



# **CARACTÉRISATION DE LA TAILLE DES PARTICULES ET DE LEUR VITESSE DE CHUTE EN DÉCANTATION PRIMAIRE**

**Mémoire**

**Imen Bel Hadj**

**Maîtrise en génie des eaux  
Maîtrise ès sciences (M.Sc.)**

Québec, Canada

© Imen Bel Hadj, 2013



## Résumé

Le décanteur primaire constitue un élément important du traitement primaire des eaux résiduaires. Cet ouvrage repose sur le principe de décantation par gravité pour l'enlèvement des solides en suspension. L'évaluation du rendement des décanteurs primaires a fait l'objet de nombreuses études théoriques et expérimentales. La performance du décanteur primaire dépend à la fois des propriétés physiques du décanteur (charge superficielle, temps de rétention...etc), et des caractéristiques des particules en suspension (taille, densité et vitesse de sédimentation).

La détermination de la vitesse de chute des particules pour une élimination efficace des particules constitue un élément essentiel pour améliorer le rendement des décanteurs primaires. En effet, la caractérisation physique des MeS par son étude expérimentale demeure nécessaire et elle fait l'objet de ce mémoire. Deux aspects principaux ont été abordés : l'applicabilité du protocole ViCAs pour la détermination de la distribution des vitesses de chutes des particules au niveau de l'affluent et l'effluent d'un décanteur primaire et la possibilité d'élaborer un protocole pour la mesure de la distribution de la taille de ces particules.

Les résultats obtenus ont permis de déterminer la vitesse de chute médiane  $V_{50}$  des particules des eaux résiduaires. En temps sec, la vitesse moyenne médiane ne varie pas d'une station à une autre. Elle fluctuait entre 0,75 et 0,90 m/h. Par contre, la vitesse de chute  $V_{50}$  est proportionnelle à la concentration de l'eau usée en MeS qui reflète les conditions dans le réseau d'égout, les tests effectués ont montré que cette vitesse peut passer de 0,65 à 4,5 m/h en fonction de la concentration.

Pour déterminer la distribution de la taille des particules dans les eaux résiduaires à l'entrée et à la sortie de l'unité de traitement primaire, la technique FBRM (Focused Beam Reflectance Measurement) a été utilisée. Le travail a été réalisé en deux étapes : une première étape était consacrée à mettre en place un protocole de mesure de la taille des particules. Ce protocole doit être approprié à la fois à la technique choisie et à la nature de l'échantillon. La représentativité des résultats dépend du pas de temps et la répétabilité de

mesure, la vitesse de mélange de l'échantillon à caractériser, et de la vitesse de balayage des rayons laser. La concentration de l'échantillon influence aussi les résultats et la performance de la technique FBRM. L'élaboration d'un protocole doit donc prendre en considération tous ces paramètres.

Une deuxième étape consistait en l'application des deux protocoles sur les mêmes échantillons, donc à caractériser par le protocole ViCAs pour avoir la distribution de la taille et de la vitesse de chute des particules du même échantillon. La distribution de la taille des particules à l'affluent varie grandement d'une station à une autre et dépend également des conditions climatiques comme le temps de pluie. Au niveau de l'effluent, la distribution de la taille des particules varie en fonction de la charge superficielle du décanteur primaire.

Les résultats obtenus confirment l'intérêt de l'utilisation du FBRM en parallèle des tests ViCAs pour pouvoir interpréter les courbes de distribution de vitesse de sédimentation d'un site à un autre. Les résultats prouvent l'existence d'une relation entre la vitesse de chute des particules et leur taille.

## Abstract

The primary clarifier is an important element of primary treatment of wastewater. It is based on the principle of gravity settling to remove suspended solids. The evaluation of the performance of primary clarifiers has been the subject of many theoretical and experimental studies. Primary clarifier performance depends on both the physical properties of the clarifier (hydraulic retention time, etc.), and characteristics of the suspended particles (size, density and settling velocity).

Determining the velocity of particles is a key element to improve the performance of primary clarifiers. Indeed, the physical characterization of TSS by experimental study remains necessary and is the subject of this thesis. Two main aspects were considered: the applicability of the ViCAs protocol for the determination of the distribution of the particle settling velocity at the influent and effluent of the primary clarifier and the possibility to develop a protocol for measuring the size distribution of these particles.

The results were used to determine the median settling rate of wastewater particles  $V_{50}$ . In dry weather,  $V_{50}$  does not vary from one station to another. It fluctuated between 0.75 and 0.9 m/h. On the other side,  $V_{50}$  is proportional to the TSS concentration of the wastewater, which reflects the conditions in the sewer, ranging from 0.65 to 4.5 m/h.

To determine the size distribution of the particles in the wastewater at the inlet and at the outlet of the primary clarifier, the FBRM technique (Focused Beam Reflectance Measurement) was used. The work was carried out in two steps: the first step was devoted to develop a protocol for measuring the particle size distribution. This protocol should be appropriate to both the technique used and the nature of the sample. The representativeness of the particle size depends on the cycle time and the repeatability of measurement depends on the mixing rate of the sample and the scanning speed of the laser beam. Also, the concentration of the sample influences the results and the performance of the FBRM technique. So, the protocol must take in account all these parameters when selecting the suitable measurement conditions.

The second step consisted in applying the two protocols to the same samples, the settling velocity of particles with ViCAs and the particle size distribution with FBRM. The particle size distribution varies greatly from one wastewater treatment plant to another. It also depends on weather conditions such as rain. For effluent, the distribution of size of the particles varies depending on the hydraulic load of the primary clarifier.

The results confirm the interest of using FBRM and ViCAs tests to interpret particle settling velocity distributions from one site to another. The results show the existence of a relationship between the settling velocity and particle size.

## **Avant-Propos**

Ce projet de maîtrise fait partie du projet primEAU qui est financé en grande partie par le conseil de recherche en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG) et par JOHN MEUNIER le représentant de Véolia au Canada.

Ce mémoire est le fruit de deux ans de travail, de recherche, de questionnement, d'apprentissage, de travail de laboratoire et de longues heures d'échantillonnage tard la nuit et très tôt le matin. Comme tout travail, ce projet a été ponctué de nombreux moments d'enthousiasme et de joie, mais également de nombreuses périodes de doute et de découragement. L'achèvement de ce travail n'aurait pas été possible sans la précieuse contribution de nombreuses personnes que je veux remercier.

Tout d'abord, j'adresse mes remerciements à la ville de Québec, M. Denis Dufour pour avoir mis à notre disposition le laboratoire d'analyse, toutes les données et les informations nécessaires pour notre travail. Je tiens à remercier aussi le personnel de la station de Charny et la station de Valcartier pour leur aide lors de mes visites d'échantillonnage, leur accueil et serviabilité.

Ce mémoire a été effectuée sous la direction de mes deux professeurs Paul Lessard et Peter Vanrolleghem. Paul Lessard qui a suivi ce travail avec grand intérêt, l'a guidé tout au long avec ses conseils et ses remarques avisées et l'a éclairé avec son vaste champ de connaissance en traitement des eaux usées. Les conseils qu'il m'a prodigués tout au long de la rédaction ont toujours été clairs et précis, me facilitant grandement la tâche et me permettant d'aboutir à la production de ce travail. Je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude pour son soutien. Peter Vanrolleghem, avec son bon sens pédagogique et avec ses idées sans limite qui m'ont beaucoup aidé à affronter les problèmes avec le pilote et à continuer à avancer malgré les moments de découragement.

Le travail expérimental extrêmement lourd a nécessité la participation de l'ensemble de l'équipe. Il a été effectué en collaboration avec d'autres étudiant-chercheurs de l'équipe primEAU ; Giulia Bachis et Sovanna Tik, aussi que plusieurs étudiants qui ont participé de

loin ou de près à ce projet : Ludiwine, Thibaud, Virginie, Marta, Bertrand, Gabrielle, Perrine.

Pour finir, c'est à mes parents que je pense, leur patience et leur soutien moral, qui n'ont pas cessé de m'encourager et de me donner l'énergie tout le long de mon parcours académique.

Imen Bel Hadj  
Québec, 15 Janvier 2013

*'It always seems impossible until it's done'*  
« Nelson Mandela »



# Table des matières

Résumé.....	iii
Abstract.....	v
Avant-Propos.....	vii
Table des matières.....	xi
Liste des tableaux.....	xv
Liste des figures.....	xvii
Liste des abréviations.....	xxi
Introduction.....	1
1. Synthèse bibliographique.....	4
1.1. Introduction.....	4
1.2. Taille des particules en eau usée.....	5
1.2.1. Techniques de mesure de taille des particules.....	6
1.2.2. Les techniques se basant sur la masse ou le volume des particules.....	8
1.2.3. Les techniques se basant sur le comptage des particules.....	10
1.2.4. La technique FBRM.....	14
1.2.5. Comparaison des techniques de mesures de distribution de taille des particules.....	18
1.2.6. Les difficultés et les incertitudes de mesure de la distribution de taille des polluants dans l'eau usée.....	19
1.2.7. Résultats de classification.....	24
1.2.8. Comparaison des résultats de distribution de taille des particules obtenus par différentes techniques.....	26
1.3. Vitesse de chute des particules.....	29
1.3.1. Méthodes du laboratoire.....	29
1.3.2. Résultats de vitesse de chute des particules rapportés dans la littérature.....	34
1.3.3. Équation de sédimentation.....	36
1.3.3.1. Formule de Stokes (Jarrell-Smith et Friedrich, 2011).....	36
1.3.3.2. L'équation de Rouse 1937 (Kineke et al., 1989).....	36
1.3.3.3. Équation de Weber 1972 (Bhargava et Rajagopel, 1992).....	37
1.4. Conclusion.....	38
2. Objectifs du projet.....	39
3. Matériel et méthodes.....	40
3.1. Sites expérimentaux.....	40
3.1.1. Ville de Québec.....	40
3.1.2. Station Charny.....	42
3.1.3. Station Valcartier.....	42
3.2. Échantillonnage.....	43
3.3. Protocole de mesure de la taille des particules.....	46
3.3.1. Montage de mélange.....	46
3.3.2. Unité centrale.....	47
3.3.3. La sonde.....	47
3.3.4. Méthode d'analyse.....	48
3.4. Protocole de mesure de vitesses de chute.....	50

3.5.	Protocole d'analyse de la matière en suspension.....	54
4.	Mise au point des protocoles FBRM et ViCAs .....	56
4.1.	Élaboration du protocole de mesure de la taille des particules FBRM.....	56
4.1.1.	Configuration du cycle de traitement.....	57
4.1.1.1.	Pas de lecture .....	57
4.1.1.2.	Durée de lecture .....	59
4.1.2.	Configuration de la sonde .....	60
4.1.2.1.	Influence de la vitesse de balayage .....	60
4.1.2.2.	Influence de la vitesse de mélange .....	64
4.1.2.3.	Traitement du signal .....	67
4.1.3.	Test du protocole : influence de la concentration .....	68
4.1.4.	Protocole retenu .....	73
4.2.	Mise au point du protocole ViCAs .....	74
4.2.1.	Influence de la température.....	74
4.2.2.	Influence de la dilution .....	76
4.2.3.	Test de répétabilité.....	79
5.	Résultats et discussion .....	81
5.1.	Résultats par rapport au ViCAs .....	81
5.1.1.	Les eaux de la ville de Québec .....	81
5.1.1.1.	Influence de la concentration en MeS.....	85
5.1.1.2.	Influence de débit d'affluent.....	87
5.1.1.3.	Temps de pluie.....	91
5.1.2.	Autres stations : Charny et Valcartier.....	92
5.1.2.1.	Influence de la concentration :.....	92
5.2.	Résultats de distribution de la taille des particules (FBRM) .....	94
5.2.1.	La distribution de la taille des particules à l'entrée et à la sortie d'un décanteur primaire	94
5.2.2.	Les eaux de la ville de Québec .....	95
5.2.2.1.	Influence de la concentration en MeS.....	97
5.2.2.2.	Influence de la charge superficielle .....	98
5.2.2.3.	Temps de pluie.....	100
5.2.3.	Autres station : Charny et Valcartier .....	101
5.3.	Relation vitesse de chute-taille des particules .....	104
5.3.1.	Évaluation du rapport MVeS/MeS .....	104
5.3.1.1.	Les eaux de la ville de Québec .....	105
5.3.1.2.	Les autres stations : Charny et Valcartier .....	107
5.3.2.	Relation entre vitesse de chute et taille des particules.....	108
5.3.2.1.	Cas des eaux de la ville de Québec.....	108
5.3.2.2.	Cas des autres stations; Charny et Valcartier.....	111
	Conclusion .....	113
	Bibliographie .....	117
	Annexe A : La composition de la matière en suspension MeS .....	123
	Annexe B : l'effet de l'orientation de la particule lors de son scannage par le faisceau laser .....	125
	Annexe C : Décanteur pilote (description de l'installation) .....	127

Annexe D : Procédure lors d'un échantillonnage au niveau du décanteur pilote .....	135
Annexe E : Exemple de feuille de note à remplir au cours d'un test ViCAs.....	138
Annexe F : Procédure du protocole ViCAs .....	141
Annexe G : Protocole (SOP-018) ViCAs .....	144
Annexe H : Exemple de classeur Excel ViCAs .....	173
Annexe I : Liste des essais FBRM.....	177
Annexe J : FBRM, circuit de filtration du signal électrique .....	180
Annexe K : Procédure de dilution des boues .....	183
Annexe L : FBRM, courbe de distribution de la taille des particules avec présence des saletés dans l'hélice .....	185
Annexe M : protocole FBRM .....	187
Annexe N : Courbes de distribution de vitesse de chute des particules de l'affluent et de l'effluent de la ville de Québec .....	222
Annexe O : Comparaison de la vitesse de chute des MeS et des MVeS des eaux usées de Charny et Valcartier.....	226



## Liste des tableaux

Tableau 1 : Exemple de différents diamètres moyens et de leur représentation mathématique (Torres, 2008).....	6
Tableau 2: Différentes techniques de mesure de taille de particules (adapté de Levine et al., 1985).....	7
Tableau 3 : Comparaison des techniques de mesures de taille des particules .....	19
Tableau 4: Différentes définitions du diamètre des particules (Xu et Guida, 2003) .....	21
Tableau 5: Classification des polluants dans les eaux usées selon Sophonsiri et Morgenroth (2004).....	25
Tableau 6: Composition de la matière en suspension d'eau usée (Levine et al.,1985) .....	26
Tableau 7: Comparaison des résultats de FBRM avec d'autres techniques (Heath et al., 2002).....	28
Tableau 8: Vitesse médiane V50 de chute des particules des eaux d'égouts en temps sec (Chebbo et Bachoc, 1992) .....	35
Tableau 9 : Comparaison de vitesses de sédimentation des particules des eaux de ruissellement obtenues par trois différentes techniques (Aiguier et al., 1996).....	35
Tableau 10: Caractéristiques du pilote primEAU .....	42
Tableau 11: Composantes et équipements du protocole ViCAs (Torres, 2008) .....	51
Tableau 12: Comparaison des quadrants en fonction du facteur de dilution.....	72
Tableau 13 : Données reliées à l'essai de reproductibilité.....	79
Tableau 14: Tests ViCAs réalisés sur les eaux de la ville de Québec .....	82
Tableau 15: ViCAs réalisés chaque quatre heures sur l'affluent de la ville de Québec .....	85
Tableau 16: Évolution de la vitesse de chutes des particules en fonction de la concentration en MeS .....	87
Tableau 17: Conditions d'échantillonnage.....	88
Tableau 18 : Tableau des tests traceurs .....	90
Tableau 19 : Taux d'enlèvement de la matière solide dans le décanteur pilote .....	90
Tableau 20: ViCAs réalisés sur les stations de Charny et Valcartier .....	92
Tableau 21 : Les tests de FBRM réalisés avec les eaux de la ville de Québec.....	96
Tableau 22 : Les test FBRM réalisés sur les station Valcartier et Charny .....	101



## Liste des figures

Figure 1: Schéma de chromatographie avec gel (Levine et al., 1985).....	9
Figure 2: Détecteur électrique de particules « ESZ » ( Wedd, 2005).....	12
Figure 3: L'instrument d'analyse d'image (Kwan et al., 1999).....	13
Figure 4: La sonde FBRM (Greaves et al., 2008).....	15
Figure 5: FBRM, Définition de la corde (De Clercq et al., 2004).....	16
Figure 6: Le dispositif expérimental de la technique FBRM (Kougoulos et al., 2005).....	17
Figure 7: Effet de vitesse d'agitation sur les courbes de distribution des particules de calcite (Heath et al., 2002).....	24
Figure 8: Contrôle de cristallisation avec les deux techniques FBRM et Mastersizer (Kougoulos et al., 2005).....	27
Figure 9 : Courbe typique de distribution de vitesses de chute des particules (Gasperi et al., 2009).....	30
Figure 10: Colonne VICTOR (EPA, 1999).....	31
Figure 11: Colonne VICPOL (Gasperi et al., 2009).....	32
Figure 12: Colonne de ViCAs (Chebbo et Grommaire., 2009).....	34
Figure 13: La station EST de traitement des eaux de la ville de Québec.....	41
Figure 14: Louche d'échantillonnage de capacité 500 ml.....	44
Figure 15: Lasentec D600R.....	46
Figure 16: FBRM, montage de mélange.....	47
Figure 17 : FBRM, courbe de distribution de la taille des particules en (#/sec).....	48
Figure 18 : FBRM, courbe de distribution de la taille des particules en volume.....	49
Figure 19: FBRM, courbe cumulative de distribution de la taille des particules (%).....	49
Figure 20: ViCAs, protocole de vitesse de chute des particules.....	50
Figure 21 : Les étapes à suivre pendant un test ViCAs (Gromaire-Mertz, 1998).....	53
Figure 22: FBRM, courbes générées par le logiciel icFBRM 4.1 avec deux différents pas de temps.....	57
Figure 23: FBRM, courbes de distribution de la taille des particules avec pas de temps de 5 min.....	58
Figure 24: FBRM, courbes de distribution de la taille des particules avec pas de temps de 2 min.....	59
Figure 25: FBRM, nombre de particules par seconde avec différentes vitesses de balayage.....	61
Figure 26: FBRM, comparaison du nombre de particules entre l'entrée de décanteur et son surnageant avec une vitesse de balayage 4 m/s.....	62
Figure 27: FBRM, comparaison de nombre de particules entre l'entrée de décanteur et son surnageant avec une vitesse de balayage 2 m/s.....	63
Figure 28: FBRM, nombre de particules par seconde en augmentant la vitesse de mélange variable.....	65
Figure 29: FBRM, nombre de particules par seconde en diminuant la vitesse de mélange.....	66
Figure 30: Courbes FBRM avec vitesse d'agitation de 400 rpm.....	67
Figure 31: FBRM, type de traitement de signal électrique.....	68
Figure 32: FBRM, tamisage de l'échantillon et série de dilution.....	70

Figure 33: FBRM, les courbes de distribution de la taille de particules en fonction de la dilution.....	71
Figure 34: FBRM, courbes cumulatives de fraction de particules .....	71
Figure 35: Vitesse de chute des particules à deux températures différentes .....	75
Figure 36: Comparaison des vitesses de chutes d'un échantillon dilué avec un échantillon non-dilué (pilote) .....	77
Figure 37 : Comparaison des vitesses de chutes des particules d'un échantillon dilué et un échantillon non-dilué (décanteur réel) .....	78
Figure 38 : Courbes de vitesse de chute pour un même échantillon.....	80
Figure 39 : Vitesse de chute des particules à l'entrée et à la sortie du décanteur primaire (04/05/2012).....	83
Figure 40: Courbes moyenne de distribution de vitesse de chute des particules à l'affluent et l'effluent du décanteur primaire.....	84
Figure 41: Vitesse de chutes des particules de l'affluent de la station EST de Beauport.....	86
Figure 42: Vitesse de chute des particules à l'affluent et l'effluent du pilote à différents temps de rétention.....	89
Figure 43: Distribution de vitesse de chutes des particules pendant deux événements pluvieux .....	91
Figure 44: Vitesse de chute des particules de l'affluent de Valcartier et Charny .....	93
Figure 45 : la distribution de la taille des particules de l'affluent et de l'effluent de la ville de Québec (22/06/2012).....	94
Figure 46 : Distribution de la taille des particules de deux affluents d'eau usée de la ville de Québec .....	97
Figure 47 : Distribution de la taille des particules pour deux différents débits d'affluent d'eau usée de la ville de Québec.....	98
Figure 48 : Distribution de la taille des particules pour deux différents débits d'effluent d'eau usée de la ville de Québec.....	99
Figure 49 : Distribution de la taille des particules décantées pour deux différents débits d'affluent d'eau usée de la ville de Québec .....	100
Figure 50: Distribution de la taille des particules d'un affluent du décanteur-pilote.....	101
Figure 51 : Comparaison de la distribution de la taille des particules des affluents de la ville de Québec et Valcartier.....	103
Figure 52 : Comparaison de la distribution de la taille des particules des affluents de la ville de Québec et Charny.....	103
Figure 53 : Évolution de la fraction organique dans les eaux usées de la station EST de Beauport en temps sec .....	106
Figure 54 : Vitesse de chutes des MeS et des MVeS pendant un test ViCAs .....	106
Figure 55: Évolution de la fraction organique dans les eaux usées des stations Charny et Valcartier en temps sec .....	107
Figure 56: ViCAs, $MeS=f(Vc)$ .....	109
Figure 57: FBRM, $Volume =f(Corde)$ .....	109
Figure 58: Relation taille/vitesse des eaux de la ville de Québec.....	110
Figure 59:Relation taille/vitesse des eaux des stations de Charny et Valcartier .....	112
Figure 60 : Composition des eaux usées d'après Tebbut, 1992.....	124
Figure 61 : Mesure de la taille de particule par la méthode FBRM (Daymo et al., 1998) .	126

Figure 62 : Pilote primEAU .....	128
Figure 63 : Pilote, les points d'échantillonnage à l'entrée et la sortie du pilote .....	130
Figure 64 : Pilote, interface tactile du décanteur primaire pilote.....	131
Figure 65 : Pilote, sonde de turbidité.....	133
Figure 66 : Flotteur du pilote primEAU.....	134
Figure 67 : Matériel pour l'essai.....	147
Figure 68 : Principe de la suspension homogène.....	148
Figure 69 : Courbe de la masse cumulée des solides ayant décantés en fonction du temps .....	148
Figure 70 : Exemple d'ajustement de $M(t)$ .....	150
Figure 71 : Exemple de courbe de distribution des vitesses de chute $F(V_s)$ .....	151
Figure 72 : Matériel d'essai ViCAs.....	152
Figure 73 : Matériel ViCAs avec système de remplissage .....	153
Figure 74 : Présentation du matériel ViCAs.....	154
Figure 75 : Versement de l'échantillon.....	155
Figure 76 : Fermeture de la vanne 1/4 de tour .....	155
Figure 77 : Mise en place de la nouvelle coupelle.....	156
Figure 78 : Déplacement de l'ancienne coupelle .....	156
Figure 79 : Bouchage de la colonne.....	157
Figure 80 : Prélèvement de la colonne.....	157
Figure 81 : Déversement de la colonne .....	157
Figure 82 : Aperçu des données à entrer dans la feuille Excel .....	159
Figure 83 : Ajustement de la courbe $M(t)$ .....	160
Figure 84 : Résolution avec le solveur Excel .....	160
Figure 85 : Résultat final du calcul sous Excel.....	161
Figure 86 : Test de reproductibilité ViCAs .....	162
Figure 87 : Essai de conservation ViCAs – Échantillon 1.....	168
Figure 88 : Essai de conservation ViCAs – Échantillon 2.....	169
Figure 89 : Essai de conservation ViCAs – Échantillon 1 et 2.....	170
Figure 90 : Comparaison d'un échantillon composite et non-composite .....	172
Figure 91 : Configuration du filtre des signaux électriques « C » et « F ».....	181
Figure 92 : Traitement du signal par le filtre « F ».....	181
Figure 93: Traitement du signal par le filtre « C » .....	182
Figure 94 : Courbe de distribution de la taille des particules avec présence de saletés dans l'hélice .....	186
Figure 95: La sonde FBRM D600R.....	191
Figure 96: Corde, la distance mesurée par FBRM.....	192
Figure 97: FBRM, scannage des particules .....	193
Figure 98 : Montage de mixage .....	194
Figure 99: Courbe de distribution de la taille des particules .....	195
Figure 100: Lasentec, vue d'ensemble .....	197
Figure 101: Régulateur de pression .....	200
Figure 102: Choix de vitesse de balayage de faisceau laser .....	201
Figure 103: Page d'accueil iC FBRM 4.1 .....	203
Figure 104: Choix du port de connexion .....	204

Figure 105: Enregistrement de l'expérience.....	205
Figure 106: Choix des paramètres temps de l'essai .....	206
Figure 107: Propreté de la sonde .....	207
Figure 108: En-tête de l'onglet de l'expérience.....	208
Figure 109: FBRM, fenêtre de résultat .....	210
Figure 110: FBRM, exportation des résultats.....	212
Figure 111: Distribution de vitesses de chute des particules de l'affluent de la ville de Québec (a).....	223
Figure 112: Distribution de vitesses de chute des particules de l'affluent de la ville de Québec (b).....	223
Figure 113 : Distribution de vitesses de chute des particules de l'effluent de la ville de Québec (b).....	224
Figure 114: distribution de vitesses de chute des particules de l'effluent de la ville de Québec (b).....	225
Figure 115 : Distribution de vitesses de chute des MeS et MVeS des particules de l'affluent de Charny (08/08/2012).....	227
Figure 116: Distribution de vitesses de chute des MeS et MVeS des particules de l'affluent de Valcartier (03/07/2012).....	227

# Liste des abréviations

ADM: Anaerobic digestion model

Amu : Unité de masse atomique unifiée utilisée pour indiquer la masse à l'échelle atomique ou moléculaire (masse atomique).

ASM: Activated sludge model

$D_{eq}$  : Diamètre équivalent

$D_{50}$  : Diamètre médian

ESZ : Electrical sensing zone

FBRM : Focused Beam Reflectance Measurement

MeS : Matière en suspension

MVeS : Matière volatile en suspension

$V_{50}$  : Vitesse médiane

ViCAs : Vitesse de chute des particules



# Introduction

## Contexte du projet primEAU

La terre est majoritairement composée d'eau, elle couvre environ 70% de sa surface. Malgré son abondance, 97% des ressources sont de l'eau salée et l'eau douce ne présente que 3%. Cette faible quantité a poussé l'homme à penser au traitement des eaux résiduaires. Les eaux usées municipales contiennent généralement des déchets d'origine humaine et d'autres déchets organiques, des pathogènes, des microorganismes, des matières en suspension ainsi que des substances chimiques à usage domestique et industriel qui peuvent présenter des risques pour la santé humaine et pour l'environnement.

Le traitement des eaux résiduaires avant leur rejet dans le milieu naturel permet de réduire les risques pour la santé humaine et l'environnement. La prise de conscience de la nécessité de traiter les eaux usées avant leur rejet dans le milieu naturel a commencé à la fin des années 70, aboutissant au lancement du programme d'assainissement des eaux au Québec en 1978. Des programmes de subvention ont permis la construction de nombreuses stations d'épuration dont deux sont installées dans la ville de Québec, la station EST et la station OUEST.

Le conseil canadien des ministres de l'environnement (CCME) a élaboré la stratégie pancanadienne pour la gestion des effluents d'eaux usées municipales, qui vise à contrôler la qualité des effluents rejetés dans les eaux de surface par les ouvrages d'assainissement. La Stratégie aborde la gouvernance, la performance des ouvrages d'assainissement et la qualité des effluents. Par conséquent, la performance des stations d'épuration et la qualité de l'effluent sont sujet de contrôle et de suivi de façon régulière.

Le projet primEAU s'intègre dans ce cadre. Il a pour but d'améliorer le rendement de la station d'épuration en améliorant l'étape du traitement primaire. L'objectif majeur du traitement des eaux usées est de fournir un produit final qui réponde aux normes de rejets, quelque soit la qualité de l'eau à un coût raisonnable. La réalisation de cet objectif nécessite des installations d'ingénierie capables d'enlever les polluants. La conception de ces installations d'élimination bénéficie de modèles qui prédisent le comportement de l'unité

du traitement. A plus long terme, le projet *primEAU* vise à accroître la connaissance des phénomènes de décantation des eaux usées en premier lieu, et à développer un modèle dynamique qui reproduit le comportement de l'unité de traitement primaire. La modélisation de la décantation primaire des polluants dans le rejet urbain permet d'améliorer l'étape de traitement primaire, améliorer leur conception, contrôler la quantité des coagulants/floculants à ajouter éventuellement et déterminer en temps réel la qualité de l'effluent en fonction des caractéristiques de l'affluent (débit et concentration en polluants) et des paramètres du décanteur primaire (forme, superficie, avec ou sans lamelles).

Le modèle doit être compatible avec les modèles ASM (boue activée) et ADM (digesteur anaérobie) car ces modèles sont utilisés pour décrire les étapes suivantes du traitement. L'originalité du projet *primEAU* est qu'il prévoit la simulation de la vitesse de décantation des polluants en fractionnant les particules de l'affluent en plusieurs classes selon leur vitesse de chute. Le modèle doit être intégrable dans les modèles ASM et ADM en développant une relation entre les fractions du modèle *primEAU* et les paramètres des équations de modélisation d'ASM et d'ADM.

La plupart des modèles de décantation proposés dans la littérature dépendent de la matière en suspension (MeS) (Torres, 2008). De plus la mesure des MeS en amont et en aval de la station d'épuration permet d'établir le niveau d'efficacité des procédés utilisés. La modélisation de la décantation des MeS des eaux usées dans des ouvrages réels de grande taille constituent un champ de recherche encore largement ouvert, que le projet *primEAU* aborde. Les principales questions concernaient deux aspects distincts mais absolument complémentaires : la taille et la vitesse de chute des particules.

Ce projet de maîtrise vise à fournir la base de données pour le modèle en déterminant la caractérisation physique des particules à l'affluent et à l'effluent du décanteur primaire.

### **La démarche**

Il est à noter que l'élaboration de ce modèle constitue la base des travaux de recherche du doctorat de Bachis (2013). Afin de fournir la base de données nécessaire pour ce modèle, des campagnes de mesures ont été menées à l'été 2011 et 2012 durant lesquelles des

mesures des caractéristiques physiques des solides décantés (vitesses de chute, distribution de la taille des particules) ont été faites.

La démarche de ce travail consiste à réaliser des prélèvements sous différentes conditions où les facteurs de concentration, de type de charge en polluants et le débit d'alimentation de décanteurs sont variables. Il s'agit d'observer dans quelle mesure ces paramètres influencent le processus de séparation solide/liquide et le rendement du décanteur primaire. Ces informations récoltées sur la taille des particules et leur vitesse de chute permettront de calibrer le modèle en première étape, et prédire son comportement sous différentes conditions par la suite.

Les travaux ont été menés principalement sur les eaux usées de la ville de Québec, précisément sur un décanteur primaire pilote installé à la station de Beauport-EST. Ensuite, des campagnes d'échantillonnage ont été effectuées à d'autres stations d'épuration de la région de Québec (Charny et Valcartier) afin de généraliser les observations réalisées.

### **Aperçu**

Le sujet de caractérisation de l'affluent et de l'effluent du décanteur primaire en termes de taille et de vitesse de chute des polluants sera traité tout au long de ce mémoire. Au début une description détaillée des différentes techniques de mesure de taille et de vitesse de chute des particules est donnée dans la revue de littérature. La description est accompagnée d'une évaluation de la fiabilité des résultats obtenus par ces différentes techniques, et d'une comparaison de ces résultats permettant de choisir les techniques convenables pour mener ce travail de recherche. Ensuite, une description du matériel choisi et de la méthodologie établie sont détaillées dans le troisième chapitre. Le chapitre quatre synthétise les résultats expérimentaux obtenus. Le mémoire se termine avec la conclusion et les recommandations proposées pour la continuation des recherches sur le sujet.

# 1. Synthèse bibliographique

## 1.1. Introduction

Dans l'eau usée, la plupart des polluants d'intérêt pour la santé humaine et l'environnement sont associés à des particules solides qui constituent la **matière en suspension** (MeS). Les MeS sont insolubles et constituent 1% en près de l'eau usée brute. Ce sont des matières fines à environ 30% minérales et 70% organiques (la composition des MeS est détaillée d'avantage en annexe A). Elles sont à l'origine de la dégradation de la qualité de l'eau par le transfert de substances polluantes associées aux particules.

Le traitement des eaux usées consiste principalement en l'élimination des polluants avec un rendement compris le plus souvent entre 50 et 80% pour les MeS en décantation primaire (Michelbach et Wöhrle, 1994). La décantation primaire est utilisée pour enlever les matières en suspension afin d'alléger la charge organique envoyé au traitement secondaire. En conséquence, les processus physiques impliqués dans la décantation primaire visent à séparer la phase solide de la phase liquide par effet de gravité.

La fraction solide décantée au cours du traitement primaire, est proportionnelle à la surface du bassin et aux propriétés de décantation des matières en suspension, représentées par le critère de charge superficielle ( $Q/A$ ). Par conséquent, pour faire décanter tous les sédiments contenus dans l'eau, le rapport entre le débit traversier et la surface de sédimentation devait être égal à la vitesse de chute de la particule décantant le plus lentement (Torres, 2008). Fréquemment, la conception des décanteurs primaires est basée sur la vitesse de chute des particules (Chebbo et al., 2003). Cette vitesse peut varier de 1m/h jusqu'à 2,5m/h (Odegaard, 1998). Elle peut être estimée par des équations théoriques tels que Newton et Stokes (Levine et al., 1991). Ces relations sont établies sur les hypothèses suivantes :

- Densité commune pour chaque particule
- Forme sphérique pour toutes les particules
- Sédimentation discrète qui ne tient pas compte des phénomènes potentiels de floculation (Berrouard, 2010)

Mais réellement, les vitesses de chute des MeS dans les affluents sont très variables car les MeS présentent une variabilité spatio-temporelle importante de leurs concentration, granulométrie, forme et aptitude à l'agglomération (Odegaard, 1998).

Dans ce cadre, la caractérisation des MeS en terme de vitesse de chute constitue un paramètre essentiel de la gestion des eaux usées et de la conception des unités de traitement primaire. De plus, la détermination de la distribution de taille des particules permet de mieux améliorer le processus de décantation puisque la taille des particules est liée à sa vitesse de chute par plusieurs équations théoriques et empiriques.

Les paragraphes suivants sont consacrés à l'étude bibliographique de différents travaux réalisés pour estimer la taille et la vitesse de chute des polluants. Cette revue de littérature est axée sur trois aspects :

- 1- Les méthodes de détermination de la taille des particules et les résultats liés à ces méthodes.
- 2- La détermination de la vitesse de chute des MeS dans les eaux usées
- 3- La relation entre la taille et la vitesse de chute des particules.

## **1.2. Taille des particules en eau usée**

Généralement, la pratique actuelle consiste à quantifier la matière en suspension en tant que paramètres massiques (mg/l). Un des objectifs de ce projet est d'établir une caractérisation de la matière en suspension en termes de taille. Les sédiments sont rarement de taille unique ou homogène et donc ils font partie d'une distribution de taille. La distribution peut être représentée de différentes manières : elle peut être une distribution en fréquence ou cumulée en nombre ou en volume. La forme sous laquelle sont présentés les résultats dépend de la technique de mesure. Certaines techniques fournissent des distributions en nombre (traitement d'image) ou en masse (tamisage). D'autres techniques peuvent fournir des mesures sous plusieurs formes (en nombre ou en volume de particule) telles que le FBRM.

La forme de distribution de la taille des particules dépend du diamètre mesuré par la technique (**Tableau 1**); il y a des techniques qui mesurent la surface spécifique de la particule, d'autres techniques déterminent le diamètre de la particule.

**Tableau 1 : Exemple de différents diamètres moyens et de leur représentation mathématique (Torres, 2008)**

<b>DIAMETRE</b>	<b>DEFINITION</b>
Nombre - longueur	$d_{nl} = \frac{\sum_{i=1}^n d_i N_i}{\sum_{i=1}^n N_i}$
Nombre - volume	$d_{nv} = \sqrt[3]{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^3 N_i}{\sum_{i=1}^n N_i}}$
Volume – Moment (Poids – moment)	$d_{vm} = \frac{\sum_{i=1}^n d_i^4 N_i}{\sum_{i=1}^n d_i^3 N_i}$
Surface spécifique	$d_{BET} [\mu m] = \frac{6}{S_{BET} \rho}$

Avec  $i$  = classe des particules,  $N_i$  = nombre ou pourcentage des particules dans la classe  $i$ ,  $S_{BET}$  = surface spécifique ( $m^2/g$ ) et  $\rho$  = masse volumique ( $g/cm^3$ )

Dans ce qui suit, une description de différentes techniques de mesure de la taille des particules révélées dans la littérature.

### **1.2.1. Techniques de mesure de taille des particules**

Plusieurs travaux ont été faits et plusieurs techniques ont été créées pour déterminer la distribution de la taille des particules. Au début des années cinquante, des méthodes tels que l'analyse aux tamis, la technique d'analyse de sédimentation, la centrifugation et la filtration sur membrane ont été utilisées dans l'eau usée. Ces méthodes sont très classiques et ont été progressivement remplacés par des méthodes plus précises basées sur l'interaction lumière-particule. Parmi ces techniques, l'analyse d'image par ordinateur (Kwan et al.,

1999), le granulomètre à diffraction laser Malven 2200 (Kougoulous et al., 2005), des appareils de terrains directement utilisables sur site comme le Moniteur de particules FBRM Lasentec (Focused Beam Reflectance Measurement) ou encore des équipements plus particuliers utilisant des colonnes de sédimentation transparentes dont le fond est photographié (Wedd, 2005).

Ces différentes méthodes de mesure sont regroupées par Levine et al., (1985) sous trois grandes catégories : les instruments de microscopie, les instruments de comptage des particules et les instruments de séparation physique (**Tableau 2**).

**Tableau 2: Différentes techniques de mesure de taille de particules (adapté de Levine et al., 1985)**

<b>Technique</b>	<b>Gamme de taille (µm)</b>
<b><u>Microscopie</u></b>	
Transmission électronique	0,2 → 100
Scannage électronique	0,002 → 50
Analyse d'image	0,2 → 100
<b><u>Comptage de particules</u></b>	
Conductivité	0,2 → 100
Diffusion dynamique de lumière	0,0003 → 5
Obstruction de lumière	0,2 → 100
Diffraction de lumière	0,3 → 100
<b><u>Séparation</u></b>	
Centrifugation	0,08 → 100
Fractionnement par flux	0,2 → 100
Chromatographie par gel	0,0001 → 100
Photo sédimentation par gravitation	0,1 → 100
Sédimentation	0,05 → 100
Filtration par membrane	0,00012 → 1

Monnier et al. (1995) classent ces techniques de mesure de distribution de taille des particules autrement, ils les regroupent en deux grandes catégories. La première contient les techniques qui déterminent la distribution en fonction de la masse ou le volume des particules comme le tamisage, la filtration, la sédimentation, l'élutriation et la centrifugation. La deuxième catégorie regroupe les techniques qui déterminent la granulométrie de l'échantillon en fonction du comptage des particules. La deuxième classe comporte des méthodes qui se basent sur la détection électrique inventé par « Wallace Coulter », des méthodes d'analyse d'images et des méthodes de détection optique (absorption, diffraction et réfraction).

Un aperçu de différentes techniques de mesure est donné dans ce qui suit selon la classification de Monnier et al. (1995).

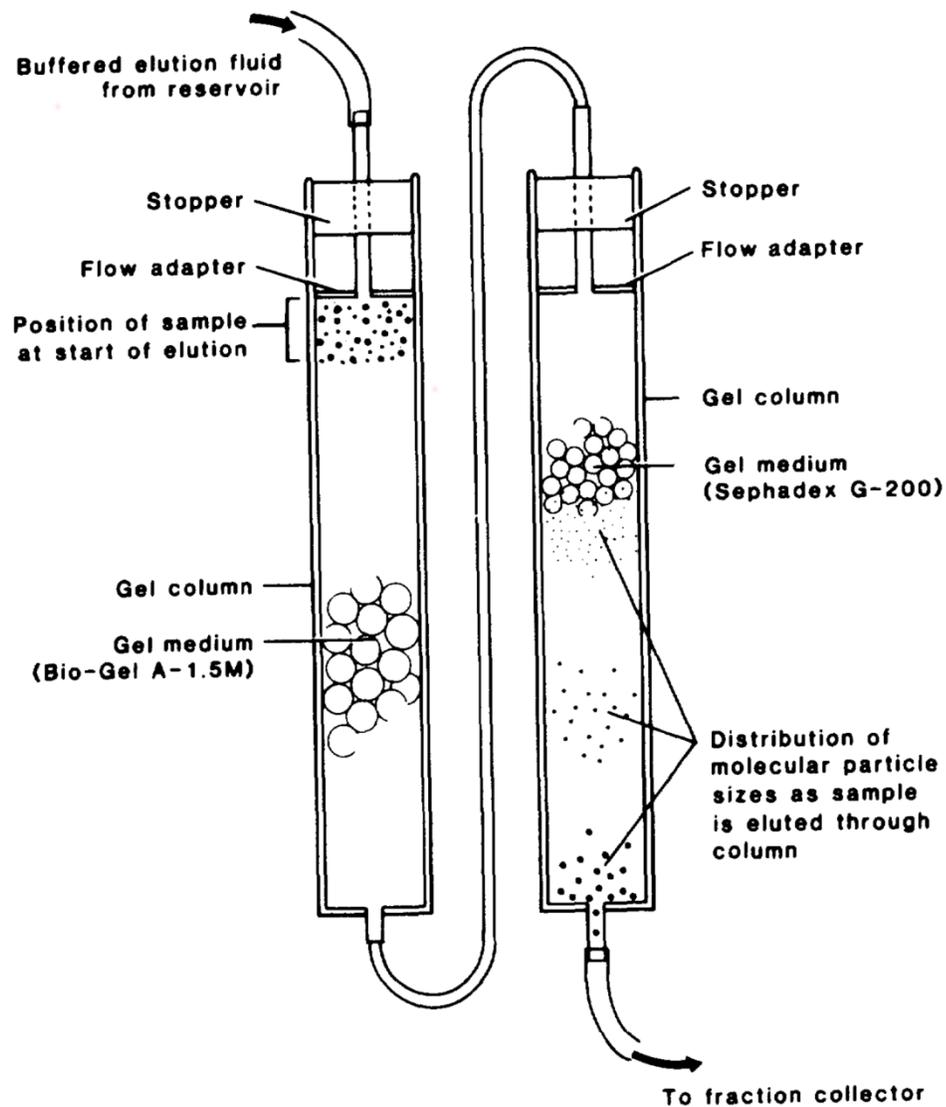
### **1.2.2. Les techniques se basant sur la masse ou le volume des particules**

Ces méthodes sont considérées comme des techniques classiques pour la séparation entre la phase liquide et la phase solide dans un fluide.

La première technique est *la filtration par chromatographie*, c'est une technique de séparation physique des polluants qui se base sur le volume des particules. La chromatographie permet de mesurer une large gamme de tailles de macromolécules organique de diamètre inférieur à 0,1  $\mu\text{m}$  (Levine et al., 1985).

L'instrument est formé de deux colonnes de chromatographie d'un diamètre intérieur de 25mm chacune et de longueur de 0,5m. Au cours de l'essai, un échantillon concentré est appliqué à une colonne de chromatographie, le gel est pompé à travers la colonne pour séparer les contaminants selon leur volume (**Figure 1**). Suivant leur taille, les polluants élués peuvent plus ou moins pénétrer dans les pores du gel. Les particules les plus petites sont d'avantage retenue que les plus grosses d'où le fractionnement des particules de l'échantillon à l'intérieur de la colonne. Plusieurs types de gel, chacun avec un domaine de séparation spécifique, sont utilisés pour l'élution des polluants de l'échantillon. En sortie de

colonne, un collecteur des particules fractionnées fournit une évaluation de la distribution de la taille des particules.



**Figure 1: Schéma de chromatographie avec gel (Levine et al., 1985)**

La deuxième technique est *la filtration en série*. Elle permet de déterminer la distribution de la taille des particules ayant un diamètre supérieur à 0,1 $\mu$ m avec filtration en série de la matière à l'aide des filtres en polycarbonates de porosité décroissante 12, 8, 5, 3, 1 et 0,1 $\mu$ m (Levine et al., 1985). C'est une méthode qui permet de déterminer la distribution de la taille des particules en fonction de la masse de la matière en suspension retenue par les filtres.

La troisième méthode est *la sédimentation*. Cette méthode de mesure est basée sur le comportement des particules en chute libre dans un fluide et elle fait partie d'ISO 13317 (l'organisation internationale de normalisation) (Wedd, 2005). La sédimentation ne devrait être utilisée que dans le cas de particules de densité connue et homogène (Quispe et al., 2000).

Lors de la sédimentation, les particules avec une densité supérieure à l'eau, vont avoir tendance à s'accumuler au fond de la colonne de décantation sous l'effet de la pesanteur. Puisque la vitesse de chute d'une particule est proportionnelle à son diamètre et à sa forme (Quispe et al., 2000), les particules avec une taille importante ont tendance à décanter plus rapidement que les petites particules. Par conséquent, la détermination de la masse des particules sédimentées permet de déterminer la distribution de la taille des particules. La sédimentation n'est pas aussi rapide ou pratique que d'autres techniques pour la détermination de la distribution de la taille des particules.

La quatrième méthode est le *tamissage*, c'est la méthode la plus répandue, surtout pour l'analyse d'agrégats ou de particules supérieures à 50  $\mu\text{m}$ . Elle permet dans certains cas d'analyser des particules fines (jusqu'à 5  $\mu\text{m}$ ). Cette technique demande des temps d'analyse relativement longs (5 à 30 minutes) (Levine et al., 1985).

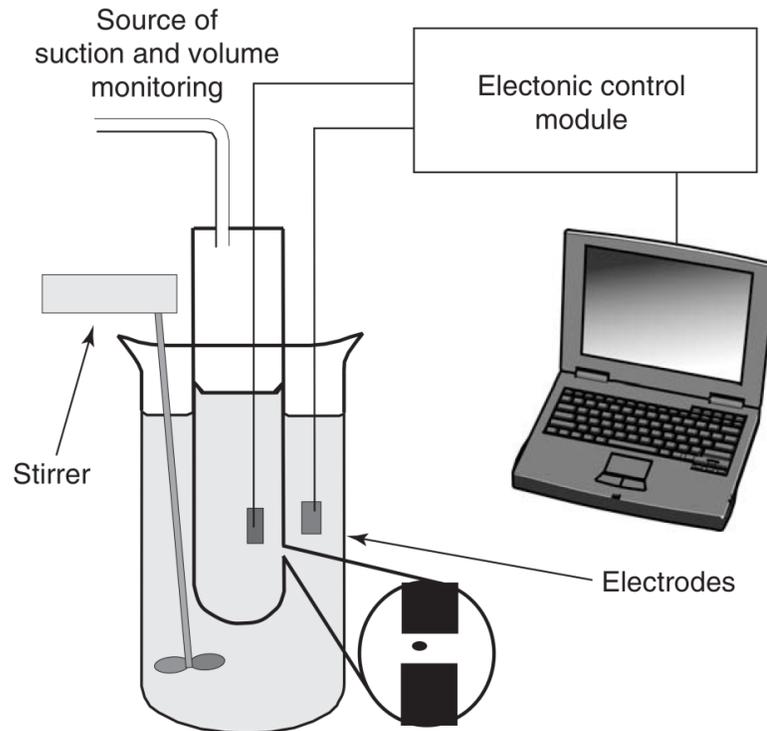
### **1.2.3. Les techniques se basant sur le comptage des particules**

Ce sont des instruments modernes qui ont été conçus pour être facile à utiliser. Ils déterminent la granulométrie des particules en suspension à partir des propriétés des rayons optiques engendrés suite à l'interaction lumière-particules.

La première méthode est l'*Electrical sensing zone* « ESZ », inventée par Wallace Coulter (Xu et Guida, 2003). Cette technique est basée sur le principe de zone sensible électrique pour la mesure directe de la distribution de tailles des particules dans un échantillon donné. Ce procédé exploite le changement de la conductivité d'un liquide par la présence d'une particule. Dans le montage de la sonde (voir la **Figure 2**), la zone sensible est un orifice situé dans la partie inférieure d'un tube de quartz. Pendant que l'échantillon est entraîné

dans le tube, ses particules en suspension homogène dans la solution d'électrolyte sont amenées à passer à travers une petite ouverture au travers de laquelle un champ électrique est appliqué. Quand la particule passe à travers l'ouverture, elle engendre une impulsion électrique proportionnelle à son volume. La réponse électrique de l'ouverture est calibrée par une gamme certifiée de particules de taille connue. Les particules sont examinées une par une, pour engendrer une distribution en volume ou en nombre de particule par unité de volume. La taille minimale mesurée par cette méthode est 1  $\mu\text{m}$ .

Cette méthode exige une concentration très faible des échantillons; la dilution est recommandée pour cette technique. L'ESZ est donc rapide et elle est statistiquement plus précise en comparaison avec d'autres méthodes. Comme les particules sont examinées une par une, la distribution de la taille des particules par ESZ fournit une évaluation fine de distribution de taille des particules. Cette technique a été largement appliquée à de nombreuses applications avec plus de 7 000 publications disponibles (Xu et Guida, 2003). La majorité des publications s'intéresse au comptage des particules métalliques dans les solutions. La technique « ESZ » est également utilisée dans les laboratoires de biologie médicale.

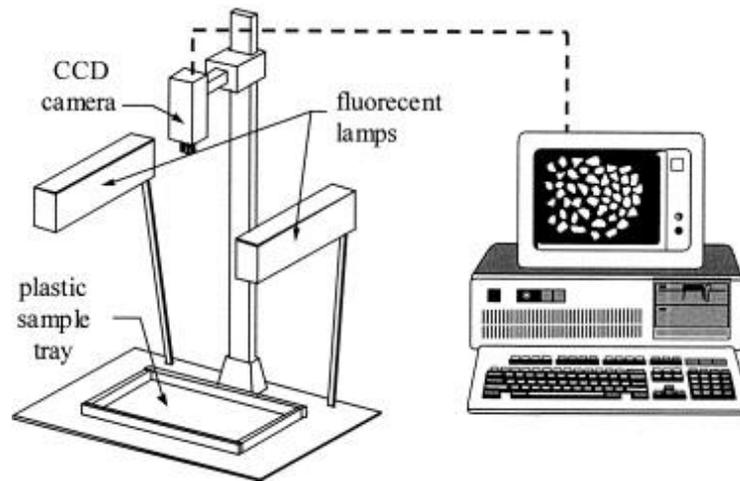


**Figure 2: Détecteur électrique de particules « ESZ » ( Wedd, 2005)**

La deuxième technique est le *traitement d'image*. Elle exige une petite caméra, un ordinateur et une source de lumière (voir **Figure 3**). Au cours de l'essai, les particules dispersées avec un substrat et illuminées par la source de lumière passent en dessous de la caméra. L'ordinateur enregistre rapidement les images des particules sous forme pixel et les enregistre pour les analyser ultérieurement et déterminer la distribution granulométrique. Le traitement d'image permet de mesurer une gamme de particules allant de  $0,2\mu\text{m}$  à  $1000\mu\text{m}$  (Wedd, 2005).

Dans cette technique, la particule est évaluée à partir de données de forme à deux dimensions qui compensent l'effet de l'orientation au hasard de la particule lors de son passage devant la caméra et donnent plus de précision dans l'évaluation de sa taille. Les logiciels de cette technique continuent à se développer pour augmenter le degré de précision pour l'identification des limites de la particule et rejeter les résultats de mesure des agglomérations. La délimitation de l'image de particule dépend des propriétés optiques

du milieu de suspension du procédé d'illumination. Cette technique nécessite une calibration avec une solution à granulométrie connue avant chaque utilisation.



**Figure 3: L'instrument d'analyse d'image (Kwan et al., 1999)**

Le *Malvern Mastersizer* est la troisième technique de comptage de particules qui exploite la technologie laser. Il existe plus qu'une génération de Mastersizer et ils sont tous basés sur le calcul de la forme produite par la diffraction d'un faisceau laser par les particules mesurées. La gamme des particules mesurables par le Mastersizer varie d'une génération à une autre, mais elle est généralement comprise entre  $0,5 \mu\text{m}$  et  $600 \mu\text{m}$  (Berrouard, 2010). Les diamètres obtenus sont exprimés en termes de volume de sphère équivalente et les unités de mesures sont exprimées en pourcentage par volume. La technique nécessite un prétraitement de l'échantillon avant sa mesure, ce qui peut affecter la forme des particules. Ce prétraitement consiste à séparer les particules à mesurer du liquide. La procédure d'analyse recommande le calibrage de l'appareil de temps en temps avec une solution à distribution de particule connue.

La quatrième technique est le *FBRM (Focused Beam Reflectance Measurement)*, développé par Lasentec et commercialisé par Mettler Toledo. Le FBRM est détaillé d'avantage dans la section suivante.

#### 1.2.4. La technique FBRM

Le moniteur Lasentec utilise une technique connue sous le nom de Focused Beam Reflectance Measurement (**FBRM**). Il effectue des mesures de taille des particules dans la gamme de 0,05 à 1000  $\mu\text{m}$  (Manuel d'utilisation Lasentec D600R).

##### ❖ Principe :

L'analyse de la taille des particules par laser ou la granulométrie laser est basée sur le phénomène de réflexion qui est le comportement de faisceau laser lorsqu'il rencontre un obstacle qui n'est pas complètement transparent ou d'indice de réflexion différent du milieu environnant (le solvant dans le cas des solutions chimiques). Le FBRM est mis en œuvre en utilisant une sonde cylindrique en acier inoxydable (manuel FBRM D600R) qui peut être facilement plongée dans les solutions à traiter. La source du laser et les détecteurs qui captent la lumière réfléchie sont logés dans le tube de la sonde de longueur 400 mm (**Figure 4**). Le faisceau laser scanne l'échantillon avec une vitesse fixe tout le long du test. Il traverse la fenêtre en saphir située sur la pointe de la sonde pour arriver aux particules en suspension dans l'échantillon. Lorsqu'une particule passe en-dessous de la sonde –par la surface de la fenêtre- sous l'effet de mélange, le faisceau de lumière focalisé coupe le bord d'une particule qui commence à rétrodiffuser la lumière. Cette rétrodiffusion se poursuit jusqu'à l'autre bord de la particule.

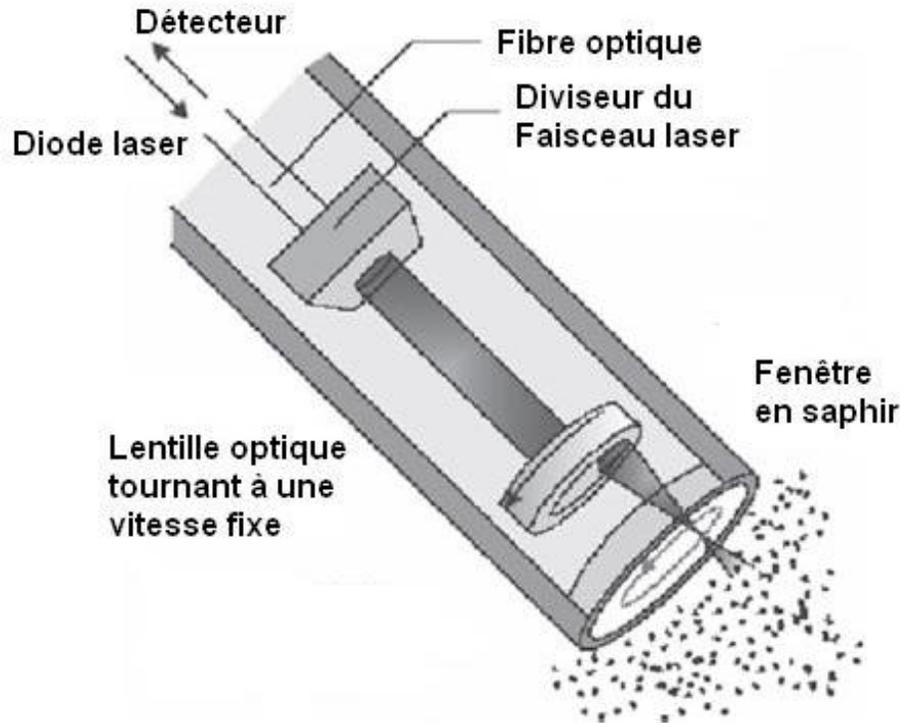


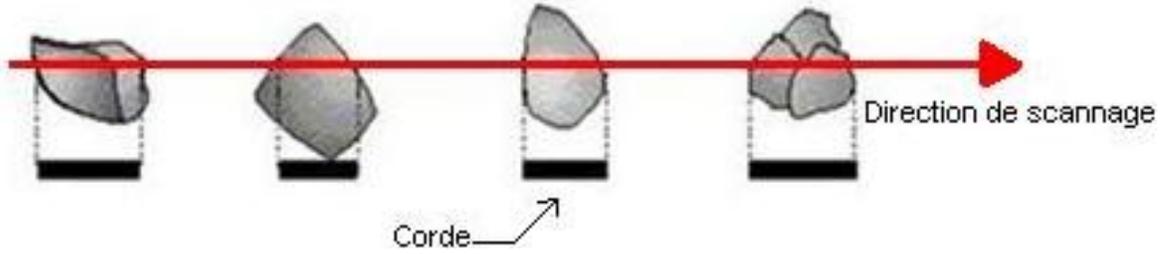
Figure 4: La sonde FBRM (Greaves et al., 2008)

#### ❖ Théorie

Le FBRM mesure la corde qui est la distance entre deux bords de chaque particule ou agglomérations de particules (**Figure 5**). Le temps de la rétrodiffusion de particules ou d'une structure des particules est mesuré et compté par le moniteur électronique. Comme la vitesse de la lumière laser est connue ( $V$ ) et le temps de rétrodiffusion est connue ( $T$ ), la longueur de la corde ( $C$ ) peut être estimée par:

$$C = V * T \quad (1.1)$$

Avec  $C$  : la corde en ( $\mu\text{m}$ ),  $V$  : la vitesse de balayage en ( $\text{m/s}$ ) et  $T$  : le temps de rétrodiffusion en seconde.



**Figure 5: FBRM, Définition de la corde (De Clercq et al., 2004)**

Un compteur affecté à chaque segment de la distribution de la taille enregistre chaque nouveau segment de particule durant le test. À la fin du cycle, l'instrument trace la courbe de distribution de la taille de particule en fonction du nombre de particules comptées. Une dizaine de milliers de cordes sont mesurées par le FBRM chaque seconde pour générer la distribution de la taille des particules en nombre par seconde (#/sec) (Heath et al., 2002; Hukkanen et Braatz., 2003).

La distribution des diamètres résultante est une distribution en nombre (#/sec), et est convertie en distribution conventionnelle en volume des particules en appliquant un cube de longueur pour chaque corde mesurée.

La distribution en nombre est définie comme suit (Kougoulos et al., 2004):

$$C_{\bar{n}} = \frac{\sum_{i=1}^k \left[ \frac{n_i}{\sum_{i=1}^k M_i} \right]}{\sum_{i=1}^k n_i / \sum_{i=1}^k n_i} = \frac{\sum_{i=1}^k n_i M_i}{\sum_{i=1}^k n_i M_i^0} \quad (1.2)$$

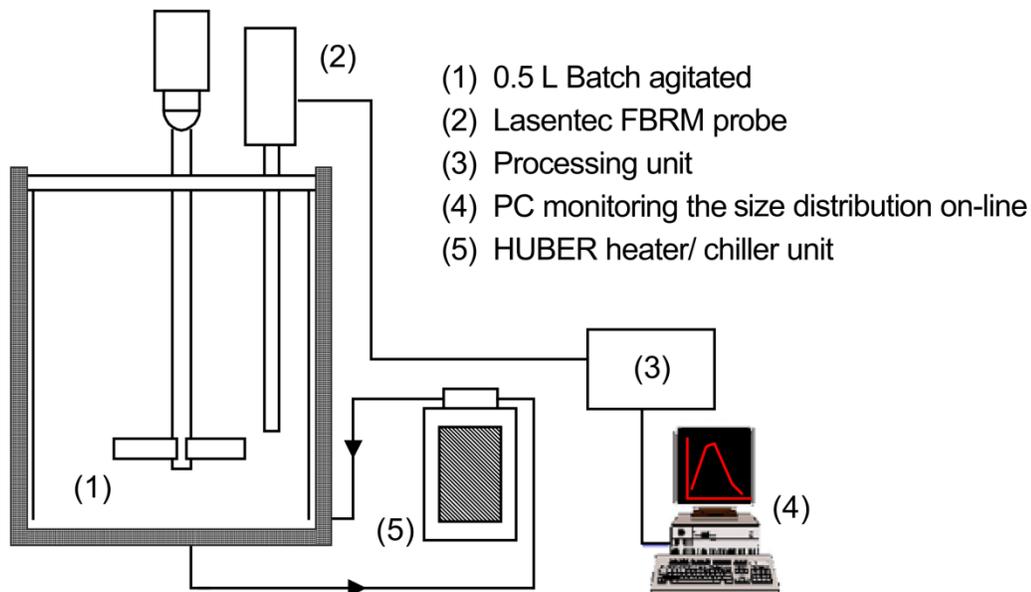
La distribution en volume est définie par l'équation suivante (Kougoulos et al., 2004):

$$C_{\bar{v}} = \frac{\sum_{i=1}^k \left[ \left( \frac{n_i M_i^3}{\sum_{i=1}^k n_i M_i^3} \right) M_i \right]}{\sum_{i=1}^k n_i M_i^3 / \sum_{i=1}^k n_i M_i^3} = \frac{\sum_{i=1}^k n_i M_i^4}{\sum_{i=1}^k n_i M_i^3} \quad (1.3)$$

Avec  $C_n$  : la distribution de particules en nombre,  $C_v$  : la distribution de particules en volume,  $n_i$  = le nombre de particules par gamme,  $M_i$  = le milieu d'une gamme de particule mesurée,  $k$  = le numéro de la gamme.

