



UNIVERSITÉ
LAVAL

UNIVERSITÉ LAVAL
Département de génie civil et de génie des
eaux
1065 Avenue de la Médecine, QUÉBEC
G1V 0A6 CANADA



INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES
APPLIQUEES
Département de Génie des Procédés
135 Avenue de Rangueil
31400 TOULOUSE, FRANCE

Rapport de Stage de fin de 4^{ème} année

Gestion d'un pilote de décantation
primaire : échantillonnage,
fractionnement des échantillons en
composés biodégradables et en
carbohydrates/lipides/protéines

Claire LUTIGNIER

Responsables de stage :
Maitre de stage : Peter VANROLLEGHEM
Tuteurs : Giulia BACHIS et Thibaud MARUEJOULS
Tuteur INSA : Yolaine BESSIERE

Année 2012-2013

RÉSUMÉ

A l'issue de ma quatrième année d'études d'ingénieur à l'INSA, j'ai décidé d'effectuer mon stage dans un laboratoire de recherche de l'Université Laval à Québec, au Canada. L'équipe de recherche que j'ai intégrée, appelée *modelEAU*, est spécialisée dans la modélisation de la qualité des eaux et est dirigée par le professeur Peter VANROLLEGHEM.

Cette chaire de recherche est divisée en plusieurs projets : *monEAU*, *rivEAU*, *alEAU*, etc. Le projet dans lequel j'ai été impliquée s'appelle *primEAU* et consiste en l'étude, en la modélisation ainsi qu'en l'optimisation d'un pilote de décantation primaire.

A travers ce rapport, je vais présenter le travail dont j'ai été chargée lors de ce stage allant du 1^{er} Juillet au 13 Septembre 2013. Mes tâches étaient diverses et variées : elles résidaient dans la gestion (mise en route et arrêt) du pilote de décantation, l'ajustement du dosage des produits chimiques (alun et tannin) ajoutés au traitement, dans l'échantillonnage (prélèvement en entrée, en sortie et au niveau du soutirage des boues) et le fractionnement des échantillons en carbohydrates, lipides et protéines.

Après l'analyse de tous les résultats, il semble ressortir que l'ajout d'alun (additionné au polymère) permet d'obtenir de bonnes performances du pilote mais qu'avec plus de connaissances et d'expériences sur le tannin, celui-ci pourrait substituer l'alun. De plus, le débit fonctionnant le mieux est $6 \text{ m}^3/\text{h}$. Avec l'ajout de tannin, on obtient des abattements satisfaisants aussi mais légèrement moins élevés. Il faut ajouter que ce dernier a posé certains problèmes pour l'échantillonnage car il bouchait les tuyaux des pompes de dosage, et ainsi, le traitement n'avait pas lieu. Certaines expériences ont dû alors être refaites.

Dans une première partie, une présentation de l'université, plus précisément du laboratoire et du principal fournisseur, l'entreprise John Meunier Inc., sera faite. Une deuxième partie me permettra de développer précisément les tâches qui m'ont été confiées et notamment de présenter le matériel et les méthodes utilisés. Enfin, dans une troisième partie, je discuterai de certains résultats obtenus durant mon stage. En guise de conclusion, je ferai un retour d'expérience sur toutes les facettes de ce stage.

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier, tout particulièrement, le professeur Peter VANROLLEGHEM sans qui ce stage n'aurait pu être possible. Je le remercie aussi pour sa disponibilité et sa gentillesse ainsi que le professeur Paul LESSARD pour tous ses conseils et ses remarques afin d'améliorer les présentations et comprendre certains principes durant les réunions du lundi matin.

Je souhaite aussi remercier Giulia BACHIS, doctorante et Thibaud MARUEJOULS, chercheur post-doctorant pour m'avoir guidé tout au long du projet et pour leur disponibilité.

De plus, je remercie Sylvie LEDUC (professionnelle de recherche) pour sa patience, ses conseils, son aide et sa bonne humeur tout au long du stage.

Ensuite, je tiens à remercier Michel BISPING pour ses précieux conseils et son savoir-être/faire en laboratoire ainsi que Gaëlle GUESDON, professionnelle de recherche, qui m'a fait la présentation-sécurité du laboratoire.

Je remercie aussi Ivan PACHECO GARCIA (stagiaire) qui m'a montré et expliqué les principes de chaque expérience que j'ai pu réaliser au cours de mon stage ainsi que pour la visite guidée de la station d'épuration, sans oublier Florent NASLIN (stagiaire).

Je tiens également à remercier ma camarade de travail, Julie CIGNA avec qui j'ai partagé l'expérience de ce stage, pour ses idées, sa bonne humeur et surtout son aide en toute circonstance.

Finalement, je remercie toute l'équipe modelEAU, l'ensemble du laboratoire et l'Université Laval pour leur accueil et leur gentillesse.

Table des matières

| | |
|---|-----------|
| Introduction | 1 |
| Présentation de l'Université Laval et du cadre du stage | 2 |
| I. L'Université Laval | 2 |
| II. La chaire de recherche, modelEAU | 3 |
| III. La Station Est de Québec..... | 3 |
| IV. Le projet primEAU | 4 |
| V. L'entreprise John Meunier Inc. | 6 |
| VI. Le partenariat avec l'Université de Montréal (UdM)..... | 6 |
| Objectifs et déroulements du stage | 7 |
| I. Objectifs du stage..... | 7 |
| II. Méthodologie du stage | 7 |
| Principe, Méthodes et Matériel | 9 |
| I. Extraction de lipides : méthode Soxtec | 9 |
| 1. Principe..... | 9 |
| 2. Protocole | 10 |
| 3. Mise en garde particulière quant à la sécurité au laboratoire..... | 10 |
| II. Détermination des carbohydrates : méthode de Dubois | 11 |
| 1. Principe..... | 11 |
| 2. Protocole | 11 |
| III. Quantification des protéines..... | 12 |
| 1. Principe..... | 12 |
| 2. Protocole | 13 |
| Resultats | 14 |
| I. Quantification des lipides | 14 |
| 1. Résultats pour les lipides..... | 14 |
| a) Comparaison entre le jour et la nuit | 14 |
| b) Comparaison entre les débits | 15 |
| c) Comparaison avec ou sans ajout de composés chimiques (alun et tannin)..... | 16 |
| 2. Remarques..... | 17 |
| II. Quantification des carbohydrates..... | 17 |
| 1. Résultats pour les carbohydrates..... | 17 |
| a) Comparaison entre le jour et la nuit | 18 |
| b) Comparaison entre les débits | 18 |
| c) Comparaison avec ou sans ajout de composés chimiques (alun et tannin)..... | 19 |
| 2. Corrélation entre les carbohydrates et la DCO totale..... | 20 |
| 3. Corrélation entre les carbohydrates et les MES..... | 21 |
| III. Analyse de l'azote total, ammoniacal et des protéines | 22 |
| 1. Résultats pour l'azote total | 22 |
| 2. Résultats pour l'azote ammoniacal | 22 |
| 3. Résultats pour les protéines..... | 23 |
| Conclusions | 25 |
| Bibliographie | 26 |

Table des illustrations

| | |
|--|-----------|
| <i>Figure 1 : Plan du campus de l'Université Laval.....</i> | <i>2</i> |
| <i>Figure 2 : Schéma du principe de la station d'épuration.....</i> | <i>4</i> |
| <i>Figure 3 : Ensemble des données étudiées par le projet primEAU.....</i> | <i>5</i> |
| <i>Figure 4 : Photographies du décanteur primaire pilote.....</i> | <i>5</i> |
| <i>Figure 5 : Tableau représentant le planning des conditions opératoires.....</i> | <i>8</i> |
| <i>Figure 6 : Photographies représentant l'unité de contrôle et d'extraction de la méthode Soxtec.....</i> | <i>10</i> |
| <i>Figure 7 : Photographie de la gamme étalon à gauche et graphe de sa courbe d'étalonnage à droite</i> | <i>12</i> |
| <i>Figure 8 : Photographie du kit permettant de mesurer le taux d'azote ammoniacal dans les échantillons</i> | <i>13</i> |
| <i>Figure 9 : Photographie du kit permettant de mesurer la concentration d'azote total dans les échantillons</i> | <i>13</i> |
| <i>Figure 10 : Diagramme et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact de la charge du jour et de la nuit sur l'abattement des lipides.....</i> | <i>15</i> |
| <i>Figure 11 : Diagrammes et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact des débits sur l'abattement des lipides.....</i> | <i>16</i> |
| <i>Figure 12 : Diagramme et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact de l'ajout ou non de composés chimiques sur l'abattement des lipides.....</i> | <i>17</i> |
| <i>Figure 13 : Diagramme et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact de la charge du jour et de la nuit sur l'abattement des carbohydrates.....</i> | <i>18</i> |
| <i>Figure 14 : Diagramme et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact des débits sur l'abattement des carbohydrates.....</i> | <i>19</i> |
| <i>Figure 15 : Diagramme et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact de l'ajout ou non de composé chimique sur l'abattement des carbohydrates.....</i> | <i>20</i> |
| <i>Figure 16 : Graphe représentant la corrélation entre les carbohydrates et la DCO.....</i> | <i>20</i> |
| <i>Figure 17 : Graphe représentant l'éventuelle corrélation entre les carbohydrates et les MES.....</i> | <i>21</i> |
| <i>Figure 18 : Diagramme et tableau représentant les résultats obtenus pour l'azote total.....</i> | <i>22</i> |
| <i>Figure 19 : Diagramme et tableau représentant les résultats obtenus pour l'azote ammoniacal.....</i> | <i>23</i> |
| <i>Figure 20 : Diagramme et tableau représentant les résultats obtenus pour les protéines.....</i> | <i>24</i> |

INTRODUCTION

Le Canada fait partie des pays les plus riches en eau. En effet, neuf pays sur la planète se partagent environ 60% des ressources hydriques. Ces neuf pays sont le Brésil, l'Inde, la Russie, les Etats-Unis, la Colombie, la Chine, le Congo, l'Indonésie et le Canada bien sûr. Ce dernier possède, à lui seul, 20% des réserves en eau douce de la planète. Le Québec n'est pas en reste car il détient à lui seul 3% des réserves en eau douce de la planète avec ses 4500 rivières et ses 500000 lacs. Il faut ajouter que 10% du territoire est couvert d'eau douce. D'ailleurs, cette importante concentration en eau se situe dans le bassin hydrographique du Saint-Laurent (environ 40%).

La gestion de l'eau est, sans nul doute, un enjeu majeur du XXI^{ème} siècle. Le Canada, avec son importante ressource hydrique, se voit alors privilégié mais aussi très responsable de cette capacité. Cependant, il faut préciser qu'à Québec, le paiement de la consommation d'eau ne se fait pas via des compteurs mais via des taxes. Cette taxe est la même pour tous, qu'importe la quantité d'eau utilisée. C'est une des raisons pour laquelle la consommation d'eau est, ici, anormalement élevée, environ 540 litres d'eau par personne au quotidien, soit plus du double de la consommation moyenne en Europe.

Cette gestion des eaux a aussi été remise en cause durant mon séjour à Québec puisque peu après mon arrivée, le gouvernement a dû faire face à l'incident majeur de Lac-Mégantic. En effet, un train a déraillé le samedi 6 Juillet 2013. Ce train transportait du pétrole et a violemment explosé, entraînant la mort de dizaines de personnes, des dizaines de disparus et une destruction du centre ville. Suite à ce déraillement puis cette explosion, il y a eu confirmation d'un déversement de pétrole dans le lac Mégantic ainsi que dans la rivière Chaudière. Une partie du pétrole s'est volatilisée dans l'air et une autre s'est déposée au fond de la rivière. Cette contamination implique donc les sols mais aussi l'eau. En effet, cette réserve d'eau potable était utile pour environ 100000 citoyens. Michel Rousseau, le sous ministre adjoint, a parlé d'un « mégadéfi » en raison du coût, du temps et des ressources nécessaires pour décontaminer la zone polluée.

Le traitement des eaux usées est alors devenu un incontournable. En effet, les rejets de pollution dans l'eau peuvent causer la dégradation de l'environnement et à dose élevée, peuvent même provoquer des pénuries d'eau potable : c'est pourquoi il est important de purifier l'eau afin de la rejeter à l'environnement.

