



Département Génie Chimique-Génie des procédés  
142 Traverse Charles Susini  
13013 Marseille, France

Pavillon Adrien Pouliot  
Département Génie Civil- Génie des Eaux  
1065 Avenue de la Médecine  
G1V0A6, Québec, Canada

# Rapport de stage

Du 20 Février au 27 Avril 2012

Réalisé par **Nicolas DECOOL** dans le cadre de l'obtention du diplôme **DUT en Génie Chimique et Génie des Procédés** (2<sup>ème</sup> année)  
Soutenance effectuée le 24 Mai 2012

**Réalisation d'un bilan de masse sur un décanteur  
primaire par analyses de fractionnement**

**Projet primEAU**

Maître de stage à l'université Laval : Ludiwine CLOUZOT  
Tuteur à l'IUT de Marseille : Nicolas ROCHE

## Sommaire

<b>Résumé</b>	1
<b>Remerciements</b>	2
<b>Introduction</b>	3
<b>I. Présentations</b>	4
1. L'université Laval	4
2. Le groupe de recherche modelEAU	5
3. L'entreprise John Meunier	6
<b>II. Synthèse bibliographique</b>	7
1. La station d'épuration de la ville de Québec	7
a) Prétraitement	7
b) Décantation primaire	8
c) Traitement biologique et rejets	8
2. Le projet primEAU	9
3. Mon rôle dans primEAU	10
4. Conclusion	11
<b>III. Matériels et méthodes</b>	12
1. Matières en suspension	12
2. Demande chimique en oxygène	13
3. Demande biologique en oxygène	13
4. Quantification des sucres	15
5. Mesure de l'ammoniac et de l'azote total	16
6. Extraction des lipides	17
7. Bilan décanteur	18
<b>IV. Résultats et discussions</b>	19
1. Mise en place du protocole de DBO	19
a) Température d'incubation	19
b) Appareils BODTrak	21
c) Courbes DBO10	22
2. Etalonnage du protocole des sucres	24
3. Bilans du décanteur primaire	25
a) 1 <sup>er</sup> bilan	25
b) 2 <sup>ème</sup> bilan	26
c) 3 <sup>ème</sup> bilan	27
d) Conclusions sur les bilans	29
<b>Conclusion générale</b>	31
<b>Retour d'expérience personnel</b>	32
<b>Annexes</b>	33

## **Acronymes :**

STEP : Station d'épuration

MES : Matières en suspension

MVES : Matières volatiles en suspension

DCO : Demande chimique en oxygène

DBO : Demande biologique en oxygène

DUT : Diplôme universitaire de technologie

## Résumé

Dans le but d'obtenir mon DUT en génie chimique et génie des procédés, j'ai décidé d'effectuer mon stage du semestre 4 à Québec, au Canada, du 20 Février au 27 Avril 2012, au sein d'une unité de recherche de l'université Laval. Ce groupe est spécialisé dans la modélisation de la qualité des eaux : il se nomme modelEAU. Il est dirigé par le professeur Peter VANROLLEGHEM.

modelEAU est divisé en plusieurs projets de recherche. Dans le cadre de mon stage j'ai été affecté au projet primEAU. Il a pour objectif d'établir un modèle permettant d'optimiser le procédé de décantation primaire, et de le relier avec des modèles déjà existants. Par exemple celui des boues activées.

La tâche que l'on m'a confiée s'articule principalement autour du projet de l'étudiante en doctorat Giulia BACHIS. Elle consiste à effectuer une série d'analyses physico-chimiques en laboratoire, sur des échantillons prélevés directement sur le décanteur primaire (à savoir : l'entrée, la sortie et les boues) de la station d'épuration de Québec, puis d'effectuer un bilan sur ce dernier.

Les analyses auxquelles je vais procéder (MES, MVES, DCO, DBO, sucres, azote, ammoniac, lipides) se basent sur différents protocoles qui, pour la plupart, ont été établis par les précédents stagiaires du projet primEAU. J'aurai la possibilité d'apporter des améliorations pratiques aux protocoles existants. Les données qui découlent de ces analyses seront essentielles pour aider les modélisateurs dans leur travail, ainsi que pour l'avancée du projet primEAU.

## Abstract

In order to get my technical degree in Processes and chemical engineering, I decided to do my fourth semester' professional training at Québec, in Canada, from 20<sup>th</sup> February to 27<sup>th</sup> April 2012, in a research unit of the university Laval. This group is specialized in modeling waters quality: it is called *modelEAU*. It is directed by professor Peter VANROLLEGHEM.

*modelEAU* is divided in several research projects. Through my training, I have been assigned to the project *primEAU*. Its goal is to develop a model which could allow to optimize the primary decantation process, and to link it to other models that already exist. For example, the activated sludge one.

The task that I was given is mainly based on Giulia BACHIS' project. This task is to make a series of physical and chemical analyzes in a laboratory, with samples from the primary clarifier (that are: flow entrance, outflow, and sludge) of the treatment plant of Québec, and then to check results.

Analyzes that I will proceed to (TSS, VSS, COD, BOD, carbohydrates, nitrogen, ammonia, lipids) are based on different protocols, mostly established by previous trainees of the project *primEAU*. I will be able to bring practical improvement to those protocols. Data that are deducted from analyzes will be essential to help modellers in their work, and also for the progress of the project *primEAU*.

## Remerciements

Avant toute chose, je tiens à exprimer mes plus sincères remerciements à toutes les personnes que j'ai rencontrées qui m'ont permis de m'intégrer au sein du groupe de recherche modelEAU, et qui m'ont fait vivre une expérience si enrichissante et instructive lors de ce stage au Canada.

Tout d'abord, je tiens à remercier Peter VANROLLEGHEM, pour m'avoir accueilli au sein de son groupe de recherche.

Je remercie Ludiwine CLOUZOT (Post-doctorante), mon maître de stage, pour m'avoir permis de m'intégrer dans l'équipe, et sans qui je ne serai jamais allé en stage au Canada.

Je remercie également Giulia BACHIS (Etudiante en doctorat), pour la confiance qu'elle m'a accordée en me faisant prendre part à son projet, et pour avoir fait preuve d'une grande patience lors de mes premiers pas au sein du laboratoire de recherche.

Je remercie Michel BISPING (Responsable des laboratoires de recherche et d'enseignement) et Sylvie LEDUC (Professionnelle de recherche) pour avoir mis à ma disposition l'ensemble du matériel nécessaire à l'avancée de mes analyses, et pour leurs précieux conseils en ce qui concerne le travail en laboratoire. Je les remercie aussi pour m'avoir aidé lors de mes manipulations.

Je remercie Imen BEL HADJ (étudiante en doctorat) pour son aide en ce qui concerne les prélèvements à la STEP de Québec.

Je remercie Denis DUFOUR qui nous a fait visiter la STEP EST de Québec.

Je remercie Yvan WYART qui m'a permis de prendre connaissance de cette offre de stage, et d'entrer en contact avec Ludiwine CLOUZOT.

Je n'oublie pas non plus de remercier le service des relations internationales de l'université de Marseille qui m'ont permis ce séjour à l'étranger.

Enfin, je remercie l'ensemble du groupe de recherche modelEAU pour leur accueil.

## Introduction

Il y a quelques années, les eaux usées d'une municipalité étaient pour l'essentiel composées de matières facilement biodégradables. Les eaux pouvaient ainsi être rejetées sans traitement, directement dans l'environnement, sans risque de perturbation pour l'écosystème. Ces dernières décennies, les activités humaines ont entraîné une augmentation notable des besoins en eau (industrie, agriculture, eaux domestiques...). Nous utilisons des quantités de produits chimiques toujours plus importantes, notamment les produits ménagers, cosmétiques, médicaments, carburants... Nous les utilisons d'avantage qu'auparavant, et c'est pourquoi il a fallu mettre en place un système de traitement des eaux usées, car elles contiennent des matières difficiles à éliminer. Ceci est indispensable pour la sécurité de l'écosystème et de la santé publique, c'est même devenu le 1<sup>er</sup> enjeu de santé publique dans le monde. Le traitement des eaux implique une série de procédés chimiques et/ou biologiques, dont il s'est avéré intéressant d'effectuer la modélisation pour optimiser leurs performances, et réduire les coûts de fonctionnement.

Le groupe de recherche *modelEAU* a été créé dans le but de modéliser la qualité des eaux et les procédés de traitement. Dans ce contexte, le projet *primEAU* a lancé une vaste campagne expérimentale qui doit permettre de comprendre l'ensemble des phénomènes qui régissent la décantation primaire (hydrauliques, chimiques, biologiques, particulières...), et qui sont essentiels pour l'établissement du modèle. C'est également pour atteindre cet objectif que l'entreprise John Meunier (filiale de Veolia au Canada) a construit, et a mis à disposition un décanteur pilote de 5 m<sup>3</sup> pour *modelEAU*.

Dans un 1<sup>er</sup> temps je vais procéder à la présentation de l'université Laval, du groupe *modelEAU*, du projet *primEAU*, de la Station d'épuration de Québec, ainsi que des liens avec l'entreprise John Meunier. Ensuite je définirai clairement les objectifs de mon stage, et je présenterai les protocoles d'analyse que j'ai mis en application. Enfin je présenterai les résultats de mon travail et les discuterai. Je terminerai par une conclusion générale, suivi d'un point de vue plus personnel sur mon expérience lors de ce stage.

# I. Présentations

## I.1 L'université Laval

L'université Laval (Figure 1) fut la toute première université francophone à voir le jour sur le sol américain. En 1663, François de Montmorency-Laval fonde à Québec le 1<sup>er</sup> établissement d'enseignement de la nouvelle France : le séminaire de Québec. C'est près de 2 siècles plus tard, en 1852, que ce même établissement crée l'université Laval qui va devenir la source de tout l'enseignement supérieur en langue française en Amérique. A partir des années 60, elle est marquée par l'essor de la recherche ; avec 6000 étudiants à l'époque, elle en compte désormais près de 45000, dont plus de 4000 étrangers.

