiques des CKD après lessivage en colonne.

CKD/ Eau	K	Ca	Al	Si	Mo	S	Cl	Fe	Mn	Zn	Pb	Cr	V
1/4	0,74 0	36,7	1,55	5,03	6,63	0,85	0,33	1,03	434	8,59	22,4 2	13,0 7	37,4
1/5	0,70 1	36,8	1,52	5,00	6,78	0,76	0,22	1,02	460	10,4 7	21,5 5	17,0 2	30,0
P>F	0,24 94	0,94 11	0,77 72	0,91 45	0,77 2	0,10 96	0,44 54	0,42 88	0,21 13	0,14 33	0,34 33	0,16 66	0,05 75
LSD 10%	0,60 4	2,56	0,24 7	0,45 3	1,16 9	0,13	0,30 9	0,02 5	38,7 5	2,24 5	1,82 8	5,11	5,82

Tableau 3. Caractérisation de l'eau de lessivage des CKD en batch.

CKD/Eau	Durée, min	Lixiviat			Lixiviat concentré		
		K	Ca	Na	K	Ca	Na
1/4	30	3977	949	226	5357	1262	294
	60	3985	1077	228	5420	1186	314
	120	4006	1097	231	5485	1186	309
	300	4183	1195	266	5461	1260	306
1/5	30	3303	923	198	4969	747	271
	60	3229	811	189	4836	530	251
	120	3243	848	185	4709	683	239
	300	3191	951	185	5230	782	307
Ratio		0,0001	0,0011	0,,014	0.0021	0,0001	0,0154
Durée		0,0015	0,0001	0,0648	0,0011	0,0001	0,003
Ratio x Durée		0,001	0,0001	0,0065	0,006	0,0001	0,0154

Tableau 4. Caractérisation de l'eau de lessivage des CKD en colonne

CKD/Eau	Lixiviat			Lixiviat concentré		
	K	Ca	Na	K	Ca	Na
1/4	6072	1243	330	8619	1839	480
1/5	4316	1275	256	5909	1702	322
P>F	0,0001	0,0748	0,0031	0,0007	0,002	0,001
LSD 10%	47	28	20	441	31	9