PRÉSENTATION DE L'UNIVERSITÉ LAVAL ET DU CADRE DU STAGE

I. L'Université Laval

Forte de son histoire, l'Université Laval, située à Québec, fait partie des plus grandes universités du Canada. En effet, elle a été fondée en 1663 par François de Montmorency-Laval avec pour nom, le Séminaire de Québec. C'est donc la première université francophone en Amérique. Cet établissement d'enseignement deviendra, deux siècles plus tard (en 1852), l'Université Laval et représentera la source de l'enseignement supérieur distribuée en français grâce notamment à la reine Victoria. Plusieurs périodes ont marqué l'histoire de l'université mais une des plus importantes est la décennie entre 1960 et 1970 correspondant à l'essor de la recherche. C'est durant cette période que l'université s'étoffe : en 10 ans, la population étudiante double (de 6000 à 15000). Aujourd'hui, elle compte 44000 étudiants et offre un campus d'une taille remarquable : 1,9 km². Il est composé de 30 pavillons tous reliés grâce à un réseau souterrain. Nombreux services sont aussi proposés aux étudiants : art, culture, sport,... Le campus (Figure 1) est véritablement une petite ville dans la ville de Québec.

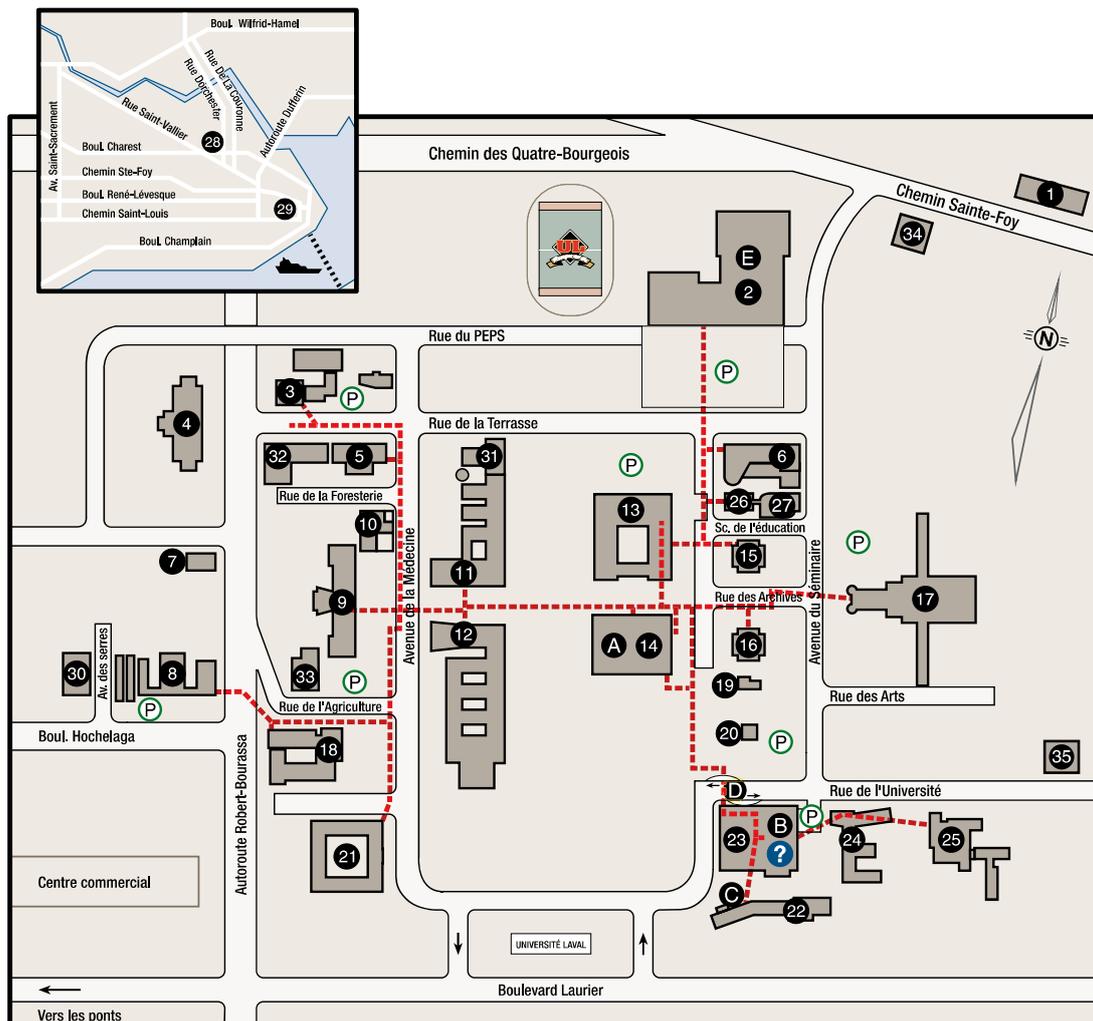


Figure 1 : Plan du campus de l'Université Laval

Composée de 17 facultés différentes, l'Université propose quelques 400 programmes d'étude, 435 partenaires universitaires internationaux regroupés dans 64 pays, 200 associations étudiantes. Au classement mondial des universités, l'établissement se situe à la 324^{ème} place alors qu'elle est au 7^{ème} rang à l'échelle canadienne. Ceci est rendu possible grâce notamment au nombre très élevé de professeurs, environ 2500 mais aussi avec son budget non négligeable dédié à la recherche, quelques 280 millions de dollars pour 257 groupes de recherche.

II. La chaire de recherche, modelEAU

Le groupe de recherche modelEAU a été créé en 2006 par le professeur Peter Vanrolleghem. Il est composé de plusieurs chercheurs : dix étudiants gradués, trois postdoctorants et deux professionnels de recherche. Autour d'eux viennent s'ajouter des stagiaires mais aussi des étudiants à la maîtrise pour des périodes plus ou moins longues.

Ce groupe est spécialisé dans la modélisation de la qualité de l'eau. Son objectif principal est de développer des outils pour l'amélioration de la qualité de l'eau que ce soit en rivière, en usine de traitement d'eaux usées, en bassins versants. Pour cela, des méthodologies de modélisation sont envisagées et des modèles sont conçus à partir de la collecte et de l'étude des données. Ainsi, le groupe développe des modèles et cherche à optimiser la gestion de différents systèmes d'eau. Actuellement, plusieurs projets sont en cours de réalisation. On retiendra notamment :

- primEAU (modèle dynamique pour la décantation primaire), sujet abordé durant mon stage,
- micrEAU (micropolluants),
- alEAU (contrôle de l'addition d'alun pour le traitement primaire),
- respirEAU (respirométrie avancée pour la calibration d'un modèle de boue activée),
- monEAU (station de mesure automatisée de la qualité de l'eau),
- retEAU (bassins de rétention en réseau d'égout),
- rivEAU (intégration de l'écohydraulique dans la gestion des eaux pluviales).

III. La Station Est de Québec

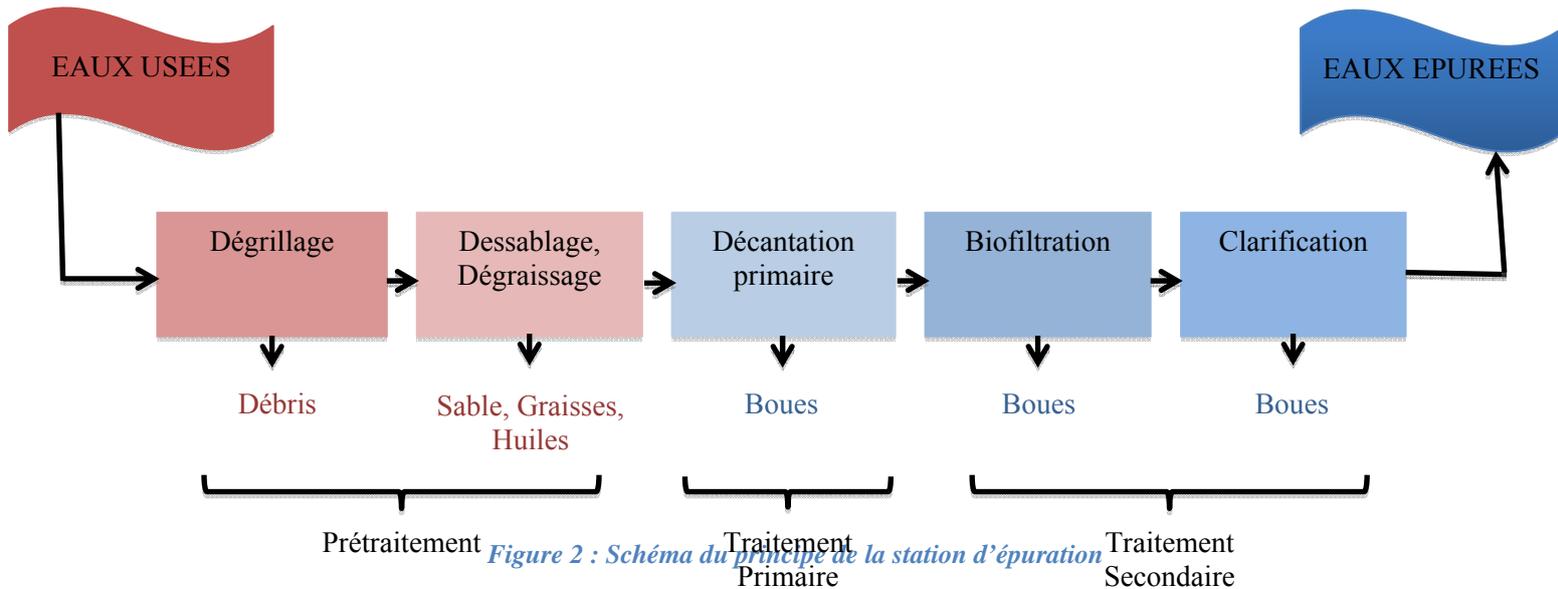
La station Est de Québec où le pilote primEAU est installé fonctionne en cinq étapes de la manière suivante (Figure 2):

- Le dégrillage permet d'enlever les matières solides grossières des effluents et de les acheminer vers un incinérateur représentant quelques 500 tonnes par an,
- Le dessablage/déshuilage/dégraissage permet de racler le sable tombé au fond du bassin (sable plus dense que l'eau) et de l'acheminer vers un centre d'enfouissement représentant environ 1500 tonnes par an, mais aussi de racler en surface les huiles et les graisses remontées par une injection d'air représentant 800 tonnes par an,
- La décantation primaire permet de retenir 60 à 70% des matières en suspension (MES) grâce à des plaques lamellaires,
- La biofiltration permet de dégrader les matières organiques et inertes mais aussi en boues biologiques,
- La désinfection par ultraviolets permet de détruire 99,5% des bactéries coliformes.

Les deux premières étapes sont des phases de prétraitement. La décantation primaire est donc considérée comme une étape primordiale dans le traitement des eaux usées puisque

l'efficacité du procédé dépendra aussi de son efficacité. Sept décanteurs primaires de type lamellaires en nid d'abeille avec deux bassins de décantation chacun permettent une importante capacité de traitement et sont placés en parallèle. Une partie importante des matières en suspension (MES) est éliminée et les boues résultant de cette étape sont ensuite envoyées vers un digesteur.

Le traitement au complet permet d'éliminer environ 90% des MES et environ 85% de la demande biologique en oxygène (DBO) avec un temps de rétention assez faible puisqu'il est de 45 minutes dont 15 à 20 minutes dans les décanteurs primaires.



IV. Le projet primEAU

Dans le cadre de mon stage, j'ai été amenée à travailler au sein du projet primEAU, qui constitue le sujet du doctorat de Giulia BACHIS, focalisé sur l'étude et la modélisation de la décantation primaire.

Actuellement, il existe peu de modèles pour la décantation primaire. Les objectifs principaux de ce projet sont alors :

- La modélisation du décanteur primaire,
- La maximisation de l'enlèvement de la DCO dans ce procédé à travers l'ajout de produits chimiques.