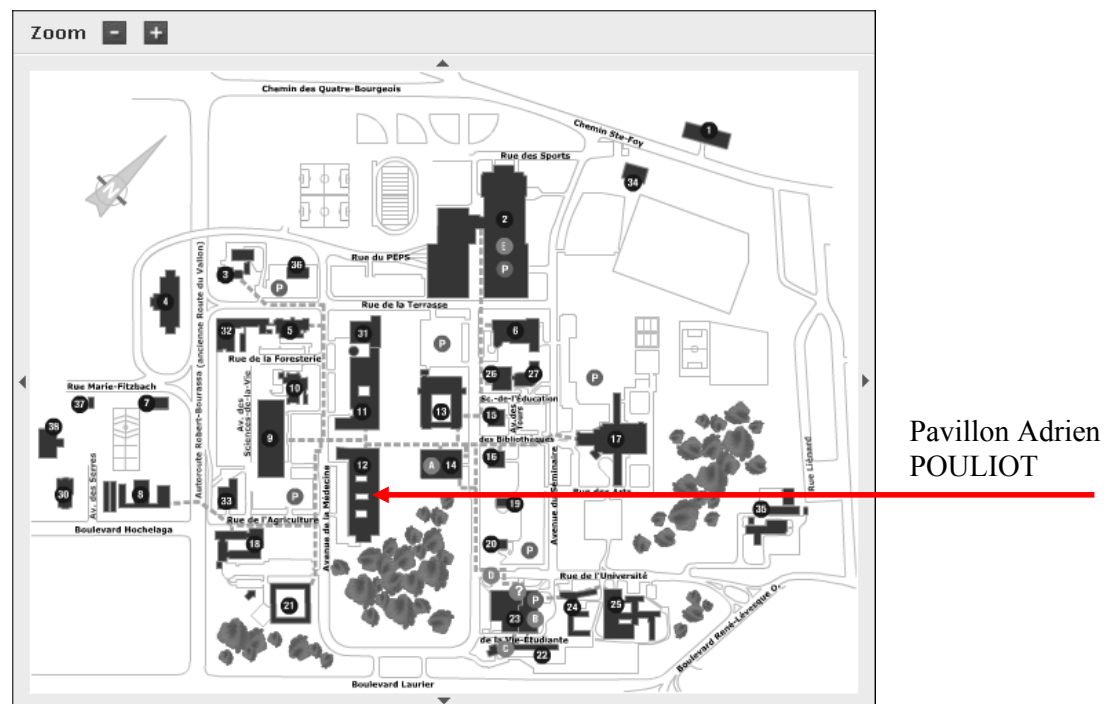


Figure 1 : Plan du campus universitaire

Elle propose 403 programmes d'étude, 607 partenariats d'échange avec les universités de 64 autres pays, et 5 millions de documents dans sa bibliothèque. Il existe 240000 diplômés de l'université Laval dans le monde (à raison de 8000 diplômés par an environ), elle dispose de 2500 professeurs chargés de cours, ainsi que de 200 associations étudiantes. On y trouve également 257 groupes de recherche, pour un budget de 280 millions de dollars. Elle est classée 7<sup>ème</sup> parmi les meilleures universités du Canada. L'université Laval comporte 30 pavillons reliés entre eux par un réseau de tunnels. Le complexe sportif de l'université Laval est l'un des plus imposants du pays (Figure 2), de plus les étudiants ont à leur disposition une impressionnante quantité de services.





Figure 2 : Le stade de l'université

En ce qui concerne la sécurité, j'ai moi-même été dans l'obligation de participer à la visite-sécurité du laboratoire, ainsi qu'à la présentation SIMDUT (Système d'Information sur les Matières Dangereuses Utilisées au Travail) avant d'être autorisé à effectuer des manipulations. Les règles du laboratoire sont strictes quant à l'hygiène et la récupération des déchets (toxiques, contaminés, etc...). Il existe d'ailleurs un service de sécurité, dont le rôle est entre autre la récupération des déchets de laboratoire, ou encore d'intervenir en cas d'incident.

## I.2 Le groupe de recherche modelEAU

modelEAU est un groupe de recherche créé par le professeur Peter VANROLLEGHEM en février 2005, et qui s'est développé grâce au financement de la chaire canadienne de recherche en modélisation de la qualité de l'eau. Ce groupe fait partie du département Génie civil et Génie des eaux de l'université (Figure 1, Pavillon Adrien POULIOT). Les thèmes de recherche de modelEAU concernent la qualité de l'eau, les procédés de traitement, et la création de modèles. Les chercheurs de modelEAU travaillent ainsi sur différents projets : primEAU pour améliorer la décantation primaire, aEAU pour la coagulation-floculation, micrEAU étudie les micropolluants... Au total ce ne sont pas moins de 17 projets mis sur pied depuis la création du groupe. modelEAU dispose aujourd'hui de nombreux partenaires en Amérique et en Europe, dont : la ville de Québec, l'entreprise John Meunier, Veolia, les universités de Montréal, de Marseille, et bien d'autres encore.

## I.5 L'entreprise John Meunier

**JOHN MEUNIER**



L'entreprise John Meunier est spécialisée dans le traitement de l'eau potable, des eaux de procédés, des eaux usées, et la gestion des eaux d'orage. Elle dessert les municipalités et les industries nord américaines depuis 1948. Elle est membre du groupe Veolia Water Solutions & technologies (VWS), qui œuvre dans 57 pays à travers le monde. L'entreprise dispose d'une vaste panoplie de technologies éprouvées et reconnues ainsi que d'un solide savoir-faire. Au Canada, John Meunier est l'un des principaux manufacturier d'équipement dédié au traitement des eaux. Dans le cadre du projet primEAU, John Meunier est un proche collaborateur de modelEAU. En effet l'entreprise a fourni le décanteur pilote (Figure 3) utilisé par le groupe de recherche. Il est branché en parallèle du décanteur primaire réel de la STEP de Québec.



*Figure 3 : Le décanteur pilote*

## II. Synthèse bibliographique

### II.1 La station d'épuration de la ville de Québec

La STEP de Québec (Annexe I) est en réalité composée de deux stations de traitement : une à l'Est, l'autre à l'Ouest. Leur construction fut achevée en 1992. Les deux sites sont parfaitement identiques à un détail près : la station ouest ne dispose pas d'épaississeur pour les boues, c'est pourquoi les boues des deux stations se retrouvent dans l'homogénéisateur de la station Est, puis sont envoyées vers un même procédé de traitement.

Ces deux stations traitent chaque jour en moyenne 400 000 m<sup>3</sup> d'eaux usées, à raison de 60% du débit pour la station Est, 40% pour celle de l'ouest. Elles retiennent 50 tonnes de matière provenant des eaux usées. Le réseau d'interception des eaux usées s'étend sur 3 022 km de canalisations. Le temps de séjour moyen de l'eau dans la STEP est de 45 minutes, ce qui est très rapide. Les eaux traitées sont ensuite rejetées par des diffuseurs dans le fleuve St-Laurent à 50m de profondeur. La capacité de traitement maximale de la STEP est de 28 200 m<sup>3</sup>/h, toutefois lors de précipitations importantes, le débit peut largement dépasser cette limite (jusqu'à 52 000 m<sup>3</sup>/h). C'est pourquoi 131 millions de dollars ont été investis dans la construction de bassins de rétention, réduisant sensiblement le risque de débordements. La répartition de la charge entre les bassins des différents secteurs de la ville, est gérée en continu par un logiciel qui permet d'anticiper les risques liés aux fortes précipitations. Cette approche dynamique a permis de diminuer fortement le volume des bassins et a diminué le coût d'investissement. En 2006, le coût de traitement s'élevait à 0.56\$/m<sup>3</sup> (toutes charges comprises : entretien installation, coût de fonctionnement, amortissement, personnel...).

#### 1) Prétraitement

Tout commence par le prétraitement, qui consiste en un dégrillage qui va permettre de retirer les objets les plus grossiers (papier, plastique, gravier...), puis viennent ensuite le dessablage-déshuilage qui va décanter les sables et transformer les huiles en écume grâce à une injection d'air latérale (huiles retenues en surface, sables au fond du bassin). Les huiles sont ainsi épaissies puis envoyées vers l'incinération. Les sables sont raclés puis enfouis au site de Ste-Tite des Caps.

#### 2) Décantation primaire

Vient ensuite la décantation primaire (7 décanteurs dans chaque station, d'environ 5m de profondeur) qui va permettre de sédimenter la majorité des matières solides en suspension sous forme de boues qui vont être soutirées (Figure 4). Les décanteurs sont équipés de plaques lamellaires et fonctionnent à contre courant : écoulement du bas vers le haut. Les matières décantables retenues par les lamelles tombent au fond et sont raclées, puis pompées vers l'épaississeur. Les eaux de sortie du décanteur sont pompées vers les biofiltres par deux vis d'Archimède de 3m de diamètre, tournant à 25 tr/min. Ce système de pompage est très intéressant à long terme sur le plan énergétique car il permet de régler exactement le débit à traiter. Cependant un tel procédé nécessite un coût d'investissement élevé dû à la complexité technique de ce genre d'installation.

Le temps de séjour moyen dans le décanteur primaire se situe entre 10 et 20 minutes. C'est également le temps qui s'écoule entre les prélèvements de l'affluent et de l'effluent. Les boues quant à elles ne sont pas pompées en continu. L'opération s'effectue successivement sur les 7 décanteurs en discontinu. Les décanteurs sont munis de lamelles pour stopper plus de matières décantables, d'un racleur qui pousse les boues dans la fosse, et d'un récupérateur d'écume en surface (pour les matières de faible densité). Les décanteurs ont pour rôle d'éliminer un maximum de MES avant le passage en traitement secondaire. Actuellement le décanteur stoppe 60% des MES

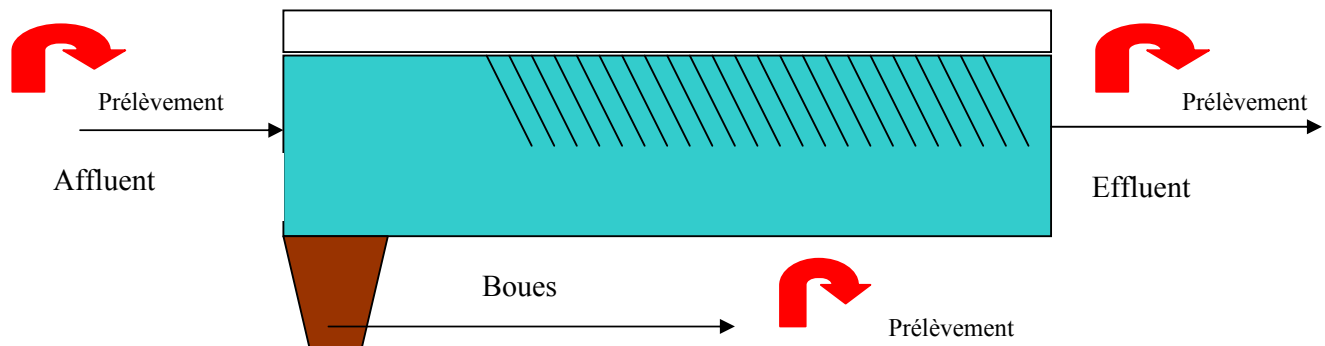


Figure 4 : Schéma décanteur primaire

### 3) Traitement biologique et rejets

Le dernier procédé d'assainissement est biologique. Le traitement par biofiltres consiste en un lit de schiste argileux expansé de 1,6 m d'épaisseur, qui sert à la fois de filtre mécanique pour les grosses particules, et de milieu de développement pour les micro-organismes qui consomment les matières organiques dissoutes dans l'eau. L'utilisation de ce système vivant permet d'éviter l'ajout de produits chimiques lors du traitement. Un rétro lavage est effectué toutes les 48h pour éviter le colmatage. Ce rétro lavage génère des boues qui sont récupérées lors du passage des eaux de lavage dans le décanteur secondaire. Les eaux sortant du biofiltre sont débarrassées de 91% des MES, et de 84% de la pollution organique dissoute. Elles peuvent alors être rejetées dans l'environnement. Lors des périodes d'activité aquatique dans le fleuve (de Juin à Septembre), des rayons UV sont utilisés pour désinfecter l'eau (élimine 99.5% des coliformes fécaux). L'ensemble des boues récupérées au cours du traitement sont envoyées à la station Est pour y être épaissies dans un bassin à fond conique (de 1% de matière solide à 5%). Elles sont déshydratées à 28%, puis séchées à 95% par des gaz chauds, et enfin incinérées.