❖ **Montage :**

La technique FBRM est utilisée avec plusieurs types d'échantillons et dans différents domaines : l'industrie pharmaceutique, l'industrie pétrolière ou l'épuration (De Clercq et al., 2004). En général le FBRM est composé d'une sonde liée à l'unité centrale par des fibres optiques et un ordinateur pour l'interprétation des résultats. En cas d'utilisation au laboratoire, il s'ajoute au montage un agitateur pour maintenir les particules en suspension le long du test. La configuration standard de FBRM est donnée à la **Figure 6**.



**Figure 6: Le dispositif expérimental de la technique FBRM (Kougoulos et al., 2005)**

Plusieurs appareils basés sur le principe FBRM ont été développés dans la littérature (M400L, D600X, M400LF, M600F, D600L...etc). Ils ont la même configuration générale, mais les caractéristiques de l'instrument telles que la vitesse de balayage du faisceau laser, la vitesse de mélange et la gamme de particules identifiée par chacun d'eux varient d'un modèle à un autre. Quelques modèles de FBRM sont caractérisés d'une distance focale

réglable qu'on peut la changer selon les besoins de l'échantillon : plus la distance focale est petite, plus le faisceau laser détecte les petites particules ( Worlitschek et Mazzotti, 2002). D'autres modèles sont munis d'une caméra fixée à coté de la sonde pour prendre des images de l'échantillon en parallèle à la mesure par laser (Wang et al.,2007).

❖ **Avantage :**

Le grand avantage du Lasentec est que les données sont acquises en ligne et en temps réel (Barrett et Glennon 1999). La sonde FBRM est flexible : elle peut être utilisée au laboratoire avec des échantillons ou sur le site directement dans l'affluent ou l'effluent des eaux usées par exemple. En plus, la distribution de la taille obtenue par la sonde Lasentec est considérée la plus large sur le marché : elle couvre une gamme qui dépasse la gamme obtenue par la technique de diffraction laser ou la technique d'analyse d'images (Kougoulos et al., 2005). Le diamètre équivalent pouvant être identifié par l'instrument varie de 0,05 $\mu$ m à 1 000 $\mu$ m (Manuel d'utilisation Lasentec D600R).

### **1.2.5. Comparaison des techniques de mesures de distribution de taille des particules**

La littérature ne présente pas d'unicité pour les méthodes de mesure de taille de particules. Selon le **Tableau 3**, il existe plusieurs techniques et chacune a sa propre gamme de mesure. Chaque méthode a son domaine d'application. Par exemple le tamisage, qui est une méthode très populaire, est utilisé seulement avec les particules de taille supérieure à 50 $\mu$ m. La filtration en série, qui est une méthode très fréquemment utilisée, ne s'applique pas aux fractions en suspension où les diamètres sont très petits (<0,1  $\mu$ m).

En outre, les conditions d'application des méthodes créent les avantages et les inconvénients de l'utilisation. La chromatographie nécessite un échantillon concentré, par contre l'ESZ exige un échantillon à faible concentration. La modification de l'échantillon soit par dilution ou autre, peut entraîner une modification de la distribution des particules. D'autres techniques nécessitent l'ajout d'un dispersant comme dans le cas du traitement par image. Tous ces ajouts peuvent contribuer à la modification de la forme de particule.

En conclusion, chaque méthode présente des avantages et des limites d'utilisation. Chaque méthode doit répondre aux besoins du projet et elle doit réaliser les objectifs du projet en prenant en considération le type d'échantillon à analyser.

**Tableau 3 : Comparaison des techniques de mesures de taille des particules**

<b>Technique</b>	<b>Gamme mesurable</b>	<b>Condition d'utilisation</b>
Chromatographie	< 0,1 µm	Nécessite un échantillon concentré
Filtration en série	> 0,1 µm	Utilisable avec des particules à densité connue et homogène
Sédimentation		Prend beaucoup de temps
Tamissage	> 50 µm	Prend beaucoup de temps
ESZ	> 1 µm	Faible concentration → dilution de l'échantillon
Traitement d'image	0,2 - 1000 µm	Utilisation d'un dispersant
Malven Mastersizer	0,5 - 600 µm	Utilisation d'un dispersant
FBRM	0,05 - 1000 µm	Non utilisable avec des échantillons contenant des huiles

### **1.2.6. Les difficultés et les incertitudes de mesure de la distribution de taille des polluants dans l'eau usée**

La détermination de la granulométrie dans un milieu tel que les affluents urbains fait apparaître de nombreuses difficultés aussi bien sur le plan de la représentativité et de la répétabilité, que sur celui de l'interprétation et de la fiabilité des résultats fournis par les différentes techniques. Plusieurs facteurs influencent les résultats de granulométrie des eaux usées; ce dont il sera question ci-après.

Dans les eaux usées, il n'existe pas de composition type; les eaux résiduelles d'origine domestique par exemple ont une caractéristique assez connue, sont qu'elles contiennent beaucoup de micro-organismes. Quant aux rejets industriels, ils sont très variables et dépendent de la nature des productions et de la nature des activités de l'industrie. Les eaux

usées de ruissellement sont aussi très variables et dépendent du contexte hydrologique et de l'aménagement du territoire (Thomas, 1995) prendre l'article du mémoire.

En outre, l'établissement de la granulométrie présente un certain nombre de défis en raison des caractéristiques hétérogènes des particules, leur forme, leur densité, l'indice de réfraction et d'autres propriétés physiques qui sont généralement non uniformes d'une particule à une autre au sein de la même eau (Kavanaugh et al., 1980). Ces mesures sont de plus encore compliquées par plusieurs autres facteurs, comme la rupture ou l'agrégation des particules lors de l'échantillonnage, au cours de la préparation de l'échantillon ou au cours de la mesure.

En plus de l'hétérogénéité des particules, les différentes approches de calcul appliquées par les techniques de mesure jouent un rôle très important dans la variation des résultats de distribution de la taille des particules obtenues. Il existe des techniques qui prennent en considération la forme réelle de la particule, d'autres assument les particules à des sphères. Ces approches dépendent aussi du paramètre identifié par le protocole qui peut justifier l'écart entre les résultats. Selon les techniques de granulométrie, il existe plus qu'un paramètre pour déterminer la taille des particules ; les diamètres les plus utilisés sont les diamètres de sphères équivalentes ou ESD (de l'anglais « Equivalent Spherical Diameter ») et particulièrement le diamètre en volume  $d_v$  qui correspond au diamètre de la sphère ayant le même volume que la particule. Chaque technique de mesure utilise une certaine définition du diamètre qui, pour une géométrie sphérique, devrait donner le même résultat (**Tableau 4**). Par contre, pour des formes non sphériques des particules, les résultats changent en fonction de la définition du diamètre (Torres, 2008).

**Tableau 4: Différentes définitions du diamètre des particules (Xu et Guida, 2003)**

<b>Diamètre</b>	<b>Symbole</b>	<b>Définition</b>
Diamètre de stokes	$d_{st}$	Diamètre d'une sphère chutant librement à la même vitesse que la particule dans un fluide donné
Diamètre en volume	$d_v$	Diamètre d'une sphère de même volume que la particule
Diamètre de la surface projetée	$d_A$	Diamètre du cercle ayant la même surface projetée que celle de la particule
Diamètre de Féret	$d_F$	Distance entre deux tangentes parallèles à des cotés opposés de la particule
Diamètre de Féret maximum	$d_{Fmax}$	Distance maximale entre deux tangentes parallèles sur des cotés opposés de la particule
Diamètre de Féret minimum	$d_{Fmin}$	Distance minimale entre deux tangentes parallèles à des cotés opposés de la particule

Plusieurs techniques nécessitent une pré-préparation des échantillons et l'ajout de quelques produits comme le gel dans le cas de la chromatographie et le dispersant pour le microscope électronique. Ces ajouts peuvent contribuer à la modification de la structure des particules et par la suite la distribution de la taille des particules dans l'échantillon.

Plus particulièrement, les techniques basées sur le traitement des paramètres optiques sont les plus sensibles aux incertitudes parce qu'elles dépendent de l'orientation de la particule lors de mesure, l'intensité du faisceau diffusé (Sparks et Dobbs 1993), la longueur d'onde, le rapport longueur d'onde/taille de particule, l'indice de réfraction de la particule et du milieu de suspension. Pour un ensemble de particules, à ces paramètres s'ajoute la concentration en particules (Levine et al., 1985; Kougoulos, 2005). Le FBRM est un des protocoles qui dépendent des paramètres optiques pour la mesure de la distribution de la taille des particules. Ce qui suit donne un aperçu des différents facteurs qui contribuent à la variation des résultats de distribution.

Le FBRM est un appareil dont le protocole dépend de plusieurs paramètres et nécessite des réglages avant l'analyse de l'échantillon. Ces paramètres dépendent de la nature des particules mesurées et de la génération du Lasentec. Plusieurs études ont été effectuées pour mettre le point sur l'effet de ces paramètres sur la distribution de tailles des particules.

**a. Effet de la concentration en particules :**

Ruf et al. (2000) ont étudié l'effet de concentration en matière solide sur la pénétration du rayon laser dans l'échantillon. Ils ont montré qu'une concentration élevée diminue la pénétration du rayon laser. Selon eux, le FBRM se limite à la mesure des particules les plus proches de la fenêtre de la sonde. Par contre, Monnier et al. (1995) ont prouvé qu'une concentration élevée en matière en suspension d'un échantillon augmente le nombre de particules comptées par l'instrument FBRM. Yu et Erickson. (2007) ont démontré que le diamètre médian  $D_{50}$  (équivalent au diamètre de 50% de la gamme de particules mesurée) augmente avec l'augmentation de la concentration jusqu'à atteindre une certaine concentration à partir de laquelle la sonde devient incapable de mesurer l'échantillon.

**b. La distance entre le point focal et la particule :**

La variation de la distance entre la particule et le point focal influence les résultats de distribution de la taille des particules. Des travaux antérieurs ont révélé que lorsqu'on augmente la distance focale, la particule apparaît plus petite que sa taille réelle en raison de l'élargissement et l'affaiblissement du faisceau laser se propageant à travers elle (Ruf et al., 2000).

**c. Effet des propriétés optiques des particules et des solutions:**

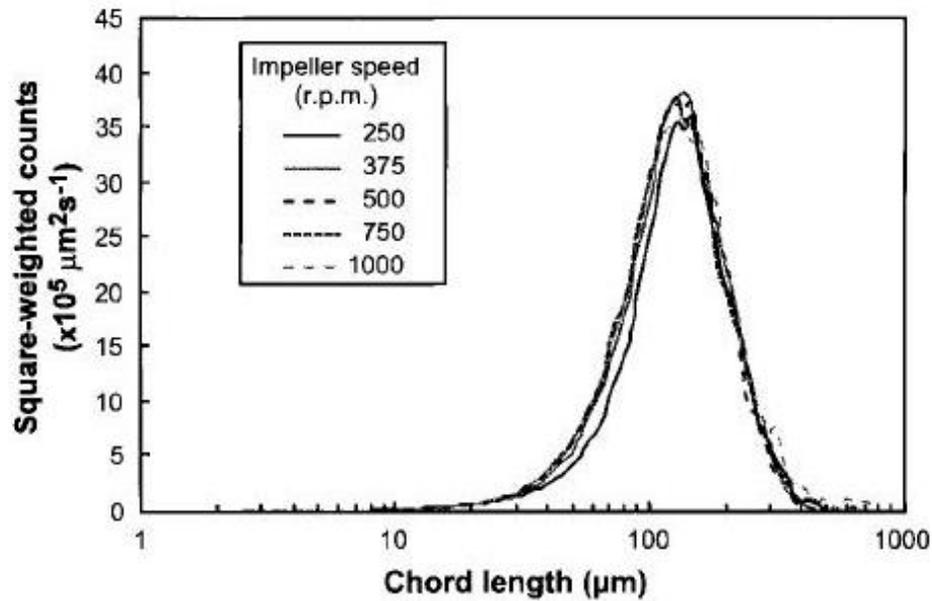
La lumière réfléchie à partir d'une particule est utilisée par le FBRM pour déterminer ses limites. Donc, plus la particule est rugueuse plus l'intensité de la lumière réfléchie est importante et plus le FBRM distingue les particules du liquide. Greaves et al. (2008) ont montré que la distribution de la taille des particules dépend fortement des propriétés optiques des particules surtout pour les fines particules de diamètre inférieur à 20  $\mu\text{m}$ . Selon Heath et al. (2002), lorsque les particules ont un indice de réfraction similaire à

l'indice de réfraction du milieu de suspension, la sonde FBRM ne réussit pas à mesurer la longueur de la corde et le nombre de particules correctement et elle donne des distributions très différentes des distributions réelles. En effet, elle n'arrive pas à distinguer les particules de leur milieu de suspension. Par conséquent, le nombre total des particules dans un échantillon est très largement dépendant de la nature du liquide : il augmente à mesure que l'indice de réfraction du liquide diminue (Heath et al., 2002).

#### **d. Effet de la vitesse d'agitation :**

Dans le cas de l'utilisation du FBRM en laboratoire, une agitation de l'échantillon est nécessaire pour maintenir les particules en suspension. Par contre, un mauvais choix de la vitesse de mélange peut contribuer à la variation des résultats de distribution.

Les résultats des études faites sur l'effet de l'agitation des particules sont en contradiction dans la littérature. Heath et al. (2002) n'ont pas trouvé d'effet significatif de la vitesse d'agitation sur la taille des particules dans la plage de 500rpm à 1000rpm (**Figure 7**), alors que, Monnier et al (1995) ont montré que l'augmentation de la vitesse de l'hélice d'agitation de 500rpm à 2000rpm augmente à la fois le nombre et la taille des particules mesurées. La vitesse d'agitation peut entraîner aussi des modifications sur la forme et la structure des particules (Kougoulos et al., 2005).



**Figure 7: Effet de vitesse d'agitation sur les courbes de distribution des particules de calcite (Heath et al., 2002)**

L'agitation de l'échantillon avec une vitesse très élevée peut entraîner des bulles d'air dans l'échantillon, ce qui conduit à l'augmentation du nombre de particules comptées. Daymo et al. (1998) ont comparé deux distributions de taille de particules du même échantillon avant et après l'injection des bulles d'air et ont montré que les bulles d'air augmentent la taille moyenne des particules.

### 1.2.7. Résultats de classification

Plusieurs auteurs se sont penchés sur l'étude de la classification de la matière en suspension des eaux usées, spécialement, la distribution de la taille des particules. Ces études ont été réalisées dans le but de fractionner les polluants des eaux usées sous différentes gammes de taille. Deux types de classes sont trouvés dans la littérature; une première déterminé par Rickert et Hunter, (1967). Ils ont classé les particules en matière décantable, matière colloïdale et matière soluble en se basant sur différents techniques de séparation physique. Une deuxième classification qui rajoute une classe entre la fraction colloïdale et la fraction décantable, cette fraction est appelé « la fraction supra-colloïdale » (Heukelekian. et Balmat, 1959). Depuis, il existe deux types de classifications des polluants, le premier type

comprend trois classes et le deuxième type contient quatre classes. Les limites de chaque classe varient d'une étude à une autre (voir **Tableau 5**).

**Tableau 5: Classification des polluants dans les eaux usées selon Sophonsiri et Morgenroth (2004)**

Les auteurs	Les trois classes de particules			
	Particules solubles	Particules colloïdales	Particules supra-colloïdales	Particules décantables
Rickert et Hunter (1967)	<0,1 µm	1µm - 100µm	-	>100µm
Heukelekian et Balmat (1959)	<0,1 µm	0,1µm - 1µm	1µm - 100µm	>100µm
Levine et al. (1985)	<0,08 µm	0,08µm - 1µm	1µm - 100µm	>100µm
Klop et Koppe (1990)	< 0,07µm	-	0,07µm - 2µm	> 2 µm
Hu et al. (2002)	<10 000 amu	10 000 amu- 1µm	> 1µm	-
Sophonsiri et Morgenroth (2004)	<100 000 amu	100 000 amu - 1,2µm	1,2µm – 63µm	> 63µm

Amu : est l'unité standard utilisée pour indiquer la taille à l'échelle atomique ou moléculaire.

Un autre type de classification a été désigné par Chebbo et Bachoc (1992) où ils classent la matière en suspension des eaux résiduaires en des fines et grosses particules. Les particules fines selon la définition de Chebbo et Bachoc sont les particules avec un diamètre inférieur à 100µm. Elles prédominent dans la matière en suspension des eaux résiduaires et elles représentent entre 66% et 85% de la masse totale de la matière en suspension avec un diamètre médian  $D_{50}$  variant entre 25µm et 44µm. Les grosses particules sont celles avec un diamètre supérieur à 100µm.

Des études ont associé les polluants à chaque gamme de particules. Il a été trouvé en général que 25 % de la DCO est sous la forme soluble (définie comme la taille des

particules de taille < 0,08 µm). 15 % de la matière organique a été jugée sous la forme colloïdale (0,08–1 µm), 26 % sous la forme supra-colloïdale (1-100 µm) et 34 % comme particules décantables (> 100 µm) (Odegaard, 1998).

Un aperçu des distributions granulométriques mesurées dans les eaux usées municipales en fonction de la taille des particules est fourni au **Tableau 6** :

**Tableau 6: Composition de la matière en suspension d'eau usée (Levine et al.,1985)**

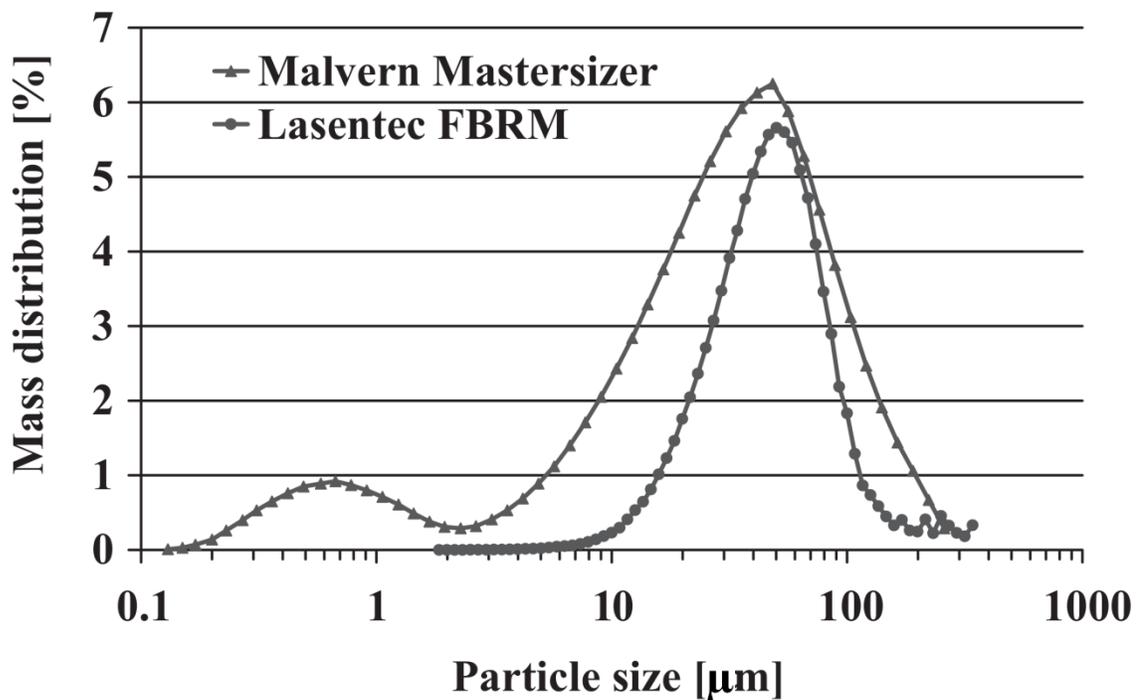
<b>Classification</b>	Soluble	Colloïdale	Supra-colloïdale	Décantable
Taille (µm)	<0,08	0,08-1	1-100	>100
DCO (% du total)	25	15	26	34
COT (% du total)	31	14	24	31
<b>Matière organique (% du total de solides)</b>				
Lipide	12	51	24	19
Protéine	4	25	45	25
Carbohydate	58	7	11	24
Taux d'oxydation K (d <sup>-1</sup> ) (base 10)	0,39	0,22	0,09	0,08

### **1.2.8. Comparaison des résultats de distribution de taille des particules obtenus par différentes techniques**

Le sujet de la différence entre les résultats de distribution de taille des particules d'un instrument à un autre a été interprété par plusieurs auteurs. La comparaison des résultats de mesure des particules de PVC faite à la fois par le FBRM et l'analyse d'image, révèle que le FBRM sur-dimensionne les particules non-sphériques et élargit la distribution granulométrique des particules (Yu et Erickson, 2007). La gamme des particules identifiée par le FBRM pour l'échantillon de PVC est plus large que celle mesurée par la technique d'analyse d'image et c'est dû à la fois à l'effet de l'orientation des particules et aux hypothèses utilisées dans le processus de traitement des données par le FBRM. Le protocole d'analyse d'image mesure les particules une par une en tenant compte de leur forme, mais le FBRM détermine la taille de particules en fonction de la corde qui varie en

fonction de l'orientation de la particule lors de son passage devant les rayons laser (voir l'annexe B).

Kougoulous et al. (2005) ont montré que le FBRM est incapable de détecter les particules de gamme (1  $\mu\text{m}$  -3  $\mu\text{m}$ ) avec la même précision que la technique de diffraction laser à raison de la faible résolution FBRM par rapport au Mastersizer. La comparaison de distribution de taille de particules faite par (Heath et al 2002) avec les techniques de diffraction laser (Mastersizer ) et ESZ prouve que le FBRM surestime les fines particules, mais il donne des résultats comparables pour les particules de taille comprise entre 50  $\mu\text{m}$  et 400  $\mu\text{m}$  ce qui est en contradiction avec les résultats de Kougoulous et al. (2005) qui ont suivi le phénomène de cristallisation avec les deux techniques FBRM et Mastersizer et ils ont montré que le Mastersizer surestime les particules en dessous de 1 $\mu\text{m}$  (**Figure 8**).



**Figure 8: Contrôle de cristallisation avec les deux techniques FBRM et Mastersizer (Kougoulous et al., 2005)**

Un aperçu des études de comparaison faites avec plus qu'une technique de mesure de granulométrie sur plusieurs types de particules est donné au **Tableau 7**. Des particules de différentes natures (Carbone, sable, sucre...etc) ont été mesurées principalement par la technologie FBRM. Ensuite, les mêmes échantillons ont été mesurés à l'aide d'autres techniques (Mastersizer, ESZ, microscope électronique...etc). La comparaison des résultats obtenus montre une différence entre la distribution de tailles des particules déterminées d'une technique à une autre. Heath et al. (2002) montrent qu'il existe une relation entre le diamètre équivalent mesuré par le Mastersizer et le tamisage, et la corde identifiée par le FBRM (voir **Tableau 7**).

**Tableau 7: Comparaison des résultats de FBRM avec d'autres techniques (Heath et al., 2002)**

<b>Particules mesurées</b>	<b>Les techniques de mesure</b>	<b>Relation entre la corde (FBRM) et le Diamètre (mesuré par d'autres techniques) (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
Carbone, aluminium et sable	Diffraction laser (Mastersizer), FBRM	$\text{FBRM} = 52,35 + 1,036 * (\text{Mastersizer})$
Latex	Diffraction laser, ESZ, microscope électronique et Tamisage, FBRM	FBRM sous-estime les particules $> 100\mu\text{m}$ FBRM sur-estime les particules $< 100\mu\text{m}$
Sucre	Tamisage (30-250 $\mu\text{m}$ ), FBRM	$\text{Tamisage} = 2,04 * 10^{-3} (\text{FBRM})^{2,28}$
Pollen, latex	Diffraction laser, ESZ, FBRM	FBRM Sous-estime $> 500\mu\text{m}$ FBRM Sur-estime $< 150\mu\text{m}$
Silice	Diffraction laser (Mastersizer), FBRM	$\text{FBRM} = 10,09 + 0,586 * (\text{Mastersizer})$

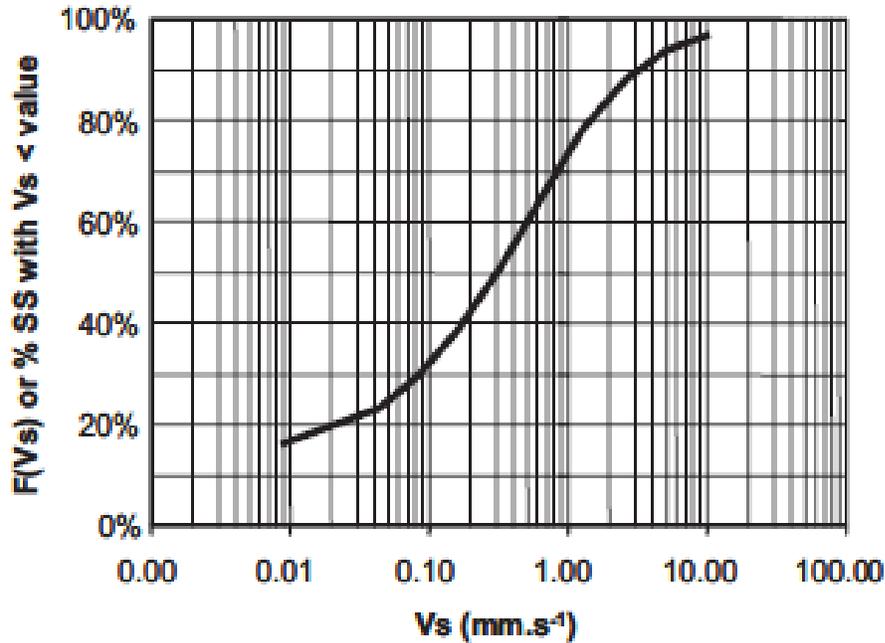
D'après ce tableau, les différents instruments ne fournissent pas la même estimation de propriétés physiques des particules. Par conséquent, la comparaison des résultats trouvés dans la littérature n'est pas fiable à condition d'avoir une description complète de la méthode de préparation de l'échantillon et le procédé de calcul avec lequel la distribution de taille a été déterminée.

## 1.3. Vitesse de chute des particules

L'intérêt pour le paramètre de vitesse de chute des particules ( $V_s$ ) réside dans le fait qu'il est le paramètre de base de la décantation primaire. Il est fonction d'autres paramètres comme la taille des particules, la densité et la forme (Aiguier et al., 1996). Les paragraphes suivants sont consacrés à l'étude bibliographique de différents travaux réalisés pour estimer les vitesses de chute ( $V_s$ ) soit au moyen de méthodes de laboratoire, soit au moyen d'équations théoriques et pseudo-empiriques.

### 1.3.1. Méthodes du laboratoire

Les protocoles de distribution des vitesses de chutes des particules reposent sur le principe de décantation en colonne (in-situ) par gravité. Ces méthodes sont disponibles depuis la fin des années 1970 (Hedges et al., 1998). Ce sont des instruments de conception simple qui fournissent des estimations de vitesse de sédimentation des particules en suspension. Au cours de la décantation, les particules se déposent par gravité à une vitesse qui dépend de leur taille, forme, poids et concentration (Quispe et al., 2000). Toutes ces méthodes visent à tracer la courbe de vitesse de chute qui est un graphique cumulatif présentant la fraction des particules ayant une vitesse de chute inférieure ou égale à une vitesse de décantation donnée ( $V_s$ ) (voir **Figure 9**).



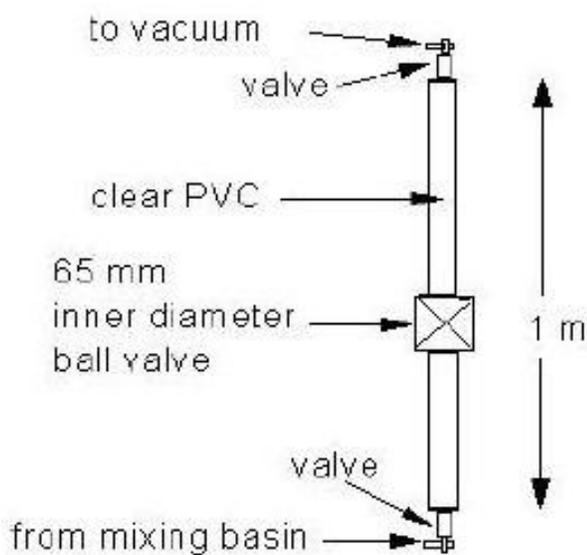
**Figure 9 : Courbe typique de distribution de vitesses de chute des particules (Gasperi et al., 2009)**

Deux catégories de méthodes sont généralement utilisées pour la mesure de la vitesse de décantation. Elles sont basées sur la décantation en colonne mais la différence entre elles est la condition initiale du test (Chancelier et al., 1998) :

- La suspension homogène : les particules en suspension sont distribuées d'une façon homogène tout le long de la colonne de décantation au début du test. Au cours de ce type de test, on mesure la concentration initiale de l'échantillon et la concentration des prélèvements de particules décantées pris à différents pas de temps pour tracer la courbe  $F=f(V_s)$ . Le nombre de colonnes utilisées dans cette technique varie d'un protocole à un autre, il peut aller d'une colonne jusqu'à 10.
- La méthode de couche flottante : la matière solide est répartie en une couche mince et uniforme à la surface du fluide (en haut de la colonne) au début du test. Cette méthode nécessite un prétraitement de l'échantillon pour avoir une matière en suspension concentrée au début du test (représentant la couche flottante).

La première méthode présentée dans cette revue de littérature est la méthode Victor. C'est une méthode de décantation en colonne créée en France (EPA, 1999). Le Victor consiste à mesurer la masse de particules décantées en fonction du temps. Le nombre de mesures prévu pour chaque test est égal aux nombres de colonnes utilisées. Cette méthode peut impliquer jusqu'à dix colonnes en même temps.

Chaque colonne possède une valve en son centre (**Figure 10**) qui permet d'isoler le haut du bas de la colonne au temps fixé pour faire la mesure de la masse de la matière solide décanté. L'avantage de cette méthode est qu'elle nécessite un volume important d'échantillon allant jusqu'à 50 litres ce qui assure que l'échantillon est représentatif. Mais le grand inconvénient de Victor est qu'il est très difficile d'assurer l'homogénéité des échantillons de départ entre les différentes colonnes.

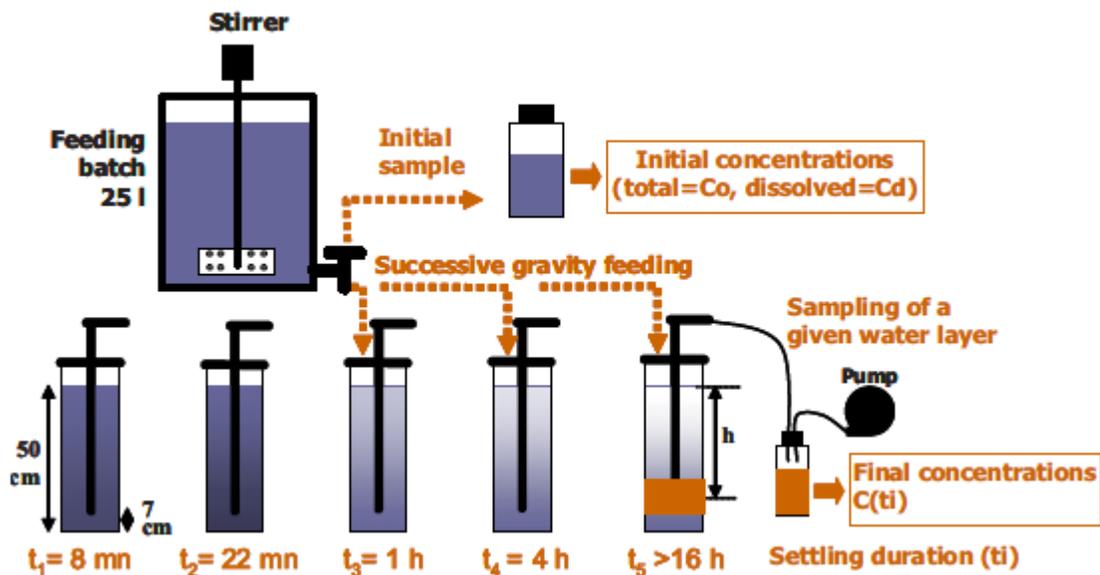


**Figure 10: Colonne VICTOR (EPA, 1999)**

Le deuxième protocole est le VICPOL, et a été élaboré par des chercheurs du Pays-Bas (Gasperi et al., 2009). Il nécessite cinq colonnes de décantation homogène pour un volume total d'échantillon égal à 25 litres. L'échantillon est versé directement dans un contenant avec un agitateur qui permet d'homogénéiser l'échantillon jusqu'à ce que le test commence. Le remplissage des colonnes est effectué par gravité, le test dure 24 heures et l'échantillonnage se fait une seule fois par colonne ( $i$ ) chaque temps ( $t_i$ ). Le nombre de

mesures à effectuer à chaque test est égale au nombre de colonnes. L'inconvénient de cette méthode est qu'elle utilise des sous-échantillons posant ainsi le souci d'homogénéité de l'échantillon de départ, de plus, la méthode de remplissage (par gravité) crée des forces de poussée sur les particules au début du test.

Le dispositif VICPOL est illustré à la **Figure 11**.



**Figure 11: Colonne VICPOL (Gasperi et al., 2009)**

Le troisième protocole ViCAs (vitesse de chute en assainissement) a été établi en 2009 en France. Il a été originalement conçu et validé pour estimer les vitesses de chute des sédiments en suspension présent dans les eaux de ruissellement (Chebbo et al., 2003), avec des résultats satisfaisants en termes de répétabilité et de précision (Chebbo et Grommaire, 2009). Cependant, notre intérêt est son utilisation pour le cas des eaux usées. Le ViCAs est un nouveau protocole et il a beaucoup d'avantages. Il détermine la vitesse de décantation des particules d'un échantillon dans une seule colonne contrairement aux autres protocoles (VICPOL, VICTOR) qui divise l'échantillon sur plusieurs sous-échantillons ce qui diminue l'homogénéité de l'échantillon initial. Le ViCAs nécessite seulement 5 litres d'échantillon.

Aussi, la méthode de remplissage de l'échantillonnage (par aspersion) assure la répartition des particules sur toute la hauteur de la colonne lors du déclenchement du test.

Le protocole ViCAs est basé sur la mesure de la masse en MeS décantée après différents temps de décantation. Il présente une incertitude relative sur le pourcentage de la masse totale de particules avec une vitesse de chute inférieure à  $V_s$  puisqu'on accepte des tests avec un bilan de masse  $\pm 15\%$ . Ce protocole ne nécessite qu'un tamisage (tamis de 2 mm) comme prétraitement de l'échantillon avant décantation.

Le protocole ViCAs est fondé sur le principe de la suspension homogène, sous l'hypothèse que les particules décantent de manière indépendante les unes des autres, sans former d'agrégats et sans diffusion (Torres, 2008). Au moment du remplissage de la colonne de ViCAs : les solides sont repartis uniformément sur toute la hauteur de la colonne. L'échantillon à analyser est aspiré à l'intérieur de la colonne à l'aide d'une pompe. La colonne est maintenue sous vide pour la durée du fractionnement. Les particules décantées pendant des périodes de temps  $\Delta t$  sont recueillies dans des coupelles placées sous la colonne et de même diamètre que celle-ci. Les coupelles, préalablement remplies d'eau distillée, sont immergées dans la cannelure du bac de mélange et positionnées alors à tour de rôle sous la colonne. Le protocole nécessite un volume d'eau de 5 litres en total, pour déterminer la concentration initiale et remplir la colonne de décantation qui est de longueur 65 cm et de rayon 3,5 cm et (**Figure 12**).

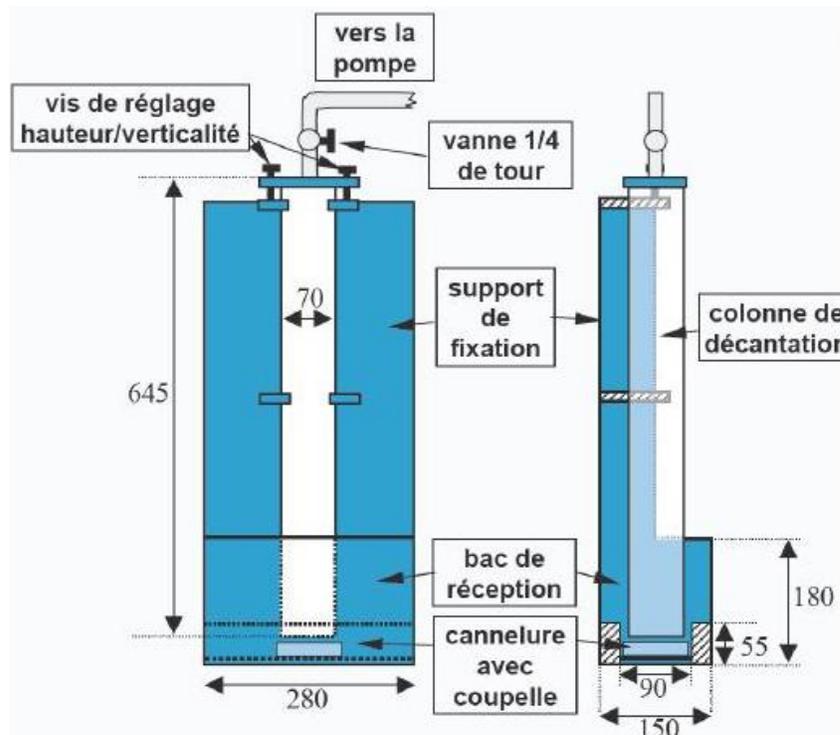


Figure 12: Colonne de ViCAs (Chebbo et Grommaire., 2009)

### 1.3.2. Résultats de vitesse de chute des particules rapportés dans la littérature

La plupart des études de vitesse de chute des particules sont faites sur les eaux de ruissellement urbaines. Leur vitesse médiane de chute  $V_{50}$  est comprise entre 0,65 m/h et 1,7 m/h (Gasperi et al., 2009). Selon Michelbach et Wöhrle (1994), 68 % des particules en suspension des eaux pluviales ont une vitesse de sédimentation supérieure à 10,8 m/h.

Le **Tableau 8** regroupe des résultats de vitesses de chute mesurées en Europe et en Amérique du nord pour des échantillons pris dans des conduites d'assainissement unitaires où il y a mélange entre les eaux pluviales et les eaux usées. Bien que très variables d'une étude à une autre, la vitesse de chute médiane était dans tous les cas inférieure ou égale à 6 mm/s (Chebbo et Bachoc, 1992).

**Tableau 8: Vitesse médiane  $V_{50}$  de chute des particules des eaux d'égouts en temps sec (Chebbo et Bachoc, 1992)**

Site	$V_{50}$ (m/h)
Marseille	0,65
Philadelphia, San Francisco, Toronto	1,08 à 2,38
Bad Mergentheim	3,6 à 21,6
Grande Bretagne	0,036 à 12,6

Les courbes de distribution de vitesse de chute des particules obtenues par différentes méthodes ont été sujet de discussion de quelques études. Aiguier et al. (1996) ont réalisé des mesures de vitesse de chutes des particules sur le même échantillon (pris du réseau unitaires) avec trois différents protocoles CERGRENE, Aston et UFT : leur analyse a démontré que malgré que les courbes de distribution aient la même allure, la vitesse de chute médiane  $V_{50}$  déterminée par le protocoles CERGRENE et Aston sont plus petites que les vitesses médiane  $V_{50}$  mesurée par le protocole UFT (voir **Tableau 9**).

**Tableau 9 : Comparaison de vitesses de sédimentation des particules des eaux de ruissellement obtenues par trois différentes techniques (Aiguier et al., 1996)**

Méthode	$V_{50}$ (cm/s)	Nombre d'échantillons
Aston	4,68	1
UFT	5,4 – 28,8	98
CERGRENE	3,24 – 10,8	6

Les valeurs mesurées et les fortes variabilités des ordres de grandeur publiés dépendent en particulier des échantillons et des sites de mesure, des appareils et des protocoles de mesure et des modes opératoires utilisés (Chebbo et al., 2003).

### 1.3.3. Équation de sédimentation

La sédimentation est un processus où la force de gravité, l'hydrodynamique, les forces de dispersion, d'interaction et de frottement entre les particules sont considérées comme des processus concurrentiels entre eux (Quispe et al., 2000).

Pour estimer la vitesse de sédimentation des particules, deux différentes approches peuvent être suivies: une approche idéale dans laquelle la particule est supposée être une sphère, et une deuxième approche plus réaliste car la forme de la particule est considérée comme un sédiment naturel. En général, la première approche est largement utilisée, par exemple, dans le cas de la sédimentation en colonne, bien que certaines méthodes prennent en compte la forme des sédiments.

Dans la littérature, de très nombreuses équations théoriques et empiriques estiment la vitesse de chute. Nous en présenterons quelques unes ci-dessous :

#### 1.3.3.1. Formule de Stokes (Jarrell-Smith et Friedrich, 2011)

Cette équation ne peut être utilisée que dans la situation connue sous le nom de « régime de Stokes » (Jiménez et Madsen, 2003). Les hypothèses de ce régime sont: les particules ont des diamètres inférieurs à 0,1 mm, les seules forces appliquées sur la particule sont la force de traînée, le poids et la force d'Archimède (Li et Yuan, 2003).

$$V_s = \frac{50}{9} \left( \frac{\rho_p}{\rho} - 1 \right) \frac{g d_p^2}{\nu} \quad (1.4)$$

Avec :  $g$  l'accélération de la pesanteur ( $m/s^2$ ),  $V_s$  la vitesse de chute de la particule en eau ( $m/s$ ),  $\rho_p$  la masse volumique des particules ( $kg/m^3$ ),  $\rho$  la masse volumique du fluide ( $kg/m^3$ ),  $d_p$  le diamètre de la particule ( $m$ ) et  $\nu$  la viscosité cinématique du fluide ( $m^2/s$ ).

#### 1.3.3.2. L'équation de Rouse 1937 (Kineke et al., 1989)

Bien que plusieurs équations permettant de prévoir la distribution de sédiments en suspension ont été appliquées à différents domaines, l'estimation de la vitesse de décantation des fins particules et l'effet de l'agrégation présentent des problèmes

supplémentaires pour la détermination de la décantation des particules. Une équation classique pour décrire la distribution verticale des particules en suspension par gravité en régime stationnaire et qui tient compte de différents agrégats est connue comme l'équation de répartition de la charge en suspension de Rouse (1937) (Kineke et al., 1989) :

$$\frac{C_r}{C_a} = \left( \frac{h-z}{z} \cdot \frac{a}{h-a} \right)^{(w_s/K_r U_K)} \quad (1.5)$$

$C_r$  = Concentration des particules de classe « r » en suspension à l'hauteur « z » du fond du canal

$C_a$  = Concentration référence de la classe « r » à une hauteur « a »

$h$  = Hauteur totale de chute (m)

$W_s$  = Vitesse de sédimentation de la classe « r » (m/s)

$U_K$  = Vitesse de friction en (m/s)

$K_r$  = Constante de Von Karman

### 1.3.3.3. Équation de Weber 1972 (Bhargava et Rajagopel, 1992)

Dans une sédimentation en colonne, la vitesse de sédimentation  $V_S$  de particules sphériques est obtenue par :

$$V_S = \left[ \frac{4}{3} \left( \frac{g}{C_D} \right) \left( \frac{\rho_g - \rho_l}{\rho_l} \right) d_p \right]^{1/2} \quad (1.7)$$

Avec  $C_D$  un coefficient de frottement qui dépend du nombre de Reynolds ( $R_e$ ),  $\rho_g$  la densité de particules ( $\text{kg/m}^3$ ),  $\rho_l$  la densité du fluide ( $\text{kg/m}^3$ ) et  $d_p$  le diamètre de particule (m).

## 1.4. Conclusion

La connaissance des propriétés physiques des particules permet de fournir une base rationnelle pour améliorer le processus de décantation. Toutefois, ces données sont rarement disponibles pour les eaux usées, ce qui implique la nécessité de procéder à des mesures. De plus, il a été observé qu'il n'existe pas de concordance entre les différents résultats provenant de différents protocoles de mesure, et ce tant pour la mesure de la taille des particules que pour sa vitesse de chute.

- Il existe plusieurs techniques pour déterminer la distribution de la taille des particules. Chaque méthode a ses approches et ses hypothèses. Il a été exposé dans la section 1.2.8 qu'il n'existe pas de concordance entre les résultats de distribution de taille mesurés dans le cadre de différentes études. Ceci est dû d'une part à l'utilisation de différents principes de mesures dans les différentes études, et à la diversité de la nature des échantillons d'autre part. La section 1.2.6 met le point sur les paramètres qui influencent les résultats de mesure de taille des particules. Elle permet de mieux comprendre ces outils et les critères qui permettent de juger et choisir le protocole correspondant à ce projet. En effet, même au sein de la même méthode, les résultats varient en fonction des paramètres de configuration de l'instrument, ce qui impose l'élaboration d'un protocole propre à la fois à l'eau usée et à la technique choisie dans le cadre de ce projet de maîtrise.
- Pour la distribution des vitesses de chutes des particules, la section 1.3.1 présente quelques méthodes de laboratoire, ainsi que les avantages et les inconvénients de chacune d'elles, ce qui permet de choisir le protocole convenable pour l'étude de ce projet. Toutefois, aucune étude n'a été faite sur les eaux usées brutes. Pour cela, il faut donc procéder à des mesures sur les eaux usées.

Dans ce qui suit, une exposition des objectifs de ce projet est donnée ainsi qu'une description du matériel et de la méthodologie suivie pour aboutir à cette fin.

## 2. Objectifs du projet

Le projet de recherche primEAU vise à accroître la connaissance des phénomènes de décantation dans les unités de traitement primaire des eaux usées, et fournir les éléments permettant de progresser dans la modélisation de ce type d'ouvrage.

Puisque le modèle de décantation vise à prédire la qualité de l'eau à l'effluent de l'unité du traitement par décantation primaire, il faut déterminer expérimentalement les caractéristiques des particules à l'entrée et à la sortie du décanteur primaire. L'objectif de ce projet de maîtrise est de caractériser les particules à l'affluent et à l'effluent d'un décanteur primaire. Plus spécifiquement trois sous-objectifs peuvent être définis :

- Caractérisation de la vitesse de chute des particules à l'entrée et à la sortie d'un décanteur primaire.
- Détermination de la distribution de la taille des particules d'un affluent et d'un effluent d'un décanteur primaire.
- Détermination de la relation Taille des particules - Vitesse de décantation pour une eau usée.

## 3. Matériel et méthodes

Cette partie du document présente le matériel et les méthodes utilisés qui ont permis l'acquisition des données dans le but de mieux comprendre certains phénomènes liés à la décantation.

Dans un premier temps, une description des sites expérimentaux choisis est donnée, par la suite les différentes méthodes d'échantillonnage sont présentées, pour terminer par une brève description des protocoles utilisés pour l'analyse des échantillons.

### 3.1. Sites expérimentaux

Afin d'observer une éventuelle variabilité des caractéristiques de décantation des particules et de la taille des particules, des prélèvements ont été réalisés à différents sites et sous différentes conditions. Trois sites ont été retenus, dont la station EST de la ville de Québec est le premier, ensuite la station de Charny et celle de Valcartier.

#### 3.1.1. Ville de Québec

La station EST de traitement des eaux usées de la ville de Québec (**Figure 13**) a été conçue en 1992 pour desservir 270 000 habitants. Elle dessert les municipalités de Charlebourg, Beauport, Vanier et une partie de Québec.

La capacité de traitement de la station en décantation primaire varie entre 4 000 m<sup>3</sup>/h et 15 000 m<sup>3</sup>/h. La charge superficielle de l'unité de traitement primaire de la station de Beauport EST varie de 251 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>/j à 407 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>/j. En 2010, l'affluent de la station EST était caractérisé par un débit moyen de 202 950 m<sup>3</sup>/j, une DBO<sub>5</sub> moyenne de 35 500 kg/j et une quantité moyenne de 50 600 kg de MeS /j.

Le réseau d'assainissement qui alimente la station est composé de 20% de réseau unitaire, 23% de réseau séparatif et une grande partie en pseudo-séparatif (55%). Les eaux usées sont acheminées vers la station d'épuration EST, généralement par gravité et en partie par pompage, grâce à des aménagements (stations de pompage) spécialement conçus. La station assainit en moyenne 231 000 m<sup>3</sup> d'eau par jour à l'aide de deux procédés principaux; un traitement primaire par décantation lamellaire, et un traitement secondaire

par biofiltration. Un traitement par désinfection par UV s'ajoute pendant la période estivale, soit de juin à septembre.



**Figure 13: La station EST de traitement des eaux de la ville de Québec**

Comme il a été mentionné, les eaux usées qui font l'objet principal de l'investigation sont les eaux de la ville de Québec. Un décanteur primaire pilote a été installé au hall du centre de recherche industrielle de Québec CRIQ situé sur le site de l'usine EST de traitement des eaux usées, à la Baie de Beauport. Le pilote a été conçu pour satisfaire aux besoins du projet primEAU selon les critères cités au **Tableau 10**. Les points d'échantillonnage et les sondes permettant de suivre en temps réel la qualité de l'eau (turbidité, température, débits) sont décrits en détail à l'annexe C.

L'alimentation du pilote en eau usée ou en eau recyclée est assurée à partir de la station d'épuration de Beauport. L'alimentation est assurée par une pompe à queue de cochon qui peut fournir un débit allant jusqu'à  $10\text{m}^3/\text{h}$ . L'eau pompée vers le pilote a déjà subi un pré-traitement mécanique (dégrillage, dessablage). Le point de pompage vers le pilote est localisé à l'entrée du 7<sup>ème</sup> décanteur de la station d'épuration.

**Tableau 10: Caractéristiques du pilote primEAU**

<b>Année de construction</b>	<b>2010</b>
Débit (m <sup>3</sup> /h)	2 à 10
Charge superficielle (m/h)	1 à 5
Volume total (m <sup>3</sup> )	5
Volume utile (m <sup>3</sup> )	4,85
Hauteur (m)	3,20
Surface (m <sup>2</sup> )	2,04

### **3.1.2. Station Charny**

La station de Charny dessert les municipalités de Charny, Saint-Nicolas et Saint-Rédempteur. L'eau résiduaire subit un premier traitement mécanique à l'aide d'un dégrilleur et d'un déshuileur-dessableur, ensuite elle est traitée par un bioréacteur de type RBS. L'échantillonnage à cette station a été fait seulement à l'entrée du bioréacteur.

### **3.1.3. Station Valcartier**

La station d'épuration de Valcartier est alimentée par un réseau unitaire. L'effluent est plutôt urbain. Lors de sa conception, la qualité moyenne de l'effluent a été estimée à une concentration en MeS entre 186 à 331 mg/l (Van Coillie et al., 1990). Le débit des eaux usées varie de 1700 à 1900 m<sup>3</sup>/j, mais il peut atteindre jusqu'à 3500 m<sup>3</sup>/j en été. L'échantillonnage a été effectué à l'entrée et à la sortie du décanteur primaire. Également pour cette station, l'eau arrivant du décanteur primaire a déjà subi un traitement mécanique avec un dégrilleur et un déshuileur-dessableur.

## 3.2. Échantillonnage

Tout au long du projet, l'échantillonnage a été fait de différentes façons dépendamment du site et des moyens de prélèvement disponibles à l'usine de traitement des eaux usées concernée :

- Échantillonnage à la perche : la perche est une sorte de louche de grande taille. Elle est formée d'une tige d'environ 3 m de longueur collée à un petit récipient de forme cylindrique qui peut contenir des échantillons de volume de 500 ml (**Figure 14**). La perche, fournie par la station de Beauport, est en polyéthylène. Elle est utilisée aussi par le personnel de l'usine pour l'échantillonnage quotidien nécessaire à leurs analyses. Cinq litres d'eau brute devait être récoltés ce qui est impossible en une seule fois avec la perche; ainsi l'échantillon est un ensemble de sous-échantillons instantanés.
- Échantillonnage directe sur les conduites : ce type d'échantillonnage est effectué sur le décanteur primaire pilote à l'aide des points de prélèvement localisés sur les conduites d'alimentation et de la sortie du pilote. Le branchement des points d'échantillonnage sur le pilote est fait par des tuyaux de diamètre 12 mm avec des robinets à l'extrémité pour contrôler le débit de prélèvement. Il est recommandé de laisser couler l'eau pour un bon moment avant de commencer à remplir les seaux pour dégager les saletés déjà accumulées dans les conduites d'échantillonnage. Le remplissage des seaux à travers ces robinets prend entre 2 et 3 min. Les étapes d'échantillonnage suivies pour le décanteur pilote sont décrites en annexe D.
- Échantillonnage au seau : ce type d'échantillonnage a été utilisé à la station de Charny et la station de Valcartier. L'avantage de ces prélèvements est qu'il fournit une quantité d'eau ponctuelle importante. Un certain nombre de précautions sont cependant nécessaires à prendre comme le rinçage des seaux par l'eau usée avant de commencer l'échantillonnage.



**Figure 14: Louche d'échantillonnage de capacité 500 ml**

Des chaudières en polyéthylène à haute densité et de capacité de 20 litres environ sont utilisées pour récolter les échantillons et les transporter au laboratoire de l'Université. Généralement, l'analyse des échantillons se fait immédiatement au retour des usines d'épuration. Advenant l'impossibilité d'effectuer les analyses, les échantillons étaient conservés dans la chambre froide du laboratoire à une température près de 6°C, pour une période inférieure à 24 heures précédant leurs analyses.

Les échantillons prélevés ont été analysés au laboratoire d'environnement du département de génie civil et de génie des eaux de l'Université Laval. Un grand nombre de paramètres a été analysé: la vitesse de chute des particules (en m/h), la distribution de la taille des particules en nombre de particules par seconde (#/sec), la matière en suspension MeS (mg/l) et la matière volatile en suspension MVeS (mg/l).

Dans le cadre du projet, deux campagnes de mesures ont été faites, soit à l'été 2011 et à l'été 2012. Au cours de la première campagne (été 2011), des problèmes importants avec la pompe d'alimentation du pilote ont influencé la qualité de l'eau pompée, et influençait

ainsi la qualité des données recueillies. La pompe a dû être remplacée et suite à ce changement, la campagne d'été 2012 a bien été réussie.

Lorsque possible, l'échantillonnage à la station de Beauport a été effectué dans les mêmes conditions pour avoir des résultats le plus similaire possible. Les prélèvements au niveau du pilote ont été effectués à la même heure entre 09h00 et 10h00 du matin en temps sec. Les courbes de débits de l'usine de Beauport montrent que l'échantillonnage a été effectué presque au même débit d'affluent en temps sec qui varie entre 10 000 m<sup>3</sup>/j et 11 000 m<sup>3</sup>/j.

L'échantillonnage entre l'entrée et la sortie des décanteurs primaires a été effectué en même temps. Pour chaque prélèvement, on a suivi les étapes suivantes :

- Mesure de la concentration en MeS qui servira comme mesure de référence pour comprendre et interpréter les résultats des tests FBRM.
- Sur le même échantillon, on détermine la vitesse de chute des particules avec le protocole ViCAs et la distribution de la taille des particules avec la technique FBRM.

Pour chacun des tests ViCAs et FBRM, les présentations matérielles suivantes sont indiquées :

- Le point d'échantillonnage
- L'heure d'échantillonnage
- La technique d'échantillonnage
- Les changements de conditions : dilution, durée de conservation, température de manipulation de l'échantillon, la durée de conservation s'il y a lieu ...

Pour les prélèvements au niveau de la station de Charny, on s'est basé sur les courbes de débits d'affluent d'eau usée pour se mettre dans les mêmes conditions que celle de la station de Beauport-EST. Pour la station de Valcartier, il n'était pas possible d'avoir les courbes de débits, donc on a fait l'échantillonnage à la même heure que la station de Beauport, soit entre 09h00 et 10h00 du matin. Les résultats sont discutés dans la section 4.2.

### 3.3. Protocole de mesure de la taille des particules

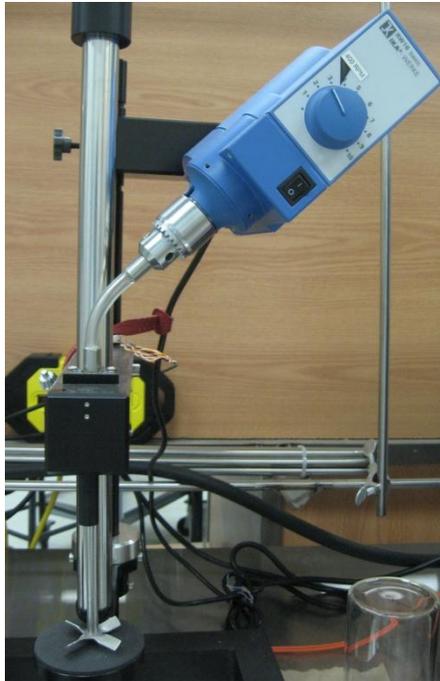
Dans le cadre de notre étude, la distribution de taille des particules est mesurée à l'aide de la technique FBRM (Focused Beam Reflectance Measurement) (Clercq et al., 2004). Le département de génie civil et de génie des eaux de l'université Laval possède un *Lasentec D600R* (**Figure 15**) de la compagnie *Mettler Toledo* de Suisse.



**Figure 15: Lasentec D600R**

#### 3.3.1. Montage de mélange

Le Lasentec mesure les particules en suspension dans des solutions liquides. Sur site, les particules à mesurer sont déjà emportées par l'écoulement et donc déjà en suspension; il suffit d'introduire la sonde dans la conduite d'écoulement pour commencer la mesure. Au laboratoire, la sonde mesure des échantillons dans des béchers; pour cela, le FBRM D600R est équipé d'un montage de mélange (**Figure 16**) qui permet de garder les particules en suspension tout le long du test. Le but du brassage est de fournir un bon mélange pour avoir un échantillon représentatif au cours de la mesure par la sonde. Le montage est formé d'une hélice liée à un variateur de vitesse par une tige en inox. La vitesse de mélange peut aller de 200rpm à 1000rpm.



**Figure 16: FBRM, montage de mélange**

### **3.3.2. Unité centrale**

Le Lasentec détermine la taille des particules à partir des rayons laser reflétés par les particules. Ces rayons sont de classe 1 et sont émis par l'unité centrale à longueur d'onde de 780 nm. L'unité centrale du Lasentec permet de changer la vitesse de rotation des rayons laser qui peut aller de 2 m/s jusqu'à 8 m/s. Elle est liée à la sonde avec un câble blindé, et liée à l'ordinateur par des fibres optiques.