Cela permettra d'envoyer des boues plus riches en matière organique à la digestion anaérobie, afin de produire le biogaz et atteindre l'autonomie énergétique de la station d'épuration. Pour ce faire, il est donc indispensable de connaître toutes les données en amont et en aval de la décantation. Le projet est alors scindé en plusieurs parties (Figure 3) :

- La caractérisation et les bilans de matière du décanteur,
- La distribution des vitesses de chutes et des tailles de particules,
- Le fractionnement ASM (Activated Sludge Model),
- Le fractionnement ADM (Anaerobic Digestion Model).

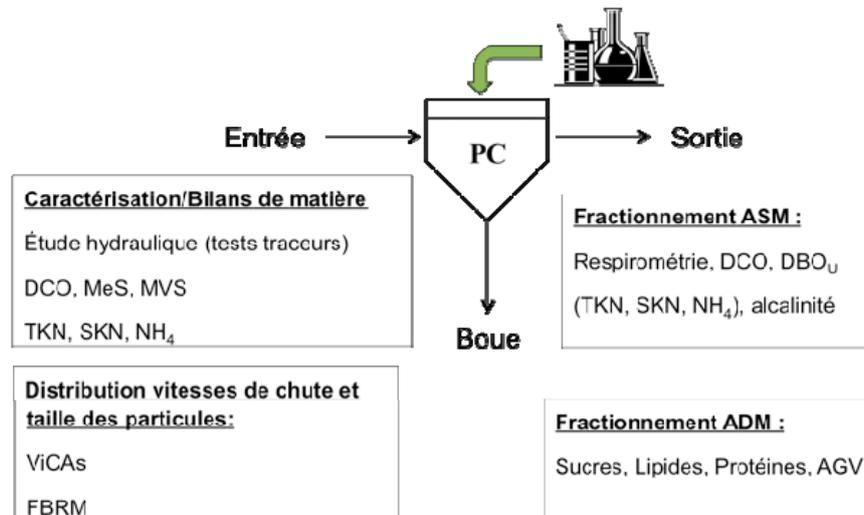


Figure 3 : Ensemble des données étudiées par le projet primEAU



Figure 4 : Photographies du décanteur primaire pilote

Le but de ce stage est donc d'étudier l'étape principale de ce procédé. En effet, la décantation primaire permet d'extraire une importante partie des matières solides mais aussi le surplus de graisses, d'huile,... Cette décantation est basée sur le principe physique de la gravité. Cependant, pour améliorer cette séparation, on va s'appuyer sur un principe chimique : la coagulation/floculation. Celui-ci est un procédé de traitement physico-chimique des eaux usées. Il suit alors les deux étapes suivantes :

- La coagulation : en ajoutant un réactif appelé coagulant, on déstabilise les particules colloïdales.
- La floculation : en ajoutant un autre réactif appelé floculant, on permet une agglomération des particules colloïdales en floes.

Suite à ces deux étapes successives, on peut obtenir des particules plus grosses et la décantation primaire est facilitée.

V. L'entreprise John Meunier Inc.

Le projet primEAU est financé par John Meunier Inc. Le groupe a donc fourni l'installation pilote située à la station d'épuration Est de Québec et reliée au réseau de la ville.

Cette entreprise familiale a été fondée en 1948 par John Meunier et elle est comprise dans le grand groupe Veolia Eau. En effet, John Meunier Inc. fait partie intégrante de la filiale Veolia Water Solutions & Technologies qui constitue la partie technologique de Veolia Eau, elle-même division de Veolia Environnement. Veolia Eau est la plus grande entreprise privée dans le monde qui fournit des services liés à l'eau.

VI. Le partenariat avec l'Université de Montréal (UdM)

Le projet primEAU, subventionné aussi par le CRSNG (Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie) inclue une partie de recherche sur les micropolluants. Le professeur en Chimie Analytique Environnementale, Sébastien Sauvé de l'Université de Montréal collabore donc dans le projet pour le développement de l'étude liée aux polluants émergents (CEC – Contaminants of Emerging Concern).

Chaque semaine, des sous-échantillons des échantillons prélevés au pilote étaient aussi envoyés à l'UdM afin qu'ils procèdent à l'analyse de certains micropolluants présents dans les eaux usées.

OBJECTIFS ET DÉROULEMENTS DU STAGE

I. Objectifs du stage

Le sujet de mon stage était donc : « Gestion d'un pilote de décantation primaire : échantillonnage, fractionnement des échantillons en composés biodégradables et en carbohydrates/lipides/protéines. ». Pour ce faire, il était important de faire varier différents paramètres comme le débit, l'addition de plusieurs composés chimiques ou même la charge en termes de polluants pour pouvoir analyser le comportement du décanteur primaire en relation avec les paramètres principaux qui peuvent affecter son efficacité. Ces variations permettaient d'étudier le rendement de la décantation à différentes conditions et d'évaluer l'effet du procédé sur les polluants traditionnels mais aussi sur les fractions telles que carbohydrates, lipides et protéines qui permettront ensuite de lier le modèle de décantation primaire avec les variables du modèle ADM.

II. Méthodologie du stage

Le décanteur primaire pilote se situe à Beauport, un arrondissement de Québec. La première tâche de la semaine de travail était de démarrer le pilote le lundi, les conditions opératoires ayant préalablement été établies (Figure 5). Les paramètres à faire varier étaient :

- Le débit d'eau usée : soit 2, 6 ou 8 m³/h,
- L'addition de composés chimiques : aucun produit, tannin, ou alun (celui-ci additionné de polymère),
- La charge de polluants dans l'eau : faible (la nuit) ou forte (le jour), ce qui nous amenait à échantillonner soit à 6 h soit à 11 h.

La concentration de produit chimique à injecter à chaque essai était déterminée à travers un test préliminaire : le Jar test. Celui-ci se fait dans des béchers, où on observe le comportement de l'échantillon en ajoutant différentes concentrations des coagulants-floculants. L'alun est un composé chimique utilisé dans la plupart des stations d'épuration : un des objectifs de cette campagne d'échantillonnage est de savoir si le tannin, coagulant/floculant et produit naturel, peut le remplacer.

La dernière condition permettait de rendre compte et d'établir une relation entre l'activité humaine-industrielle et la composition de l'eau usée.

| | Février | Mars | Avril | | | | | Mai | | | | | Juin | | | | Juillet | | | | | Août | | | | Septembre | | | |
|--------------|------------------|-----------------------|--------------|----------|----------|----------|----------|--------------|----------|----------|-------|-----|-------|-------|-------|-----|---------|-------|-------|------|-----|-------|-------|-------|-----|-----------|-------|-------|--|
| Semaines | 4-8 11-15 8-25 | 4-8 11-15 18-22 25-29 | 1-5 | 8-12 | 15-19 | 22-26 | 29-3 | 6-10 | 13-17 | 20-24 | 27-31 | 3-7 | 10-14 | 17-21 | 24-28 | 1-5 | 8-12 | 15-19 | 22-26 | 29-2 | 5-9 | 12-16 | 19-23 | 26-30 | 2-6 | 9-13 | 16-20 | 23-27 | |
| S. Leduc | | | | | | | | | | Jar-test | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| G. Bachis | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| T. Maruéjols | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| F. Naslin | Arrivée Lectures | Formation | Semaine test | 6-φ-jour | 6-φ-nuit | 2-φ-jour | 2-φ-nuit | 6-Allun-jour | Jar-test | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| I. Pacheco | Arrivée Lectures | Formation | | | | | | Traitement | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| F. Deliens | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| C. Gautier | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| C. Lutignier | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| J. Cigna | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

Figure 5 : Tableau représentant le planning des conditions opératoires

Avant de lancer le pilote et notamment la pompe, il ne fallait pas oublier de nettoyer la pompe et les tuyaux, et de préparer les injections des composés chimiques lorsqu'il y en avait.

Le mardi matin, on récupérait les échantillons afin de pouvoir réaliser nos analyses. Ceux-ci étaient au nombre de trois : l'entrée, la sortie et les boues. L'entrée, comme la sortie, avait trois vannes d'échantillonnage, permettant un échantillonnage triple simultané, afin d'évaluer la variabilité environnementale des échantillons. Nous récoltions ainsi trois chaudières (A, B et C) de 15L d'eau pour l'entrée ainsi que pour la sortie. Pour la boue, une chaudière était remplie de deux purges successives du décanteur.

Il fallait ensuite séparer trois sous-échantillons de chaque chaudière qui étaient systématiquement envoyés à l'UdM dans des bouteilles en polypropylène de 500mL, gardées au frais grâce à des packs de glace pour stopper toute réaction pouvant avoir lieu. De la même façon, les échantillons qui ne pouvaient pas être analysés dans la journée devaient être gardés dans la chambre froide à la température de 4°C.

Le mardi après-midi et la journée de mercredi étaient dédiés à la préparation, à la manipulation et à l'analyse des échantillons en laboratoire. Le jeudi était consacré à l'étude des résultats obtenus et nous pouvions refaire certaines expériences si des incompréhensions apparaissaient. Le vendredi nous permettait de mettre en exergue les résultats obtenus afin de les présenter le lundi matin dans une réunion avec l'équipe primEAU et de discuter des différents résultats obtenus. D'autres stagiaires faisaient des analyses complémentaires comme la détermination des MES (Matières En Suspension), des MVES (Matières Volatiles En Suspension), de la DCO (Demande Chimique en Oxygène) ainsi que de la distribution des vitesses de chute et de la longueur de corde des particules. J'avais aussi la tâche de récupérer certains de ces paramètres afin de pouvoir déduire quelques corrélations. Le vendredi après-midi nous permettait aussi d'assister à différentes réunions du groupe modelEAU et à certaines conférences organisées.

Il est nécessaire de préciser qu'avant toute manipulation en laboratoire, j'ai dû suivre une visite « sécurité » de ce dernier et passer le SIMDUT (Système d'Information sur les Matières Dangereuses Utilisées au Travail), test destiné à se familiariser avec l'environnement du laboratoire ou bien revoir certaines règles indispensables pour garantir la sécurité au laboratoire. Les principales règles à connaître sont aussi données en version informatique et à prendre en considération. Il existe aussi un service de récupération des déchets très strict à suivre (toxique, corrosif, biodéchets, etc).

PRINCIPE, MÉTHODES ET MATÉRIEL

Avant de passer à la description des analyses, il est important de préciser que dans le décanteur primaire, la concentration n'est pas uniforme que ce soit en entrée, en sortie, ou dans les boues. De plus, afin de valider la méthode analytique, nous devons faire un triplicata pour chaque échantillon (entrée, sortie, boue).

Certaines tâches m'ont été demandées au fur et à mesure du stage pour une meilleure compréhension des résultats et une analyse plus fine. Pour cela, j'ai dû, par exemple, calculer les abattements et faire des bilans de masse sur les lipides, les carbohydrates, l'azote total et les protéines comme suivant :

$$\text{Abattements} = \frac{C_e - C_s}{C_e} \times 100$$

$$\text{Bilan de masse} = \frac{Q_e C_e - Q_s C_s - Q_b C_b}{Q_e C_e} \times 100$$

Avec $Q_{E/S/B}$ les débits respectifs d'entrée, de sortie et de boues,
 $C_{E/S/B}$ les concentrations respectives d'entrée, de sortie et de boues

Ces deux valeurs sont données en pourcentage. Le but principal est de savoir si la décantation correspond à un abattement de ces fractions et le bilan de masse doit, tout naturellement, boucler. Une certaine marge d'erreur est néanmoins tolérée puisqu'on considère que le bilan était plutôt bon autour des 10-15%. On considérerait que cette erreur pouvait venir d'une erreur de manipulation ou bien d'un manque de précision sur les mesures (liés à la balance).

I. Extraction de lipides : méthode Soxtec

1. Principe

La détermination de la concentration en lipides se fait grâce à la méthode standard Soxtec. Cette méthode est basée sur le principe de l'extraction continue par solvant d'une espèce contenue dans un solide. Cette espèce chimique sera bien évidemment soluble dans le solvant sans quoi l'extraction n'aurait pas lieu. Ici, les substances chimiques extraites sont les lipides, plus précisément toute la matière grasse brute présente dans la phase particulaire de l'eau usée. Le solvant utilisé est l'hexane.