## II.2 Le projet primEAU

C'est l'un des nombreux projets de recherche du groupe modelEAU, et c'est celui auquel j'ai été affecté lors de mon arrivée en stage.

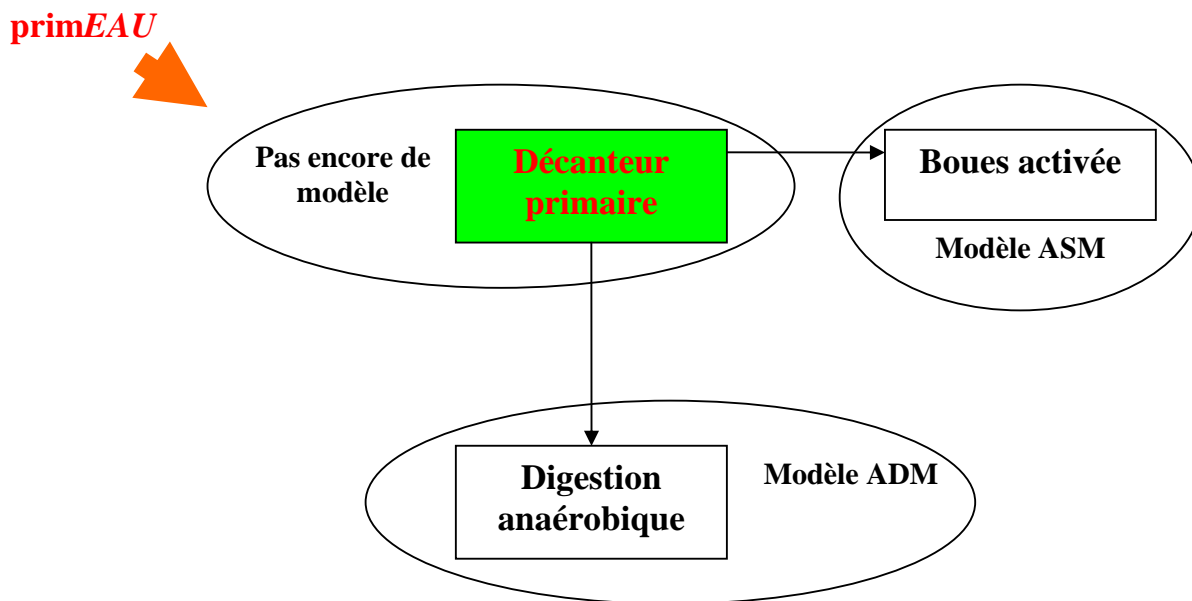


Figure 5 : Objectif de primEAU

primEAU consiste à établir un modèle destiné à améliorer la décantation primaire, et à faire en sorte que ce modèle puisse être relié aux autres déjà existant. Il s'agit notamment les modèles ADM et ASM. Ces derniers sont respectivement les modèles de la digestion anaérobie (Anaerobic Digester Model) et du traitement par boues activées (Activated Sludge Model). Ce sont les plus couramment utilisés en traitement des eaux. La performance du procédé de décantation primaire influe directement, et de façon notoire sur les procédés en amont et en aval. C'est pourquoi il faut étudier en détail les phénomènes hydrauliques, chimiques, et biologiques qui pourraient influencer sur les particules et leur vitesse de décantation. A terme cela devrait permettre de réduire la charge en traitement secondaire, et d'envoyer un maximum de matière organique vers le digesteur anaérobie. Ce dernier pouvant produire de l'énergie grâce aux biogaz.

La responsabilité de ce projet a été confiée à Ludiwine CLOUZOT. Il est actuellement principalement mené par Imen BEL HADJ et Giulia BACHIS. C'est avec cette dernière que je vais collaborer lors de mes analyses. primEAU est financé par l'entreprise John Meunier qui a fourni un décanteur pilote de 5 m<sup>3</sup> pour aider le groupe à atteindre ses objectifs. Lors de mon stage, j'ai constaté qu'il existait une grande diversité au sein du projet primEAU, surtout en ce qui concerne les analyses effectuées. Certaines personnes effectuaient des analyses par titrage acide-base, d'autres des analyses de respirométrie bactérienne, de la granulométrie « Lasentec », de la coagulation-floculation... Ce qui en a fait une expérience encore plus

enrichissante, surtout lors de la mise en commun de notre travail personnel, lors des réunions hebdomadaires.

### II.3 Mon rôle dans primEAU

Lors de la première réunion du projet primEAU à laquelle j'ai participé (réunion hebdomadaire), on m'a présenté les deux postes qui étaient vacants à ce moment là. A savoir : la réalisation d'un protocole de respirométrie bactérienne, et la mise en pratique des protocoles de fractionnement sur le décanteur primaire. J'ai choisi le second car il correspondait avec ce que j'attendais de mon stage : mettre en place des analyses dont les résultats seraient directement exploitables pour le projet. De plus c'est un poste qui permet de toucher à un large éventail de protocoles (Figure 6).

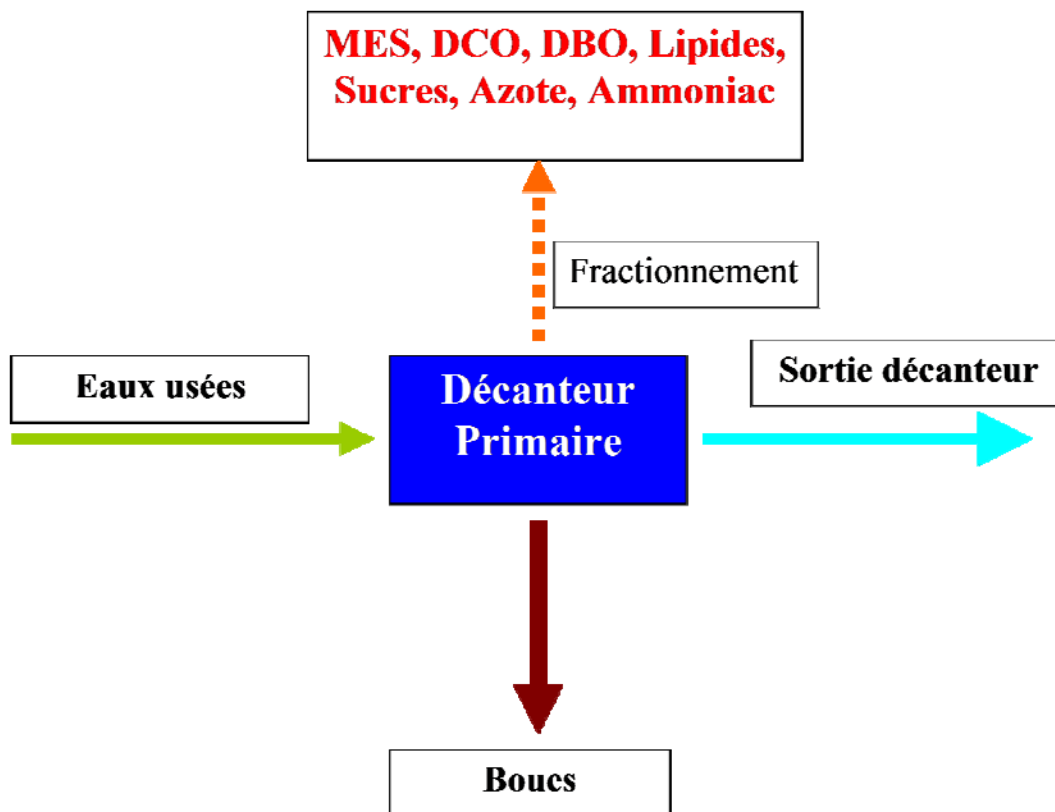


Figure 6 : Schéma résumé de mon projet au sein de primEAU

Une opération de fractionnement est un procédé qui permet la séparation d'un mélange en plusieurs fractions successives d'espèces aux propriétés différentes. Le fractionnement est le fondement de mon stage car il va me permettre de visualiser en temps réel la composition, et donc la qualité de l'affluent, de l'effluent, et des boues du décanteur primaire. Ces données sont vitales si l'on souhaite faire progresser le projet primEAU. Les données récupérées lors de mes analyses seront présentées aux industriels. La suite du projet consiste à reproduire ces bilans sur le pilote en faisant varier les conditions de fonctionnement afin que Giulia BACHIS établisse les variables du modèle. Le bilan commence par un relevé des débits volumiques globaux du décanteur (entrée, sortie, boues) fourni par Denis DUFOUR à la STEP. Puis un bilan partiel est effectué sur chaque espèce fractionnée grâce aux concentrations déterminées en laboratoire. On obtient les débits massiques partiels sur les trois points de mesure, et on peut ensuite calculer un écart relatif :

$$\frac{\text{Entrée} - (\text{Sortie} + \text{Boues})}{\text{Entrée}}$$

Les procédés de fractionnement que je vais utiliser exploitent les différences entre propriétés physiques et chimiques des différentes espèces (volatilité, solubilité, affinité chimique, dosage acide-base, spectrophotométrie...). Dans la mesure du possible les mesures se feront en triplicatas pour repérer les valeurs aberrantes dues aux erreurs de manipulations.

## II.4 Conclusion

Mon rôle est donc d'effectuer un ensemble de mesures physico-chimiques sur des échantillons provenant de l'affluent, de l'effluent, et des boues du décanteur primaire de la STEP (décanteur réel car le pilote souffrait de problèmes techniques à mon arrivée). Les données recueillies sont exploitées afin de pouvoir effectuer un bilan sur l'ensemble du décanteur. Le bilan est répété plusieurs fois, à différentes heures de la journée.