### **3.3.3. La sonde**

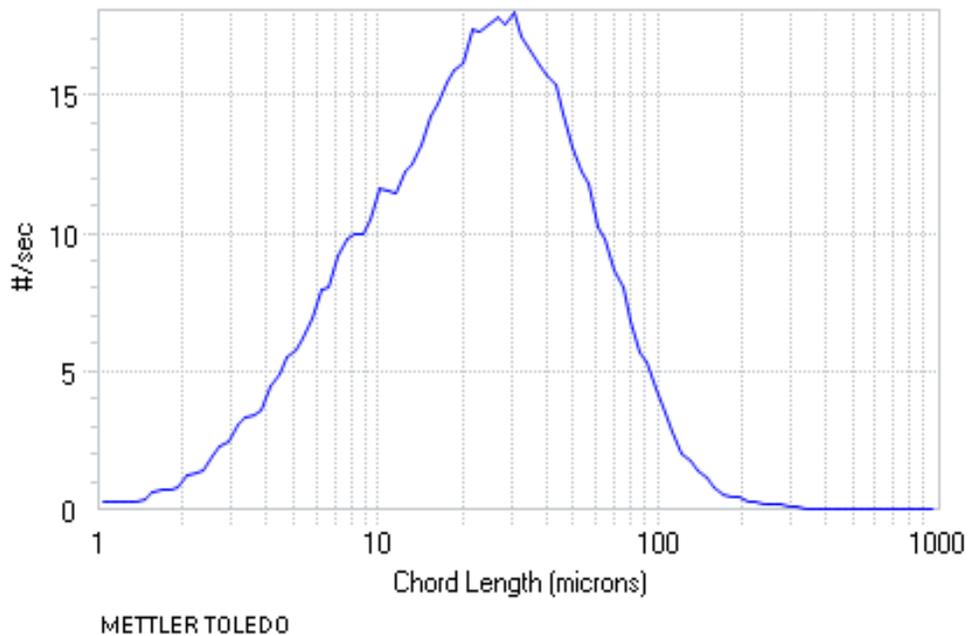
La sonde est un tube en inox de longueur 400 mm et de largeur 25 mm. La première extrémité du tube de la sonde est liée à l'unité centrale par un câble blindé de 15 m de longueur, la deuxième extrémité est bouchée par une fenêtre en saphir qui est en contact direct avec les échantillons.

Le tube de la sonde loge la lentille optique qui fait tourner le faisceau laser émis par l'unité centrale à une vitesse fixe et qui capte les rayons réfléchis pour les transmettre de nouveau à l'unité centrale. La distance focale du FBRM D600R est fixe et elle est égale à 20  $\mu\text{m}$ .

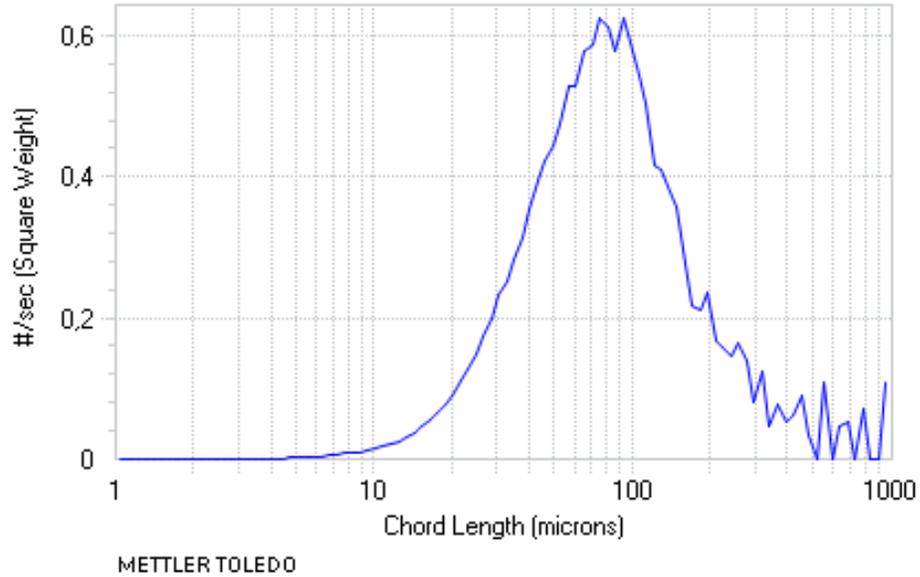
### 3.3.4. Méthode d'analyse

L'analyse de la taille des particules par laser FBRM ou la granulométrie laser est basée sur le phénomène de réflexion qui est le comportement des ondes de lumière lorsqu'elles rencontrent des particules dans son champ focal. Le principe est basé sur l'analyse de rayons réfléchis par les particules.

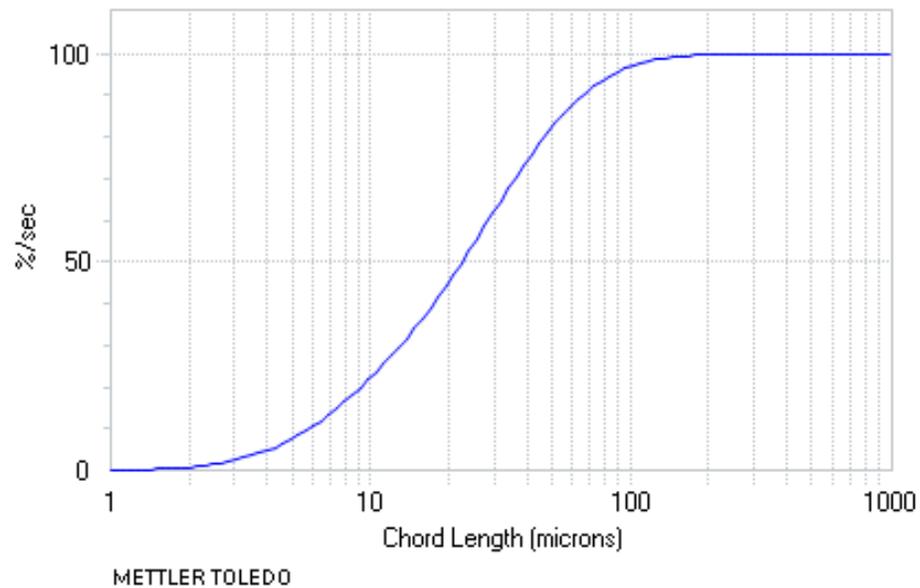
Le traitement de données se fait à travers le logiciel IC FBRM 4.1. Ce résultat est exprimé en nombre de particules par seconde (#/sec) comme le montre la **Figure 17**. Les résultats peuvent être transformés en volume par seconde (Square Weight/sec) (**Figure 18**) et en courbe cumulative de taille de particules (%) (**Figure 19**).



**Figure 17 : FBRM, courbe de distribution de la taille des particules en (#/sec)**



**Figure 18 : FBRM, courbe de distribution de la taille des particules en volume**



**Figure 19: FBRM, courbe cumulative de distribution de la taille des particules (%)**

En raison de la fragilité des particules observées et la nature spécifique des échantillons d'eaux usées, il s'est avéré nécessaire d'effectuer au préalable une étude visant à déterminer l'influence du réglage de l'appareil sur les résultats de la mesure. Les différents détails de l'étude sont expliqués dans la section 4.1 pour déterminer le protocole d'essai du FBRM.

### 3.4. Protocole de mesure de vitesses de chute

Le protocole jugé convenable aux objectifs du projet et à la nature des échantillons pour la mesure de la vitesse de chute des MeS est le ViCAs (Chebbo et Grommaire, 2009). Le protocole VICAS a été originalement conçu et validé pour estimer les vitesses de chute des sédiments en suspension, avec des résultats satisfaisants en termes de répétabilité et de précision (Torres, 2008).

Cependant, notre intérêt est son utilisation pour le cas des eaux usées à l'entrée et à la sortie de décanteur primaire. La mesure est effectuée en laboratoire dans une seule colonne de sédimentation en plexiglas d'hauteur 650 mm et de diamètre 70 mm (**Figure 20**). Les solides ayant décantés à différents temps ( $t$ ) prédéfinis sont collectés manuellement en bas de la colonne de sédimentation dans des coupelles en aluminium. Le numéro de chaque coupelle ainsi que le temps ( $t$ ) de son échantillonnage doivent être indiqués au cours du test dans la feuille de note de ViCAs (un exemple de la feuille à remplir est donné en annexe E).



**Figure 20: ViCAs, protocole de vitesse de chute des particules**

Après la récolte de toutes les coupelles, celles-ci sont séchées dans un four à 105°C et pesées. On détermine l'évolution de la masse cumulée des solides décantés en fonction du temps  $M(t)$ . La durée d'un test ViCAs est ajustable selon les besoins du projet, pour un décanteur primaire on s'est limité à une durée de quatre heures. L'analyse théorique de la masse décantée dans les coupelles à partir de la colonne est exprimée par l'équation suivante :

$$M(t) = S(t) + t (dM(t)/dt) \quad (3.1)$$

Avec  $M(t)$  la masse accumulée de particules ayant décanté en bas de la colonne après la durée  $t$ ,  $S(t)$  la masse accumulée de particules décantées en bas de la colonne après la durée  $(t)$  avec une vitesse de chute supérieure à  $H/t$  avec  $H$  la hauteur d'eau dans la colonne (Chebbo et Gromaire, 2009).

Les équipements du protocole ViCAs sont donnés au **Tableau 11**:

**Tableau 11: Composantes et équipements du protocole ViCAs (Torres, 2008)**

<b>Composante</b>	<b>Caractéristiques</b>
Colonne de décantation	Diamètre interne = 70 mm ; hauteur = 64 cm ; indicateur d'hauteur ; deux vis de réglage en haut et une vanne ¼ de tour
Bac de réception	En PVC rectangulaire (28cm x 15cm x 18cm) ; cannelure au fond (27cm x 9cm x 5,5cm) ; plaque de PVC percée de trous (26,7cm x 8,8cm x 1,0cm)
Support de fixation	
Pompe à vide	Débit de 30 à 40 l/min
Flacon de protection de pompe	
coupelles	En aluminium : diamètre= 70 cm ; hauteur= 18 cm
Porte-coupelles	En PVC
Chronomètre	
Pichet	Gradué en plastique de volume 5L
Bouchon	Pour obturer le pied de la colonne (diamètre = 70 mm)
Tamis	De porosité 2mm

Les étapes suivies dans un test ViCAs sont données à la Figure 21. Ces étapes sont détaillées d'avantage en annexe F et le protocole est donné en annexe G. À la fin de chaque test, les résultats bruts doivent subir une analyse mathématique à l'aide du solveur Excel (voir annexe H). De plus un calcul du pourcentage d'erreur sur le bilan de masse « e » est nécessaire pour valider le test. Une erreur inférieure à  $\pm 15$  % est tolérable.

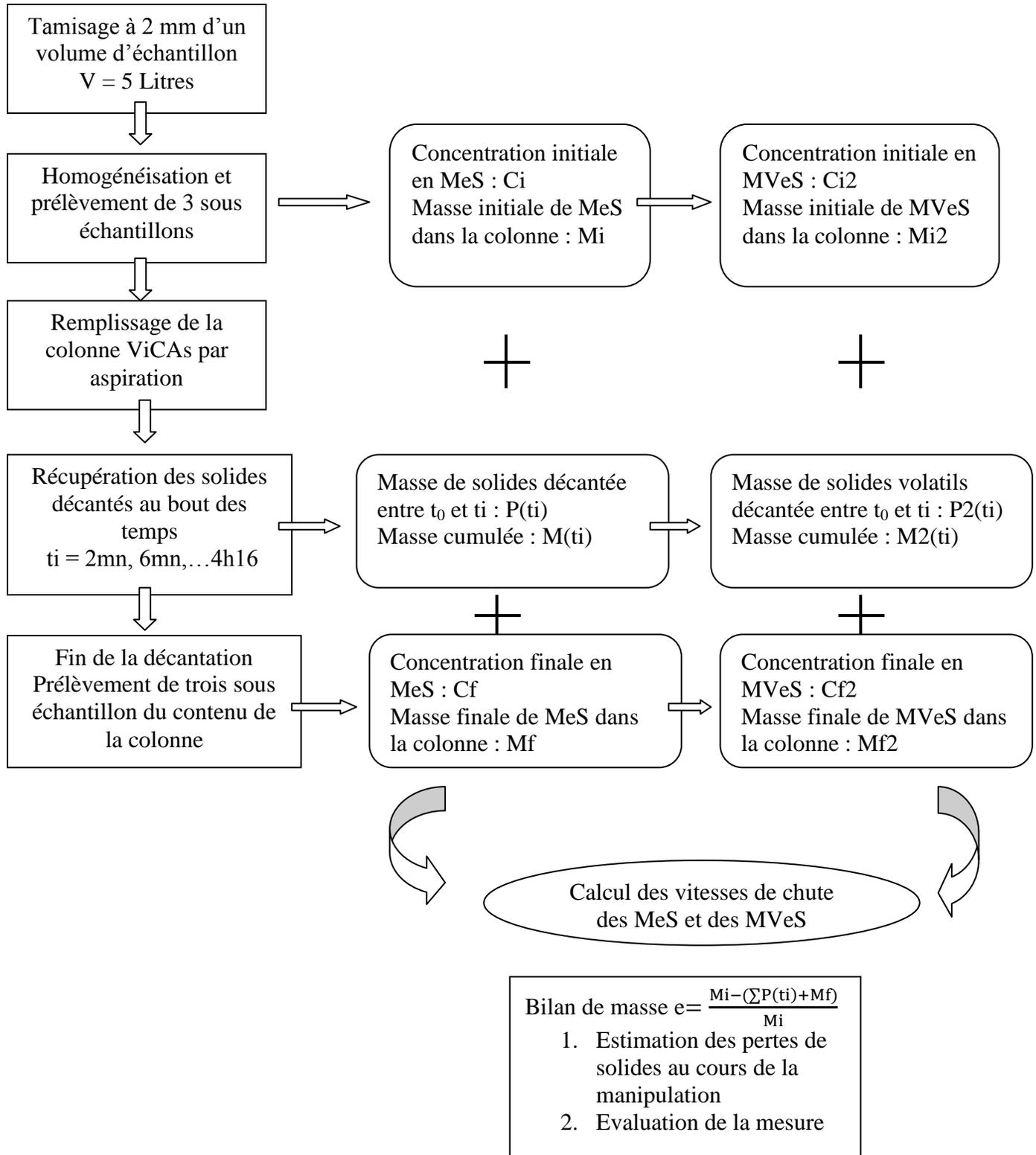


Figure 21 : Les étapes à suivre pendant un test ViCAs (Gromaire-Mertz, 1998)

Malgré qu'il soit un protocole simple, le ViCAs demande beaucoup de minutie de la part du manipulateur. Il est un test délicat et il exige une bonne expérience de l'opérateur qui ne peut pas avoir des bons résultats avant d'avoir fait un certain nombre de répétitions.

Les sources d'erreur qui peuvent influencer la distribution de vitesses de chute lors d'un essai en colonne sont multiples. La première source d'erreur est l'homogénéité de l'échantillon avant de l'aspiration dans la colonne de décantation. Par conséquent, au début du test les particules devraient être dispersées de la même façon tout le long de la colonne. L'homogénéité peut poser un problème puisque les flocs de l'échantillon ou les particules organiques que contient l'échantillon risquent de se cisailer. Ainsi, avant le remplissage de la colonne, le brassage dans un bassin peut se faire manuellement à l'aide d'une palette pour assurer un brassage suffisant sans modifier les particules (Berrouard, 2010). La deuxième source d'erreur est l'emplacement de la coupelle pour recueillir les MeS décantées sous la colonne, immédiatement après la fin de l'étape de remplissage. Une mauvaise synchronisation peut entraîner une perte des premières particules décantées avant l'emplacement de la coupelle. La troisième source d'erreur est lors de l'étape de changement des coupelles. Il faut retirer doucement la coupelle qui est déjà en dessous de la colonne tout en glissant la deuxième jusqu'à la positionner à la place de l'ancienne. L'étape est délicate car le changement des coupelles se fait dans l'eau : il faut le faire sans perdre le contenu de la coupelle déjà remplie et en limitant au maximum les turbulences liées au mouvement des coupelles dans le bas de la colonne. La quatrième source d'erreur est le moment du changement des coupelles : il faut le faire exactement au temps prédéterminé par le protocole. À raison de ces nombreuses sources d'erreur, le protocole ViCAs permet un bilan de masse à  $\pm 15\%$ . Les tests avec un bilan de masse dépassant le  $\pm 15\%$  n'ont pas été pris en considération dans la discussion des résultats.

### **3.5. Protocole d'analyse de la matière en suspension**

Les matières en suspension sont obtenues en faisant filtrant un échantillon de volume (V) à travers un filtre, de porosité  $0,45 \mu\text{m}$ , préalablement traité et pesé (M0, en mg). Les solides retenus sur le filtre sont séchés à  $105^\circ\text{C}$ , puis pesés (M1, en mg). Le poids des solides en suspension est obtenu en faisant la différence entre le poids des solides séchés et le poids

initial du filtre, tout en tenant compte du volume filtré (V, en ml). La différence de deux masses divisée par le volume de l'échantillon donne la concentration de l'échantillon en MeS (mgMeS/l).

Le filtre M1 est ensuite calciné à 550°C. La masse obtenue est M2 (en mg). La différence de masses M2 et M1 divisée par le volume de l'échantillon (V, en ml) donne la masse de la matière volatile en suspension.

Un prétraitement des filtres avant la mesure des MeS et des MVeS est nécessaire. Le prétraitement des filtres consiste à les laver avec 50 à 100 ml d'eau distillée, les sécher à 105°C pendant une heure pour les MeS et les calciner pendant une demi heure à 550°C pour la mesure des MVeS. Ensuite, on laisse ces filtres refroidir pendant 15 à 30 minutes dans un dessiccateur. Enfin, les filtres sont pesés sur une balance de précision 0,1 mg et ils sont stockés dans une boîte pour les utiliser plus tard pour les mesures des MeS et des MVeS.

La méthode suivi pour l'analyse des MeS et MVeS est détaillée dans le SOP-005.

## **4. Mise au point des protocoles FBRM et ViCAs**

La caractérisation physique des polluants des eaux usées est l'objectif principal de ce projet de maîtrise. Deux protocoles ont été choisis pour ce but. Le premier protocole est choisi pour la détermination de la distribution de la taille des particules et le deuxième est pour la caractérisation de la distribution de leur vitesse de chute. Une mise au point de protocoles expérimentaux pour accéder aux différentes caractéristiques des particules est nécessaire.

### **4.1. Élaboration du protocole de mesure de la taille des particules FBRM**

Le Lasentec est une technologie qui dépend de plusieurs paramètres opérationnels comme la vitesse de balayage des rayons laser, la vitesse d'agitation de l'échantillon, etc... Selon la section 1.2.6, le choix de ces paramètres influence la fiabilité des résultats. Étant donné que le Lasentec D600R a récemment été acheté, aucune procédure n'avait été établie pour son utilisation. Il a fallu donc commencer par établir la procédure de l'utilisation et la mise en place d'un protocole qui détaille chaque paramètre selon les besoins du projet et qui tienne en compte de la nature des échantillons.

Un test FBRM nécessite :

- La configuration du cycle de traitement : Un cycle de traitement ou un cycle d'analyse dépend de la durée de lecture et du pas du temps.
- La configuration de la sonde : Cette configuration contrôle les paramètres selon lesquels la sonde fait l'analyse de l'échantillon. La configuration se fait avec le choix de la vitesse de balayage, le choix de la vitesse de mélange et le choix du type de filtre des signaux.

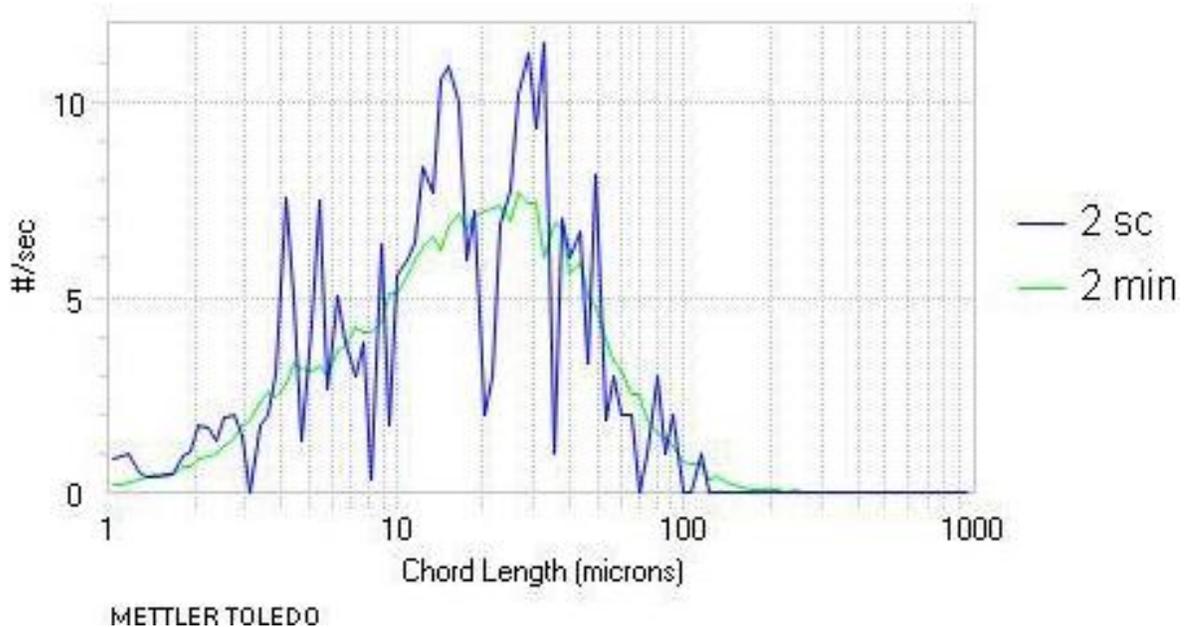
Plusieurs tests ont été faits en faisant toutes les combinaisons possibles des paramètres déjà cités pour élaborer un protocole FBRM propre aux eaux usées brutes. La liste des analyses réalisées avec toutes les combinaisons possibles est donnée en annexe I.

## 4.1.1. Configuration du cycle de traitement

### 4.1.1.1. Pas de lecture

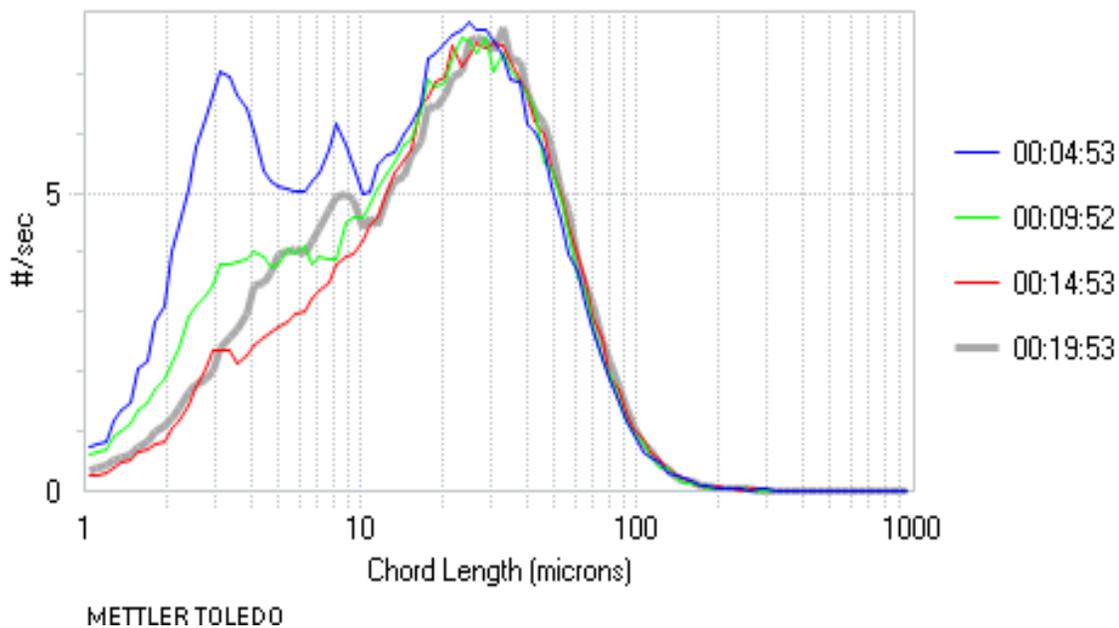
La distribution de la taille des particules donnée par le FBRM est le résultat d'une moyenne faite à partir de la somme des mesures pendant une durée du temps fixée par l'opérateur. Cette durée est désignée sous le terme « pas de temps ».

La gamme de choix pour le « pas de temps » est très vaste, de plus aucune indication sur ce paramètre n'a été traversée dans la littérature. Plusieurs tests ont été faits sur plusieurs échantillons d'eau brute, allant d'un pas de temps de 2 secondes jusqu'à 5 minutes. Les pas de temps testés sont : 2, 3, 5, 7, 10 secondes, 1, 2, 3 et 5 minutes. Les courbes de distribution obtenues avec les petits pas de temps allant de 2 secondes jusqu'à 1 minute sont très dentelées et non interprétables comparativement à celles générées à un pas de temps plus grand. La variation de la distribution de la taille des particules (en nombre de particules par secondes (#/sec)) avec les deux pas de temps (2 secondes et 2 minutes) sont montrées à la **Figure 22**.

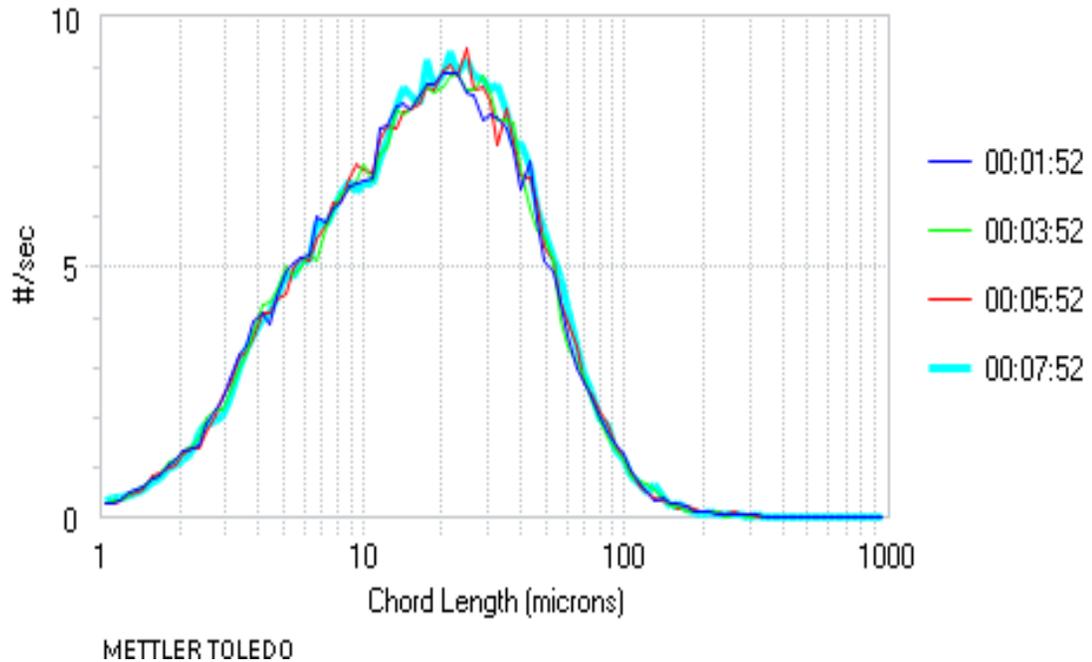


**Figure 22: FBRM, courbes générées par le logiciel icFBRM 4.1 avec deux différents pas de temps**

Pour chaque pas de temps testé, des essais de répétabilité ont été faits sur le même échantillon. Les courbes des analyses avec un pas de temps compris entre 2 sec et 1 min sont très différentes et elles sont complètement non répétables. Les essais avec un pas de temps très grand (5 min) donnent des tests qui varient d'une lecture à une autre (**Figure 23**). La distribution de la taille des particules avec un pas de temps de 2 min a donné des résultats parfaitement superposables (**Figure 24**).



**Figure 23: FBRM, courbes de distribution de la taille des particules avec pas de temps de 5 min**



**Figure 24: FBRM, courbes de distribution de la taille des particules avec pas de temps de 2 min**

Chaque pas de temps choisi a été testé avec plus d'un échantillon. Il apparaît qu'un pas de temps plus long, c'est-à-dire un plus grand nombre de mesures, améliore considérablement la répétabilité de la mesure de distribution de la taille des particules jusqu'à atteindre un certain seuil à partir duquel, une légère différence entre les courbes apparaît (le cas avec le pas de temps de 5 minutes). En plus de la répétabilité, le nombre élevé de mesures améliore la qualité des courbes de distribution; plus le pas de temps est élevé plus les courbes sont lisses, moins dentelées et plus faciles à interpréter.

Un pas de temps de 2 minutes a donc été jugé suffisant pour obtenir des mesures répétables et des courbes interprétables.

#### **4.1.1.2. Durée de lecture**

Après avoir choisi le pas de temps convenable, la durée de lecture n'est plus un facteur qui influence les résultats du test FBRM. Il semble qu'une durée de 15 minutes est suffisante puisqu'elle permet d'enregistrer un nombre suffisant de courbes qui se ressemblent.

## **4.1.2. Configuration de la sonde**

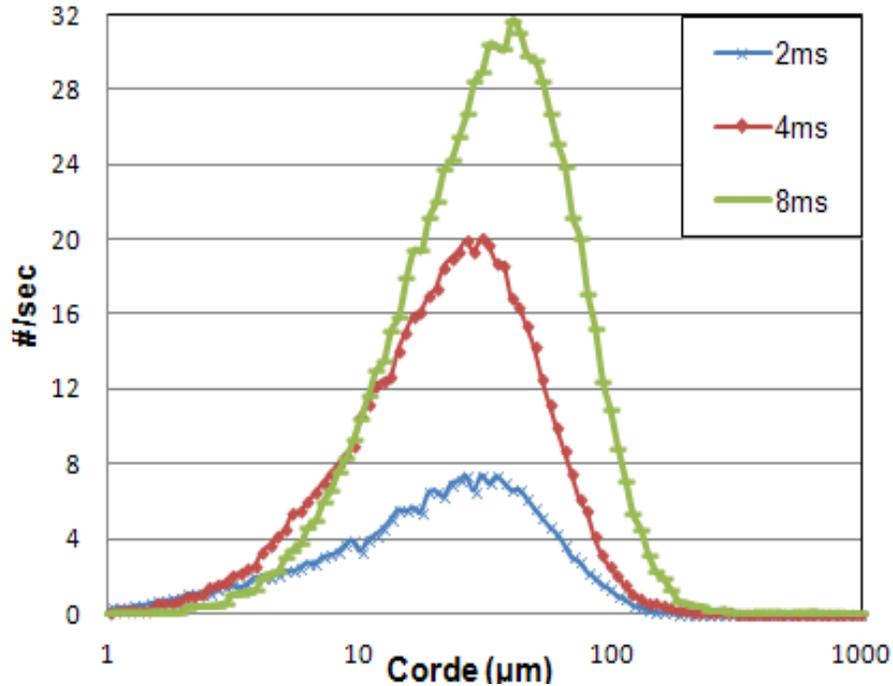
Afin de déterminer l'influence des différents réglages de l'appareil sur les distributions granulométriques, une étude a été menée sur plusieurs échantillons afin d'optimiser la répétabilité des résultats et la représentativité du protocole. La représentativité de la mesure a été établie en faisant la comparaison des courbes obtenues avec les courbes trouvées dans la littérature (De Clercq et al., 2004).

### **4.1.2.1. Influence de la vitesse de balayage**

Le Lasentec D600R est muni d'une lentille optique tournant à une vitesse très élevée; la lentille permet au faisceau laser de balayer l'échantillon avec une vitesse allant de 2 m/s à 8 m/s. La vitesse de rotation est réglable par l'opérateur selon les caractéristiques des échantillons.

Dans la littérature, plusieurs vitesses ont été choisies mais aucun auteur n'a indiqué les critères selon lesquels il a fixé ce paramètre. Dans le cadre du projet et étant donné qu'on travaille avec de l'eau usée, il était primordial de fixer la vitesse convenable à la nature de ce type d'échantillon. Pour cela, plusieurs tests ont été réalisés sur différents échantillons afin de pouvoir choisir entre les trois vitesses (2, 4 et 8 m/s), tous les autres paramètres (pas de temps, vitesse de mélange et durée du test) étant maintenus constants.

Sur un échantillon de concentration de 102 mg/l en MeS et dans les mêmes conditions d'agitation, les trois vitesses de balayage 2 m/s, 4 m/s et 8 m/s ont été testées. La superposition des trois courbes de distribution de la taille des particules est représentée à la **Figure 25** :



**Figure 25: FBRM, nombre de particules par seconde avec différentes vitesses de balayage**

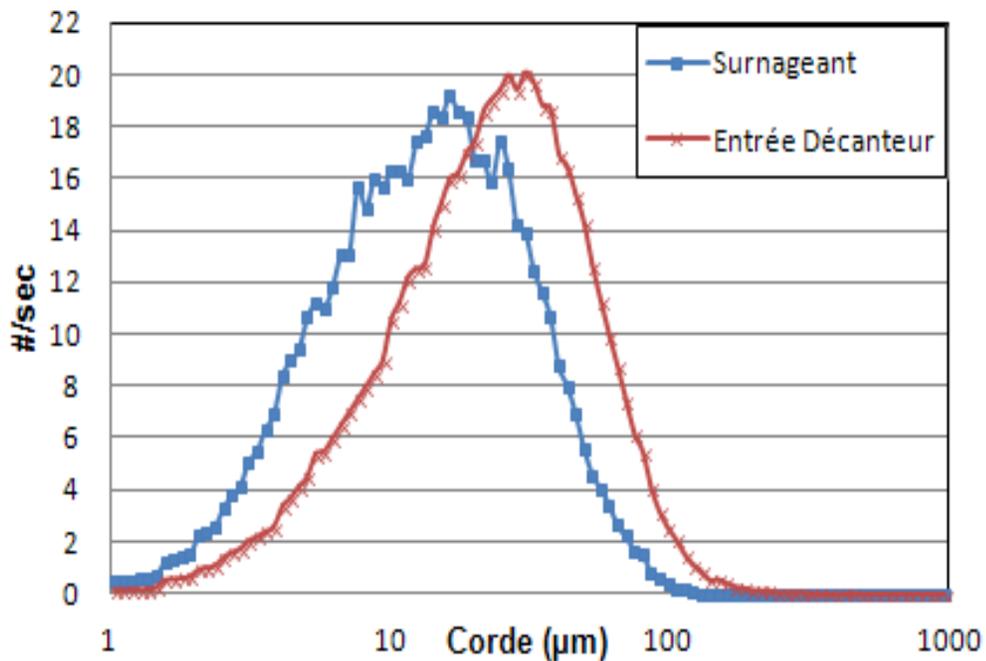
En passant de 2 m/s à 8 m/s le nombre de particules détectées par seconde augmente; par exemple en passant de 2 m/s à 4 m/s le nombre de particules de diamètre 50  $\mu\text{m}$  est multiplié par trois, ce qui s'explique par le fait qu'en augmentant la vitesse de balayage, la possibilité de scanner la même particule plusieurs fois augmente. En augmentant la vitesse de balayage, les courbes de distribution se déplacent de plus en plus à droite, augmentant ainsi la fraction des grosses particules par rapport aux petites. À une vitesse élevée, les petites particules deviennent moins perceptibles par le FBRM. En conclusion, la mesure de l'échantillon par des vitesses de balayage différentes favorise la lecture de certaines gammes de tailles en faveur des autres gammes. Mais la question qui se pose ici est : quelle est la vitesse de balayage convenable qui répond à la nature de l'échantillon et le représente réellement?

Pour répondre à la question, une comparaison a été faite des résultats de distribution de la taille des particules obtenus sur des échantillons et leur surnageant. Car logiquement, la distribution de la tailles des particules du surnageant devait être contenue dans la

distribution de la taille des particules de l'échantillon brut. La vitesse de balayage convenable sera donc celui qui donne une distribution du surnageant moins large que celle de l'échantillon brut.

Pour choisir la vitesse convenable, un échantillon de 1 litre de l'entrée du décanteur primaire de la ville de Québec a été prélevé. Après l'avoir mélangée pour l'homogénéiser, il a été divisé en deux et un balayage de la première moitié a été fait avec une vitesse de 4m/s. La deuxième moitié a été décanté et un test sur le surnageant a été fait avec la même vitesse (**Figure 26**).

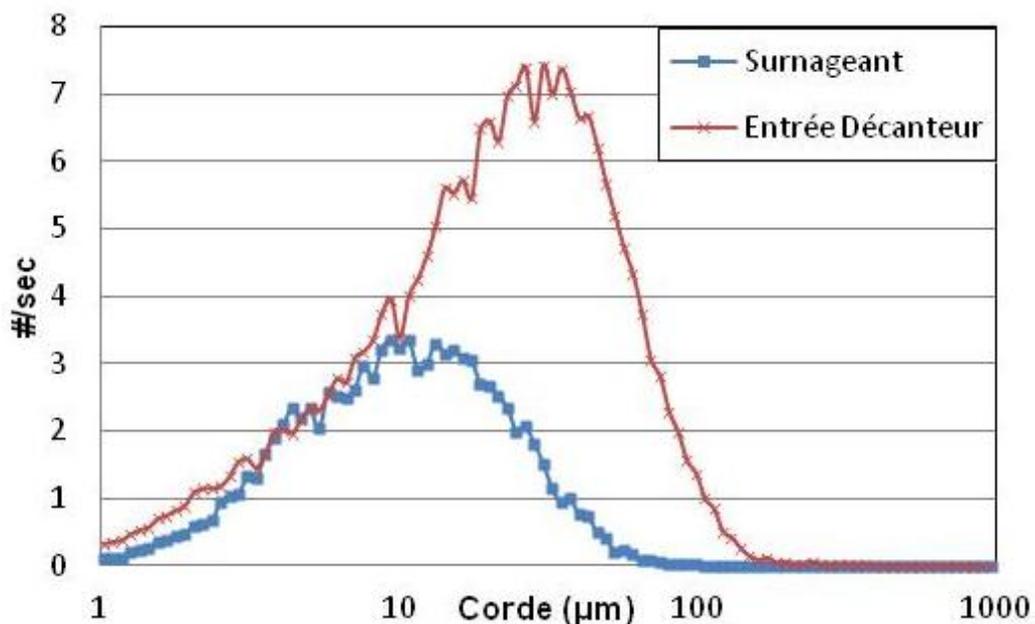
Pour les mêmes échantillons, on a fait le balayage avec la vitesse 2 m/s. Le résultat est donné à la **Figure 27**.



**Figure 26: FBRM, comparaison du nombre de particules entre l'entrée de décanteur et son surnageant avec une vitesse de balayage 4 m/s**

La comparaison des deux courbes de distribution de la taille des particules de l'entrée de décanteur primaire et de surnageant du même échantillon, donnée à la **Figure 26**, montre que le surnageant contient plus de petites particules (de corde inférieure à 40 µm) que

l'échantillon brut de départ, ce qui est impossible réellement. Deux hypothèses pourraient expliquer ce phénomène : soit le faisceau focalisé du laser a ignoré les rayons réfractés de ces particules à une concentration relativement élevée de l'échantillon brut parce qu'ils sont de fréquence plus faible que les rayons réfractés des grandes particules et les a considéré comme « bruit » (Manuel du Lasentec), soit, avec une concentration plus importante les particules deviennent plus serrées et avec une vitesse de balayage élevée elles seront identifiées comme agglomération de particules.



**Figure 27: FBRM, comparaison de nombre de particules entre l'entrée de décanteur et son surnageant avec une vitesse de balayage 2 m/s**

Les résultats obtenus par le traitement du même échantillon; entrée de décanteur et surnageant, à une vitesse de 2 m/s viennent appuyer les hypothèses présentées dans le paragraphe précédent. Une vitesse élevée est moins sensible aux petites particules puisque avec une vitesse plus faible on a eu le même nombre de particules dans les deux échantillons. Les deux courbes de distribution se superposent pour les particules de taille comprise entre 1 µm et 10 µm (**Figure 27**), malgré que l'échantillon brut soit plus concentré que son surnageant. Ceci semble approuver que le faisceau laser arrive à bien

distinguer les bords des particules et faire la différence entre des particules serrées et les agglomérats lors de son scannage en tournant avec une vitesse faible.

La vitesse retenue pour le balayage des eaux usées brutes est 2 m/s.

#### **4.1.2.2. Influence de la vitesse de mélange**

L'appareil est doté d'un mélangeur qui permet de garder les particules en suspension durant l'essai. La vitesse est réglable de 200 rpm à 1000 rpm. Vu l'influence de la vitesse sur les mesures de distribution de la taille des particules et sur la forme des particules comme a été expliqué dans la revue de littérature à la section 1.2.6, le choix de la vitesse devait être fait avec prudence.

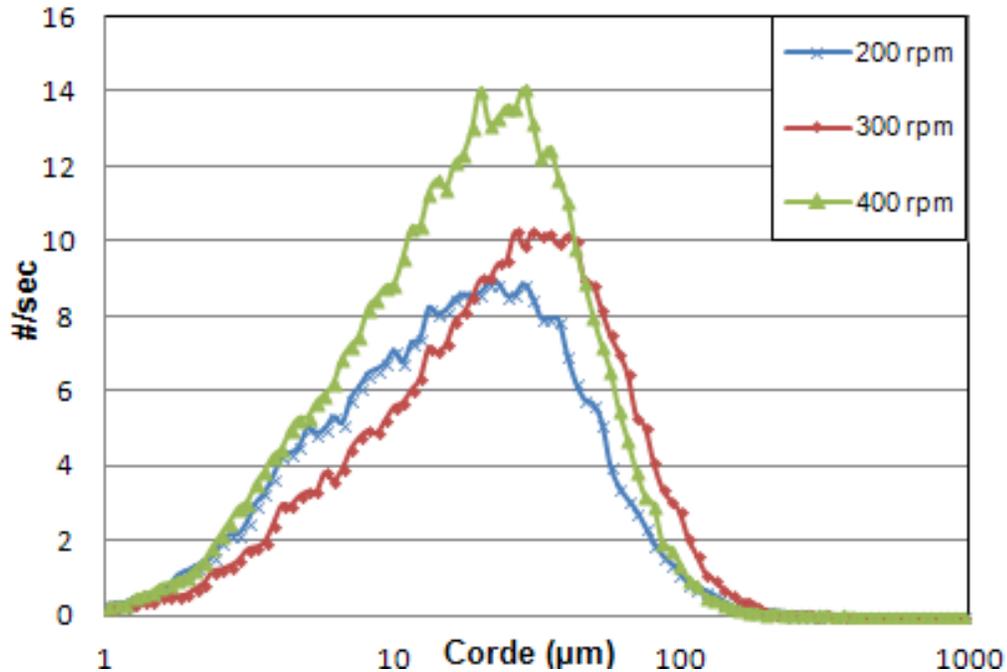
Plusieurs essais ont été mis en place pour pouvoir choisir la bonne vitesse de mélange, en fonction des étapes suivantes:

- Augmenter la vitesse d'agitation par pas constant afin d'observer l'évolution de la lecture de taille des particules en fonction de la vitesse de mélange.
- Diminuer la vitesse de mélange par pas constant afin de mettre en évidence l'effet de l'hélice sur l'échantillon.
- Maintenir la vitesse de mélange constante pour une période de temps importante afin de mettre en évidence la répétabilité des courbes de distribution de la taille des particules pour chaque vitesse testée.

La vitesse d'agitation peut varier de 200 rpm à 1000 rpm. Toutefois, pour nos tests, on s'est limité à une vitesse de 400 rpm, car au-dessus de celle-ci l'hélice crée des bulles d'air dans l'échantillon ce qui perturbe les mesures et sur-dimensionne la distribution de la taille des particules comme a été expliqué dans la revue de littérature.

Sur un échantillon de concentration initiale 120 mgMeS/l, les vitesses 200, 300 et 400 rpm ont été testées. La superposition des résultats de distribution de trois vitesses montre qu'en augmentant la vitesse d'agitation, les courbes de distribution se déplacent de plus en plus à droite, augmentant ainsi le nombre des grosses particules par rapport aux petites (**Figure**

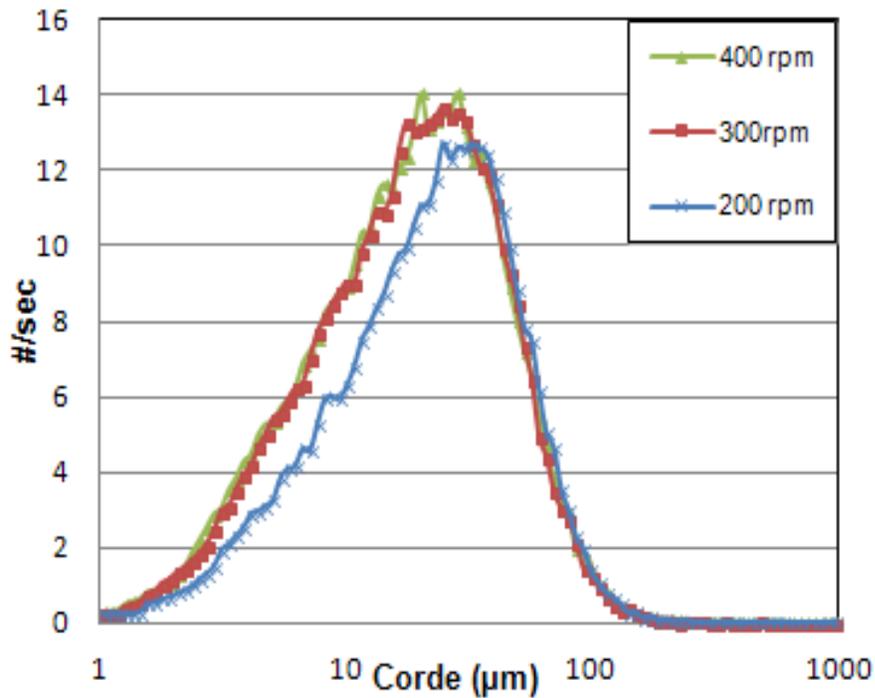
28). Cette augmentation est due au passage rapide des particules dans le champ focal du faisceau laser sous l'effet de la vitesse élevée d'agitation, ce qui rend les petites particules moins visible parce qu'elles ont moins de temps pour refléter les rayons laser.



**Figure 28: FBRM, nombre de particules par seconde en augmentant la vitesse de mélange variable**

En comparant les courbes de 200 rpm et 300 rpm, on remarque la diminution des petites particules en faveur des grandes ce qui appui l'hypothèse déjà mentionnée. Mais en faisant la comparaison avec la courbe de 400 rpm, on remarque que le nombre de grandes particules augmente par rapport aux autres courbes ce qui est normal selon notre explication. En effet, le nombre des petites particules ne diminue pas, au contraire il a aussi augmenté ce qui nous laisse penser à une dégradation possible de l'échantillon. Pour vérifier le tout, un test allant en sens inverse a été fait.

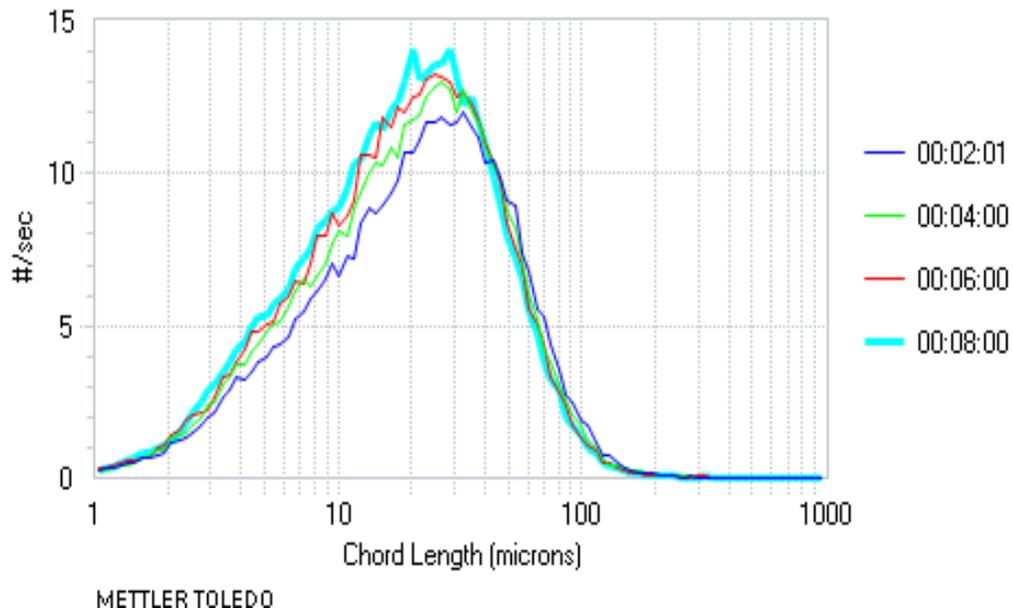
Sur le même échantillon, on a donc commencé le test à une vitesse de 400 rpm, puis la vitesse a été diminuée à 300 rpm et finalement à 200 rpm (**Figure 29**).



**Figure 29: FBRM, nombre de particules par seconde en diminuant la vitesse de mélange**

Les deux courbes de distribution de la taille des particules correspondantes aux vitesses de mélange 400 rpm et 300 rpm sont parfaitement superposées ce qui laisse penser que l'hélice dégrade l'échantillon et change la forme des particules à une vitesse importante. La courbe de la vitesse la plus faible, 200 rpm, a la même allure que les deux premières courbes mais il est légèrement inférieure à celles-ci en amplitude (en terme de nombre de particules). Le fait d'avoir la même allure que les autres courbes prouve que l'échantillon a subi une modification.

De plus, le maintien des vitesses d'agitation de 300 rpm et 400 rpm pendant plusieurs minutes provoque un changement notable dans la distribution de la taille des particules. Les résultats de distribution de la taille des particules ne sont répétables pour ces deux vitesses de mélanges. La **Figure 30** illustre la variation des résultats pour la vitesse de 400 rpm. Pour la vitesse de 200 rpm les résultats sont bien répétables : ils ne changent pas en fonction du temps.



**Figure 30: Courbes FBRM avec vitesse d'agitation de 400 rpm**

Étant donné qu'une vitesse de 200 ne semble pas provoquer d'évolution notable dans la granulométrie mesurée, le choix a été fait de retenir une vitesse d'agitation de 200 rpm, permettant une homogénéisation de suspension en même temps que la préservation de la structure des particules.

#### **4.1.2.3. Traitement du signal**

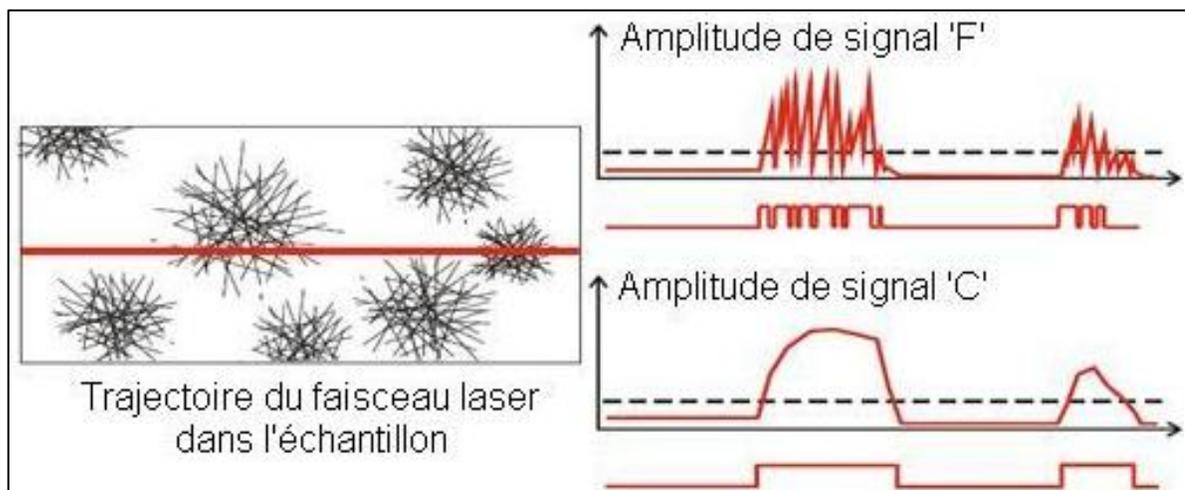
En théorie, chaque particule sur la trajectoire du faisceau focalisé reflète les rayons lumineux tout le long de son balayage par le faisceau laser. Les rayons réfléchis par les particules en suspension sont collectés par la lentille optique détectrice. Cette dernière transmet ces rayons sous forme d'impulsions à l'unité centrale à travers le câble blindé.

Ces impulsions sont converties par l'unité centrale en des signaux électroniques qui seront filtrés par le FBRM selon deux modes « corse » ou « fine ». Le mode « fine » est très sensible aux variations de l'intensité des rayons réfléchis par les particules, c'est à dire qu'une légère variation d'intensité de rayons réfléchis est considérée comme bord de particule ou agglomération de particules. Donc, pour le même échantillon, on obtient un nombre de particules plus élevé avec le mode « fine » que le nombre de particules obtenu

en mode « corse » (**Figure 31**). À chaque mode de filtration correspond un circuit, le schéma des circuits est donné en annexe J.

Selon Heath et al. (2001), il est très rare que les auteurs mentionnent le filtre avec lequel ils ont travaillé. Par contre le filtre « coarse » est recommandé pour le suivi de la distribution de la taille des particules au cours de la floculation (Heath et al., 2001).

En tenant compte qu'on travaille avec de l'eau usée et donc des particules de l'ordre du micron, on doit utiliser le filtre le plus sensible aux variations de l'intensité des rayons réfléchis pour distinguer entre les particules en suspension quel que soit leur taille. Pour cette raison on a retenu le mode de filtration « fine ».



**Figure 31: FBRM, type de traitement de signal électrique**

### **4.1.3. Test du protocole : influence de la concentration**

Après avoir élaboré le protocole sur des eaux usées échantillonnées à l'entrée et à la sortie du décanteur primaire, on l'a testé avec des boues primaires. Pour la première analyse, les boues primaires de la étaient très diluées, car on a fait l'échantillonnage à la fin de l'étape de soutirage. Pour cet échantillon, la sonde a été capable de faire l'analyse de cette boue avec le protocole de FBRM déjà élaboré précédemment.

Un deuxième test FBRM sur des boues très concentrées a été fait. Cette fois, on n'a pas pu faire l'analyse et la sonde a été incapable de faire la lecture de l'échantillon. Ces boues étaient de concentration 26gMeS/l.

Selon la revue de littérature (section 1.2.6), la concentration de l'échantillon influence les résultats de mesure de distribution de la taille des particules avec la technique FBRM. De plus, le modèle Lasentec D600R est inopérant pour des concentrations élevées dû à l'apparition du phénomène de diffusion multiple (manuel Lasentec).

Les limites d'efficacité sont un compromis entre la mesure d'une quantité de particules suffisante et d'une quantité permettant d'éviter les phénomènes de diffusion multiple : une dilution systématique des échantillons très concentrés s'impose pour choisir la concentration seuil au dessus de laquelle les résultats de distribution de la taille des particules ne sont pas représentatifs de l'échantillon. La dilution de l'échantillon est faite par des eaux résiduaires de la même station d'épuration pour garder les caractéristiques de l'échantillon et ne pas changer sa matrice initiale. L'eau de dilution doit être filtrée avec des filtres de porosité 0,45µm pour ne pas apporter des particules à l'échantillon initiale. La procédure de dilution est donnée en annexe K.

Partant d'un échantillon de boue de concentration de 26 gMeS/l, qui était impossible d'analyser à l'état brut, une série de dilutions a été faite dans l'ordre suivant : 10, 20, 50, 60 et 80 fois (**Figure 32**). Pour chaque dilution, une lecture par le Lasentec D600R a été faite en utilisant les paramètres de configuration déjà choisis qui sont la vitesse de balayage (2 m/s), la vitesse de mélange (200 rpm) et le pas de temps (2 minutes). Au cours de la lecture de la première dilution (10 fois), la courbe de FBRM a été marquée par un pic fixe au cours du temps (voir annexe L). Le pic est dû aux saletés retenues par l'hélice.



**Figure 32: FBRM, tamisage de l'échantillon et série de dilution**

Pour éviter le colmatage de l'hélice de mélange, un tamisage à 2 mm avant chaque mesure est recommandée. Le choix de cette taille de tamis est lié au protocole de vitesse de chute des particules ViCAs, car dans ce dernier on commence par tamiser l'échantillon avant de commencer la mesure. Puisqu'on va utiliser les courbes de FBRM en commun avec les courbes de ViCAs pour trouver une relation entre les deux, on a utilisé la même porosité de tamis pour s'assurer qu'on travaille avec la même gamme de particules.

Une lecture de chaque dilution a été faite par le FBRM avec les paramètres déjà fixés. Après, chaque distribution de taille de particules a été multipliée par son facteur de correction (facteur de dilution). Ensuite, ces courbes ont été tracées sur le même graphique (**Figure 33**). Les courbes ne sont pas superposées et la comparaison entre les courbes fréquentielles est difficile. Donc on a passé à la comparaison des courbes de fraction cumulative des particules.

La meilleure dilution est considérée celle qui donne la concentration à partir de laquelle les courbes de distribution de la taille des particules deviennent identiques puisqu'elles sont des courbes de mesure du même échantillon brut.

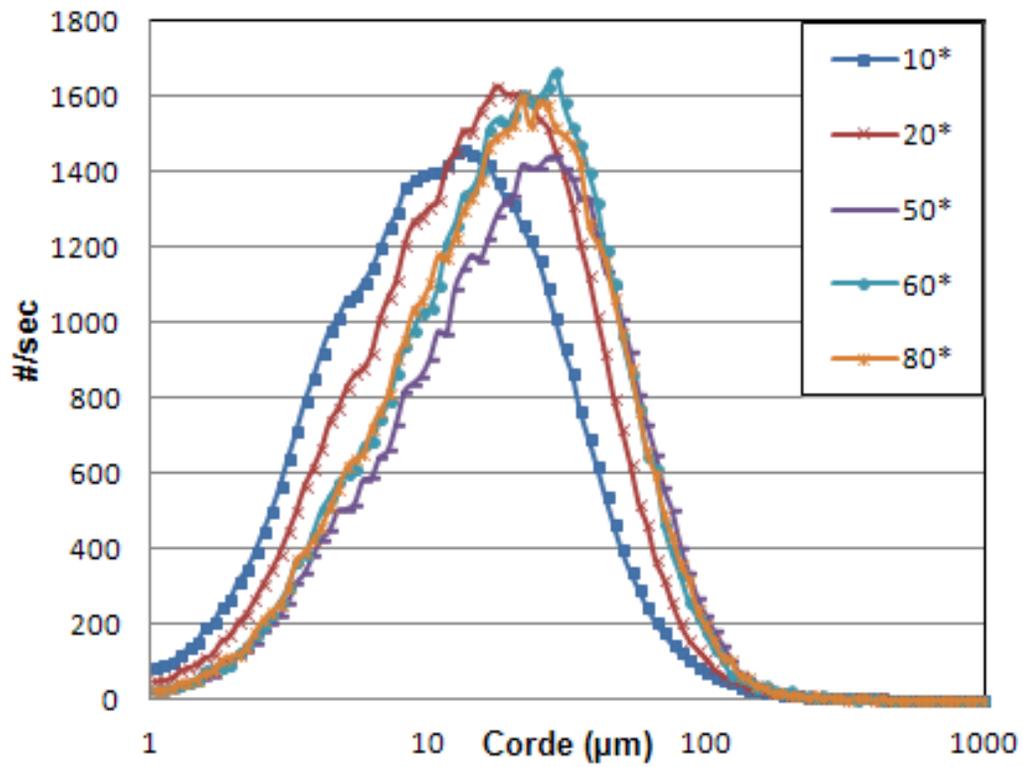


Figure 33: FBRM, les courbes de distribution de la taille de particules en fonction de la dilution

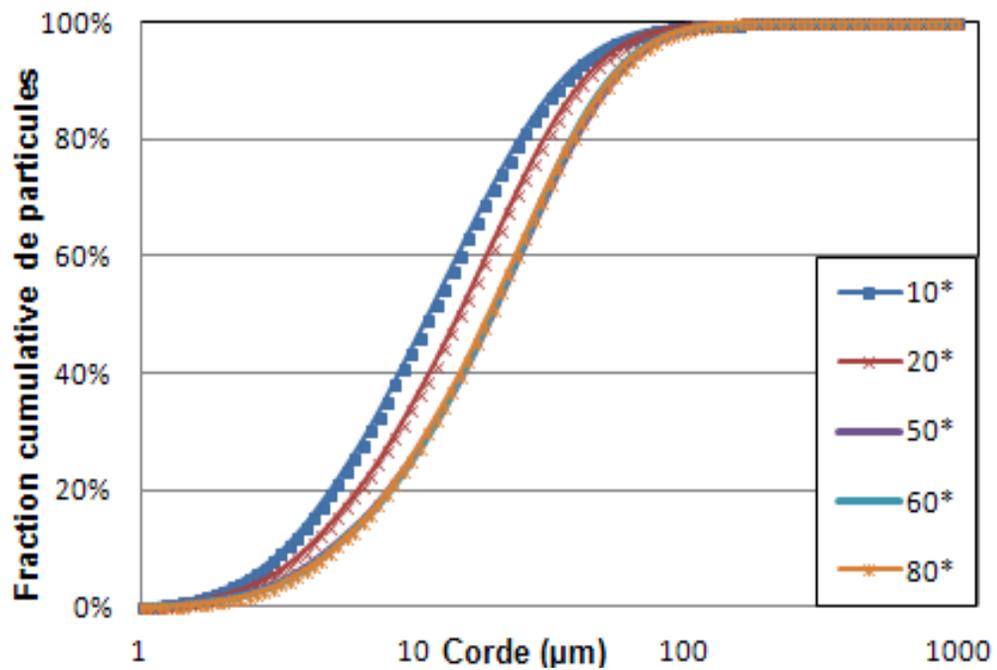


Figure 34: FBRM, courbes cumulatives de fraction de particules

Les courbes en nombre de particules par secondes (#/sec) de la **Figure 33** ont été transformées en courbes cumulatives de fraction des particules (**Figure 34**). Malgré qu'elles soient le résultat du même échantillon brut (avant la dilution), les courbes cumulatives corrigées (multipliées par le facteur de dilution) ne sont pas toutes superposées. D'après la **Figure 34**, seulement les courbes de dilution de 50, 60 et 80 fois sont superposées. Le choix de la meilleure concentration est encore difficile à partir des courbes cumulatives, ce qui nous a amené à comparer les quadrants (Q1, Q2, Q3) de ces courbes. Les quadrants (Q1, Q2, Q3) et le rapport (Q1/Q3) ont été calculés pour chaque courbe cumulative. Les résultats sont présentés au **Tableau 12**.