La méthode Soxtec est une méthode permettant de travailler avec six échantillons en même temps, de récupérer 60 à 70% du solvant utilisé. Elle comprend trois étapes différentes : l'ébullition et le rinçage qui constituent les phases d'extraction à proprement parler, suivies de l'étape de récupération de solvant pur et réutilisable. A travers ces différents cycles, le solvant est en contact avec les filtres (lipides) contenus dans les cartouches. Ainsi, il entraîne les lipides avec lui dans les coupelles. La dernière étape d'évaporation permet à l'hexane de s'évaporer et aux lipides de rester dans le fond des coupelles.

Le matériel utilisé, représenté ci-dessous dans la figure 6, a pour nom Soxtec extraction unit model 2043 de la marque Foss et se compose d'une unité d'extraction ainsi que d'une unité de contrôle.



Figure 6 : Photographies représentant l'unité de contrôle et d'extraction de la méthode Soxtec

2. Protocole

Avant de procéder à l'extraction, il faut préparer les échantillons à extraire. Premièrement, il faut filtrer des échantillons de l'entrée (1L), de la sortie (1L) et des boues (100 mL) en triplicata comme expliqué auparavant. Cette filtration se compose de plusieurs étapes. Tout d'abord, il faut ajouter à chacun de ces échantillons 5mL d'acide sulfurique concentré : ceci permet d'améliorer la qualité de l'extraction. L'acidification permet aux lipides en phase soluble de passer en phase particulaire afin de pouvoir les mesurer après filtration.

Ensuite, il faut filtrer les différents échantillons grâce à un Buchner dans lequel on met un disque de papier de soja puis un filtre Whatman 40. Une solution est ajoutée pour faciliter l'extraction : le Diatomaceous Earth à 10g/L. Après la filtration, il faut récupérer les deux filtres ainsi que les résidus restants grâce à de l'hexane et mettre le tout dans une cartouche, pour effectuer la méthode Soxtec. Après cela, les cartouches sont placées au four pendant 25 minutes à 150°C puis mises dans un dessiccateur. Cette étape doit être effectuée impérativement le même jour que le prélèvement des échantillons sur le décanteur pour éviter qu'il y ait des dégradations dans les chaudières ou que les réactions de coagulation/floculation se poursuivent.

Les cartouches passent une journée au dessiccateur, il faut ensuite ajouter un morceau de coton dégraissé imbibé d'hexane dans chaque cartouche puis adapter celles-ci dans l'unité d'extraction Soxtec. Avant de commencer l'extraction, il faut peser chacune des coupelles d'extraction pour avoir le poids initial, puis ajouter 50mL d'hexane (solvant). Avant de lancer l'extraction, l'unité de contrôle est programmé : température de travail à 150°C, temps de bouillonnement d'une heure et temps de rinçage de deux heures. Le solvant s'évapore finalement dans une troisième étape pendant 15 minutes pour garder uniquement les lipides dans le fond des coupelles et récupérer le solvant.

Ensuite, il faut peser de nouveau chacune des coupelles afin de connaître son poids final. La différence entre les deux masses permet de déduire la matière extraite.

3. Mise en garde particulière quant à la sécurité au laboratoire

Il est important de faire un petit retour sur la sécurité au laboratoire puisque certains petits soucis se sont produits lors de mes expériences. Dès la première semaine, on a subi une coupure de courant alors que l'expérience sur les lipides avait été lancée, la phase de rinçage était en cours. Il y avait donc de l'hexane en train de bouillir dans l'appareil, ce qui est très dangereux. Heureusement que le circuit de refroidissement d'eau fonctionnait sinon, il y aurait pu avoir une inflammation voire une explosion au niveau de la hotte puisque celle-ci ne fonctionnait plus en raison de la coupure de courant.

Un autre problème a eu lieu pendant la septième semaine. Cette fois-ci, il y a eu un problème au niveau de l'indicateur de débit en entrée : celui-ci a cédé alors que je retirais l'unité de la hotte sous laquelle elle était. Ce petit incident aurait pu être beaucoup plus grave s'il avait eu lieu pendant que l'expérience était en cours. En effet, si ce cas s'était produit, on aurait alors eu de l'hexane en train de bouillir sous la hotte et il n'aurait pas été refroidi par le circuit d'eau. Ainsi, de la même manière que précédemment, l'hexane étant très inflammable, il aurait pu se produire un incident.

II. Détermination des carbohydrates : méthode de Dubois

1. Principe

Cette technique a été mise en place par les étudiants ayant fait leur stage auparavant et s'appuyant sur la méthode de Dubois. Elle est basée sur le principe de colorimétrie par spectrophotométrie UV-visible. Cette méthode permet de calculer la concentration de carbohydrates dans les échantillons à analyser.

Les points positifs de cette méthode sont que la couleur orange est stable pendant un certain temps. On peut donc mesurer l'absorbance plusieurs heures après la fin du protocole tant que les tubes sont conservés à l'obscurité. Un autre point positif est que ce principe est très sensible puisqu'il fonctionne pour des faibles concentrations en carbohydrates. Cependant, il faut prendre toutes les précautions nécessaires lors de la manipulation du phénol car il est dangereux et doit d'ailleurs être conservé au frais (4°C) et à l'obscurité (bouteille recouverte de papier aluminium).

2. Protocole

Le protocole a donc été mis en place et vérifié plusieurs fois auparavant par les différents stagiaires. Comme l'entrée et les boues sont assez chargées en matière en suspension (MeS), il est nécessaire de les diluer avant de procéder à l'analyse. Il suffit de diluer l'entrée deux fois alors que pour les boues, la dilution est de 200 fois : elles sont, en effet, beaucoup plus chargées et très complexes. L'eau de sortie du décanteur primaire, étant moins chargée, ne nécessite pas de dilution.

Le protocole suit les différentes étapes suivantes : prendre 1mL d'échantillon à étudier et le mettre dans un tube en verre vide (tubes propres provenant des essais « Hach »), ajouter 1mL d'une solution de phénol à 5% et mélanger le tube au vortex, ajouter ensuite 5mL d'acide sulfurique concentré. Une couleur orange apparaît alors : elle provient de la réaction entre le phénol et les sucres ce qui déshydrate ces derniers en présence d'un acide fort. Cette couleur orange est alors proportionnelle à la concentration en carbohydrates de l'échantillon. Il faut alors placer les tubes dans le four à 150°C pendant 3 minutes et ensuite, les placer à l'obscurité pendant

au minimum 30 minutes. Finalement, on peut mesurer l'absorbance des différents tubes au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 487 nm. La concentration des échantillons est déduite par une courbe d'étalonnage préparée avec une solution mère de glucose à 20g/L.

La gamme étalon, représentée sur la figure 7, est constituée des solutions ayant de 10 à 100 mg/L de carbohydrates ainsi qu'un « blanc » (eau distillée additionnée des réactifs : phénol et acide sulfurique concentré). Grâce à une extrapolation de différentes solutions dont la concentration est déjà connue (et dont l'absorbance est mesurée), les concentrations en carbohydrates de nos échantillons peuvent être déterminées. Avant le passage des tubes au spectrophotomètre, il faut les mélanger au vortex et les essuyer avec un papier Kimwipe, afin de retirer toute trace sur le tube pouvant interférer avec la mesure de l'absorbance.

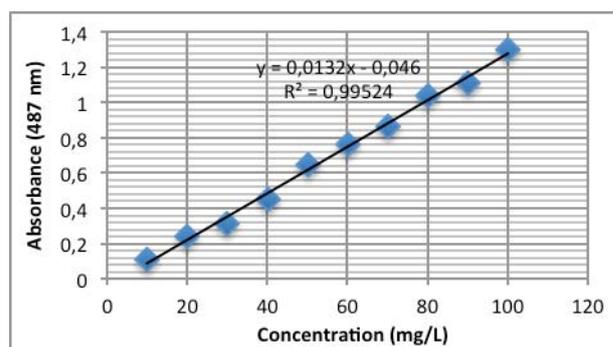


Figure 7 : Photographie de la gamme étalon à gauche et graphe de sa courbe d'étalonnage à droite

III. Quantification des protéines

1. Principe

La concentration en protéines des échantillons peut être approximativement déterminée à partir des mesures d'azote et d'ammonium (méthode Kjeldahl). La formule est exprimée de la manière suivante :

$$\text{Protéines} = 6,25 \times (\text{TKN} - [\text{NH}_3 - \text{N}])$$

Avec TKN : l'azote total Kjeldahl, soit l'azote total moins les nitrates/nitrites,
 NH₃-N : l'azote ammoniacal.

Il faut savoir que les nitrites (NO₂-N) et les nitrates (NO₃-N) sont négligeables dans les eaux usées d'entrée du décanteur primaire. On peut alors assimiler le TKN avec le TN, c'est-à-dire l'azote total. Il suffit donc de connaître les concentrations en azote total et ammoniacal pour appliquer la formule.

Ces analyses étaient assez simples car il fallait utiliser des kits de tubes fabriqués par la compagnie Hach (même distributeur que le spectrophotomètre). Les réactifs pour quantifier l'azote total comme l'azote ammoniacal étaient déjà présents dans les tubes. Ci-dessous, sont répertoriées les précautions à prendre pour chacune des quantifications :

- L'azote ammoniacal (NH₃-N)

La turbidité et la présence de solides en suspension causent une interférence positive à l'azote ammoniacal. Les solides en suspension et la turbidité peuvent être enlevés par filtration. Pour quantifier correctement l'azote ammoniacal dans les différents échantillons, il faut donc filtrer chacun d'entre eux. De plus, l'azote ammoniacal étant soluble, la filtration n'entraîne aucune perte. La filtration était donc effectuée sur des filtres de porosité de $0,45\mu\text{m}$ et les échantillons étaient ensuite analysés grâce au kit représenté ci-dessous (Figure 8).



Figure 8 : Photographie du kit permettant de mesurer le taux d'azote ammoniacal dans les échantillons

- L'azote total

Pour la mesure de l'azote total, il ne faut pas filtrer les échantillons, car l'azote se trouve dans la phase soluble ainsi que dans la phase particulaire de l'eau usée. Cependant, puisque les boues peuvent être très chargées, il faut diluer entre 5 et 10 fois les échantillons en fonction de l'aspect. Ensuite, le kit représenté ci-dessous (Figure 9) permet de faire le test.



Figure 9 : Photographie du kit permettant de mesurer la concentration d'azote total dans les échantillons

2. Protocole

Après que les échantillons et les réactifs aient été ajoutés dans les tubes avec une pipette Eppendorf, une phase d'attente suivait, environ 15 minutes pour l'ammonium et 1h15 pour l'azote total (en raison d'un chauffage au four à 100°C pendant 1h). Ensuite, l'absorbance était lue au spectrophotomètre. Ceci était rendu plus facile car tous les tubes étaient munis d'un code barre déchiffré par le spectrophotomètre. Ce dernier pouvait donc mesurer directement l'absorbance puisqu'il reconnaissait le tube. Il n'y avait donc pas besoin de faire une gamme étalon ou de faire un tube à blanc.

RESULTATS

Chaque lundi, une réunion avait lieu avec Giulia, Thibaud, Sylvie, Paul et Peter ainsi que les autres stagiaires. Une présentation des résultats des expériences ainsi qu'une comparaison avec les résultats obtenus précédemment étaient alors faites. Puis une discussion sur les attentes, les résultats et les problèmes prenait suite. Sylvie envoyait, après chacune de ces réunions, un cahier des tâches à remplir durant la semaine : expériences complémentaires pour une amélioration de la présentation et pour apporter des explications aux problèmes rencontrés durant la réunion.

