



ELIMINATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DES EFFLUENTS DE FOSSES SEPTIQUES PAR LES CHARBONS ACTIFS BIOLOGIQUES

MEMOIRE POUR L'OBTENTION DU
MASTER EN INGENIERIE DE L'EAU ET DE L'ENVIRONNEMENT
OPTION : EAU ET ASSAINISSEMENT

Présenté et soutenu publiquement le [Date] par

Mazebo N'Zinga MAMPUYA

Travaux dirigés par :

**Dr. Harinaivo A. ANDRIANISA, Laboratoire Eau, Dépollution, Ecosystème et Santé,
Fondation 2iE**

**Dr. Yohan RICHARDSON, Laboratoire Biomasse Energie et Biocarburants,
Fondation 2iE**

Jury d'évaluation du stage :

Président : Prénom NOM

Membres et correcteurs : Prénom NOM

Prénom NOM

Prénom NOM

Promotion [2013/2014]



Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement

Fondation 2iE- Rue de la Science - 01 BP 594 - Ouagadougou 01 - BURKINA FASO – IFU 00007748B

Tél. : (+226) 50. 49. 28. 00 - Fax : (+226) 50. 49. 28. 01 - Mail : 2ie@2ie-edu.org - www.2ie-edu.org

DEDICACE

Je dédie ce travail à

*L'Eternel Dieu des armées, de qui je tiens toute grâce, tout bien et en qui je me
suffis pleinement. Toute louange et toute Gloire lui soient rendues.*

*Ma mère feu Kimbene Claudine NDONGALA/MAMPUYA, qui je sais ne m'a
jamais perdu du regard, même de là-haut dans les cieux, A toi maman tout mon
amour et toute mon affection.*

*Mon père N'Zinga Patrice MAMPUYA, qui m'a toujours soutenu et encouragé.
Sans lui je ne serai sans doute pas parvenu jusqu'ici. Je t'aime Papa.*

Ma grand-mère Mémé Adèle qui prie beaucoup pour moi et ma famille

*Toute ma famille Ya Thierry, Marc, Diane ainsi que mes oncles et tantes qui me
soutiennent toujours et me donnent beaucoup d'amour.*

*Ma famille spirituelle, le Renouveau Charismatique Catholique de l'Université
de Ouagadougou BUISSON ARDENT pour le soutien et la fraternité toujours
témoignée.*

REMERCIEMENTS

Mes remerciements les plus sincères vont à l'endroit de :

Mes parents qui se sont sacrifiés continuellement pour moi et qui m'ont fait confiance durant mes études et tout mon cycle d'ingénierie.

Dr Yacouba KONATE, chef du LEDES et mon responsable pédagogique pour l'aval donné pour l'exécution du présent travail.

Dr Joël BLIN, chef du LBEB pour l'accueil chaleureux et l'accord donné pour l'exécution des travaux au LBEB.

Dr Anderson ANDRIANISA et Dr Yohan RICHARDSON, mes encadrants qui n'ont ménagé aucun effort pour le bon déroulement de ce stage, pour leur disponibilité et leurs encouragements continuels.

Messieurs Sohamäi HEMA, Noël TINDOURE, Bernard ZONGO pour tout leur soutien et leur encadrement pratique lors des travaux de laboratoire au LEDES.

Messieurs Odilon CHANGOTADE et Aziz SANOU pour leur accueil chaleureux et leur encadrement pratique lors des travaux de laboratoire au LBEB.

Mlle Mireize E. ALLADATIN et Mr Michel DIGBEU pour toute la collaboration et l'ambiance durant les travaux d'équipe.

Tous les doctorants du LBEB pour leurs conseils, leur attention et leurs apports continuels durant mes passages au LBEB.

Tout le personnel du LEDES et du LBEB pour les conseils et leur collaboration.

Milles Linda Dominique BAMBARA, Gloria KPINSOTON, Mireille T. MANTCHONG pour toute l'ambiance du stage et leurs apports au laboratoire.

Table des matières

DEDICACE.....	i
REMERCIEMENTS	ii
LISTE DES ABREVIATIONS	v
LISTE DES TABLEAUX.....	vi
LISTE DES FIGURES	vii
RESUME.....	viii
ABSTRACT	x
CHAPITRE 1 : INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 2 : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LES CHARBONS ACTIFS BIOLOGIQUES	4
2.1. Généralités	4
2.2. Les charbons actifs :	5
2.2.1. Origines ou précurseurs.....	5
2.2.2. Elaboration des charbons actifs.....	5
2.2.3. Propriétés des charbons actifs	6
2.3. Les charbons actifs biologiques :	7
2.3.1. Définition	7
2.3.2. Fixation des bactéries et formation du biofilm.....	7
2.3.3. L'activité microbienne à la surface des charbons actifs : la biodégradation.....	9
2.3.4. La biorégénération.....	10
2.3.5. Caractéristiques des charbons actifs et fixation des bactéries	13
CHAPITRE 3 : MATERIELS ET METHODES	16
3.1. Elaboration des charbons actifs.....	16
3.2. Caractérisation des charbons actifs	21
3.2.1. Caractérisation des propriétés d'adsorption	21
3.2.2. Caractérisation des propriétés chimiques de surface.....	23
3.3. Les eaux usées utilisées	23
3.4. Expérimentations.....	26
3.5. Méthodes analytiques	33
3.5.1. Analyses de la DCO	33
3.5.2. Analyse de la croissance bactérienne	35
CHAPITRE 4: RESULTATS ET DISCUSSIONS.....	37

4.1. Caractéristiques des charbons actifs.....	37
4.2. Méthode alternative d'analyse de la DCO	38
4.3. Tests d'adsorption en système batch	43
4.3.1. Expérience N°1	43
4.3.2. Expérience N°2	45
4.4. Test d'adsorption en système continu	47
4.5. Etude de l'évolution de la DCO en phase d'adaptation bactérienne	47
4.5.1. Expérience A	47
4.5.2. Expérience B	51
4.6. Etude de la croissance bactérienne	53
CHAPITRE 5 : CONCLUSION ET PERSPECTIVES	56
CONCLUSION	56
RECOMMANDATIONS ET PERSPECTIVES.....	57
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	59
ANNEXES	I

LISTE DES ABREVIATIONS

DCO : Demande Chimique en Oxygène

DBO₅ : Demande Biologique en Oxygène

pH : Potentiel Hydrogène

COT : Carbone Organique Total

STEP : Station d'épuration

2iE : Institut International d'Ingénierie de d'Eau et de l'Environnement

MO : Matière Organique

Indice de BM : Indice de Bleu de Méthylène

TSA : Tryptic Soy Agar

CA : Charbons actifs

CAB : Charbons actifs biologiques

ATP : Adénosine Triphosphate

SOUR : Specific Oxygen Uptake Rate

IUPAC : International Union of Pure and Applied Chemistry

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1: Paramètres physico-chimiques de l'eau usée issue du réacteur anaérobie R1	25
Tableau 2: Caractéristiques des charbons actifs	37
Tableau 3: Données des 42 échantillons pour l'implémentation de la méthode alternative d'analyse de la DCO	38
Tableau 4: Données des échantillons d'eau usées utilisés pour la validation de la méthode alternative d'analyse de la DCO	41
Tableau 5: Résultats du test d'adsorption en système continu	47

LISTE DES FIGURES

Figure 1: A gauche : Image MEB d'un charbon révélant la présence de macropores ; à droite : image MEB d'une surface de charbon actif complètement colonisée par les bactéries à travers un biofilm	8
Figure 2: Interactions Adsorption-Biodégradation (Biorégénération)	11
Figure 3 : Grains de bois Samba cubiques de 5mm après sciure	17
Figure 4 : Les charbons actifs CA1 après la pyrolyse lente	18
Figure 5 : Le charbon actif CA1 à la fin du processus d'élaboration.....	19
Figure 6 : Dispositif de l'imprégnation sous vide	20
Figure 7 : La deuxième phase de l'imprégnation	20
Figure 8 : Les charbons CA2 à la fin du processus d'élaboration.....	21
Figure 9 : Le réacteur anaérobie de la STEP de 2iE	24
Figure 10:Schéma de la STEP pilote de 2iE et circuit de traitement	25
Figure 11: Dispositif expérimental en réacteur batch	27
Figure 12 : Conteneur en PVC pour abriter les charbons actifs.....	27
Figure 13 : Configuration d'un bécher contenant les charbons actifs.....	28
Figure 14: Circulation de l'eau usée dans le bécher.....	29
Figure 15: Dispositif expérimental de l'expérience N°2	30
Figure 16: Dispositif expérimental en système continu	31
Figure 17 : Colonne contenant le massif de charbons actifs	31
Figure 18: le spectrophotomètre HACH Lange DR 5000.....	34
Figure 19: Détermination et position du point de charge nulle.....	38
Figure 20: Corrélacion entre DCO et surfaces des spectres UV entre 300 et 400 nm des effluents d'eaux usées domestiques collectées à la sortie d'un réacteur anaérobie pilote installé sur les sites expérimentaux de 2iE.....	40
Figure 21: Graphe de validation de la méthode alternative d'analyse de la DCO.....	42
Figure 22: Cinétiques d'adsorption obtenues au cours de l'expérience N°1	44
Figure 23: Cinétiques d'adsorption pour les charbons CA1, CA2 et CA3	45
Figure 24: Suivi de la DCO au cours du temps pendant la phase d'acclimatation dans les réacteurs contenant le charbon actif CA1 (A), CA2 (B), CA3 (C) et le réacteur témoin (Phase 1).....	48
Figure 25: Suivi de la DCO au cours du temps pendant la phase d'acclimatation dans les réacteurs contenant le charbon actif CA1 (A), CA2 (B), CA3 (C) et le réacteur témoin (Phase 2).....	50
Figure 26: Suivi de la DCO au cours du temps pendant la phase d'acclimatation dans les réacteurs contenant le charbon actif CA1 (A), CA2 (B), CA3 (C) et le réacteur témoin	52
Figure 27: Croissance bactérienne à la surface des charbons actifs : A gauche germes mésophiles totaux (milieu de culture TSA) et à droite coliformes totaux (Chromocult Coliform Agar).....	54

RESUME

La présente étude est réalisée dans le cadre d'un projet futur de conception d'une fosse septique compacte, performante en termes d'abattement de la pollution organique (MO) et adaptée à la classe moyenne africaine. Elle explore la performance de charbons actifs préparés localement pour être employés comme éco-matériaux filtrants dans les fosses septiques en vue d'en améliorer les rendements épuratoires. Dans le but d'étudier la contribution de l'adsorption et de la biodégradation dans les mécanismes d'élimination de la MO, des tests en réacteurs batch et en continu simulant le traitement d'une eau usée dans une fosse contenant un massif de charbons actifs, ont été mis en œuvre. Le paramètre étudié est la DCO. A cet effet, une méthode d'analyse originale, économique, simple et rapide par spectrophotométrie UV a été développée sur la base de la corrélation entre les surfaces des spectres UV des échantillons et leur DCO. Trois types de charbons actifs élaborés localement ont été testés. Les deux premiers, CA1 et CA2, ont des groupements de surface acides avec des granulométries respectives de 5 et 15mm. Le troisième type de charbon actif CA3 de 15mm de granulométrie, est supposé fortement microporeux et avec des groupements de surface basiques. La détermination du point de charge nulle a montré que CA1 et CA2 présentent de fortes densités de charges négatives à leur surface dans une gamme de pH proche de 7 tandis que CA3 présente une densité de charges de surface positive, dans la même gamme de pH. Les résultats montrent que ces trois types de charbons actifs possèdent des propriétés d'adsorption quasi identiques avec un abattement d'environ 20mgDCO/g de CA. Deux expériences de biodégradation ont mis en évidence l'existence d'une phase d'adaptation bactérienne dont la durée peut varier selon les conditions expérimentales. Elle s'est avérée de 64 jours dans le premier cas tandis qu'elle est passée quasi inaperçue dans le second. Cela s'explique par des teneurs en nutriments dans les eaux usées et des volumes expérimentaux plus importants dans la 2^e expérience. Ces deux expériences ont abouti à la conclusion que la présence de micropores, de fonctions basiques de surface et une densité de charge de surface positive (CA3) sont propices à la fixation et à l'activité bactérienne tandis que la granulométrie n'y intervient pas. Il semblerait cependant que les caractéristiques chimiques de la surface du charbon actif soient un élément déterminant. Les investigations bactériologiques ont confirmé ce constat puisque la croissance de la population bactérienne s'est avérée plus dynamique à la surface des charbons actifs CA3. Ce phénomène pourrait être attribué à la présence de charges positives de surface de CA3 qui, compatibles aux charges négatives des

bactéries, les attirent et facilitent leur fixation à la surface du charbon actif ce qui n'est pas le cas pour CA1 et CA2.

Mots clés: Eaux usées domestiques, Matières organiques, Biodégradation, Spectrophotométrie UV, Charbons actifs biologiques, DCO.

ABSTRACT

This study was conducted as part of a future project to design a septic system compact, efficient in terms of reduction of organic pollution (MO) and adapted to the African middle class. It explores the performances of activated carbons prepared locally to be used as filter eco-materials in septic tanks in order to enhance the sanitation efficiency. In order to investigate the contribution of adsorption and biodegradation in the MO elimination mechanisms, both batch and continuous reactors simulating the wastewater treatment in a tank containing activated carbon, have been implemented. The parameter of interest is COD. For this purpose, an original UV spectrophotometry method, economical, simple and rapid has been developed on the basis of the correlation between the surfaces of the UV spectra of the samples and COD. Three kinds of activated carbons locally developed were tested. The first two, CA1 and CA2 have acidic surface groups with respective sizes of 5 and 15 mm. The third type of activated carbon CA3, 15mm size, is assumed highly microporous with basic surface groups. The zero point charge determination showed that CA1 and CA2 have high densities of negative charges on their surface in a range of pH close to 7 while CA3 has a positive surface charge density, in the same pH range. The results show that these three types of activated carbons have nearly identical adsorption properties yielding a decrease of about 20mgDCO/g CA. Two biodegradation experiments showed the occurrence of a phase of bacterial adaptation the duration of which may vary depending on the experimental conditions. It proved 64 days in the first case while it went almost unnoticed in the second. This is due to the levels of nutrients in wastewater and higher test volume in the second experiment. These two experiments led to the conclusion that the presence of micropores, surface basic functions and a positive surface charge density (CA3) are suitable for the fixing and bacterial activity while the activated carbon particle size seems to not have any effect. However, it seems that the chemical characteristics of the activated carbon surface are decisive. Bacteriological investigations have confirmed this as the growth of the bacterial population was more dynamic on the surface of activated carbon CA3. This could be attributed to the presence at the surface of CA3 of positive charges, compatible to the negative charges of the bacteria, attracting and facilitating their fixing to the surface of the activated carbon, which is not the case for CA1 et CA2.

Keywords : Domestic wastewater, Adsorption, Biodegradation, BAC, COD, UV spectrophotometry

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION

L'assainissement est l'une des principales composantes de la gestion de l'Environnement, et de l'amélioration du cadre de vie. S'agissant de l'assainissement liquide, on distingue principalement trois systèmes d'assainissement : (i) l'assainissement collectif, (ii) l'assainissement individuel et (iii) l'assainissement semi-collectif

L'assainissement collectif nécessite la mise en place d'un réseau d'assainissement auquel sont connectés les différents logements et/ou infrastructures privées et publiques. Ce système d'assainissement exige un traitement centralisé de l'ensemble des effluents drainés à travers la collectivité. Il s'agit généralement d'une station d'épuration placée en fin de réseau. Les eaux qui y sont traitées sont ensuite, en conformité avec les normes environnementales en vigueur, rejetées dans le milieu naturel.

L'assainissement individuel consiste en une prise en charge individuelle des eaux usées rejetées, à l'échelle du ménage ou de la population du site à assainir. En effet chaque ménage ou chaque infrastructure se charge de la collecte et du traitement en son sein des eaux usées qu'il ou elle produit. Les ouvrages tels que les fosses septiques et les latrines sont utilisés dans ce système d'assainissement.

L'assainissement semi-collectif est une combinaison des deux premiers systèmes en ce sens qu'on retrouve dans une même localité, en fonction des zones, un réseau d'égout et des infrastructures ou ouvrages d'assainissement individuel.

De façon générale on constate que les pays développés se sont tous inexorablement tournés vers l'assainissement collectif et ce depuis de nombreuses années. La densité et le niveau de vie de la population sont les facteurs concourant à ce choix. Dans ces pays, l'assainissement individuel est rencontré, mais seulement dans des zones aux caractéristiques particulières. Ce sont les zones à activités agro-pastorales (fermes, ranch, etc...). Ces activités mobilisent de nombreux hectares de terres. Cependant, du fait de la faible densité de la population dans ces zones, la mise en place de l'assainissement collectif n'y serait pas économiquement rentable.

Quant à l'Afrique, elle est encore quasi totalement orientée vers l'assainissement individuel, même dans les zones urbaines. Cela s'explique d'abord par le manque de moyens financiers pour investir dans la mise en place du système d'assainissement collectif (très onéreux et techniquement exigeant). Aussi, les faibles densités de population même dans les zones urbaines africaines expliquent-elles ce choix. En outre, les débits de rejet d'eaux usées sont

faibles dans ces zones. Toutes ces raisons font qu'il est encore difficile de mettre en place des réseaux d'assainissement collectif en Afrique. Les ouvrages les plus rencontrés par ailleurs sont les latrines.

Cependant, parallèlement à cette situation, on observe l'émergence et la croissance en Afrique d'une classe moyenne de la population en zone urbaine. Elle était déjà estimée au tiers de la population totale en 2010 (BAD, 2010). Cette classe moyenne caractérisée par un niveau de vie assez aisé, a tendance à investir dans l'habitat familial. Pour ce faire et compte tenu de son niveau social, cette tranche de la population tend à s'orienter vers les fosses septiques au détriment des latrines. Pourtant les fosses septiques n'assurent qu'un traitement partiel des eaux usées. Elles nécessitent en aval un ouvrage complémentaire de traitement. Dans les zones développées où elles sont encore utilisées, on leur associe un épandage sur lit de sable. En zone urbaine africaine, cette option est difficilement réalisable du fait de la taille des parcelles.

Les fosses septiques conventionnelles rencontrées mettent en œuvre deux principaux mécanismes d'épuration : la **décantation** et la **digestion anaérobie**. Les **rendements épuratoires** leur étant attribués **sont très moyens** (40 à 60% d'abattement de la DBO, et 50% pour les matières en suspension). De nos jours les axes de recherche sont presque tous orientés vers les systèmes d'assainissement collectif. Néanmoins quelques études ont conduit à la conception de latrines améliorées (toilettes ECOSAN, etc) mais ces ouvrages restent toujours peu prisés par la classe moyenne de la population africaine.

Vu la croissance fulgurante de cette catégorie de la population, l'Afrique devrait donc poursuivre la recherche et les investigations sur la conception des fosses septiques performantes assurant un traitement efficace des eaux usées domestiques, et ne nécessitant pas de traitement complémentaire.

Dans ce sens, des fosses septiques améliorées ont déjà été conçues adjoignant dans la fosse, un compartiment complémentaire contenant un massif filtrant. Il permet de mettre en œuvre un mécanisme de **biodégradation** par fixation bactérienne. Plusieurs matériaux (roches volcaniques à Madagascar, charbons de bois au Bénin) sont utilisés pour la constitution de ce massif filtrant.

Sachant que ces fosses septiques permettent de supprimer l'option de l'épandage sur lit de sable, elles résolvent la contrainte liée à la disponibilité de l'espace. Cependant, peu d'études

scientifiques approfondies ont été faites sur ces types de fosses septiques pour en connaître les performances épuratoires réelles et proposer de nouvelles pistes d'optimisation.

Par ailleurs, connaissant les charbons actifs pour leurs propriétés d'adsorption très importantes et leur grande porosité qui leur permet de développer des surfaces spécifiques très importantes, ils constituent un matériau idéal pour la mise en place du massif filtrant. En effet, ce massif constitué de charbons actifs pourra en plus de la biodégradation, mettre en œuvre un deuxième mécanisme d'épuration complémentaire : **l'adsorption**. De plus, la présence de pores au sein du charbon associée à une grande surface spécifique permet de fournir aux bactéries épuratrices une surface importante pour se développer tout en restant dans des volumes réduits, ce qui présente un intérêt pour la compacité des systèmes d'épuration.

Ainsi, on pourrait éventuellement combiner dans une fosse septique améliorée, quatre (04) mécanismes pour l'épuration des eaux usées domestiques : la décantation, la digestion anaérobie, la biodégradation, et l'adsorption.

Dès lors, la présente étude se fixe pour objectif d'évaluer les potentialités de trois (03) types de charbons actifs pour éliminer par adsorption et par biodégradation la matière organique résiduelle des effluents de fosses septiques. D'une part, il s'agit d'étudier les cinétiques d'adsorption des matières organiques par les charbons actifs et d'évaluer les rendements épuratoires. D'autre part, il s'agit d'étudier la mise en place de l'activité bactérienne et de la biodégradation à la surface des charbons actifs. Enfin, il s'agit de mettre en évidence les relations entre la texture poreuse des charbons actifs et les performances épuratoires enregistrées.

Dans le présent document, la première partie est consacrée à une synthèse bibliographique sur les charbons actifs biologiques. Ensuite, les matériels et méthodes sont détaillés dans une seconde partie. Puis, dans la troisième partie, on expose les différents résultats obtenus lors des différents tests, avec une discussion à l'appui. Enfin, le document s'achève avec une conclusion et un bref exposé des perspectives qui se présentent à la suite de la présente étude.