**Tableau 12: Comparaison des quadrants en fonction du facteur de dilution**

<b>Facteur de dilution</b>	<b>Q1</b>	<b>Q2</b>	<b>Q3</b>	<b>Q1/Q3</b>
<b>10</b>	5,87	11,82	22,20	0,26
<b>20</b>	7,74	15,58	27,31	0,28
<b>50</b>	9,77	20,54	36	0,27
<b>60</b>	10,21	19,17	36,60	0,30
<b>80</b>	9,53	19,17	33,60	0,28

À partir de la dilution 50 fois, les quadrants commencent à être stables. Par exemple le quadrant Q3, il est égal à 36 pour la dilution 50 fois et 36,6 pour les dilutions 60 et 80 fois. C'est-à-dire pour trois différentes dilutions (50, 60 et 80 fois), on compte le même nombre de particules. Donc pour ces trois dilutions, les courbes de distribution de la taille des particules sont considérées représentatives des échantillons. En conclusion, on a gardé la dilution 50 fois avec une concentration en MeS de 0,52 g/l.

#### **4.1.4. Protocole retenu**

Les paramètres du protocole retenus sont :

- Cycle de lecture ou « pas de temps » : 2 min
- Vitesse de balayage du faisceau laser : 2 m/s
- Vitesse de mélange : 200 rpm
- Filtre électronique : fine « F »
- Concentration maximale en MeS : 520 mgMeS/l soit 0,6 gMeS/l

Des séries d'analyse sur plusieurs échantillons à différentes concentrations de l'entrée et de la sortie de décanteur primaire ont été analysées avec ce protocole. Les tests étaient reproductibles, et les résultats de ces analyses seront discutés à la section 5.2.

Le protocole standard (SOP) élaboré pour le FBRM est donné en annexe M.

## **4.2. Mise au point du protocole ViCAs**

Le protocole ViCAs est un protocole de décantation en colonne qui permet le suivi de la sédimentation des particules en fonction du temps dans une seule colonne. Il permet la séparation physique de la phase solide de la phase liquide par gravité. Le test ViCAs dure quatre heures voire plus dépendamment des objectifs du test, et est jugé réussi avec un bilan de masse fermant à  $\pm 15\%$ . L'opération de l'échantillonnage et la représentativité des résultats doivent faire l'objet d'une attention particulière. Le protocole a été mis au point et testé lors de deux projets à l'Université Laval. Il a été testé par l'équipe de recherche rivEAU (Berrouard, 2010) avec les eaux pluviales et l'équipe retEAU avec les eaux unitaires (Maruejols, 2012). Les résultats ont été reproductibles. Toutefois, certaines vérifications restent à faire pour finaliser le protocole. Dans ce qui suit, une mise au point du protocole en le testant d'abord avec la variation de la température de l'eau manipulée, après avec la dilution de l'échantillon. Un test de répétabilité sera aussi établi.

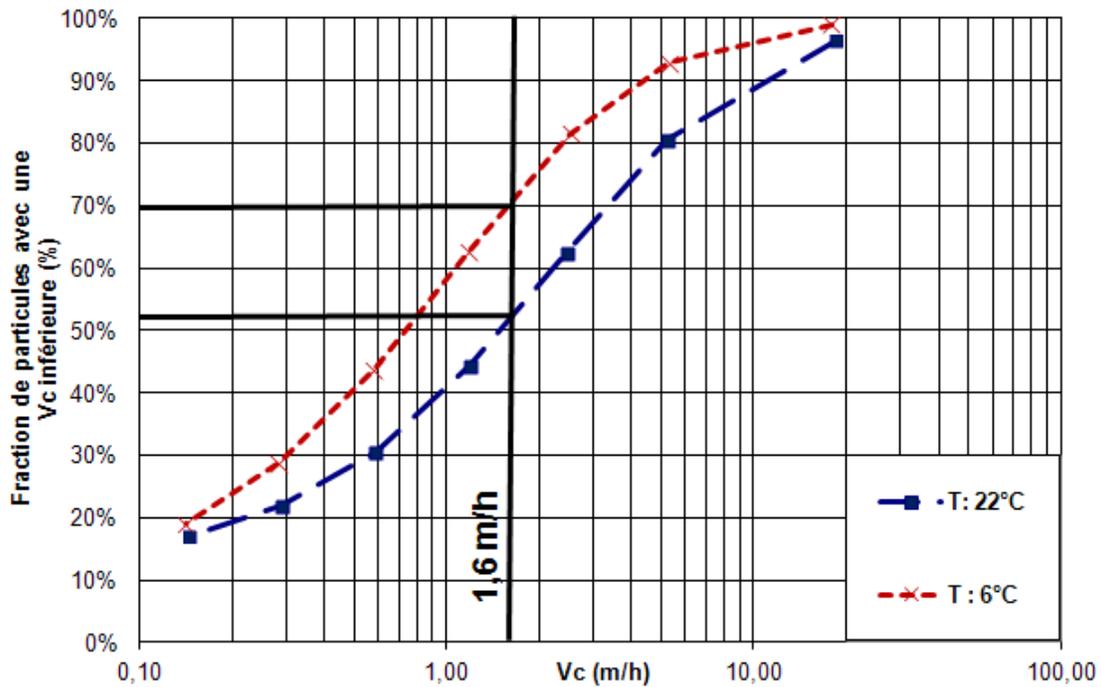
### **4.2.1. Influence de la température**

Pendant les campagnes d'échantillonnage, il est arrivé qu'on a accumulé plusieurs échantillons et est conservé dans la chambre froide jusqu'à la mesure par le protocole ViCAs. Pour faire ressortir l'effet de la variation de la température de l'eau sur le protocole et sur la distribution de la vitesse de chute des particules, des tests ViCAs ont été planifiés dans la chambre froide à une température de 6°C. Le test permet de savoir si on pouvait faire des tests ViCAs sur les échantillons froids ce qui évitera de perdre du temps en attente de réchauffement lors de l'analyse.

Le test s'est déroulé sur les eaux de la ville de Québec avec des échantillons pris à l'entrée du décanteur primaire. Ces échantillons ont été conservés dans la chambre froide pendant 24 heures. Sur chaque échantillon, deux tests en parallèles ont été faits : un dans la chambre froide et l'autre à la température ambiante (après avoir attendu que l'eau de l'échantillon atteigne la température de la pièce). Ce test a été refait trois fois sur trois différents échantillons mais seuls les résultats d'un unique test sont retenus. Les deux autres tests

avaient un bilan de masse supérieure à 15 %. La concentration en MeS de l'échantillon retenu est de concentration 198 mgMeS/l.

La comparaison des résultats obtenus avec la même eau (l'un dans la chambre froide et l'autre à la température ambiante) est donnée à la **Figure 35**.



**Figure 35: Vitesse de chute des particules à deux températures différentes**

À partir de la **Figure 35** on remarque que la courbe de décantation de l'échantillon à température ambiante 22°C est plus basse que l'échantillon à 6°C. Les particules décantent donc plus vite à une température élevée. Ce résultat était attendu puisque la viscosité de l'eau diminue avec l'augmentation de la température, ce qui favorise la chute des particules.

Selon la littérature, la vitesse de conception des décanteurs primaires est 1,6 m/h. La fraction décantable est la fraction des particules ayant une vitesse de chute supérieure à la vitesse de conception (1,6m/h). Si on prend cette vitesse comme repère pour l'interprétation de la courbe ViCAs, on trouve que la fraction décantable diminue de 50 % à 30 % avec la température. Ces résultats sont en concordance avec les résultats obtenus avec les eaux de

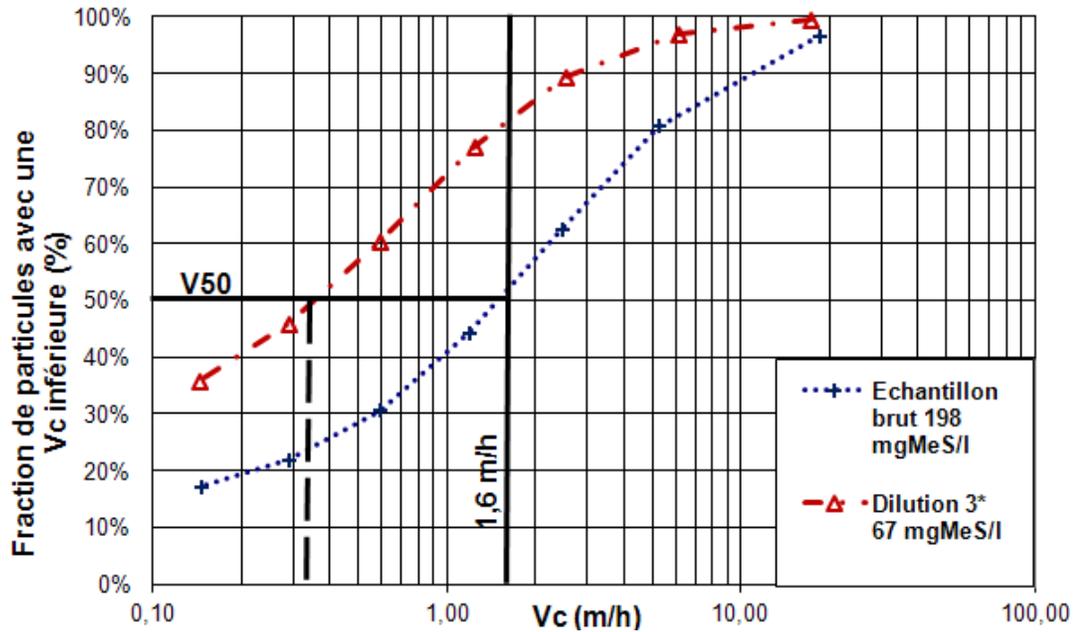
ruissellement par Chebbo et Bachoc (1992) et Berrouard (2010). La température augmente la viscosité de l'eau et par la suite elle diminue la vitesse de chute des particules. Donc avant de commencer un test ViCAs, il faut attendre le réchauffement à température de pièce des échantillons stockés.

#### **4.2.2. Influence de la dilution**

Pour mettre en évidence l'effet de la dilution sur la distribution de la vitesse de chute des particules, des tests ViCAs ont été faits sur des échantillons dilués. Le protocole suivi pour la dilution des échantillons est donné en annexe K.

Le test consiste à faire la comparaison entre la distribution de la vitesse de chute des particules de l'échantillon brut et la distribution de la vitesse de chute du même échantillon dilué. Pour le faire, un volume de 7 litres d'eau a été prélevé de l'entrée du décanteur primaire de la ville de Québec. Cinq litres de cet échantillon ont été utilisés pour faire le premier test ViCAs. Sur les deux litres restants, une dilution de trois fois a été faite. Pour la dilution, on a filtré 6 L d'eau pris de l'effluent de décanteur primaire de la ville de Québec. Cette eau a été filtrée avec des filtres de porosité 0,45 µm.

Les deux ViCAs sont déclenchés au même temps par le même opérateur, le premier ViCAs avec l'échantillon à son état brut de concentration initiale égale à 198 mgMeS/l, le deuxième ViCAs avec l'échantillon dilué trois fois de concentration égale à 67 mgMeS/l.



**Figure 36: Comparaison des vitesses de chutes d'un échantillon dilué avec un échantillon non-dilué (pilote)**

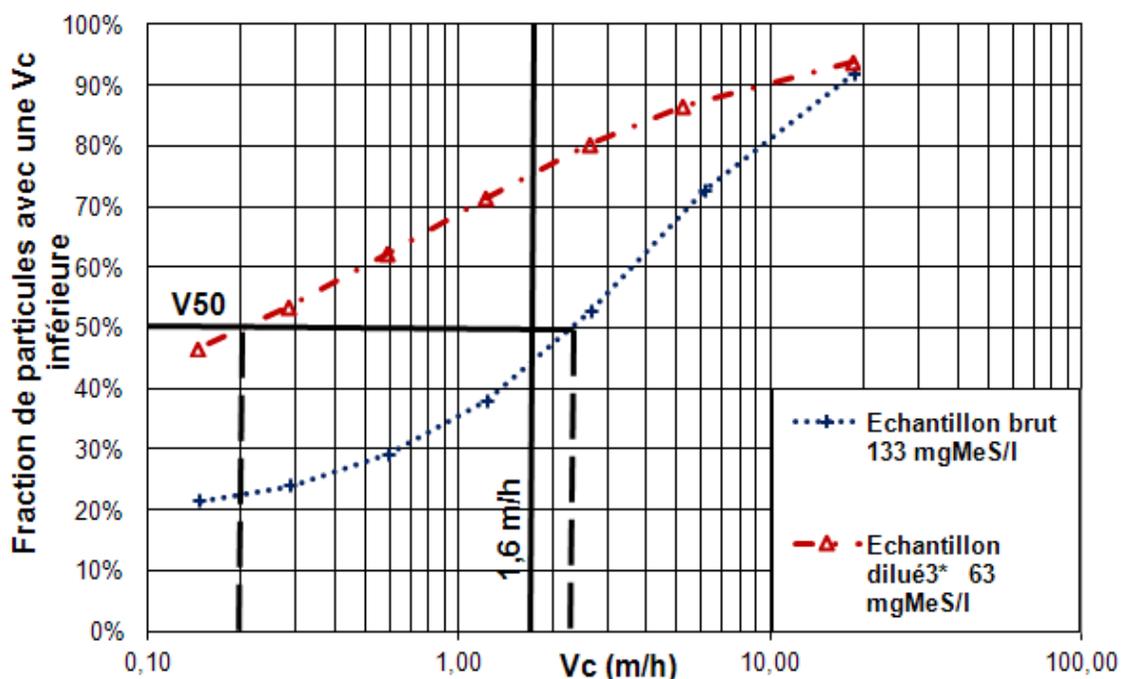
La courbe de distribution de la taille des particules de l'échantillon dilué (**Figure 36**), à première vue, permet de conclure que le ViCAs est capable de mesurer des échantillons à faible concentration. La courbe de l'échantillon dilué a la même allure que les courbes de distribution de chute des particules trouvées dans la littérature (section 1.3.2).

La comparaison des deux tests ViCAs (**Figure 36**) révèle qu'avec la dilution, la vitesse de chute des particules diminue. La fraction décantable passe de 50 % à 18 % diminuant ainsi la vitesse médiane correspondant à la décantation de la moitié (50%) des particules. Elle ( $V_{50}$ ) passe de 1,6 m/h à 0,33 m/h.

En effet, dans un échantillon de concentration importante, les particules ont plus de chance d'avoir des collisions avec leurs voisins durant leur chute vers le bas de la colonne. Par contre, dans un échantillon à faible concentration, les particules se déplacent sans interagir avec leurs voisins. Lors de sa chute libre dans la colonne de décantation, la trajectoire d'une particule varie d'une concentration à une autre. Une petite particule peut être trainée par des grosses particules et décante dès les premières minutes, par contre la même particule n'aura

pas la même trajectoire dans un échantillon à faible concentration où elle est soumise seulement à l'effet de son poids.

Un autre test de dilution a été fait sur les eaux usées de la ville de Québec pour s'assurer de la répétabilité du test et des résultats obtenus lors du premier essai. La concentration initiale de l'échantillon du deuxième test (**Figure 37**) est de 133 mgMeS/l. Malgré que la dilution semble être mal faite pour ce test (après une dilution de trois fois, la concentration passe de 133 mgMeS/l à 63 mgMeS/l), on remarque le même effet sur la vitesse de chute des particules. La courbe de l'échantillon témoin est en dessous de la courbe de l'échantillon dilué. La vitesse de chute médiane  $V_{50}$  passe de 2,2 m/h à 0,2 m/h et la fraction décantable à une vitesse de 1,6 m/h a passée de 55 % à 23 %.



**Figure 37 : Comparaison des vitesses de chutes des particules d'un échantillon dilué et un échantillon non-dilué (décanteur réel)**

En conclusion, le protocole ViCAs était reproductible pour des échantillons dilués. Il a permis de déterminer la distribution de la vitesse de chutes des particules pour des échantillons à faible concentration. La plus faible concentration testée était de 60mg/MeS/l.

### 4.2.3. Test de répétabilité

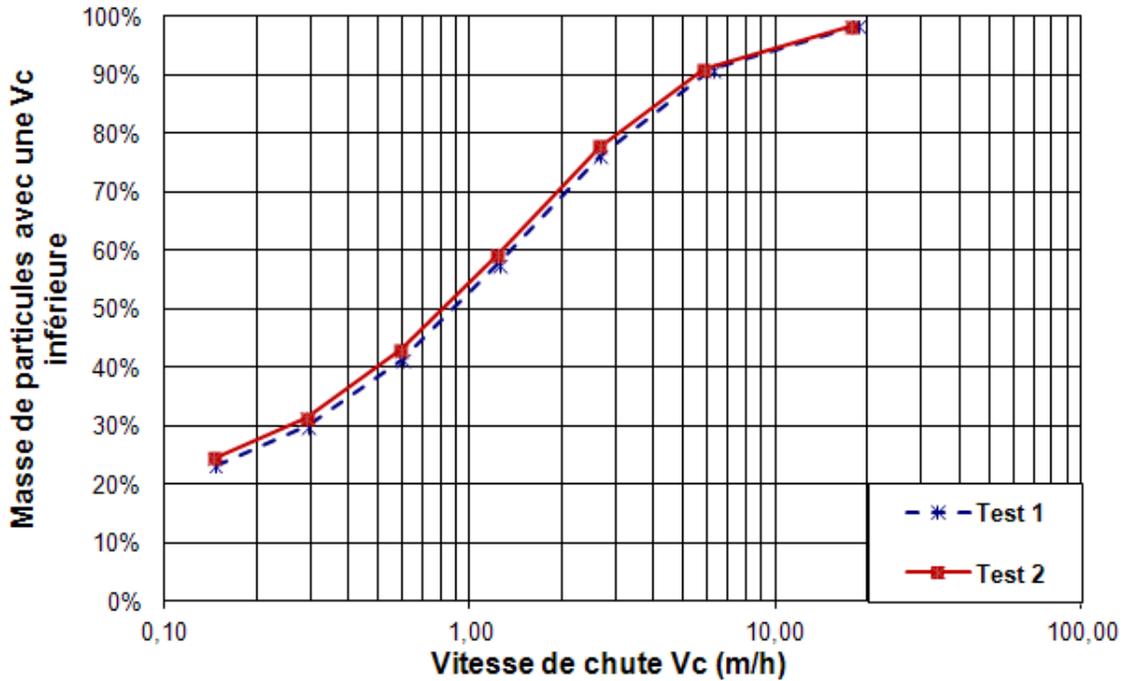
Comme il a été mentionné dans la section 3.4, le protocole ViCAs est un protocole très délicat et nécessite beaucoup d'attention surtout au démarrage du test. Le manipulateur perd plusieurs essais avant d'avoir des tests avec un bon bilan de masse. La répétabilité des résultats doit être aussi sujet de vérification. Un test de répétabilité d'un échantillon a été fait par la même personne.

Sur un même échantillon pris à l'entrée d'un décanteur primaire, deux tests ViCAs ont été lancés de suite par la même personne. Selon le **Tableau 13**, il est difficile d'assurer la même hauteur d'eau dans les deux colonnes. Le bilan de masse aussi, il n'est pas le même pour les deux tests parce qu'il dépend du déroulement du test et surtout lors de l'étape de changement des coupelles.

**Tableau 13 : Données reliées à l'essai de reproductibilité**

N° du test ViCAs	1	2
<b>Hauteur de chute (cm)</b>	61,4	61,8
<b>Durée du test (min)</b>	254	254
<b>Concentration initiale (mgMeS/l)</b>	271	222
<b>Concentration finale (mgMeS/l)</b>	44	49
<b>Bilan de masse</b>	7%	0%

La **Figure 38** présente les résultats de cet essai à partir des courbes de vitesses de chute des particules. Les deux courbes de la **Figure 38** ont exactement la même allure et sont très rapprochées. Cela indique que la distribution des proportions de vitesses de chute fournie par le protocole ViCAs sera gardée d'un essai à l'autre pour le même échantillon.



**Figure 38 : Courbes de vitesse de chute pour un même échantillon**

Le protocole ViCAs a été testé sous différentes conditions, il a permis d’avoir la distribution de la taille des particules à une faible concentration et à différentes températures. Le protocole est opérationnel, reproductible et répétable. Dans ce qui suit, le ViCAs sera utilisé avec les eaux usées de la ville de Québec, Charny et Valcartier, les résultats de ces tests sont présentés et interprétés dans la section suivante.

## 5. Résultats et discussion

### 5.1. Résultats par rapport au ViCAs

La vitesse de sédimentation est l'un des paramètres les plus importants qui affecte directement l'efficacité d'élimination des particules (Liu et Gracia, 2011). Donc pour mieux concevoir, dimensionner, modéliser et gérer les ouvrages de traitement par décantation des eaux usées, la connaissance des distributions de vitesses de chute des polluants est essentielle. Ces distributions représentent la répartition en masse des polluants en fonction de leurs vitesses de chute. Aucune mesure expérimentale de distribution de vitesse de chute des particules des eaux usées n'a été trouvée dans la littérature. Il faut donc poursuivre des mesures pratiques au laboratoire dans le but d'obtenir une connaissance plus précise des caractéristiques de sédimentation des solides et de leur variabilité.

Comme il a été mentionné dans la section 3.2, une campagne d'échantillonnage a été faite en été 2012. Le prélèvement était fait en fonction de plusieurs facteurs tels que la charge superficielle dans le décanteur primaire et la concentration en matière solide. Pour chaque échantillon, une description matérielle est faite comme indique l'annexe E. Au début, l'échantillonnage a été pris sur des eaux de la station Est de Beauport. Pour la suite, d'autres prélèvements ont été faits aux stations de Charny et Valcartier pour pouvoir comparer avec les observations déjà faites sur les eaux de la ville de Québec.

#### 5.1.1. Les eaux de la ville de Québec

Pour déterminer la distribution de la vitesse de chute à l'affluent et l'effluent des eaux usées de la ville de Québec, plusieurs échantillonnages ont été effectués à l'entrée et à la sortie du décanteur réel de la station Est de Beauport et à l'entrée et sortie du décanteur pilote installé dans le hall d'essais de la même station. Le **Tableau 14** regroupe tout les tests ViCAs faits sur ces échantillons en temps sec. Les prélèvements ont été effectués entre 09h00 et 10h00 du matin. Toutes les analyses ViCAs ont été faites à la température de pièce, soit environ 20°C.

Seuls les tests dont le bilan de masse était inférieur ou égal à  $\pm 15\%$  ont été gardés.

**Tableau 14: Tests ViCAs réalisés sur les eaux de la ville de Québec**

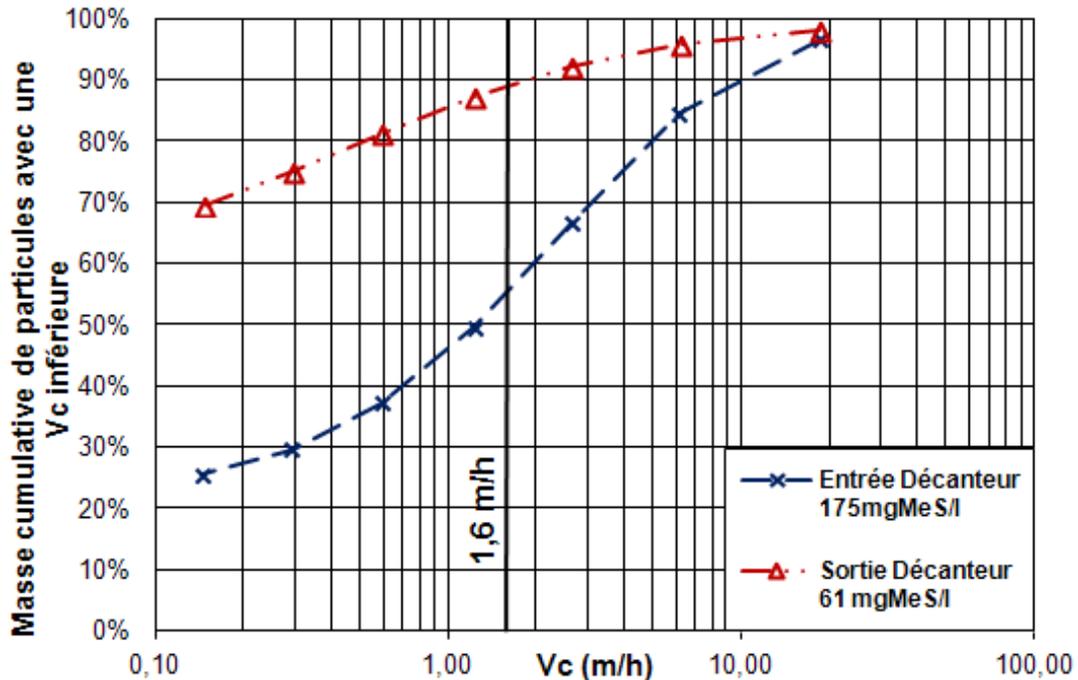
Station EST Beauport	Nom éch.	date d'analyse	Débit (m <sup>3</sup> /h)	Heure d'éch.	MeS <sub>ini</sub> (mg/l) <sup>(1)</sup>	MeS <sub>fin</sub> (mg/l) <sup>(2)</sup>	Bilan de Masse (%)
<b>Pilote</b>	Entrée	20/06/2012	4	09h30	192	49	2
	Entrée	22/06/2012	4	09h30	197	53	13
	Sortie	22/06/2012	4	09h30	91	60	-9
	Sortie	24/07/2012	4	06h30	79	47	-1
	Entrée	19/07/2012	4	09h30	189	39	-13
	Entrée	27/06/2012	4	09h30	111	46	10
	Sortie	27/06/2012	4	09h30	57	27	1
	Entrée	10/08/2012	4	09h30	123	54	-4
	Sortie	10/08/2012	4	09h30	62	29	1
	Entrée	26/07/2012	2	06h30	178	66	15
	Entrée	26/07/2012	2	06h30	128	64	5
	Sortie	26/07/2012	2	09h30	81	49	4
	Entrée	21/06/2012	6	09h30	198	52	-7
	Sortie	21/06/2012	6	09h30	99	50	12
	Entrée	23/07/2012	10	09h30	177	38	13
	Entrée	06/07/2012	10	09h30	201	50	-5
	Entrée	06/07/2012	10	09h30	115	53	1
	Entrée	21/06/2011	-	09h30	185	42	-3
	Entrée	16/08/2012	-	09h30	198	31	1
<b>Décanteur réel</b>	Entrée	25/07/2011	-	09h30	146	29	13
	Sortie	25/07/2011	-	09h30	40	21	12
	Entrée	26/07/2011	-	09h30	149	20	10
	Sortie	26/07/2011	-	09h30	50	23	2
	Entrée	11/04/2012	-	09h30	221	44	7
	Entrée	11/04/2012	-	09h30	222	49	0
	Entrée	12/04/2012	-	09h30	183	75	8
	Entrée	21/06/2011	-	09h30	197	42	3
	Entrée	02/05/2012	-	09h30	180	36	-4
	Entrée	03/05/2012	-	09h30	177	44	-9
	Sortie	03/05/2012	-	09h30	64	36	4
	Entrée	04/05/2012	-	09h30	175	45	-5
	Sortie	04/05/2012	-	09h30	61	37	5
	Sortie	24/05/2012	-	09h30	63	24	8
	Entrée	04/06/2012	-	09h30	158	45	5

(-) : Manque d'information

(1) : Concentration initiale de l'échantillon dans la colonne de ViCAs.

(2) : Concentration finale de l'échantillon dans la colonne de ViCAs après 4 heures de sédimentation.

Les expériences réalisées en vue de déterminer la distribution à l'entrée et à la sortie du décanteur primaire ont donné des résultats répétables avec des courbes typiques dont deux sont montrées à la **Figure 39**.



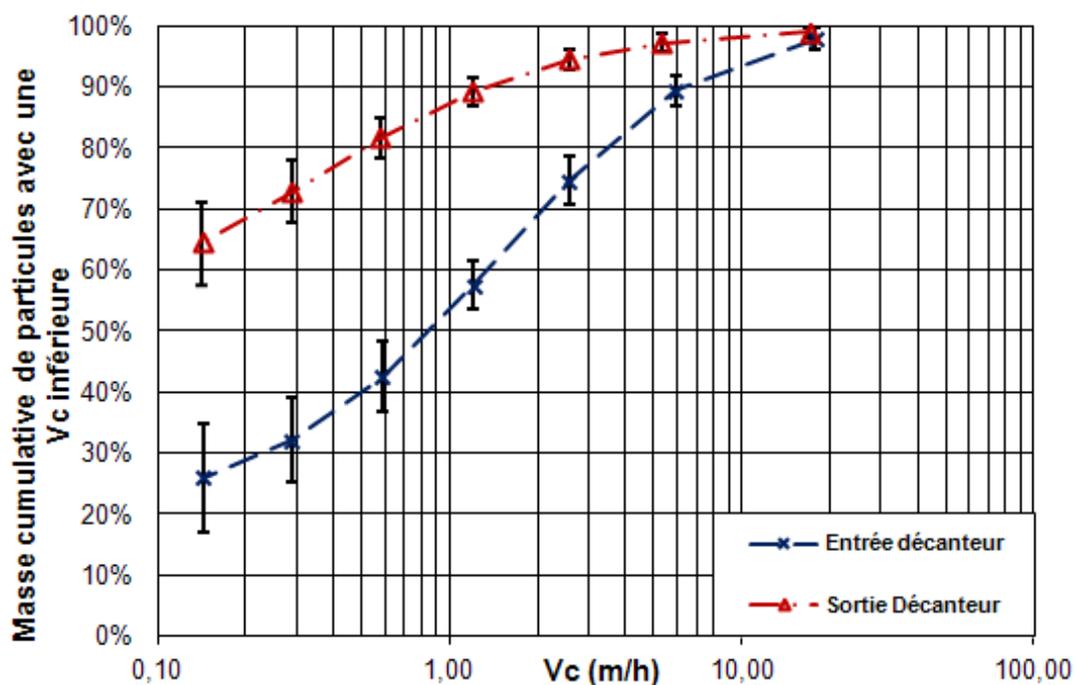
**Figure 39 : Vitesse de chute des particules à l'entrée et à la sortie du décanteur primaire (04/05/2012)**

L'analyse de la **Figure 39** montre que les courbes de vitesses de chutes des particules à la sortie de décanteur primaire sont au-dessus des courbes de chute des particules à l'entrée. En effet, la phase solide se sépare de la phase liquide dans le décanteur primaire par gravité, donc toutes les particules avec une vitesse de sédimentation supérieure à la charge superficielle du décanteur se déposent au fond de décanteur primaire. Par conséquent, les particules des eaux de la sortie ont une vitesse plus faible que les particules des eaux de l'affluent ce qui explique la position de la courbe de distribution de vitesse à la sortie par rapport à la courbe de distribution de vitesse à l'entrée du décanteur.

À une charge superficielle correspondant à une vitesse de décantation de 1,6 m/h qui est la vitesse des particules facilement décantable, l'eau de l'entrée de la **Figure 39** peut perdre 45% de sa charge en matière solide. L'eau de la sortie peut perdre seulement 10% de ses

particules, ce qui est évident, puisque toutes les particules ayant une vitesse de chute supérieure à la vitesse de conception de décanteur vont migrer par gravité vers le fond de décanteur. La fraction des particules décantable dans l'échantillon de la sortie est faible, elle est de 10%. En conclusion, l'eau perd une fraction importante de particules par décantation dans l'unité de traitement primaire ce qui explique l'emplacement des courbes de l'effluent par rapport aux courbes de chutes des particules de l'affluent.

Les résultats des tests cités au **Tableau 14** sont reproductibles et répétables avec des profils similaires. Toutes ces courbes d'entrée et de sortie de décanteur sont mises dans un seul graphique en annexe N. Avec ces profils, deux courbes moyennes ont été tracées, la première pour les eaux de l'affluent et la deuxième pour l'effluent. Un écart type compris entre 2% et 18%, confirme la similitude des résultats.



**Figure 40: Courbes moyenne de distribution de vitesse de chute des particules à l'affluent et l'effluent du décanteur primaire**

Il apparaît distinctement sur ces courbes que la fraction décantable à l'affluent est beaucoup plus élevée que celle à l'effluent, elle est de 34% à l'entrée contre seulement 8% à la sortie

de l'unité de traitement primaire. La vitesse médiane  $V_{50}$  moyenne de chute des particules de l'affluent est de 0,85 m/h et de moins de 0,1 m/h à l'effluent.

### 5.1.1.1. Influence de la concentration en MeS

La concentration en MeS est très variable, elle varie de 99 à 222 mg/l. Elle varie d'une saison à une autre et d'une ville à une autre. Même au cours d'une journée, la charge en matière solide varie en fonction des habitudes et du rythme de vie des habitants. La charge en MeS dépend essentiellement de l'aménagement des villes, de l'industrie, de la nature des polluants véhiculés à la station par drainage en temps de pluie, etc.

Pour mettre en évidence l'effet de la concentration en MeS sur la distribution de la vitesse de chute des particules, une comparaison entre différentes courbes à différentes concentrations a été faite.

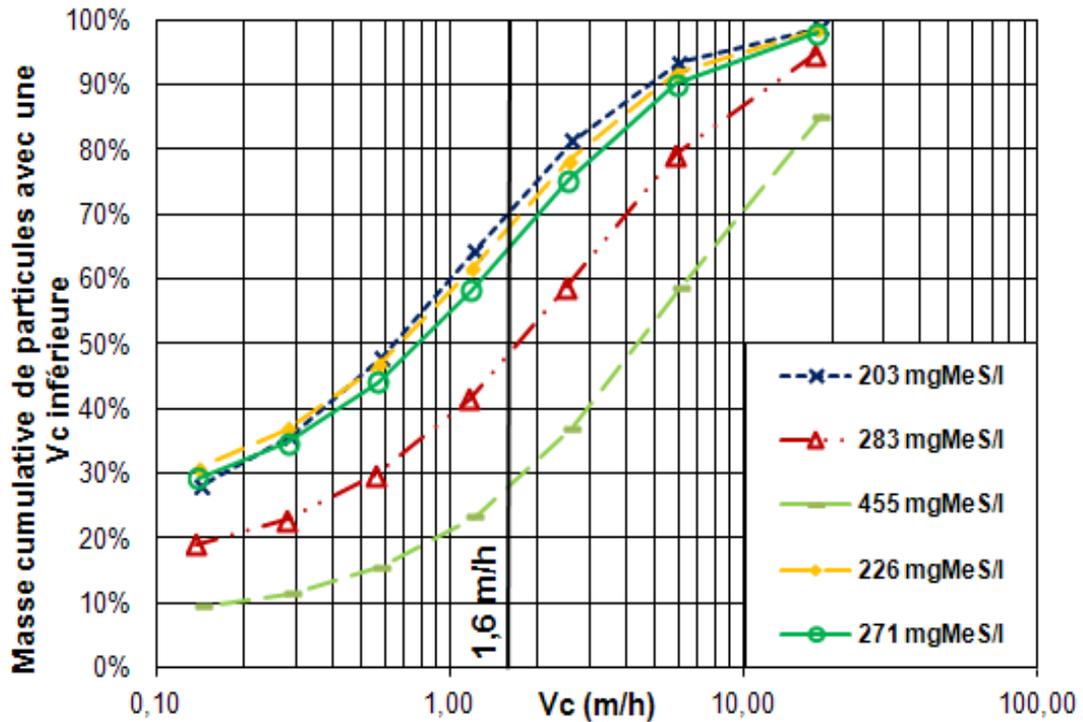
Une campagne de mesure intensive sur l'affluent de la station EST de Beauport a été faite pendant une journée en faisant l'échantillonnage chaque quatre heures. Au total six tests ViCAs ont été fait, Seuls les tests dont le bilan de masse était inférieur à  $\pm 15\%$  ont été gardés. Les moments de l'échantillonnage et le bilan de masse de chaque ViCAs sont donnés dans le **Tableau 15** et les résultats à la **Figure 41**.

**Tableau 15: ViCAs réalisés chaque quatre heures sur l'affluent de la ville de Québec**

date d'échantillonnage	heure d'échantillonnage	Débit de l'affluent (m <sup>3</sup> /h)	MeS <sub>init</sub> (mg/l)	MeS <sub>fin</sub> (mg/l)	Bilan de Masse (%)
17/05/2012	10h00	9079	271	63	9
17/05/2012	14h00	9735	283	55	-12
17/05/2012	18h00	9088	455	46	-7
17/05/2012	22h00	8742	226	67	12
18/05/2012	06h00	5962	203	47	12

Les cinq tests retenus sont présentés à la **Figure 41**. La concentration des échantillons varie de 203 mgMeS/l à 455 mgMeS/l. En allant d'une concentration faible à une concentration plus élevée, les courbes ViCAs migrent vers le bas et légèrement à droite, augmentant à la

fois la vitesse de décantation des particules et la masse des particules décantables. La vitesse médiane  $V_{50}$  augmente de 0,65 m/h à 4,5 m/h, augmentant ainsi la fraction décantable à 1,6 m/h de 30 % à 72 %.



**Figure 41: Vitesse de chutes des particules de l’affluent de la station EST de Beauport**

Une analyse numérique a été réalisée sur les résultats ViCAs de la **Figure 41**. Les vitesses de chute correspondant à 30, 50, puis 70 % de la masse de particules décantées ont été identifiées pour chacune des courbes. Ces vitesses ( $V_{30}$ ,  $V_{50}$ ,  $V_{70}$ ) ont été mises dans le **Tableau 16** en fonction de la concentration des échantillons en MeS.

**Tableau 16: Évolution de la vitesse de chutes des particules en fonction de la concentration en MeS**

<b>Concentration d'éch. (mgMeS/l)</b>	<b>V<sub>30</sub> (m/h)</b>	<b>V<sub>50</sub> (m/h)</b>	<b>V<sub>70</sub> (m/h)</b>
<b>203</b>	0,18	0,65	1,6
<b>226</b>	0,18	0,66	1,7
<b>271</b>	0,14	0,7	2
<b>283</b>	0,6	1,7	4
<b>455</b>	1,8	4,5	10

Selon le **Tableau 16**, la vitesse de chute des particules augmente nettement en fonction de la concentration de l'échantillon en MeS. La vitesse  $V_{30}$  passe de 0,18 m/h pour un échantillon de concentration 203 mgMeS/l à 1,8 m/h pour une concentration de 455 mgMeS/l.

Le test a été répété plusieurs fois en faisant l'échantillonnage à différentes heures pendant la journée. Les résultats ont été répétables : en augmentant la concentration de l'échantillon, la vitesse de chute médiane des particules augmente. Dû à la nature des particules emportées par les eaux résiduaires durant la journée, la nature et la forme des particules varie en fonction du débit du rejet des habitants et leurs habitudes de consommation durant la journée. Ces observations permettent de conclure qu'une concentration plus élevée en particules, augmente la vitesse de sédimentation ce qui est en concordance avec les résultats de Aiguier et al (1996) faits sur les eaux de drainage urbaines.

### **5.1.1.2. Influence de débit d'affluent**

Les décanteurs primaires des stations d'épuration ont pour principale fonction d'enlever une grande partie des matières en suspension, soit les matières décantables contenues dans les affluents à traiter. Le rendement des décanteurs primaires n'est pas lié seulement aux aspects physico-chimiques de coagulation-floculation, mais aussi aux phénomènes hydrodynamiques, tels que la charge superficielle de l'affluent et le temps de rétention du décanteur qui jouent un rôle important dans la performance des décanteurs (Roche et al., 1994; Goula et al., 2007).

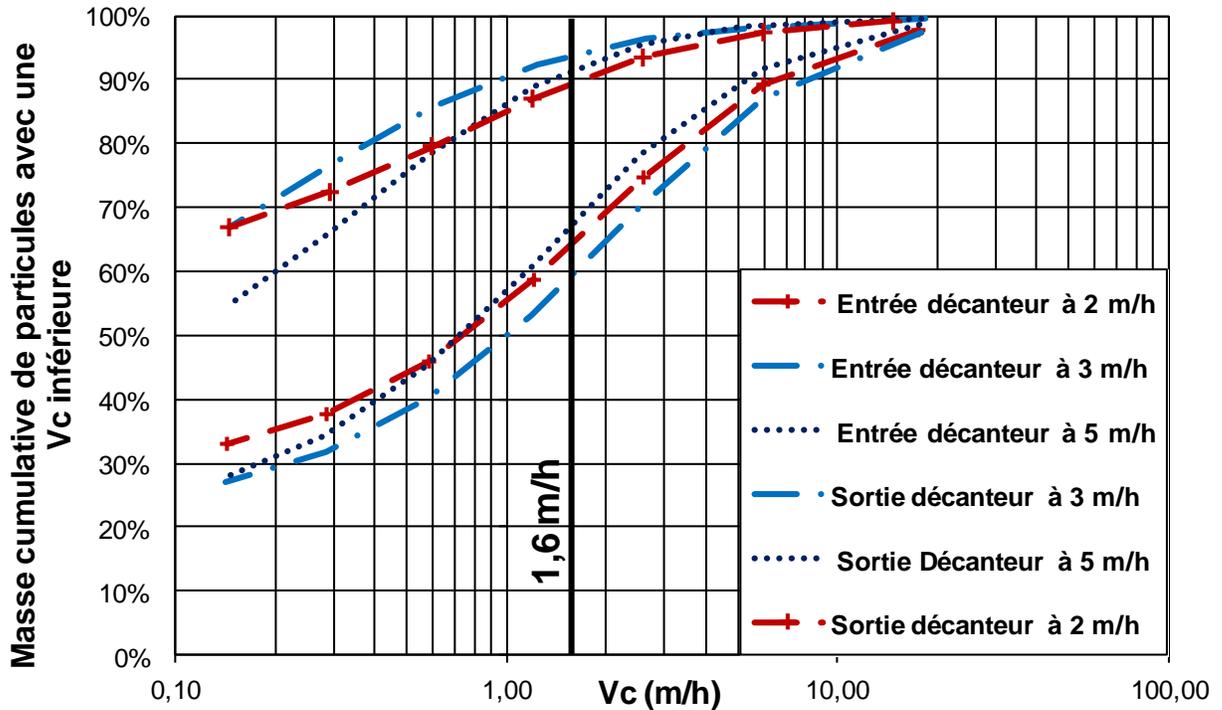
Des tests au pilote ont été planifiés de faire des tests à trois débits soit 4 m<sup>3</sup>/h, 6 m<sup>3</sup>/h et 10 m<sup>3</sup>/h. Le temps de rétention de l'eau à l'intérieur du décanteur varie de 1h12, 48 min et 29 min pour des variations de charges superficielles de 2 m/h, 3 m/h et 5 m/h.

L'échantillonnage a été fait en temps sec sur les eaux de la ville de Québec au niveau du décanteur pilote, à la même heure et sous les mêmes conditions. Même le débit au niveau de la station est presque le même comme montre le **Tableau 17**.

**Tableau 17: Conditions d'échantillonnage**

<b>Date</b>	<b>22/06/2012</b>	<b>21/06/2012</b>	<b>06/07/2012</b>
<b>Débit Pilote (m<sup>3</sup>/h)</b>	4	6	10
<b>Charge superficielle du pilote (m/h)</b>	2	3	5
<b>Débit d'affluent à la STEP (m<sup>3</sup>/h)</b>	10 160	10 120	10 182
<b>MeS entrée pilote (mg/l)</b>	198	198	196
<b>MeS sortie pilote (mg/l)</b>	91	99	115

La **Figure 42** illustre les courbes de distribution de chute des particules à l'entrée et la sortie du décanteur-pilote à trois charges superficielles différentes. Les échantillons sont pris en temps sec entre 09h00 et 10h00 du matin. La concentration à l'entrée du décanteur-pilote est presque la même pour les trois échantillons, elle varie légèrement entre 196 mgMeS/l et 198 mgMeS/l ce qui explique la ressemblance des courbes de chute des particules de l'affluent.



**Figure 42: Vitesse de chute des particules à l'affluent et l'effluent du pilote à différents temps de rétention**

Théoriquement, lorsqu'on augmente le temps de séjour dans un décanteur primaire, on augmente la durée de parcours de la trajectoire entre l'entrée et la sortie du décanteur par la particule. Par conséquent, on diminue la chance des particules d'atteindre la sortie du décanteur, ce qui augmente la masse ou la fraction des particules décantées. Donc avec trois différentes charges superficielles, on devrait avoir une différence au niveau des courbes de distribution de vitesse de chute à la sortie du décanteur qui n'est pas le cas. La **Figure 42** ne met pas en évidence cet effet car les courbes de vitesse de chute des particules à la sortie du pilote se ressemblent beaucoup. De plus, la concentration des trois échantillons de l'effluent du décanteur varie légèrement en comparaison avec la variation du temps de rétention ce qui est en contradiction avec la théorie. Cette concentration varie de 91mgMeS/l à 115 mgMeS/l

Sachant que l'efficacité d'un décanteur dépend essentiellement de ses caractéristiques hydrauliques pour fonctionner à son plein potentiel, la caractéristique expérimentale par traçage a été étudiée plusieurs fois avec la Rodhamine. Le **Tableau 18** montre que le

résultat du test traceur varie d'un test à un autre, le pilote a un comportement hydraulique qui change en contenance avec des bilans de masses inférieure à 80 % pour la majorité des tests. Le volume mort du pilote a atteint parfois 50%.

**Tableau 18 : Tableau des tests traceurs**

<b>Débit</b>	<b>M injectée</b>	<b>T</b>	<b>Pic</b>	<b>TRH th</b>	<b>TRH moy</b>	<b>Bilan</b>	<b>IZM</b>
<b>m3/h</b>	<b>g</b>	<b>°C</b>	<b>min</b>	<b>min</b>	<b>min</b>	<b>%</b>	<b>%</b>
4	10	11	5	73	65	97	10
3,6	10	18	40	81	57	73	30
3,8	10	19	30	77	82	61	-8
4,6	10	21	25	63	70	107	-11
5	10	22	40	58	58	84	0
4	10	-	16	73	35	92	52
4	10	-	25	73	37,3	61	49
		-	35	73	40,3	96	45

En second lieu, un calcul numérique du rendement du pilote en fonction du débit de l'affluent a été calculé. Le calcul consiste à déterminer le taux d'enlèvement de la matière solide par le pilote en fonction des MeS à l'entrée et à la sortie du pilote. Les résultats sont donnés dans le **Tableau 19**.

**Tableau 19 : Taux d'enlèvement de la matière solide dans le décanteur pilote**

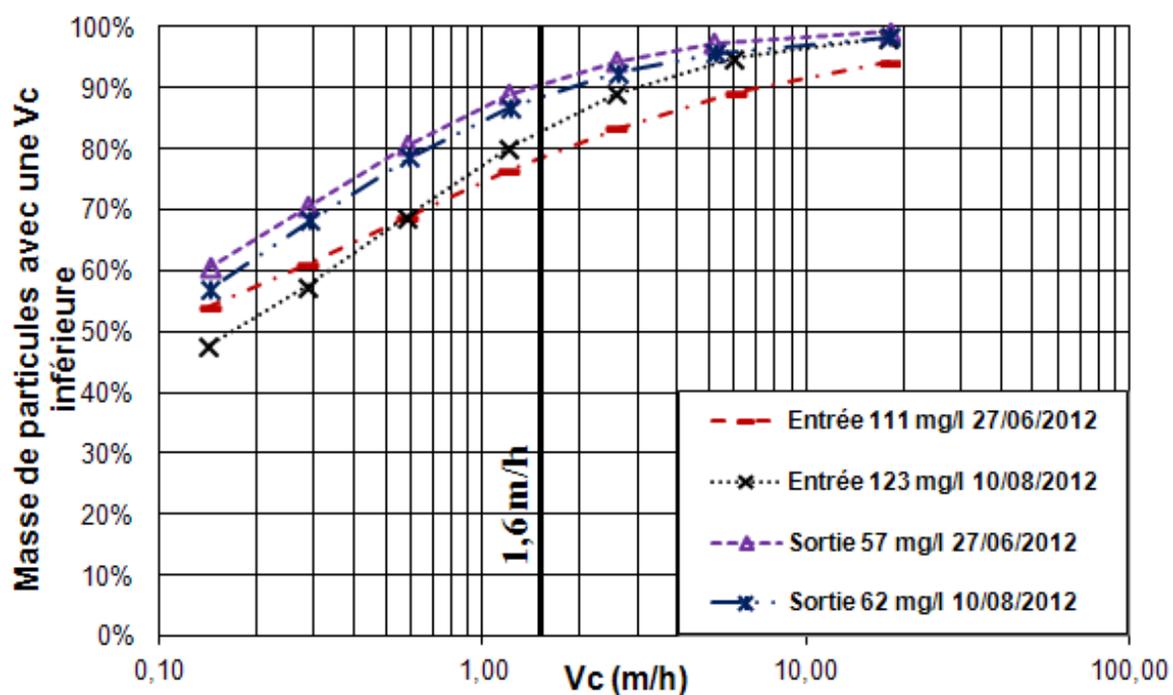
<b>Date</b>	<b>Charge superficielle (m/h)</b>	<b>MeS entrée pilote (mg/l)</b>	<b>MeS sortie pilote (mg/l)</b>	<b>Taux d'enlèvement (%)</b>
<b>22/06/2012</b>	2	198	91	54
<b>21/06/2012</b>	3	198	99	50
<b>06/07/2012</b>	5	196	115	41

Contrairement aux courbes de ViCAs, les résultats numériques du **Tableau 19** met en évidence l'effet de la charge superficielle. Cet effet reste très faible car pour une évolution de la charge superficielle de 2 à 5 m/h, le taux d'enlèvement diminue seulement de 54 à 41%.

D'après le tableau, le taux d'enlèvement est inversement proportionnel au débit de l'eau à l'entrée du décanteur. On déduit donc que l'augmentation de la charge superficielle diminue la fraction décantable dans le décanteur.

### 5.1.1.3. Temps de pluie

La notion de temps de pluie est directement reliée à l'événement pluvial. Pendant l'été 2012, deux échantillonnages ont été faits en temps de pluie, le premier était le 27/06/2012 et le deuxième le 10/08/2012. L'échantillonnage a été fait entre 09h00 et 10h00 du matin. Le débit de l'affluent a été de 4m<sup>3</sup>/h. Les résultats de ces deux événements pluvieux sont illustrés à la **Figure 43**.



**Figure 43: Distribution de vitesse de chutes des particules pendant deux événements pluvieux**

En terme de concentration, la concentration en MeS (111 et 123 mgMeS/l) au cours de ces deux événements pluvieux est inférieure à la concentration moyenne journalière des eaux de temps sec de la station de Beauport qui est de 200 mgMeS/l. Le débit d'eau généré par ces deux événements au niveau de la station est deux fois le débit des eaux usées en temps sec.

Les courbes de chute des particules à l'entrée du décanteur-pilote ne ressemblent pas à la courbe typique de ViCAs. Elles ont la même allure que les courbes de distribution de vitesse de chutes de particules à la sortie du décanteur. Cette ressemblance est liée peut être à la faible concentration de l'affluent pendant le temps de pluie. D'après ces deux tests, la fraction décantable à l'entrée est très faible en comparaison avec les résultats obtenus en temps sec (5.1.1). La fraction décantable d'après la **Figure 43** est aux alentours de 20%, elle varie de 18 % pour l'échantillon de concentration initiale de 123 mgMeS/l à 22 % pour l'échantillon de concentration 111 mgMeS/l. Cette fraction est de 34% en temps sec.

## 5.1.2. Autres stations : Charny et Valcartier

### 5.1.2.1. Influence de la concentration :

On est allé chercher des échantillons des stations de Charny et Valcartier. Les échantillons ont été prélevés entre 08h00 et 10h00. Le test a été répété deux fois pour la station de Charny et une seule fois pour la station de Valcartier.

**Tableau 20: ViCAs réalisés sur les stations de Charny et Valcartier**

date d'échantillonnage	Station	MeS <sub>init</sub> (mg/l)	MeS <sub>fin</sub> (mg/l)	Bilan de Masse (%)
03/07/2012	Valcartier	247	50	-13
18/06/2012	Charny	354	55	-6
08/08/2012	Charny	141	38	0

Les courbes des tests ViCAs retenus sont présentées à la **Figure 44**. De nouveau, la distribution de la vitesse de chute des particules augmente avec la concentration pour les trois échantillons. La vitesse médiane  $V_{50}$  est de 0,9 m/h pour la station de Valcartier. Pour

la station de Charny, la vitesse médiane moyenne des deux courbes est de 0,75 m/h. Les deux vitesses  $V_{50}$  des deux stations sont donc proches de la vitesse  $V_{50}$  de la ville de Québec qui est de 0,85 m/h.

La fraction décantable à 1,6 m/h varie de 25 à 35% pour les deux stations. Ces résultats sont aux alentours des résultats obtenus avec la ville de Québec qui étaient de 34%.

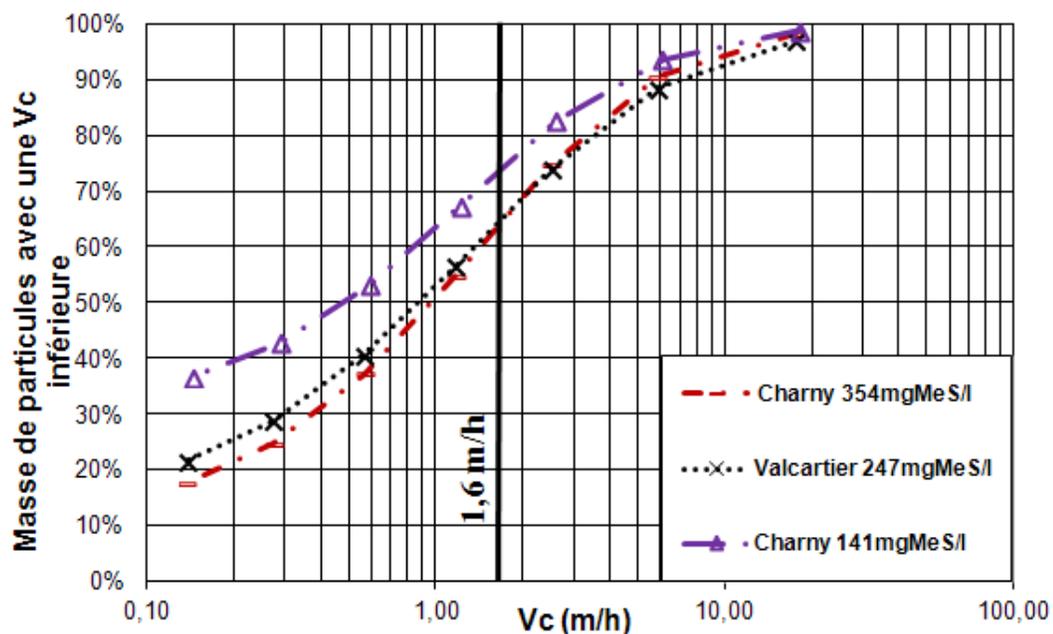


Figure 44: Vitesse de chute des particules de l'affluent de Valcartier et Charny

## 5.2. Résultats de distribution de la taille des particules (FBRM)

La caractérisation de la distribution de taille des MeS dans les eaux usées est importante pour le développement d'une compréhension plus fondamentale de ce qui se produit lors du procédé de traitement primaire. Dans ce qui suit, une étude de distribution de la taille des particules est faite dans l'affluent et l'effluent du décanteur primaire des eaux usées de la ville de Québec des eaux de Charny et les eaux de la station de Valcartier.

### 5.2.1. La distribution de la taille des particules à l'entrée et à la sortie d'un décanteur primaire

Les courbes typiques de distribution de la taille des particules à l'affluent et l'effluent du décanteur primaire sont données à la figure suivante :

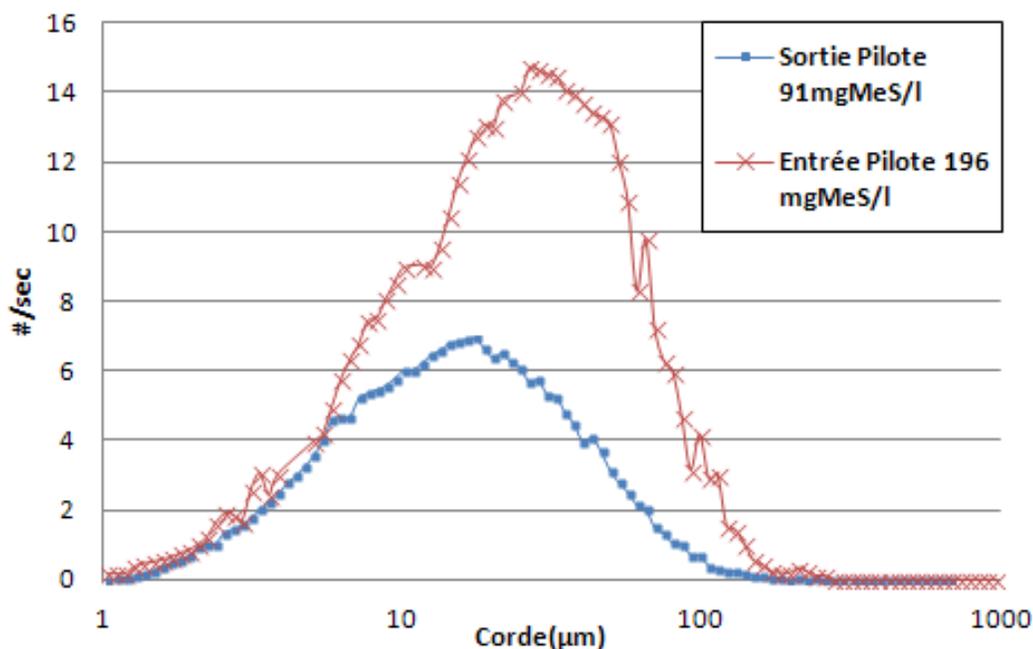


Figure 45 : la distribution de la taille des particules de l'affluent et de l'effluent de la ville de Québec (22/06/2012)

L'analyse de la **Figure 45** montre que le nombre de particules comptées dépend de la concentration en MeS, plus la concentration est élevée plus le nombre de particules comptées augmente.

D'après la figure aussi, on peut remarquer que la distribution de la taille des particules à l'entrée du décanteur est plus large que celle à la sortie; la différence entre les deux courbes représente les particules enlevées par décantation dans le décanteur primaire.

### **5.2.2. Les eaux de la ville de Québec**

L'analyse FBRM des eaux usées de la ville de Québec a été répétée autant de fois que le test ViCAs. L'analyse de distribution de la taille des particules a été faite en parallèle avec le test ViCAs avec le même échantillon. La liste des tests est donnée au **Tableau 21**.