Dans cette optique j'ai dû, durant la première moitié de mon stage, me familiariser assez vite avec les protocoles de MES, MVES, DBO, DCO, sucres, extraction Soxhlet, etc.... J'ai également été chargé de vérifier le bon fonctionnement de certains appareils du laboratoire n'ayant pas fonctionné depuis longtemps. J'ai aussi apporté des améliorations pratiques aux protocoles déjà existants. Les résultats de mes travaux ont ensuite été présentés aux industriels de Veolia. Si les méthodes d'analyses utilisées sur le décanteur réel s'avèrent concluantes (bilans bouclés), les protocoles seront mis en place sur le pilote. Ce qui devrait permettre de réaliser les bilans dans des conditions de fonctionnement très variées (facilement réglable sur une installation pilote), et ainsi établir les variables du modèle.

### III. Matériels et méthodes

La description des protocoles ne peut remplacer les détails d'un protocole expérimental. Ces derniers sont donc fournis en annexes II, III, et IV.

#### III.1 Matières en suspension

La mesure des matières en suspension ou MES se fait par la filtration de l'échantillon par un appareil de type Büchner (Figure 7).



*A gauche, figure 7 : banc de filtration Büchner*



*A droite, figure 8 : Etuve à 105°C*

Il faut pour cela préparer 1 jour à l'avance des filtres de 45 mm de diamètre, et de diamètre de pores 1,3  $\mu\text{m}$ . Ils doivent être passés au Büchner avec de l'eau distillée puis placés à l'étuve (105°C) durant 2h (Figure 8), et entreposés au dessiccateur. Les filtres sont ensuite pesés, puis utilisés avec les échantillons. La difficulté consiste à verser un volume conséquent sans saturer le filtre, en particulier lorsqu'on utilise l'entrée et les boues (une dilution s'impose alors). Il faut noter précisément le volume versé et placer les filtres à nouveau à l'étuve puis au dessiccateur. C'est la différence de masse avant et après la filtration (rapportée au volume filtré qui donne la valeur de la MES.

On peut également calculer la valeur des matières volatiles en suspension en plaçant les filtres au four à 550°C (calcinateur) pendant 2h (Figure 9), on pèse à nouveau, et la différence rapportée au volume donne la valeur des MVES. La balance utilisée pour les pesées est précise à 0.0001g (Figure 10).



*A gauche, figure 9 : Calcinateur 550°C*

*A droite, figure 10 : Balance à 0.0001g près*





La MES renseigne sur la charge des eaux, et permet de calculer le rapport MES/DCO. Elle permet de connaître la quantité de matières solides qui peut être retenue dans le décanteur.

### III.2 Demande chimique en oxygène

La demande chimique en oxygène ou DCO, représente la concentration nécessaire en O<sub>2</sub> pour oxyder la totalité de la matière organique présente dans un échantillon. Il est important de connaître sa valeur, d'une part parce qu'elle apporte des renseignements sur la qualité et la composition d'une eau (notamment au travers du rapport entre la DCO et la MES). Elle permet de connaître la gamme de mesure d'un autre protocole : la demande biologique en oxygène que j'aborderai plus tard dans le rapport.

La mesure de la DCO est très simple car il suffit d'utiliser des tubes contenant déjà les réactifs nécessaires : on verse 2ml de l'échantillon à analyser, on chauffe le tube durant 2h à 150°C (Figure 11), et on le place 1h à l'obscurité. La lecture de la DCO se fait par spectrophotométrie UV (Figure 13). Les tubes utilisés sont vendus en kits par la société *Hach* (Figure 12).

Pour des échantillons très concentrés il faut procéder à une dilution (25 fois pour les boues du décanteur).



Figure 11 : chauffe tube à 150°C



Figure 12 : tube DCO Hach



Figure 13 : Spectrophotomètre UV

### III.3 Demande biologique en oxygène

La demande Biologique en oxygène ou DBO, représente la quantité d'oxygène nécessaire aux microorganismes aérobies pour dégrader la matière organique présente dans l'eau. Elle reflète la qualité biologique d'une eau et permet de mesurer sa charge polluante. Elle permet aussi d'évaluer l'efficacité du procédé. L'analyse fournit la consommation d'oxygène et va influencer sur la détermination des méthodes de traitement qui doivent être utilisées.

J'ai effectué durant mon stage des tests sur une durée de 5 et 10 jours (DBO5 et DBO10) en utilisant deux appareils « BODTrak » vendus par la société *Hach* (Figure 14). Mon premier travail a d'ailleurs consisté à vérifier le bon fonctionnement de l'un d'entre eux, et à contrôler

les variations de température de l'incubateur (Figure 15) ; le test devant se faire à 20°C. J'ai aussi dû trouver un logiciel d'acquisition afin de récupérer les courbes de DBO sur un tableur.



*A gauche, figure 14 : Les appareils BODTrak*

*A droite, figure 15 : Enregistreur de température*



Il faut tout d'abord connaître la gamme de DBO avec laquelle on va travailler (changement de configuration de l'appareil et changement du volume d'échantillon). Pour cela il faut mesurer la DCO. Puis il faut préparer les bouteilles de DBO en y versant le volume d'échantillon indiqué dans le protocole. Ensuite on place un barreau aimanté dans chaque bouteille, et la cupule contenant de l'hydroxyde de lithium dans le goulot (afin d'absorber le CO<sub>2</sub> lors du test et ne mesurer que la variation de pression de l'oxygène consommé). Il faut « étanchéiser » les bouteilles avec de la graisse silicone (à placer sur le goulot), enfin on place les bouteilles sur les appareils. On visse fermement les bouchons (qui sont reliés à des manomètres). Il faut configurer le test (annexe IV), vérifier que les agitateurs tournent correctement, puis placer les appareils dans l'incubateur à 20°C. On lance le test sur chaque voie et on laisse fonctionner 5 jours. La durée du test est programmée dans les appareils qui disposent également d'une mémoire interne. Les manomètres vont mesurer la variation de pression de l'oxygène, il suffira ensuite de récupérer les valeurs de DBO grâce au logiciel « HyperTerminal » (version d'essai installée pour 30 jours). Au final on obtient la courbe de la DBO en fonction du temps. Une relation pourra ensuite permettre d'obtenir la DBO ultime (28 jours).

### III.4 Quantification des sucres

Pour quantifier les sucres présents dans les eaux usées, il existe plusieurs méthodes. Pour ma part j'ai utilisé un protocole basé sur la méthode de DUBOIS qui permet de fractionner les sucres totaux solubles ou particuliers. Ce protocole a été mis en place par Perrine PASQUIER-MEUNIER et Marion MUSELLI. Le principe consiste à mettre les sucres en présence de phénol et d'acide sulfurique concentré, ce qui va entraîner une coloration orangée analysable par un spectrophotomètre, à la longueur d'onde 487nm. Les réactifs utilisés étant puissants et nocifs, il faut travailler sous la hotte. Il faut disposer de tubes « Hach » (Figure 16) vides et parfaitement nettoyés et séchés à l'air comprimé.



Figure 16 : Tubes Hach

Il faut y injecter 1ml de l'eau à analyser, s'il s'agit de l'entrée il faut la diluer 2 fois, les boues 250 fois. Pour cela il faut utiliser de l'eau de sortie du décanteur passée au filtre Büchner pour ne pas changer la matrice. Il faut ensuite ajouter 1ml de solution de phénol à 5% (m/V), agiter au vortex, puis ajouter 5ml d'acide sulfurique concentré (Figure 17), et chauffer 3 minutes à 150°C. Les tubes sont ensuite placés à l'obscurité 30 minutes avant analyse au spectrophotomètre afin de lire la valeur d'absorbance.



Figure 17 : Acide sulfurique à 98%

Afin d'exploiter ces mesures il faut tracer une courbe d'étalonnage donnant la concentration en carbohydrates en fonction de l'absorbance. Pour ce faire il faut préparer 10 solutions étalon de concentrations connues en glucose à analyser de la même manière que l'eau usée : préparer une solution mère à 20 g/L et 10 solutions filles entre 10 et 100 mg/L dans des fioles jaugées (Figures 18 et 19).



*A gauche, figure 18 : Glucose anhydre*

*A droite, figure 19 : Solutions étalon*



Il faut régulièrement refaire une courbe d'étalonnage, la solution de phénol se dégradant très vite dans le temps. Il ne faut en aucun cas utiliser du papier pour le séchage et le nettoyage car la cellulose va perturber les mesures. De plus tout le matériel jetable (gants, embouts pipettes...) doit être placé dans un sac hermétique « Ziploc » avant d'être jeté car il a été en contact avec des réactifs très toxiques et corrosifs.

### III.5 Mesure de l'ammoniac et de l'azote total

Afin de mesurer la quantité d'ammoniac (sous forme d'ammonium) ainsi que l'azote total, il faut utiliser des kits vendus par « Hach » (Figures 20, 22 et 23), ce sont des tubes contenant déjà les réactifs, qui sont ensuite analysés avec un programme enregistré sur le spectrophotomètre UV. La manipulation est simple, elle est décrite avec précision sur les boîtes contenant les tubes. Pour l'azote total, il faut entretemps passer par une étape de chauffe à 100°C pendant 1h (Figure 21).



*Figure 20 : Tube d'analyse ammoniac*



*Figure 21 : chauffe tube 100°C*



*Figure 22 : 1er tube d'analyse Azote total*



*Figure 23 : 2ème tube d'analyse Azote total*

### III.6 Extraction des lipides

Afin de déterminer la concentration en lipides dans les eaux usées, j'ai utilisé un procédé appelé méthode Soxhlet qui consiste à extraire les lipides par un transfert de matière solide-liquide utilisant l'hexane comme solvant. Le protocole utilisé a été réalisé par Aurore POLI et révisé par Perrine PASQUIER-MEUNIER, toutes deux stagiaires m'ayant précédé.

Toute la verrerie et le matériel doivent être nettoyés 1 jour à l'avance avec de l'acétone pour retirer tout les corps gras, l'eau usée doit quant à elle être acidifiée à  $\text{pH}=2$  avec de l'acide sulfurique concentré afin de briser les lipides liés (tous les travaux s'effectuent sous la hotte). L'opération consiste tout d'abord à filtrer l'eau usée avec un Büchner (Figure 24) utilisant un filtre et un disque de papier de soie de 125mm de diamètre. Pour une meilleure filtration il faut d'abord faire passer une suspension à 10g/L de terre diatomée, puis filtrer la suspension à analyser.



Figure 24 : Filtration Büchner

Le filtre et le papier de soie sont ensuite récupérés et placés dans une cartouche de cellulose, on essuie ensuite le Büchner avec un papier filtre imbibé d'hexane et on le place dans la cartouche. On bouche ensuite la cartouche avec de la laine de verre imbibée d'hexane. La cartouche est ensuite placée dans le corps Soxhlet. Puis on effectue le montage constitué d'un ballon contenant de l'hexane, un chauffe-ballon, le corps Soxhlet, et le réfrigérant. On met le procédé en marche (Figure 25), il faut observer 1 cycle de remplissage du corps toutes les 3 minutes (géré avec la chauffe), le Soxhlet doit fonctionner 5h.