CHAPITRE 2 : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LES CHARBONS ACTIFS BIOLOGIQUES

2.1. Généralités

Le traitement des eaux usées par filtration sur charbons actifs repose sur deux principaux phénomènes qui sont l'adsorption et la biodégradation. Chaque phénomène est plus au moins intensifié en fonction des caractéristiques des charbons actifs utilisés. Ainsi pour optimiser l'utilisation des charbons actifs dans le traitement de la pollution organique des effluents, il est important de connaître les propriétés des charbons actifs favorisant l'un ou l'autre des deux phénomènes. Il est aussi important de connaître les principes qui les régissent.

Plusieurs études scientifiques ont à cet effet pu mettre en exergue non seulement les performances épuratoires imputables à chacun des deux phénomènes, les principes les régissant mais aussi les caractéristiques des charbons actifs qui leurs sont particulièrement favorables.

L'adsorption est le processus au cours duquel des molécules d'un composé (en phase liquide ou gaz), appelé adsorbat, se fixent sur la surface d'un solide, appelé adsorbant. Dans la présente étude, la matière organique constitue l'adsorbat et les charbons actifs l'adsorbant. Cette fixation est essentiellement due aux forces de Van der Waals.

La biodégradation quant à elle est le phénomène de dégradation des matières organiques par les actions métaboliques des bactéries. Elle s'opère soit par ingestion, ou par l'attaque des exo-enzymes.

La combinaison des phénomènes d'adsorption et de biodégradation sur les charbons actifs résulte en un processus appelé biorégénération des charbons actifs. Elle consiste au renouvellement continu des capacités d'épuration des charbons actifs. Elle résulte de la désorption de la matière organique et sa dégradation par les bactéries fixées à la surface des charbons.

Dans les études scientifiques, l'élimination de la matière organique est généralement évaluée par l'analyse de plusieurs paramètres tels que la Demande Chimique en Oxygène [1], le Carbone Organique Dissout [2], le Carbone Organique Total et la Demande Biologique en Oxygène [3].

2.2. Les charbons actifs :

2.2.1. Origines ou précurseurs

Les matières premières entrant dans le processus de fabrication des charbons actifs sont principalement d'origines végétale et/ou minérale. En effet les matériaux utilisés sont ceux comportant du carbone qui soit organique ou minéral. Les matériaux d'origine minérale sont généralement ceux extraits de gisements naturels. Ils sont généralement utilisés comme combustibles (charbon minéral, résidus pétroliers, coke, tourbe). Certaines études ont également été menées sur des charbons actifs élaborés à partir de ce type de matières premières telles que le charbon minéral [4], la houille [5], ou le bitume [6].

Les précurseurs d'origine végétale sont généralement des matériaux provenant des différentes parties des plantes (noyaux de fruits, écorces, bois brut, coque de fruits etc...). De façon générale, ce sont des sous-produits d'activités agro-forestières. Ainsi, plusieurs études ont concerné des charbons actifs élaborés à partir de divers matériaux tels que les détritiques de bambou nigérian [1], les coques de noix de coco [3], le charbon de bois [5], bois [7], la bagasse de canne à sucre [8].

2.2.2. Elaboration des charbons actifs

Les charbons actifs peuvent être élaborés selon deux principaux procédés : l'activation chimique et l'activation physique. Dans le cadre de ce travail nous nous sommes juste intéressés au procédé d'activation chimique. L'activation chimique est un processus qui se déroule en deux étapes principales : l'imprégnation et la pyrolyse. Les paramètres opératoires pour chacune de ces étapes sont guidés par les caractéristiques que l'on veut donner aux charbons actifs. L'imprégnation de la biomasse fait référence à l'usage d'une solution aqueuse d'un composé chimique appelé agent activant. La biomasse préalablement conditionnée (broyée et tamisée) est imprégnée dans la solution d'un agent activant tel que l'hydroxyde de potassium (KOH), l'acide phosphorique (H_3PO_4), l'hydroxyde de sodium (NaOH), ou l'acide sulfurique (H_2SO_4).

Les paramètres de l'imprégnation intervenant sur les caractéristiques du charbon actif final sont généralement la nature de l'agent oxydant, la concentration en agent activant ou le ratio d'imprégnation (masse d'agent activant/masse de biomasse), la température et la durée de l'imprégnation. Lors de l'imprégnation, l'agent activant s'insère au sein de la biomasse ce qui aura pour effet de créer de la porosité au cours de l'étape ultérieure de pyrolyse.

La pyrolyse constitue une étape fondamentale dans le processus de préparation des charbons actifs par activation chimique. Appelée aussi carbonisation, elle consiste à porter la biomasse préalablement imprégnée puis séchée, à des hautes températures généralement comprises entre 400 et 800°C dans un four sous atmosphère inerte ou très pauvre en oxygène. Ces hautes températures conduisent à l'élimination de la matière volatile et à la transformation du reste de la biomasse en carbone. De plus, au cours de la pyrolyse, l'intercalation de l'agent activant au sein de la matrice carbonée inhibe son rétrécissement avec l'augmentation de la température et contribue à créer de la porosité [9].

Une pyrolyse lente correspondant à des vitesses de chauffage de l'ordre de 0,1 à 1°C.mn⁻¹ est généralement appliquée dans l'élaboration des charbons actifs.

2.2.3. Propriétés des charbons actifs

Porosité

Les étapes d'activation décrites plus haut, aboutissent au développement de nombreuses (des millions) cavités microscopiques plus profondes que larges appelées pores, à la surface et à l'intérieur des grains de charbon actif. Ces pores sont de tailles variées. La taille des pores peut être dans une certaine mesure contrôlée en jouant sur les paramètres opératoires appliqués lors de l'élaboration des charbons actifs. La porosité des charbons actifs est caractérisée par la surface spécifique (m²/g), le volume des pores (cm³/g), leur forme géométrique et la distribution de leur taille. Selon l'IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) on distingue les micropores, des pores de très petites tailles dont la largeur est inférieure à 2 nm, les mésopores dont la largeur est comprise entre 2 et 50nm et les macropores dont la largeur est supérieure à 50nm.

Dans le cas d'un massif ou lit fixe de charbons actifs, en plus des pores développés à l'intérieur des grains de charbon actif (pores intragranulaires), la porosité comprend également les espaces inter-granulaires dans le massif, c'est-à-dire les espaces entre les différents grains (porosité intergranulaire).

La présence de pores à la surface des grains du charbon actif lui confère la propriété d'avoir une très grande surface de contact avec la phase liquide ou gaz dans laquelle il se trouve. L'étendue de cette surface, rapportée à 1g de solide, est sa surface spécifique, exprimée en m²/g. Celle-ci peut dépasser les 1000 m²/g.

Formes de charbons actifs

Les charbons actifs se rencontrent sous trois principales formes : (i) les charbons actifs en poudres (CAP), (ii) les charbons actifs en grains (CAG) et (iii) les charbons actifs en tissus (CAT).

Le charbon actif en poudre est constitué de fines particules de taille comprise entre 1 et 100 μm . Il est fréquemment utilisé pour le traitement d'effluents liquides.

Les charbons actifs en grains sont formés de particules de 0,5 à 10 mm. Les caractéristiques physiques des granulés de charbon actifs varient considérablement selon les biomasses. Ils sont utilisés dans divers procédés de traitement.

Les charbons actifs en tissu sont fabriqués différemment des charbons actifs en grain ou en poudre.

La granulométrie peut être considérée comme intrinsèquement liée à la forme des charbons actifs. Elle ne concerne exclusivement que les charbons actifs en grains et les charbons actifs en poudre. La granulométrie est relative à la taille des particules des charbons actifs.

Autres propriétés physico-chimiques

En plus des propriétés précédemment mentionnées, les charbons actifs sont également caractérisés par d'autres propriétés physico-chimiques telles que les indices d'iode et de bleu de méthylène, qui donnent des informations sur leurs propriétés d'adsorption, la densité, la teneur en cendres, le pH et les fonctions chimiques de surface. Ces dernières jouent un rôle particulièrement important dans les propriétés d'adsorption des charbons actifs.

2.3. Les charbons actifs biologiques :

2.3.1. Définition

Les charbons actifs biologiques sont des charbons actifs issus du processus d'élaboration usuel et sur lesquels a été délibérément promue une activité bactérienne [10]. Cette activité microbienne résulte du fait que sur la surface des charbons actifs, se fixe puis se développe une population bactérienne. Cette population sera par la suite responsable de la dégradation des composés organiques biodégradables contenus dans les eaux à traiter.

2.3.2. Fixation des bactéries et formation du biofilm

Comme explicité plus haut, les charbons actifs possèdent une grande multitude de cavités qui sont appelés pores. La présence de macropores (pores de largeur supérieure à 50 nm) de

même que l'aspect rugueux et accidenté de la surface des charbons actifs favorisent la fixation des micro-organismes (Figure 1). En effet, cette porosité et rugosité de surface fournissent des sites privilégiés pour la fixation des populations bactériennes [11]. Ces sites permettent la protection de ces micro-organismes contre les forces de cisaillement ([12]; [13]; [14]).

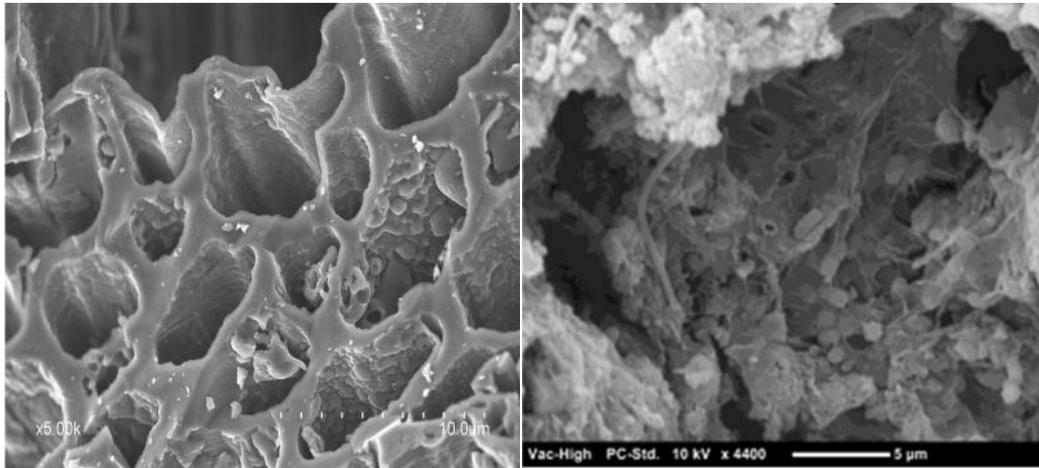


Figure 1: A gauche : Image MEB d'un charbon révélant la présence de macropores ; à droite : image MEB d'une surface de charbon actif complètement colonisée par les bactéries à travers un biofilm

Diverses techniques convergentes ont permis de montrer que les charbons actifs constituent un bon support pour le développement des bactéries dans des installations de filtres industriels. Ce sont par exemple l'examen en microscopie électronique à balayage [12], les dénombrements bactériens [15], le dosage de l'ATP [16] et la mesure de la consommation d'oxygène.

Le processus de fixation des micro-organismes a fait l'objet de plusieurs études qui ont pu mettre en exergue les mécanismes permettant l'accrochage des bactéries et la formation d'un biofilm.

Au niveau des sites dispersés de colonisation bactérienne, seuls les organismes flagellés sont retrouvés sur les surfaces lamellaires libres de floccs adsorbés (adsorbat). Les bactéries bacillaires immobiles de taille comprise entre 1,5 et 2 μm se concentrent quant à elle exclusivement au niveau des sites rugueux de surface [17].

Dans des études antérieures, l'accrochage bactérien à la surface du charbon a pu être observé [15] [5]. Elles ont mis en exergue que cet accrochage est assuré par la sécrétion d'un réseau de microfibrilles de nature polysaccharidique appelé glycocalyx. Ce réseau microfibreux permettrait donc aux bactéries de s'agglutiner et de s'agripper à la surface externe des charbons actifs.

L'hypothèse selon laquelle la présence de cations superficiels favorise la fixation des bactéries a été évaluée et confirmée par des auteurs comme *K. Gaid et al (1981)*. La présence sur les sites de surface de cations tels que Cu^{2+} , Fe^{2+} , Ca^{2+} , Zn^{2+} , etc. a été observée par des analyses en microsondes et par fluorescence X, montrant une éventuelle utilisation de ces cations comme oligo-éléments par les bactéries pour la sécrétion des exo-enzymes.

2.3.3. L'activité microbienne à la surface des charbons actifs : la biodégradation

La biodégradation qui s'opère par les charbons actifs biologiques est le phénomène de consommation ou de dégradation de la matière organique par les micro-organismes fixés à la surface des charbons actifs. La matière organique concernée par ce phénomène est uniquement la fraction biodégradable. Plusieurs études ont été menées pour mieux comprendre le phénomène de biodégradation par les bactéries.

La biodégradation ou dégradation biologique résulte de l'action directe et indirecte des bactéries sur la matière organique. En effet, les bactéries fixées sur les charbons actifs attaquent et ingèrent directement la matière organique contenue dans l'effluent et celle adsorbée dans les macropores et les mésopores du charbon actif. Cette dégradation se fait par contact direct des bactéries avec la matière organique. Cela s'explique par le fait que les bactéries se fixent préférentiellement sur les aspérités de surface. Par ailleurs du fait de leur taille certaines bactéries pénètrent et se fixent dans les macropores et les mésopores du charbon actif, favorisant une ingestion directe de la matière organique. Ce phénomène a pu être mis en évidence dans certaines études, en utilisant comme effluent des solutions synthétiques chargées en matière organique [18].

Aussi, une partie de la matière organique adsorbée dans les micropores est-elle dégradée par l'action indirecte des bactéries à travers les exo-enzymes sécrétées [5].

Plusieurs méthodes ont été utilisées pour l'évaluation de l'activité microbienne. Il s'agit de la mesure de certains paramètres dont l'évolution dans le temps traduit la croissance bactérienne, l'intensité et l'évolution de l'activité microbienne. Parmi elles on compte par exemple la mesure du dioxyde de carbone (CO_2) qui est un composé produit et rejeté par les bactéries au cours de la dégradation biologique [18]. On peut aussi citer la mesure de l'oxygène dissout dont la diminution progressive traduit sa consommation par les bactéries [18], la pesée du biofilm dont le poids augmente au fil du temps mettant en évidence la croissance bactérienne [6]. Enfin il y a le test au Diacétate de Fluorescéine [6], et la mesure du SOUR (Specific Oxygen Uptake Rate) [2].

Certains auteurs ont pu mettre en évidence l'existence d'une phase d'adaptation des microorganismes lors d'une filtration d'effluent sur charbons actifs [18] [19] [6]. Cette phase se traduit par une progression lente de l'activité microbienne observée à travers une faible production de dioxyde de carbone et une faible diminution de l'oxygène dissout. Selon ces études, la durée de la période d'adaptation dépend des conditions prévalant dans le milieu, de la qualité bactériologique de l'eau à traiter ainsi que de la diversité des souches bactériennes présentes. On a aussi constaté l'élimination d'une partie importante de bactéries dans le milieu pendant la phase d'adaptation [19]. Ce constat s'expliquerait selon l'auteur par le fait qu'à ce stade, les bactéries ne sont pas habituées à un accrochage permanent.

En fonction des différentes études menées, il est à noter que la durée de la phase d'adaptation varie d'une étude à une autre. Ainsi a-t-on pu observer au bout de quinze (15) jours de filtration, la formation du réseau microfibreux de fixation et la saturation en surface du charbon actif [17]. Selon la littérature, il semble aussi que la nature du substrat influence la période d'adaptation des bactéries [18]. Ainsi elle a été de 3-5 jours dans le cas de l'acide salicylique et de 40-50 jours pour le nitro-4 phénol. Une fois la phase d'adaptation terminée, l'on assiste à une stabilisation du biofilm et de l'activité bactérienne [6] [2].

La cinétique de biodégradation a également fait l'objet d'études qui ont montré l'évolution de la matière organique dans l'effluent filtré en fonction du temps ou de la masse du biofilm. Une diminution de cette matière organique en fonction du temps a pu être observée mettant en exergue les performances des bactéries en termes d'abattement de la pollution organique dans les effluents [2] [7].

2.3.4. La biorégénération

La combinaison des phénomènes d'adsorption et de biodégradation sur les charbons actifs résulte en un processus appelé biorégénération des charbons actifs. La biorégénération consiste au renouvellement continu des capacités d'adsorption des charbons actifs, induit par la désorption de la matière organique et sa dégradation par les bactéries fixées à la surface des charbons [20]. Les études du traitement des eaux (usées ou de consommation) par filtration sur massif de charbons actifs ont permis de mettre en évidence la complémentarité des phénomènes d'adsorption et de biodégradation pour l'abattement de la matière organique.

L'adsorption concerne à la fois les fractions biodégradables et non biodégradables de la matière organique contenue dans les effluents. Elle s'opère pendant les premières heures de traitement. Ces premières heures sont suivies par une stabilisation et un équilibre de

l'adsorption avec une saturation progressive du charbon actif [4] [21]. Puis on observe après quelques jours, la formation d'un biofilm à la surface des charbons et une croissance bactérienne progressive qui déclenche à leur tour le processus de biodégradation.

Comme précisé plus haut, la biodégradation concerne exclusivement la fraction biodégradable de la matière organique [21]. L'installation de l'activité de biodégradation entraîne un déplacement de l'équilibre d'adsorption du fait de l'activité microbienne développée dans les pores. En effet, par ingestion et par l'action des enzymes, les bactéries libèrent ces pores (macro, micro et mésopores). Les pores libérés permettent de rétablir les capacités adsorbantes du charbon actif.

L'association des phénomènes de biodégradation et d'adsorption conduit donc à une régénération continue des charbons utilisés [22] [20]. La Figure 2 récapitule les différentes interactions conduisant au phénomène de biorégénération des charbons actifs biologiques.

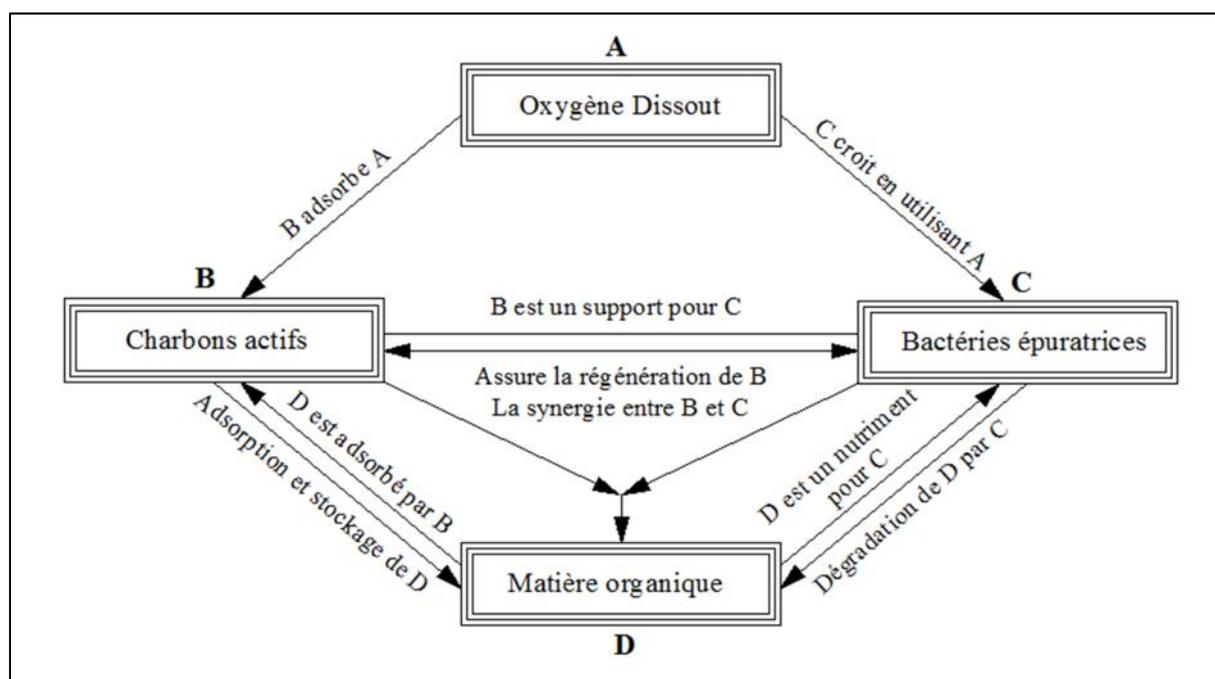


Figure 2: Interactions Adsorption-Biodégradation (Biorégénération)

La variation d'espèces de microorganismes, et les conditions environnementales sont autant de facteurs qui influent positivement sur la biorégénération [23]. Cependant, selon certains auteurs, l'encrassement biologique causé par une croissance bactérienne excessive, peut considérablement entraver le processus de biorégénération [24]. D'autre part, la réversibilité de l'adsorption de la matière organique au sein de la porosité des charbons actifs est un paramètre déterminant dans la mise en place du processus de biorégénération. En effet

certain auteurs soutiennent que la biorégénération ne concerne en réalité qu'exclusivement les composés prompts à la désorption [25] [26] [27] . D'autres renchérissent en postulant que la biorégénération est contrôlée essentiellement par la réversibilité de l'adsorption (désorption) [28] [29].

La biorégénération présente l'avantage de prolonger durablement la durée de vie d'un filtre à charbons actifs.

Par ailleurs, selon la littérature, deux principaux mécanismes sont à la base du phénomène de biorégénération : (i) la biorégénération due à un gradient de concentration et (ii) la biorégénération due aux réactions enzymatiques [20].