**Tableau 21 : Les tests de FBRM réalisés avec les eaux de la ville de Québec**

Point d'éch.	date d'échantillonnage	Débit (m <sup>3</sup> /h)	Temps	Heure d'échantillonnage	MeS (mg/l)	Description
Entrée	20/06/2012	4	sec	09h30	192	
Sortie	20/06/2012	4	sec	09h30	90	
Entrée	22/06/2012	4	sec	09h30	198	
Sortie	22/06/2012	4	sec	09h30	91	
Entrée	24/07/2012	4	sec	06h30	149	
Sortie	24/07/2012	4	sec	06h30	79	
Entrée	19/07/2012	4	sec	09h30	189	chambre froide
Sortie	19/07/2012	4	sec	09h30	91	
Entrée	27/06/2012	4	pluie	09h30	111	
Sortie	27/06/2012	4	pluie	09h30	57	
Entrée	26/07/2012	2	sec	06h30	178	
Sortie	26/07/2012	2	sec	06h30	128	
Entrée	26/07/2012	2	sec	09h30	163	
Sortie	26/07/2012	2	sec	09h30	81	
Entrée	21/06/2012	6	sec	09h30	198	
Sortie	21/06/2012	6	sec	09h30	99	
Entrée	23/07/2012	10	sec	09h30	177	
Sortie	23/07/2012	10	sec	09h30	111	
Entrée	06/07/2012	10	sec	09h30	196	
Sortie	06/07/2012	10	sec	09h30	115	
Entrée	12/04/2012	-	sec	09h30	183	
Sortie	12/04/2012	-	sec	09h30	61	
Entrée	02/05/2012	-	sec	09h30	180	
Sortie	02/05/2012	-	sec	09h30	53	
Entrée	03/05/2012	-	sec	09h30	177	
Sortie	03/05/2012	-	sec	09h30	64	
Entrée	04/05/2012	-	sec	09h30	175	
Sortie	04/05/2012	-	sec	09h30	61	
Entrée	24/05/2012	-	sec	09h30	133	
Entrée	24/05/2012	-	sec	09h30	63*	diluée 3 fois

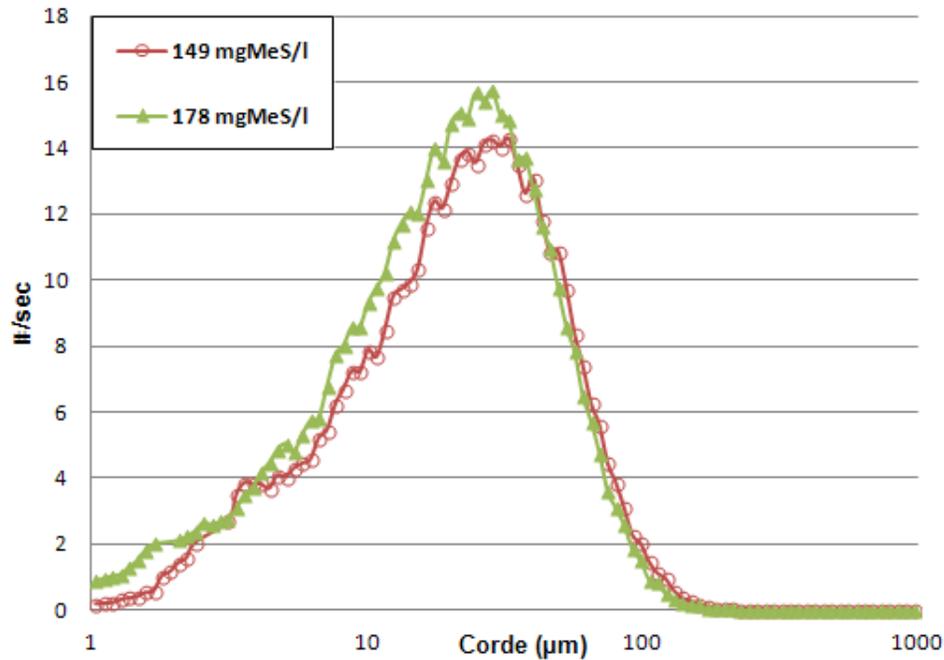
(-) : Ces tests ont été faits sur le décanteur réel.

(\*) : La concentration de l'échantillon après dilution.

L'interprétation des résultats de ces tests est donnée dans ce qui suit en temps sec et en temps de pluie. Les résultats en temps sec seront représentés en fonction de la concentration en MeS et le temps de rétention superficielle.

### 5.2.2.1. Influence de la concentration en MeS

Les études dans ce sens ont donc été entreprises en utilisant des échantillons de l'affluent à différentes concentration. Les courbes sont données à la **Figure 46**.



**Figure 46 : Distribution de la taille des particules de deux affluents d'eau usée de la ville de Québec**

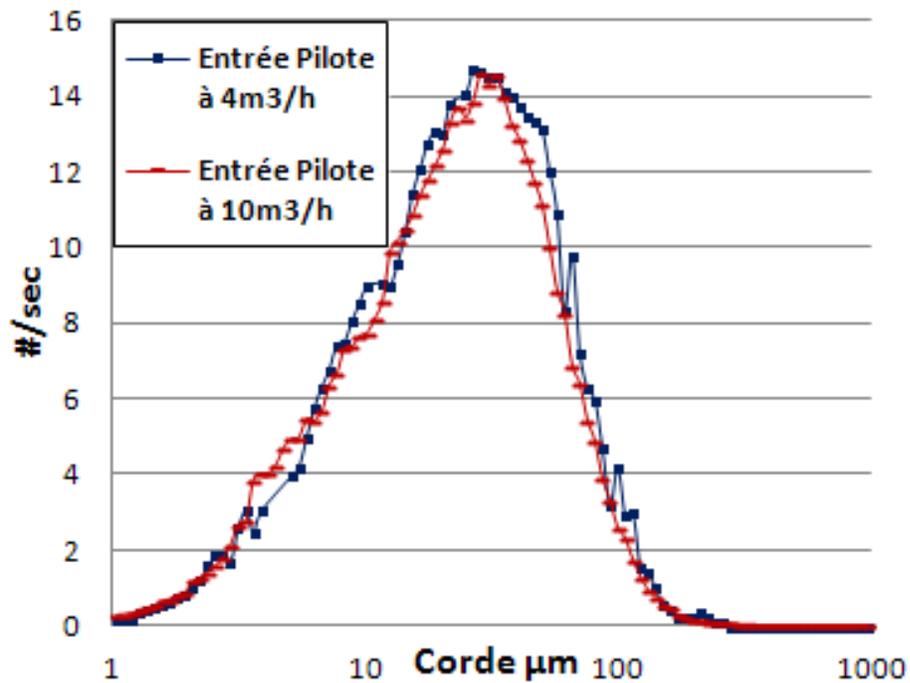
Le premier échantillon de concentration 178 mgMeS/l a été prélevé à 06h30, le deuxième à été prélevé à 09h30. La comparaison des deux courbes montre que la distribution de la taille des particules est la même malgré le changement de l'horaire d'échantillonnage. Les deux courbes couvrent la même taille de particules allant de 1 à 200µm.

Malgré que les deux courbes aient la même allure, la courbe avec la concentration la plus élevée est située au dessus de la courbe avec la concentration la plus faible. Cela permet de conclure que la concentration en MeS augmente le nombre de particules comptées, ce qui est logique.

### 5.2.2.2. Influence de la charge superficielle

Des tests de FBRM ont été faits sur les mêmes échantillons de la section 5.1.1.2 pour mettre en évidence l'influence du temps de séjour superficielle sur les la distribution de la taille des particules sur les effluents de décanteur primaire.

Les deux échantillons de l'affluent ont été prélevés vers 09h30. Le premier a été prélevé le 22/06/2012 avec une concentration initiale de 198 mgMeS/l à un débit de 4m<sup>3</sup>/h. Le deuxième a été prélevé le 06/07/2012 avec une concentration égale à 196 mgMeS/l à un débit de 10m<sup>3</sup>/h. Avec la même concentration pour les deux échantillons, la distribution de la taille des particules de l'affluent est identique ce qui permettra de bien évaluer l'effet de la charge superficielle sur la distribution de la taille des particules (**Figure 47**).

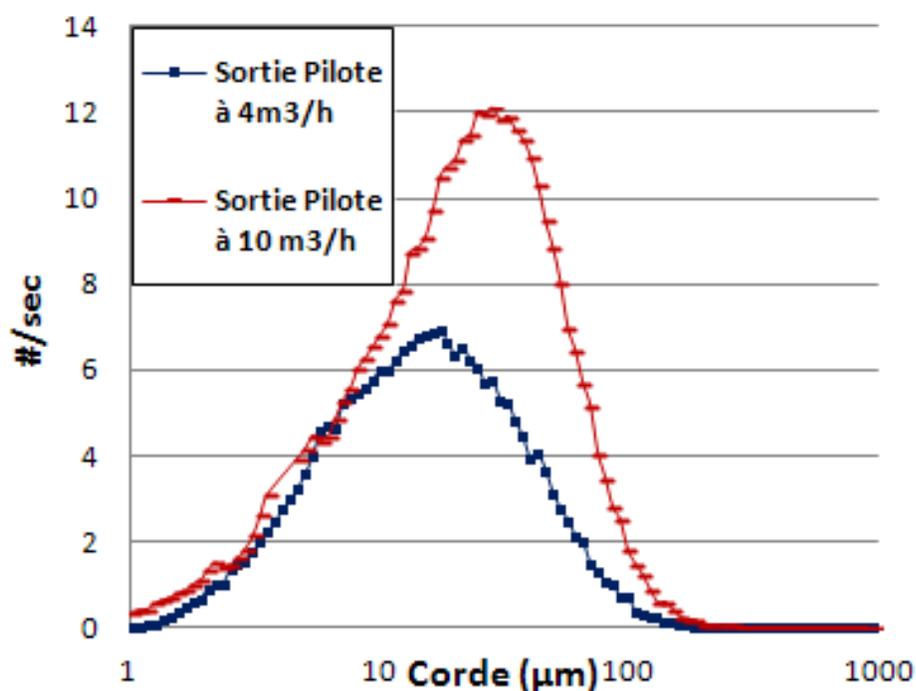


**Figure 47 : Distribution de la taille des particules pour deux différents débits d'affluent d'eau usée de la ville de Québec**

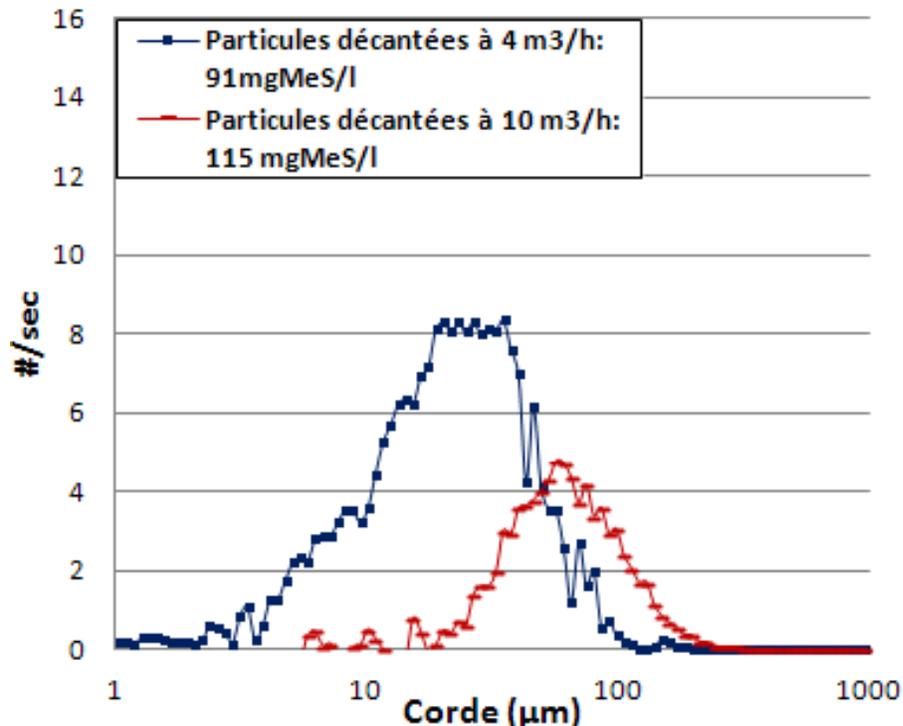
Pour une même concentration à l'entrée du décanteur et à deux différents temps de séjour de 1h12 min et 29 min, la distribution de la taille des particules est différente au niveau de l'effluent. La **Figure 48** met en évidence l'effet de la charge superficielle sur les particules :

pour un temps de rétention de 1h12 min, l'effluent contient moins de particules que l'effluent pour un temps de rétention de 29 min.

Pour déterminer la gamme des particules décantées dans le décanteur primaire, on a fait pour chaque débit la soustraction des courbes de distribution de particules à l'effluent (**Figure 48**) à partir des courbes de distribution de la taille des particules à l'affluent (**Figure 47**). Les particules décantées calculées de telle façon sont représentées dans la **Figure 49**. Cette figure montre que la gamme des particules décantées à un faible débit ( $4\text{m}^3/\text{h}$ ) est plus large que la gamme des particules décantées à un débit plus important. À un débit de  $4\text{m}^3/\text{h}$ , la taille des particules décantées varie de 1 à  $200\ \mu\text{m}$ . Le débit de  $10\text{m}^3/\text{h}$  a seulement permis la décantation de la gamme de 9 à  $300\ \mu\text{m}$ . Évidemment, seulement les particules les plus larges ont été décantées à  $10\ \text{m}^3/\text{h}$ .



**Figure 48 : Distribution de la taille des particules pour deux différents débits d'effluent d'eau usée de la ville de Québec**



**Figure 49 : Distribution de la taille des particules décantées pour deux différents débits d'affluent d'eau usée de la ville de Québec**

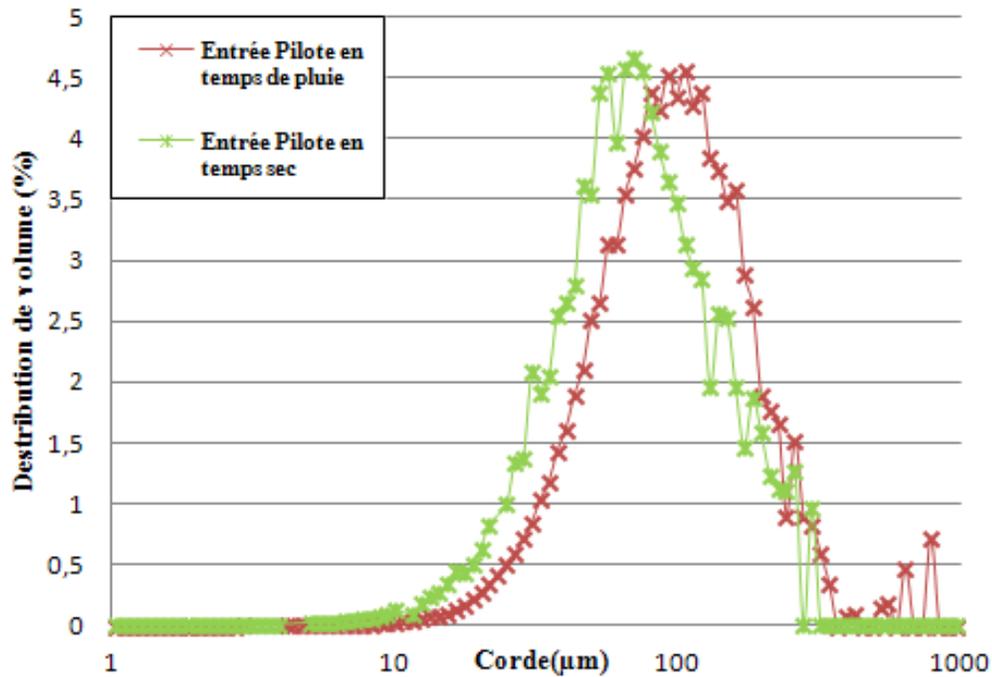
### 5.2.2.3. Temps de pluie

Dans ce qui suit, la discussion sera faite en se basant sur la fraction volumique non cumulative (%) de la taille des particules. Pour cela, les courbes de distribution de la taille de particules seront représentées en fonction de volume (distribution de volume %).

La distribution de la taille des particules du premier évènement pluvial de concentration 111 mgMeS/l est donnée à la **Figure 50**. La granulométrie d'un affluent en temps sec de concentration 198 mgMeS/l est représentée dans la même figure pour permettre la comparaison entre les deux effluents et mettre en évidence l'effet de la pluie.

En temps de pluie, la distribution de la taille de particules est décalée à droite, vers les particules les plus larges, par rapport à la distribution de la taille en temps sec. En temps sec, la gamme de particules emportée par les eaux usées est entre 10 et 200 µm. En temps

de pluie, la gamme de particules mesurée varie de 20 à 1000  $\mu\text{m}$ . Ça permet de conclure qu'en temps de pluie, l'eau usée contient plus de grandes particules qu'en temps sec.



**Figure 50: Distribution de la taille des particules d'un affluent du décanteur-pilote**

### 5.2.3. Autres station : Charny et Valcartier

Les tests réalisés sur les stations Valcartier et Charny sont données dans le **Tableau 22**.

**Tableau 22 : Les test FBRM réalisés sur les station Valcartier et Charny**

Station	Point d'éch.	Date d'échantillonnage	Débit ( $\text{m}^3/\text{h}$ )	Temps	heure d'échantillonnage	MeS ( $\text{mg/l}$ )
Charny	Entrée	18/06/2012	-	sec	08h30	354
	Entrée	31/07/2012	-	sec	08h30	247
Valcartier	Entrée	03/07/2012	-	sec	09h30	247
	Sortie	03/07/2012	-	sec	09h30	93

Ces tests sont présentés respectivement aux **Figure 51** et **Figure 52**. L'analyse de ces figures permet de faire plusieurs observations:

- D'après la **Figure 51**, la distribution de la taille des particules des eaux de la station de Valcartier est plus large et à des tailles plus grandes que la distribution de la taille des particules de la ville de Québec. En effet, les affluents de la ville de Québec contiennent une fraction importante des particules de volume allant de 20 à 200 $\mu\text{m}$  quant à l'affluent de Valcartier, la gamme couvre des particules de tailles de 10 à 900 $\mu\text{m}$ . Ça peut être du au type du réseau d'assainissement, la station de Valcartier est alimentée d'un réseau unitaire. La station de Beauport est alimenté d'un réseau mixte (séparatif, pseudo séparatif et unitaire).
- D'après la **Figure 52**, la distribution des deux tests FBRM avec l'eau de Charny étaient similaire. La taille des particules de la station de Charny est plus large que celle de la ville de Québec. La fraction dominante des eaux de Charny est de taille comprise entre 8 et 900  $\mu\text{m}$ .

En conclusion, la distribution de la taille des particules est la même au sein de la même station mais elle varie d'une station à une autre. Cette conclusion est en concordance avec les résultats de Chebbo et Bachoc (1992) qui ont remarqué que la distribution de taille des particules dépend de la nature du réseau d'égout.

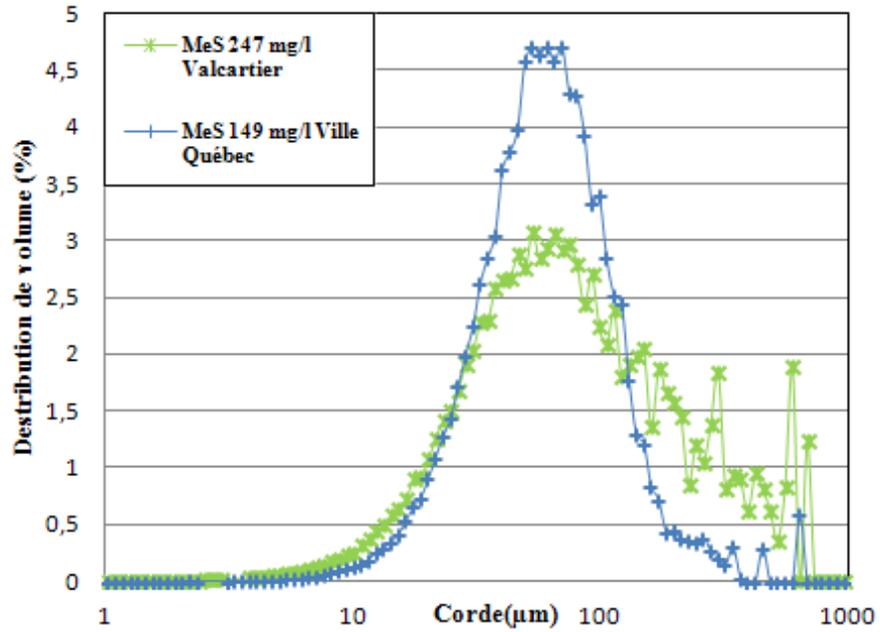


Figure 51 : Comparaison de la distribution de la taille des particules des affluents de la ville de Québec et Valcartier

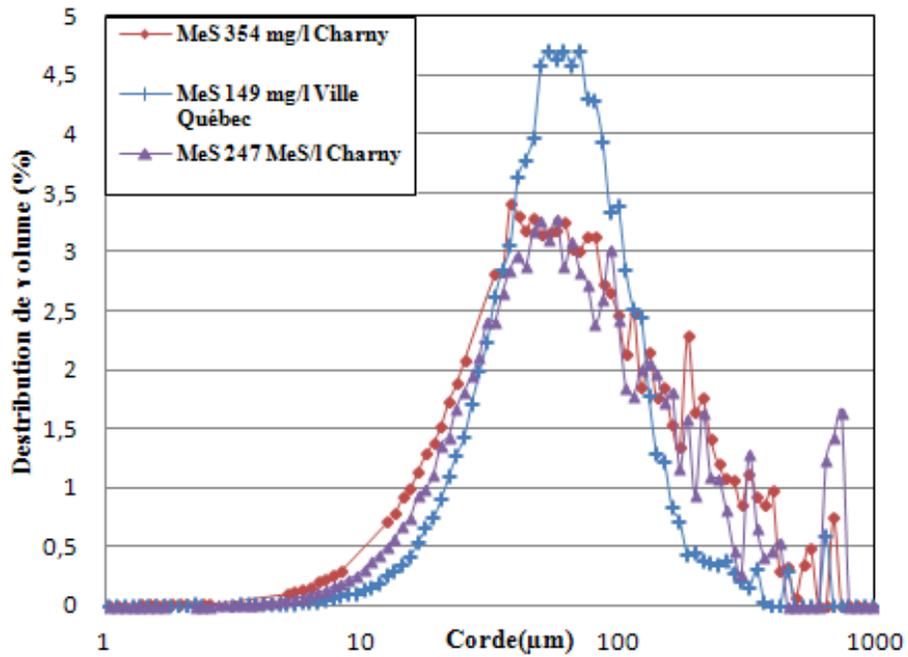


Figure 52 : Comparaison de la distribution de la taille des particules des affluents de la ville de Québec et Charny

### 5.3. Relation vitesse de chute-taille des particules

Pour mieux caractériser le comportement des particules à l'entrée et la sortie du décanteur primaire, il serait intéressant d'établir une relation entre la taille et la vitesse des particules est déduite. Selon la revue de littérature (section 1.3.3), l'équation de Stokes est la formule la plus utilisée pour décrire la vitesse de chute des particules de petites tailles dans un fluide.

La vitesse de décantation estimée par Stokes pour des particules sphériques est :

$$V_s = \frac{50}{9} \left( \frac{\rho_p}{\rho} - 1 \right) \frac{g d_p^2}{\nu} \quad (1.4)$$

Avec :  $g$  l'accélération de la pesanteur ( $m/s^2$ ),  $V_s$  la vitesse de chute de la particule en eau ( $m/s$ ),  $\rho_g$  la masse volumique des particules ( $Kg/m^3$ ),  $\rho$  la masse volumique du fluide ( $Kg/m^3$ ),  $d_p$  le diamètre de la particule ( $m$ ) et  $\nu$  la viscosité cinématique du fluide ( $m^2/s$ ).

#### 5.3.1. Évaluation du rapport MVeS/MeS

Les particules en suspension dans les eaux usées urbaines sont en grande majorité organiques, avec des teneurs en MVeS de 70 à 80% et une densité faible de l'ordre de 1 à 1,5 (Chebbo et Bachoc, 1992; Rickert et Hunter, 1971). Le protocole ViCAs permet de suivre l'évolution de la fraction organique des particules n'ayant pas décanté au fil du temps. L'idée est donc de vérifier si les particules qui décantent lentement sont moins denses en raison de leur nature organique. La fraction inorganique (comme le sable) a une densité plus élevée ( $\rho_s = 2,5$ ) que la matière organique ( $\rho_s = 1,1$ ).

Au cours de chaque test ViCAs, sept mesures de MeS sont prises durant quatre heures. Sur chaque coupelle de MeS, on a aussi déterminé la matière volatile en suspension MVeS. La mesure des MeS et des MVeS sur chacune des coupelles récupérées en cours d'essai permet de calculer la fraction organique :

$$\%organique = \left( \frac{masse\ MVeS}{masse\ MeS} \right) * 100 \quad (5.1)$$

La variation de la fraction organique ( MVeS/MeS) en fonction du temps au cours d'un test ViCAs, a été déterminé pour les échantillons de l'affluent de décanteur-pilote.

#### **5.3.1.1. Les eaux de la ville de Québec**

La mesure des MVeS a été effectuée sur la majorité des tests ViCAs. Une trentaine d'évaluations de la fraction organique en total ont été faites.

La **Figure 53** présente la variation dans le temps de la fraction organique mesurée à partir des coupelles récupérées lors de quatre essais ViCAs. La teneur en matière organique varie entre 75% et 88% ce qui est en concordance avec les résultats de Chebbo et Bachoc (1992) obtenus avec des eaux d'égout. À l'aide de la **Figure 53**, on constate qu'au sein du même échantillon, la fraction organique varie très légèrement au cours de quinze premières minutes pour devenir constante jusqu'à la fin du test. Le même type de figure est obtenu pour les autres essais réalisés.

En outre, la comparaison des courbes de vitesses de chutes des particules inorganiques (MeS) et des particules organiques (MVeS) montrent qu'elles sont parfaitement superposables. La **Figure 54** montre que les MeS et les MVeS ont la même distribution de vitesse de chute.

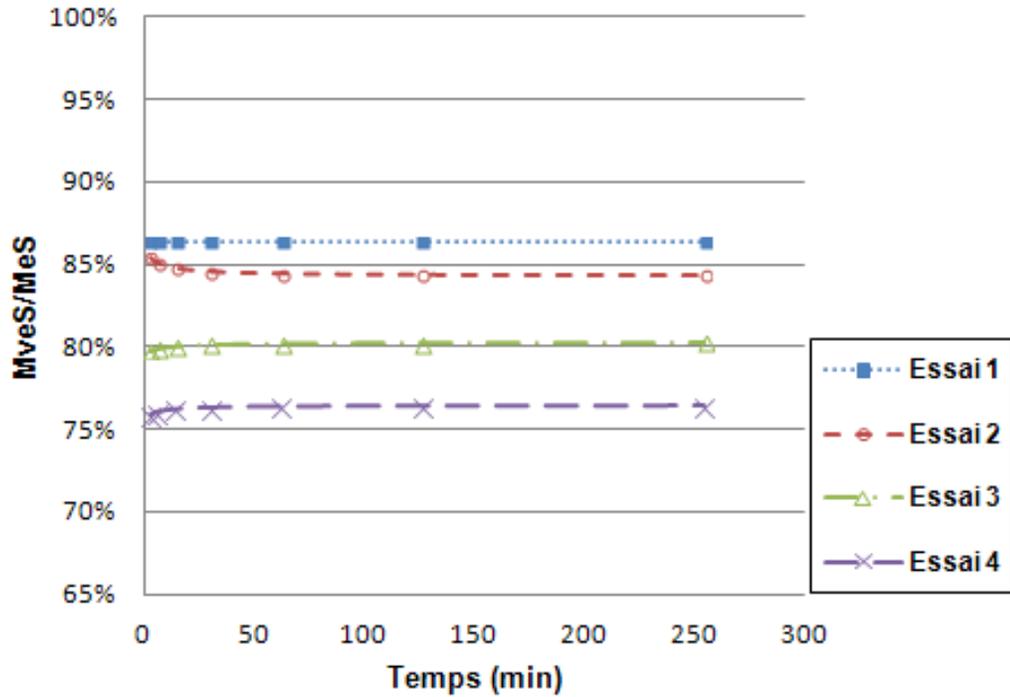


Figure 53 : Évolution de la fraction organique dans les eaux usées de la station EST de Beauport en temps sec

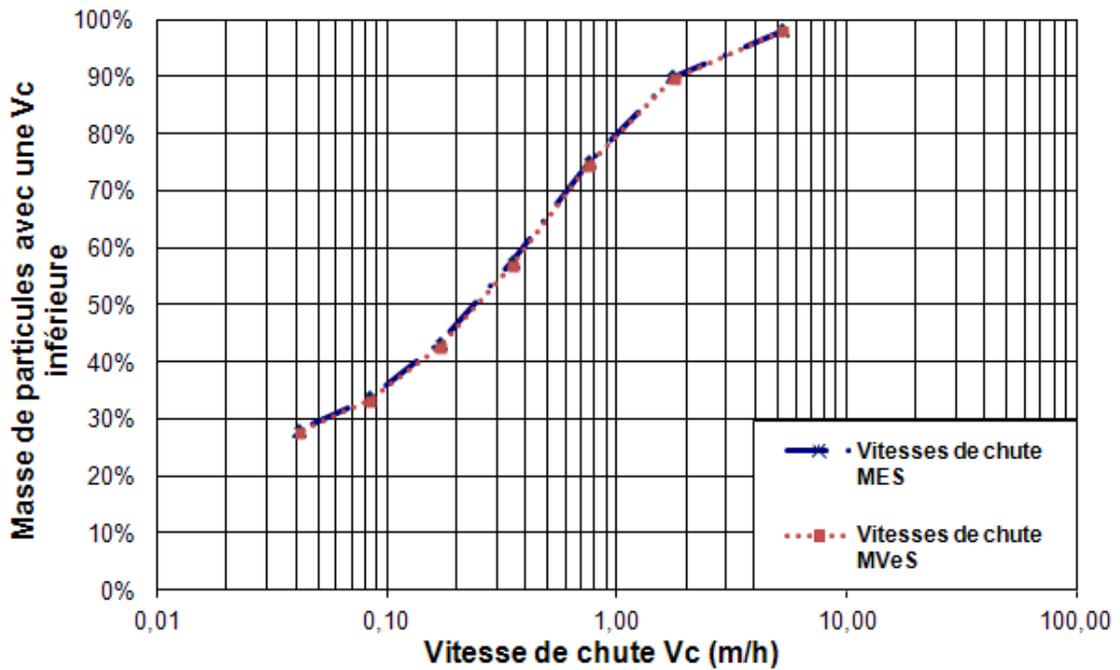
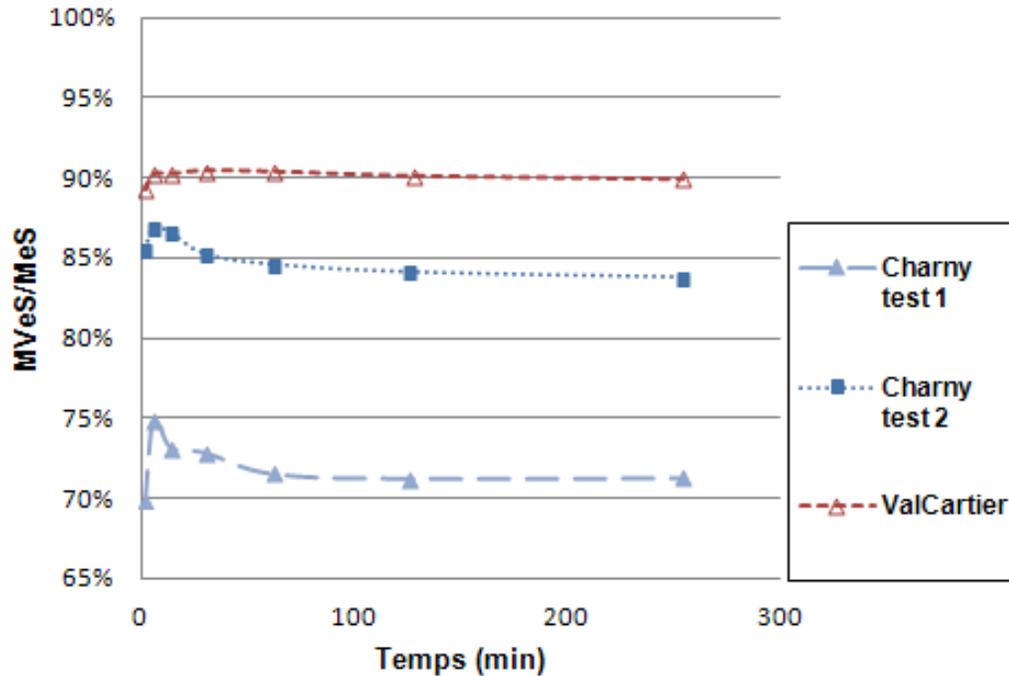


Figure 54 : Vitesse de chutes des MeS et des MVeS pendant un test ViCAs

### 5.3.1.2. Les autres stations : Charny et Valcartier

La même évaluation de la fraction organique a été faite sur les eaux de Charny et Valcartier. Le test a été répété deux fois sur les eaux de la station de Charny et une seule fois pour les eaux de Valcartier.



**Figure 55: Évolution de la fraction organique dans les eaux usées des stations Charny et Valcartier en temps sec**

Selon la **Figure 55**, la teneur en matière organique pour la station de Charny varie entre 70% et 88%. Les eaux de Valcartier contiennent plus de matière organique avec un pourcentage de 90%. Par contre, la fraction organique dans l'échantillon de Valcartier est plus stable que celle de Charny. Elle est constante en fonction du temps ce qui permet de conclure que la composition des particules en terme de fraction organique et inorganique ne varie presque pas, ce qui permet de conclure que la densité ne varie probablement pas. La stabilité des eaux usées de Valcartier est similaire à celle des eaux usées de la ville de Québec.

Pour les eaux de Charny, le rapport MVeS/MeS varie clairement les 30 premières minutes pour se stabiliser jusqu'à la fin du test. La variation au début du test est due à la décantation des particules inorganiques plus que les particules organiques. Ça aurait comme conséquence que la densité est plus élevée au début du test ViCAs qu'à la fin du test.

La comparaison des courbes de distribution de vitesse de chutes des MeS et des MVeS montre qu'ils ont la même vitesse de décantation comme celles de la ville de Québec (les courbes sont en annexe O)

La quantité de résultats permet d'affirmer que la fraction organique des eaux usées décante d'une façon stable en fonction du temps avec le même rythme que les particules inorganiques. Cette stabilité du rapport MVeS/ MeS permet de conclure que la densité est probablement constante ce qui signifie que la vitesse de chute (ViCAs) et la taille des particules (FBRM) peuvent être décrit par la loi de Stokes.

### **5.3.2. Relation entre vitesse de chute et taille des particules**

#### **5.3.2.1. Cas des eaux de la ville de Québec**

Grâce aux vitesses estimées par le protocole ViCAs ( $MeS=f(Vc)$ ) (voir **Figure 56**) et le volume cumulatif en fonction de la taille des particules ( $V=f(Corde)$ ) (voir **Figure 57**) obtenu par le protocole FBRM, une courbe de variation de vitesse de chute des particules en fonction des diamètres des particules est élaborée pour la matière en suspension des eaux usées.

Considérant que la densité est constante, le  $N^{ème}$  percentile de la courbe ViCAs et le  $M^{ème}$  percentile de la courbe cumulative FBRM correspondent avec le mem fonction et on peut donc retirer la vitesse de chute à la corde correspondante (**Figure 56** et **Figure 57**)

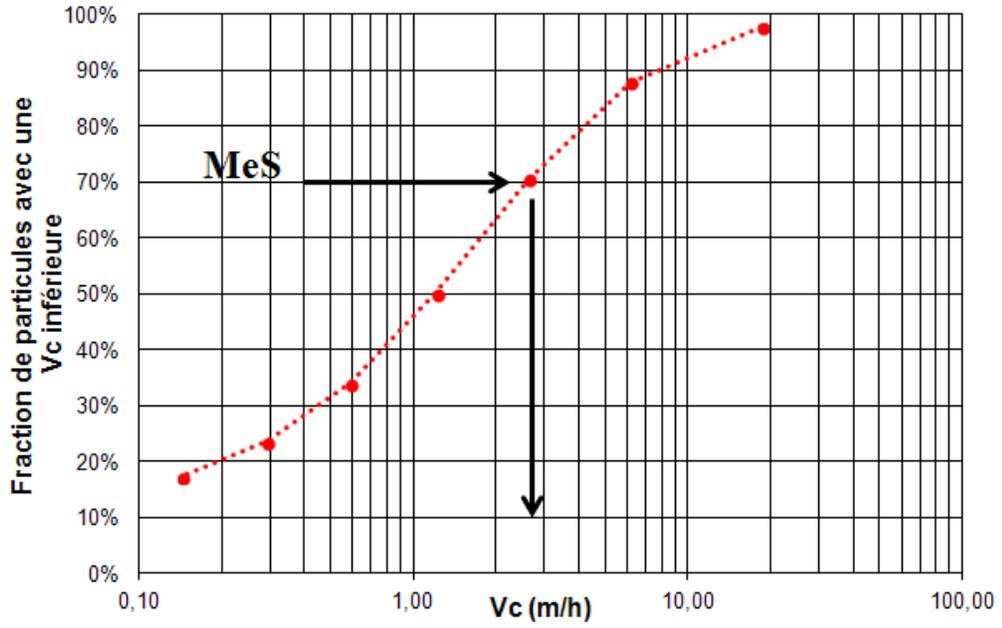


Figure 56: ViCAs,  $MeS=f(Vc)$

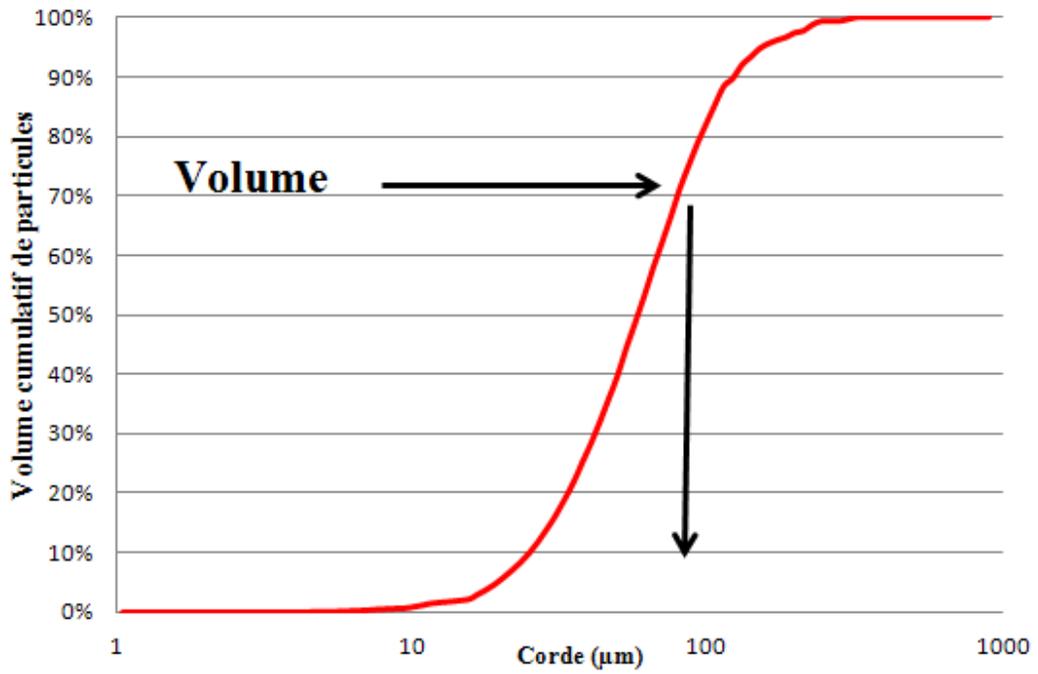
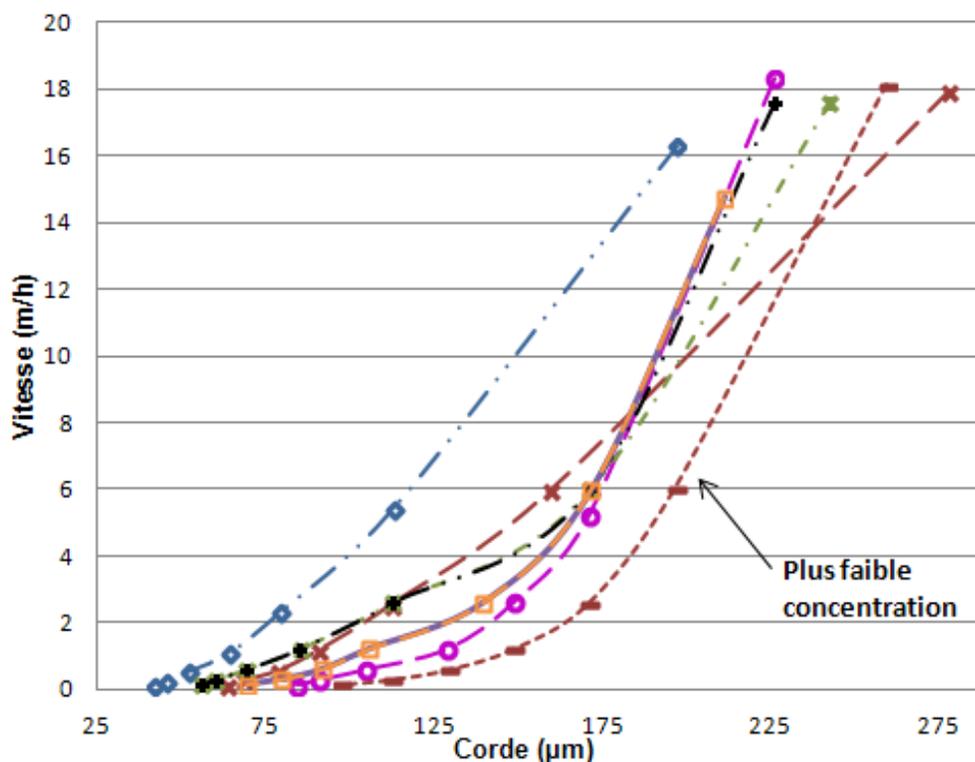


Figure 57: FBRM,  $Volume =f(Corde)$

La relation a été établie sur tous les échantillons des eaux usées de la ville de Québec ayant à la fois des mesures de ViCAs et de FBRM.



**Figure 58: Relation taille/vitesse des eaux de la ville de Québec**

La **Figure 58** représente les relations taille/vitesse de chute des eaux usées de la ville de Québec. Elles représentent la variation de la vitesse de chute des particules en fonction de leur diamètre. La plupart des courbes obtenues se ressemblent : elles ont le même profil et la même tendance, mais à chaque vitesse, correspond plus qu'une taille de particule. Ceci est probablement dû aux :

- Estimations de calcul du logiciel FBRM, qui ne prennent pas en considération la variation de la forme des particules (elles les considèrent comme des sphères). En plus, l'orientation de la particule au cours de la mesure peut aussi être à l'origine de la surestimation ou sous-estimation de sa taille parce que comme était expliqué dans la revue de littérature le FBRM ne mesure pas le diamètre mais il mesure une

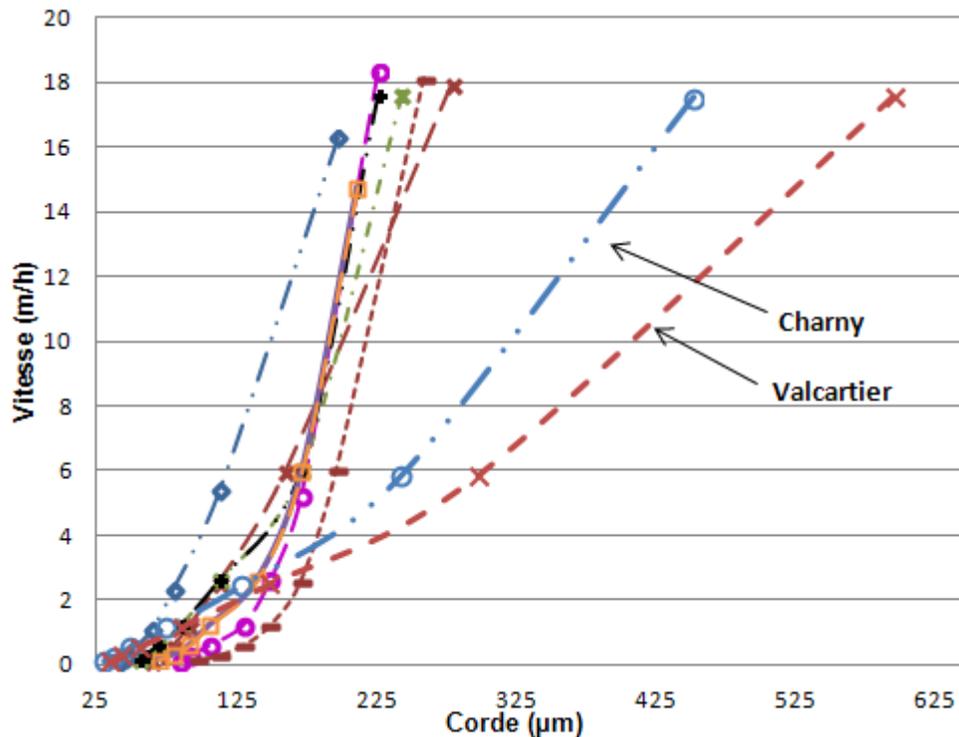
distance entre deux bords de la particule. La corde peut donc varier pour la même particule selon son orientation lors de sa mesure.

- L'effet de la concentration : la vitesse Stokes considère qu'au cours d'une sédimentation gravitaire, il n'y a pas de force d'interférence entre les particules, et que chaque particule décante sans subir aucun effet des autres particules rencontrées dans son trajectoire lors de sa chute. Par contre, dans la section 5.1.1.1 on a prouvé que la concentration joue un rôle dans la vitesse de décantation. Cependant, la vitesse de chute de la même particule varie d'une eau à une autre dépendamment de la concentration de cette dernière. Les courbes de vitesse de sédimentation des particules en fonction de la taille appuient cette explication puisque la courbe la plus à droite de la **Figure 58** correspond à l'affluent ayant la plus faible concentration de 111 mgMeS/l. Sur cette figure la concentration des échantillons augmente en allant de droite à gauche. Donc pour une même vitesse de sédimentation, la taille de particule augmente avec la diminution de la concentration. Autrement, pour la même taille de particule, la vitesse de chute augmente avec l'augmentation de la concentration de l'eau en MeS.

### **5.3.2.2. Cas des autres stations; Charny et Valcartier**

Avec les courbes de distribution de la taille des particules et leur vitesse de chute des stations de Charny et Valcartier, on a exprimé la vitesse de chute des particules en fonction de leur taille.

En total, trois tests ont été faits sur la station de Charny mais seulement une avait des résultats de ViCAs et FBRM. Également un seul test a été fait sur les eaux de Valcartier. Les courbes de Charny et Valcartier montrées dans la **Figure 59** ont la même tendance que les courbes de la station EST de Beauport. Mais, elles sont clairement plus écartées à droite par rapport aux courbes de la ville de Québec malgré qu'elles ont une concentration plus élevée en MeS. L'observation liée à la concentration en MeS semble être valide seulement pour les particules de la même eau (elle a été confirmée avec les eaux de Beauport). Ces observations sur les eaux de Valcartier et Charny ont été basées sur seulement deux tests et elles nécessitent plus du travail pour les confirmer.



**Figure 59: Relation taille/vitesse des eaux des stations de Charny et Valcartier**

Malgré que la taille des particules des stations Valcartier et Charny sont plus élevée, leur vitesse de chute est plus faible. Deux raisons peuvent expliquer ces résultats :

- Les affluents des deux stations Charny et Valcartier contiennent plus de matière organique que les eaux de la ville de Québec. D'après la section 5.3.1.2, la fraction organique pour ces deux stations varie de 85 à 90% pour ces deux tests.
- Pour l'élaboration de la relation, on a estimé que la densité est égale à 1 ce qui n'est pas vrai réellement surtout pour les particules organiques. De plus, la forme de la particule peut être différente d'une station à une autre.

## Conclusion

Ce mémoire s'est intéressé à la caractérisation de la distribution des tailles des particules et leurs vitesses de chute en décantation primaire. La caractérisation a été faite suite à l'analyse de plusieurs résultats de la campagne de mesure d'été 2012.

Quatre aspects principaux ont été abordés : la mise au point du protocole ViCAs pour la mesure de la distribution des vitesses de chute des MeS des eaux usées, l'élaboration d'un protocole pour la mesure de la distribution de la taille des particules, la caractérisation physique des particules en termes de taille et de vitesse de chute, et finalement l'élaboration d'une relation entre la taille et la vitesse de chute des MeS.

Le protocole ViCAs a été étudié en vue de son utilisation pour la détermination de la distribution de la vitesse de chute des particules dans l'affluent et l'effluent du décanteur primaire. Ce protocole a été testé à différentes concentrations et sous plusieurs températures. Ces résultats ont été répétables. Ensuite, le ViCAs a été utilisé pour déterminer la distribution de la vitesse de chute des particules à l'affluent et l'effluent du décanteur primaire dans trois stations de traitement des eaux usées (la ville de Québec, Charny et Valcartier) :

- Les résultats ont été reproductibles au sein de la même station, et d'une station à une autre. La vitesse de chute de particules à la sortie de décanteur primaire est beaucoup plus faible que la vitesse de chute à son entrée.
- La vitesse de chute des particules augmente avec la température et avec la concentration de l'eau usée en MeS. Elle augmente avec leur augmentation.
- La vitesse de chute médiane  $V_{50}$  en temps sec est comprise entre 0,65 m/h et 4,5m/h, en temps de pluie cette vitesse ( $V_{50}$ ) est de moins de 0,18 m/h. La vitesse médiane est similaire pour les trois affluents municipaux : Ville de Québec, Charny et Valcartier. Pour l'effluent, la vitesse médiane  $V_{50}$  est plus faible que 0,1 m/h.
- La fraction décantable des MeS, qu'on pouvait caractériser par une vitesse de chute de 1,6 m/h correspondant à la charge superficielle de conception d'un décanteur

primaire, varie de 30% à 72% pour l’affluent de la ville de Québec en temps sec. Cette fraction descend à 22% en temps de pluie. Cette fraction est de l’ordre de 25% et 35% pour les stations de Charny et Valcartier en temps sec.

Pour la caractérisation de la taille des particules, la technologie FBRM a été choisie. Au début, plusieurs essais ont été répétés pour aboutir à l’élaboration du protocole qui prend en considération la nature des particules mesurées et les différents paramètres de l’instrument : la représentativité des résultats de distribution de la taille des particules dépend du pas de temps et la répétabilité de mesure dépend de la vitesse de mélange de l’échantillon à caractériser.

Le protocole adopté a été appliqué à différents prélèvements au cours de la campagne de mesure :

- La distribution de la taille des particules dépend de la concentration en matière en suspension qui dépend des conditions dans le réseau d’égout. L’amplitude des courbes augmente avec la concentration au sein de la même station.
- La distribution de la taille des particules au niveau de l’effluent dépend fortement de la charge superficielle du décanteur. En augmentant la charge, la distribution de la taille devient de plus en plus large.

Les tests de la distribution de la taille des particules par le FBRM sur les mêmes échantillons mesurés par ViCAs ont permis de mieux comprendre les courbes de distribution de vitesse de chute des particules. Ce lien entre ces deux variables a permis de déduire une relation entre la taille des particules et leur vitesse de chute. Les courbes obtenues à partir de la combinaison des mesures de ViCAs et FBRM ont une même tendance, mais elles nécessitent plus de travail et des essais pour valider les observations.

## **Perspectives :**

Le projet *primEAU* vise à améliorer la qualité de l’effluent d’un décanteur primaire. Son objectif est d’améliorer la décantation primaire en se basant sur les caractéristiques physiques des particules pour une élimination efficace qui tient en compte la nature des

particules traitées. L'élaboration d'un modèle mathématique décrivant la charge superficielle et le comportement de la matière en suspension à l'intérieur du décanteur primaire est un élément majeur du projet primEAU. Ce mémoire vise à fournir au modèle une partie des éléments nécessaires pour guider la modélisation des particules dans le décanteur primaire. Ce modèle sera utilisé par John Meunier, partenaire industriel du projet, pour l'introduire dans le processus de conception des décanteurs primaires.

Les mesures de ViCAs seront la base de modélisation : les résultats permettront de fractionner les particules de l'affluent sous plusieurs classes pour les introduire dans les modèles ASM (pour les boues activées) et ADM (digesteur anaérobie). Les vitesses de chute considérées pour les simulations du modèle primEAU sont regroupées en plusieurs classes. Les profils de ViCAs ont été reproductibles et répétables pour les eaux de l'entrée et de la sortie du décanteur primaire. Les courbes de distribution de vitesse de chute des particules de l'effluent de la section 5.1.1.2 n'ont pas montré l'effet de la charge superficielle sur la vitesse de chutes des particules à la sortie du décanteur contrairement aux résultats obtenus par le protocole FBRM dans la section 5.2.2.2. Pour cela, il serait utile de faire plus de tests avec les eaux de l'effluent pour mieux caractériser l'influence de la charge superficielle sur la distribution de la vitesse de chute. Ces résultats seront utilisés pour le calage du modèle primEAU.

Pour prédire le comportement du décanteur avec l'ajout des produits chimiques, il est nécessaire d'avoir des résultats expérimentaux pour des échantillons mélangés à des coagulant-floculant. Pour cela, il faut déterminer la distribution de la taille des particules (FBRM) et la distribution de leur vitesse de chute (ViCAs) avec des échantillons d'eaux usées mélangés avec ces produits chimiques.

La quantité des prélèvements examinés pendant les campagnes d'échantillonnage est très grande. Pour augmenter l'efficacité des tests en laboratoire, il demeure nécessaire de déterminer l'impact de la période de conservation et la température sur les résultats de FBRM.

Pour mieux suivre les particules décantées en fonction du temps, il est intéressant de faire des tests de FBRM en parallèle au test ViCAs. Il sera intéressant de déterminer la distribution de la taille des particules pour chaque coupelle prélevée du test ViCAs. De cette façon on sera capable de déterminer la taille des particules décantées en fonction du temps.

On devait continuer les mesures simultanées ViCAs/FBRM pour avoir plus de résultats de la fraction organique. Les tests simultanés permettent de mieux comprendre la relation entre la taille des particules et leur vitesse de chute.

## Bibliographie

Aiguiier E., Chebbo G., Bertrand-Krajewski J-L., Hedges P. et Tyack N. (1996) Methods for determining the settling velocity profiles of solids in storm sewage. *Wat. Sci. Tech.*, 33(9), 117-125.

Bachis G. (2013) Development of a dynamic model for primary clarification connectable to ASM/ADM modelling approach. Thèse de doctorat, Université Laval, Québec, Canada.

Barrett P. et Glennon B. (1999) In-line FBRM monitoring of particle size in dilute agitated suspensions. *Wat. Sci. Tech.*, 16, 207-211.

Berrouard E. (2010) Caractérisation de la décantabilité des eaux pluviales. Mémoire de M. Sc. en génie civil à l'Université Laval, Québec, Qc, Canada. 227p.

Bhargava D-S. et Rajagopel K. (1992) An intergrated expression for settling velocity of particles in water. *Wat. Res.*, 26(7), 1005-1008.

Chancelier J-P., Chebbo G. et Lucas-Aiguiier E. (1998) Estimation of settling velocities. *Wat. Res.*, 32(11), 3461-3471.

Chebbo G., Bertrand-Krajewski J-L., Gromaire M-C. et Aires N. (2003) Répartition des polluants des eaux urbaines par classes de vitesses de chute. Partie A: description des protocoles de mesure. *Tech. Sci. Méth.*, 12, 50-58.

Chebbo G. et Bachoc A. (1992) Characterization of suspended solids in urban wet weather discharges. *Wat. Sci. Tech.*, 25(8), 171-179.

Chebbo G. et Gromaire M-C. (2009) ViCAs - An operating protocol to measure the distributions of suspended solid settling velocities in urban drainage samples. *J. Environ. Eng.*, 135(9), 768-775.

Daymo E-A., Hylton T-D. et May T-H. (1998) Acceptance testing of the Lasentec Focused Beam Reflectance Measurement (FBRM) monitor for slurry transfer applications at Hanford and Oak Ridge. *J. Soc. Photo-Optical. Instr. Eng.*, 3536(186), 82-92.

De Clercq B., Lant P. et Vanrolleghem P. (2004) Focused beam reflectance technique for in situ particle sizing in wastewater treatment settling tanks. *J. Chem. Tech. Biotechnol.*, 79(6), 610-618.

EPA. (1999) Development of bench-scale settling apparatus: Settling velocity data for design and operation of wet-weather flow solids-liquid separation processes. Interim report., 99(31), 105.

- Gasperi J., Lorgeoux C., Moillon R., Gromaire M-C. et Chebbo G. (2009) Settling velocity grading of particle bound PAHs: case wet weather flows within combined sewer systems. *J. Environ. Eng.*, 135(11), 1155- 1160.
- Goula A., Kostoglou M., Karapantsios T. et Zouboulis A. (2007) A CFD methodology for the design of sedimentation tanks in potable water treatment. Case study: The influence of a feed flow control baffle. *J. Chem. Eng. Sci.*, 140(1-3), 110-121.
- Greaves D., Boxall J., Mulligan J., Montesi A., Creek J., Sloan D. et Koh C. (2008) Measuring the particle size of a known distribution using the focused beam reflectance measurement technique. *Chem. Eng. Sci.*, 63(2008), 5410-5419.
- Gromaire-Mertz M-C. (1998) la pollution des eaux pluviales urbaines en reseau d'assainissement unitaire caractéristiques et origines. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Des Ponts et Chaussées, France. 550p.
- Heath A., Fawell P., Bahri P. et Swift J. (2002) Estimating average particle size by focused beam reflectance measurement (FBRM). *Par & Par. Sys. Cha.*, 19(2002), 84- 95.
- Hedges P-D., Becker F-A. et Smission R-P. (1998) The application of settling velocity as a parameter for characterising wastewater solids. *Wat. Sci. Tech.*, 37 (1), 45-52.
- Heukelekian. et Balmat J-L. (1959) Chemical composition of particulate fractions of domestic sewage. *Sew Ind. Was.*, 31, 413-423.
- Hu, Z.Q., Chandran, K., Smets, B.F., Grasso, D. (2002) Evaluation of a rapid physical-chemical method for the determination of extant soluble COD. *Wat. Res.*, 36(3), 617-624.
- Hukkanen E. et Braatz R. (2003) Measurement of particle size distribution in suspension polymerization using in situ laser backscattering. *Chem. Sens. Act.*, 96(2003), 45-459.
- Jarrell-Smith S. et Friedrich C-T. (2011) Size and settling velocities of cohesive flocs and suspended sediment aggregates in a trailing suction hopper dredge plume. *Cont. Shel. Res.*, 31(2011), 550-563.
- Jiménez J-A. et Madsen O-S. (2003) A simple formula to estimate settling velocity of natural sediments. *J. Wat. Port. Coas. & Ocea. Engi.*, 129(2), 70-78.
- Kavanaugh M-C., Tate C-H., Trussell A-R., Trussell R-R. et Treweek G. (1980) Use of particle size distribution measurements for selection and control of solid/liquid separation processes. *Advan. Chem.*, 189(14), 305-328.
- Kineke G-C., Sternberg R-W. et Johnson R. (1989) A new instrument for measuring settling velocities in situ. *Mar. Geo.*, 90(3), 149- 158.