Figure 25 : Soxhlet en marche

Une fois les 5h écoulées la chauffe est stoppée, on récupère le ballon contenant l'hexane enrichi en lipides, on le place sur un évaporateur rotatif (Figure 26) pour retirer le solvant et il ne reste que les lipides et les billes à ébullition. On pèse le ballon (qui a été pesé avant la manipulation), la différence entre les deux masses rapportée au volume filtré au début de l'expérience donne la concentration en lipide de la suspension considérée.

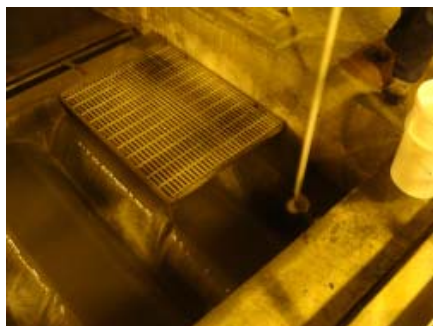


Figure 26 : Evaporateur rotatif

### III.7 Bilan décanteur primaire

La STEP EST de Québec comporte 7 bassins de décantation primaire (Figure 4). Les prélèvements s'effectuent :

- A la sortie des dessableurs pour l'affluent (Figure 27)
- Dans le canal menant aux vis d'Archimède pour l'effluent (Figure 28)
- Sous le décanteur pour les boues (Réseau de pompage)



A gauche, figure 27 :  
Sortie des dessableurs

A droite, figure 28 :  
Canal menant aux vis  
d'Archimède



Pour effectuer les analyses, il faut tout d'abord se rendre à la STEP (des voitures sont mises à disposition par l'université). Il est nécessaire d'être équipé d'un casque, de lunettes (fournis à la STEP), et de chaussures de sécurité pour pouvoir aller prélever les échantillons. Avant de pénétrer en zone contaminée, il faut signer un formulaire stipulant la raison de notre présence sur les installations, l'heure d'arrivée, et le nombre de personnes.

On peut ensuite se rendre au niveau des points de prélèvement. L'affluent et l'effluent sont prélevés respectivement dans les surverses à la sortie du dessaleur, et dans le canal menant aux vis d'Archimède. On utilise une perche munie d'un récipient pour prélever les eaux usées. Il faut faire preuve d'une grande prudence car il existe un risque de chute dans les canaux. Il faut veiller à respecter au mieux le temps de séjour du décanteur entre le prélèvement de

l'entrée et de la sortie pour ne pas fausser le bilan. Les boues sont quant à elles prélevées au sous sol de la STEP. Ce prélèvement se fait au niveau d'une vanne située sur les tuyaux de pompage des boues. Il est souvent problématique car le pompage n'est pas continu, et la composition des boues est extrêmement variable selon le moment de l'échantillonnage (boues trop claires ou trop épaisses). Il arrive même parfois qu'il n'y ait rien à la sortie du tuyau pendant une durée assez longue. Une fois les prélèvements terminés, il faut noter l'heure de sortie de la zone contaminée, et procéder à une désinfection des mains (obligatoire).

Voici la formule générale utilisée pour calculer le pourcentage d'erreur lors des bilans, avec Q le débit volumique et X la fraction considérée :

$$\% \text{erreur} = \frac{(Q_{\text{affluent}} \cdot [X_a] - (Q_{\text{effluent}} \cdot [X_e] + Q_{\text{boues}} \cdot [X_b]))}{Q_{\text{affluent}} \cdot [X_a]} \cdot 100$$

## **IV. Résultats et discussions**

### **IV.1 Mise en place du protocole de DBO**

#### **a) Température d'incubation**

La température d'incubation d'un test DBO doit être de 20°C, plus ou moins 2°C. Le laboratoire de recherche disposait d'un incubateur (Figure 29) qui a présenté quelques problèmes dans le passé. C'est pourquoi j'ai procédé à un contrôle de la température avec un enregistreur Dickson data logger SP125 (Figure 15).



*Figure 29 : Incubateur labo de recherche*

Le premier test effectué a fourni les résultats suivants (Figure 30). On y observe l'évolution de la température à l'intérieur de l'incubateur. La mesure s'est faite sur 5 jours.

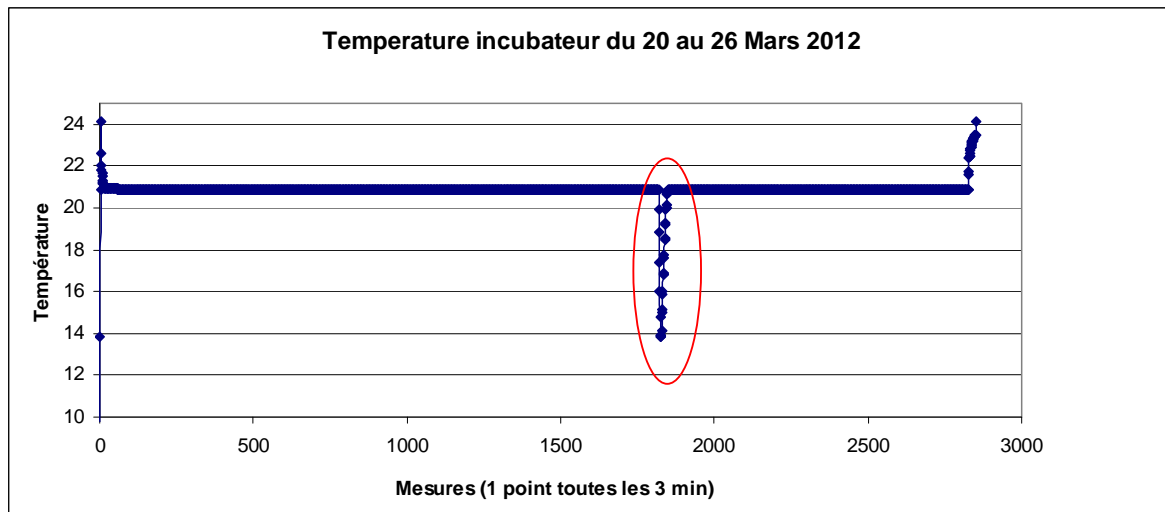


Figure 30 : Graphe température incubateur #1

Le graphe montre une chute importante ( $7^{\circ}\text{C}$ ) de la température durant environ 70 minutes. Cette chute ne couvre que 1% de la durée du test. Elle est probablement causée par un dysfonctionnement ponctuel du cycle frigorifique. J'en ai conclu que ce phénomène est négligeable, et que l'incubateur pouvait être utilisé.

J'ai lancé un second test de température dans le but de confirmer ma première conclusion (Figure 31). Cependant, lors de ce test le fusible de l'appareil de contrôle de la température s'est rompu.

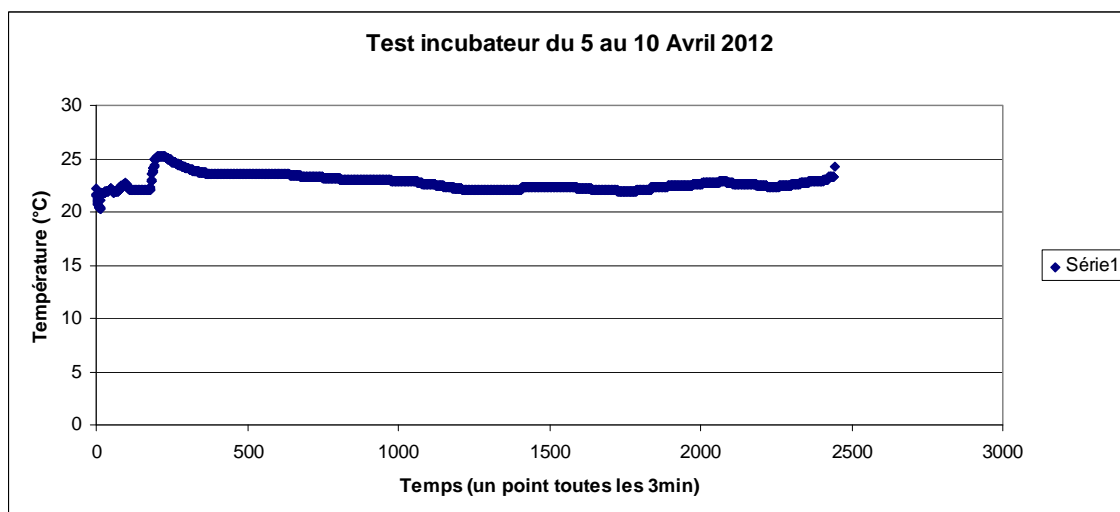


Figure 31 : Graphe de température incubateur #2



Lors de cet enregistrement l'incubateur n'est plus sous tension. Les variations de température observées sont donc celles de l'air du laboratoire. Le fusible a été remplacé et l'incubateur remis en marche. En revanche, le compresseur du circuit frigorifique de l'incubateur est tombé en panne le lendemain et a provoqué une augmentation de la température à 47°C. L'incubateur n'était plus utilisable. Les prochains tests devront donc s'effectuer dans l'incubateur du laboratoire d'enseignement jusqu'à réparation. Ce dernier possède un moniteur qui affiche en temps réel la température dans l'incubateur. Selon Michel BISPING, le responsable du laboratoire, cet appareil est fiable et ne nécessite donc pas de contrôle de température.

### b) Appareils BODTrak

Le laboratoire possédait 2 appareils BODTrak de la marque *Hach*. Chaque appareil fonctionne avec 6 bouteilles. Un premier travail a consisté à vérifier que la mesure de la DBO se fasse de façon identique sur les deux appareils. J'ai donc procédé à un essai de mesure en plaçant le même échantillon d'eau usée dans 12 bouteilles de DBO qui allaient fonctionner en parallèle. Le test a duré 5 jours. On peut voir les résultats obtenus sur le graphe ci-dessous (Figure 32).

Ce graphe montre l'évolution de la demande biologique en dioxygène dans des échantillons d'eaux usées. La voie 4 correspond à la bouteille n°4. Chaque appareil a fourni une courbe similaire.