- La biorégénération due à un gradient de concentration :

Lors des premières heures d'un système de filtration biologique sur charbon actif, le premier et principal phénomène responsable de l'abattement de la matière organique est l'adsorption. Ce phénomène connaît une croissance rapide, puis une stabilisation au bout de quelques heures. Cette stabilisation se traduit par un équilibre entre adsorption et désorption. En d'autres termes, les concentrations de matière organique adsorbée dans les pores du charbon actif et de celle présente dans la phase liquide, sont quasi-égales.

Plus tard, la croissance bactérienne et le déclenchement de l'activité des micro-organismes (biodégradation) induisent l'abattement de la matière organique contenue dans la phase liquide en contact direct avec le biofilm. Il y a donc réduction de la concentration de matière organique contenue dans la phase liquide. Cette diminution de concentration entraîne un déplacement d'équilibre tendant à accélérer la libération (désorption) de la matière organique piégée dans les pores du charbon actif. Ainsi, du fait d'un gradient de concentration, les pores des charbons actifs sont régénérés continuellement donnant une nouvelle dynamique au cycle désorption-adsorption dans le système [28] [29] [30].

- La biorégénération due aux réactions enzymatiques :

Certains auteurs soutiennent la théorie selon laquelle les exo-enzymes sécrétées par les bactéries sont diffusées dans les pores du charbon actif où ils s'attaquent à la matière organique en phase adsorbée [20]. La réaction métabolique qui s'en suit provoque soit la dégradation de la matière à l'intérieur des pores, ou encore la désorption du complexe métabolique enzyme-matière organique. Dans les deux cas l'on assiste à une remise à disposition des pores, c'est-à-dire une régénération.

Cependant, cette théorie est réfutée par certains auteurs estimant que la taille des exo-enzymes (31-44 Angstroms) comparée à celles des pores ne leur permet pas d'être adsorbées dans les micropores [31] [32]. Les exo-enzymes doivent préalablement être adsorbée avant qu'elles puissent réagir avec la matière organique [33]. Par ailleurs, la présence de matière déjà adsorbée dans les pores rend quasi impossible la pénétration des exo-enzymes dans ces mêmes pores [33]. Il en résulte que seuls les mésopores de diamètre supérieur à 10 nm ainsi que les macropores pourraient corroborer cette théorie.

2.3.5. Caractéristiques des charbons actifs et fixation des bactéries

Plusieurs facteurs inhérents aux charbons actifs semblent influencer positivement ou non l'activité microbienne selon les études antérieures : (i) la porosité, (ii) la nature chimique des sites de surface, (iii) la granulométrie et (iv) la rugosité.

Les études sont assez controversées au sujet de l'influence de la porosité sur la fixation des bactéries et par ricochet sur la biodégradation et la biorégénération.

De prime abord, certaines études ont montré que les bactéries se fixent préférentiellement sur les macropores et les mésopores des charbons actifs car leur taille favorise l'agglutinement et l'accrochage bactérien [5] [11] [21]. Ces études ont aussi montré que les macropores et les mésopores jouent un rôle de protection des bactéries vis-à-vis des forces de cisaillement. D'autre part, à travers des expériences faites principalement avec la phosphatase, il a été mis en évidence que l'adsorption des exo-enzymes a lieu dans les micropores des charbons actifs [5]. Les micropores interviendraient donc dans le processus de biodégradation et de biorégénération à travers l'action des enzymes sur la matière organique particulaire adsorbée dans les micropores.

Dans le même registre, les conclusions d'autres études montrent qu'un charbon mésoporeux est plus efficace pour la biorégénération qu'un charbon microporeux [34].

D'autres études quant à elles, ont soutenu et montré que les charbons microporeux étaient plus efficaces en termes de biodégradation que les charbons macroporeux. Selon certaines de ces études, les charbons présentant les meilleures capacités adsorbantes (charbons microporeux), sont également ceux qui ont les meilleures performances en biodégradation [4].

Enfin une dernière tendance se dégage dans la littérature [35]. A partir d'expériences réalisées sur des charbons actifs respectivement micro, méso et macro poreux, on a montré que les performances obtenues sont pratiquement égales. En effet, en termes de fixation du biofilm et

en termes de rendements de biodégradation, les résultats obtenus sont quasi-similaires. La texture poreuse des charbons actifs n'influencerait donc que très peu la fixation des bactéries et le processus de biodégradation.

Selon la littérature, la taille des grains interviendrait également sur la fixation des bactéries et sur l'adsorption. La granulométrie doit être optimale pour permettre l'adsorption [5]. Selon cette étude, le film biologique n'est pas homogène et dépend fortement du relief de surface (défini par la nature des pores et la granulométrie des charbons). La même étude a permis de comparer plusieurs supports de même granulométrie et de porosités différentes vis-à-vis des rendements. Les résultats montrent que la nature du matériau filtrant n'influe pas sur le rendement. Cependant, les rendements obtenus seraient liés à la granulométrie et à la présence de sites de fixation.

Plusieurs auteurs soutiennent que les caractéristiques physico-chimiques (porosité et nature chimique du matériau) influencent très peu l'établissement du biofilm [36] [37]. Cela signifie que les matériaux présentant une surface aussi bien de type hydrophile que de type hydrophobe présenteraient les mêmes aptitudes à la fixation des bactéries. Les mêmes études ont trouvé que la surface spécifique des charbons actifs, l'acidité et la basicité de surface, les groupes fonctionnels oxygénés, le pH, l'indice d'iode etc... n'ont aucune incidence sur l'activité bactérienne.

En revanche, d'autres études ont montré que la présence et la nature des groupements chimiques présents à la surface des supports interviennent dans l'adhésion bactérienne. Ainsi, la présence de cations à la surface des supports favorise l'adhésion avec la surface des bactéries chargée négativement [38].

Ayant en général une surface externe rugueuse, les charbons actifs sont propices à la fixation bactérienne [17].

Au regard des données disponibles dans la littérature, l'objectif de la présente étude est d'évaluer les potentialités de trois types de charbons actifs fabriqués localement, pour éliminer par adsorption et par biodégradation la matière organique résiduelle des effluents de fosses septiques. Plus spécifiquement, on étudie d'une part, les cinétiques d'adsorption des matières organiques par les différents charbons actifs. Après évaluation de leurs rendements épuratoires, on compare les comportements ainsi que les performances de ces différents charbons actifs à la lumière de leurs propriétés physico-chimiques. D'autre part, il s'agit d'étudier la mise en place de l'activité bactérienne et de la biodégradation à la surface des

charbons actifs. Cette étude passe aussi par l'observation croisée des comportements de chaque type de charbon actif, la comparaison des tendances enregistrées et l'analyse de ces tendances en relation avec les propriétés physico-chimiques de ces trois types de charbons actifs.

CHAPITRE 3 : MATERIELS ET METHODES

3.1. Elaboration des charbons actifs

En vue d'une meilleure analyse de l'influence de certaines propriétés des charbons actifs sur leurs performances épuratoires en termes d'abattement de la matière organique, plusieurs types de charbons actifs ont été élaborés. Sans toutefois les étudier toutes, les propriétés mises en jeu sont les suivantes : la granulométrie, la porosité et certaines propriétés chimiques de surface.

3.1.1. Choix de la biomasse

Une seule biomasse a été utilisée pour toutes les variantes de charbons actifs élaborées. Il s'agit du bois « samba » encore appelé localement « bois blanc ». Il est caractérisé par une faible densité, témoignant de l'importance du volume de vides (présence de pores) dans la structure ligneuse du bois. Aussi, ce bois est-il beaucoup utilisé en menuiserie dans la sous-région ouest-africaine. Très rencontré dans les pays côtiers, il est beaucoup importé par les pays de l'intérieur. Deux hypothèses ont milité en faveur du choix du « bois samba » comme biomasse de base pour l'élaboration des charbons actifs biologiques:

- (i) La faible densité de ce bois témoigne d'un volume poreux important due à une structure cellulaire macroporeuse. Notre hypothèse est que cette structure cellulaire soit conservée lors du processus d'activation aboutissant à la présence dans le charbon actif de macropores, favorables au développement de l'activité biologique.
- (ii) C'est un bois très utilisé en menuiserie et la présente étude pourrait ouvrir une voie vers une perspective de revalorisation des copeaux de bois ou résidus de menuiserie

Les résidus de menuiserie ont été collectés dans un atelier de la ville de Ouagadougou.

3.1.2. Elaboration des charbons actifs

Trois types de charbons actifs CA1, CA2 et CA3 ont été élaborés suivant des protocoles établis à cet effet.

Elaboration des charbons actifs de type CA1

L'élaboration du charbon actif CA1 a été conduite suivant la méthodologie suivante :

A l'atelier de menuiserie, les résidus ont été sciés manuellement en grains cubiques de granulométrie variant autour de 5mm à l'aide d'outils usuels de menuiserie (Figure 3).



Figure 3 : Grains de bois Samba cubiques de 5mm après sciure

Ensuite, les grains cubiques ont été acheminés au laboratoire. 100g de grains ont ensuite été imprégnés dans une solution aqueuse d'acide phosphorique (H_3PO_4 de densité $1,685g.mL^{-1}$ et de pureté : 85%). L'acide phosphorique a été utilisé comme agent activant dans le but de favoriser le développement de la mésoporosité du charbon actif CA1.

Le ratio d'imprégnation (masse d'agent activant/masse de biomasse) a été fixé à 1/2. La masse d'acide (H_3PO_4) correspondant à 100g de biomasse est donc de 50g. La solution d'acide a été préparée en diluant 35mL d'acide phosphorique H_3PO_4 concentré dans 500mL d'eau distillée. Les dilutions ont été effectuées à l'aide de fioles et de pipettes jaugées.

Les 100g de biomasses en granulé ont ensuite été introduits dans la solution d'acide phosphorique préparée. A l'aide d'une plaque chauffante et d'agitation magnétique, le mélange est mis sous agitation à $160^{\circ}C$. L'imprégnation s'est faite pendant deux (02) heures. Puis la biomasse est retirée de la solution et mise à l'étuve à $105^{\circ}C$ pour un séchage jusqu'à obtenir un poids constant.

A la suite du séchage, la biomasse a été soumise à la pyrolyse dans un four à convection de marque VECSTAR. Pour favoriser la conservation des macropores déjà présents dans la biomasse, on a opté pour une pyrolyse lente avec une vitesse de chauffe de $1^{\circ}C/mn$ à partir de $100^{\circ}C$ et un pallier de chauffe de deux (02) heures à $400^{\circ}C$. A la sortie du four, les grains de charbons actifs se présentent sous forme de pavés droits de dimensions millimétriques (Figure 4).



Figure 4 : Les charbons actifs CA1 après la pyrolyse lente

Après la pyrolyse lente, la mesure du pH des charbons actifs a révélé une acidité de la solution (pH= 3,62). Ils ont donc été soumis à un lavage ou rinçage dans de l'eau distillée. L'opération consiste à plonger les charbons actifs dans un erlen meyer contenant un (01) litre d'eau distillée et à porter l'ensemble sous agitation magnétique pendant 45 minutes. Cette opération est reproduite plusieurs fois successivement en contrôlant le pH. L'objectif du rinçage est de ramener le pH des charbons actifs proche de la neutralité. Quelques gouttes de KOH dosé à 0,1N ont été versées dans l'eau distillée lors du premier rinçage. Le pH obtenu à la fin du rinçage est de 6,54.

Suite au lavage, les charbons ont été à nouveau placés à l'étuve à 105°C pour un séchage jusqu'à obtenir un poids constant.

Les charbons actifs CA1 obtenus à la fin de tout le processus se présentent tels que montré sur la Figure 5.



Figure 5 : Le charbon actif CA1 à la fin du processus d'élaboration

Elaboration des charbons actifs de type CA2

La biomasse utilisée pour élaborer le charbon actif CA2 est au préalable mécaniquement coupée en cubes de 15 mm à l'aide d'une scie électrique.

Le ratio d'imprégnation a également été fixé à 1/2 (masse d'agent activant/masse de biomasse). Des masses de 100g de biomasse ont été introduites dans 500mL d'une solution d'acide phosphorique (H_3PO_4 de densité $1,685g.mL^{-1}$ et de pureté : 85%). L'imprégnation a été réalisée en deux phases : (i) une imprégnation sous vide et sans agitation pendant 1h30, (ii) suivie d'une imprégnation sous agitation magnétique à pression atmosphérique et à $160^{\circ}C$ pendant 30 minutes. L'imprégnation sous vide est effectuée dans une enceinte dans laquelle est créé le vide et a pour but de favoriser et forcer la pénétration de l'activant chimique dans la structure ligneuse de la biomasse. Dans un cristallisateur contenant la solution d'acide phosphorique, on a fait baigner la biomasse en granulé de 15mm. La biomasse a été bloquée au fond du cristallisateur à l'aide d'un dispositif en acier. Un dessiccateur a été employé pour servir d'enceinte. Le cristallisateur y a donc été introduit. Le vide a été créé au moyen d'une pompe et en fermant hermétiquement le dessiccateur pendant 1h30. (Figure 6)



Figure 6 : Dispositif de l'imprégnation sous vide

La deuxième phase d'imprégnation à pression atmosphérique est réalisée à l'aide d'un erlenmeyer (1L), d'un barreau magnétique et d'une plaque d'agitation magnétique. Le mélange acide-biomasse provenant de l'imprégnation sous vide a d'abord été versé dans l'erlenmeyer. Le mélange est porté sous agitation et ce pendant une heure. (Figure 7)



Figure 7 : La deuxième phase de l'imprégnation

Suite aux deux phases d'imprégnation, les mêmes étapes suivies pour CA1 ont été appliquées, c'est-à-dire, la pyrolyse, le lavage et le séchage. Le pH obtenu à la fin du lavage est de 7,21. Les charbons actifs obtenus à la fin du processus sont présentés sur la Figure 8.



Figure 8 : Les charbons CA2 à la fin du processus d'élaboration

Elaboration des charbons actifs de type CA3

Les mêmes étapes que celle du protocole précédent (charbons actifs CA2) ont été observées: (i) préparation de la biomasse, (ii) imprégnation sous vide, (iii) imprégnation à pression ambiante (ratio d'imprégnation = 1/2), (iv) séchage, (v) pyrolyse ($1^{\circ}\text{C}/\text{mn}$; température de pyrolyse = 800°C ; pallier de chauffe de 2 heures), (vi) lavage des charbons actifs (à l'eau distillée et quelques gouttes d'acide sulfurique H_2SO_4), (vii) séchage. La différence fondamentale d'avec CA2 est que l'agent activant utilisé pour CA3 est une solution d'hydroxyde de potassium (KOH). La solution d'hydroxyde de potassium (KOH à $1,22 \text{ mol.L}^{-1}$) a été préparée en dissolvant 40g de KOH en granulés dans 500mL d'eau distillée.

Le pH obtenu à la fin du lavage des charbons actifs est de 6,7.

3.2. Caractérisation des charbons actifs

La caractérisation des charbons actifs élaborés a été réalisée en vue d'établir des corrélations entre les performances observées en biodégradation et leurs propriétés d'adsorption et la nature chimique des groupements de surface.

3.2.1. Caractérisation des propriétés d'adsorption

Indice de Bleu de Méthylène

L'indice de bleu de méthylène est déterminé pour estimer la capacité du charbon actif à adsorber la molécule de bleu de méthylène. Il est exprimé en [mg bleu de méthylène/g de charbons actifs].

Cet indice est considéré comme un indicateur de la présence de micropores de largeur supérieure à 1,3 nm et de mésopores, la dimension la plus petite de la molécule de bleu de méthylène étant de 0,8 nm [39].

Pour la détermination de l'indice de bleu de méthylène, environ 0,1g de charbons actifs préalablement broyés puis tamisés à 212 μ m ont été pesés dans un erlenmeyer de 250mL. Ensuite, 100mL d'une solution de Bleu de Méthylène de concentration 10mgL⁻¹ ont été introduits dans l'erlenmeyer contenant le charbon actif. L'ensemble a alors été mis sous agitation à l'aide d'un barreau magnétique et d'une plaque d'agitation magnétique de marque VELP Scientifica pendant quatre (04) heures.

Au bout des quatre (04) heures d'agitation, le mélange est laissé au repos pour assurer une décantation. Par la suite, le surnageant est prélevé dans des tubes coniques puis soumis à une centrifugation à l'aide d'une centrifugeuse. Puis 15mL du mélange centrifugé sont prélevés dans un bécher de 100mL. Des mesures d'absorbances de cette solution sont ensuite réalisées à l'aide d'un spectrophotomètre d'absorption moléculaire à une longueur d'onde de 664nm. A l'aide de la courbe d'étalonnage, préalablement établie, portant l'absorbance à 664nm en fonction de la concentration de la solution en bleu de méthylène, les concentrations en bleu de méthylène de la solution après adsorption sur les charbons actifs sont calculées.

Indice d'iode

L'indice d'iode est un test qui donne une indication sur les capacités d'adsorption d'un charbon actif en phase aqueuse. Il est généralement bien corrélé à la surface spécifique d'un charbon actif et éventuellement à sa microporosité [40].

Pour la détermination de l'indice d'iode, les charbons actifs ont été également broyés et tamisés à 212 μ m puis séchés à l'étuve pendant trois (03) heures. Ensuite, environs 0,2g de ces charbons actifs préparés ont été pesés dans un erlenmeyer de 50mL. Après avoir laissé les charbons se refroidir, 25mL d'une solution d'iode préparée à 0,2N leur ont été ajoutés. Le mélange est alors mis sous agitation pendant quatre (04) minutes à l'aide d'un barreau et d'une plaque d'agitation magnétiques. A la fin de l'agitation, la solution obtenue est filtrée à

travers un filtre GFC de diamètre 1 μ m. 10mL de la solution filtrée sont alors prélevés dans un bécher de 100mL. Quelques gouttes d'une solution d'amidon sont versés dans le bécher, puis la solution est titré avec une solution de thiosulfate préparée à 0,1N jusqu'à décoloration complète.

3.2.2. Caractérisation des propriétés chimiques de surface

pH

Le principe de la méthode employée pour la détermination du pH des charbons actifs consiste à mettre 0,1g de charbons actifs en contact avec 20mL d'eau distillée. Le mélange est ensuite agité pendant 24 heures, puis filtré à travers un filtre à papier. Le filtrat est alors récupéré et à l'aide du pH-mètre, on mesure son pH. Le pH ainsi mesuré correspond au pH du charbon actif testé.

pH au point de charge nulle

Le pH au point de charge nulle (pH_{PCN}) d'un charbon actif se définit comme étant le pH de la solution aqueuse dans laquelle ce charbon actif existe sous un potentiel électrique neutre, c'est-à-dire que le nombre de charges de surface négatives est égal au nombre de charges de surface positives.

Une solution mère de NaCl à 0,1 mol.l⁻¹ a d'abord été préparée. A partir d'elle, cinq solutions filles de NaCl et de pH égaux respectivement à 2, 4, 6, 8 et 10 ont été préparées par ajout selon le cas, d'une solution aqueuse de NaOH ou de HCl. Ensuite 0,1 g de chaque type de charbon actif sec est mis en contact avec 20 ml de chacune des solutions contenues dans des flacons bouchés. Les flacons sont alors mis sous agitation magnétique pendant 3 jours à la température du laboratoire. Chaque solution est ensuite filtrée à l'aide d'un papier filtre (Filtre GFC \varnothing 0,45 μ m dans la présente étude) et une nouvelle mesure du pH est effectuée. On trace via le logiciel Microsoft Excel la courbe C représentant $pH_{final} = f(pH_{initial})$ [41].

Le pH_{PCN} correspond alors au pH de la solution pour laquelle la courbe C traverse la première bissectrice ($pH_{final} = pH_{initial}$).

3.3. Les eaux usées utilisées

Les eaux usées utilisées pour les expériences de traitement par adsorption et par biodégradation ont été collectées à la sortie d'un réacteur anaérobie pilote (Figure 9) situé au

sein de la STEP de 2iE (Figure 10). Ce réacteur pilote R1 assure un prétraitement des eaux usées domestiques recueillies sur le campus de 2iE. Avec un abattement de 40 à 50% de la pollution organique, ce dernier a un comportement similaire à celui d'une fosse septique car il met en œuvre les mécanismes de décantation et de digestion anaérobie à l'abri total de la lumière. Les concentrations moyennes de DCO à la sortie de ce réacteur sont de 289 mg.L^{-1} .