- Kim H-S., Shin M-S., Jang D-S., Lee S-I. et Park J-W. (2005) Numerical study for a secondary circular clarifier with density effect. *Env. Eng. Res.*, 10(1), 15-21.
- Klopp R. et Koppe P. (1990) Die quantitative Charakterisierung von Abwassern hinsichtlich ihrer Dipersitaet und Abbaubarkeit. *Vom. Wasser.*, 75, 307–329.
- Kougoulos E., Jennings A-G. et Wood-Kaczmar M.W. (2004) Modelling particle distribution of an organic fine chemical compound using Lasentec focused beam reflectance monitoring (FBRM) in agitated suspensions. *Pow. Tech.*, 155(2), 153-158.
- Kougoulos E., Jennings A-G. et Wood-Kaczmar M-W. (2005) Use of focused beam reflectance measurement (FBRM) and process video imaging (PVI) in a modified mixed suspension mixed product removal (MSMPR) cooling crystallizer. *J. Crys. Gro.*, 273(3-4), 529-534.
- Kwan A., Mora C. et Chan H. (1999) Particle shape analysis of coarse aggregate using digital image processing. *Cem. Conc. Res.*, 29(9), 1403-1410.
- Levine A., Tchobanoglous G. et Asano T. (1985) Characterization of the size distribution of contaminants in water: Treatment and reuse implications. *J. Wat. Pollut. Cont. Fed.*, 57(7), 805-816.
- Levine A., Tchobanoglous G. et Asano T. (1991) Size distributions of particulate contaminants in wastewater and their impact on treatability. *Wat. Res.*, 25(8), 911-922.
- Liu X. et Gracia M-H. (2011) Computational fluid dynamics modeling for the design of large primary settling tanks. *J. Hyd. Eng.*, 137(3), 343-356.
- Li X-Y. et Yuan Y. (2003) Settling Velocities and permeabilities of microbial aggregates. *Wat. Res.*, 36(12), 3110-3120.
- Marechal A. (2000) Relations entre caractéristiques de la pollution particulaire et paramètres optiques dans les eaux résiduaires urbaines. Thèse de doctorat en génie de procédés. Institut National Polytechnique de Lorraine, France.
- Maruejols T. (2012) Gestion intégrée des eaux usées urbaines : Caractérisation et modélisation du comportement des polluants dans un bassin de rétention en réseau unitaire. Thèse de doctorat, Université Laval, Québec, Canada.
- Michelbach S. et Wohrle C. (1994) Settleable solids from combined sewers: settling, stormwater treatment, and sedimentation rates in rivers.Germany. *Wat. Sci. Tech.*, 29(1-2), 95-102.
- Monnier O., Klein J-P., Hoff C. et Ratsimba B. (1995) Particle size Determination by Laser Reflection: Methodology and Problems. *Par & Par. Sys. Cha.*, 13(1996), 10-17.

- Odegaard H. (1998) Optimised particle separation in the primary step of wastewater treatment. Faculty of civil and Environmental Engineering, Norwegian University of Science and Technology (NTNU). *Wat. Sci. Tech.*, 37(10), 43-53.
- Quispe J., Concha F. et Toledo P-G. (2000) Discrete sedimentation model for ideal suspensions. *J. Chem. Eng.*, 80(1-3), 135- 140.
- Rickert D. et Hunter J. (1967) Rapid fractionation and materials balance of solids fractions in wastewater and wastewater effluent. *J. Wat. Pollut. Cont. Fed.*, 39(9), 1475-1486.
- Rickert D. et Hunter J. (1971) General nature of soluble and particulate organics in sewage and secondary effluent. *Wat. Res.*, 5, 421-436.
- Roche N., Bendounan R. et Prost C. (1994) Modélisation de l'hydrodynamique d'un décanteur primaire de station d'épuration. *J. Wat. Sci.*, 7(2), 153-167.
- Ruf A., Worlitschek J. et Mazzotti M. (2000) Modeling and experimental analysis of PSD measurements through FBRM. *Par & Par. Sys. Cha.*, 17(4), 167-179.
- Savignac V. (2010) Mise en route d'un décanteur primaire pilote, tests traceurs sur une installation pilote (projet primEAU). Rapport de stage en génie des eaux à l'Université Laval, Québec, Qc, Canada. 39p.
- Sophonsiri C. et Morgenroth E. (2004) Chemical composition associated with different particle size fractions in municipal, industrial, and agricultural wastewaters. *Chemos.*, 55(5), 691-703.
- Sparks R-G. et Dobbs C-L. (1993) The use of laser backscatter instrumentation for the On-line measurement of the particle size distribution of emulsions. *Par & Par. Sys. Cha.*, 10(1993), 279-289.
- Thomas O. (1995) Métrologie des eaux résiduaires. Ed. Cebedoc-Liège (B), 192.
- Torres A. (2008) Décantation des eaux pluviales dans un ouvrage réel de grande taille: éléments de réflexion pour le suivi et la modélisation. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France. 368p.
- Van Coillie R., Noue J., Thellen C. et Pouliot Y. (1990) Traitement tertiaire d'eaux usées municipales par culture de *Scenedesmus* sp en installation pilote. *J. Wat. Sci.*, 3(4), 441-455.
- Wang X-Z., Roberts K-J. et Ma C. (2007) Crystal growth measurement using 2D and 3D imaging and the perspectives for shape control. *Chem. Eng. Sci.*, 63, 1173-1184.
- Wedd M. (2005) Particle size analysis. Lower Broadheath, UK., 18-29.

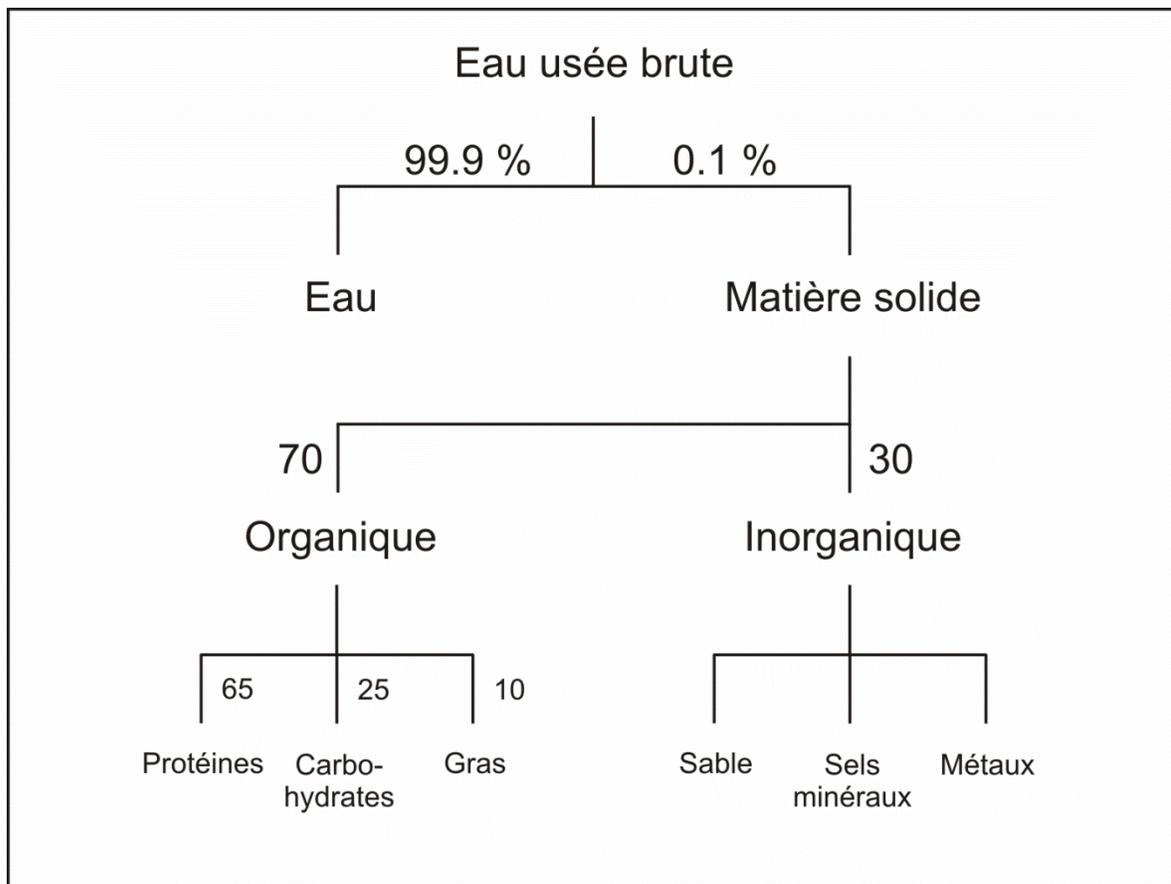
Worlitschek J. et Mazzotti M. (2002) Choice of the focal point position using Lasentec FBRM. *Par & Par. Sys. Cha.*, 20(1), 12-17.

Xu R. et Guida O-A. (2003) Comparison of sizing small particles using different technologies. Particle Characterization, Beckman Coulter. *Pow. Tech.*, 132, 145-153.

Yu W. et Erickson K. (2007) Chord length characterization using focused beam reflectance measurement probe - methodologies and pitfalls. *Pow. Tech.*, 185, 24-30.



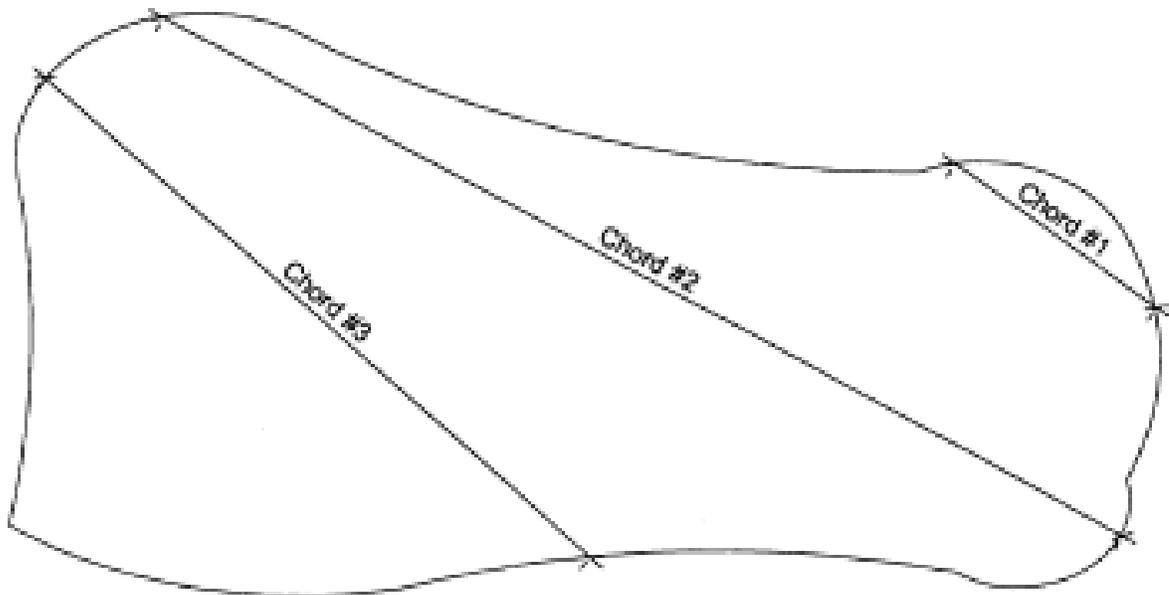
**Annexe A : La composition de la matière en suspension  
MeS**



**Figure 60 : Composition des eaux usées d'après Tebbut, 1992**

**Annexe B : l'effet de l'orientation de la particule lors de son scannage par le faisceau laser**

Le diamètre mesuré par la technologie FBRM s'appelle la « corde ». Par définition, la corde est la longueur d'une ligne droite entre deux points quelconques sur le bord de la particule ou agglomération de particules. Selon cette définition, la même particule peut être scannée de plus qu'une façon selon son orientation lors de son passage en-dessous du champ focal du faisceau laser. Par conséquent, la même particule peut avoir plus qu'une corde (**Figure 61**).



**Figure 61 : Mesure de la taille de particule par la méthode FBRM (Daymo et al., 1998)**

## **Annexe C : Décanteur pilote (description de l'installation)**

Les travaux d'installation du pilote ont été réalisés par l'entreprise John Meunier au début du mois de juillet 2010. Subventionné par Véolia Environnement, le pilote devrait satisfaire aux besoins des travaux de recherche du projet primEAU. Le pilote est installé aux halles du centre de recherche industrielle de Québec CRIQ situé sur le site de l'Usine EST de traitement des eaux usées de la ville de Québec, dans la Baie de Beauport.

#### **a. La cuve du décanteur pilote :**

La conception du décanteur primaire de la chaire de recherche modelEAU a été faite par une équipe professionnelle des ingénieurs de Véolia Environnement; le pilote a une forme rectangulaire de volume total 5m<sup>3</sup> et de volume utile de 4,85 m<sup>3</sup>, l'hauteur effective est 3,20m, et la surface du pilote est de 2,04 m<sup>2</sup> (voir **Figure 62**).



**Figure 62 : Pilote primEAU**

L'alimentation de pilote en eau brute ou en en eau usée est assuré à partir de l'usine EST de traitement des eaux usées de la ville de Québec moyennant une canalisation d'alimentation à différents diamètres et d'une longueur de 100 m linéaire. L'alimentation est sous pression, elle est assurée par une pompe à queue de cochon. L'eau pompée vers le pilote a déjà subi le premier traitement mécanique, le point de prise est localisé à l'entrée du 7<sup>ème</sup> décanteur juste après le dégrilleur et le déshuileur–dessableur. La pompe peut fournir un débit jusqu'à 10m<sup>3</sup>/h.

Le pilote est équipé de plusieurs points d'échantillonnage à son entrée et à sa sortie :

- Le premier point est localisé sur la conduite d'alimentation à l'entrée du pilote, le deuxième est sur le la conduite de la sortie (voir **Figure 63**).
- Quatre points d'échantillonnage sont directement sur la cuve à différentes hauteurs du coté de l'entrée
- Quatre points d'échantillonnage sont directement sur la cuve à différentes hauteurs du coté de la sortie.
- Deux à la sortie des boues à deux niveaux.

Les purges de boues sont effectuées par une pompe à vise d'Archimède qui peut pomper au maximum 0,5m<sup>3</sup>/h. La pompe de boues peut être réglée selon deux modes :

- Le mode manuel où elle pompe en continue un débit de 0,5 m<sup>3</sup>/h, l'inconvénient de ce mode est que le débit de purge est un débit par défaut fixé par le concepteur, il est incontrôlable par l'opérateur. Ce débit est relativement élevé par rapport au débit de fonctionnement du pilote.
- Le mode automatique : sous ce mode le débit peut atteindre 0,2 m<sup>3</sup>/h, le débit de purge est calculé par le pilote à partir des paramètres fixés par l'opérateur qui doit fixer la fréquence de purge par jour (P/j) et le volume de boue par purge (m<sup>3</sup>). A partir de ces deux données, le pilote détermine le débit de purge (m<sup>3</sup>/h).

Pour éviter le colmatage des égouts, l'installation du pilote est équipée d'un bac blanc pour mélanger les boues avec les eaux traitées diminuant ainsi leur concentration avant leur rejet dans les égouts de la salle de CRIQ.



**Figure 63 : Pilote, les points d'échantillonnage à l'entrée et la sortie du pilote**

Le pilote est conçu pour être testé avec des lamelles, il contient des supports à l'intérieur de la cuve pour rendre possible l'installation de ces lamelles. Dans la continuité du projet primEAU, des produits chimiques seront ajoutés. Ces produits sont principalement des coagulants/floculants, ils seront injectés par un système de pompes péristaltiques greffées sur l'entrée du tube d'alimentation en eau brute juste avant le 1<sup>er</sup> point d'échantillonnage.

Le pilote est équipé d'un panneau de configuration (**Figure 64**) qui permet de le mettre en marche, de changer tous ses paramètres de démarrage et de suivre en temps réel plusieurs autres paramètres comme la turbidité, le pH, la température et la concentration en MeS.

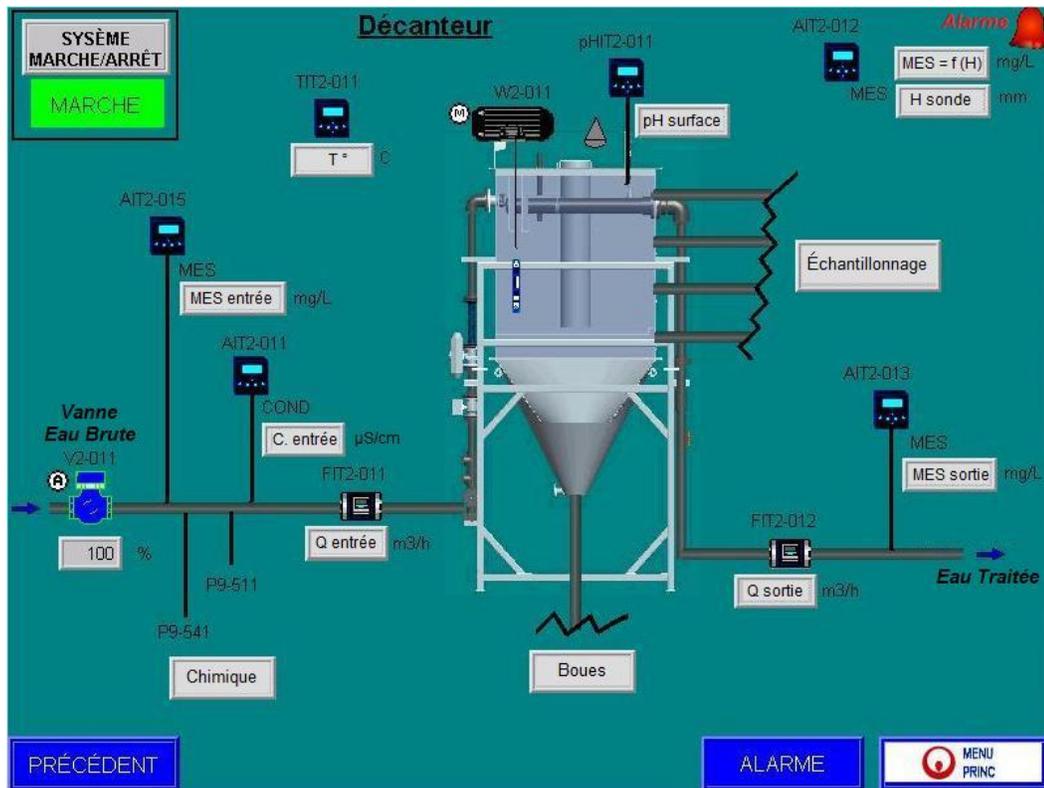


Figure 64 : Pilote, interface tactile du décanteur primaire pilote

## b. Capteurs en ligne

Le suivi en temps réel de la qualité de l'eau à l'entrée et à la sortie du pilote est assuré par des capteurs en ligne. Le pilote est équipé par un système d'acquisition de plusieurs sondes permettant le suivi en temps réel de la qualité de l'eau traitée. Les capteurs embarqués sur le pilote primEAU sont ceux que l'entreprise John Meunier conseille et vend pour des installations industrielles comme pour des pilotes. Pour suivre un grand nombre de paramètres en ligne, le pilote est équipé de multiples sondes disposées comme indique la **Figure 64**. Les sondes installées sont un turbidimètre, des débitmètres, un pHmètre, un conductimètre et un détecteur de niveau d'eau ou « flotteur », le pilote est équipé d'une interface tactile qui permet de configurer le pilote en contrôlant tous les paramètres.

❖ La sonde conductimétrique :

La mesure de conductivité inductive est mesurée par une sonde 3700 SC fabriquée par l'entreprise HACH. Elle est effectuée en envoyant un courant alternatif à travers une bobine toroïdale qui induit un courant dans l'électrolyte. Ce courant induit génère à son tour un courant dans une bobine toroïdale, courant proportionnel à la conductivité de l'eau brute. Ceci permet de suivre la conductivité de l'eau brute en entrée de pilote. L'avantage primordial de la conductivité toroïdale réside dans le fait que les bobines ne sont pas en contact direct avec l'eau. Étant donné que les bobines sont isolées de l'eau, les huiles et autres salissures en faibles quantités n'entravent pas la mesure. De plus, il est possible de sélectionner le boîtier de bobines de telle manière qu'il soit résistant à la corrosion environnante qui attaquerait les capteurs traditionnels muni d'électrodes métalliques.

❖ Les sondes de turbidité :

Les turbidimètres installés dans le pilote sont de la série Siltex SC de la marque Hach. Ils permettent de suivre la qualité de l'eau brute dès son entrée jusqu'à sa sortie du décanteur. Les résultats de mesures sont donnés sous deux formes; la turbidité exprimée en UTN (Unité de Turbidité Néphélométrique) et la concentration en MeS exprimée en (mg/l). Au total quatre sondes de turbidité sont installées dans le pilote, les deux premières sont installées sur l'entrée et la sortie du pilote; ces deux sondes sont placées dans des contenants opaques reliés au pilote grâce à des tuyaux flexibles. L'eau arrive ainsi par le bas du bac et sort par le tuyau en haut de ce dernier. Deux robinets installés sur la tuyauterie de l'entrée permettent de régler le niveau de l'eau dans le contenant pour assurer que la sonde soit immergée dans l'eau pour qu'elle puisse mesurer la turbidité. La sonde est équipée d'un essuie-glace comme montre la **Figure 65** qui fonctionne toutes les minutes pour éviter l'encrassement. Toutes les sondes sont liées au panneau de configuration où on peut suivre les mesures en temps réel pendant les tests. La troisième sonde est suspendue à un système (câble + treuil) pour suivre la turbidité en fonction de la hauteur dans le pilote. La quatrième est montée sur la purge des boues.



**Figure 65 : Pilote, sonde de turbidité**

❖ La sonde de pH :

La sonde différentielle de pH avec thermomètre intégré est aussi de marque Hach. Elle est implantée en haut du décanteur de façon à être immergée quand le pilote est rempli d'eau. Elle nous permet de suivre la variation de la température et du pH au cours des tests avec le décanteur pilote.

❖ Les débitmètres :

Les trois débitmètres de marques Krohne sont disposés en entrée d'eau brute, à la sortie d'eau traitée et sur la conduite de purge des boues. La lecture de débit se fait soit directement sur le débitmètre soit sur le panneau de contrôle du pilote. Ces débitmètres ont donné lieu à beaucoup d'imprécision surtout celui de l'entrée et ils ont nécessité plusieurs essais de calibrage.

❖ Le flotteur :

Le flotteur de détection du niveau de l'eau brute dans le pilote (voir **Figure 66**) permet de déclencher une alarme si le niveau d'eau dépasse le niveau de la goulotte, si la canalisation du trop plein est colmatée.



**Figure 66 : Flotteur du pilote primEAU**

### **c. Système d'acquisition :**

L'acquisition des signaux émis par ces sondes est réalisée par un contrôleur de type SC1000 de marque Hach avec sa propre interface tactile. Ce contrôleur est relié à un panneau de commande et de contrôle ou PLC muni également d'une interface tactile. L'association de ces deux éléments permet de recueillir des données à des fréquences élevées sur les débits, les turbidités, la conductivité, la température et le pH. La disposition des sondes représentée sur la **Figure 64** correspond au visuel que l'opérateur a directement sur le panneau de commande dans le hall du CRIQ mais aussi à distance via Internet. En effet, le panneau de commande est relié à un « routeur » qui confère un accès à distance aux personnes habilitées à l'interface tactile présente sur le PLC. La connexion à distance à l'interface peut se faire avec un navigateur web ou avec le logiciel VNC. Les données recueillies sont stockées dans la mémoire du PLC pour ensuite être envoyées quotidiennement par mail à une adresse propre au pilote et aux utilisateurs du pilote.

La description du pilote est adaptée du rapport de stage de Vincent Savignac « Mise en route d'un décanteur primaire pilote tests traceurs sur une installation pilote projet primEAU » (2010) p 39.

**Annexe D : Procédure lors d'un échantillonnage au  
niveau du décanteur pilote**

- Programmation d'un échantillonnage selon le plan de travail : choix de l'heure et les conditions d'échantillonnage.
- Identifier les coupelles des filtres, conditionner les filtres comme indiqué à l'annexe H pour les mesures des MeS et MVeS et les peser.
- Réserver le four de 550°C pour la calcination des filtres.
- Préparer et identifier les seaux de prélèvement, imprimer les tableaux de ViCAs à remplir et les diverses feuilles de notes.
- Rassembler le matériel nécessaire.
- Aller la veille de l'échantillonnage à la station-EST de Beauport où se trouve le pilote. Mettre le pilote en marche pour qu'il soit en régime constant (trois fois le temps de séjour) le lendemain lors du prélèvement. Les étapes préalables pour le mettre en marche est :
  - Rinçage des conduites d'alimentation du pilote à partir de la station en mettant en marche le pilote avec la sortie ouverte.
  - Remplissage du pilote : fermeture de la vanne de sortie et remplissage du pilote à débit constant.
  - Fixer le débit d'alimentation du pilote selon le programme d'échantillonnage
- Arriver le lendemain au pilote avant l'heure de l'échantillonnage
- À partir du panneau de configuration du pilote, vérifier le débit du pilote.
- Le prélèvement :
  - Rinçage du tuyau d'échantillonnage : laisser couler l'eau du robinet pour environ 1 minute

- Conditionnement des bouteilles d'échantillonnage en les rinçant avec de l'eau à échantillonner
- À l'heure prévue pour l'échantillonnage, remplir les bouteilles à partir de l'entrée et la sortie du pilote
- Prendre les données de variation de débit de la station pour la période couvrant la durée de l'échantillonnage.
- Arrivé au labo :
  - Allumer le four des MVeS (2heures avant), le Lasentec (avant 30 minutes)
  - Sur les échantillons ponctuels (Entrée et sortie du pilote) faire les Tests ViCAs et FBRM.

**Annexe E : Exemple de feuille de note à remplir au cours  
d'un test ViCAs**

Mesures prises en laboratoire - VICAS					
Informations sur l'échantillon					
Référence:					
Date et heure de prélèvement:					
Volume total:					
Préleveur:					
Conservation:					
Date et heure d'analyse:					
Qui					
Manipulation des coupelles: VL					
Mesure des MES, MVeS: VL					
Informations sur la colonne					
Numéro: V2					
Hauteur de chute (cm):					
Concentration Initiale					
Essai	N° filtre	Volume (ml)	m <sub>0</sub> (mg)	m <sub>1</sub> (mg)	m <sub>2</sub> (mg)
1					
2					
3					
Concentration Finale					
Essai	N° filtre	Volume (ml)	m <sub>0</sub> (mg)	m <sub>1</sub> (mg)	m <sub>2</sub> (mg)
1					
2					
3					
où m <sub>0</sub> : masse du filtre conditionné					
m <sub>1</sub> : masse du filtre donnant les MeS					
m <sub>2</sub> : masse du filtre donnant les MVeS					
Remarque: _____					

Référence: \_\_\_\_\_

Heure et date de début: \_\_\_\_\_  $\Sigma\Delta t =$  \_\_\_\_\_

Heure et date de fin: \_\_\_\_\_  $\Sigma\Delta t =$  \_\_\_\_\_

Essai de décantation					
Heure/date	$\Delta t$	$\Sigma\Delta t$	N° filtre	$m_1$ (mg)	$m_2$ (mg)
1.	2	2			
2.	4	6			
3.	8	14			
4.	16	30			
5.	32	62 (1h02)			
6.	64	126 (2h06)			
7.	128	254 (4h14)			
8.					
9.					
10.					
11.					
12.					
13.					
14.					
15.					
16.					
17.					
18.					
19.					
20.					

Note: Pour les valeurs de  $m_0$ , se référer au cahier de laboratoire de rivEAU.

Remarque: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

## **Annexe F : Procédure du protocole ViCAs**

Les étapes à suivre pour un test ViCAs en retournant à l'Université Laval immédiatement après l'échantillonnage sont :

- Préparation pour l'expérience :
  - ✓ Faire monter le montage de ViCAs
  - ✓ Vérifier que la colonne est bien verticale (réglage à faire au moyen des vis à droite et à gauche en haut de la colonne)
  - ✓ Vérifier la distance entre le fond du bac de réception et le pied de la colonne qui doit être suffisante pour permettre la libre circulation des coupelles sous le pied de la colonne.
  - ✓ Faire sortir la boîte des filtres préparés
  - ✓ Placer la première colonne dans le bac juste à côté de la colonne
  - ✓ Remplir la deuxième coupelle avec de l'eau distillée et la placer à côté du montage ViCAs
  - ✓ Préparer la feuille de note de ViCAs
  - ✓ Tamiser 4,5 L d'échantillon à 2 mm
  - ✓ Déterminer la concentration initiale sur trois sous-échantillons avec des volumes entre 100 à 150 ml chacun
- Prélèvement des masses décantées :
  - ✓ Mettre en service la pompe à vide reliée au sommet de la colonne
  - ✓ Verser l'échantillon dans le bac de réception
  - ✓ Ouvrir la vanne 1/4 de tour située au sommet de la colonne jusqu'à remplir la colonne (cette étape est bien détaillé dans le SOP-018 donné en annexe H). La durée de remplissage ne doit pas dépasser 10 secondes.

- ✓ Faire glisser la coupelle déjà placée dans le bac sous le pied de la colonne, déclencher le chronomètre et marquer l' hauteur de l'eau dans la colonne.
- ✓ Changement des coupelles au bout de 2 min, 6 min, 14 min, 30 min, 62 min, 2h06 min et 4h14 min
- ✓ Filtrer le volume d'eau retenu par chaque coupelle pour déterminer les particules décantées (MeS)
- ✓ Sur la feuille de note de ViCAs, indiquer à chaque fois le numéro de filtre correspondant à chaque temps de mesure (2min, 6 min...etc)
- Fin d'expérience :
  - ✓ Après le dernier prélèvement, boucher l'extrémité de la colonne et retirer la colonne de son support
  - ✓ Verser le contenu de la colonne dans un pichet propre, déterminer la concentration finale sur trois sous-échantillons avec des volumes de 200 ml ou plus.
  - ✓ Déterminer les MeS et les MVeS selon le protocole (SOP-005 donné en annexe H)
  - ✓ Traitement des données expérimentales et traçage de la courbe de distribution de vitesse de chute.

## **Annexe G : Protocole (SOP-018) ViCAs**



## Protocole ViCAs

NOM DE L'APPAREIL	ViCAs
MODÈLE	Standard
N° DE SÉRIE	RV1 / RV2 / RV3 / V1 / V2 / V3
PRÉCISION ET REPRODUCTIBILITÉ	-
DATE DE MISE EN FONCTIONNEMENT	Été 2008
DISTRIBUTION	-
SITWEB	-
PROFESSEUR RESPONSABLE	PL

	RÉALISATION	RÉVISION	APPROBATION
<b>NOM</b>	Bastien Wipliez		
<b>FONCTION</b>	Étudiant en génie civil		
<b>DATE</b>	01-09-10		
<b>SIGNATURE</b>			
GESTION DES MODIFICATIONS			
RÉVISION	DATE	DESCRIPTION DE LA MODIFICATION	
01	01-09-10	Émission du SOP	

# Table des matières

1.	Introduction.....	147
2.	Domaine d'application.....	147
3.	Principe et théorie .....	148
4.	Spécifications.....	151
5.	Prélèvement et conservation .....	152
6.	Appareillage.....	152
7.	Protocole analytique .....	153
8.	Calculs et expression des résultats.....	158
9.	Fiabilité .....	162
10.	Références.....	163
11.	Annexes .....	164

# 1. Introduction

Les campagnes de mesure effectuées depuis le début des années 1970 sur les rejets urbains de temps de pluie ont clairement montré que de nombreux polluants se trouvaient en majorité sous forme particulaire. Les particules transportées en suspension sont également apparues comme facilement décantables, en dépit de leur granulométrie relativement fine (de 30 à 40  $\mu\text{m}$ ). Afin de mieux caractériser ces rejets et de pouvoir dimensionner les ouvrages de traitement par décantation, la connaissance de la distribution des particules en suspension par classes de vitesse de chute constitue un élément essentiel.

Du fait de la complexité des phénomènes en jeu et de la variété des densités, formes et dimensions des particules en suspension dans les effluents urbains, il est déconseillé d'évaluer la vitesse de chute de ces particules à partir de la seule donnée granulométrique ou des caractéristiques du bassin versant. La mesure directe des distributions de vitesses de chute sur des échantillons représentatifs du site étudié est donc nécessaire. Cette mesure peut être effectuée au moyen du protocole ViCAs, développé par Chebbo et Gromaire (2003).

Le ViCAs est un essai qui permet de mesurer les vitesses de chutes de particules dans une colonne en condition statique. Il permet de donner un aperçu du comportement de particules au sein d'une eau, ainsi que d'avoir une idée sur leur composition.

L'acronyme ViCAs signifie Vitesse de Chute en Assainissement.

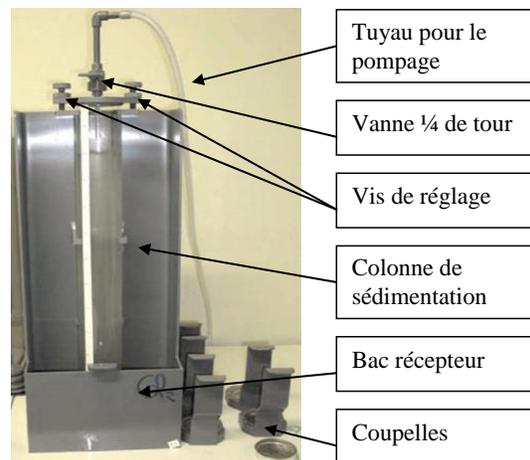


Figure 67 : Matériel pour l'essai

# 2. Domaine d'application

L'essai est réalisé sur tous types d'eaux possédant des sédiments en suspension : eaux usées sanitaires, pluviales, industrielles,...

### 3. Principe et théorie

#### 1.1 Principe général

Le protocole ViCAs est fondé sur le principe de la suspension homogène (Figure 2).

Au début de la mesure, les solides sont répartis uniformément sur toute la hauteur de sédimentation. Ensuite les particules sont supposées décanter de manière indépendante les unes des autres, sans former d'agrégats et sans diffusion.

Les solides ayant décanté pendant un intervalle de temps prédéfini sont récupérés dans le fond de la colonne de sédimentation.

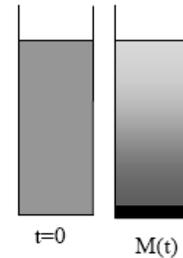


Figure 68 : Principe de la suspension homogène

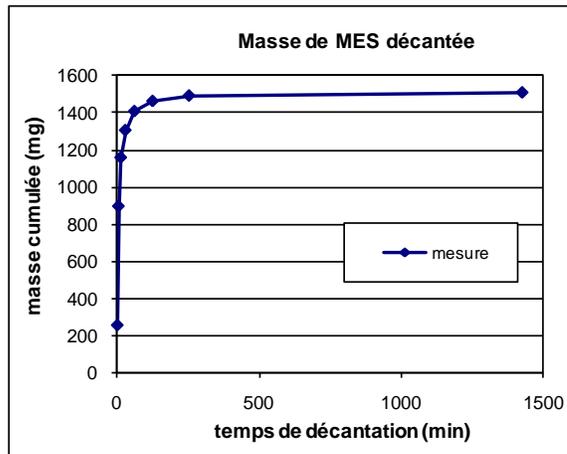


Figure 69 : Courbe de la masse cumulée des solides ayant décantés en fonction du temps

Leur masse ainsi récupérée est pesée ce qui permet de déterminer l'évolution de la masse cumulée  $M(t)$  du dépôt en fonction du temps  $t$  (Figure 3).

Dans la pratique, la courbe de la masse cumulée des solides ayant décanté est constituée de  $n$  points, avec  $n$  compris entre 7 et 12, correspondant aux  $n$  prélèvements effectués après différentes durées de décantation.

Les particules étant initialement distribuées de façon homogène sur toute la hauteur de la colonne, elles ne chutent pas toutes sur une même distance. De ce fait,  $M(t)$  ne correspond pas à une catégorie des particules homogène.

#### 1.2 Théorie

##### 1.1.1 Introduction

Une analyse théorique (Chebbo, 1992; Chancelier et al., 1998) montre que la courbe  $M(t)$  peut s'écrire :

$$M(t) = S(t) + t \frac{dM(t)}{dt} \quad (\text{eq. 1})$$

Avec :

- $M(t)$  : masse cumulée de particules décantées au pied de la colonne entre  $t=0$  et  $t$ ,
- $S(t)$  : masse de particules décantées entre  $t=0$  et  $t$  ayant une vitesse de chute supérieure à  $H/t$ , où  $H$  est la hauteur d'eau dans la colonne,
- $t \frac{dM(t)}{dt}$  : masse de particules décantées au temps  $t$  avec une vitesse de chute inférieure à  $H/t$  (et donc situées initialement à une distance  $d$  au plan de mesure inférieure à  $H$ ), où  $H$  est la hauteur de décantation maximale (hauteur d'eau dans la colonne).

### 1.1.2 Objectifs

Il faut déterminer la courbe  $S(t)$  et de la transformer en courbe  $F(V_s)$ , indiquant le pourcentage cumulé  $F$  (en %) de la masse totale de particules ayant une vitesse de chute inférieure à  $V_s$  (en m/h). Il faut ajuster numériquement les valeurs mesurées  $M(t_i)$  selon une fonction continue  $M(t)$ , puis résoudre analytiquement l'équation 1.

La fonction  $M(t)$  doit vérifier les critères suivants :

- Masse décantée nulle à  $t=0$ , c'est à dire  $M(t=0) = 0$  ou  $\lim_{t \rightarrow 0} M(t) = 0$  quand  $t$  tend vers 0
- Masse décantée croissante en fonction du temps,  $dM(t)/dt > 0$
- Pente de la courbe décroissante en fonction du temps,  $d^2M(t)/dt^2 < 0$
- Nombre de paramètres d'ajustement inférieur ou égal à 4 pour conserver des expressions simples et permettre un ajustement satisfaisant même avec un nombre limité de points  $M(t_i)$ .

### 1.1.3 Résolution

Le principe de la méthode a initialement été introduit par Saint Pierre et al. (1995), avec l'utilisation d'une fonction  $M(t)$  obtenue par régression logarithmique. Cependant la fonction logarithmique ne permettait pas un ajustement suffisamment précis des valeurs mesurées  $M(t_i)$ . Cette méthode, et en particulier le choix de la fonction  $M(t)$ , ont par la suite été développés par Bertrand-Krajewski (2001). Après avoir testé plusieurs dizaines

d'expressions mathématiques pour la courbe  $M(t)$ , Bertrand-Krajewski (2001) a retenu l'expression suivante :

$$M(t) = \frac{b}{1 + \left(\frac{c}{t}\right)^d} \quad (\text{eq. 2})$$

Avec  $b$ ,  $c$  et  $d$  trois paramètres numériques tels que  $b > 0$ ,  $c > 0$  et  $d \in ]0, 1[$ .

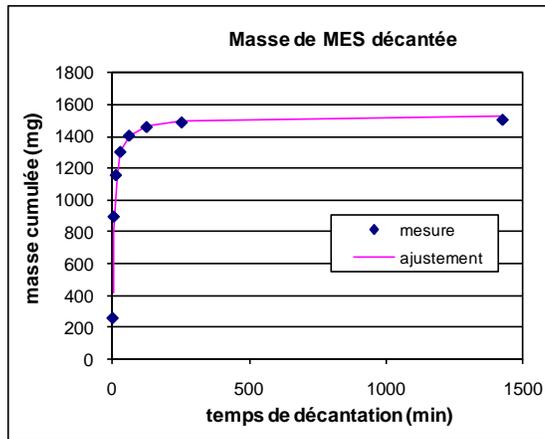


Figure 70 : Exemple d'ajustement de  $M(t)$

Un exemple de la courbe ajustée obtenue est donné sur la figure 4.

Les paramètres  $b$ ,  $c$  et  $d$  sont déterminés par la méthode des moindres carrés, au moyen du solveur Excel.

On obtient  $S(t)$  :

$$S(t) = M(t) - t \frac{dM(t)}{dt} = \frac{b \left(1 + (1-d) \left(\frac{c}{t}\right)^d\right)}{\left(1 + \left(\frac{c}{t}\right)^d\right)^2} \quad (\text{eq. 3})$$

D'où :

$$F(V_s) = 100 \left(1 - \frac{S(t)}{M_{dec} + M_{fin}}\right) \text{ où } V_s = \frac{H}{t} \quad (\text{eq. 4})$$

### 1.1.4 Résultat final

Les résultats de mesure des distributions de vitesse de chute sont présentés conformément aux recommandations du groupe de travail sur les solides en réseau d'assainissement du IWA/IAHR Joint Committee on Urban Drainage (Hedges et Chebbo, 1995). La vitesse de chute, notée  $V_s$  (settling velocity) est exprimée en m/h et est positive pour les vitesses orientées vers le bas (sens de la chute des particules).

Les résultats de mesure sont représentés par une « Courbe de distribution des vitesses de chute »  $F(V_s)$  où :

- Les vitesses de chute  $V_s$  en m/h sont en abscisse sur une échelle logarithmique de base 10 croissante vers la droite.
- Le pourcentage en masse cumulée  $F$  des particules ayant une vitesse de chute  $V_s$  inférieure à une valeur donnée est en ordonnée sur une échelle linéaire de 0 à 100 %.

La Figure 5 donne un exemple de courbe  $F(V_s)$  correspondant à ces recommandations.

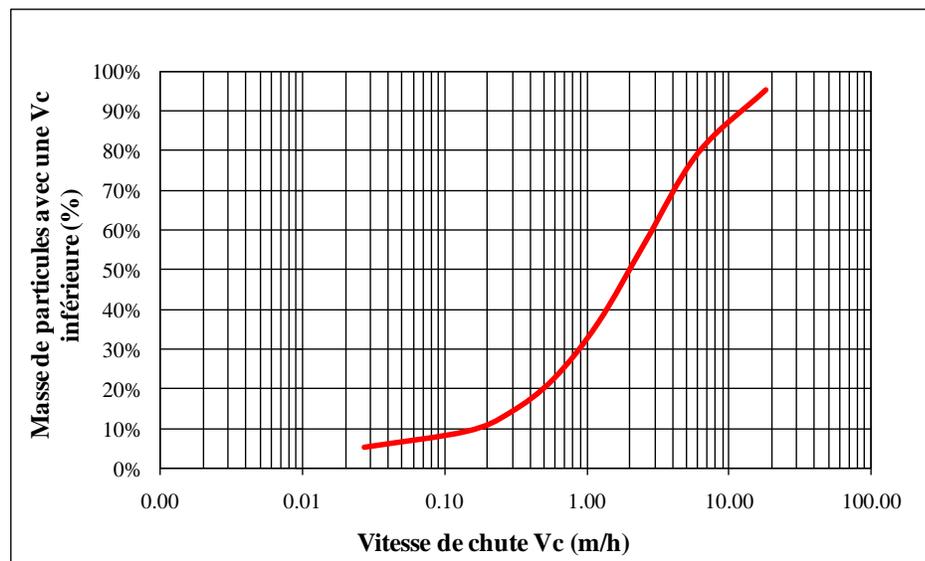


Figure 71 : Exemple de courbe de distribution des vitesses de chute  $F(V_s)$

## 4. Spécifications

- Il est indispensable que toutes les dates de prélèvement, de fractionnement et d'analyse des MES et MVS soient enregistrées dans la feuille d'analyse. Ces données sont fondamentales pour juger de la qualité des mesures réalisés : les caractéristiques des MES évoluent avec le temps. Lorsque les délais sont trop importants (>24h) l'influence de cette évolution sur les résultats de la mesure des vitesses de chute rend difficile les comparaisons et les interprétations ultérieures.
- Il faut diluer l'échantillon si la concentration initiale est supérieure à 1000mg/L. Pour réaliser la dilution, il faut séparer l'échantillon lors du prélèvement, de sorte à avoir 5 litres d'un côté, et 15 litres de l'autre. Il faut ensuite en récolter 5 litres de surnageant, après 24h de décantation, et s'en servir pour réaliser la dilution.

## 5. Prélèvement et conservation

- L'essai peut être réalisé à partir d'un échantillon composite de plusieurs échantillons similaires (exemple : récolte de 5 bouteilles de 1 litre sur 10 minutes).
- Lors du prélèvement, retirer les matières en suspension qui pourrait fausser l'essai et, au besoin, filtrer l'échantillon directement.
- L'échantillon doit être stocké à 4°C pendant la conservation avant la réalisation de l'essai.
- Les analyses doivent être faites dans les 24h maximum suivant le prélèvement, pour éviter des phénomènes de floculation.

## 6. Appareillage

### 1.3 Matériel ViCAs

- 1 colonne ViCAs avec son support et ses 2 coupelles associées
- 1 élastique (maintien de la colonne en place),
- 1 chronomètre (mesure des pas de temps),
- 1 feuille ViCAs (inscription des informations)

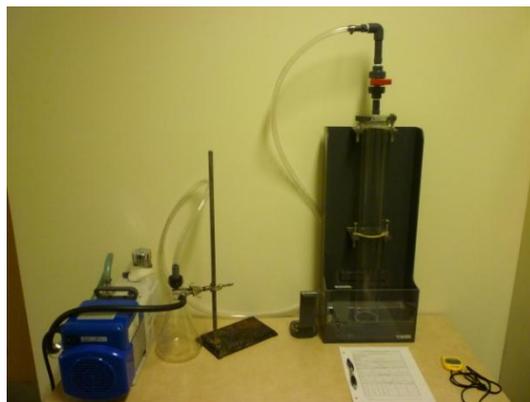


**Figure 72 : Matériel d'essai ViCAs**

La figure 6 montre le matériel ViCAs en place.

## 1.4 Matériel pour le remplissage de la colonne

- 1 bécher de 5 litres
- 1 spatule (homogénéisation)
- 1 pompe à huile
- 1 tuyau de raccordement
- 1 erlenmeyer de filtration de 1000 ml (protection de la pompe),



**Figure 73 : Matériel ViCAs avec système de remplissage**

La figure 7 montre le matériel ViCAs avec le système de remplissage en place.

## 1.5 Matériel de mesure de MES/MVS

Se reporter au SOP-005 pour la présentation du matériel à utiliser pour la mesure de MES et MVS.

## 7. Protocole analytique

### 1.6 Description générale

L'échantillon à analyser est versé dans un bac de réception et aspiré par dépression à l'intérieur d'une colonne. Celle-ci est ensuite maintenue sous vide pendant toute la durée de l'essai. Les particules décantées pendant les périodes de temps  $\Delta t$  sont recueillies dans des coupelles placées sous la colonne et de même diamètre que celle-ci. Les coupelles, préalablement remplies d'eau potable, sont immergées dans la cannelure du bac de mélange et positionnées alors à tour de rôle sous la colonne. A la fin d'une certaine période, le contenu des coupelles est filtré pour ensuite réaliser des mesures de MES et de MVS sur les solides récupérés.

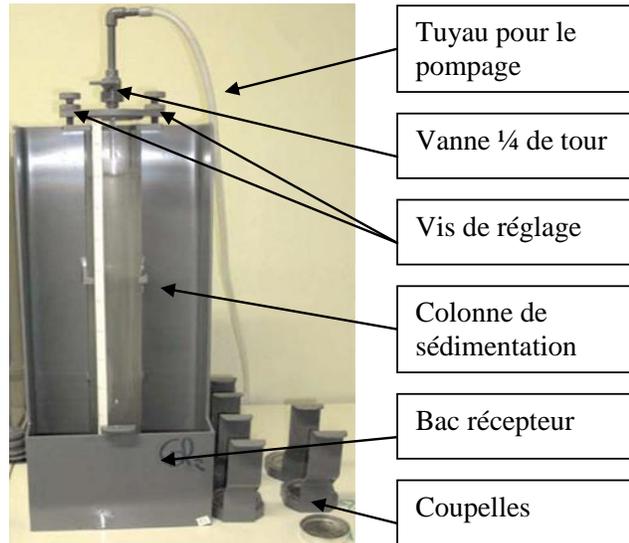
## 1.7 Préparation préalable

➤ Vérifier le positionnement de la colonne

- Bas de la colonne au dessus de la cannelure du bac récepteur

- Espace suffisant pour permettre la libre circulation des coupelles dans le bac récepteur.

- Réglage de la hauteur et de la verticalité à l'aide des 2 vis de réglage en haut de la colonne et d'un niveau à bulle.



**Figure 74 : Présentation du matériel ViCAs**

➤ Préparer les portes-coupelles

- Placer une coupelle dans le bac récepteur,

- Remplir l'autre coupelle d'eau potable, il servira à effectuer le changement de coupelle plus rapidement puisque le premier pas de temps est très rapproché.

➤ Préparation de l'échantillon

- Homogénéiser l'échantillon à l'aide de la spatule et récolter 5 litres dans le béccher approprié.

- Homogénéiser de nouveau et prélever 1 échantillon de 500 mL qui servira à déterminer la concentration initiale en MES dans la colonne.

➤ Préparation de la feuille d'essai

- Noter les informations nécessaire sur la feuille d'essai, elles sont indispensables pour l'analyse ultérieure.

## 1.8 Remplissage de la colonne

### Remarques :

- La phase de remplissage nécessite un peu d'entraînement car elle est très rapide.
- Pour une meilleure réussite de l'essai, il est préférable d'être 2 personnes pour réaliser cette étape.
- Un volume d'échantillon insuffisant où une fermeture trop tardive de la vanne  $\frac{1}{4}$  de tour conduira à l'aspiration d'air dans la colonne (remous, retour d'eau vers la pompe). Le remplissage devra alors être recommencé.
- A noter que la mise en place d'un dispositif de protection de type flacon de Woulff est indispensable.



Figure 75 : Versement de l'échantillon



Figure 76 : Fermeture de la vanne  $\frac{1}{4}$  de tour

### Ainsi :

- Homogénéiser l'échantillon de 4.5 litres avant de le verser rapidement dans le bac récepteur.
- Aspirer le liquide dans la colonne (2 à 5 secondes) puis fermer la vanne  $\frac{1}{4}$  de tour.
- Arrêter la pompe

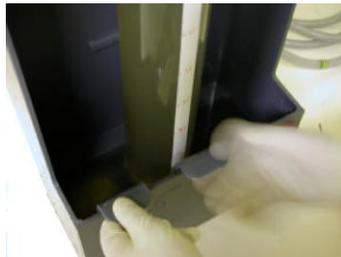
## 1.9 Démarrage de la décantation

- Mettre en place immédiatement après fermeture de la vanne  $\frac{1}{4}$  de tour la première coupelle : placer doucement la coupelle dans le bac récepteur, puis la faire glisser jusqu'à sous le pied de la colonne.
- Démarrer le chronomètre puis débrancher le matériel de pompage.
- Mettre en place un ruban adhésif pour obtenir la hauteur d'eau finale dans la colonne à la fin de l'essai (il peut y avoir une variation de hauteur due aux changements de coupelles).

## 1.10 Changement des coupelles



**Figure 77 : Mise en place de la nouvelle coupelle**



**Figure 78 : Déplacement de l'ancienne coupelle**

- 10 secondes avant l'échéance, introduire doucement dans la cannelure une coupelle remplie d'eau.

- Faire glisser doucement ensuite les deux coupelles jusqu'à positionner la nouvelle sous la colonne et retirer l'ancienne coupelle.

- Utiliser le bécher de 1000 ml comme récipient de sécurité pour réaliser le déplacement de l'échantillon récolté dans la coupelle jusqu'au banc de filtration.

### Remarque :

- Le changement des coupelles s'effectue à 2 min, 6 min, 14 min, 30 min, 1h02, 2h06, 4h14 et > 22h pour un total de 8 coupelles.

- L'étape est délicate car il ne faut pas perdre le contenu et il faut limiter au maximum les turbulences lié au mouvement des coupelles dans le bas de la colonne.

- Si le changement de coupelle n'a été fait exactement au temps prédéterminé, noter l'instant exact de remplacement de la coupelle.

## 1.11 Détermination de la concentration finale

La concentration finale dans la colonne correspond à récolter le volume total de la colonne pour en analyser le contenu. Cette étape permet d'assurer la validité de l'essai en comparant la concentration initiale avec les masses récoltées dans les coupelles.



**Figure 79 : Bouchage de la colonne**

- Une fois le dernier prélèvement réalisé, boucher l'extrémité de la colonne à l'aide d'un bouchon.



**Figure 80 : Prélèvement de la colonne**



**Figure 81 : Déversement de la colonne**

- Retirer la colonne de son support et verser le contenu de la colonne dans le pichet de 5 L.

- Homogénéiser et prélever un échantillon de 500 mL, qui servira à déterminer la concentration finale.

## **1.12 Analyse en MES et MVES**

Se reporter au SOP-005 pour l'analyse des MES et MVS des concentrations initiales et finales et des échantillons récoltés dans les coupelles.

## 8. Calculs et expression des résultats

### 1.13 Vérification du bilan de masse

Un calcul de bilan de masse est effectué afin d'estimer les pertes (ou les gains) de solides au cours de la manipulation et donc d'évaluer la qualité de la mesure.

Soit :

- $C_{ini}$  (mg/l) la concentration initiale de l'échantillon,
- $C_{fin}$  (mg/l) la concentration finale,
- $m_i$  (mg) la masse de solide récupérée dans la coupelle  $i$  entre les temps  $t_{i-1}$  et  $t_i$ ,
- $H$  (cm) la hauteur d'eau dans la colonne et,
- $R$  (cm) le rayon de la colonne.

D'où :

- Masse initiale  $M_{ini}$  (mg) :

$$M_{ini} = \frac{C_{ini}H\pi R^2}{1000} \quad (\text{eq. 5})$$

- Masse finale  $M_{fin}$  (mg) :

$$M_{fin} = \frac{C_{fin}H\pi R^2}{1000} \quad (\text{eq. 6})$$

- Masse décantée cumulée  $M_{dec}$  (mg) :

$$M_{dec} = \sum_i m_i \quad (\text{eq. 7})$$

- Pourcentage d'erreur  $E$  (%) sur le bilan de masse :

$$E = \frac{M_{ini} - (M_{dec} + M_{fin})}{M_{ini}} \quad (\text{eq. 8})$$

### 1.14 Saisie des résultats (feuille Excel)

L'ensemble des calculs ainsi que le tracé de la courbe de distribution des vitesses de chute est réalisé au moyen d'une feuille de calcul Excel : « Modèle ViCAs v1.0 »

#### 1.1.5 Saisie des données

Les données à saisir sont représentées par des cases blanches dans le fichier, comme le montre la figure 16. Le reste des calculs est effectué automatiquement dans la feuille.

Protocole VICAS v1.0 (Université Laval)						Mesure des vitesses de chute						
<b>Informations échantillon</b>						<b>Informations colonne</b>			<b>Informations échantillon</b>			
5	Référence					Hauteur de chute (cm)			C <sub>moq</sub> #DIV/0!			
6	Caractéristiques					Rayon (cm)			Décantabilité #DIV/0!			
7	Site de prélèvement					3.5						
8	Date prélèvement											
9	Heure prélèvement											
10	Conservation											
11	Début d'analyse											
<b>Etat initial</b>						<b>Calcul des masses initiales, finales et décantées</b>						
13	Volume (ml)	m0 (mg)	m1 (mg)	m2 (mg)	<b>Concentration initiale</b>		<b>Masse initiale dans la colonne</b>					
14	Echantillon 1				[MES] mg/l	[MVS] mg/l	MES (mg)	MVS (mg)				
15	Echantillon 2											
16	Echantillon 3											
<b>Etat final</b>						<b>Concentration finale</b>						
19	Volume (ml)	m0 (mg)	m1 (mg)	m2 (mg)	[MES] mg/l	[MVS] mg/l	MES (mg)	MVS (mg)				
20	Echantillon 1											
21	Echantillon 2											
22	Echantillon 3											
<b>Décantation</b>						<b>Masse décantée par pas de temps</b>						
25	Δt (min)	Temps (min)	m0 (mg)	m1 (mg)	m2 (mg)	MES (mg)	MVS (mg)	<b>Masse décantée cumulée</b>		<b>Masse décantée/masse initiale</b>		
26	2	2						MES (mg)	MVS (mg)	%MES	%MVS	
27	4	6										
28	8	14										
29	16	30										
30	32	62										
31	64	126										
32	128	254										
33	1066	1320										
34												
35												
36												
37												
38												
39												
40												
41	<b>Masse totale (mg)</b>						<b>Bilan de masse (%)</b>					
42												
43	(masse initiale - (masse décantée + masse finale)) / masse initiale											

Figure 82 : Aperçu des données à entrer dans la feuille Excel

Sur cette feuille, la masse **M0** correspond à la masse initiale du filtre utilisée. La masse **M1** correspond à la masse obtenue après le séchage à 105°C (MES). La masse **M2** correspond à la masse obtenue après le séchage à 550°C (MVS). A noter qu'il n'est pas nécessaire de rentrer l'information **M2** si l'analyse en MVS n'a pas été effectuée, ceci n'influencera pas les calculs.

Les pas de temps indiqués sont ceux généralement utilisés pour réaliser le fractionnement de l'échantillon. Ils peuvent être sujets à changement selon les projets et le type d'échantillon. Aussi, libre à l'utilisateur de modifier les Δt utilisés, tout en respectant un minimum de 7 intervalles et un maximum de 15 intervalles. A noter que les pas de temps lu sur le chronomètre pendant l'essai correspondent à la colonne « temps ».





## 9. Fiabilité

### 1.15 Manipulation

Une manipulation soigneuse permet d'atteindre des erreurs sur le bilan de masse inférieures à 10%. Une erreur supérieure à 15% doit amener à invalider la mesure.

### 1.16 Reproductibilité

Des tests de reproductibilité ont été réalisés pour pouvoir confirmer les résultats obtenus pour un seul essai ViCAs. Cependant, malgré certains duplicata réussis, certains ne le sont pas. L'étude du manuel de l'essai ViCAs et de rapports (Berrouard, 2010, Bousquet, 2009, Vaudevire, 2009) faisant état de l'interprétation du protocole et du manuel permettent de dire que la réussite de l'essai est dépendante de la méticulosité de la personne à respecter le protocole et à manipuler le matériel. L'importance est surtout mise sur les étapes de changement de coupelles sous la colonne et de filtration des masses récupérées. La figure 20 montre les résultats d'un test de reproductibilité effectué sur une eau usée de temps sec récoltée à la station d'épuration Est de la ville de Québec, après le dégrilleur.

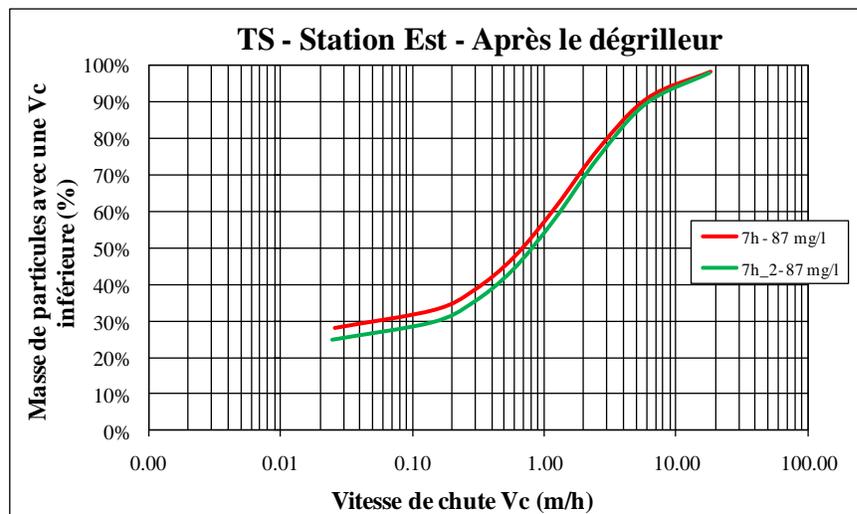


Figure 86 : Test de reproductibilité ViCAs

Ainsi, la réalisation d'un duplicata est dépendante du choix de la personne qui réalise l'essai et la réussite de l'essai est dépendante de sa méticulosité à respecter le protocole.

## 10. Références

Ces documents se trouvent sur le disque partagé modelEAU et dans le tiroir 42-A du laboratoire d'environnement (PLT 1970).

**Berrouard E.**, *Caractérisation de la décantabilité des eaux pluviales*, Mémoire de maîtrise, 2010.

**Bousquet B.**, *Rapport de stage*, 2009.

**Clark et al.** (2009), *Peristaltic Pump Autosamplers for Solids Measurement in Stormwater Runoff*, *Water Environ Res.*, 81(2):192-200.

**Gromaire M.C., Chebbo G.**, *Mesure de la vitesse de chute des particules en suspension dans les effluents urbains - Protocole VICAS*, Manuel de l'utilisateur, CERREVE, École nationale des ponts et chaussées, ENGREF, Paris XII, 35p.