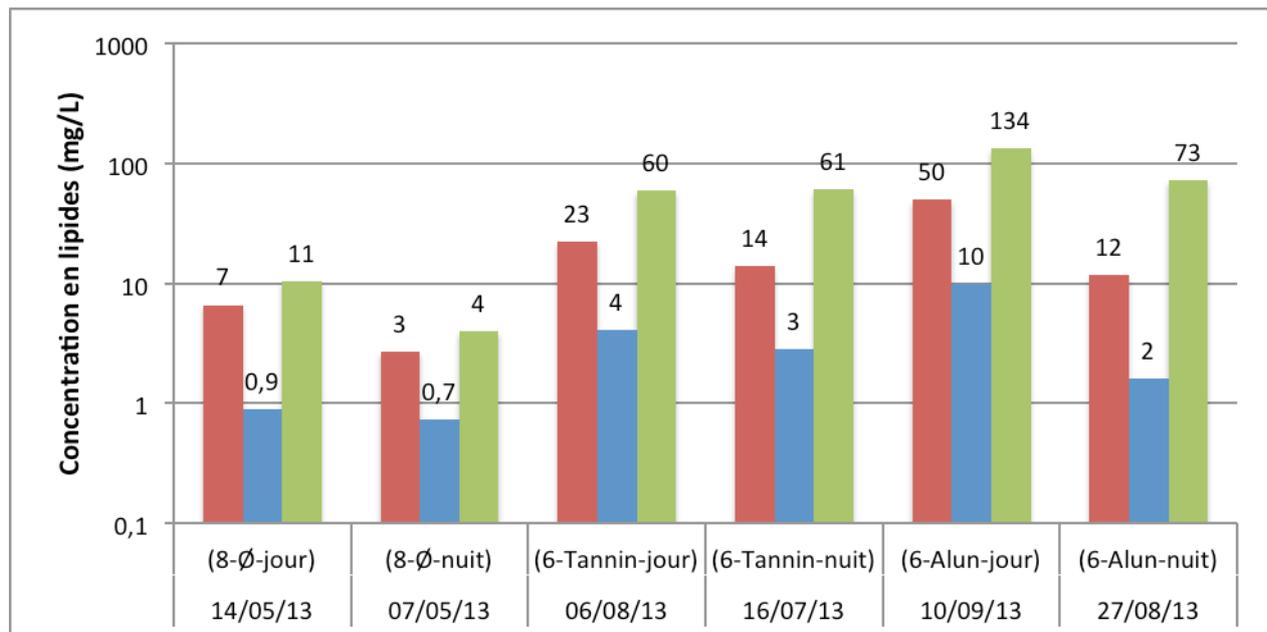
Dans cette partie, un ensemble des résultats obtenus sera présenté et expliqué. Il faut aussi faire attention avec tous ces résultats puisque certains résultats utilisés dans cette partie ont été obtenus par le stagiaire précédent, Ivan Pachéco dans le but d'avoir une plus grande panoplie de résultats pour une meilleure comparaison. En effet, toutes les expériences n'ont pas été faites à la même période. Il faut alors prendre en compte les changements climatiques. En période de pluie ou bien de fonte des neiges, les concentrations mesurées étaient diluées. C'est à cette période qu'Ivan a mené ses expériences. De plus, certaines expériences étaient à mettre de côté car il manquait des données (par exemple, manque du débit des boues car la purge n'a pas marché), ou car les pompes d'ajout de produits n'avaient pas bien fonctionnées. Il est important d'ajouter que le tannin a posé quelques soucis lors des échantillonnages. Effectivement, celui-ci bouchait les tuyaux des pompes permettant le traitement dans le décanteur, ainsi, le traitement n'était pas actif et certaines expériences ont dû être reportées.

I. Quantification des lipides

1. Résultats pour les lipides

a) Comparaison entre le jour et la nuit

Le diagramme et le tableau (Figure 10) permettent de voir les différences entre le moment de récupération des échantillons (jour et nuit).



| Date | 14/05/13 | 07/05/13 | 06/08/13 | 16/07/13 | 10/09/13 | 27/08/13 |
|--------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Abattements (%) | 86 | 73 | 82 | 80 | 80 | 86 |
| Bilan de masse (%) | 85 | 72 | 77 | 71 | 75 | 74 |

Figure 10 : Diagramme et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact de la charge du jour et de la nuit sur l'abattement des lipides

Au vu du diagramme et du tableau, nous pouvons remarquer que les échantillons (que ce soit l'entrée, la sortie ou bien les boues) sont moins chargés la nuit que la journée. En effet, ceci provient du fait que la nuit, il y a moins d'activité humaine ou industrielle. L'exception sur les boues du 16 Juillet, comparé au 6 Août n'est pas significative puisqu'elle ne diffère que d'un milligramme, elle peut provenir d'une petite erreur de manipulation.

Quant aux abattements, ils sont plutôt très bons pour chacune des expériences faites. Les bilans de masse, eux, ne bouclent pas. Des hypothèses sont alors à vérifier : il y a des lipides dans le tannin et dans l'alun, une réaction dans le décanteur se produit et mène à la formation de lipides. Des tests supplémentaires sur le tannin ont été réalisés et ont montré qu'il n'y avait pas de lipides dans le tannin.

b) Comparaison entre les débits

Le diagramme et le tableau (Figure 11) ci-après permettent de voir les différences entre les débits étudiés (2, 6 ou 8 m³/h).

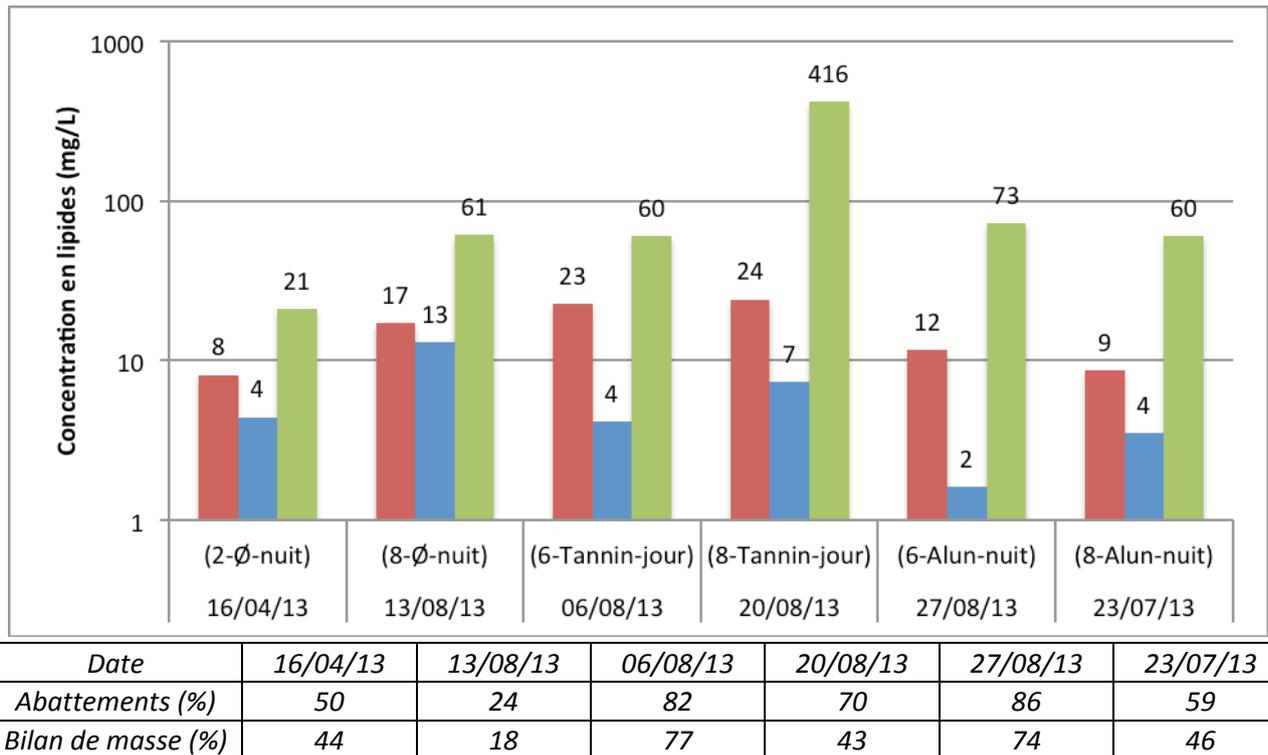


Figure 11 : Diagrammes et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact des débits sur l'abattement des lipides

Le diagramme et le tableau nous permettent de faire plusieurs conclusions quant aux débits. En effet, nous pouvons voir que pour un débit de 2 m³/h, l'abattement est très faible par rapport à celui à 8 m³/h. Cependant, grâce aux autres expériences, on s'aperçoit que l'abattement est nettement meilleur à 6 m³/h plutôt qu'à 8 m³/h. Il est de l'ordre des 80% pour un débit de 6 m³/h alors qu'il est dans les 70% pour un débit de 8 m³/h. Il faut noter qu'il est bien inférieur (60%) pour les conditions du 23 Juillet mais ceci s'explique par le fait que la concentration en lipides en entrée était très faible. Il est alors plus difficile pour le pilote d'éliminer une petite quantité de lipides, surtout quand le débit est un peu élevé car la décantation a alors moins le temps de se faire.

Quant aux bilans de masse, on s'aperçoit qu'ils ne sont pas très bons et encore moins avec une condition de fonctionnement à 6 m³/h. Pour le bilan de masse du 16 Avril, il est à mettre de côté puisque les conditions de l'expérience étaient différentes : on utilisait des coupelles en aluminium et les échantillons n'étaient pas acidifiés, ce qui explique que l'extraction était moins efficace et donc que le bilan de masse est moins bon.

Cependant, il faut prendre du recul avec ces résultats car nous travaillons à des débits supérieurs à la charge superficielle. Or, plus on s'éloigne du point de fonctionnement optimal du décanteur, plus ses performances sont faibles.

c) Comparaison avec ou sans ajout de composés chimiques (alun et tannin)

Le diagramme et le tableau (Figure 12) permettent de voir les différences entre l'ajout ou non de composé chimique dans le décanteur (rien, alun ou tannin).

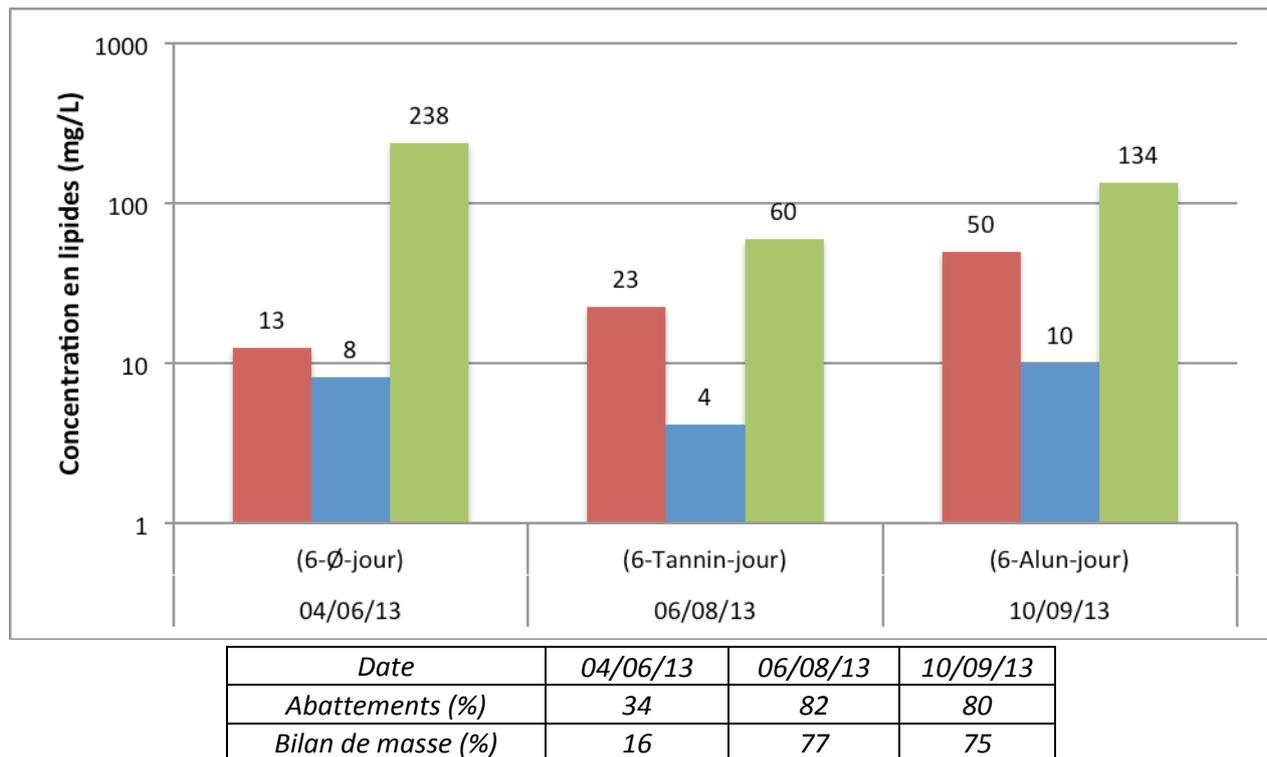


Figure 12 : Diagramme et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact de l'ajout ou non de composés chimiques sur l'abatement des lipides

Le tableau nous montre qu'un ajout de produits chimiques dans le décanteur primaire est nécessaire pour traiter et enlever les lipides. Effectivement, pour un débit de 6 m³/h, on s'aperçoit que les abattements passent de 34% sans ajout à plus de 80% avec ajout. Les deux traitements sont assez similaires puisque l'enlèvement des lipides est très proche et peu comparable puisque la teneur en lipides en entrée varie du simple au double entre ces deux semaines. Il semble donc que le tannin soit préférable puisqu'il est naturel et aussi efficace que l'alun.