Figure 9 : Le réacteur anaérobie de la STEP de 2iE

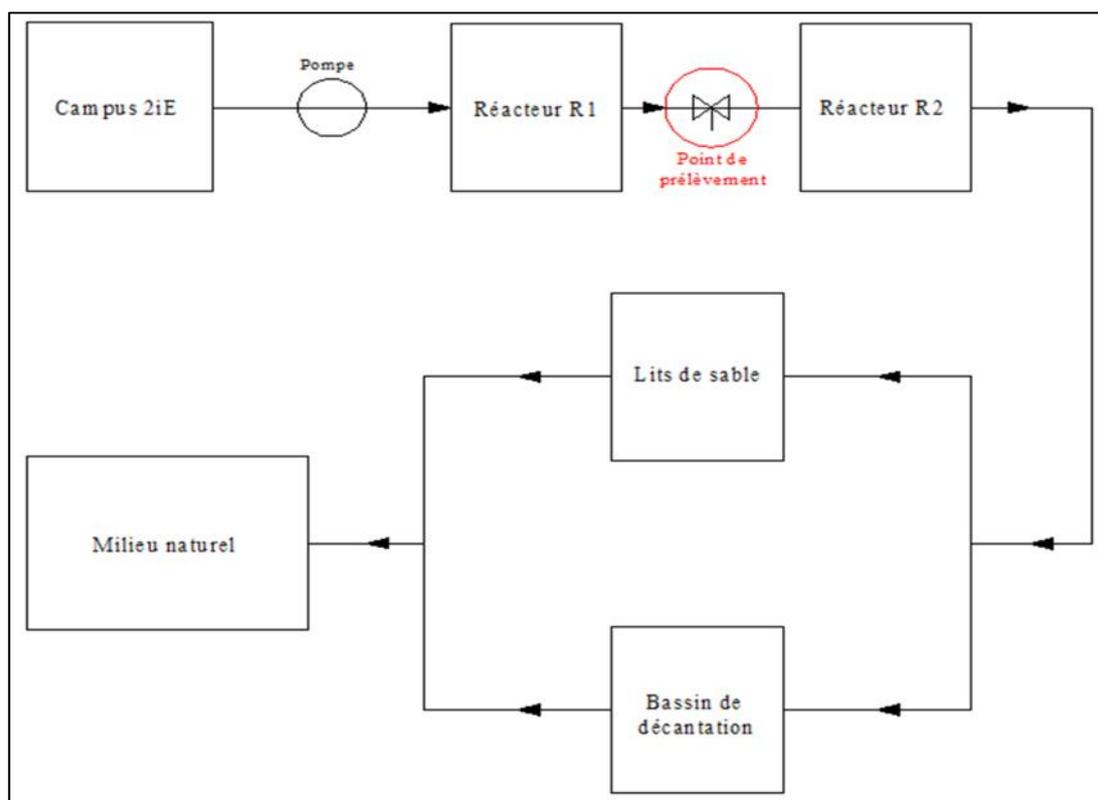


Figure 10:Schéma de la STEP pilote de 2iE et circuit de traitement

Par ailleurs, quelques paramètres physico-chimiques de l'effluent collecté à la sortie du réacteur anaérobie R1 sont présentés dans le tableau suivant (Tableau 1).

Tableau 1: Paramètres physico-chimiques de l'eau usée issue du réacteur anaérobie R1

Paramètres	Valeurs
pH	7,5
Oxygène dissout	0,5 mg.L ⁻¹
Potentiel Redox	-30 mV
MES	34 mg.L ⁻¹
DCO	289 mg.L ⁻¹
DBO ₅	177 mg.L ⁻¹

La DCO (Demande Chimique en Oxygène) a été le principal paramètre étudié au cours de la présente étude. Elle quantifie toute la pollution organique carbonée contenue dans les eaux usées y compris celle biodégradable.

Le présent travail comprend une étude de l'adsorption et une étude de la phase d'adaptation bactérienne. De ce fait, la DCO se dégage comme le paramètre le plus approprié pour quantifier l'évolution et le comportement de la pollution organique totale au cours des expériences. En effet, si l'activité bactérienne de biodégradation ne concerne que la fraction

biodégradable de la pollution organique, l'adsorption quant à elle concerne à la fois les fractions biodégradables non biodégradables de la matière organique. Pour une étude où les interactions entre l'activité bactérienne à la surface des charbons actifs et les capacités d'adsorption desdits charbons sont étudiées, le paramètre le plus approprié pour tenir compte de tous les phénomènes est la DCO.

Toutefois, au cours de l'étude de l'activité bactérienne, les paramètres tels que le pH, le potentiel d'oxydo-réduction, la température et l'oxygène dissout ont fait l'objet d'un suivi.

3.4. Expérimentations

3.4.1. Etude de l'adsorption

L'adsorption est un phénomène qui se déroule de façon rapide, comparativement au phénomène de biodégradation. Elle est de ce fait étudiée dans les cinq (05) premières heures de traitement. Il s'agit donc à travers cette étude d'évaluer en fonction du temps, la proportion de matière organique éliminée dans un échantillon par adsorption sur les charbons actifs.

3.4.1.1. Etude de la cinétique d'adsorption en système batch

Le système batch représente un réacteur dans lequel il n'y a pas d'échanges de matière avec l'extérieur. Les conditions de départ sont conservées et maintenues constantes dans le temps.

Expérience N°1

➤ Dispositif expérimental

Pour cette expérience, deux (02) béchers contenant chacun 100mL d'eau usées mis en contact avec un volume uniforme ($33,7\text{cm}^3$) de charbons actifs ont été préparés. Un troisième bécher a été préparé comme témoin pour le test. Ainsi on a le bécher 1 contenant les charbons actifs de type CA1, le bécher 2 contenant les charbons actifs de type CA2 et le bécher 3 ne contenant pas de charbons actifs et considéré comme témoin.

L'ensemble des trois béchers est ensuite mis simultanément sous agitation magnétique contrôlée à l'aide de barreaux et d'une plaque d'agitation magnétiques à 250rpm (Figure 11). Les expériences sont conduites à 25°C.



Figure 11: Dispositif expérimental en réacteur batch

Compte tenu de la faible densité des charbons actifs, pour favoriser le contact entre les charbons actifs et les échantillons d'eaux usées, et pour éviter le contact des charbons actifs avec le barreau magnétique, un petit conteneur en PVC a été conçu en vue de contenir les charbons actifs lors des expériences. D'un volume de $33,7 \text{ cm}^3$ il est fermé par le bas et par le haut par une grille maillée en plastique. Ces deux grilles sont placées pour assurer la circulation de l'effluent à travers le conteneur et permettre un contact matériau-effluent sous l'effet de l'agitation. (Figure 12).



Figure 12 : Conteneur en PVC pour abriter les charbons actifs

➤ **Pré-test (Test à blanc)**

Le dispositif décrit ci-dessus a fait l'objet d'un test à blanc. L'objectif de ce pré-test est de s'assurer que le conteneur ne modifie pas la concentration de DCO dans le réacteur au cours des expériences. En d'autres termes, on vérifie s'il n'y a pas d'apport (dissolution) significatif de matières organiques par le conteneur en PVC dans les réacteurs. Pour ce faire, le conteneur a été placé dans un bécher contenant 100mL d'eau distillée et sans charbons actifs. A l'aide d'un agitateur et d'une plaque d'agitation magnétiques il est mis sous agitation à 250rpm pendant 24 heures. Des analyses de DCO de l'eau distillée ont été faites respectivement au début et à la fin des 24 heures. La comparaison des concentrations de DCO obtenues lors de ces analyses permet de voir l'influence du conteneur sur la concentration de MO dans le réacteur.

➤ **Fonctionnement et Suivi de l'expérience**

Le conteneur en PVC a également constitué l'unité basique de mesure des quantités de charbons actifs à utiliser. C'est pourquoi pour chaque type de charbons actifs, la quantité mise en jeu lors des expériences est de 33,7cm³ correspondant à la capacité maximale du conteneur. Du fait de leurs masses volumiques différentes, les masses de charbons actifs correspondant à ce volume ne sont donc pas égales. Ainsi, on a dans le premier bécher, 5,58g de charbons actifs de type CA1 et dans le deuxième bécher, 4,91g de charbon de type CA2.

De même, dans le bécher témoin le même conteneur est placé sans toutefois contenir de charbons actifs.

La configuration de chaque bécher contenant les charbons actifs est montrée sur la Figure 13.

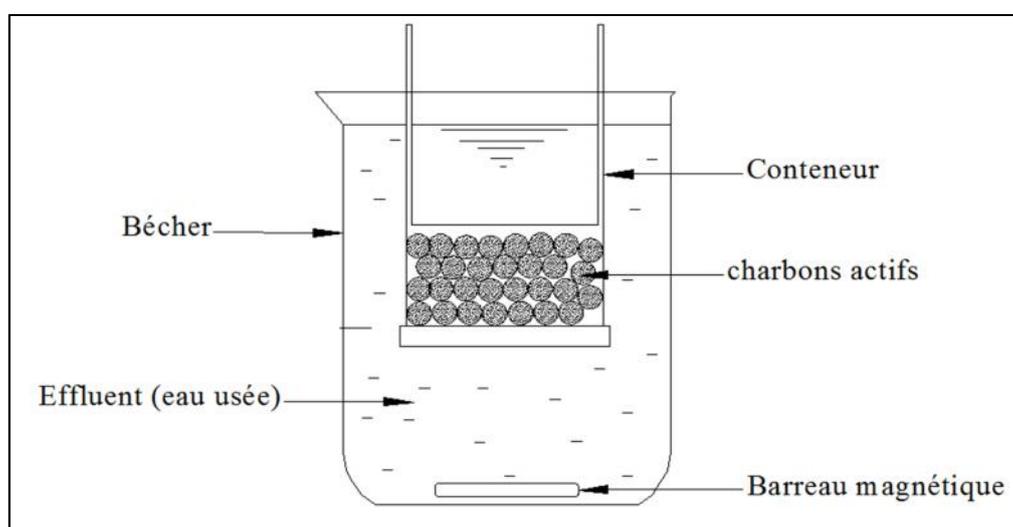


Figure 13 : Configuration d'un bécher contenant les charbons actifs

Sous l'effet de l'agitation, la circulation de l'effluent à l'intérieur du bécher se fait sous forme de tourbillon. L'eau usée pénètre dans le conteneur par le haut à travers la grille supérieure, elle entre ensuite en contact avec le massif de charbons actifs dans le conteneur, avant de ressortir par la grille inférieure (Figure 14).

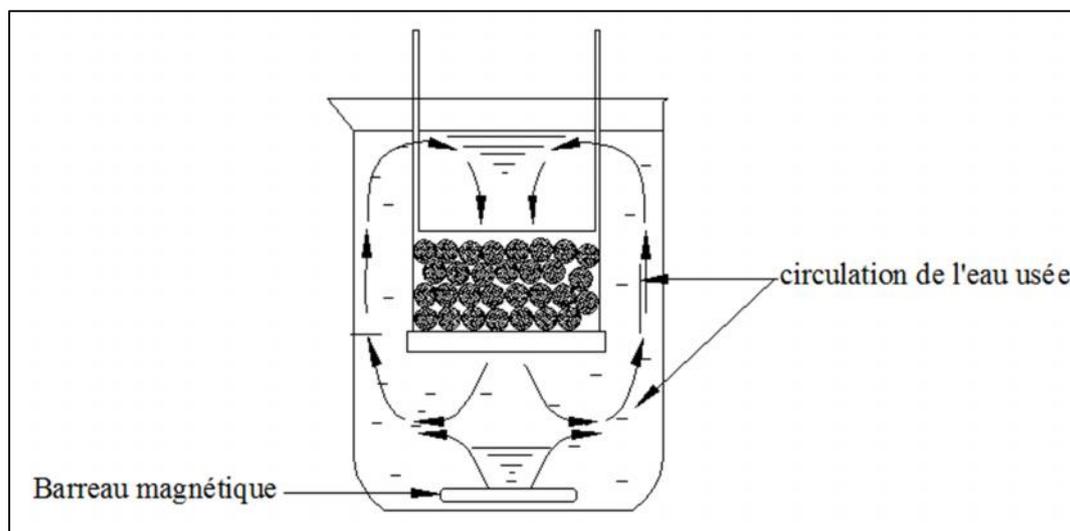


Figure 14: Circulation de l'eau usée dans le bécher

L'on procède alors à des analyses de DCO dans l'échantillon chaque heure et ce pendant cinq (05) heures de temps. Pour chaque analyse, 10mL sont prélevés dans chaque bécher à l'aide d'une pipette jaugée et d'une pro-pipette pour l'analyse de la DCO (méthode alternative).

Le traitement des données sous le logiciel Microsoft Excel a permis de tracer les courbes d'évolution de la DCO dans chaque réacteur en fonction du temps.

Expérience N°2

Elle est basée sur le même principe que l'expérience N°1. On a voulu cependant pour l'expérience N°2, utiliser un volume d'eau usée plus important et uniformiser les masses de charbons actifs dans tous les réacteurs. Trois (03) béchers contenant chacun un litre d'eau usée ont donc été considérés. Dans chacun des béchers on a introduit 5g de charbons actifs de sorte que chaque bécher corresponde à un type de charbon. Un quatrième bécher contenant un (01) litre d'eau usée a été considéré comme témoin. Ce dernier ne contient pas de charbons actifs. L'ensemble des quatre (04) béchers a été mis sous agitation magnétique contrôlée à l'aide d'un barreau et d'une plaque d'agitation magnétiques à la vitesse de 650rpm (Figure 15). L'expérience s'est déroulée pendant cinq (05) heures.



Figure 15: Dispositif expérimental de l'expérience N°2

Par ailleurs, toutes les heures un volume de 25mL était prélevé de chaque bécher à l'aide d'une pipette jaugée et d'une pro-pipette pour l'analyse de la DCO par la méthode alternative¹. Les données ont ensuite été traitées avec le logiciel Microsoft Excel.

3.4.1.2. Etude de l'adsorption en système continu

Au cours de cette expérience, il s'agit de réaliser à travers une colonne contenant des charbons actifs, un écoulement continu d'un volume de 800mL d'eau usée. Le dispositif mis en place comprend donc un réservoir d'alimentation, une colonne en plastique et un réservoir de réception. (Figure 16). La colonne en plastique a été fabriquée à l'aide d'un tube conique de 3cm de diamètre et percé par le bas pour permettre un écoulement graduel. On y a introduit un massif de charbons actifs sur une hauteur de 10cm (Figure 17).

¹ Méthode d'analyse de DCO développée au cours de ce stage par une équipe de trois étudiants (Voir 3.5.1.2)

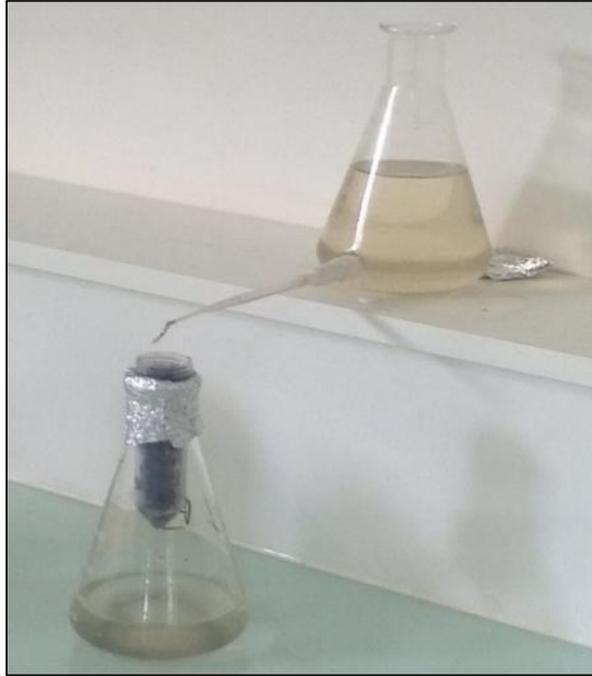


Figure 16: Dispositif expérimental en système continu



Figure 17 : Colonne contenant le massif de charbons actifs

Ainsi à partir du réservoir d'alimentation, on a fait ruisseler à compte-goutte 800mL d'eau usée (de DCO préalablement analysée et connue) à travers la colonne de charbons actifs de type CA1. Le filtrat est recueilli à la sortie de la colonne au moyen du réservoir de réception. Une fois le volume du réservoir d'alimentation complètement vidé, le filtrat est alors prélevé, mélangé, puis soumis à l'analyse de la DCO. Le temps mis pour écouler le volume d'eau usée contenu dans le réservoir est de cinq (05) heures.

A partir de la DCO de l'échantillon de départ, et de celle du filtrat, on évalue l'abattement dû à l'adsorption par les charbons actifs.

3.4.2. Etude de l'évolution de la DCO en phase d'adaptation bactérienne

Il s'agit pour cette étude, d'observer l'évolution de la pollution organique dans des réacteurs pendant la mise en place de l'activité bactérienne.

Cette étude a été conduite à la suite des expériences d'adsorption. Les mêmes dispositifs expérimentaux des expériences d'adsorption N°1 et N°2 ont été réutilisés. Les charbons actifs employés sont donc ceux ayant déjà servi aux tests d'adsorption. On suppose ainsi que les capacités d'adsorption des charbons ont été majoritairement épuisées.

- **Expérience A :**

Cette expérience a été conduite pendant trois (03) mois Elle correspond au même dispositif que l'expérience d'adsorption N°1. Les béciers ayant servi à ladite expérience et contenant les charbons CA1 (5,58g), CA2 (4,91g) et CA3 (4,37g) ont juste été alimentés en eau usée à 100mL au début de cette expérience.

- **Expérience B :**

L'expérience s'est déroulée pendant un (01) mois. Celle-ci correspond au même dispositif que l'expérience N°2 d'adsorption. Pour ce faire les béciers contenant 5g des charbons CA1, CA2 et CA3 ont été alimentés avec un volume d'eau usée de 500mL au début de cette expérience.

La conduite des tests a été identique pour les deux expériences A et B. Elles ont été menées sous agitation magnétique pendant le jour et au repos pendant les nuits à la température du laboratoire (environs 25°C).

Par ailleurs un temps de rétention hydraulique théorique de quatre (04) jours a été fixé². Cela suppose que toute eau qui entre dans le réacteur y est restée quatre jours avant d'être rejetée. Ainsi, la moitié du volume d'eau usée dans le bécier (50mL pour l'expérience A et 250mL pour l'expérience B) est prélevée et renouvelée tous les deux jours à la même heure. L'on procède ensuite à une analyse de la DCO sur le volume prélevé. En procédant ainsi, on postule qu'au bout de quatre (04) jours, l'eau usée traitée dans le bécier est complètement renouvelée.

² Le temps de rétention hydraulique dans les fosses septiques est généralement estimé compris entre 3 et 5 jours

Les paramètres tels que l'oxygène dissout, le potentiel d'oxydo-réduction, le pH, la température ont également fait l'objet d'un suivi dans chaque réacteur³.

Le suivi de la DCO a ainsi permis d'observer l'évolution de la matière organique dans les réacteurs pendant la mise en place de l'activité bactérienne.

Pendant l'expérience B, une étude de la croissance bactérienne à la surface des charbons actifs contenus dans les différents réacteurs a été effectuée⁴.

3.5. Méthodes analytiques

Les analyses effectuées entrent dans le cadre de la détermination et du suivi de la DCO, et de l'évaluation de la croissance bactérienne à la surface des charbons actifs.

3.5.1. Analyses de la DCO

3.5.1.1. Méthode Standard d'analyse de la DCO

La méthode standard d'analyse de la DCO est la méthode normalisée AFNOR T91K.

Après filtration sur filtre GFC (\varnothing 0,45 μ m), 2,5mL de l'échantillon d'eau usée à analyser sont introduits dans un tube d'analyse de DCO. Puis on y ajoute successivement 1,5mL de dichromate de Potassium ($K_2Cr_2O_7$) et 3,5mL d'acide sulfurique concentré. Fermé hermétiquement, le tube est soumis à un chauffage à reflux à 150°C pendant deux heures. A la fin du chauffage, les tubes sont laissés au repos pour refroidissement avant la lecture de la DCO au spectrophotomètre d'absorption moléculaire.

Dans le cadre de la présente étude et pour des raisons pratiques, cette méthode a servi pour l'implémentation d'une méthode alternative d'analyse, plus simple, plus rapide, et plus économique. Ainsi les analyses de DCO au cours des tests n'ont pas été faites via la méthode standard.

3.5.1.2. Méthode alternative d'analyse de la DCO

Elaboration de la méthode

Le but du développement de cette méthode est de faciliter les analyses, de juguler les contraintes liées à la disponibilité du matériel de laboratoire, de réduire les coûts des analyses tout en permettant une estimation assez fiable et en temps réel de la DCO dans les effluents d'eau usée.

³ Voir ANNEXE N°2

⁴ Voir 3.5.2.

La méthode alternative développée pour l'analyse de la DCO se base sur la spectrophotométrie UV et sur la corrélation existant entre la DCO d'un échantillon d'eau usée et la réponse spectrale dudit échantillon dans la plage de longueurs d'ondes comprises entre 300 et 400nm. Cette méthode est inspirée d'une autre qui elle est basée sur la connaissance de la réponse spectrale dans le domaine ultraviolet de l'eau usée et la déconvolution mathématique du spectre de l'échantillon d'eau usée.

Pour ce faire, une quarantaine d'échantillons d'eau usée ont été préparés par dilutions successives de plusieurs échantillons mères de provenance diverses et à des périodes différentes.

Avant les dilutions, les échantillons mères ont d'abord été filtrés à travers un filtre GFC (ϕ 0,45 μ m). Puis à l'aide de fioles jaugées de 100mL et 200mL les échantillons ont été dilués suivant les facteurs de dilution 3/4, 1/2, 1/4, 1/8 et 1/10.

Ces échantillons dilués sont alors analysés par la méthode standard et normalisée AFNOR T91K d'analyse de DCO pour en connaître les concentrations réelles de DCO.

Une deuxième portion des échantillons dilués est introduite dans le spectrophotomètre d'absorption moléculaire HACH Lange DR 5000 (Figure 18).



Figure 18: le spectrophotomètre HACH Lange DR 5000

Un balayage spectral de l'échantillon est alors effectué dans la fourchette de longueurs d'ondes 300-400nm. Le spectrophotomètre fournit alors la réponse spectrale de l'échantillon (courbe de l'absorbance en fonction de la longueur d'onde) et l'intégrale de ladite courbe. Ainsi à chaque échantillon de DCO connue (via la méthode standard) correspond une valeur chiffrée égale à l'intégrale de son spectre.

On trace alors sur un graphique le nuage de points donnant la DCO en fonction de l'intégrale. En appliquant une régression linéaire simple l'on trouve l'équation permettant d'estimer la DCO à partir de l'intégrale du spectre d'un échantillon d'eau usée.

Par la suite, la méthode a été validée sur une seconde série de quarante-deux échantillons n'ayant pas servi à l'implémentation de la méthode.