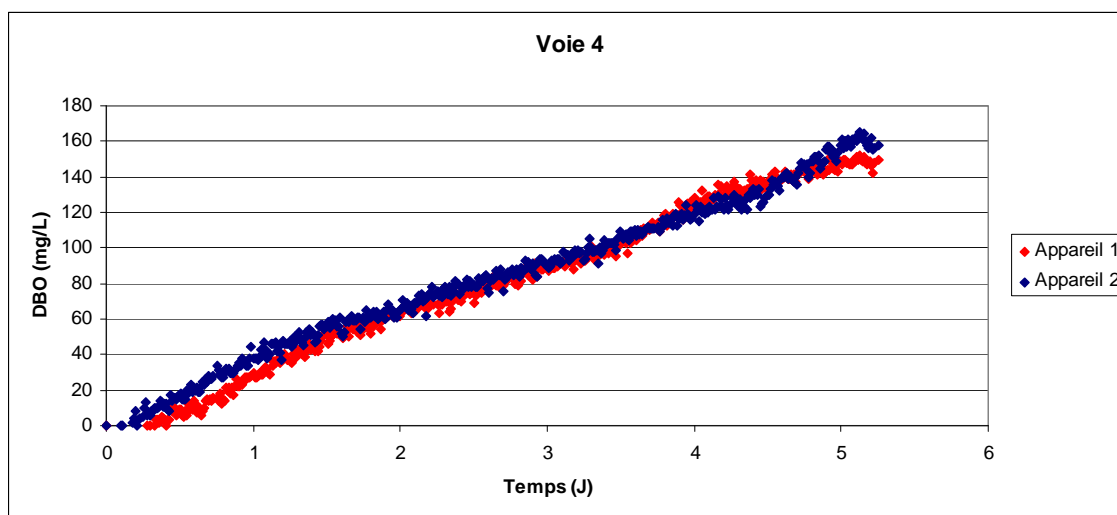


Figure 32 : Comparaison courbes DBO des deux appareils

Des résultats identiques ont été obtenus sur toutes les voies. La superposition des courbes des deux appareils montre qu'ils mesurent la DBO de façon identique. Ces deux appareils pourront donc être utilisés en parallèle dans le cadre du projet primEAU, soit 12 bouteilles à la fois.

### c) Courbes DBO10

Pour l'établissement du modèle, il est nécessaire de connaître la valeur de la DBO ultime qui correspond à la DBO28. Les appareils BODTrak ne peuvent pas enregistrer un test aussi long. C'est pourquoi nous avons décidé de mesurer la DBO5 ou la DBO10, puis de trouver une relation mathématique pour extrapoler la valeur obtenue. C'est dans ce but que j'ai réalisé un test de DBO10 en utilisant l'incubateur du laboratoire de recherche. Le test a été effectué sur des prélèvements du 16 Avril 2012, en duplicatas (avec 6 bouteilles). L'ensemble des courbes obtenues est fourni en annexe VI.

Une première courbe a été obtenue pour l'affluent, elle montre l'évolution de la DBO d'entrée sur 10 jours (Figure 33).

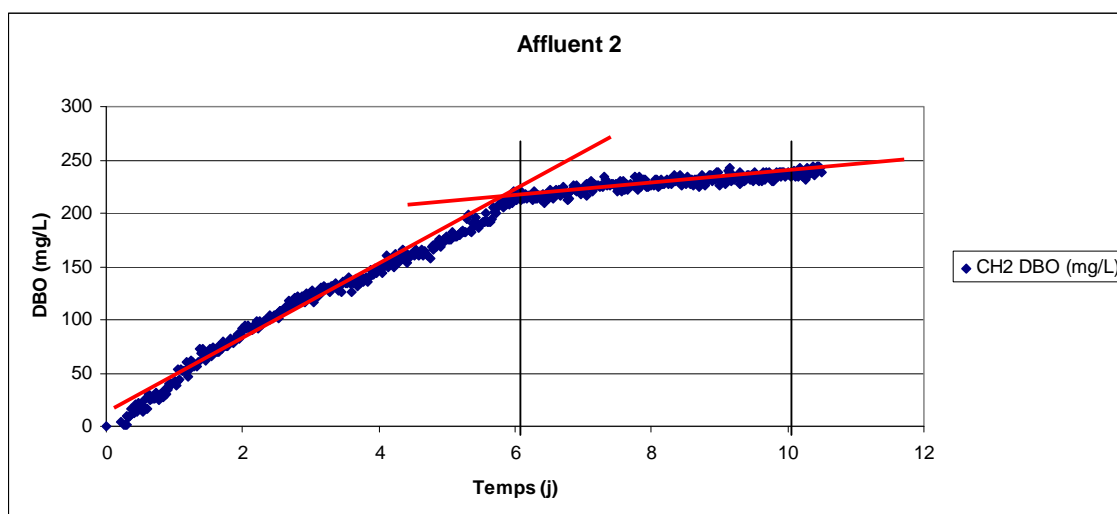


Figure 33 : Courbe DBO affluent.

La demande biologique en oxygène a atteint la valeur de 235 mgO<sub>2</sub>/L au bout de 10 jours. On observe le changement de pente peu après 6 jours. Ce ralentissement montre que la quasi-totalité de l'oxygène dans la bouteille a été consommé

La courbe suivante montre la DBO de l'effluent du décanteur primaire (Figure 34).

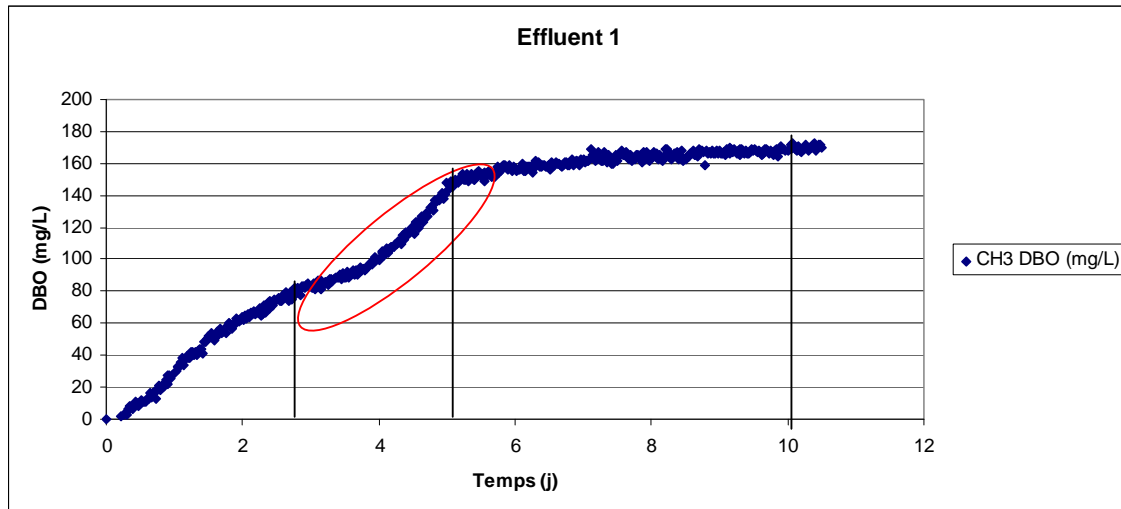


Figure 34 : Courbe DBO effluent

La DBO<sub>10</sub> vaut ici 168 mgO<sub>2</sub>/L. On observe une variation de pente importante entre 3 et 5 jours, avant d'atteindre le palier. Ce « saut » correspond à un temps d'acclimatation des bactéries, qui peut perturber la mesure. Il signifie que l'échantillon contient trop peu de biomasse au départ du test. Pour remédier à ce problème lors des prochaines analyses, il faudraensemencer l'effluent avec de la biomasse dont la DBO est connue. Ceci devrait permettre d'obtenir une courbe d'aspect similaire à la première.

Le troisième graphe montre l'évolution de la DBO des boues (Figure 35).

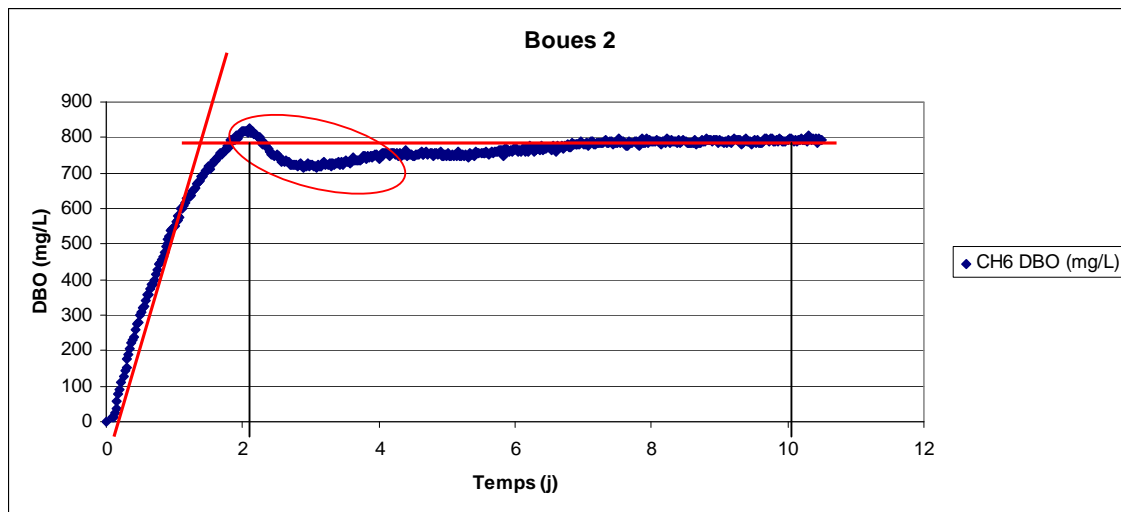


Figure 35 : Courbe DBO des boues

Ici la DBO<sub>10</sub> lue sur le graphe vaut 792 mgO<sub>2</sub>/L. La pente élevée au début du test traduit une très forte demande en oxygène. En 2 jours, les bactéries ont consommées tout l'O<sub>2</sub> dans la bouteille. La pente négative qui suit montre qu'il y a eu une augmentation de pression dans la bouteille. Probablement provoquée par un dégagement de méthane. La valeur de la DBO<sub>10</sub>

lue sur le graphe ne reflète donc pas la réalité puisque l'oxygène est limitant. Il faudra donc diluer les échantillons de boues lors des prochains tests.

## IV.2 Etalonnage du protocole des sucres

Le fractionnement des sucres nécessite de tracer une courbe d'étalonnage afin de pouvoir convertir les valeurs d'absorbance lues au spectrophotomètre, en concentrations. Une première série de courbes a été tracée (Figure 36). Cette courbe varie notamment selon l'état de la solution de phénol utilisée pour les analyses.