**Gromaire M.C., Chebbo G.**, *Feuille Excel de calcul des vitesses de chutes - Protocole VICAS*.

**Vaudevire E.**, *Rapport de stage*, 2009.

## **11. Annexes**

Annexe n°1 : Exemple d'essai ViCAs réalisé

Annexe n°2 : Exemple d'une feuille de données

Annexe n°3 : Essai de conservation

Annexe n°4 : Essai de comparaison d'un échantillon composite et non-composite



## Annexe n°2 : Exemple d'une feuille de données

### Mesures prises en laboratoire - VICAS

Informations sur l'échantillon	
Lieu de prélèvement :	
Date et heure de prélèvement :	
Date et heure d'analyse :	
Conservation :	
Préleveur :	Manipulateur :
Volume total :	

Informations sur la colonne	
Numéro:	
Hauteur de chute (cm) :	Variation :

Concentration Initiale					
Essai	N° filtre	Volume (ml)	m <sub>0</sub> (mg)	m <sub>1</sub> (mg)	-
1					
2					
3					

Concentration Finale					
Essai	N° filtre	Volume (ml)	m <sub>0</sub> (mg)	m <sub>1</sub> (mg)	-
1					
2					
3					

Essai de décantation					
n°	Δt	ΣΔt	N° filtre	m <sub>0</sub> (mg)	m <sub>1</sub> (mg)
1	2	2			
2	4	6			
3	8	14			
4	16	30			
5	32	62			
6	64	126			
7	128	254			
8					

Remarque : \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

### **Annexe n°3 : Essai de conservation**

Afin de constater l'importance du délai d'analyse sur la modification du comportement des particules des échantillons, un essai de conservation a été réalisé, à l'aide de l'essai ViCAs. Le protocole ViCAs précise qu'il faut réaliser l'essai avant 24h. Cependant, la concentration en MES et l'importance de la fraction organique jouent sur les phénomènes de floculation qui pourraient modifier les vitesses de sédimentation enregistrées.

Ainsi, un spécimen de 25 litres a été récupéré à l'entrée de la station d'épuration Est de la ville de Québec, après le dégrilleur, et fractionné en trois sous volumes. Cet échantillon a été récolté en temps sec, à 7h, le mardi 15 juin 2010. Le premier essai a été réalisé dès l'arrivée au laboratoire, soit environ 45 minutes après l'échantillonnage. Ce premier essai a été réalisé en duplicata pour permettre d'obtenir une confirmation de la valeur au temps  $t = 0$ , mais aussi pour avoir une confirmation de l'allure de la courbe. Le second essai a débuté après 10 h d'attente et le troisième essai a débuté après 24 h d'attente. Pendant la période d'attente, les 2 sous volumes ont été stockés au réfrigérateur à 4°C. Le but étant de prouver l'influence du temps de conservation, il n'a pas été jugé utile de réaliser l'essai dans d'autres conditions (température ambiante, couvercle ouvert,...). En effet, l'intérêt de cet essai est avant tout d'assurer la conformité des résultats pour des échantillons analysés après une nuit de stockage au frais par exemple. Il est bon de noter aussi qu'avant chaque essai, l'échantillon a été remélangé délicatement pour remettre les particules en suspension, en essayant de ne pas casser les éventuels floccs formés. La figure 21 ci-dessous montre les résultats obtenus.

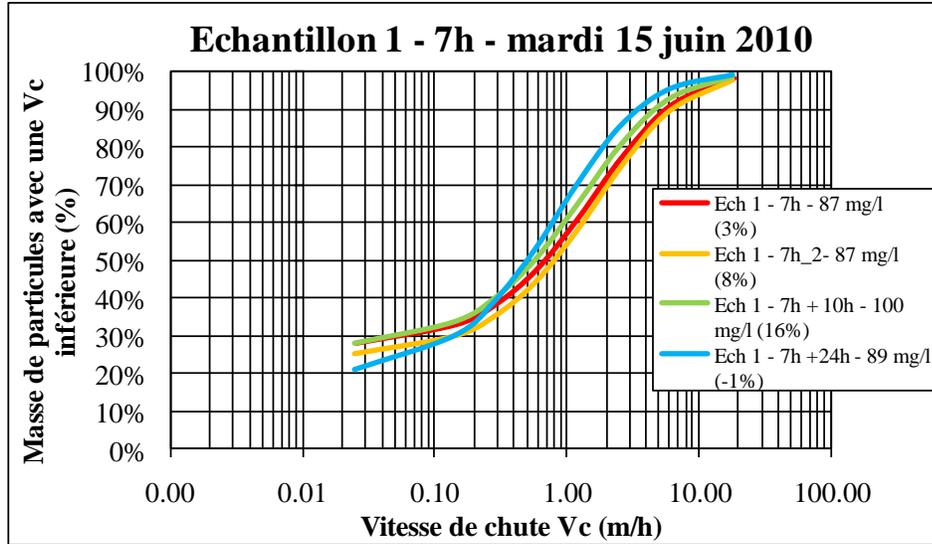


Figure 87 : Essai de conservation ViCAs – Échantillon 1

Il est possible de voir que l'effet du temps d'attente est peu notable pour un échantillon de ce type et donc qu'il est possible de stocker un échantillon jusqu'à 24h sans observer une grande différence. Cependant, il faut prendre en considération que l'échantillon analysé est peu chargé (87 mg/L de MES) et a peut être moins laissé place à de l'éventuelle floculation.

Aussi, afin de pouvoir confirmer cette analyse, un autre échantillonnage a été réalisé, le mardi 6 juillet 2010 à 7h, dans des conditions quasiment similaires. En effet, le premier échantillon a été pris en temps sec tandis que le deuxième en temps d'infiltration (lendemain d'une pluie). La figure 22 montre les résultats obtenus pour le 2ème échantillonnage.

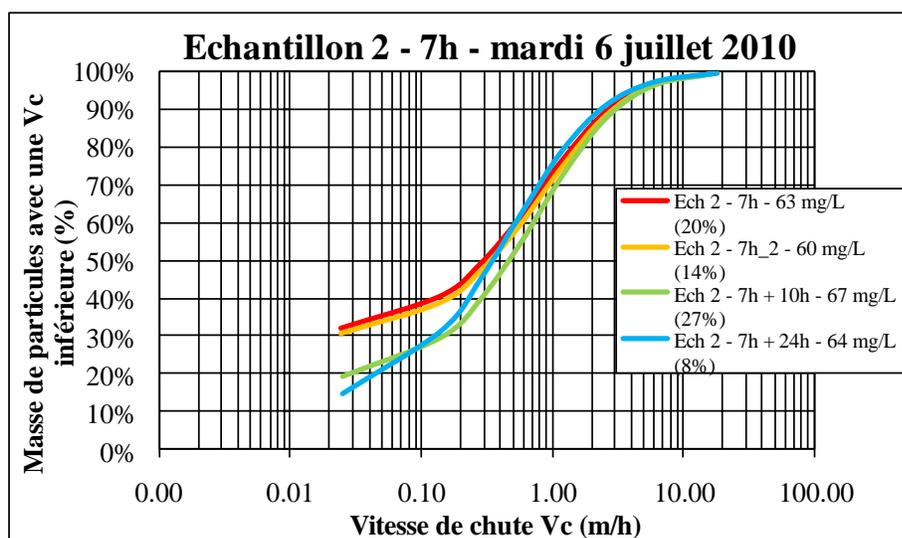


Figure 88 : Essai de conservation ViCAs – Échantillon 2

Il est possible de voir que l'effet du temps d'attente est le même que pour le 1<sup>er</sup> échantillon, cependant, la concentration étant similairement faible, il serait judicieux de réaliser un autre test de conservation avec un échantillon plus chargé pour peut être observer une différence.

La comparaison des 2 échantillons est présentée sur la figure 23.

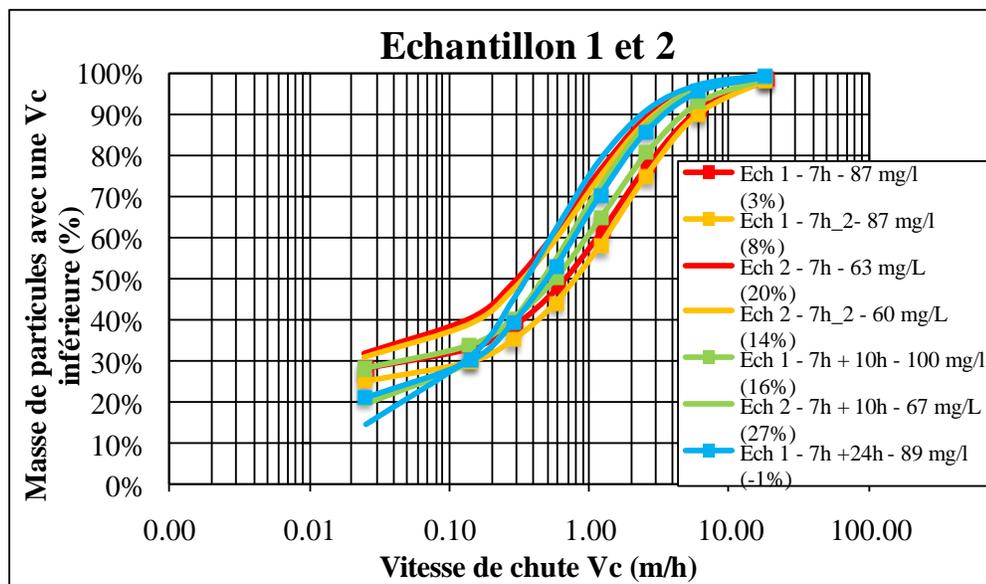


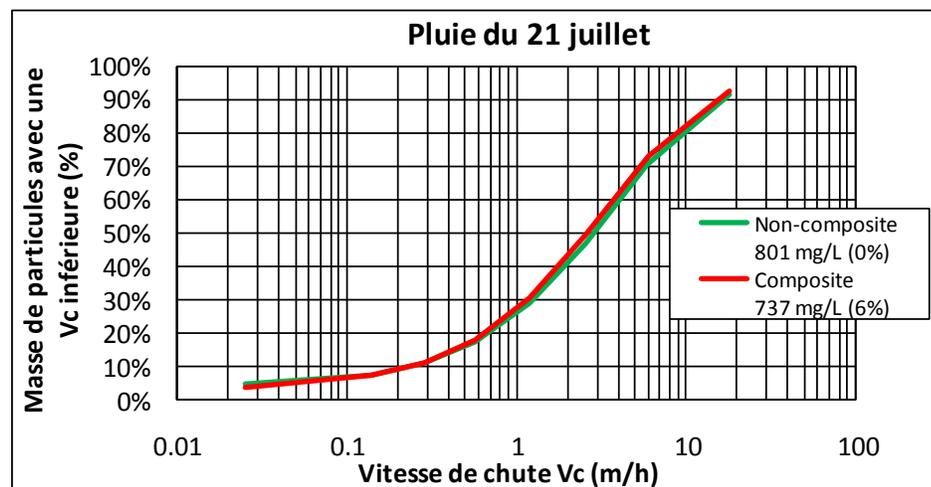
Figure 89 : Essai de conservation ViCAs – Échantillon 1 et 2

#### Annexe n°4 : Essai de comparaison d'un échantillon composite et non-composite

Les échantillonnages d'eaux usées sont aujourd'hui réalisés pour la plupart à l'aide d'échantillonneurs automatiques à pompes péristaltiques (Sigma 900,...) qui vont pomper un certain volume d'échantillon au travers d'un tuyau d'un certain diamètre. Une étude menée par Clark (2009) démontre que ce type d'échantillonnage limite la succion des particules jusqu'à une taille supérieure à 250  $\mu\text{m}$ . De plus, cette étude précise aussi que les grosseurs de particules aspirées diminuent selon la hauteur, à partir de 2.5m. Aussi, dans certains cas, il est possible que des échantillonnages manuels soient réalisés, qui sera appelé ici un échantillon « non-composite ».

Un autre point concerne le fait que la capacité des bouteilles de réception des eaux usées des échantillonneurs automatiques soient de volumes limités (souvent 1 litre), l'échantillonnage est donc fractionné sur plusieurs bouteilles. Or, dans certains cas, les essais réalisés sur des échantillons requièrent un volume de plus d'1 litre, il convient donc de réaliser un échantillon combiné de plusieurs bouteilles, qui sera appelé ici un échantillon « composite ».

L'essai ViCAs a été utilisé pour comparer la décantation des différentes particules pour des eaux usées unitaires, lors d'un débordement en temps de pluie. L'échantillon composite correspond à un volume de 10 litres prélevés manuellement dans un contenant. L'échantillon non-composite correspond au mélange de 6 bouteilles d'environ 1 litre, échantillonnées sur un total de 10 minutes. La figure 24 montre les résultats obtenus.



**Figure 90 : Comparaison d'un échantillon composite et non-composite**

Ainsi, il est possible de voir que les vitesses de chute des particules sont semblables entre un échantillon composite et non-composite.

## **Annexe H : Exemple de classeur Excel ViCAs**

**Protocole VICAS**  
Mesure des vitesses de chute des RUTP

Protocole de mesure VICAS développé par le CEREVER  
Méthode de calcul adaptée à partir de Bertrand-Krajewski (2001)  
Feuille de calcul développée par M.C. Gromaire  
tel: 01.64015.67.60 Mel: gromaire@cereve.enpc.fr

Informations échantillon Informations colonne

Référence Entrée(4m3/h)  
Date prélèvement 20/06/2012

Conservation Non

Début d'analyse 11h

Fin d'analyse 15h15

Hauteur de chute (cm) 54,3

Rayon (cm) 3,5

Nouvelle feuille Calcul

Calcul des masses initiales, finales et décantées

concentration initiale		masse initiale dans la colonne	
[MES] mg/l	[MVS] mg/l	MES (mg)	MVS (mg)
196,3	152,9	401	316
187,5	149,4		
197,5	158,3		

concentration finale		masse finale dans la colonne	
[MES] mg/l	[MVS] mg/l	MES (mg)	MVS (mg)
50,0	42,9	102	88
48,0	41,6		
13,5	5,9		

Etat initial		m0 (mg)	m1 (mg)	m2 (mg)
Echantillon 1	136,0	1187,6	1214,3	1193,5
Echantillon 2	176,0	1191,4	1224,4	1198,1
Echantillon 3	120,0	1185,4	1209,1	1190,1

Etat final		m0 (mg)	m1 (mg)	m2 (mg)
Echantillon 1	154,0	1187,9	1195,6	1189,0
Echantillon 2	202,0	1209,0	1218,7	1210,3
Echantillon 3	222,0	1227,5	1230,5	1229,2

Ajustement de la courbe M(t)

	Valeurs des paramètres d'ajustement de M(t)		
	b	c	d
MES	294	7,94	1,00
MVS	231	7,82	1,00

masse décantée par pas de temps		masse décantée cumulée		masse décantée/masse initiale	
MES (mg)	MVS (mg)	MES (mg)	MVS (mg)	% MES	% MVS
37,1	29,4	37,1	29,4	9%	9%
111,4	88,4	148,5	117,8	38%	37%
34,2	26,6	182,7	144,4	46%	46%
49,5	38,7	232,2	183,1	59%	58%
20,1	16,2	252,3	199,3	64%	63%
24	18	276,3	217,3	70%	69%
14,9	11,4	291,2	228,7	74%	72%

masse décantée ajustée M(t)		ecarts au carré	
MES (mg)	MVS (mg)	MES	MVS
59,1	47,1	486,0	312,4
126,5	100,4	482,8	304,5
187,6	148,3	23,9	15,2
232,5	183,3	0,1	0,1
260,6	205,3	69,2	35,4
276,6	217,6	0,1	0,1
285,1	224,2	37,4	19,9

Décantation		m0 (mg)	m1 (mg)	m2 (mg)
Δt (min)	Temps (min)			
2	2,0	1214,6	1251,7	1222,3
4	6,0	1207,0	1318,4	1230,0
8	14,0	1221,9	1256,1	1229,5
14	30,0	1213,6	1263,1	1224,4
32	62,0	1207,3	1227,4	1211,2
64	126,0	1198,0	1222,0	1204,0
128	254,0	1198,9	1213,8	1202,4

Masse totale (mg) Bilan de masse (%)

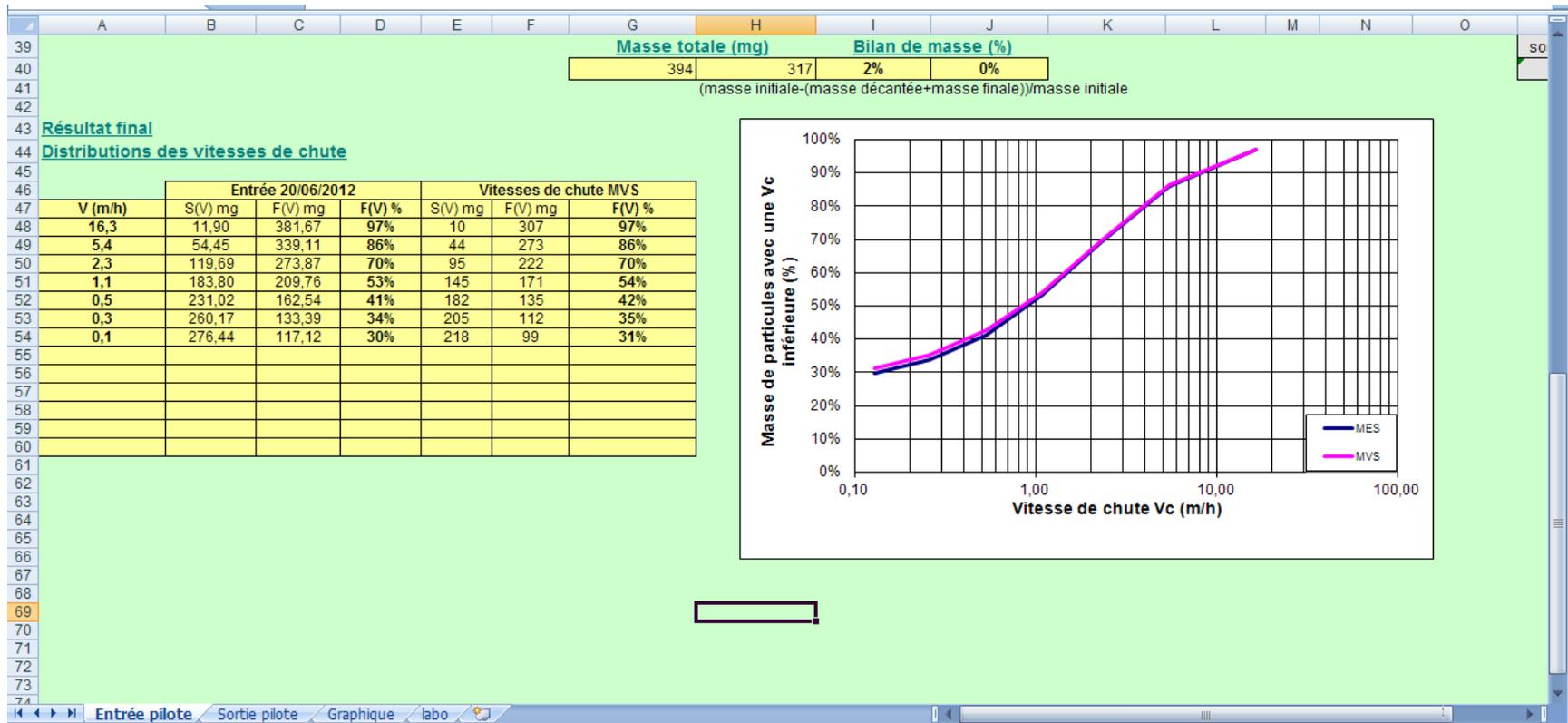
394	317	2%	0%
-----	-----	----	----

somme des écarts au carré

1099,4	687,7
--------	-------

Entrée pilote Sortie pilote Graphique labo





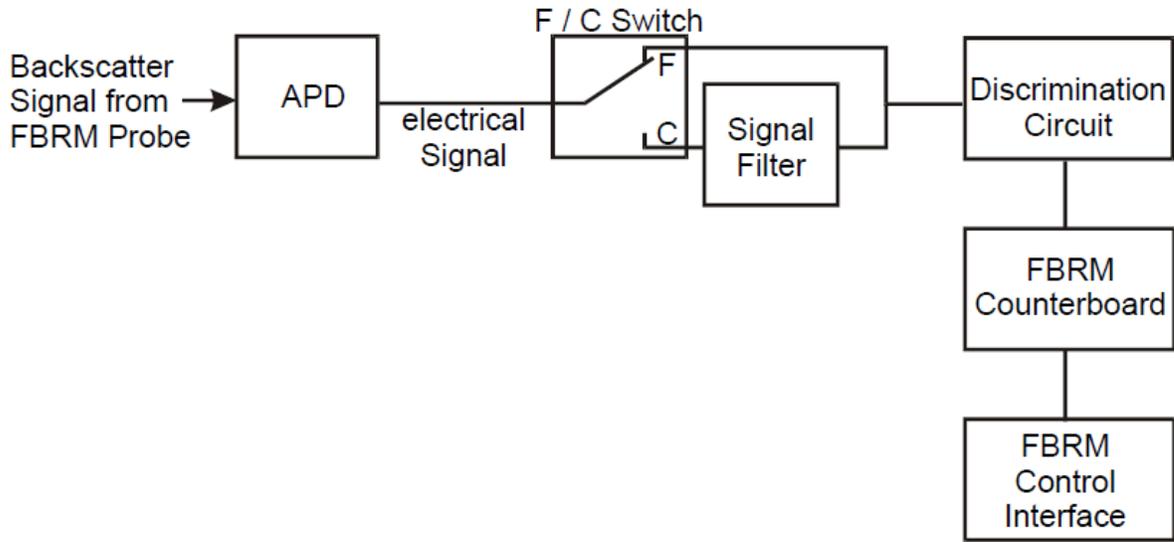
## **Annexe I : Liste des essais FBRM**

Date d'analyse	échantillon	MeS (mg/l)	Filtre	Cycle de lecture	Vitesse de balayage (m/s)			Vitesse de mélange (rpm)			
					2	4	8	200	300	400	
20/03/2012	Entrée	90	Fine	3 secondes	X					X	
				7 secondes	X						X
				10 secondes	X						X
				10 secondes	X			X			
				10 secondes	X				X		
				1 minute	X						X
23/03/2012	Entrée	99	Fine	10 secondes	X			X			
				10 secondes	X				X		
				10 secondes	X						X
				7 secondes	X						X
				3 secondes	X						X
28/03/2012	Entrée	102	Fine	1 minute	X			X			
				15 secondes	X			X		X	
				15 secondes	X						
				15 secondes			X	X			
				15 secondes			X				X
<b>Date</b>	<b>échantillon</b>	<b>MeS</b>	<b>Filtre</b>	<b>Cycle de</b>	<b>Vitesse de balayage (m/s)</b>			<b>Vitesse de mélange (rpm)</b>			

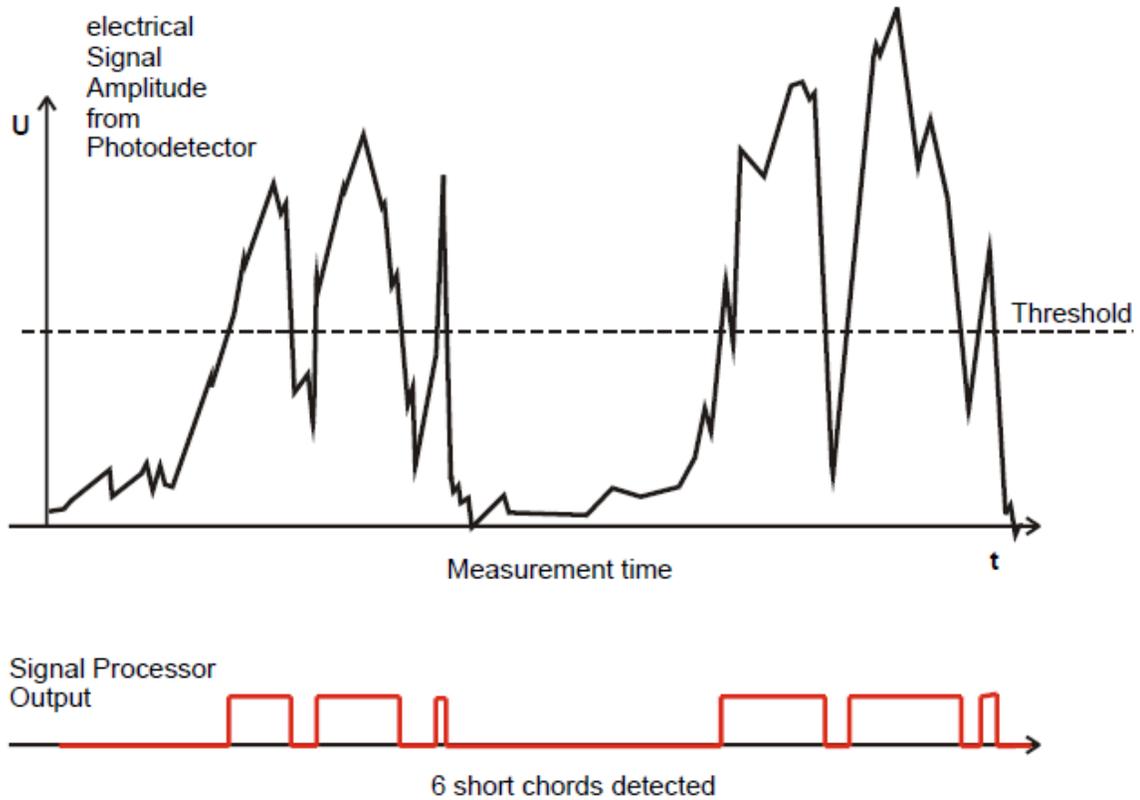
<b>d'analyse</b>		<b>(mg/l)</b>		<b>lecture</b>	<b>2</b>	<b>4</b>	<b>8</b>	<b>200</b>	<b>300</b>	<b>400</b>			
<b>01/04/2012</b>	Entrée	101	Fine	2 secondes	X			X					
				1 minute	X			X					
				5 minutes	X			X					
				2 minutes	X			X					
				3 minutes	X			X					
				2 minutes	X			X					
				2 minutes		X		X					
				2 minutes			X	X					
	Surnageant	-		2 minutes	X					X			
				2 minutes		X		X					
				2 secondes	X					X			
				2 minutes			X	X					
				<b>04/04/2012</b>	Entrée	95	2 minutes	X			X		
							2 minutes	X					X
2 minutes	X									X			
2 minutes		X					X						
2 minutes			X				X						
2 minutes	X								X*				

X\* : Test FBRM en changeant la vitesse de rotation en allant de la plus grande à la plus faible.

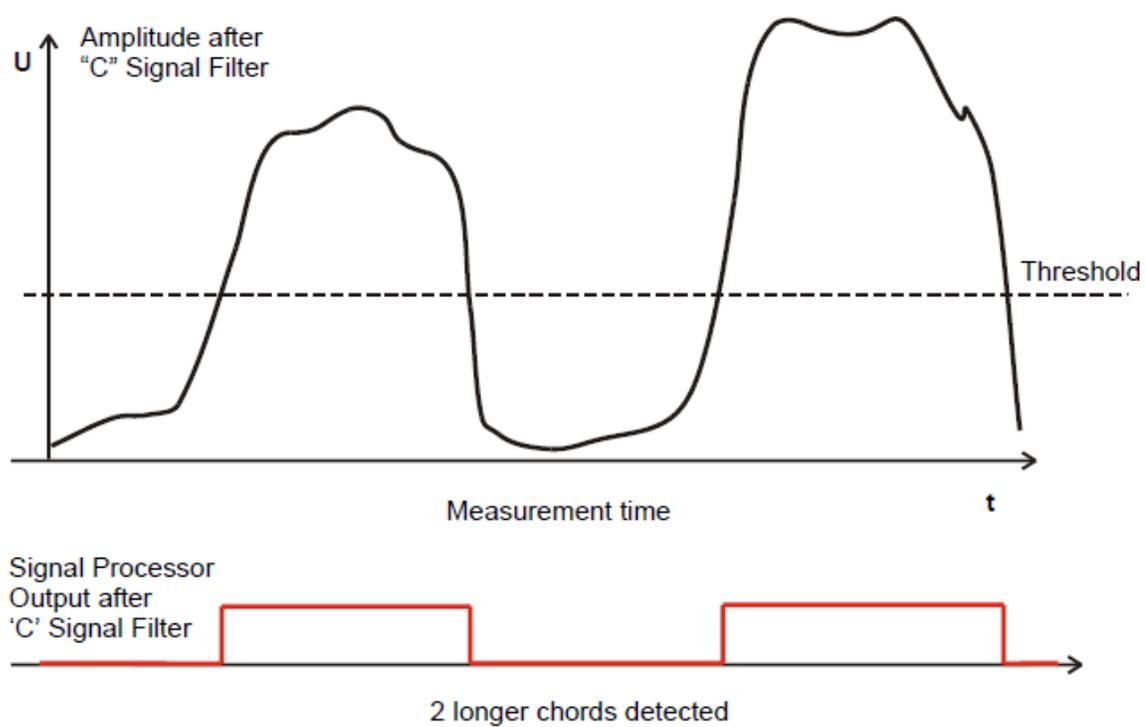
**Annexe J : FBRM, circuit de filtration du signal  
électrique**



**Figure 91 : Configuration du filtre des signaux électriques « C » et « F »**



**Figure 92 : Traitement du signal par le filtre « F »**



**Figure 93: Traitement du signal par le filtre « C »**

## **Annexe K : Procédure de dilution des boues**

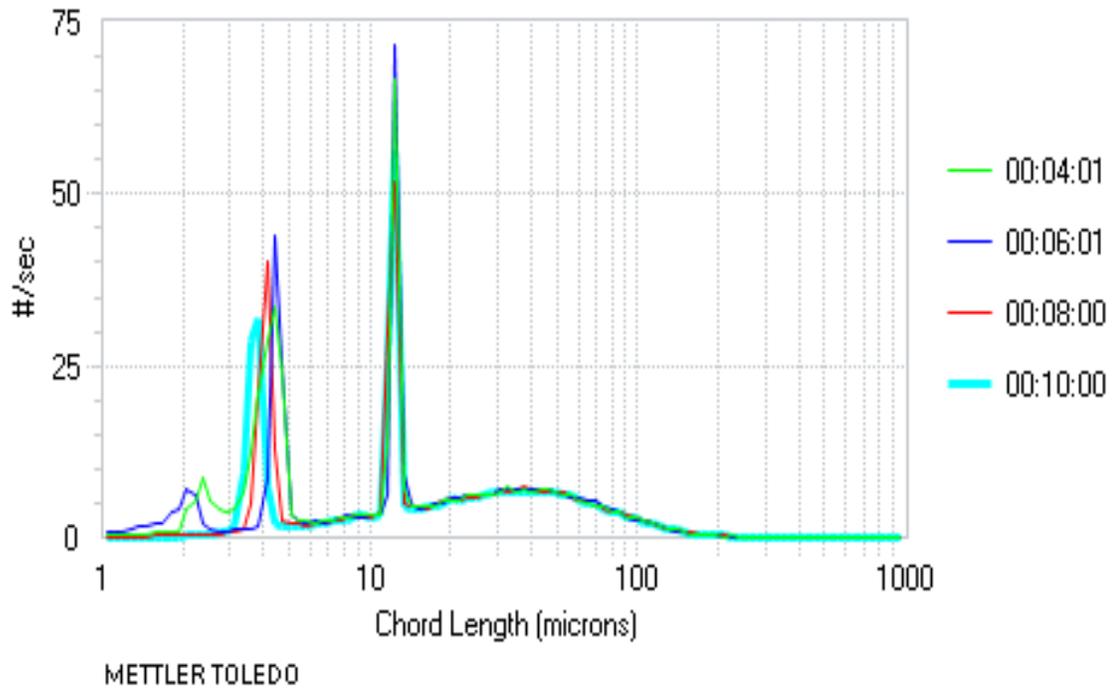
Pour effectuer la dilution des boues primaires, il faut avoir :

- Un échantillon de 4 litres prélevé de la sortie du décanteur primaire.
- Des filtres de porosité 0,45µm
- Un erlenmeyer propre.

Les étapes de dilution sont :

- Filtrer les eaux usées prélevées de la sortie du décanteur à l'aide de l'erlenmeyer et les filtres.
- Tamiser les boues primaires à l'aide d'un tamis de porosité 2 mm.
- Pour faire une dilution de 10 fois, prendre 200 ml des boues et les faire mélanger avec des 800 ml des eaux usées filtrées.
- Bien mélanger avec une spatule avant de prendre un échantillon et le mesurer avec le FBRM.
- Pour faire la deuxième dilution de 20 fois, prendre un échantillon de la première dilution (10 fois) et le faire diluer deux fois.
- Répéter la dernière étape pour faire les autres dilutions (30, 40, 50 fois...etc).

**Annexe L : FBRM, courbe de distribution de la taille des particules avec présence des saletés dans l'hélice**



**Figure 94 : Courbe de distribution de la taille des particules avec présence de saletés dans l'hélice**

## **Annexe M : protocole FBRM**

 <b>UNIVERSITÉ LAVAL</b>	<b>Méthodes analytiques SOP- FBRM</b>	
	DÉPARTEMENT DE GÉNIE CIVIL	
Date: 01-06-2012	Révision: 01	Page 188 de 249

## Protocole FBRM

NOM DE L'APPAREIL	LASENTEC
MODELE	D600R
SOLUTION DE CALIBRAGE	Solution étalon PVC
DATE DE MISE EN FONCTIONNEMENT	FEVRIER 2012
GAMME DE MESURE	0,05 µm – 1000 µm
SITWEB	<a href="http://www.mt.com/lasentec">http://www.mt.com/lasentec</a>
Software Version	iCFBRM 4.1.969
PROFESSEUR RESPONSABLE	Peter Vanrolleghem

	RÉALISATION	RÉVISION	APPROBATION
<b>NOM</b>	Imen Bel Hadj		
<b>FONCTION</b>	Étudiante en génie des eaux		
<b>DATE</b>	01-06-2012		
<b>SIGNATURE</b>			
GESTION DES MODIFICATIONS			
RÉVISION	DATE	DESCRIPTION DE LA MODIFICATION	
01		Édition du SOP	

# Table des matières

Table des matières .....	clxxxix
1. Introduction.....	190
2. Domaine d'application.....	191
3. Principe et résultat .....	191
3.1 Introduction.....	192
3.2 Principe général .....	193
3.3 Le montage de mixage .....	194
3.4 La vitesse de balayage de laser .....	194
3.5 Filtre du signal électrique .....	194
3.6 Résultat .....	194
4. Spécification .....	195
5. Montage expérimental .....	196
5.1 Équipement FBRM .....	196
5.2 Matériel FBRM.....	198
5.3 Matériel de mesure de MeS/MVeS.....	199
6. Protocole analytique .....	199
6.1 Préparation préalable .....	199
6.2 Démarrage de l'essai.....	202
6.3 Acquisition des données .....	208
7. Résultat .....	208
8. Collecte des résultats .....	211
9. Calibrage.....	213
10. Remarques .....	214
11. Référence .....	214
12. Annexes .....	215

**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

**FBRM**

**Codification :**

**SOP- FBRM**

**Page clxxxix de 35**

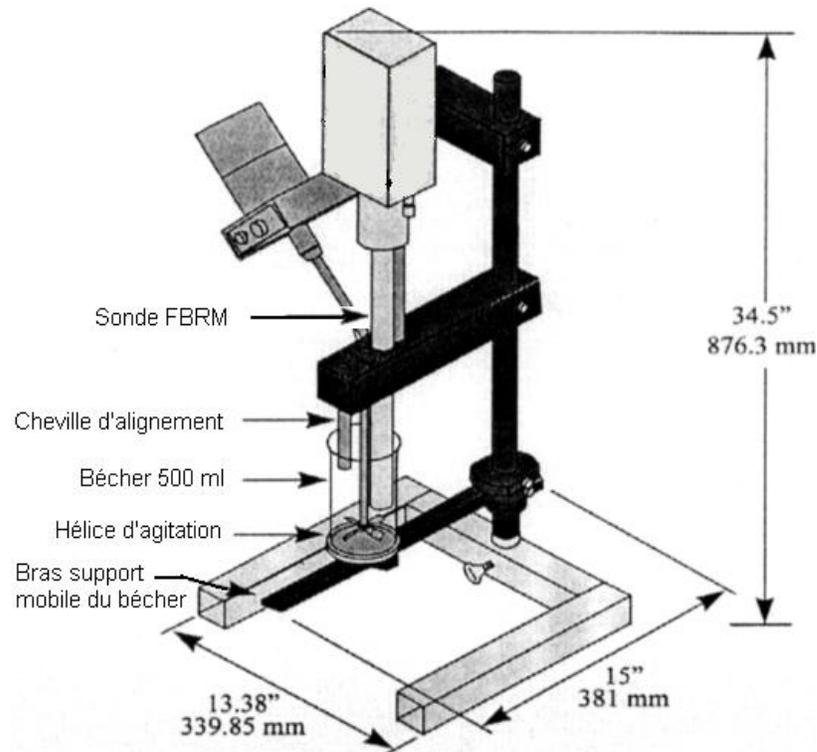
# 1. Introduction

La protection du milieu naturel passe par le traitement des eaux résiduaires et le contrôle des substances introduites dans l'environnement. Les eaux résiduaires sont des milieux complexes et variables, la teneur en matière en suspension (MeS) est parmi les paramètres utilisés pour la caractérisation de ces eaux qui traduit sa charge polluante. Dans le but d'améliorer la qualité de l'eau traitée et le rendement des stations de traitement des eaux usées, l'amélioration des connaissances sur les matières en suspension et surtout les caractéristiques physiques de cette matière demeure nécessaire.

La granulométrie des particules en suspension est un paramètre clef pour juger l'efficacité de décantation primaire dans les stations de traitement, pour cela il demeure nécessaire de développer une méthode pour déterminer la distribution de la taille des particules en temps réel dans les eaux usées.

L'acronyme FBRM signifie Focused Beam Reflectance Measurement.

Le FBRM est un instrument « puissant » développé par Lasentec et commercialisé par Mettler Toledo, il permet de mesurer la distribution de la taille des particules en temps réel. La technique est relativement nouvelle mais elle a été utilisée avec succès dans quelques domaines (surtout le domaine pharmaceutique et pétrolier) car elle permet de mesurer la taille des particules dans n'importe quel type de liquide. Le FBRM détermine la distribution des particules en nombre (#/sec), en volume ou en pourcentage (%).



**Figure 95: La sonde FBRM D600R**

Sur le marché, il existe plusieurs générations de sonde Lasentec, le laboratoire de génie civil et environnement (GCI-Env) de l'Université Laval possède le modèle D600R.

## 2. Domaine d'application

Le Lasentec D600R mesure la taille des particules en suspension dans tous les types de liquides à l'exception des fluides qui ne produisent pas une réflexion spectrale comme les huiles, les solutions avec polystyrène, les billes de verres etc. La dimension minimum mesurée par le Lasentec D600R est de  $0,05 \mu\text{m}$  et la dimension maximale mesurée est de  $1000\mu\text{m}$ . Le Lasentec D600R est conçu pour être utilisé soit au laboratoire soit sur site. Le présent SOP décrit l'utilisation du Lasentec au laboratoire avec des échantillons d'eau usée.

## 3. Principe et résultat

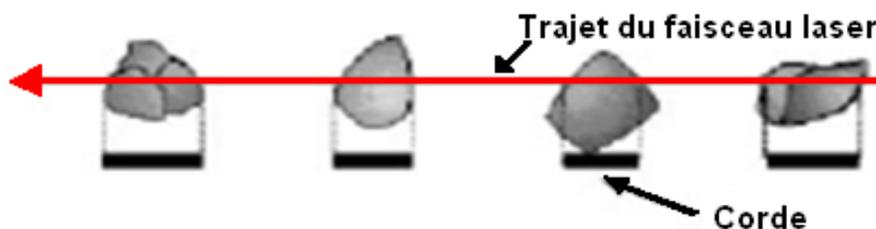
<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012		<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
	<b>FBRM</b>	
<b>Codification :</b> SOP- FBRM		<b>Page 191 de 35</b>

### 3.1 Introduction

Le protocole FBRM est fondé sur le principe de réflexion des rayons laser « Focused Beam Reflectance Measurement ». L'analyse de la taille des particules par laser ou la granulométrie laser est basée sur le phénomène de réflexion qui est le comportement des ondes lorsqu'elles rencontrent un obstacle qui n'est pas complètement transparent. Les particules reflètent la lumière en fonction de leurs rugosités et de leurs tailles.

La lumière réfléchie est recueillie par une cellule et transmise à l'unité centrale du Lasentec D600R où elle sera résolue mathématiquement pour générer la distribution des particules.

Le FBRM mesure la corde qui est la distance entre deux bords de chaque particule ou agglomérations de particules (**Figure 96**). Il mesure une dizaine de milliers de cordes par seconde pour déterminer la distribution de la taille des particules dans l'échantillon.

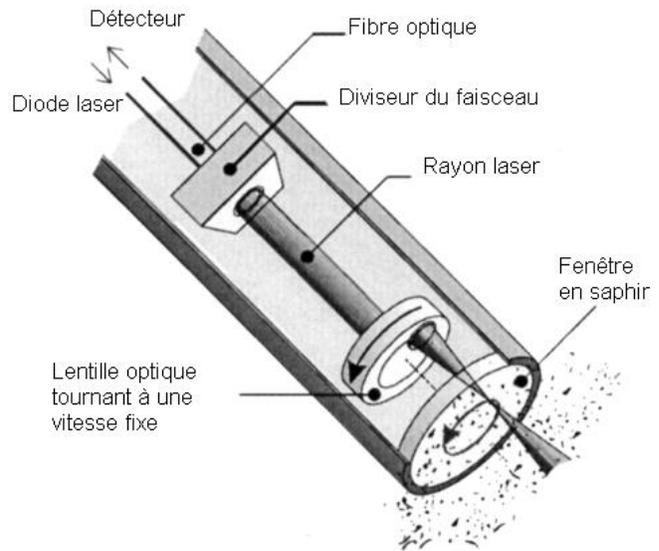


**Figure 96: Corde, la distance mesurée par FBRM**

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>FBRM</b>	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM		<b>Page</b> 192 de 35

## 3.2 Principe général

L'échantillon d'eau usée est mis dans un bécher où la sonde du Lasentec sera immergée. Les particules sont mises en suspension avec une hélice reliée à une tige ayant une vitesse de rotation allant de 200 rpm à 1000 rpm. La source de laser et la lentille qui capte la lumière réfléchie sont situées dans le tube de la sonde (**Figure 97**). Le laser scanne l'échantillon avec une vitesse fixe; lorsqu'une particule passe devant le rayon laser – par la surface de la fenêtre en saphir – sous l'effet de mixage, le faisceau focalisé croise le bord d'une particule qui se met à rétrodiffuser la lumière laser. La particule continue à rétrodiffuser la lumière jusqu'à ce que le faisceau focalisé atteigne le bord opposé de la particule. La distance mesurée par le FBRM est la distance séparant les deux bords des particules ou d'agglomération de particules et elle est appelée « corde ». À l'aide du logiciel iC FBRM 4.1, le Lasentec récolte les cordes mesurées en fonction du temps pour donner la distribution de la taille des particules en temps réel.



**Figure 97: FBRM, scannage des particules**

La technologie FRRM considère toutes les particules comme des sphères pour le calcul de leur volume. Elle les considère comme des sphères parce que c'est l'unique forme pouvant être décrite par un seul paramètre indépendamment de son orientation. Ce paramètre est le « diamètre ».

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>FBRM</b>	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM		<b>Page</b> 193 de 35

### 3.3 Le montage de mixage

Afin de garder les particules de l'échantillon en suspension tout le long de l'essai, le Lasentec D600R est équipé d'un montage de mixage sous forme d'hélice liée à un variateur de vitesse par une tige. La vitesse de l'hélice varie de 200 rpm à 1000 rpm (Figure 98).

### 3.4 La vitesse de balayage de laser

La vitesse de scannage du Lasentec D600R est variable; elle peut être 2 m/s, 4 m/s, 6 m/s ou 8 m/s selon les besoins de l'opérateur. Le tableau de contrôle de la variation de vitesse est localisé dans l'unité centrale du Lasentec.

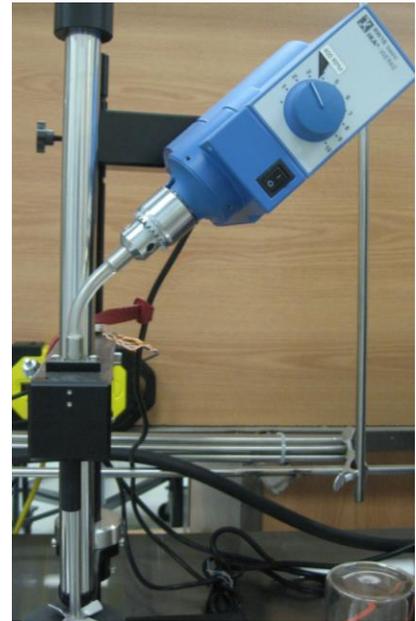


Figure 98 : Montage de mixage

### 3.5 Filtre du signal électrique

Le photo-détecteur de la sonde est un dispositif qui transforme la lumière réfléchiée par les particules en une grandeur mesurable qui est le courant électrique. Le Lasentec D600R filtre le signal électrique avec deux types de filtres soit « Fine » (ou F) ou « Corse » (ou C). La différence entre les deux est que le filtre F est plus sensible au changement de l'amplitude du signal électrique que le filtre C et par la suite il est plus sensible aux plus petites particules.

### 3.6 Résultat

Le résultat de mesure pendant un test FBRM est une courbe de distribution de taille des particules représentée dans une échelle logarithmique :

- En abscisse, la taille de particule notée (Corde) est exprimée en  $\mu\text{m}$  et elle est représentée sur une échelle logarithmique croissant allant de 1  $\mu\text{m}$  à 1000  $\mu\text{m}$ .

**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

**FBRM**

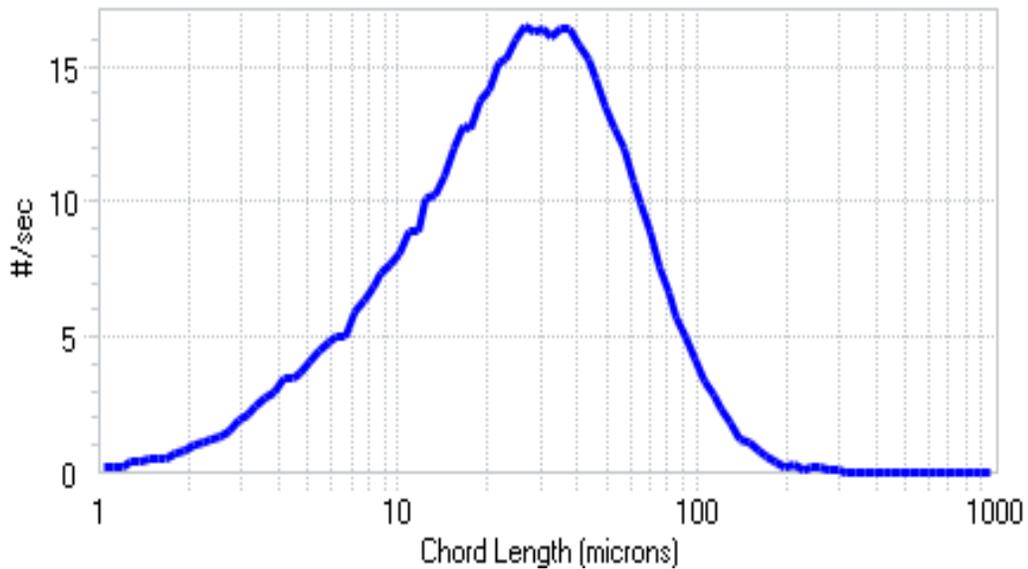
**Codification :**

SOP- FBRM

**Page 194 de 35**

- Le nombre de particules correspondant à chaque taille de particule noté (#/sec) est en ordonnée sur une échelle linéaire de 0 à n (où n est le nombre maximal de particules). Un exemple de courbe est donné par la **Figure 99**.

Selon les besoins de l'opérateur, le Lasentec peut donner les résultats en courbe de nombre de particules par seconde (#/sec), en volume/sec, en pourcentage (%/sec) ou en volume accumulé.



**Figure 99: Courbe de distribution de la taille des particules**

## 4. Spécification

- Température d'opération : Le Lasentec D600R est conçu pour être utilisé à des températures entre 0°C et 55°C.
- Pour chaque test FBRM, il est recommandé de :
  - Tamiser l'échantillon avec un tamis de 2 mm pour empêcher l'accumulation des déchets et des saletés sur l'hélice de mixage.

**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

**FBRM**

**Codification :**

SOP- FBRM

**Page 195 de 35**

L'accumulation des saletés se traduit sur les courbes de distribution par un pic fixe au cours du temps.

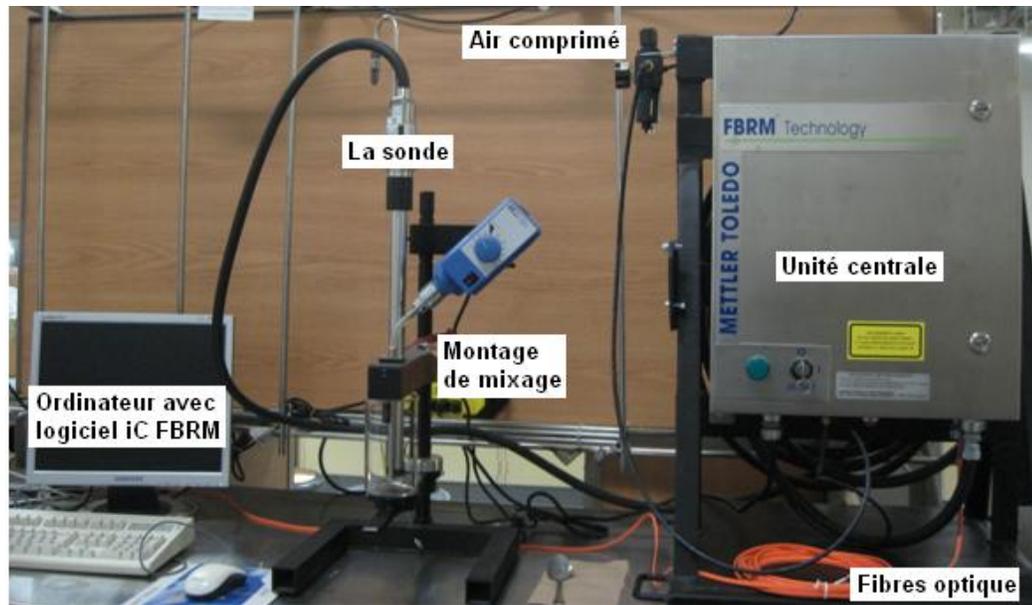
- Déterminer les MeS de chaque échantillon pour qu'on puisse interpréter les résultats en se référant à la charge de l'échantillon en matière en suspension.
- Pour les échantillons des eaux usées ayant une concentration initiale très élevée, il est recommandé de parcourir à sa dilution. La sonde est incapable d'effectuer la mesure des échantillons à concentration au-delà de 6 g/l (voir mémoire M.Sc de Bel Hadj 2013) et on aura le message d'erreur suivant « La sonde est sale, il faut la nettoyer ». La dilution de l'échantillon doit être préférablement effectuée avec une eau filtrée prise à la même place que l'échantillon analysé pour garder ses caractéristiques chimiques et ne pas changer sa matrice.

## 5. Montage expérimental

### 1.17Équipement FBRM

La vue d'ensemble du Lasentec est donné dans la figure suivante :

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>FBRM</b>	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM		<b>Page</b> 196 de 35



**Figure 100: Lasentec, vue d'ensemble**

Le Lasentec D600R est composé de :

- La sonde FBRM : elle est en forme de tube en inox de longueur 400 mm et de diamètre 25mm, elle contient la source émettrice du laser et la lentille détectrice des ondes laser réfléchies par les particules. L'extrémité du tube est une fenêtre en saphir à travers laquelle le laser est projeté vers l'échantillon. La distance focale de la sonde D600R est égale à 20  $\mu\text{m}$  mesurée à partir de la surface extérieure de la fenêtre. La distance focale pour ce modèle du Lasentec est fixe et elle est choisie par défaut pour plus de sensibilité aux plus petites particules. La longueur d'onde émise par la sonde est égale à 780 nm.
- Hélice de mixage : pour maintenir les particules en suspension tout le long de l'essai avec variateur de vitesse de 200 à 1000 rpm
- Unité centrale qui joue le rôle de connexion entre la sonde et l'ordinateur. C'est à partir d'elle qu'on peut allumer ou éteindre le FBRM. L'unité centrale permet aussi de changer la vitesse de balayage de laser qui peut varier de 2 m/s à 8 m/s selon les

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM	<b>Page</b> 197 de 35

besoins de l'opérateur. Une unité de purge est aussi attachée sur le coté gauche de l'unité centrale.

- Ordinateur avec le logiciel iC FBRM 4.1
- Des fibres optiques qui relient les différents composants.
- Solution étalon de PVC de concentration 8,33% pour le calibrage rangée dans le tiroir D31.
- Courbes de calibrage pour chaque combinaison de vitesse de balayage et vitesse de mixage enregistrées dans l'ordinateur.
- Régulateur de pression à l'entrée de l'unité centrale avec deux filtres montés en série.

## 1.18 Matériel FBRM

- Bécher du Lasentec d'environ 500 ml
- Eau déminéralisée pour tester la sonde au début de chaque analyse
- Tamis de 2 mm de porosité
- Filtre en fibres de verre de porosité 0,45 µm pour l'eau de dilution et la mesure de MeS et MVeS
- Papier « Kimwipes » pour nettoyer la sonde
- L'air comprimé à partir du réseau du laboratoire GCI-Env
- Spatule

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>FBRM</b>	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM		<b>Page</b> 198 de 35

## 1.19 Matériel de mesure de MeS/MVeS

Se reporter au SOP-005 pour la présentation du matériel à utiliser pour la mesure de MeS et MVeS.

## 6. Protocole analytique

Le lasentec est instrument qui dépend de plusieurs paramètres comme était détaillé précédemment (vitesse de balayage de faisceau laser, vitesse de mixage, pas de temps et type de filtre de signal). Toutes les combinaisons possibles entre ces paramètres ont été testées pour établir ce protocole FBRM (voir rapport Imen Bel Hadj 2012). Tous les paramètres cités dans ce qui suit sont propre à l'eau usée.

### 1.20 Préparation préalable

- Réglage de la pression : Le Lasentec D600R fonctionne avec l'air comprimé en plus de l'énergie électrique. Il est alimenté à partir du circuit de l'air comprimé du laboratoire. Au début de chaque test on commence par ouvrir le robinet de l'air comprimé (fixé derrière le mur qui est à gauche du montage Lasentec) puis on fixe la pression au niveau de la sonde à l'aide du régulateur au dessus de la montre de pression comme montre la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** La pression doit être comprise entre 55 psi et 60 psi.

**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

**FBRM**

**Codification :**

SOP- FBRM

**Page 199 de 35**



**Figure 101: Régulateur de pression**

- Vérification de la vitesse de balayage du laser :
  - Ouvrir la porte de la boîte de l'unité centrale à l'aide d'une pièce de monnaie ou un tournevis.
  - Mettre le « jumper » selon la position équivalente à la vitesse avec vous voulez travailler. Dans le cas de l'eau usée on travaille avec la vitesse de 2 m/s. la position de « jumper » équivalente à chaque vitesse ( 2 m/s, 4 m/s et 8 m/s) est montrée sur la photo collé à coté de la plaque électrique comme montre la **Erreur ! Source du renvoi introuvable..**
  - Fermer la porte de l'unité centrale et mettre la sonde en marche à l'aide de clé au-dessus de la porte.
  - Laisser la sonde se réchauffer pendant 30 min avant de commencer les mesures pour avoir une meilleure performance de fonctionnement.

**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

**FBRM**

**Codification :**

SOP- FBRM

**Page 200 de 35**



**Figure 102: Choix de vitesse de balayage de faisceau laser**

- Nettoyage de la fenêtre de la sonde : La fenêtre de la sonde est en saphir et elle est en contact direct avec les échantillons pendant les tests ce qui risque de la salir. Au début de chaque essai on doit commencer par la nettoyer avec le papier « kimwipes » et de l'eau distillée ou de l'acétone. La fenêtre de la sonde est considérée propre quand elle mesure moins de 150 particules par seconde (#/sec) pour une vitesse de balayage égale à 2 m/s. Au cours des applications, on commence toujours par tester la propreté de la sonde avec l'eau déminéralisée (cette étape sera détaillée d'avantage dans la section 6.2).
- Mettre en place du béccher d'eau distillée : Pousser le bras-support mobile en bas et le faire tourner à droite en poussant en bas toujours. Remplir un béccher d'eau déminéralisée et faire immerger la sonde et l'hélice de mixage dedans, après remettre le bras-support mobile à sa place initiale de façon à maintenir le béccher (voir **Figure 95**).
- Démarrage de l'hélice : Fixer le contrôleur de vitesse à 200 rpm (position2) et mettre en marche l'hélice (avec bouton ON-OFF).

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>FBRM</b>	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM		<b>Page</b> 201 de 35

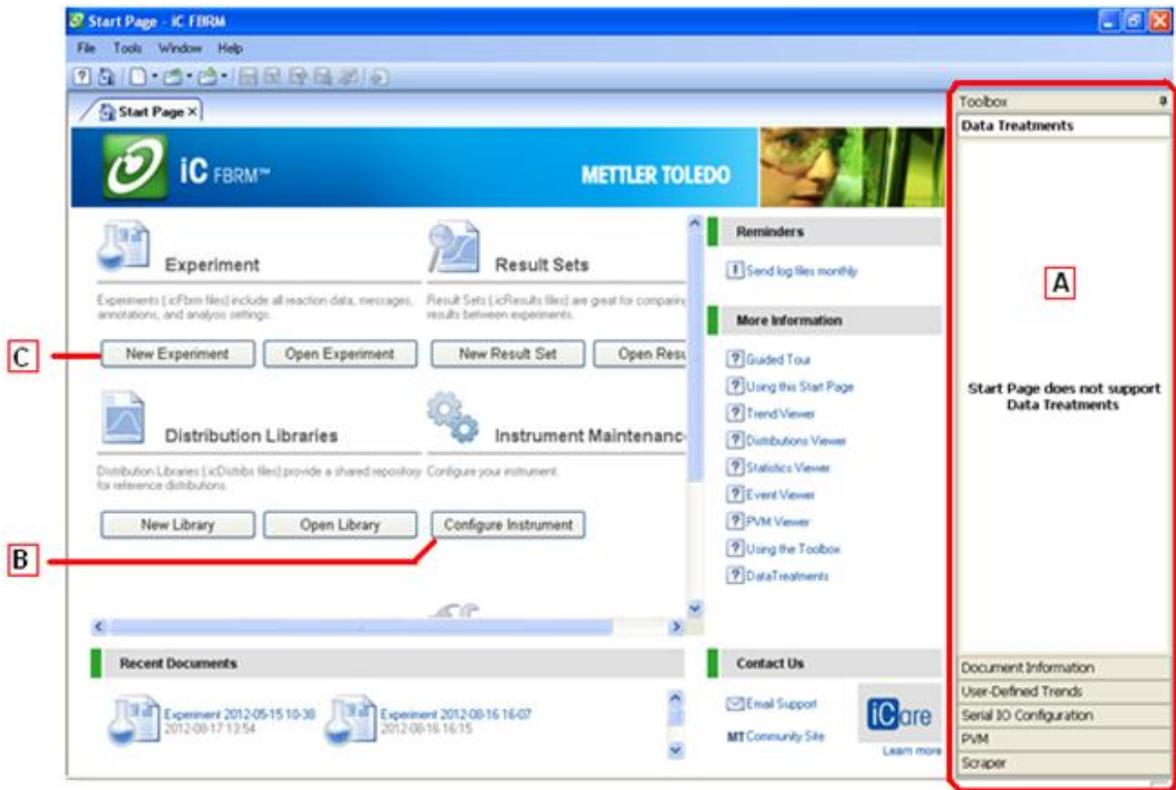
- Préparation de l'échantillon :
  - Homogénéiser l'échantillon à l'aide de la spatule et récolter 1 litre dans le bécher approprié.
  - Homogénéiser de nouveau et prélever 1 échantillon de 500 ml qui servira à déterminer la concentration de l'échantillon en MeS.
  - Homogénéiser le reste de l'échantillon et le verser dans le bécher du Lasentec pour commencer le test.

## 1.21 Démarrage de l'essai

Le Lasentec D600R mesure la longueur des cordes de particules dans une durée déterminée par l'opérateur. Les mesures sont traitées par le logiciel iC FBRM 4.1 pour avoir des résultats représentatifs. Toutes les informations sont sauvegardées dans un fichier en temps réel.