Protocole d'usage

Dans un premier temps on filtre l'échantillon à analyser à travers un filtre GFC (ϕ 0,45 μ m). Ensuite 10mL de l'échantillon filtré sont analysés au spectrophotomètre d'absorption moléculaire HACH Lange DR 5000. Pour ce faire, les 10mL sont placés dans une cuve en quartz qui est introduite dans le spectrophotomètre. Un balayage spectral entre 300 et 400nm est alors effectué et l'intégrale du spectre obtenu est fournie par l'appareil. En faisant usage de l'équation de droite de la méthode alternative, on trouve par calcul la valeur de DCO correspondante.

3.5.2. Analyse de la croissance bactérienne

Elle consiste à évaluer la croissance du biofilm bactérien en fonction du temps à la surface des charbons actifs biologiques. La technique employée pour cette étude est la culture bactérienne en boîte de pétri pour dénombrement des colonies. Les échantillons ayant fait l'objet de ces expériences ont été prélevés à la surface des charbons actifs contenus dans les réacteurs de l'expérience B de l'étude de la phase d'adaptation bactérienne. Les milieux de culture employés sont par ailleurs les milieux TSA (Tryptic Soy Agar) et Chromocult Coliform Agar. Le TSA est un milieu non différencié permettant la culture et le dénombrement des germes mésophiles totaux tandis que le Chromocult Coliform Agar sert à la culture des coliformes totaux notamment *E. Coli*.

Dilués dans une solution de Ringer à divers degrés, les différents échantillons provenant des béchers ont ensuite étéensemencés en profondeur dans les boîtes de pétri. L'ensemencement dans la masse est réalisé en mélangeant 1ml de l'échantillon mère avec le milieu de culture sélectif et en laissant prendre en masse après agitation délicate. Les boîtes de pétri sont enfin placées en incubation à 37°C pendant 24 heures. Suite à l'incubation, le dénombrement des colonies a été effectué. Le calcul de la concentration des bactéries se fait comme suit :

$$N = \frac{n \times 100}{V \times d}$$

Avec :

N : la concentration en microorganismes exprimée en UFC/100mL

n : le nombre de colonies dénombrées

V : Volumeensemencé (1mL)

d : Facteur ou degré de dilution

CHAPITRE 4: RESULTATS ET DISCUSSIONS

4.1. Caractéristiques des charbons actifs

Les tests de caractérisation des charbons actifs élaborés dans le cadre de l'étude ont donné les résultats présentés dans le tableau ci-après.

Tableau 2: Caractéristiques des charbons actifs

Charbons actifs	Indice d'iode (mg/g)	Indice de BM (mg/g)	pH	pH _{PCN}
CA1	171,85	7,74	3,5	2,1
CA2	252,86	4,17	3,3	2,4
CA3	817,36	9,75	10,1	9,0

La comparaison des indices d'adsorption (indices d'iode et de BM), permet de dire que le charbon actif CA3 présente les plus grandes capacités d'adsorption et probablement la plus grande surface spécifique et par suite le plus de micropores et de mésopores. En outre, les charbons actifs CA1 et CA2 présentent des capacités d'adsorption de l'iode beaucoup plus faible que CA3 ; traduisant probablement des surfaces spécifiques plus faibles et une microporosité moins développée.

Par ailleurs, nous avons fait l'hypothèse qu'en raison des conditions de pyrolyse lente appliquées lors de la synthèse de ces trois types de charbons, la macroporosité d'origine de la biomasse a été conservée pour les trois types de charbons. L'étude des isothermes d'adsorption de N₂ devrait permettre de mieux conclure sur la porosité réelle de chacun de ces types de charbons actifs.

On constate aussi que CA1 et CA2 ont des pH acides tandis que CA3 a un pH basique. Cela s'explique par le fait que CA1 et CA2 ont été activés avec l'acide phosphorique H₃PO₄ alors que CA3 a été activé avec l'hydroxyde de potassium KOH. Ces valeurs de pH montrent que les charbons CA1 et CA2 possèdent très probablement des fonctions de surface acides tandis que CA3 possède des fonctions de surfaces basiques. Le pH du point de charge nulle semble confirmer cette hypothèse. Par ailleurs, en comparant le pH_{PCN} de chaque charbon actif au pH de l'eau usée brute (pH= 7,5) ainsi qu'aux valeurs de pH mesurées dans les réacteurs (généralement proche ou inférieur 7)⁵, on constate que la densité de charges de surface dans ces gammes de pH, est positive pour CA3 et négative pour CA1 et CA2 (Figure 19).

⁵ Voir Annexe N°2

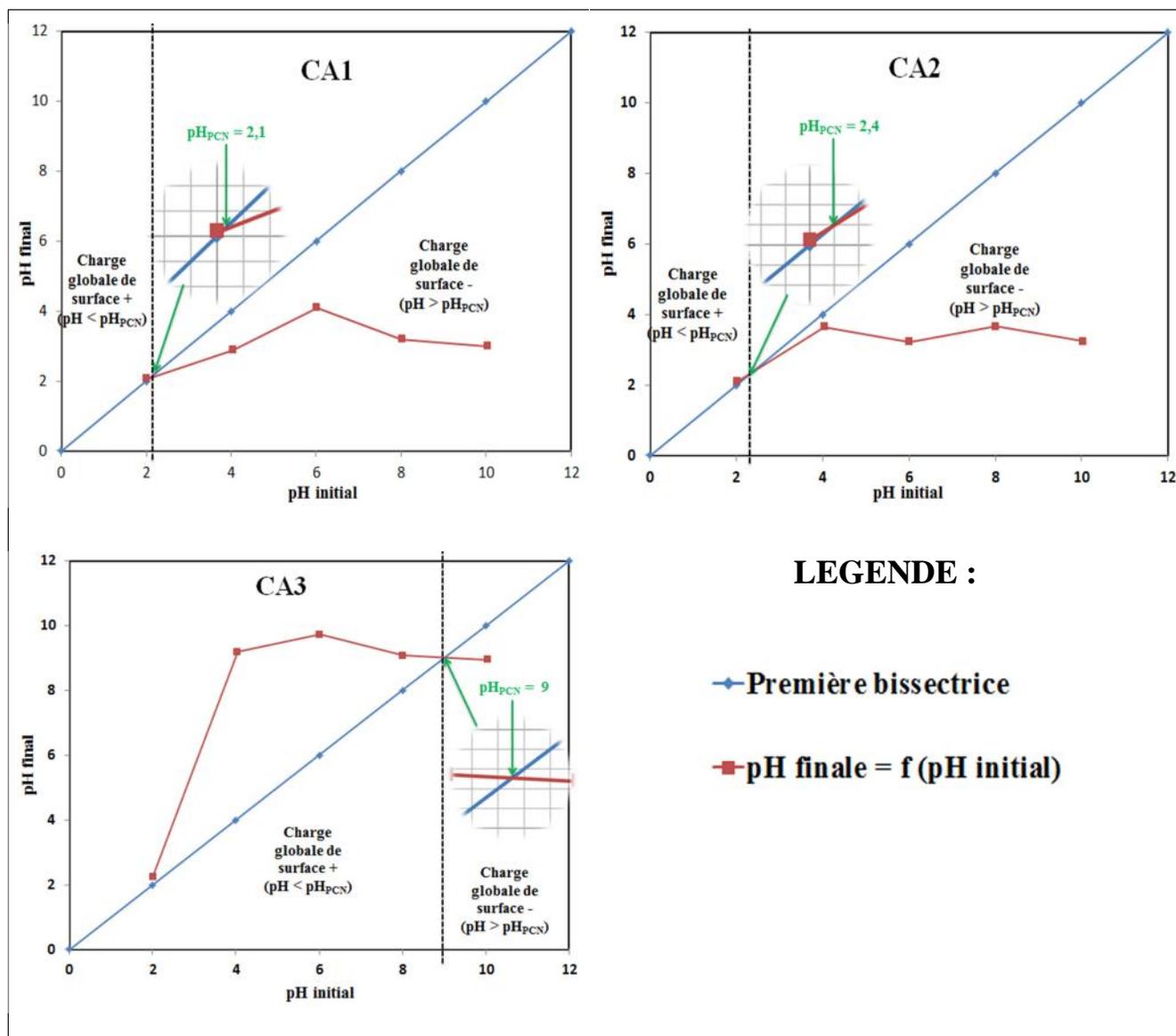


Figure 19: Détermination et position du point de charge nulle

4.2. Méthode alternative d'analyse de la DCO

Dans le Tableau 3 sont consignés les données correspondant aux quarante-deux 42 échantillons ayant servi à l'implémentation de la méthode alternative.

Tableau 3: Données des 42 échantillons pour l'implémentation de la méthode alternative d'analyse de la DCO

N° Echantillon	Intégrale (surface spectrale)	DCO ($mg\ L^{-1}$) mesurée
1	30,03	266,00
2	29,87	295,00
3	25,93	218,00
4	23,34	237,00
5	21,79	194,00
6	19,91	206,00
7	19,21	161,00

**ELIMINATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DES EFFLUENTS DE FOSSES SEPTIQUES PAR
LES CHARBONS ACTIFS BIOLOGIQUES**

8	17,95	196,00
9	17,27	226,00
10	16,43	138,00
11	14,99	178,00
12	12,73	81,40
13	12,34	85,90
14	12,03	175,00
15	11,70	160,00
16	10,08	148,00
17	9,53	71,20
18	9,02	79,00
19	7,60	103,00
20	7,17	42,00
21	6,11	73,00
22	5,75	65,20
23	5,28	53,50
24	4,80	42,90
25	4,68	43,30
26	3,91	71,00
27	3,78	14,30
28	3,60	37,60
29	3,51	29,50
30	3,25	3,63
31	2,60	15,70
32	2,31	26,70
33	2,31	28,50
34	2,24	10,10
35	2,20	51,50
36	1,97	41,00
37	1,80	28,60
38	1,59	18,00
39	1,55	6,72
40	1,21	42,00
41	1,16	24,00
42	0,79	11,50

A partir de ce tableau, nous avons représenté sur la Figure 20 les différentes valeurs de DCO mesurée en fonction de l'intégrale de l'échantillon pour en étudier la corrélation par une régression linéaire simple. Les données ont été traitées à l'aide du logiciel Microsoft Excel.

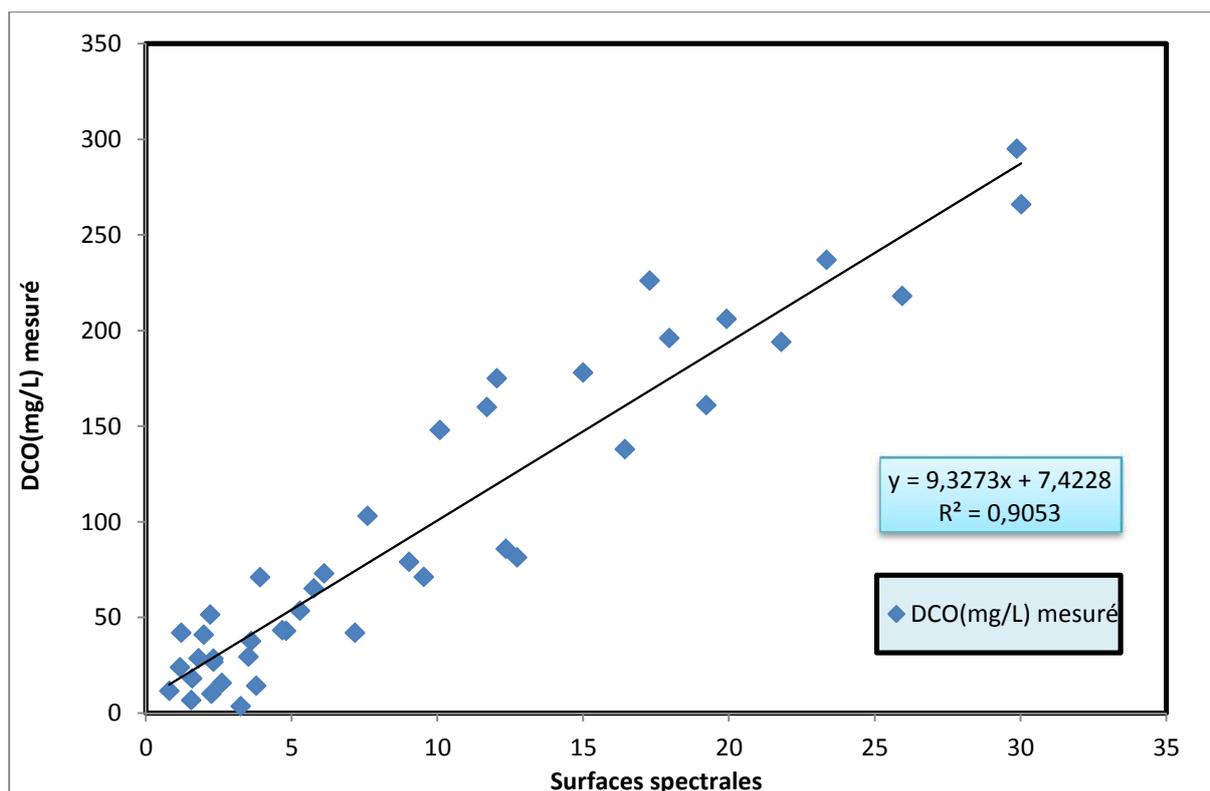


Figure 20: Corrélation entre DCO et surfaces des spectres UV entre 300 et 400 nm des effluents d'eaux usées domestiques collectées à la sortie d'un réacteur anaérobie pilote installé sur les sites expérimentaux de 2iE

L'observation du nuage de points permet de noter une tendance générale qui traduit une relation existant entre les concentrations de DCO des échantillons et leurs réponses spectrales (intégrales). Cette relation est traduite par l'équation obtenue par régression linéaire : $y = 9,3273x + 7,4228$ (Les valeurs de x sont celles des surfaces spectrales et celle de y correspondent aux DCO des échantillons correspondants).

La corrélation est traduite par un R^2 de 0,9053. On peut donc dire que la relation permet d'obtenir une estimation approximative de la DCO, tout à fait acceptable pour les objectifs recherchés dans le cadre du présent travail.

Pour vérifier la validité de la méthode alternative d'analyse de la DCO en vue de son utilisation au cours des travaux, une deuxième série de quarante-deux (42) échantillons a été utilisée. Le Tableau 4 fournit les valeurs de DCO mesurées et estimées avec la relation établie précédemment ($y = 9,3273x + 7,4228$).

**ELIMINATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DES EFFLUENTS DE FOSSES SEPTIQUES PAR
LES CHARBONS ACTIFS BIOLOGIQUES**

Tableau 4: Données des échantillons d'eau usées utilisés pour la validation de la méthode alternative d'analyse de la DCO

N° Echantillon	Intégrale (Surfaces spectrales)	DCO (mg/L) mesurée	DCO (mg/L) estimée
1	30,02	275,00	287,37
2	29,54	315,00	282,97
3	24,77	270,00	238,42
4	23,94	227,00	230,70
5	22,46	180,00	216,86
6	21,49	195,00	207,90
7	17,30	150,00	168,75
8	22,91	209,00	221,11
9	22,52	219,00	217,43
10	13,91	145,00	137,13
11	12,73	135,00	126,11
12	11,04	98,00	110,39
13	9,95	107,00	100,27
14	10,78	164,00	107,97
15	10,61	170,00	106,35
16	9,78	109,00	98,67
17	9,61	90,90	97,04
18	9,53	95,70	96,29
19	8,92	116,00	90,57
20	7,90	79,00	81,12
21	8,66	88,50	88,22
22	8,43	80,00	86,03
23	5,17	49,50	55,60
24	6,82	45,80	71,05
25	6,15	55,70	64,76
26	5,86	68,00	62,08
27	4,26	15,85	47,20
28	4,85	42,60	52,68
29	4,71	37,00	51,32
30	4,57	7,80	50,07
31	4,19	18,90	46,46
32	4,13	29,00	45,94
33	3,77	38,00	42,58
34	3,40	27,80	39,10
35	3,13	25,00	36,57
36	3,11	49,70	36,42
37	2,33	32,50	29,13
38	1,28	22,00	19,34
39	1,08	10,90	17,50
40	1,59	55,00	22,21
41	2,57	28,00	31,35
42	0,46	15,00	11,69

Pour valider l'équation de la méthode alternative d'analyse de DCO dégagée plus haut, nous avons évalué la relation entre les valeurs de DCO mesurées via la méthode standard et normalisée d'analyse AFNOR T91K et celles estimées via la méthode alternative pour les échantillons de la deuxième série (Figure 21).

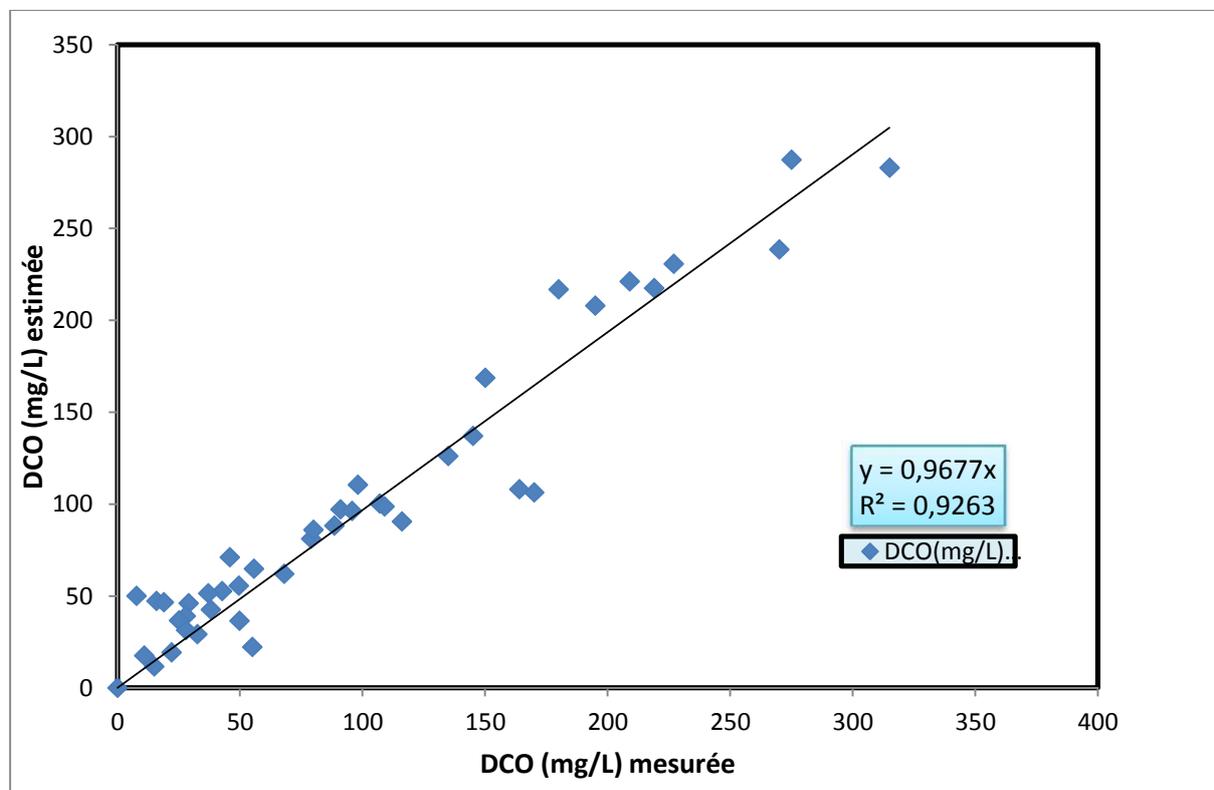


Figure 21: Graphe de validation de la méthode alternative d'analyse de la DCO

Le graphe montre une assez bonne corrélation entre les valeurs de DCO mesurées et celles estimées à l'aide de l'équation, en témoigne le coefficient de corrélation obtenu $R^2=0,9263$. De plus, on observe que la pente de la droite de régression obtenue sur le graphe est de 0,9677. Une corrélation stable et forte serait traduite normalement par une pente proche de 1. Cela implique donc qu'une erreur systématique est effectuée en appliquant la méthode alternative. Le calcul donne une erreur de $20,17\text{mg.L}^{-1}$ faite sur chaque analyse. Néanmoins cette erreur est acceptable dans le présent cas car la pente de la droite de (0,9677) est comprise dans la fourchette [0.9- 1]. On considère que, pour une estimation en temps réel de la DCO dans les échantillons d'eau usée, et pour répondre aux objectifs établis pour la présente étude, l'erreur systématique obtenue est acceptable. On peut donc valider cette méthode d'analyse dans le cadre de notre étude, car elle donne une bonne estimation de la DCO dans les effluents d'eaux usées.

Cependant pour améliorer la précision de la méthode, il conviendra de reprendre le processus de calibration/validation en augmentant le nombre d'échantillons utilisés.

4.3. Tests d'adsorption en système batch

4.3.1. Expérience N°1

La Figure 22 représente l'évolution de la DCO en fonction du temps dans les réacteurs contenant les charbons actifs CA1, CA2 et dans le réacteur témoin.

On constate un abattement de la DCO au fil du temps dans les deux réacteurs contenant les charbons actifs de types CA1 et CA2 ainsi que dans le réacteur témoin. L'abattement obtenu dans le réacteur témoin peut s'expliquer par un phénomène d'adsorption sur les matières en suspension agglutinées sous forme de floccs du fait de l'agitation.

On remarque aussi que l'abattement obtenu dans les réacteurs contenant les charbons actifs de types CA1 et CA2 est plus important que pour le réacteur témoin. On peut donc dire que cela est exclusivement dû à la présence des charbons actifs et en l'occurrence au phénomène d'adsorption qui s'y est mis en place. Par ailleurs, l'allure des courbes montre que l'abattement est rapide durant les trois premières heures après lesquelles, la vitesse d'adsorption semble se stabiliser dans les deux réacteurs.