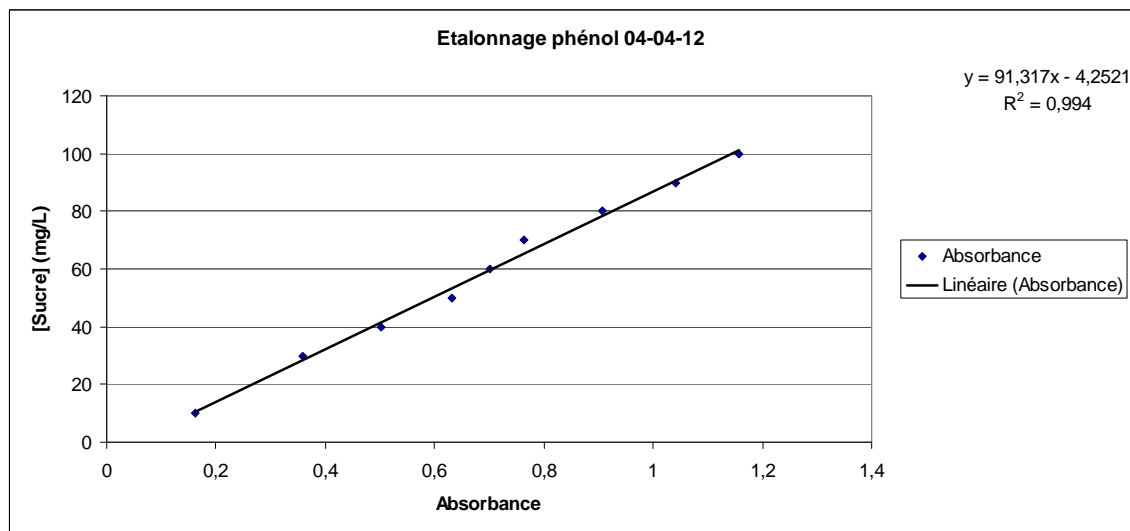


Figure 36 : Courbe d'étalonnage phénol

Si on observe les équations obtenues précédemment, le coefficient directeur de l'équation obtenue est en moyenne égal à 79,72 avec un écart type de 17,93. L'ordonnée à l'origine vaut en moyenne -3,32 avec un écart type de 3,93. Cette variation non négligeable est similaire à celle obtenue précédemment par Perrine PASQUIER-MEUNIER. J'en ai conclu qu'il fallait effectuer le tracé de cette courbe à chaque analyse des sucres.

Lors des deux derniers bilans, les valeurs des équations étaient trop éloignées des précédentes. Avec une pente de moyenne 291,98 et une ordonnée à l'origine de moyenne 6,78. C'est pourquoi j'en ai conclu que la solution de phénol était trop ancienne pour continuer à être utilisée. En effet, le phénol est un produit extrêmement sensible à la lumière et à la température. Je n'ai donc pas fractionné les sucres lors de mes deux derniers bilans.

### IV.3 Bilans du décanteur primaire

#### a) 1<sup>er</sup> bilan

Le premier bilan a été réalisé sur les prélèvements du 4 Avril 2012, à 10h00. Les résultats expérimentaux sont présentés ci-dessous dans un tableau représentant les débits partiels des MES-MVES, des sucres, et de l'ammoniac (Figure 37). Puis il y a un histogramme représentant les pourcentages d'erreur associés au bilan (Figure 38).

$$\left. \begin{array}{l} \text{Débits} \\ \text{globaux} \end{array} \right\} \begin{array}{l} Q_{\text{affluent}} = 10800 \text{ m}^3/\text{h} \\ Q_{\text{effluent}} = 10720 \text{ m}^3/\text{h} \\ Q_{\text{boues}} = 80 \text{ m}^3/\text{h} \end{array}$$

	MES (kg/h)	Ecart type	MVES (kg/h)	Ecart type	Sucres (kg/h)	Ecart type	Ammoniac (kg/h)	Ecart type
Entrée	1626	101	1378	64	829	134	311	220
Sortie	551	224	538	14154	274	38	296	14
Boues	1055	126	915	106	664	46	66	82
%éliminé	66		61		67		5	

Figure 37 : Résultats bilan 04/04/2012

Ces résultats montrent que le décanteur primaire stoppe environ les deux tiers des matières en suspension.

On remarque qu'il y a beaucoup de sucre dans les boues, alors qu'habituellement il est éliminé en traitement biologique. Il s'agit probablement des sucres organiques présents dans la biomasse des boues et non des sucres solubles.

On constate par contre que l'ammoniac n'est que peu retenu par le décanteur primaire. En effet, c'est une substance soluble dont l'élimination se fait en traitement secondaire.

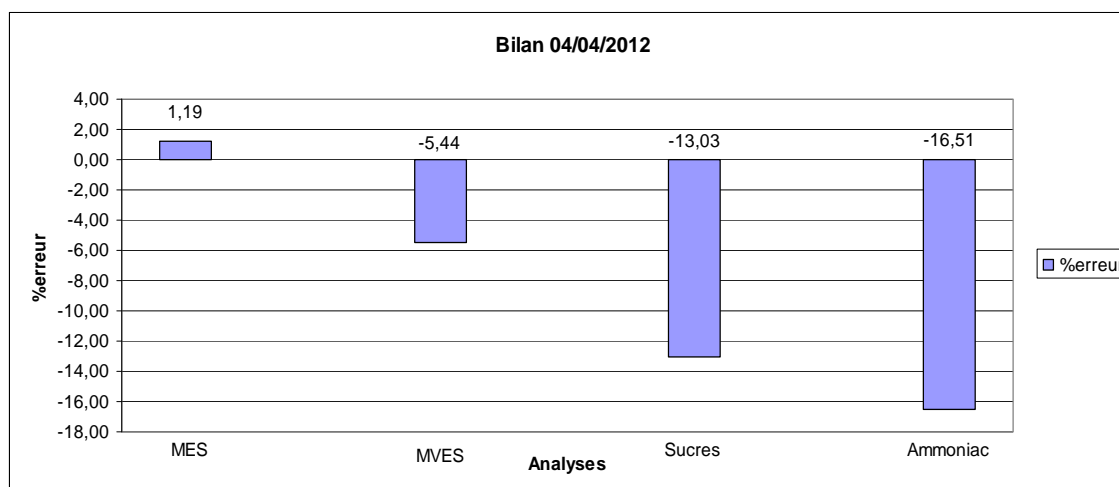


Figure 38 : Pourcentages d'erreur bilan 04/04/2012

Les pourcentages d'erreur sont ici satisfaisants car inférieurs à 20%. Cependant j'ai constaté de fortes différences entre les duplicatas lors des mesures de l'ammoniac. J'ai donc décidé pour la prochaine analyse de filtrer les échantillons avec des filtres Whatman de diamètre de pores 0,45  $\mu\text{m}$ .

### b) 2<sup>ème</sup> bilan

Le second bilan a eu lieu le 10 Avril 2012 à 14h30. Le fractionnement a été effectué sur les MES-MVES, les lipides, et l'azote total. Les débits partiels sont présentés dans le premier tableau (Figure 39), les pourcentages d'erreur dans l'histogramme qui suit (Figure 40).

$$\left. \begin{array}{l} \text{Débits} \\ \text{globaux} \end{array} \right\} \begin{array}{l} Q_{\text{affluent}} = 10800 \text{ m}^3/\text{h} \\ Q_{\text{effluent}} = 10720 \text{ m}^3/\text{h} \\ Q_{\text{boues}} = 80 \text{ m}^3/\text{h} \end{array}$$

	MES (kg/h)	Ecart type	MVES (kg/h)	Ecart type	Sucres (kg/h)	Ecart type	Azote total	Lipides
Entrée	2127	162	1687	88	1142	44	74	235
Sortie	974	95	751	62	546	113	63	212
Boues	348	7	271	18	567	8	3	54
%éliminé	54		56		52		15	10

Figure 39 : Résultats bilan 10/04/2012

La moitié des MES ont été retenues dans le décanteur.

On peut aussi observer que la quasi-totalité de l'azote n'est pas retenue par le décanteur. J'en ai donc conclu que l'azote est présent essentiellement sous des formes solubles qui seront traitées pour l'essentiel en biofiltre.

Les lipides sont encore présents dans le décanteur malgré le déshuilage en prétraitement (qui retire l'essentiel des graisses). Une petite quantité est stoppée par les racleurs de surface du décanteur.

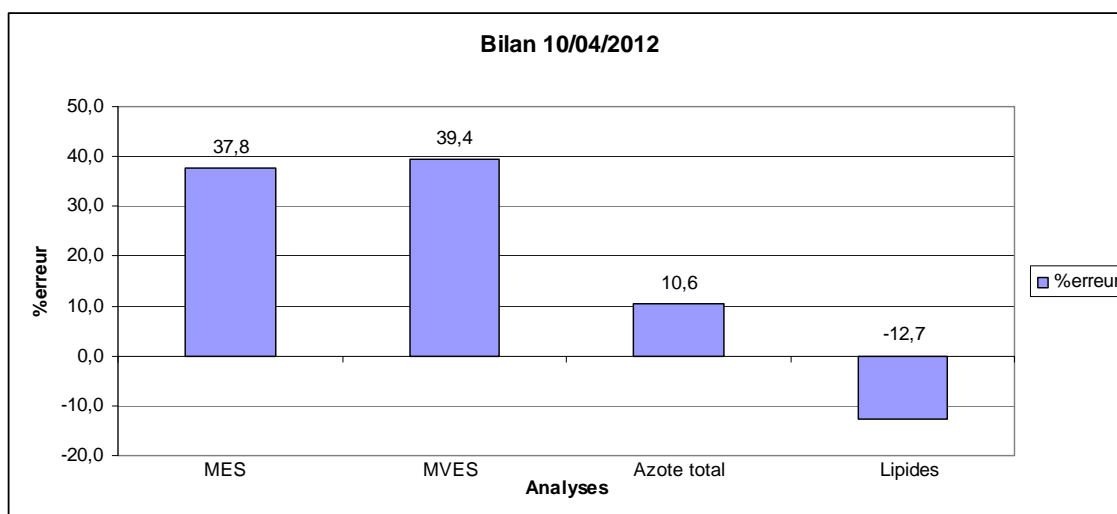


Figure 40 : Pourcentages d'erreur bilan 10/04/2012

Ce bilan ne se boucle pas en ce qui concerne les MES et les MVES. On obtient un fort pourcentage d'erreur car les boues qui ont été prélevées à la STEP se trouvaient dans les canalisations de pompage depuis probablement plusieurs heures. En effet, les boues ne sont pas pompées en continu à la STEP, ce qui pose problème lors des bilans (boues très épaisses et concentrées). Le temps de séjour n'est, par conséquent, pas respecté.

### c) 3<sup>ème</sup> bilan

Le troisième et dernier bilan de mon stage fut réalisé sur des prélèvements du 16 Avril 2012, à 15h45. Comme précédemment, les débits des MES-MVES, des lipides, de l'azote et de l'ammoniac sont présentés dans un tableau (Figure 41), et les pourcentages d'erreur dans un histogramme (Figure 42).

$$\left. \begin{array}{l} \text{Débits} \\ \text{globaux} \end{array} \right\} \begin{array}{l} Q_{\text{affluent}} = 9064 \text{ m}^3/\text{h} \\ Q_{\text{effluent}} = 8984 \text{ m}^3/\text{h} \\ Q_{\text{boues}} = 80 \text{ m}^3/\text{h} \end{array}$$

	MES (kg/h)	Ecart type	MVES (kg/h)	Ecart type	lipides (kg/h)	azote total (kg/h)	ammoniac (kg/h)
Entrée	8742	13459	1692	16915	470	40,79	142
Sortie	663	217	505	171	336	62,89	142
Boues	2519	658	1805	586	248	0,92	11
%éliminé	92		70		29	-54	0

Figure 41 : Résultats bilan 16/04/2012

Je peux constater qu'une très grande partie des MES est a été retirée de l'effluent par le décanteur, il a donc rempli l'essentiel de son rôle.