Les bilans de masse ne bouclent pas non plus, il faut toujours émettre l'hypothèse d'une erreur de mesure ou d'une réaction de formation de lipides, ou bien d'interférences dans la mesure, ou encore d'erreurs dans les débits, etc...

2. Remarques

Lors du stage, une observation importante a été faite : en acidifiant les échantillons avant de les filtrer, on observait une détérioration des cartouches (en présence surtout de l'alun) et certains morceaux de cartouches tombaient alors dans les coupelles et faussaient les résultats de l'extraction. Cette étape d'acidification était néanmoins nécessaire puisqu'Ivan, le stagiaire précédent avait fait des tests et avait conclu que l'acidification facilitait l'extraction des lipides. Ainsi, lors d'une réunion, la décision de tester le pH de la solution filtrée a été prise. Il devait être égal à 2. Il fallait alors mesurer le pH avant l'ajout d'acide sulfurique et rajouter petit-à-petit l'acide pour que le pH ne descende pas en dessous des 2 admis.

II. Quantification des carbohydrates

1. Résultats pour les carbohydrates

a) Comparaison entre le jour et la nuit

Le diagramme et le tableau (Figure 13) permettent de voir les différences entre le moment de récupération des échantillons (jour ou nuit).

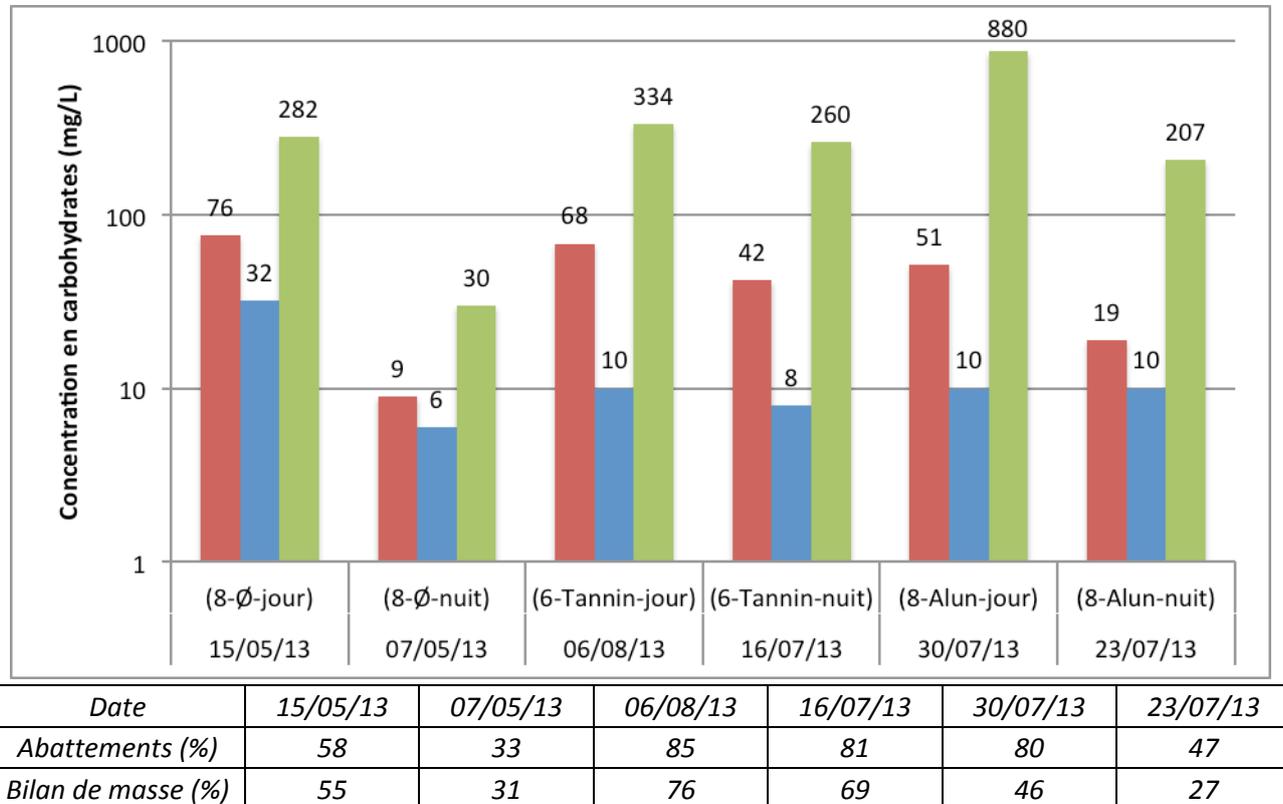


Figure 13 : Diagramme et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact de la charge du jour et de la nuit sur l'abattement des carbohydrates

Au vu des résultats, on constate que la nuit est globalement moins chargée que la journée. Ceci s'explique par le fait que l'activité industrielle et humaine est moins importante : il y a donc moins de rejet. De plus, les abattements ainsi que les bilans de masse sont meilleurs avec un échantillonnage ayant lieu le jour. Ceci est lié à la première remarque : en effet, le jour, il y a plus de carbohydrates à éliminer. On peut donc en conclure que le décanteur est plus efficace sur une grosse charge à éliminer plutôt qu'une petite.

b) Comparaison entre les débits

Le diagramme et le tableau (Figure 14) permettent de voir les différences entre les débits utilisés (2, 6 ou 8 m³/h).

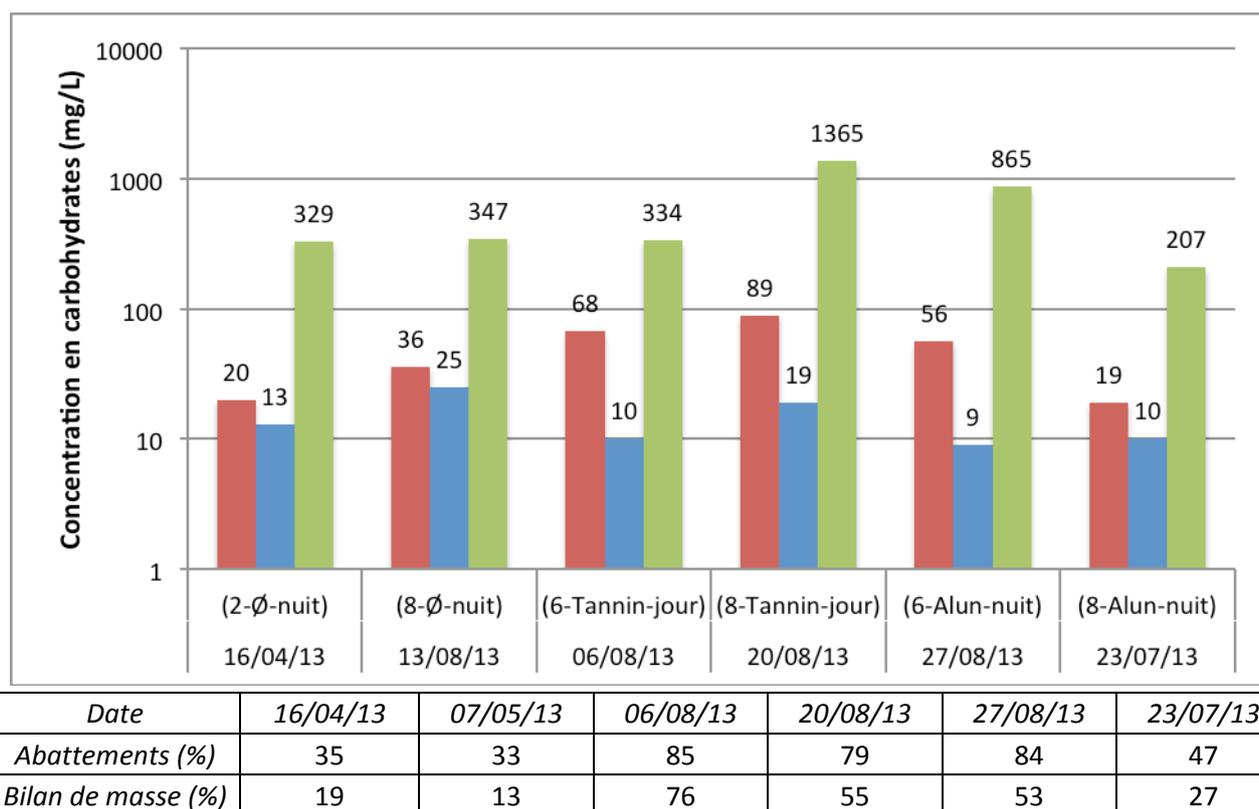


Figure 14 : Diagramme et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact des débits sur l'abattement des carbohydrates

Au vu de ces résultats, nous pouvons voir que les abattements sont plutôt similaires et faibles en ce qui concerne les débits de 2 et de 8 m³/h (avec l'addition d'alun ou sans ajout). Cependant, le débit de 6 m³/h offre un très bon abattement de l'ordre des 80 %, qu'importe les conditions d'ajout de composé chimique. On peut aussi s'apercevoir que la condition à 8 m³/h avec ajout de tannin est aussi très satisfaisante mais elle reste moins bonne qu'à 6 m³/h. Là encore, ceci peut se comprendre assez simplement : à 8 m³/h, le débit est plus élevé et la décantation a moins le temps de se faire de façon efficace.

Quant aux bilans de masse, on peut voir qu'ils sont assez satisfaisants, on peut néanmoins remarquer que pour les expériences des 6, 20 et 27 Août, ils ne sont pas très bons. Ceci peut s'expliquer par le fait que les boues étaient plutôt peu chargées et il aurait sans doute fallu une dilution moins importante pour calculer les carbohydrates dans les boues, même si la dilution opérée était de 100 au lieu de 200 (prévue par le protocole). Il y a donc eu une source d'erreur plus importante sur les mesures.

c) Comparaison avec ou sans ajout de composés chimiques (alun et tannin)

Le diagramme et le tableau (Figure 15) permettent de voir les différences entre l'ajout ou non de composés chimiques (rien, alun ou tannin).