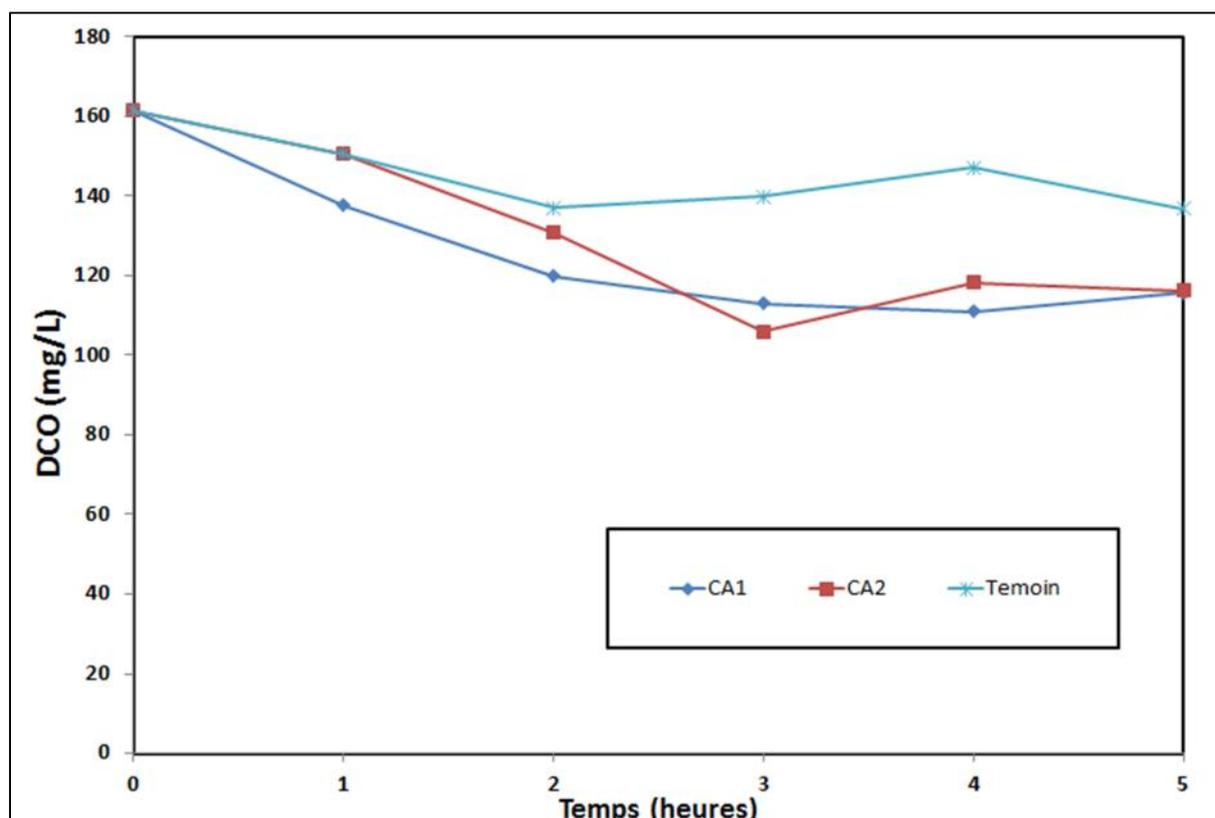


Figure 22: Cinétiques d'adsorption obtenues au cours de l'expérience N°1

Toutefois, en comparant de plus près les résultats obtenus par chacun des réacteurs fournis en charbons actifs, on se rend compte que l'évolution des courbes n'est pas exactement la même. L'abattement est plus rapidement observable pour les charbons CA1 que pour ceux de type CA2 durant les deux premières heures. Cela traduit une vitesse d'adsorption plus grande pour les charbons CA1 dans cet intervalle de temps. Cela s'explique par le fait que la masse de CA1 utilisée (5,58g) est supérieure à celle de CA2 (4,91g).

Cependant, au terme du test, on constate que l'abattement de DCO obtenu dans les deux réacteurs est quasiment identique (environ 30%). Cela est dû au fait que ces deux types de charbons ont des caractéristiques semblables surtout en termes de porosité. Pourtant, les deux charbons actifs ont des granulométries différentes (5mm pour CA1 et 15mm pur CA2). Pour le charbon actif CA1, on a enregistré une élimination moyenne de DCO de l'ordre 8,23mg/g de CA, tandis qu'on a 9,23mg/g de CA pour CA2. Ces valeurs sont inférieures à l'erreur systématique de la méthode alternative d'analyse de la DCO. On ne peut donc conclure quant à la significativité de ces abattements moyens.

On peut donc suggérer à la lumière des performances enregistrées, que la granulométrie n'intervient pas significativement dans le rendement épuratoire imputable à l'adsorption sur

les charbons actifs. Toutefois, en termes de quantité on s'orienterait plus vers les grains de grande taille car en quantité inférieure ils offrent un rendement identique voire légèrement meilleur aux grains de petite taille.

4.3.2. Expérience N°2

Les résultats donnant les cinétiques d'adsorption (évolution de la DCO dans les réacteurs en fonction du temps) sont consignés dans la Figure 23. On observe que dans le réacteur témoin, la concentration de la DCO demeure quasi constante dans le temps. Cependant, dans les réacteurs contenant les charbons actifs on observe un abattement considérable de la DCO. On peut donc à partir de ce constat, confirmer que l'abattement observé dans ces réacteurs est dû exclusivement à la présence de charbons actifs qui mettent en œuvre le phénomène d'adsorption de la matière organique.

De façon générale, pour les trois charbons actifs étudiés, l'adsorption est importante durant les deux premières heures. Par la suite, elle a tendance à se stabiliser dans le temps. Par ailleurs, on note de légères différences dans les comportements des charbons actifs à travers l'allure des courbes.

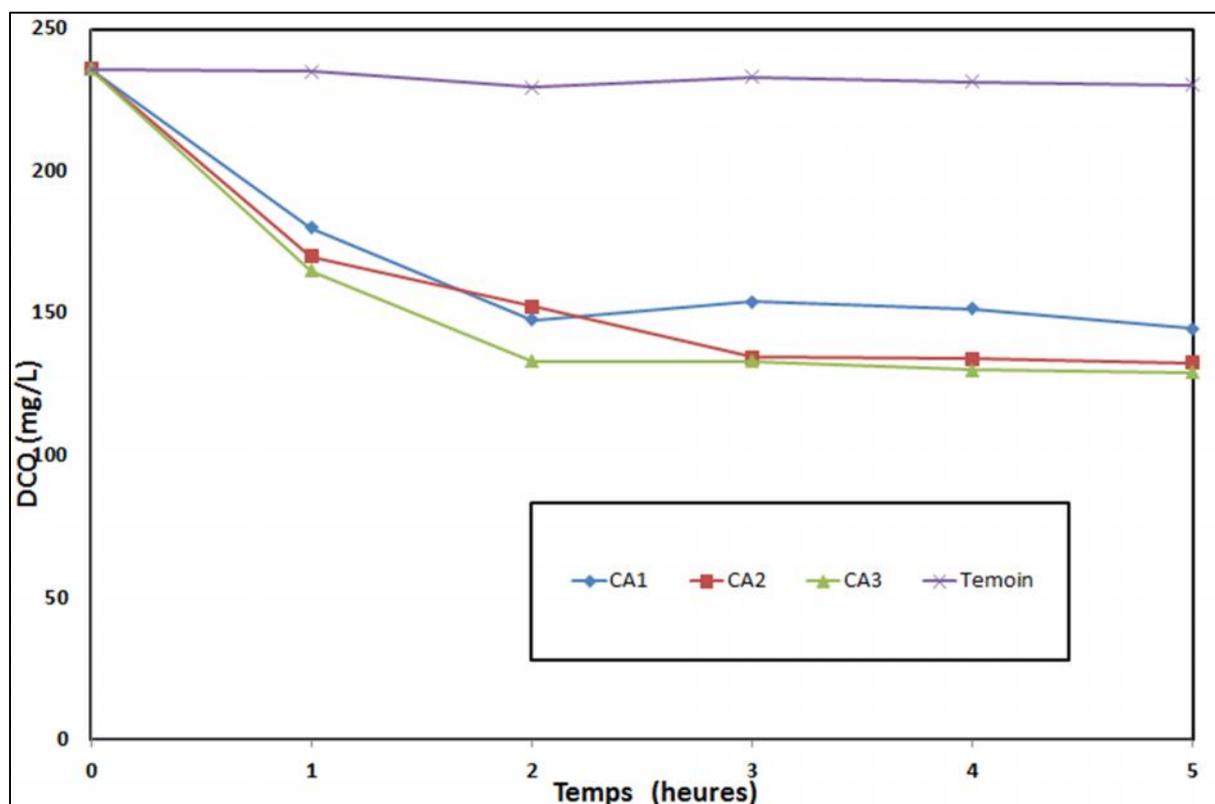


Figure 23: Cinétiques d'adsorption pour les charbons CA1, CA2 et CA3

En se basant sur les performances épuratoires enregistrées au bout des cinq (05) heures, les comportements des charbons actifs sont quasi similaires. Néanmoins, le meilleur rendement épuratoire moyen est obtenu avec les charbons de type CA3 (47% d'abattement de la DCO), suivis des charbons de type CA2 (45% d'abattement de la DCO) et enfin ceux de type CA1 (40%). La capacité d'adsorption de la matière organique (MO) en cinq (05) heures est respectivement de 18,7mgDCO/g, 20,68mgDCO/g et 21,34mgDCO/g pour CA1, CA2 et CA3. De même que pour l'expérience précédente, ces abattements moyens sont du même ordre que l'erreur systématique de la méthode d'analyse employée. On observe certes un abattement dû au phénomène d'adsorption mais, les moyens d'analyse utilisés ne permettent pas de l'évaluer de façon précise. Toutefois, les tendances qui se dégagent peuvent être analysées.

Les comportements de ces trois types de charbons diffèrent au niveau des vitesses d'adsorption enregistrées. En effet, l'équilibre d'adsorption est atteint respectivement à la deuxième et à la troisième heure pour CA3 et CA2. Il est atteint après un jour pour CA1.

On en arrive donc à la conclusion selon laquelle les charbons testés ne présentent pas de différences fondamentales en termes de performance épuratoire induite par le phénomène d'adsorption. Sachant que les trois types de charbons diffèrent en termes de porosité on peut donc postuler comme dans la littérature que la répartition de la porosité n'influe pas significativement sur l'adsorption de la matière organique [5]. En d'autres termes, la taille des molécules de matière organique contenue dans les effluents de fosses septiques est de l'ordre de celle des différents pores des charbons actifs. Malgré la différence de granulométrie, les performances sont très rapprochées. On peut donc conclure comme pour l'expérience précédente que la granulométrie n'influe pas significativement sur les rendements de l'adsorption de la MO.

Cependant les vitesses d'adsorption observées sont supérieures pour CA3, suivie de CA2. Cela pourrait être attribué au fait que CA3 et CA2 aient subi une imprégnation sous vide, ce qui n'est pas le cas pour CA1. L'imprégnation sous vide a pour avantage de favoriser la pénétration de l'activant chimique dans la matrice de la biomasse.

Comparativement à l'expérience précédente⁶, on constate que celle-ci donne de meilleurs résultats en termes d'abattement. Du reste, les résultats des deux tests sont similaires et donc les conclusions complémentaires.

4.4. Test d'adsorption en système continu

Les résultats obtenus en termes d'abattement de la DCO sont consignés dans le Tableau 4. Au bout de l'expérience, on obtient un abattement total de 43% sur un volume d'eau usée de 800mL écoulé en cinq (05) heures de temps à travers une colonne contenant 70,69cm³ charbons actifs de type CA1. Ce volume correspond à une masse de 11,2g.

Tableau 5: Résultats du test d'adsorption en système continu

Temps (heures)	DCO (mg.L ⁻¹)	Abattement (%)
0	225,91	0
5	128,13	43

Ces résultats sont du même ordre que ceux obtenus avec l'expérience N°1 d'adsorption en système batch avec le même type de charbons actifs. En termes d'élimination de la DCO on a 8,73mgDCO/g de CA1. La tendance générale de l'expérience d'adsorption N°1 est conservée. Cependant on ne peut conclure sur les capacités d'adsorption réelles de CA1 du fait que les résultats obtenus sont du même ordre que l'erreur systématique de la méthode d'analyse alternative de la DCO.

4.5. Etude de l'évolution de la DCO en phase d'adaptation bactérienne

4.5.1. Expérience A

Le suivi continu des expériences en bécher continu a permis d'observer l'évolution de la DCO dans les différents réacteurs au cours du temps. Les courbes d'évolution temporelles sont représentées dans la Figure 24. A, B, C et D correspondent respectivement aux résultats obtenus avec CA1, CA2, CA3 et dans le réacteur témoin.

La courbe bleue (Eaux usées brutes) correspond aux apports d'eaux usées (50mL) tous les deux jours. La courbe verte quant à elle (DCO dans le réacteur après 1 heure de mixage) donne les concentrations de DCO dans les réacteurs immédiatement après chaque alimentation (apport en eau usée brute). Elle représente donc les concentrations de DCO dans le mélange induit par chaque nouvel apport d'eau usée dans les réacteurs. Enfin, la courbe rouge (DCO dans le réacteur après 48 heures de traitement) correspond à l'évolution de la

⁶ Voir 4.3.1

ELIMINATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DES EFFLUENTS DE FOSSES SEPTIQUES PAR LES CHARBONS ACTIFS BIOLOGIQUES

DCO dans les réacteurs toutes les 48 heures après l'alimentation en eau usée. Elle correspond ainsi à la concentration de DCO en 48 heures de traitement. L'évaluation des performances épuratoires se fait dès lors par comparaison des courbes vertes et rouges. Entre deux points respectivement vert et rouge et consécutifs dans le même ordre, on observe un abattement lorsque le point rouge est plus bas que le point vert.

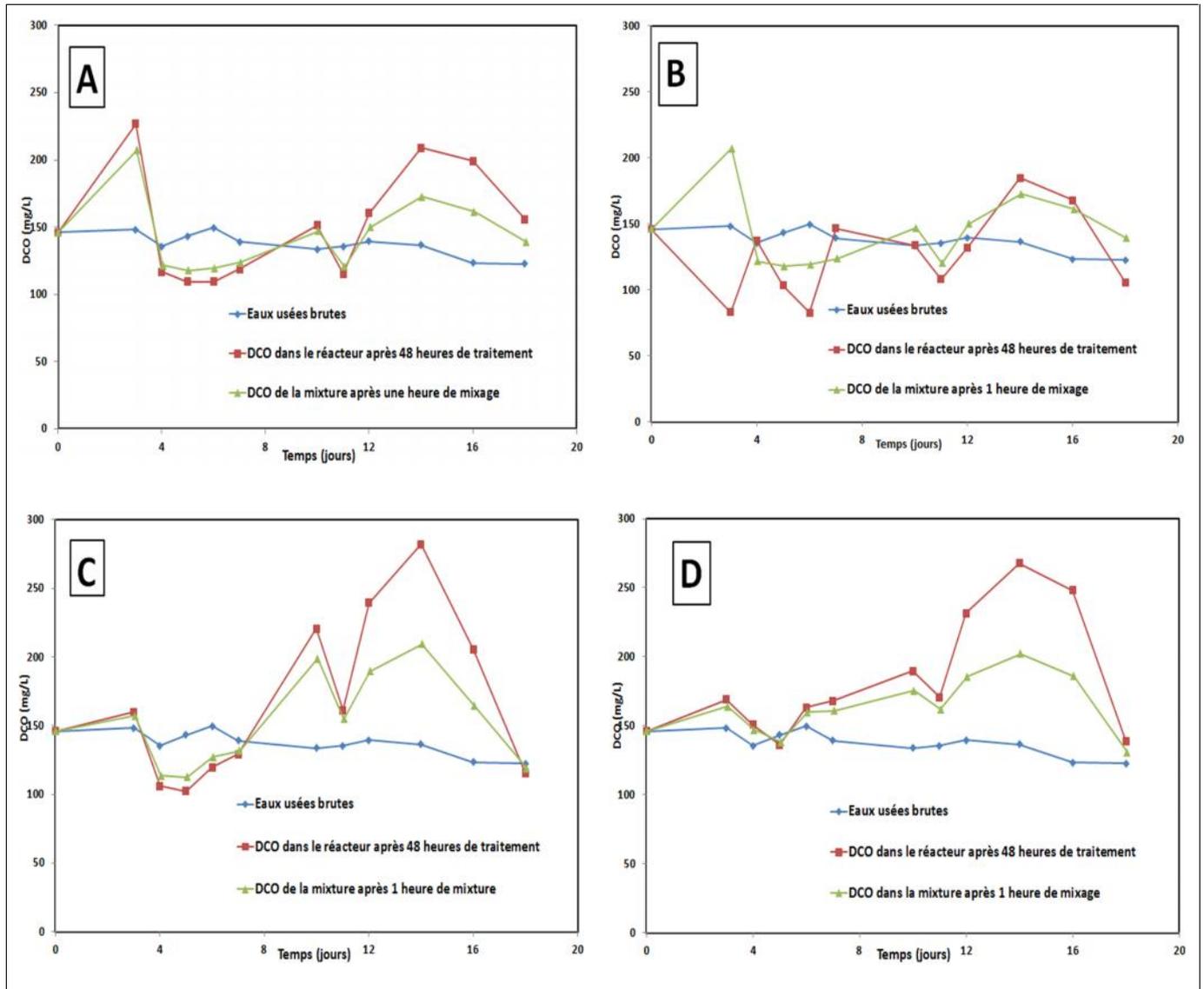


Figure 24: Suivi de la DCO au cours du temps pendant la phase d'acclimatation dans les réacteurs contenant le charbon actif CA1 (A), CA2 (B), CA3 (C) et le réacteur témoin (Phase 1)

On constate que les graphes présentent des similitudes pour tous les charbons actifs. En effet, pour chacun de ces graphes, la courbe rouge est généralement au-dessus de la courbe verte. Cela traduit une augmentation de la DCO dans les réacteurs au fil du temps. C'est un phénomène encore non maîtrisé. Toutefois, il pourrait s'expliquer par les caractéristiques et l'instabilité de la population bactérienne développée à la surface des charbons actifs durant cette phase d'adaptation.

On ne peut donc pas dire qu'on observe un abattement continu et significatif de la DCO durant cette phase. Les résultats traduisent plutôt une instabilité de l'activité bactérienne. Ce constat est typique de la phase d'adaptation bactérienne dans un système d'épuration biologique à culture fixe selon la littérature. Cela implique qu'au bout de 20 jours de fonctionnement des réacteurs, les bactéries sont encore en phase d'adaptation.

Des résultats similaires ont été trouvés au cours de certaines études antérieures. On a donc pu observer selon les études, des phases d'adaptation longues de six (06) mois [6] et de quatre (04) mois [42]. De même, il a été montré que la stabilisation de l'activité biologique n'est observée qu'après huit (08) mois (biomasse bactérienne équivalente à 70×10^8 bactéries de la taille de *E. Coli*) [6]. Selon cette étude, la croissance puis la stabilisation de la biomasse bactérienne fixée dépend fortement de la teneur de l'eau usée en nutriments. Elle dépendrait également de l'activité des protozoaires consommant les bactéries. Cette tendance a été observée dans les réacteurs jusqu'au 64^e jour d'expérimentation.

La période qui a suivi est caractérisée par un abattement continu de la matière organique dans les réacteurs. On observe en effet que sur la Figure 25 ci-dessous, la courbe rouge est constamment en dessous de la courbe verte à partir du 65^e jour dans tous les réacteurs. Cela traduit l'installation d'une activité bactérienne de biodégradation avec un abattement continu de la MO dans les réacteurs. Le réacteur témoin, exempt de charbons actifs, présente la même tendance avec des performances plus faibles. L'abattement enregistré dans le réacteur témoin est probablement attribuable à un phénomène de boues activées et d'adsorption sur les floccs de matières formés à l'intérieur du réacteur.