De plus, la quantité d'ammoniac (qui est normalement inclus dans l'azote total) mesurée est supérieure à celle de l'azote. Il y a donc une incohérence qui peut être due à une erreur de manipulation au niveau des échantillons, ou encore au niveau du spectrophotomètre.

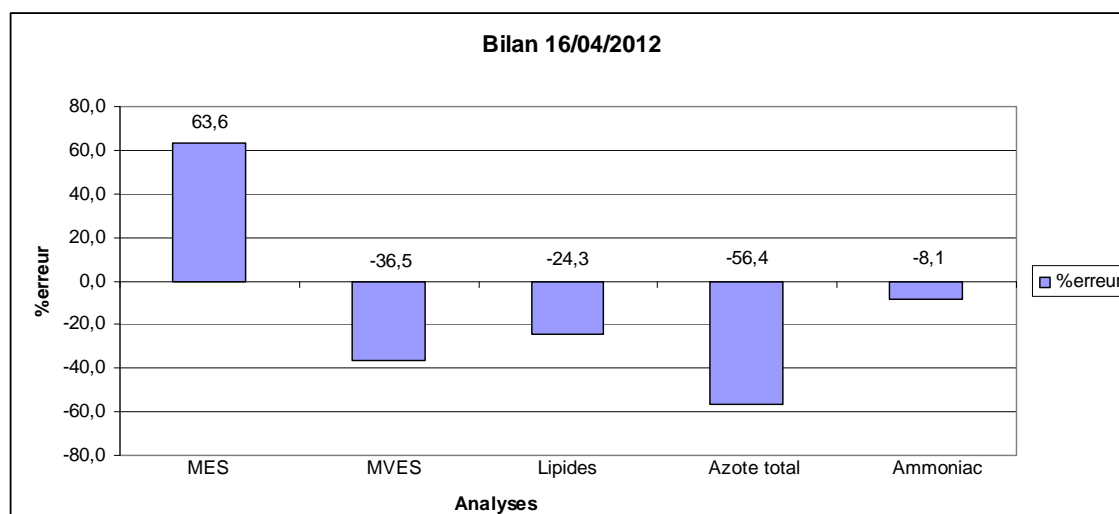


Figure 42 : Pourcentages d'erreur bilan 16/04/2012

Encore une fois le bilan sur les MES et MVES présente un fort pourcentage d'erreur. Le problème de prélèvement des boues est récurrent, de plus il semblerait qu'un déversement de produit (peut être de l'alun) dans les eaux usées ait provoqué des perturbations.

Lors de ce bilan l'échantillon d'analyse de l'ammoniac a été filtré avec des filtres de diamètre de pores 0,45 µm. Le résultat en est très satisfaisant puisque le pourcentage d'erreur est passé sous la barre des 10%. J'en ai conclu que la filtration est un moyen efficace de réduire les interférences lors des mesures.

L'erreur sur le bilan des lipides n'est dû qu'à leur détérioration au cours du temps. En effet, les lipides se conservent peu de temps, et on ne peut faire qu'une seule manipulation par jour.



Il y a au moins trois jours d'analyse pour effectuer le bilan sur les lipides. A l'avenir, le fractionnement des lipides se fera avec une batterie de soxhlet permettant de faire 6 manipulations à la fois. Le problème de la conservation sera réglé et les 3 échantillons (entrée, sortie, boues) pourront être analysés en duplicatas. Un autre moyen de réduire les erreurs de mesure est de conserver les prélèvements dans des bouteilles en verre. Ceci afin d'empêcher les lipides de coller aux parois.

Cependant, il y a une forte erreur sur le bilan de l'azote total. Le problème est sûrement causé par une erreur lors des manipulations.

#### d) Conclusions sur les bilans

Le tableau ci-dessous représente un récapitulatif des compositions de l'affluent prélevé lors des trois bilans (Figure 43).

	MES (kg/h)	MVES (kg/h)	Sucres (kg/h)	Ammoniac (kg/h)	Azote (kg/h)	Lipides (kg/h)
Affluent 1	1626	1378	829	311		
Affluent 2	2127	1687			74	235
Affluent 3	8742	1692		142	41	470

Figure 43 : Récapitulatif compositions affluents

La mise en commun des résultats expérimentaux et des bilans montre que même si le prélèvement des boues pose problème lors des bilans, on peut comparer les valeurs d'entrée et de sortie du décanteur. En effet, j'ai veillé lors de mes passages à la STEP à respecter au mieux un intervalle de 15 minutes environ entre les échantillonnages de l'affluent et de l'effluent. J'en ai conclu que le décanteur stoppe entre 54% et 92% des MES, et entre 56% et 70% des MVES. Cette variation dépend de la qualité de l'affluent, qui bien sûr, varie dans le temps. En effet, si l'affluent est très chargé, il y aura une plus grande quantité de matières décantées, comme lors du 3<sup>ème</sup> bilan. Seules les particules les moins denses passeront la décantation primaire car leur vitesse de chute est trop faible. Ceci explique l'intérêt de faire des prélèvements à différents moments de la journée.

En ce qui concerne le fractionnement des sucres, les résultats ne peuvent plus être considérés comme fiables. La solution de phénol du laboratoire (préparée par Perrine PASQUIER-MEUNIER) est trop ancienne. Le manque de temps ne m'a permis que de commander du phénol en cristaux pour qu'à l'avenir, quelqu'un d'autre puisse préparer une nouvelle solution.

L'ammoniac n'est pas retenu par le décanteur puisqu'il s'agit d'une substance soluble. Il est tout de même important de connaître les quantités à traiter afin d'adapter le procédé en aval (traitement biologique). Il ne faut pas oublier que le modèle de décantation primaire doit être relié au modèle des boues activées.

Les bilans sur les lipides montrent qu'environ 10 à 29% d'entre eux sont récupérés par les racleurs de surface. Il serait donc judicieux dans le cadre du projet de vérifier si cela est suffisant pour ne pas surcharger le traitement secondaire. Si ce n'est pas le cas, leur élimination doit être optimisée en déshuilage ou alors en décantation primaire. Les analyses avec la batterie de Soxhlet qui a été commandée devraient apporter plus de précision aux résultats des bilans.

Le fait de prélever à différents moments de la journée est intéressant car on peut constater que la charge de l'effluent augmente en milieu d'après midi. Les rejets urbains comportent donc des pics qu'il faut prendre en compte lors du traitement.

## Conclusion générale

Un traitement efficace des effluents rejetés dans l'environnement est un point essentiel à la sauvegarde de notre écosystème et de la santé des usagers. De plus, dans le cadre du développement durable, la question énergétique est essentielle. Ceci justifie l'importance de faire avancer des projets de recherche tels que *primEAU* qui permettent d'améliorer les procédés de traitement.

Le déroulement de mon stage a permis de faire ressortir plusieurs points importants en ce qui concerne la suite du projet. Tout d'abord j'ai pu confirmer l'urgence de devoir mettre en route le décanteur pilote de John MEUNIER qui a été peu utilisé depuis sa construction en 2010. Notamment en ce qui concerne les bilans sur la MES qui doivent être effectués dans différentes conditions de fonctionnement. Actuellement, le décanteur fait face à divers problèmes techniques.

J'ai pu montrer que les mesures de DBO étaient possibles avec les deux appareils du laboratoire de recherche. En revanche il faudra dans l'immédiat se contenter de l'incubateur du laboratoire d'enseignement. De plus, il faut acheter le logiciel HyperTerminal pour pouvoir réaliser une acquisition des données.

Lors du fractionnement des sucres, les résultats ont montré l'impossibilité de continuer à utiliser la solution de phénol actuelle, les courbes d'étalonnage devenant trop aléatoires.

L'analyse de l'azote total n'a pas pu être exploitée, tous les résultats étant aberrants, et ce pour une raison toujours inconnue. En revanche, le fractionnement de l'ammoniac fonctionne bien si on prend soin de filtrer les échantillons.

Enfin, pour le fractionnement des lipides, la méthode du soxhlet a montré son efficacité. Le groupe attend désormais la commande d'un poste de travail qui permettra de réaliser plusieurs extractions le même jour.

Il reste encore de nombreuses étapes à franchir avant de passer à l'établissement du modèle. Mais le projet *primEAU* va continuer d'avancer activement. Dans cette optique j'ai, peu avant la fin de mon stage, présenté l'ensemble des méthodes d'analyse à Gabrielle RIDYARD, la stagiaire qui me remplacera sur le fractionnement.

## Retour d'expérience personnel

Ce stage m'a permis de découvrir le milieu de la recherche scientifique, ainsi que le traitement des eaux usées en génie des procédés. J'ai eu la chance de pouvoir observer l'impressionnant dispositif d'une station d'épuration.

J'ai également appris à travailler au sein d'un laboratoire de recherche. Le travail que l'on m'a confié m'a amené à manipuler des produits dangereux, ce qui implique une certaine responsabilité en matière de sécurité et une remise en question permanente. Il m'a également aidé à être plus autonome, et à enrichir les connaissances acquises à l'IUT de Marseille. J'ai amélioré mes compétences en matière de rédaction d'un rapport. De plus, les réunions *primEAU* m'ont permis de me perfectionner à l'oral, et d'apprendre à réaliser une présentation avec un support Powerpoint.

Mon seul regret est de ne n'avoir pu rester plus longtemps aux cotés des chercheurs de *modelEAU*, alors que l'aide que je leur apportais se concrétisait. J'aurais aimé pouvoir suivre l'évolution du projet *primEAU*, surtout en ce qui concerne le décanteur pilote.

J'ai beaucoup apprécié mon séjour dans la ville de Québec. La rencontre avec les étudiants étrangers a été très enrichissante d'un point de vue personnel. Je suis désormais impatient de saisir une nouvelle occasion de revenir au Canada.

En conclusion ce stage, ainsi que les personnes que j'ai rencontré ont présenté une expérience unique, autant du point de vu professionnel que personnel. Je suis très satisfait de mon stage et de l'apport que j'ai pu constituer à l'avancement du projet *primEAU*.

# Annexes

## **I. Schéma de la station d'épuration Est de la ville de Québec**

## **II. Protocole fractionnement des sucres**

## **III. Protocole fractionnement lipides**

## **IV. Protocole BODTrak**

## **V. Résultats expérimentaux bilans**

- 4 Avril 2012
- 10 Avril 2012
- 16 Avril 2012

## **VI. Résultats DBO**

- Test de comparaison
- DBO10