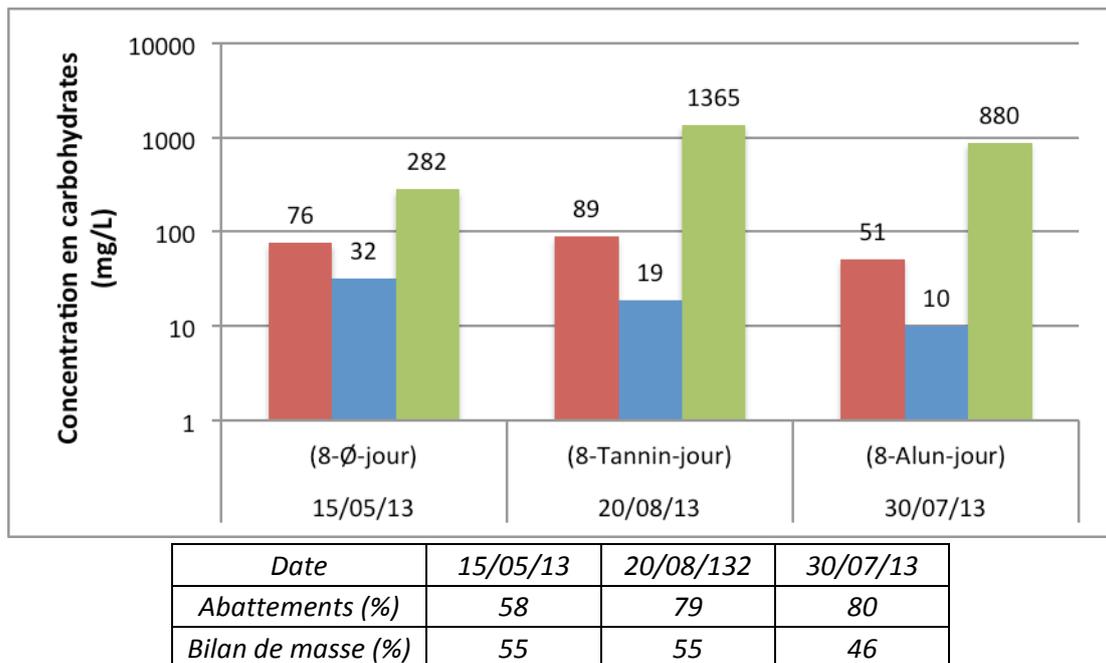


Figure 15 : Diagramme et tableau représentant différentes conditions pour comparer l'impact de l'ajout ou non de composé chimique sur l'abattement des carbohydrates

Ce tableau nous permet de remarquer assez facilement que le traitement avec ajout de composé chimique permet d'éliminer les carbohydrates efficacement. En effet, on remarque que l'abattement avoisine les 60% lorsqu'on laisse le pilote de décantation sans ajout alors qu'il s'approche des 80% avec un traitement chimique. Pour comparer les différents ajouts (alun et tannin), il est plus difficile de faire une conclusion tranchante. En effet, les abattements sont similaires ; cependant, le bilan de masse est légèrement meilleur pour l'alun. Mais le bilan de masse n'est pas l'élément sur lequel il faut se baser pour sélectionner le meilleur traitement. Il faut aussi prendre en compte le coût que cela implique et les effets sur les éliminations des autres « composés ».

2. Corrélation entre les carbohydrates et la DCO totale

Un des objectifs de mon stage était aussi de pouvoir vérifier l'existence d'une corrélation entre les concentrations des carbohydrates et de la DCO totale. La figure 16 représente donc la concentration en carbohydrates de l'entrée, de la sortie et des boues en fonction de la DCO.

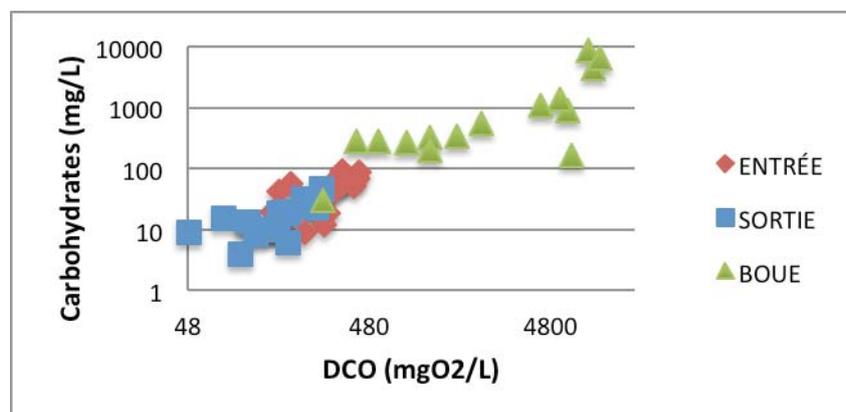


Figure 16 : Graphe représentant la corrélation entre les carbohydrates et la DCO

Le graphe est en échelle logarithmique puisque les boues sont très concentrées en carbohydrates. Normalement, en l'absence de carbohydrates, il ne devrait pas y avoir de demande chimique en oxygène et ainsi, la droite représentant les carbohydrates en fonction de la DCO devrait passer par zéro. J'ai donc tracé les différentes droites suivantes, une courbe linéaire des tendances donnée directement par Excel ($y = 0,57x - 178,97$ avec $R^2 = 0,67$) ainsi qu'une autre droite passant par l'origine cette fois ($y = 0,53x$ avec $R^2 = 0,66$). En comparant les pentes, on s'aperçoit qu'elles sont tout de même assez proches et on peut facilement s'apercevoir qu'en effet, il existe bien une corrélation même si elle n'est pas parfaite. En effet, lorsque je mesurais l'absorbance des échantillons au spectrophotomètre, je ne trouvais pas forcément deux valeurs identiques sur un même tube. En effet, cela dépendait du temps de mélange des tubes au vortex et de la position dans laquelle je mettais le tube dans le spectrophotomètre. Il fallait aussi refaire la courbe d'étalonnage tous les jours puisqu'à cause de ces imperfections, la droite n'était pas la même chaque semaine.

De plus, au cours de ce stage, il a été décidé de ne pas faire les échantillons de l'entrée, de la sortie et des boues en même temps que la courbe d'étalonnage pour éviter que les premiers tubes réagissent alors que les derniers ne sont pas encore remplis. Il y avait donc moins de temps écoulé entre le premier et le dernier tube et ainsi, les réactifs n'avaient pas vraiment le même temps pour réagir.

Finalement, on peut conclure qu'il y a une variabilité dans la composition des eaux usées d'une semaine à l'autre, ce qui entraîne une variation de la fraction des carbohydrates.

3. Corrélation entre les carbohydrates et les MES

Un autre objectif était de voir l'évolution entre les carbohydrates et les MES (Matières En Suspension). Pour cela, Julie Cigna m'a donné les résultats de ces observations. La figure 17 représente la concentration en carbohydrates de l'entrée, de la sortie et des boues en fonction des MES.

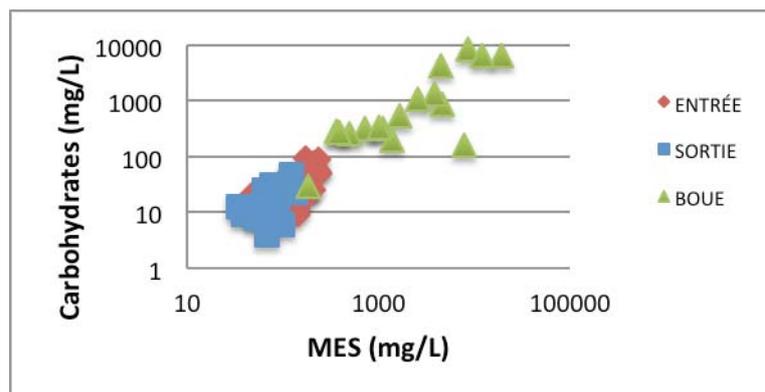


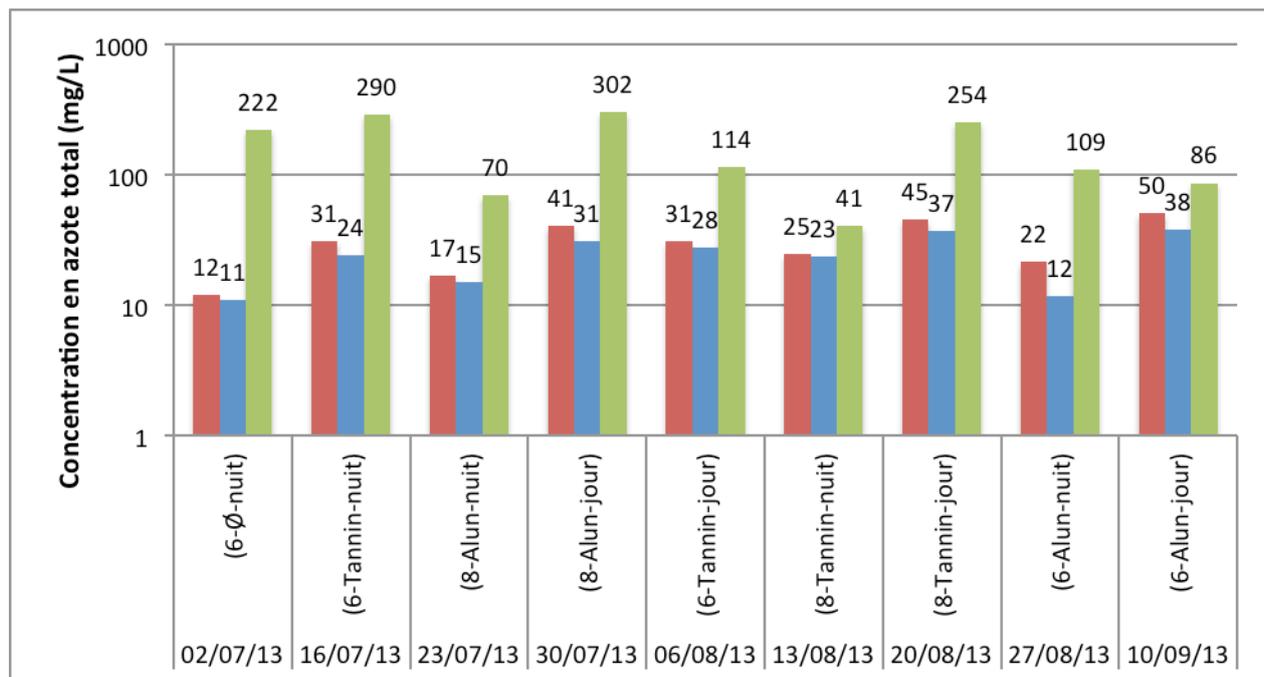
Figure 17 : Graphe représentant l'éventuelle corrélation entre les carbohydrates et les MES

Pour les mêmes raisons que précédemment, les résultats sont exprimés en échelle logarithmique. Sur ce graphe, nous pouvons voir qu'il n'existe pas de réelle corrélation entre ces deux paramètres puisqu'on ne distingue pas vraiment de tendance mais plutôt un nuage de points.

III. Analyse de l'azote total, ammoniacal et des protéines

1. Résultats pour l'azote total

L'azote total se compose de toutes les formes d'azote retrouvées dans les eaux usées (azote ammoniacal et azote organique). Le diagramme et le tableau (Figure 18) permettent de voir les différences de taux d'azote total durant les onze semaines d'échantillonnage.



| Date | 02/07/13 | 16/07/13 | 23/07/13 | 30/07/13 | 06/08/13 | 13/08/13 | 20/08/13 | 27/08/13 | 10/09/13 |
|--------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Abattements (%) | 15 | 21 | 11 | 24 | 9 | 5 | 18 | 45 | 24 |
| Bilan de masse (%) | -2 | 4 | 5 | 10 | 3 | 4 | 11 | 36 | 23 |

Figure 18 : Diagramme et tableau représentant les résultats obtenus pour l'azote total

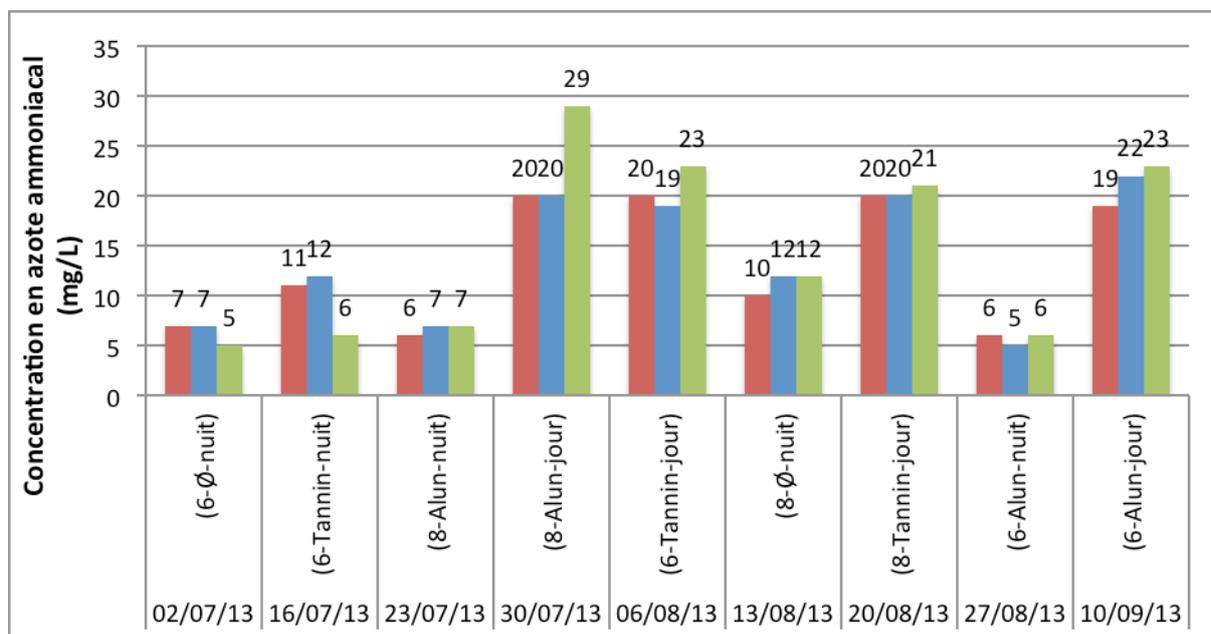
Une tendance est observée : le taux d'azote total est plus important dans les boues que dans l'eau d'entrée et de sortie où les valeurs sont très proches. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'azote se retrouve majoritairement dans la fraction insoluble (boues) même si globalement, les différentes formes de l'azote sont solubles.