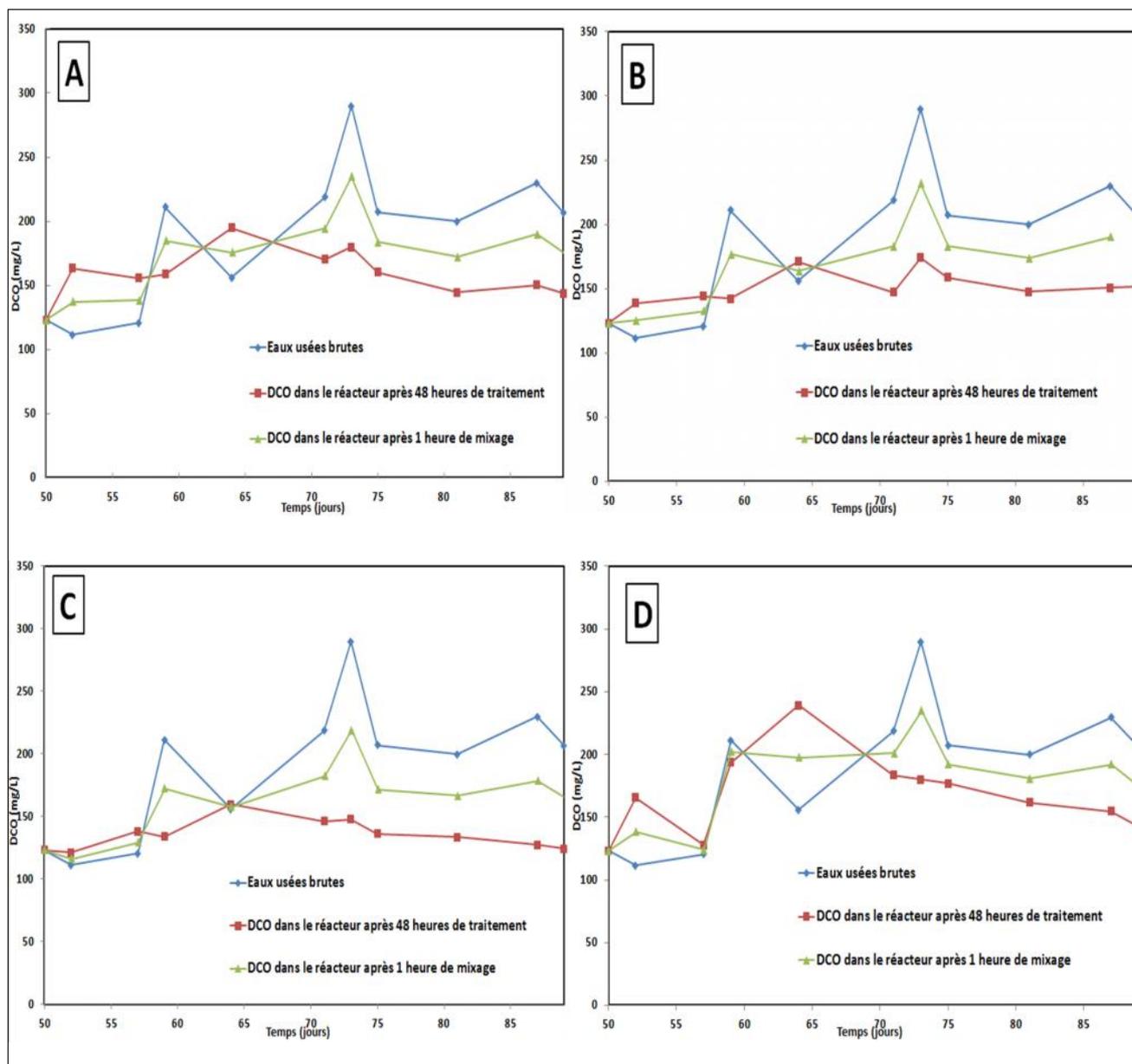


Figure 25: Suivi de la DCO au cours du temps pendant la phase d'acclimatation dans les réacteurs contenant le charbon actif CA1 (A), CA2 (B), CA3 (C) et le réacteur témoin (Phase 2)

De plus près, on observe que les rendements épuratoires ne sont pas les mêmes, en témoigne l'amplitude des écarts entre les courbes vertes (DCO dans le réacteur après 1 heure de mixage) et rouges (DCO dans le réacteur après 48 heures de traitement). De fortes similitudes se dégagent entre les graphes A et B représentant respectivement les charbons actifs CA1 et CA2. Ces deux (02) types de charbons actifs, de porosité supposée similaire, diffèrent surtout en termes de granulométrie. La similitude des tendances entre ces deux types de charbons indique donc que la granulométrie n'influence vraisemblablement pas la mise en place de la biodégradation. Quant à CA3, il serait plutôt très micro et mésoporeux avec une surface spécifique plus importante. Le graphe C lui correspondant, présente des amplitudes entre les

courbes plus grandes que celles de CA1 et CA2. L'abattement y est donc plus significatif⁷. Il semble donc que l'activité bactérienne est plus prononcée en présence de micropores et de mésopores. Cela est dû au fait que les bactéries fixées dans les mésopores sont moins sujettes aux forces de cisaillement induites par la circulation de l'effluent dans le réacteur. La fixation y est donc plus stable et les populations bactériennes y croissent plus rapidement. Les micropores interviennent en ce sens que les enzymes bactériennes y sont actives en dégradant la matière organique déjà adsorbée [19]. Ces résultats sont complémentaires à ceux de la littérature. En effet certaines études ont aussi montré que les mésopores étaient plus favorables à la fixation bactérienne [5] [21] et d'autres ont prouvé que les micropores sont favorables à la biodégradation [4].

4.5.2. Expérience B

Les données obtenues via le suivi de la DCO dans les réacteurs sont consignés dans la Figure 26. La lecture des graphes se fait exactement comme celle des graphes de l'expérience A.

⁷ Voir ANNEXE 3

ELIMINATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DES EFFLUENTS DE FOSSES SEPTIQUES PAR LES CHARBONS ACTIFS BIOLOGIQUES

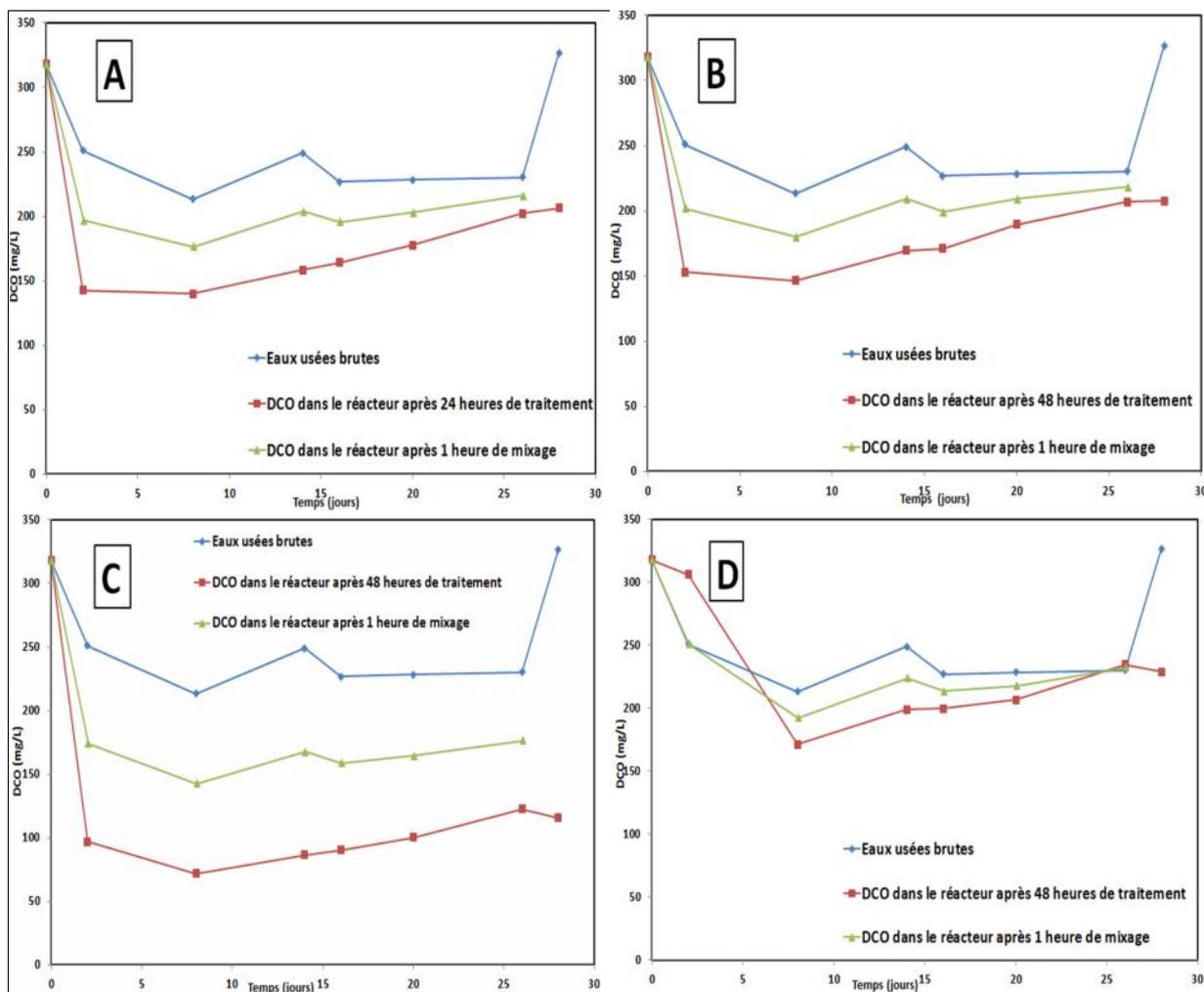


Figure 26: Suivi de la DCO au cours du temps pendant la phase d'acclimation dans les réacteurs contenant le charbon actif CA1 (A), CA2 (B), CA3 (C) et le réacteur témoin

Contrairement aux résultats de l'expérience A, on observe durant toute la durée de l'expérience (un mois) un abattement continu de la DCO. Le réacteur témoin quant à lui enregistre un comportement complètement différent car on n'y observe pratiquement pas d'abattement de la DCO. Cela permet donc de confirmer que l'abattement observé dans les autres réacteurs est lié à la présence de charbons actifs biologiques. Dès lors, on pense que cet abattement est lié à la mise en place progressive de l'activité bactérienne à la surface des charbons actifs.

La phase d'adaptation observée au cours de cette expérience est plus stable et passe de ce fait presque inaperçue. On y observe déjà une activité de biodégradation dès les premiers jours de fonctionnement des réacteurs. Cela confirme certaines études dans la littérature ayant enregistré une période d'adaptation de 3 à 5 jours en alimentant les bactéries épuratrices avec un nutriment particulier [18]. L'explication de cette activité bactérienne précoce peut effectivement résider dans l'importance de la charge polluante et des nutriments contenus

dans l'effluent d'eau usée. En effet, quelques temps avant le début de l'expérience, le réacteur anaérobie R1 a subi une vidange complète, d'où l'arrêt et la réinitialisation du processus biologique de digestion anaérobie en son sein. Il y va donc que l'effluent en sortie soit plus chargé en termes de nutriments et en MO biodégradable désormais disponible pour la population bactérienne fixée à la surface des charbons actifs biologiques. Dans la pratique cela s'est effectivement traduit par des concentrations de DCO plus élevées dans les eaux usées brutes.

Par ailleurs l'observation et l'analyse des courbes d'évolution de la DCO dans les réacteurs permettent de noter un comportement similaire pour les charbons actifs biologiques CA1 et CA2. Les performances épuratoires enregistrées pour ces deux réacteurs évoluent de façon similaire dans le temps. Les rendements moyens sont respectivement de 18% et 16%. Quant au réacteur contenant les charbons actifs de types CA3, il enregistre une tendance particulière par rapport aux deux précédents. On y observe un abattement continu, plus stable et plus important. Le rendement épuratoire moyen est de 44%⁸. Cette tendance confirme donc les résultats de l'expérience A selon lesquels les mésopores et les micropores du charbon actif CA3 favorisent mieux l'activité bactérienne. De même, la granulométrie n'a pas d'influence significative sur la mise en place de l'activité bactérienne. En associant ces résultats à ceux obtenus avec les tests d'adsorption on peut conclure à la suite de la littérature que les charbons micro et mésoporeux sont à la fois ceux qui ont les meilleures capacités d'adsorption et qui favorisent le mieux la fixation bactérienne [4].

Par ailleurs, la stabilité de la concentration de DCO ainsi que les taux d'abattement dans le réacteur contenant les charbons actifs CA3 (19,5mgDCO/g de CA3 ; écart-type : 12,4 mgDCO/g de CA3) semblent indiquer contre toute attente la mise en place de la biorégénération dans ce réacteur. Cela confirmerait ainsi l'hypothèse selon laquelle les charbons mésoporeux sont plus favorables à la biorégénération [34].

Toutes ces conclusions sont corroborées par les résultats obtenus en étudiant la croissance bactérienne à la surface des charbons actifs.

4.6. Etude de la croissance bactérienne

A partir des cultures bactériennes de laboratoire, on a pu observer durant un mois, l'évolution de la population bactérienne à la surface des charbons actifs biologiques CA1, CA2 et CA3. On constate au vu des résultats (Figure 27), une croissance exponentielle des bactéries à la

⁸ Voir ANNEXE 4

surface de chacun des charbons actifs biologiques. Cependant, le cas de CA3 est atypique en ce sens que la croissance bactérienne à sa surface est plus stable et à la longue plus importante.

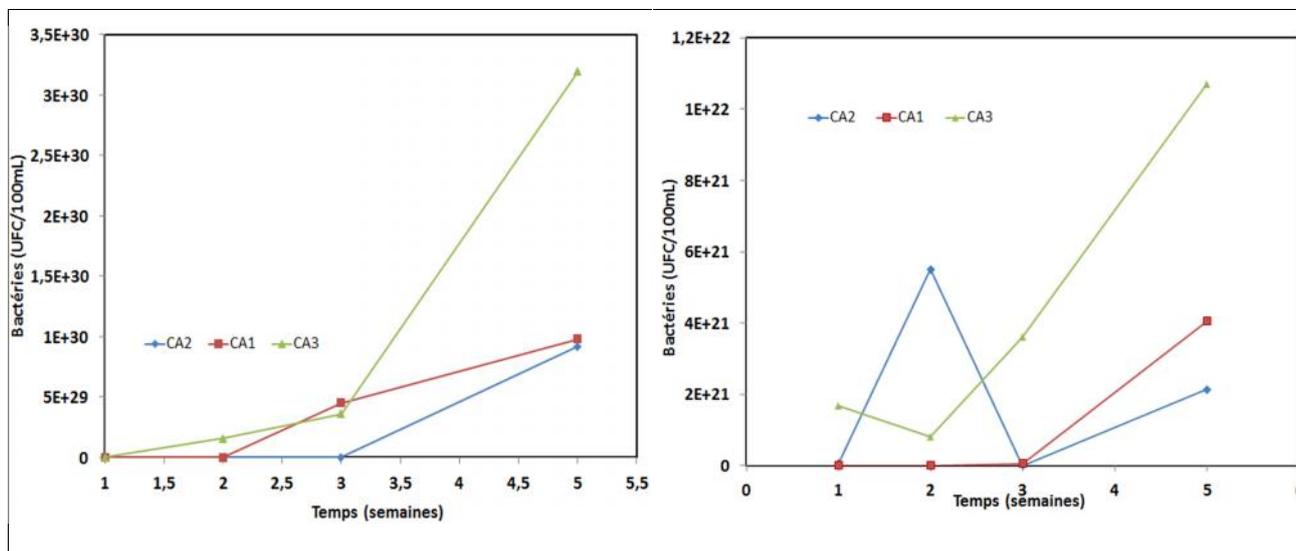


Figure 27: Croissance bactérienne à la surface des charbons actifs : A gauche germes mésophiles totaux (milieu de culture TSA) et à droite coliformes totaux (Chromocult Coliform Agar)

La dynamique de croissance et de l'activité bactérienne observée à la surface des charbons actifs biologiques est liée à leurs propriétés chimiques de surface. En effet, sachant que CA3 est un charbon actif basique (pH= 10,1) tandis que CA1 et CA2 sont acides (pH 3), il semble au regard des résultats que les bactéries se développent le mieux sur un support basique. Il s'agit donc certainement de bactéries basophiles. A ce sujet, certaines investigations dans la littérature ont effectivement montré que certaines bactéries épuratrices présentent de meilleures aptitudes à l'adsorption (ingestion) lorsqu'elles sont dans des conditions de pH alcalin. De plus, en raison de leurs pH_{PCN} respectifs, CA3 présente une densité de charges de surface positive dans une gamme de pH proche de 7 tandis que CA1 et CA2 présentent de fortes densités de charges négatives dans la même gamme de pH⁹. Cela est une explication majeure de la dynamique de croissance et de l'activité bactérienne observées à la surface des charbons actifs biologiques. En effet, d'après la littérature, les bactéries présentent une densité de charges de surface négative [43][44]. Ces bactéries développent donc de ce fait, une grande affinité électrostatique avec les supports chargés positivement. Dans notre cas, on comprend que les bactéries épuratrices développent une affinité électrostatique plus grande avec le charbon actif CA3 à la surface duquel elles se développent de façon plus dynamique. Cette

⁹ Voir 3.1

affinité serait limitée à la surface des charbons actifs CA1 et CA2 du fait des forces répulsives créées entre la surface des bactéries et les surfaces de ces charbons actifs.

CHAPITRE 5 : CONCLUSION ET PERSPECTIVES

CONCLUSION

Les études de l'adsorption et de la mise en place de l'activité bactérienne à la surface des charbons actifs ont été menées en réacteurs batch et continu. Elles ont permis de constater que les charbons actifs CA1, CA2 et CA3 ne présentent pas de différences fondamentales en termes d'adsorption. Les performances épuratoires moyennes enregistrées étant du même ordre que l'erreur de la méthode d'analyse employée, on ne peut conclure sur les capacités d'adsorption réelles des trois types de charbons actifs. Toutefois les tendances obtenues montrent que la répartition des pores, la granulométrie, l'alcalinité ou l'acidité des charbons actifs et probablement leurs fonctions de surfaces n'interviennent pas fondamentalement dans le processus d'adsorption des molécules de la MO des effluents de fosses septiques. Mais les charbons actifs ayant montré le plus d'avantages, surtout en termes de vitesse d'adsorption, sont ceux ayant subi une imprégnation sous vide, c'est-à-dire CA2 et CA3, tous deux de granulométrie 15mm. On en a déduit que l'imprégnation sous vide présente des avantages pour l'adsorption.

Quant à la mise en place de l'activité bactérienne à la surface des charbons actifs biologiques, deux tendances ont pu être observées selon les deux expériences menées dans ce domaine. La première expérience a mis en évidence l'occurrence d'une phase d'adaptation bactérienne de 64 jours avant d'observer un abattement continu et stable de la matière organique. Elle est caractérisée par l'absence d'abattement de la MO. Après cette phase d'adaptation, on a enregistré de façon continue et stable un abattement de la MO dans les réacteurs marquant la mise en place de la biodégradation. Au cours de la seconde expérience la phase d'adaptation est passée quasi inaperçue car dès le début de l'expérience on a enregistré un abattement continu de la matière organique. Ces deux expériences ont montré à travers les résultats que le charbon actif CA3 présentait les meilleures performances en termes de stabilité et de performance épuratoire. La constance des abattements enregistrés avec ce type de charbon semble même indiquer une biorégénération des charbons actifs CA3. Ces deux expériences ont par ailleurs conduit à conclure que la granulométrie n'intervient pas fondamentalement dans la mise en place de l'activité bactérienne. Par contre la porosité semble y jouer un rôle. Ainsi les mésopores et les micropores semblent être le type de pores adéquats pour la mise en place de l'activité bactérienne. Par ailleurs en corrélant les résultats obtenus au cours des phases d'adaptation bactérienne, à ceux de l'étude de la croissance bactérienne à la surface

des charbons actifs biologiques, ainsi qu'aux propriétés chimiques de surface de ces charbons actifs, nous avons trouvé que les charbons actifs basiques (CA3 dans le cas présent) sont ceux qui conviennent le mieux à la dynamique de mise en place des populations bactériennes épuratrices. De même les charbons actifs présentant une densité de charges de surfaces positive sont favorables à cette dynamique car permettant de fixer au mieux les bactéries qui ont quant à elles des surfaces électronégatives.

RECOMMANDATIONS ET PERSPECTIVES

Au regard des différents résultats et compte tenu des difficultés et limites observées au cours des travaux, il se dégage un certain nombre de recommandations et de perspectives pour la poursuite des travaux de ce projet.

Dans un premier temps, il est important voire indispensable de procéder à une étude de caractérisation des charbons actifs plus poussée. Cette étude devrait surtout concerner les groupements fonctionnels chimiques de surface, la surface BET et les isothermes d'adsorption de N₂ des charbons actifs. Elle devrait confirmer et compléter les hypothèses dégagées suite à la caractérisation menée au cours de la présente étude. De même, à la lumière des résultats obtenus en expérience d'adsorption, il est important de conduire les tests sur un volume d'eau usée conséquent à l'exemple de l'expérience N°2 d'adsorption. Toutefois, les différents résultats obtenus en tests d'adsorption et d'adaptation bactérienne suggèrent que l'intérêt soit surtout porté sur les charbons actifs CA3. En effet ce type de charbon s'est avéré à la fois le plus efficace pour l'adsorption et pour la mise en place de l'activité bactérienne. Toutefois, pour les expériences de biodégradation, il conviendra de redimensionner les réacteurs en choisissant un temps de rétention hydraulique prenant en compte le temps de séjour des eaux usées dans la fosse complémentaire contenant le massif de charbons actifs biologiques uniquement, et non le temps de séjour total des eaux dans la fosse septique.

Aussi, est-il nécessaire de procéder à une étude plus approfondie et plus rigoureuse du biofilm à la surface des charbons actifs. Cette étude devrait pouvoir aboutir à une modélisation de la croissance bactérienne à la surface des charbons actifs biologiques. Elle devrait également permettre de déterminer la période à laquelle le biofilm bactérien devient véritablement stable à la surface des charbons actifs. Il serait aussi scientifiquement bénéfique d'identifier au cours de la même étude, les différentes souches bactériennes épuratrices se développant à la surface des charbons actifs biologiques. Pour ce faire des technologies telles que la microscopie

confocale, la microscopie électronique à balayage, les tests aux ultra-sons seraient d'une grande utilité.

Par ailleurs un autre volet d'investigation peut être orienté vers les interactions et les relations entre le développement bactérien et les groupements chimiques fonctionnels à la surface des charbons actifs. Les résultats pourraient permettre par la suite de dégager des pistes d'optimisation dans l'élaboration des charbons actifs pour le traitement des effluents de fosses septiques. Cette optimisation pourra être mise en œuvre à travers une fonctionnalisation des charbons actifs lors du processus d'élaboration.