- Commencer par enlever le bouchon noir de protection qui couvre la pointe de la sonde (la fenêtre en saphir).
- Après avoir laissé la sonde se réchauffer pendant 30 min avant de commencer les mesures, mettre en marche l'ordinateur (ID: Lasentec, Mot de passe : admin-lasentec). Lancer le logiciel iC FBRM 4.1. L'interface du logiciel se compose d'une fenêtre principale et d'une boîte à outils (A) avec des volets de tâches multiples le long du côté droit (**Figure 103**).

<b>Date d'émission :</b>		<b>Émis par :</b>
01 juin 2012		Imen Bel Hadj
	<b>FBRM</b>	
<b>Codification :</b>		
SOP- FBRM		<b>Page 202 de 35</b>



**Figure 103: Page d'accueil iC FBRM 4.1**

- Cliquer « configure instrument » (B) dans la page d'accueil pour commencer la configuration de la sonde.
- La fenêtre de la configuration apparaît, choisir « COM3 », cliquer « suivant » pour passer à la configuration de la vitesse du scannage (**Figure 104**)

**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

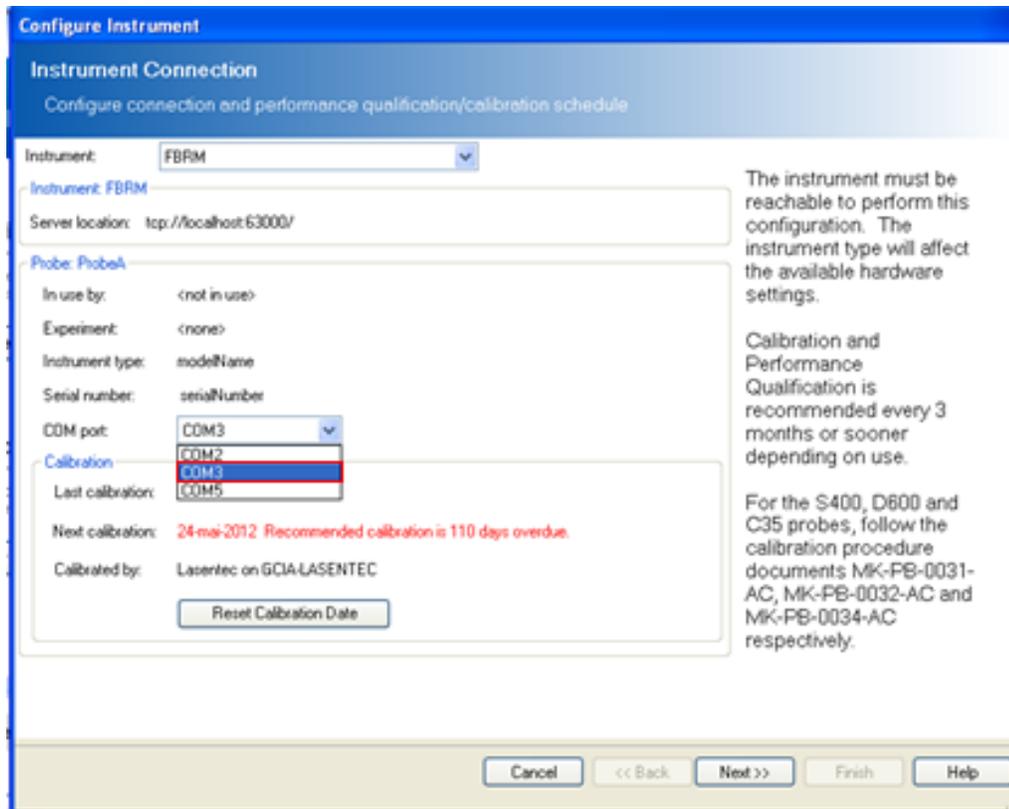
Imen Bel Hadj

**FBRM**

**Codification :**

SOP- FBRM

**Page 203 de 35**



**Figure 104: Choix du port de connexion**

- Choisir la vitesse de balayage qui devrait être la même que celle indiquée sur la plaque électronique de l'unité centrale (2 m/s dans le cas de l'eau usée), cliquer « suivant »
- Choisir le type de filtre électronique (« Fine » dans le cas de l'eau usée), cliquer « terminer »

Dès que vous cliquez sur « terminer » vous retournez à la page d'accueil de départ (**Figure 103**)

- Dans la page d'accueil cliquer « New Experiment » (C).

**Date d'émission :**  
01 juin 2012

**Émis par :**  
Imen Bel Hadj

**FBRM**

**Codification :**  
SOP- FBRM

**Page 204 de 35**

- Dans la page « New Experiment » donner un nom à l'expérience (le logiciel donne la date de l'expérience comme nom par défaut) et définir un dossier où l'enregistrer (Figure 105), cliquer « suivant »

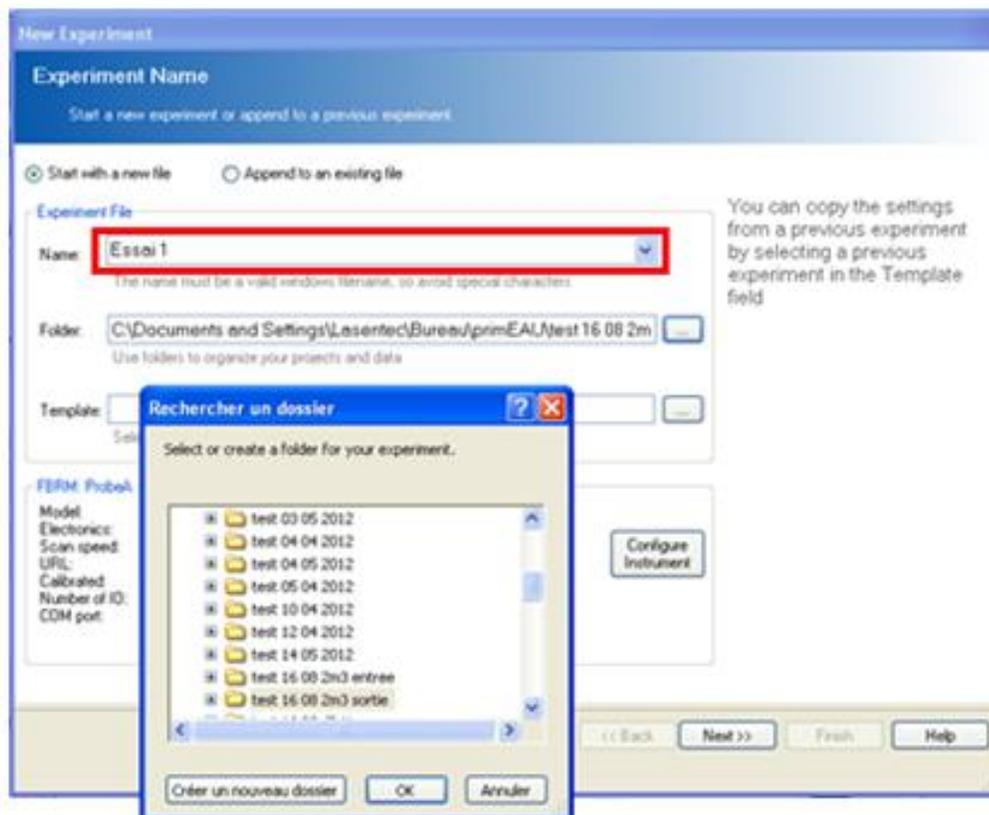


Figure 105: Enregistrement de l'expérience

**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

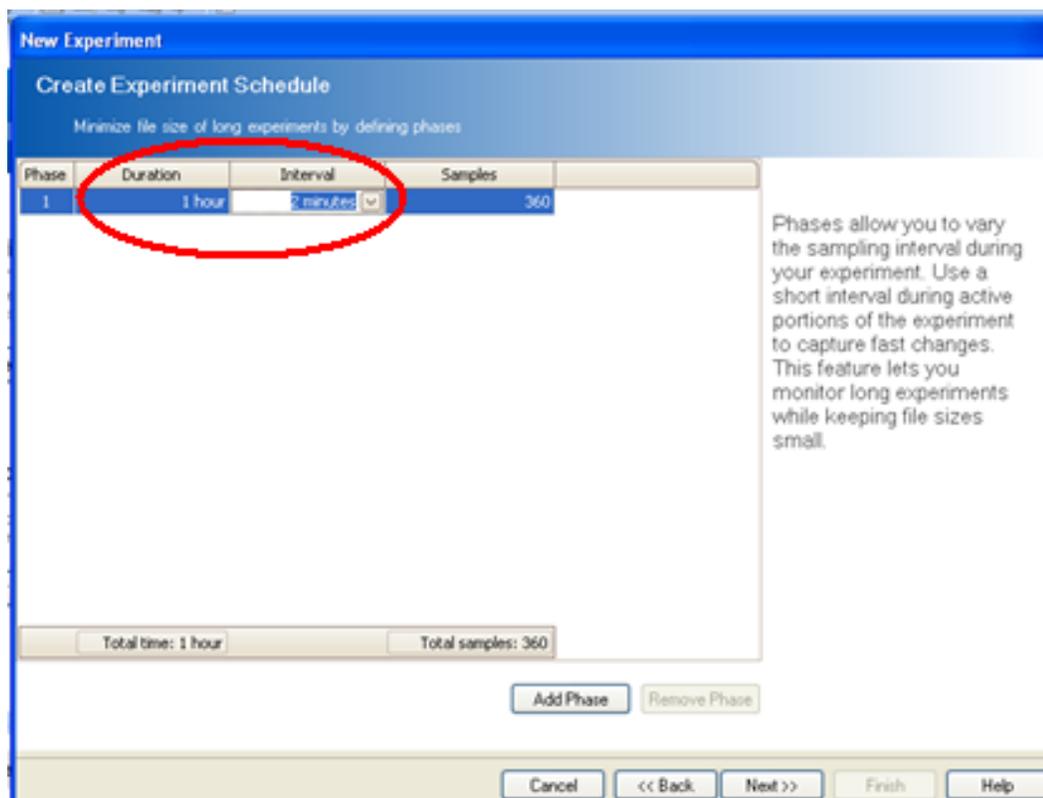
FBRM

**Codification :**

SOP- FBRM

Page 205 de 35

- Choisir la durée de l'essai (1 heure par exemple) et le pas de temps (2 min dans le cas de l'eau usée). Le nombre d'échantillons dans la troisième colonne du tableau est calculé automatiquement par le logiciel à partir de la durée d'expérience et le pas de temps déjà fixés (voir **Figure 106**). Cliquer « suivant ».



**Figure 106: Choix des paramètres temps de l'essai**

À ce niveau la sonde commence à scanner l'eau distillée avec laquelle on évalue sa propreté. La barre des couleurs indique l'état de propreté de la sonde, si la couleur est verte donc la sonde est propre et si la barre est rouge ça indique que la sonde est sale et nécessite encore du nettoyage (**Figure 107**). Dans le cas où la sonde est sale, arrêter l'hélice, enlever le béccher de l'eau distillée, nettoyer la sonde et refaire le test de propreté. Refaire le nettoyage autant de fois jusqu'à l'obtention de la barre verte.

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM	<b>Page</b> 206 de 35

**FBRM**

NB : Suite à un petit accident, la fenêtre en saphir de la sonde a été rayée, la rayure se traduit par un pic fixe comme montre la figure suivante (mais on peut avoir la barre verte même avec le pic).

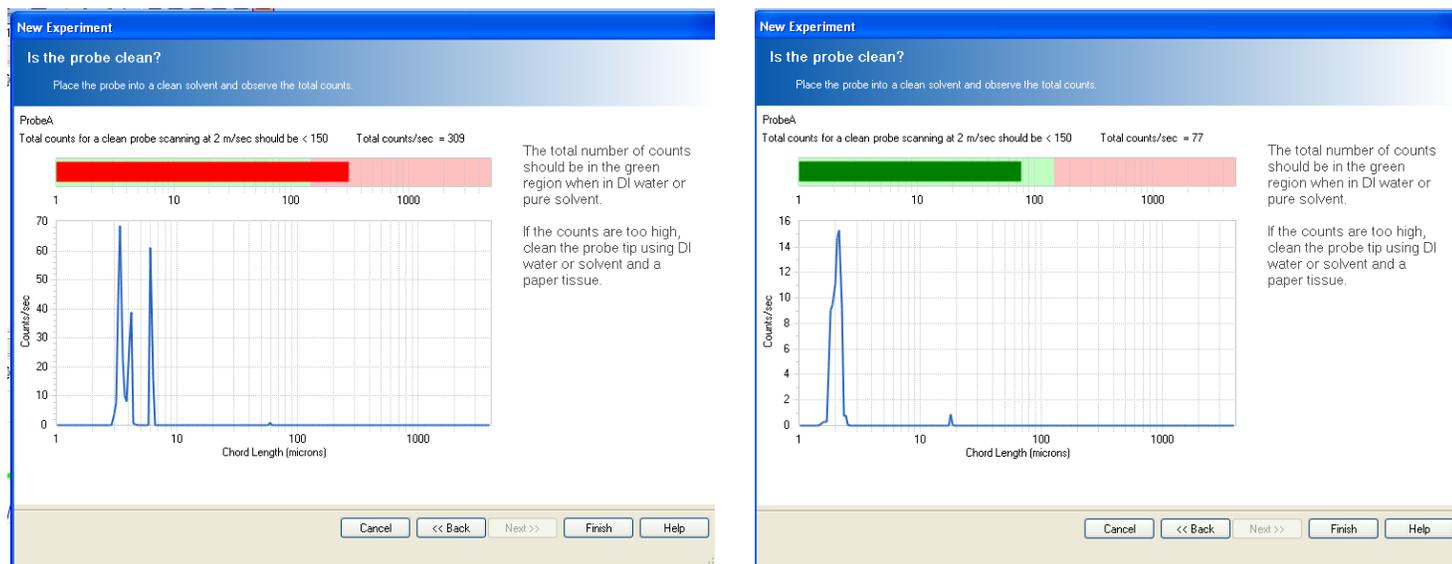


Figure 107: Propreté de la sonde

- Dès que vous aurez un nombre de particules inclus dans la barre verte, cliquer « terminer ».

Date d'émission :

01 juin 2012

Émis par :

Imen Bel Hadj

FBRM

Codification :

SOP- FBRM

Page 207 de 35

## 1.22 Acquisition des données

Dès que l'opérateur clique sur « Terminer » dans la fenêtre de « New Experiment », l'onglet de l'expérience affiche avec une barre d'outils qui permet d'observer l'état de l'expérience et la contrôler, l'en-tête de la barre d'outils est donné dans la figure suivante :

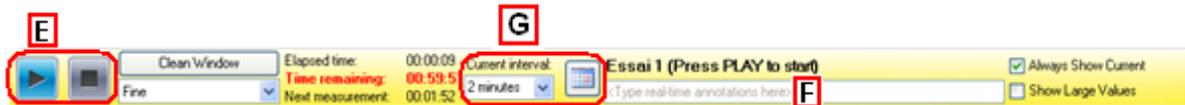


Figure 108: En-tête de l'onglet de l'expérience

L'exemple suivant est une expérience en mode pause, comme indique le fond jaune de la barre d'outils de l'expérience, la couleur du fond de la barre indique l'état de l'expérience; si elle est **Verte** = expérience en cours d'exécution, **Jaune** = expérience en pause (la sonde tourne et affiche la courbe mais sans enregistrement), **Rouge** = alarme.

Le bouton (E) permet de contrôler l'état de l'expérience, elle permet de lancer l'expérience (Play) la mettre en pause (Pause) ou l'arrêter (Stop). Le bouton (G) pour ajouter, supprimer ou éditer la plan de l'expérience (durée et pas de temps). Le bouton « Clean Window » permet de contrôler la propreté de la sonde à tout moment. Pour noter des remarques ou des notes relatives au processus, utiliser l'icône (F).

- À cet étape, arreter l'hélice et changer le bécher de l'eau déminéralisée par le bécher du Lasentec contenant l'échantillon à analyser
- Quand vous êtes prêt, appuyez sur « play » (E) dans la barre d'outils
- Sur la boîte de dialogue qui apparait, appuyer sur « discard » pour supprimer les données antérieures recueillies par la sonde lors du nettoyage.

## 7. Résultat

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM	<b>Page</b> 208 de 35

Les composants de la fenêtre de résultat (**Figure 109**) sont détaillés dans ce qui suit :

- « Trends » (A) affiche l'évolution de chaque gamme de tailles de particules en fonction du temps tout le long de l'expérience. Actuellement, il existe six gammes données par défaut par le logiciel mais il est possible de les changer selon les besoins de l'opérateur. Pour le cas de l'eau usée, on garde les gammes données par défaut. Dans l'onglet « Trends » il existe plusieurs icônes, deux pour changer le type d'affichage des résultats , icône pour ajouter les annotations au cours du test  et des icônes pour copier les résultats ou les imprimer .
- « Distributions » (B) affiche les courbes de distributions de la taille des particules. Une barre d'outils propre aux courbes de distributions est située au dessus du graphique des courbes dans l'onglet (B). Elle permet de choisir la forme de représentation du résultat; en (#/sec) , en (volume/sec) , en pourcentage (%)  ou en somme cumulative de volumes .
- « Statistics » (C) affiche les résultats statistiques (les données brutes) des courbes affichées en (A).
- La boîte d'outils (D) permet de changer plusieurs paramètres comme le nombre de gammes de particules mesurées en (A) ainsi les limites de chaque gamme, le type de filtre « Coarse » ou « fine »...

Dès que vous appuyez sur (Play), la sonde commence à scanner les particules de l'échantillon. Les courbes de la variation de nombres de particules en fonction du temps apparaissent les premières (A) (de la **Figure 109**).

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM	<b>Page</b> 209 de 35

FBRM

Au même temps, en (B) s'affiche le dernier résultat de mesures de taille des particules. La courbe de distribution de la taille des particules change chaque 2 mn (pas de temps) et pour la garder il faut l'enregistrer. Pour enregistrer la courbe, il faut :

- Aller sur les courbes en (A)
- Cliquer sur 
- Choisir l'instant « t » pour lequel vous voulez la courbe de distribution et cliquer dessus, la courbe apparait en (B) (plus de détails sur le passage des courbes (A) aux courbes (B) est donné dans l'annexe 1).

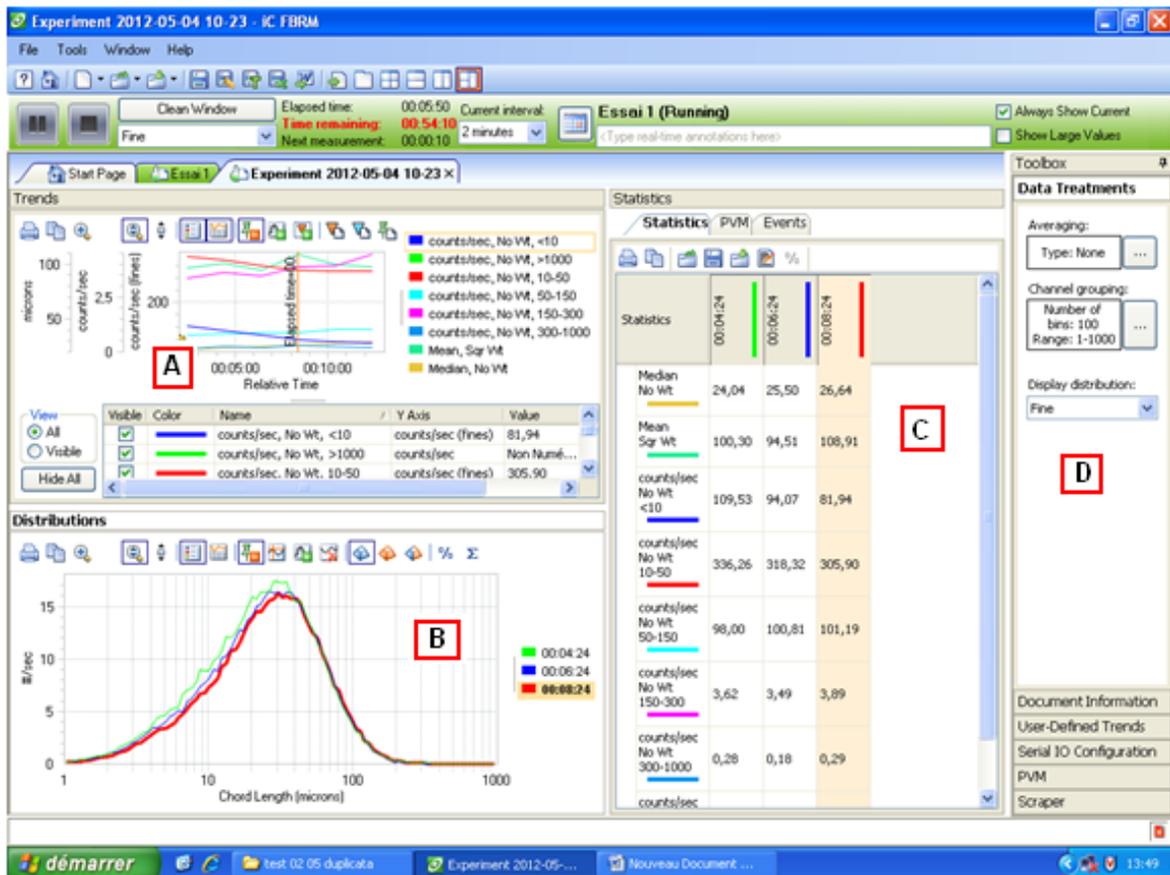


Figure 109: FBRM, fenêtre de résultat

Date d'émission :

01 juin 2012

Émis par :

Imen Bel Hadj

FBRM

Codification :

SOP- FBRM

Page 210 de 35

## 8. Collecte des résultats

Les résultats du test FBRM sont soit sous forme graphique « courbe », soit sous forme numérique « tableau Excel ». Ces résultats peuvent être exportés sous trois types de fichiers (\*.bmp ou \*.wmf ou text) en faisant « copier-coller ». Un bouton pour « copier » est situé en dessus de chaque onglet de fenêtre de résultats (**Figure 110**) permet de copier les résultats numériques et les coller dans un fichier Excel déjà créé à part. Suite à l'accident de la sonde, le pic de rayure apparaît dans la courbe de distribution de la taille des particules, pour faire la correction, il faut aller sur les résultats numériques dans le fichier Excel et enlever les valeurs correspondantes au pic.

Le logiciel iC FBRM 4.1 enregistre aussi les résultats de l'expérience en temps réel dans un fichier avec l'extension (\*.icFBRM). Cependant, les traitements de données, tels que les courbes de distributions, la moyenne (etc...), peuvent être recalculées à partir des données brutes. Le fichier avec l'extension (\*.icFBRM) permet de récupérer les résultats et les analyser à tout moment sans affecter les résultats originaux de l'expérience. Ce type de fichier est consultable seulement sur ordinateur avec logiciel icFBRM.

Le logiciel établit aussi un rapport de l'expérience sous forme Word ou XPS avec en-tête « Mettler Toledo », ce rapport est sous forme « lecture » seulement, il ne permet pas de traiter les données. Un exemple de ce rapport est donné dans l'annexe n°2.

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>FBRM</b>	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM		<b>Page 211 de 35</b>

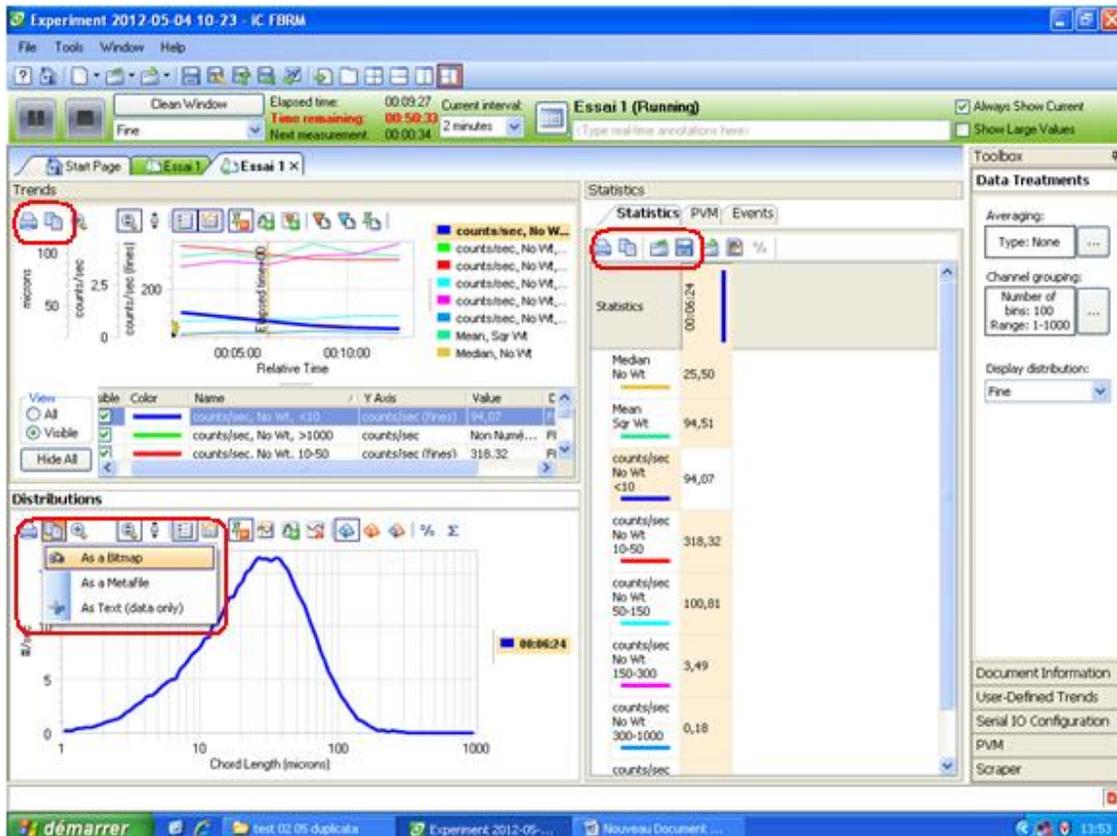


Figure 110: FBRM, exportation des résultats

À la fin de l'expérience :

- Cliquer sur « stop » pour « Ok ».
- Arrêter l'hélice et la nettoyer avec de l'eau distillée.
- Nettoyer la sonde avec l'eau distillée et remettre le bouchon de protection.
- Éteindre la sonde avec la clé en dessus de l'unité centrale.
- Fermer le robinet de l'air comprimé
- Purger l'air comprimé restant dans la conduite en appuyant sur la pointe métallique en dessous de régulateur de pression
- Éteindre l'ordinateur

**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

**FBRM**

**Codification :**

SOP- FBRM

**Page 212 de 35**

## 9. Calibrage

La sonde nécessite un calibrage une fois par an ou à chaque fois qu'on détache le tube en inox de l'unité centrale. Sur le bureau de l'ordinateur existe plusieurs courbes pour la solution PVC correspond chacune à une combinaison de paramètres de mesures (vitesse de balayage, vitesse de mixage et filtre), on trouve une courbe pour (« C », 2m/s et 400 rpm) une courbe pour (« F », 4m/s et 400rpm)...etc.

Pour faire le calibrage :

- On procède comme pour un simple test jusqu'à l'étape de mesure de propreté avec l'eau distillée.
- Une fois la sonde est propre, on enlève le béccher d'eau et on le remplace avec la solution PVC et on commence la mesure de cette solution.
- Pour afficher la courbe de distribution de particules de PVC, on fait de la même façon que pour les tests des eaux usées.
- Aller sur la courbe de distribution dans l'onglet « distributions », cliquer avec le bouton droite sur la courbe
- Cliquer sur « importer une courbe de distribution », choisir la courbe de calibrage convenable des courbes situées sur le bureau de l'ordinateur (la courbe qui corresponde à vos paramètres de calibrage)
- Cliquer sur « Ok », à cette étape le logiciel superpose la courbe de calibrage sur la courbe de mesure actuelle pour voir si sont identique ou non. Si les deux courbes ne sont pas superposables, cela signifie que la sonde nécessite un calibrage.

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>FBRM</b>	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM		<b>Page</b> 213 de 35

## 10. Remarques

- Parfois la sonde est très sale, pour la nettoyer on peut utiliser la brosse des dents et le dentifrice.
- S'il arrive une coupure du courant électrique en travaillant avec la sonde ou la fermeture de la fenêtre brusque du logiciel iC FBRM avant d'arrêter la sonde, l'opérateur sera incapable de la redémarrer et le message suivant apparaît « la sonde est en cours d'utilisation, veuillez l'arrêter avant de recommencer », pour résoudre le problème, il faut aller sur la page d'accueil (**Figure 103**), cliquer sur (B) et cliquer « suivant » dans toutes les boîtes de dialogues qui apparaissent après.
- Pour n'importe quelle question ou difficulté rencontrée avec la sonde, vous pouvez contacter le fournisseur sur l'adresse e-mail suivante : [eric.dycus@mt.com](mailto:eric.dycus@mt.com)

## 11. Référence

Barrett P. et Glennon B. (1999) In-line FBRM monitoring of particle size in dilute agitated suspensions. *Wat. Sci. & Tech.*, 16, 207-211.

Bel Hadj I. (2013) Caractérisation de la taille des particules et de leur vitesse de chutes en décantation primaire. Mémoire de M. Sc. en génie civil à l'Université Laval, Québec, Qc, Canada. 240p.

De Clercq B., Lant P. et Vanrolleghem P. (2004) Focused beam reflectance technique for in situ particle sizing in wastewater treatment settling tanks. *Chem. Tech. & bio.*, 79, 610-618.

Heath A., Fawell P., Bahri P. et Swift J. (2002) Estimating average particle size by focused beam reflectance measurement (FBRM). *Wat. Sci. & Tech.*, 19, 84- 95.

Hukkanen E. et Braatz R. (2003) Measurement of particle size distribution in suspension polymerization using in situ laser backscattering. *Sensors and actuators.*, 96, 45-459.

Kougoulos E., Jennings A-G. et Wood-Kaczmar M-W. (2005) Use of focused beam reflectance measurement (FBRM) and process video imaging (PVI) in a modified mixed

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>FBRM</b>	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM		<b>Page</b> 214 de 35

suspension mixed product removal (MSMPR) cooling crystallizer. *Crys. Grow*, 273, 529-534.

Manuel du matériel (Novembre 2007) qui se trouve dans le tiroir D 81 du laboratoire d'environnement (PLT 1970).

Le Help du logiciel iC FBRM 4.1

Des documents PDF du fournisseur « METTLER TOLEDO »

Le site web de l'utilisation du Lasentec : <http://www.mt.com/Lasentec>.

## 12. Annexes

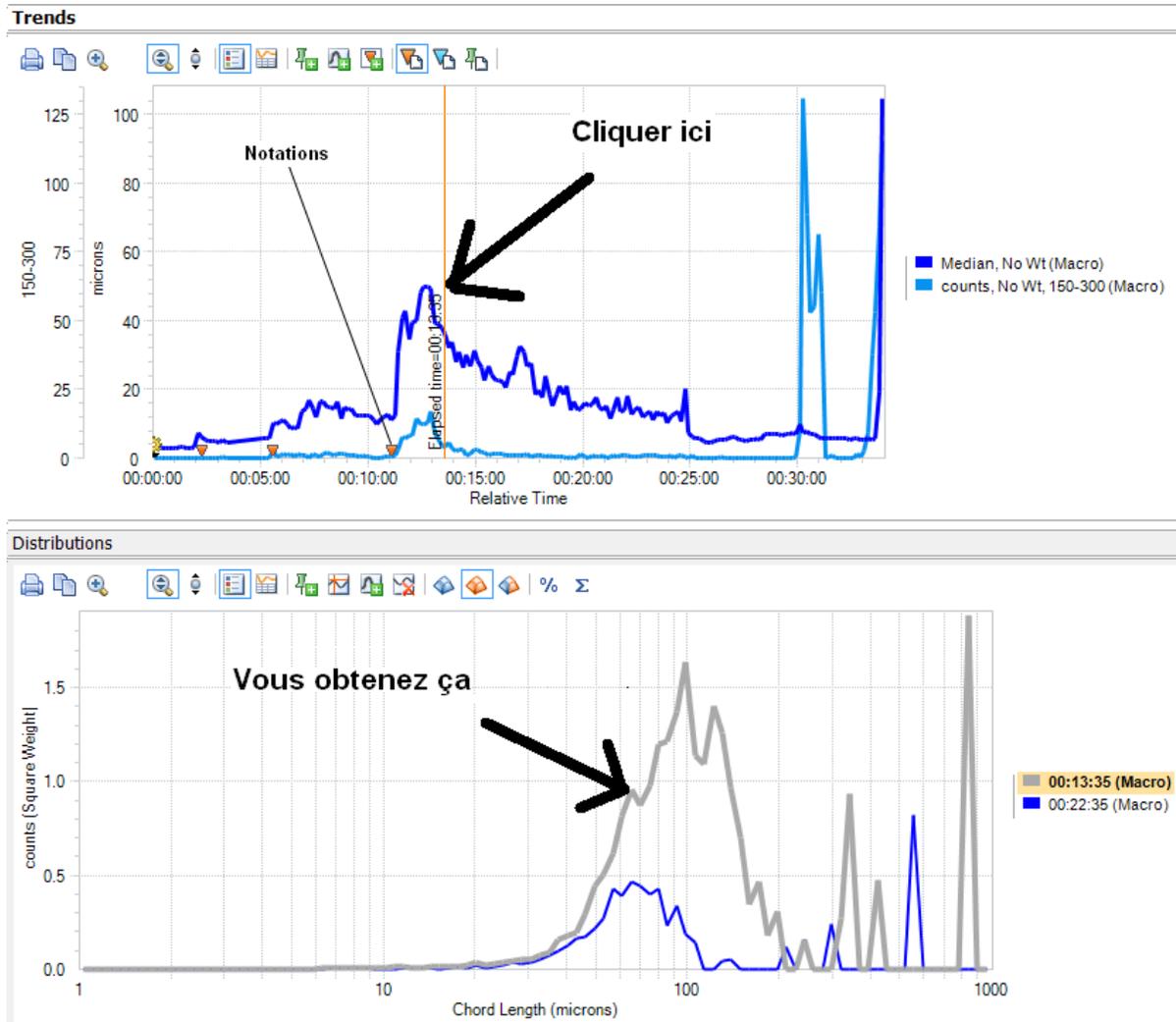
Annexe n°1 : La génération des courbes de distribution à partir des courbes de variation de nombres des particules en fonction du temps

Annexe n°2 : Exemple du rapport établi par le logiciel IC FBRM 4.1

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>FBRM</b>	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM		<b>Page 215 de 35</b>

## Annexe n°1 : La génération des courbes de distribution à partir des courbes de variation de nombres des particules en fonction du temps

Cliquez sur l'icône  dans l'onglet « trends », vous pouvez faire apparaître la courbe de distribution et l'enregistrer comme montre la figure suivante :



**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

FBRM

**Codification :**

SOP- FBRM

Page 216 de 35

## Annexe n°2 : Exemple de rapport établi par le logiciel iC FBRM 4.1

### 1. Document Information

**File Information:**

File:

Essai 1.icFbrm

Folder:

C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primeEAU\test 02 05 duplicata

Created:

2012-05-04 10:23:00

by: Lasentec

machine name: GCIA-LASENTEC.fsg.ulaval.ca

with: iC FBRM

Build: 4.1.969.0

Last Updated:

2012-09-11 13:59:38

by: Lasentec

machine name: GCIA-LASENTEC.fsg.ulaval.ca

with: iC FBRM

Build: 4.1.969.0

**Additional Information:****Experiment Information:**

Started:

2012-05-04 10:26:38

Completed:

2012-05-04 10:40:11

Samples Acquired: 6

Device: ProbeA

Hardware:

Scan speed: 2 m/s

URL: localhost

**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

**FBRM****Codification :**

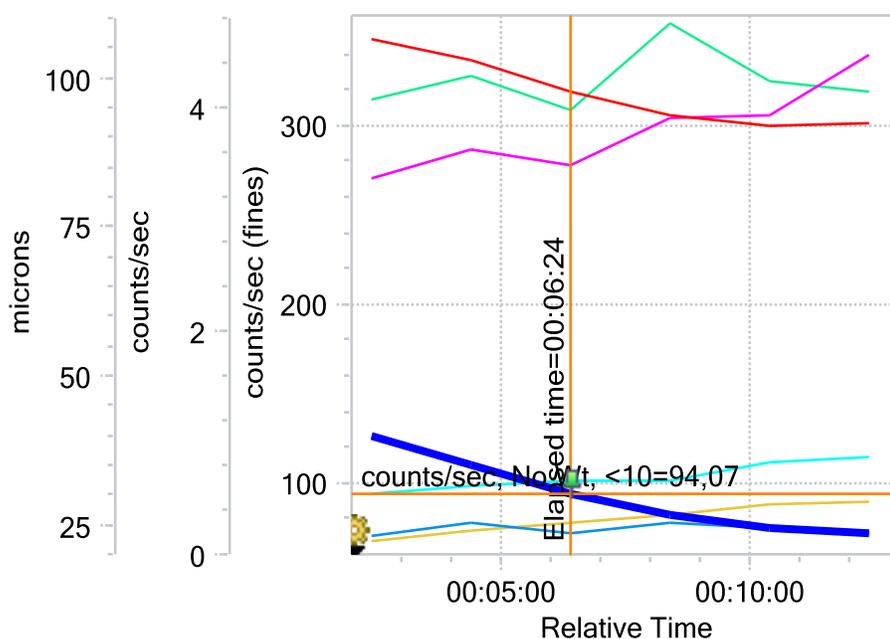
SOP- FBRM

**Page 217 de 35**

## 2. Legend

Visible	Color	Name	Y Axis	Value	Description
X		counts/sec, No Wt, <10	counts/sec (fines)	94,07	FBRM Statistic
X		counts/sec, No Wt, >1000	counts/sec	Non Numérique	FBRM Statistic
X		counts/sec, No Wt, 10-50	counts/sec (fines)	318,32	FBRM Statistic
X		counts/sec, No Wt, 50-150	counts/sec (fines)	100,81	FBRM Statistic
X		counts/sec, No Wt, 150-300	counts/sec	3,49	FBRM Statistic
X		counts/sec, No Wt, 300-1000	counts/sec	0,18	FBRM Statistic
X		Mean, Sqr Wt	microns	94,51	FBRM Statistic
X		Median, No Wt	microns	25,50	FBRM Statistic

## 3. Trends



## 4. Legend

Visible	Color	Name	Description
X		00:06:24	(Square Weight), 2 m/s, Fine, Interval: 00:02:00, Ave: None, Log 1-1000 um

**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

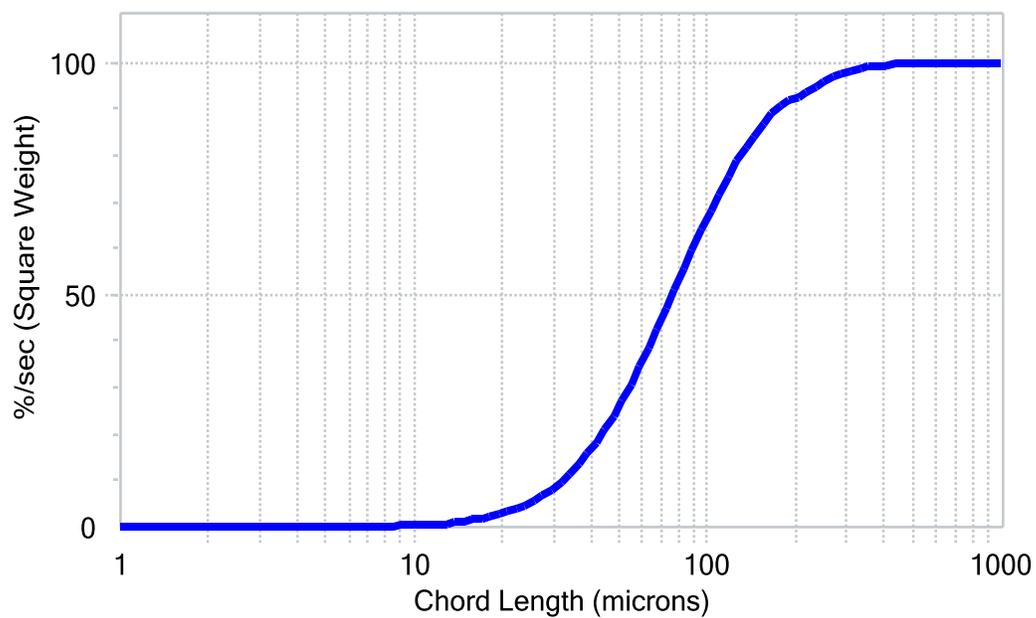
**FBRM**

**Codification :**

SOP- FBRM

**Page 218 de 35**

## 5. Distributions



**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

**FBRM**

**Codification :**

SOP- FBRM

**Page 219 de 35**

## 6. Statistics

<b>Statistics</b>	<b>00:06:24</b>
Median No Wt	25,50
Mean Sqr Wt	94,51
counts/sec No Wt <10	94,07
counts/sec No Wt 10-50	318,32
counts/sec No Wt 50-150	100,81
counts/sec No Wt 150-300	3,49
counts/sec No Wt 300-1000	0,18
counts/sec No Wt >1000	N/A

## 7. Events

Type	Date/Time	Description
Audit	10:23:56 2012-05-04	Created experiment Experiment 2012-05-04 10-23 in C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primEAU
Audit	10:26:17 2012-05-04	Opened by Lasentec
Audit	10:26:18 2012-05-04	Experiment AutoSaving
Equipment	10:26:19 2012-05-04	Instrument: ProbeA
Equipment	10:26:19 2012-05-04	Hardware: Model: modelName Serial #: serialNumber Electronics: Fine Calibrated: 2012-02-24 10:46:42 CVS installed: No Stuck particle deletion: OFF Number of IO: 4 COM port: COM3 Scan speed: 2 m/s Instrument: FBRM URL: localhost Software components: FBRMServer 4.1.969
Error	10:26:21 2012-05-04	Dropped communications to field unit
Audit	10:26:38 2012-05-04	Schedule = 8 hours @ 1 minute
Audit	10:26:38 2012-05-04	Estimated completion time: 18:26:38
Audit	10:26:38 2012-05-04	Experiment AutoSaving
Audit	10:26:43 2012-05-04	Experiment saving to C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primEAU\Experiment 2012-05-04 10-23.icFbrm
Audit	10:27:00 2012-05-04	User changed interval from 1 minute to 2 minutes
Audit	10:27:05 2012-05-04	Experiment saving to C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primEAU\Experiment 2012-05-04 10-23.icFbrm
Audit	10:28:20 2012-05-04	Phase 1 started: 8 hours @ 2 minutes
Sample	10:29:02 2012-05-04	Sample 1 acquired at 00:02:24 (161,5s)
Sample	10:31:02 2012-05-04	Sample 2 acquired at 00:04:24 (120,0s)
Audit	10:31:38 2012-05-04	Experiment AutoSaving
Sample	10:35:02 2012-05-04	Sample 4 acquired at 00:08:24 (120,3s)
Audit	10:36:39 2012-05-04	Experiment AutoSaving
Sample	10:37:02 2012-05-04	Sample 5 acquired at 00:10:24 (120,0s)
Sample	10:39:02 2012-05-04	Sample 6 acquired at 00:12:24 (120,1s)

**Date d'émission :**

01 juin 2012

**Émis par :**

Imen Bel Hadj

**FBRM**

**Codification :**

SOP- FBRM

**Page 220 de 35**

Audit	10:40:09 2012-05-04	Experiment saving to C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primEAU\Experiment 2012-05-04 10-23.icFbrm
Audit	10:40:11 2012-05-04	Experiment stopped by user request.
Audit	10:40:11 2012-05-04	Phase 1 complete: 8 hours @ 2 minutes
Audit	10:40:11 2012-05-04	Experiment saving to C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primEAU\Experiment 2012-05-04 10-23.icFbrm
Audit	10:40:20 2012-05-04	Experiment saving to C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primEAU\Experiment 2012-05-04 10-23.icFbrm
Audit	13:51:38 2012-09-11	Opened by Lasentec
Audit	13:51:43 2012-09-11	Experiment saving to C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primEAU\test 02 05 duplicata\Essai 1.icFbrm
Audit	13:51:49 2012-09-11	Experiment saving to C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primEAU\test 02 05 duplicata\Essai 1.icFbrm
Audit	13:54:07 2012-09-11	Experiment saving to C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primEAU\test 02 05 duplicata\Essai 1.icFbrm
Audit	13:54:40 2012-09-11	Experiment saving to C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primEAU\test 02 05 duplicata\Essai 1.icFbrm
Audit	13:58:29 2012-09-11	Statistics definitions saved as C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\ghy.icStats
Audit	13:59:37 2012-09-11	Experiment saving to C:\Documents and Settings\Lasentec\Bureau\primEAU\test 02 05 duplicata\Essai 1.icFbrm
Audit	14:00:56 2012-09-11	Annotation "ajout du coagulant" added at 10:33:02 on 2012-05-04.
Audit	14:01:44 2012-09-11	Annotation "ajout du coagulant" added at 10:33:02 on 2012-05-04.

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM	<b>Page 221 de 35</b>

FBRM

**Annexe N : Courbes de distribution de vitesse de chute  
des particules de l'affluent et de l'effluent de la ville de  
Québec**

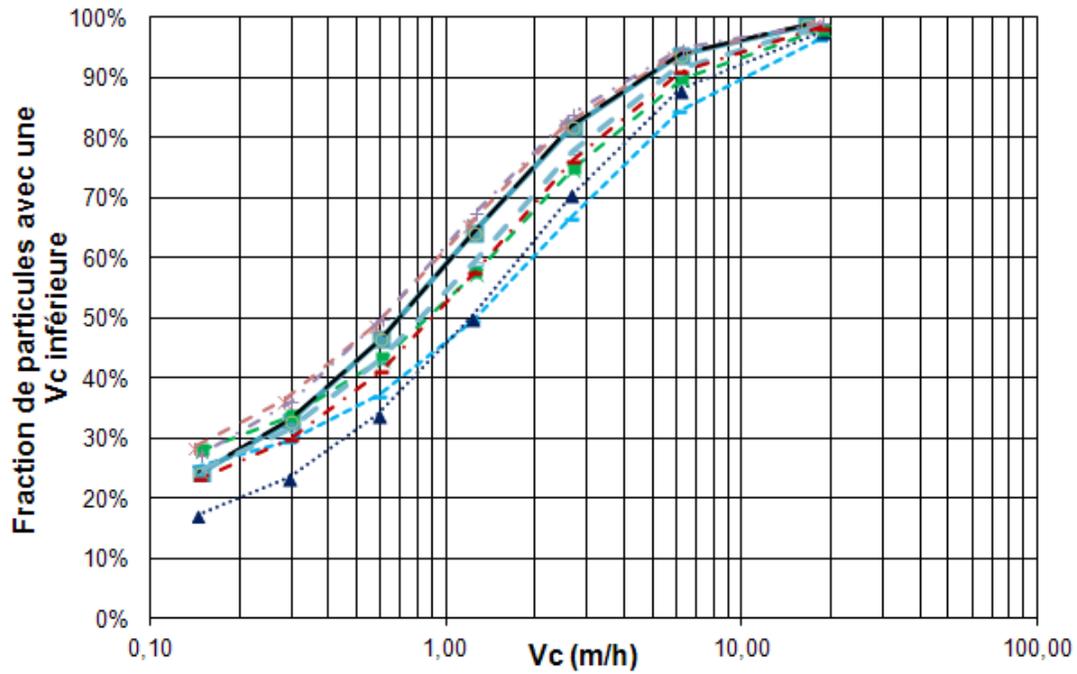


Figure 111: Distribution de vitesses de chute des particules de l'affluent de la ville de Québec (a)

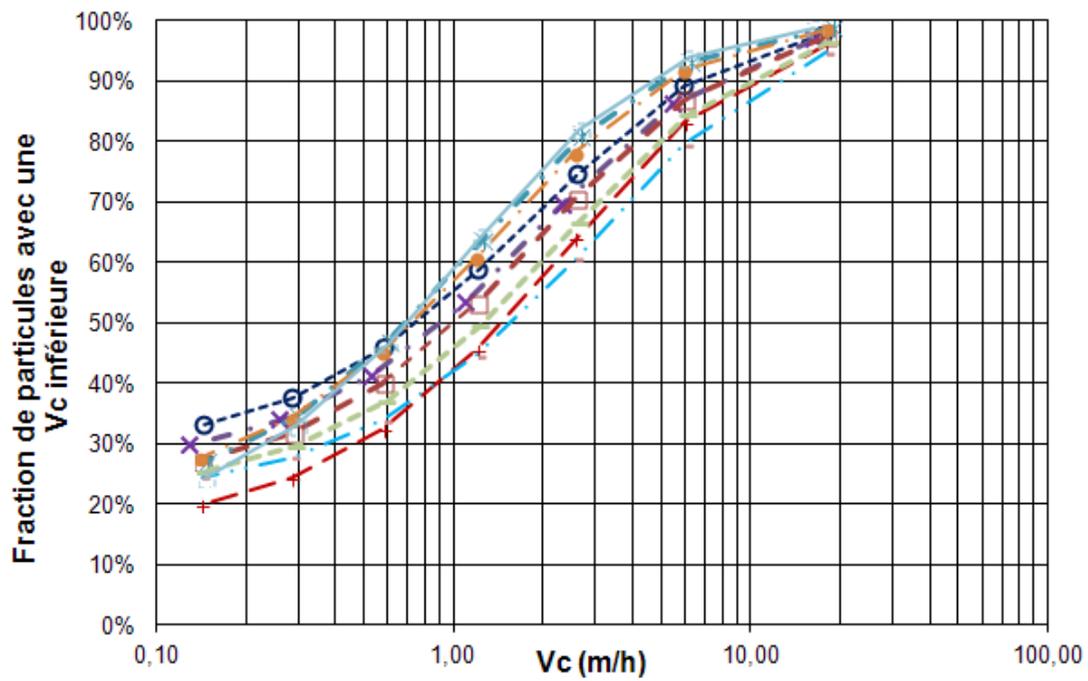


Figure 112: Distribution de vitesses de chute des particules de l'affluent de la ville de Québec (b)

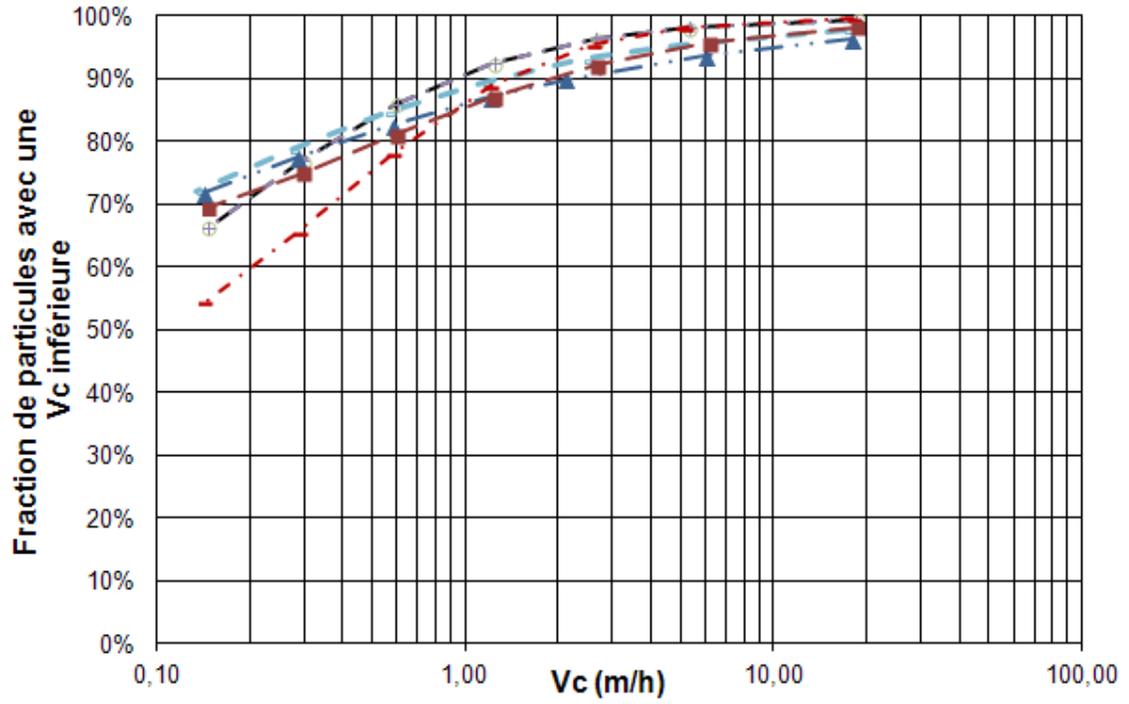


Figure 113 : Distribution de vitesses de chute des particules de l'effluent de la ville de Québec (b)

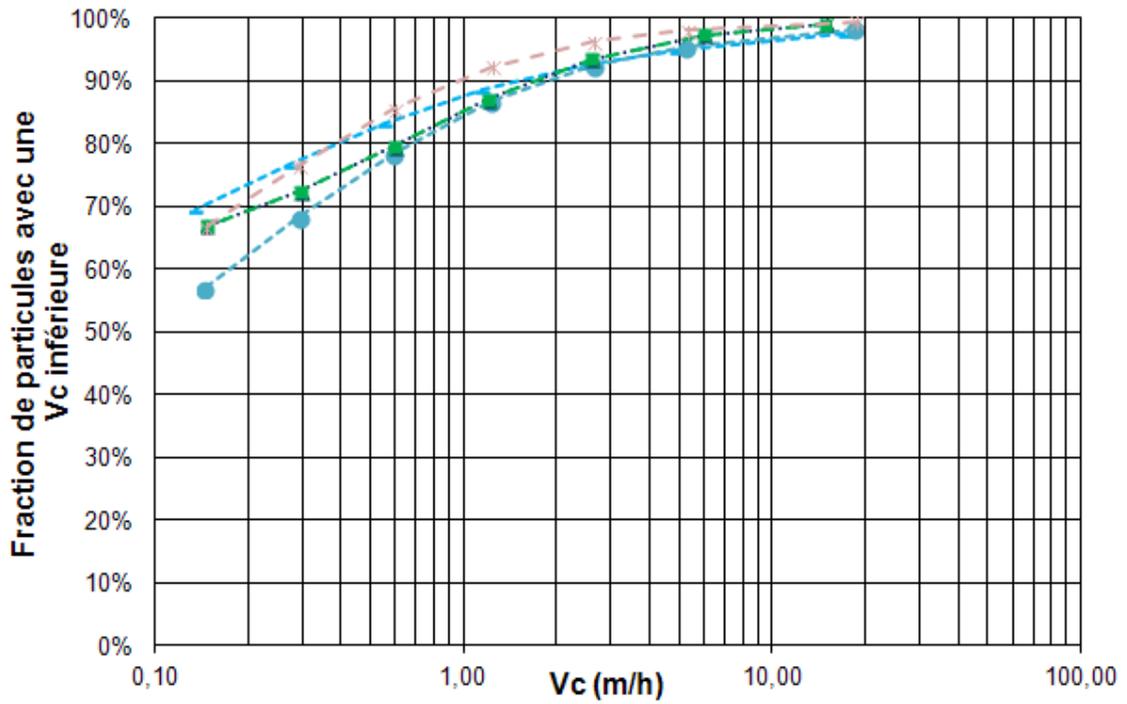


Figure 114: distribution de vitesses de chute des particules de l'effluent de la ville de Québec (b)

<b>Date d'émission :</b> 01 juin 2012	<b>FBRM</b>	<b>Émis par :</b> Imen Bel Hadj
<b>Codification :</b> SOP- FBRM		<b>Page 225 de 35</b>

**Annexe O : Comparaison de la vitesse de chute des MeS  
et des MVeS des eaux usées de Charny et Valcartier**

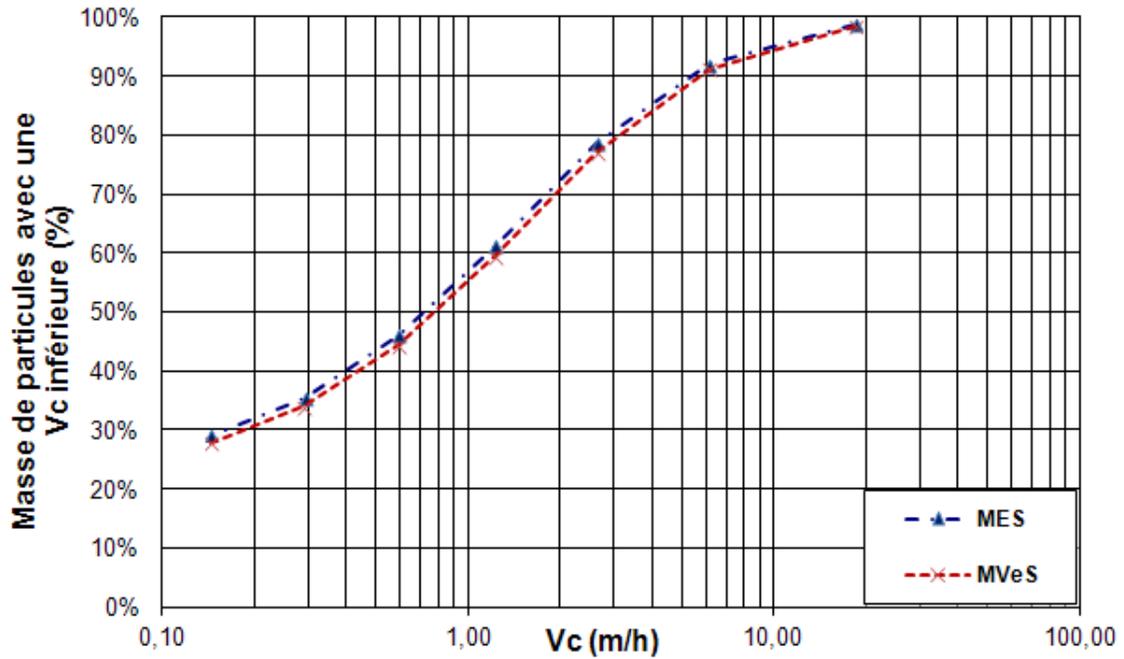


Figure 115 : Distribution de vitesses de chute des MeS et MVeS des particules de l'affluent de Charny (08/08/2012)

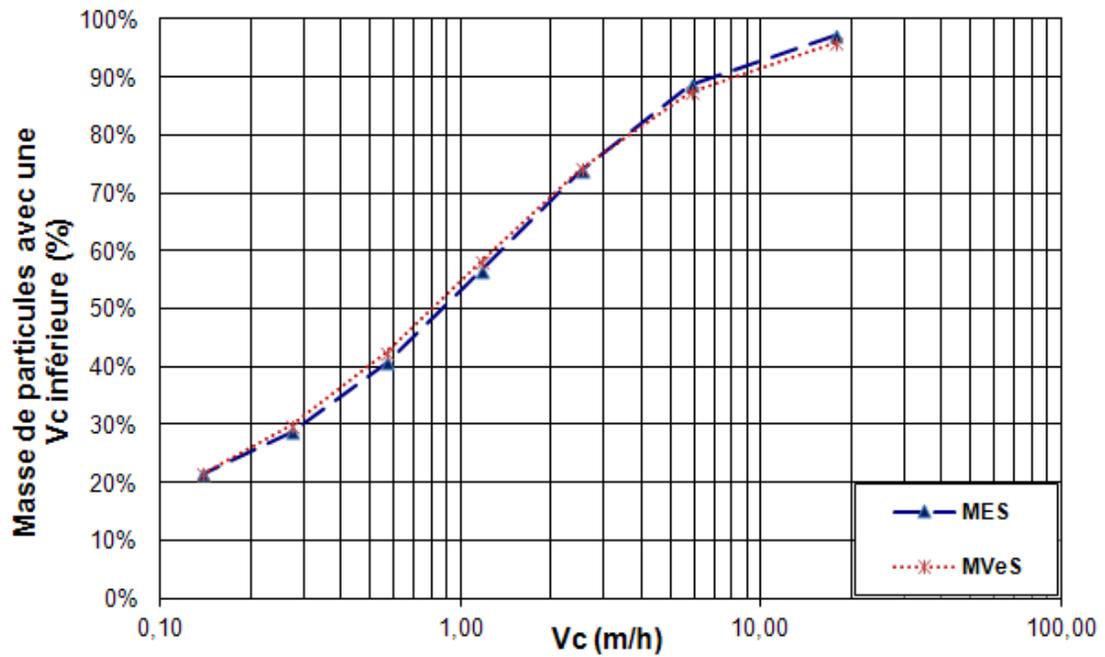


Figure 116: Distribution de vitesses de chute des MeS et MVeS des particules de l'affluent de Valcartier (03/07/2012)