Les différentes conditions étudiées ne semblent pas avoir de réel impact sur le taux d'azote total. Cependant, au vu des résultats, il faut noter que certaines semaines, l'écart type entre plusieurs mesures pour les boues était très élevé : l'homogénéité et la reproductibilité sont donc difficiles à obtenir.

2. Résultats pour l'azote ammoniacal

Dans les eaux usées, différentes sources peuvent être le résultat de la présence d'ammonium. Ce composé inorganique peut provenir d'un processus de minéralisation microbologique mais aussi de la décomposition de l'urée. Sa toxicité est importante, c'est pourquoi son taux dans les stations d'épuration est très surveillé et son élimination est une priorité.

Le diagramme et le tableau (Figure 19) permettent de voir les différences de taux d'azote ammoniacal durant les onze semaines d'échantillonnage.



| Date | 02/07/13 | 16/07/13 | 23/07/13 | 30/07/13 | 06/08/13 | 20/08/13 | 27/08/13 | 10/09/13 |
|--------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Bilan de masse (%) | 0 | 2 | -17 | -1 | 5 | 0 | 16 | -16 |

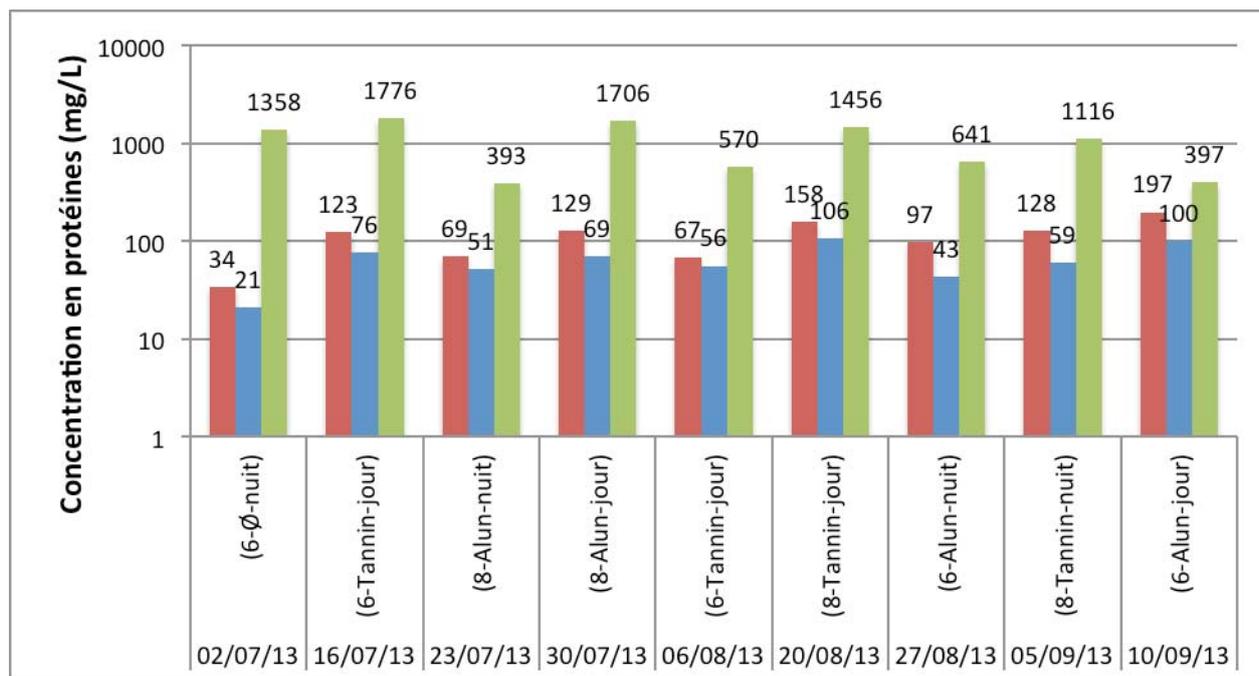
Figure 19 : Diagramme et tableau représentant les résultats obtenus pour l'azote ammoniacal

Tout d'abord, on s'aperçoit que le taux d'ammonium est variable d'un échantillonnage à l'autre et qu'il est impossible de trouver un rapport avec les différentes conditions étudiées. Ceci s'explique par le fait que les eaux usées ne sont pas toujours chargées de la même manière. Les valeurs aux trois points d'échantillonnage sont sensiblement les mêmes au sein d'une même journée. Cette stabilité s'explique par le fait que l'ammonium est soluble dans l'eau. Concernant les boues de l'expérience du 30 Juillet, la grande différence vient du fait qu'il a été impossible de filtrer les boues, la solution a alors été de laisser décanter mais même après un temps assez long, le surnageant était très épais et des fractions de particules ont pu fausser le taux d'ammonium.

Enfin, la concentration en ammonium est plus faible la nuit que la journée. Ceci s'explique simplement par le fait que l'origine principale de sa présence est sous forme d'urée. Or, l'activité humaine est plus faible la nuit donc les taux d'ammonium sont moins élevés.

3. Résultats pour les protéines

Comme expliqué auparavant, la concentration de protéines dans les eaux usées est directement liée aux concentrations en azote total et ammoniacal. Le diagramme et tableau (Figure 20) permettent de voir les différences de taux de protéines durant les onze semaines d'échantillonnage.



| Date | 02/07/13 | 16/07/13 | 23/07/13 | 30/07/13 | 06/08/13 | 20/08/13 | 27/08/13 | 05/09/13 | 10/09/13 |
|--------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Abattements (%) | 38 | 38 | 26 | 47 | 17 | 33 | 56 | 54 | 49 |
| Bilan de masse (%) | -1 | 11 | 16 | 21 | 1 | 20 | 44 | 37 | 46 |

Figure 20 : Diagramme et tableau représentant les résultats obtenus pour les protéines

Dans une première analyse, nous pouvons voir que l'abattement des protéines est moins bon que celui des carbohydrates ou des lipides (de l'ordre de 50% au lieu de 70-80%). Le décanteur primaire élimine donc de façon moindre les protéines.

Ces résultats nous montrent aussi que l'ajout de produits chimiques augmente la concentration en protéines notamment avec la solution de tannin. Des expériences complémentaires ont permis de conclure sur la présence d'azote dans le tannin (environ 20 g/L ce qui augmente la concentration d'azote de 2 mg/L) ainsi que sur sa présence dans l'alun mais en quantité moindre (environ 5 à 6 mg/L).

Là encore, il y a plus de protéines dans les boues qu'en entrée et en sortie. Ceci peut se justifier par le fait que les protéines se retrouvent de manière plus abondante dans les particules. On peut tout de même observer une diminution de la quantité de protéines entre l'entrée et la sortie. Le décanteur permet donc d'éliminer une quantité de protéines au vu des abattements (inférieurs à 60%).

CONCLUSIONS

J'orienterai la conclusion de ce rapport selon les deux axes qui me semblent importants. D'une part, je traiterai de l'objectif de ce stage, c'est-à-dire la meilleure façon de traiter les eaux usées en fonction des diverses expériences que nous avons menées tout au long de ces 11 semaines puis, d'autre part, je ferai un retour sur mon enrichissement personnel.

Du point de vue analytique, le plan de campagne nous a permis d'étudier des conditions opératoires diverses et variées. Notre objectif était donc, avec les autres stagiaires, d'étudier les conditions les plus efficaces pour traiter les effluents d'eaux usées et de savoir si le tannin pouvait substituer l'alun.

Il en ressort principalement que pour les carbohydrates et les lipides, les abattements obtenus avec le tannin sont corrects et assez proches de l'ajout d'alun et de polymère. Il faut aussi préciser le fait que malgré les Jar tests, l'alun a sûrement été surdosé sur certaines expériences. Il reste cependant des améliorations et des études/connaissances supplémentaires à faire sur le tannin ; en effet, celui-ci bouchait les tuyaux reliés au pilote pour le traitement. Après cette étude, il semble donc que le tannin, plus naturel, pourrait substituer l'alun. Enfin, il semble que le débit de 6 m³/h permet un meilleur enlèvement des carbohydrates et des lipides.

Quant aux protéines, il est difficile de tirer une conclusion précise puisqu'il n'y a pas réellement de meilleur abattement avec un type de conditions précis. Ils dépendent surtout de la charge des eaux en entrée. De plus, l'alun et le tannin jouent tous les deux sur ces valeurs puisque les tests parallèles ont montré la présence d'azote et d'azote ammoniacal dans ces traitements.

Quant à la répétabilité des expériences, il semble qu'elle est difficile à obtenir puisque d'une semaine à l'autre, la composition des échantillons en entrée pouvait être absolument différente et on n'obtenait pas les mêmes valeurs ou mêmes abattements.

Du point de vue personnel, je peux tirer, là encore, plusieurs conclusions sur cette expérience.

Tout d'abord, j'ai pu découvrir en quoi consistait le métier de chercheur. Les tâches qui m'ont été confiées m'ont permis de traiter plusieurs aspects : le monde du laboratoire avec toutes les expériences, le traitement analytique sous Excel et sa compréhension (et la prise de décision comme de nouveaux tests) et la synthèse-présentation des résultats sous Powerpoint à l'ensemble du groupe. La polyvalence et la gestion du temps ont alors été présentes tout au long de mon stage.

Ensuite, je pense que ces synthèses-présentations orales ont été bénéfiques puisqu'elles consistaient en un lieu de partage d'information, de réflexion mais aussi d'écoute. Cela nous permettait ainsi d'enrichir nos connaissances car chaque stagiaire faisait un bilan de ces expériences et de ces conclusions. De plus, j'ai pu découvrir et comprendre l'importance et la complexité que représente le traitement des eaux usées.

Enfin, je finirai cette conclusion en précisant que ce stage m'a aussi permis de découvrir un nouveau pays ainsi que son système de fonctionnement. En outre, même si la langue officielle reste le français, certaines réunions et conférences étaient menées en anglais, ce qui m'a permis d'améliorer la compréhension et surtout le langage utilisé pour traiter du domaine de l'eau.

BIBLIOGRAPHIE

➤ Site Internet :

Gouvernement du Québec. L'eau au Québec : une ressource à protéger. [En ligne]. (2002)
Disponible sur : <<http://www.mddefp.gouv.qc.ca/eau/inter.htm>>. Consulté le 19/07/2013.

Veolia Water Solutions & Technologies. John Meunier Inc., la passion de l'eau. [En ligne]. (2013)
Disponible sur : <<http://www.johnmeunier.com/fr/>>. Consulté le 28/07/2013.

Faculté des Sciences et de Génie – Université Laval. modelEAU. [En ligne]. (mis à jour en 2013)
Disponible sur : <<http://modeleau.fsg.ulaval.ca>>. Consulté le 29/07/2013.