En outre, l'épuration des eaux usées ne concernant pas seulement l'abattement de la matière organique, il est nécessaire d'envisager pour compléter et approfondir la présente étude, un suivi des autres paramètres de pollution tels que les pollutions azotée et phosphorée. Une autre grande perspective serait d'orienter un volet de cette étude vers les performances d'un tel système sur le plan de la désinfection avec l'évaluation des indicateurs de contamination fécale et des pathogènes au cours du traitement.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

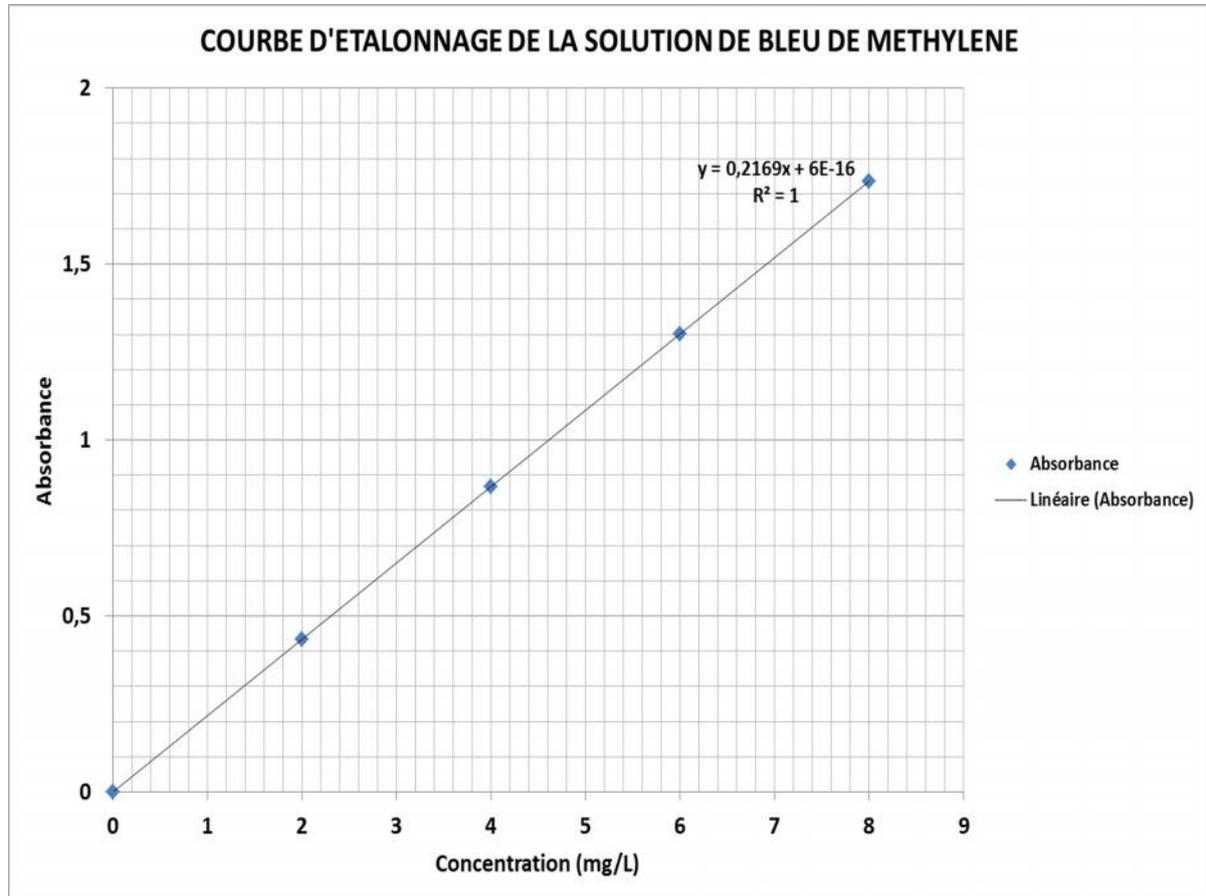
- [1] F. Ademiluyi, S. Amadi, and N. J. Amakama, "Adsorption and Treatment of Organic Contaminants using Activated Carbon from Waste Nigerian Bamboo.," *Journal of Applied Sciences and Environmental Management*, vol. 13, no. 3, 2009.
- [2] W. Xing, H. H. Ngo, S. H. Kim, W. S. Guo, and P. Hagare, "Adsorption and bioadsorption of granular activated carbon (GAC) for dissolved organic carbon (DOC) removal in wastewater," *Bioresource Technology*, vol. 99, no. 18, pp. 8674 – 8678, 2008.
- [3] M. Lakdawala and J. Lakdawala, "Comparative Study of Effect of PAC and GAC on Removal of COD Contributing Component of Sugar Industry waste water," *Research Journal of Recent Sciences ISSN*, vol. 2277, p. 2502, 2013.
- [4] K. Yapsakli and F. Çeçen, "Effect of type of granular activated carbon on {DOC} biodegradation in biological activated carbon filters," *Process Biochemistry*, vol. 45, no. 3, pp. 355 – 362, 2010.
- [5] K. Gaid, C. Cavelier, and G. Martin, "Mecanismes de l'épuration biologique sur charbon actif," *Water Research*, vol. 16, no. 1, pp. 7 – 17, 1982.
- [6] B. Seredy ska-Sobecka, M. Tomaszewska, M. Janus, and A. W. Morawski, "Biological activation of carbon filters," *Water Research*, vol. 40, no. 2, pp. 355 – 363, 2006.
- [7] K. Yapsaklı, F. Çeçen, Ö. Akta , and Z. S. Can, "Impact of surface properties of granular activated carbon and preozonation on adsorption and desorption of natural organic matter," *Environmental Engineering Science*, vol. 26, no. 3, pp. 489–500, 2009.
- [8] D. Kalderis, S. Bethanis, P. Paraskeva, and E. Diamadopoulos, "Production of activated carbon from bagasse and rice husk by a single-stage chemical activation method at low retention times," *Bioresource Technology*, vol. 99, no. 15, pp. 6809 – 6816, 2008.
- [9] H. Marsh and F. Rodríguez-Reinoso, "Chapter 6 - Activation Processes (Chemical)," in *Activated Carbon*, H. M. Rodríguez-Reinoso, Ed. Oxford: Elsevier Science Ltd, 2006, pp. 322 – 365.
- [10] R. G. Rice and C. M. Robson, "Biological activated carbon– enhanced aerobic biological activity in GAC systems.," *ANN ARBOR SCI., 10 TOWER OFFICE PARK, WOBURN, MA 01801. 1982.*, 1982.
- [11] U. Ghosh, A. S. Weber, J. N. Jensen, and J. R. Smith, "Granular activated carbon and biological activated carbon treatment of dissolved and sorbed polychlorinated biphenyls," *Water environment research*, vol. 71, no. 2, pp. 232–240, 1999.
- [12] W. Weber Jr, M. Pirbazari, and G. Melson, "Biological growth on activated carbon: an investigation by scanning electron microscopy," *Environmental Science & Technology*, vol. 12, no. 7, pp. 817–819, 1978.
- [13] A. Benedek, "Simultaneous biodegradation and activated carbon adsorption; a mechanistic look," in *Activated carbon adsorption of organics from the aqueous phase*, Ann Arbor Science, 1981, pp. 273–302.
- [14] T. C. Voice, D. Pak, X. Zhao, J. Shi, and R. F. Hickey, "Biological activated carbon in fluidized bed reactors for the treatment of groundwater contaminated with volatile aromatic hydrocarbons," *Water Research*, vol. 26, no. 10, pp. 1389 – 1401, 1992.
- [15] M. Rizet and A. Coute, "Evaluation des micro-organismes des milieux granulaires utilises pour la filtration des eaux de surface [efficacite des differents milieux granulaires: filtre a sable, filtre a charbon actif en grains].," *Techniques et Sciences Municipales*, 1981.
- [16] M. Bourbigot, "Filtration biologique sur charbon actif utilisé en second étage de traitement," *Tribune du Cebedeau*, vol. 448, pp. 131–143, 1981.

- [17] P. Lafrance, M. Mazet, and D. Villessot, "Croissance bacterienne sur charbon actif granule. Investigation au microscope electronique a balayage," *Water Research*, vol. 17, no. 10, pp. 1467 – 1470, 1983.
- [18] J. D. Laat, F. Bouanga, M. Dore, and J. Mallevalle, "Influence du developpement bacterien au sein des filtres de charbon actif en grains sur l'elimination de composés organiques biodegradables et non biodegradables," *Water Research*, vol. 19, no. 12, pp. 1565 – 1578, 1985.
- [19] P. Servais, G. Billen, and P. Bouillot, "Biological colonization of granular activated carbon filters in drinking-water treatment," *Journal of environmental engineering*, vol. 120, no. 4, pp. 888–899, 1994.
- [20] Ö. Akta and F. Çeçen, "Bioregeneration of activated carbon: A review," *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 59, no. 4, pp. 257 – 272, 2007.
- [21] Ç. Kalkan, K. Yapsakli, B. Mertoglu, D. Tufan, and A. Saatci, "Evaluation of Biological Activated Carbon (BAC) process in wastewater treatment secondary effluent for reclamation purposes," *Desalination*, vol. 265, no. 1–3, pp. 266 – 273, 2011.
- [22] H. T. Chang and B. E. Rittmann, "Mathematical modeling of biofilm on activated carbon," *Environmental science & technology*, vol. 21, no. 3, pp. 273–280, 1987.
- [23] S. Vinitnantharat, A. Baral, Y. Ishibashi, and S. Ha, "Quantitative bioregeneration of granular activated carbon loaded with phenol and 2, 4-dichlorophenol," *Environmental technology*, vol. 22, no. 3, pp. 339–344, 2001.
- [24] P. Vuoriranta and S. Remo, "Bioregeneration of activated carbon in a fluidized GAC bed treating bleached kraft mill secondary effluent," *Water Science & Technology*, vol. 29, no. 5–6, pp. 239–246, 1994.
- [25] G. M. Walker and L. R. Weatherley, "Bacterial Regeneration in Biological Activated Carbon Systems," *Process Safety and Environmental Protection*, vol. 76, no. 2, pp. 177 – 182, 1998.
- [26] G. E. Speitel Jr, C. J. Lu, M. Turakhia, and X. J. Zhu, "Biodegradation of trace concentrations of substituted phenols in granular activated carbon columns," *Environmental science & technology*, vol. 23, no. 1, pp. 68–74, 1989.
- [27] K. P. OLMSTEAD and W. J. WEBER Jr, "Interactions between microorganisms and activated carbon in water and waste treatment operations," *Chemical Engineering Communications*, vol. 108, no. 1, pp. 113–125, 1991.
- [28] J. R. Schultz and T. M. Keinath, "Powdered activated carbon treatment process mechanisms," *Journal (Water Pollution Control Federation)*, pp. 143–151, 1984.
- [29] R. J. de Jonge, A. M. Breure, and J. G. van Andel, "Reversibility of adsorption of aromatic compounds onto powdered activated carbon (PAC)," *Water research*, vol. 30, no. 4, pp. 883–892, 1996.
- [30] D. Kim, T. Miyahara, and T. Noike, "Effect of CN ratio on the bioregeneration of biological activated carbon," *Water science and technology*, vol. 36, no. 12, pp. 239–249, 1997.
- [31] M. J. Martin, A. Artola, M. D. Balaguer, and M. Rigola, "Enhancement of the activated sludge process by activated carbon produced from surplus biological sludge," *Biotechnology letters*, vol. 24, no. 3, pp. 163–168, 2002.
- [32] Z. Xiaojian, W. Zhansheng, and G. Xiasheng, "Simple combination of biodegradation and carbon adsorption—the mechanism of the biological activated carbon process," *Water Research*, vol. 25, no. 2, pp. 165 – 172, 1991.
- [33] A. Y. Li and F. A. DiGiano, "Availability of sorbed substrate for microbial degradation on granular activated carbon," *Journal (Water Pollution Control Federation)*, pp. 392–399, 1983.

- [34] N. Klimenko, M. Winther-Nielsen, S. Smolin, L. Nevynna, and J. Sydorenko, "Role of the physico-chemical factors in the purification process of water from surface-active matter by biosorption," *Water research*, vol. 36, no. 20, pp. 5132–5140, 2002.
- [35] J. Z. Wang, R. S. Summers, and R. J. Miltner, "Biofiltration performance: part 1, relationship to biomass," *Journal of the American Water Works Association*, vol. 87, no. 12, pp. 55–63, 1995.
- [36] L. Labouyrie, R. Le Bec, F. Mandon, L. Sorrento, and N. Merlet, "Comparison of biological activity of different types of granular activated carbons," *Environmental technology*, vol. 18, no. 2, pp. 151–159, 1997.
- [37] H. Morinaga, W. Nehijima, and M. Okada, "Stimulation of bacterial activity by the addition of different PACs," *Environmental technology*, vol. 24, no. 2, pp. 179–186, 2003.
- [38] M. Hermansson, "The DLVO theory in microbial adhesion," *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, vol. 14, no. 1, pp. 105–119, 1999.
- [39] S. Wang, Z. Zhu, A. Coomes, F. Haghseresht, and G. Lu, "The physical and surface chemical characteristics of activated carbons and the adsorption of methylene blue from wastewater," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 284, no. 2, pp. 440–446, 2005.
- [40] A. J. Juhola, "Iodine adsorption and structure of activated carbons," *Carbon*, vol. 13, no. 5, pp. 437 – 442, 1975.
- [41] "99/03553 On the characterization of acidic and basic surface sites on carbons by various techniques: Lopez-Ramon, M. V. et al. *Carbon*, 1999, 37, (8), 1215–1221," *Fuel and Energy Abstracts*, vol. 40, no. 6, p. 378 –, 1999.
- [42] K. Kazimierska, "Leszczyn ska, M., Sozan ski, MM, 2002. Metabolic activity test investigation of biological filters performance," *Proceedings of Fifth International Conference: Water supply and water quality, Poznan-Gdan sk, Poland, June*, pp. 26–28.
- [43] L. M. He and B. M. Tebo, "Surface charge properties of and Cu (II) adsorption by spores of the marine *Bacillus* sp. strain SG-1," *Applied and environmental microbiology*, vol. 64, no. 3, pp. 1123–1129, 1998.
- [44] W. Mamo, "Physical and biochemical surface properties of gram-positive bacteria in relation to adhesion to bovine mammary cells and tissues. A review of the literature," *Revue Scientifique et Technique de l'OIE (France)*, 1989.

ANNEXES

ANNEXE 1 : COURBE D'ETALONNAGE DU BLEU DE METHYLENE



**ANNEXE 2 : MONITORING DES PARAMETRES PHISICO-CHIMIQUES DANS
LES REACTEURS (EXPERIENCE DE BIODEGRADATION A)**

	Eau usée brute				Réacteur CA1				Réacteur CA2				Réacteur CA3				Réacteur Témoin			
	T°C	pH	ORP (mV)	OD (%)	T°C	pH	ORP (mV)	OD (%)	T°C	pH	ORP (mV)	OD (%)	T°C	pH	ORP (mV)	OD (%)	T°C	pH	ORP (mV)	OD (%)
30-juin	33,9	7,49	-32,3	12,5																
02-juil	34,1	7,59	-38,2	6,1	24,1	5,2	98,4	35	24,2	5,59	79,2	31,4	24,5	7,27	-22,4	50,1	23,9	6,7	17	42,8
07-juil	28,9	7,52	-33,7	9,7	27,4	5,24	100,7	49,6	26,8	5,2	103	48,6	26,9	7,48	-32	59,4	26,8	5,5	82	56,1
09-juil	37,9	7,39	-27,1	1,8	27,3	5,37	92,7	36,5	28,2	5,46	82,8	33,1	27,3	7,37	-27,3	41,9	27,3	6,1	48,5	39,5
14-juil	32,9	7,65	-41,9	23,4	26,6	5,21	102,3	56,5	27,2	5,09	109	45,2	27,3	7,31	-21,6	48	26,4	5,5	82,4	64
21-juil	33,2	7,25	-18,2	5,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
23-juil	36,1	7,44	-29,8	7	25,9	6,06	52	39,9	26,3	5,72	71,9	40,2	26,4	7,78	-48,8	44,6	26,5	5,7	71,5	50,2
25-juil	29,5	7,4	-27	-	30	6	56,1	-	29,8	5,78	68,8	-	29,8	7,84	-52,6	-	29,7	5,8	71	-

**ELIMINATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DES EFFLUENTS DE FOSSES SEPTIQUES PAR
LES CHARBONS ACTIFS BIOLOGIQUES**

**ANNEXE 3 : SUIVI DE LA DCO DANS LES REACTEURS / EXPERIENCE DE
BIODEGRADATION A (phase1)**

Jours	CA1			CA2			CA3			Témoïn		
	UV	DCO	Abattement	UV	DCO	Abattement	UV	DCO	Abattement	UV	DCO	Abattement
09-mai	14,9	146,1	-55%	14,9	146,1	43%	14,9	146,1	-10%	14,9	146,1	-16%
12-mai	23,5	226,8		8,1	83,3		16,4	160,1		17,3	169,0	
12-mai	15,1	148,3	44%	15,1	148,3	-38%	15,1	148,3	32%	15,1	148,3	8%
12-mai	11,8	207,2		13,0	99,5		18,0	157,1		14,0	163,8	
13-mai	11,7	116,9		14,0	137,6		10,6	106,2		15,4	150,8	
13-mai	13,7	135,5	10%	13,7	135,5	24%	13,7	135,5	10%	13,7	135,5	7%
13-mai	12,7	121,6		14,3	137,1		10,1	113,5		13,5	147,0	
14-mai	10,9	109,5	7%	10,3	103,6	27%	10,2	102,5	-6%	13,8	136,3	-18%
14-mai	14,6	143,2		14,1	113,5		11,7	112,6		15,6	138,0	
15-mai	10,9	109,5	1%	8,1	83,0	-47%	12,1	119,8	-2%	16,7	163,3	-5%
15-mai	15,2	149,6		15,2	149,6		15,2	149,6		15,2	149,6	
15-mai		119,5	-22%		99,7	7%		127,3	-67%		159,9	-18%
16-mai	11,9	118,8		14,9	146,7		13,1	129,3		17,2	168,0	
16-mai	14,1	139,1	21%	14,1	139,1	19%	14,1	139,1	19%	14,1	139,1	3%
16-mai	12,2	123,9		17,7	144,8		13,4	131,8		18,9	160,8	
19-mai	15,4	151,5	-33%	13,6	134,0	-15%	22,9	220,7	-55%	19,5	189,5	-43%
19-mai	13,5	133,7		13,5	133,7		13,5	133,7		13,5	133,7	
19-mai		147,1	-39%		133,9	-36%		198,9	-49%		175,6	-44%
20-mai	11,6	115,4		10,8	108,2		16,5	161,4		17,5	170,8	
20-mai	13,7	135,6	-15%	13,7	135,6	-4%	13,7	135,6	2%	13,7	135,6	-23%
20-mai		120,5			115,0			154,9			162,0	
22-mai	16,4	160,5	-39%	13,4	132,3	-36%	24,9	239,6	-49%	24,0	231,7	-44%
22-mai	14,2	139,6		14,2	139,6		14,2	139,6		14,2	139,6	
22-mai		150,1	-15%		136,0	-4%		189,6	2%		185,7	-23%
24-mai	21,6	208,9		19,0	184,9		29,4	282,0		27,9	267,8	
24-mai	13,9	136,6	-15%	13,9	136,6	-4%	13,9	136,6	2%	13,9	136,6	-23%
24-mai		172,7			160,7			209,3			202,2	
26-mai	20,6	199,2	3%	17,2	167,8	27%	21,3	205,6	30%	25,8	248,0	25%
26-mai	12,4	123,5		12,4	123,5		12,4	123,5		12,4	123,5	
26-mai		161,4	-15%		145,7	-62%		164,6	-33%		185,8	-43%
28-mai	15,9	155,7		10,6	105,9		11,6	115,7		14,1	138,8	
28-mai	12,4	122,6	-15%	12,4	122,6	-62%	12,4	122,6	-33%	12,4	122,6	-43%
28-mai		139,2			114,3			119,2			130,7	
02-juin	16,3	159,6		19,1	185,6		16,2	158,4		19,3	187,0	

**ELIMINATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DES EFFLUENTS DE FOSSES SEPTIQUES PAR
LES CHARBONS ACTIFS BIOLOGIQUES**

**ANNEXE 4 : SUIVI DE LA DCO DANS LES REACTEURS / EXPERIENCE DE
BIODEGRADATION B**

Jours	CA1			CA2			CA3			Témoïn		
	UV	DCO	Abattement	UV	DCO	Abattement	UV	DCO	Abattement	UV	DCO	Abattement
23-juil	33,3	317,8	55%	33,3	317,8	52%	33,3	317,8	70%	33,3	317,8	4%
25-juil	14,5	142,7		15,6	152,8		9,6	96,9		32,0	306,2	
25-juil	26,1	251,0		26,1	251,0		26,1	251,0		26,1	251,0	
25-juil		196,9	29%		201,9	28%		174,0	59%		251,0	32%
31-juil	14,2	139,7		14,9	146,4		6,9	71,6		17,6	171,4	
31-juil	22,1	213,2		22,1	213,2		22,1	213,2		22,1	213,2	
31-juil		176,5	10%		179,8	6%		142,4	39%		192,3	-3%
06-août	16,2	158,2		17,4	169,6		8,5	86,4		20,5	198,9	
06-août	25,9	248,9		25,9	248,9		25,9	248,9		25,9	248,9	
06-août		203,5	19%		209,2	18%		167,6	46%		223,9	11%
08-août	16,8	164,1		17,5	171,0		8,9	90,3		20,6	199,9	
08-août	23,5	226,9		23,5	226,9		23,5	226,9		23,5	226,9	
08-août		195,5	9%		199,0	5%		158,6	37%		213,4	3%
12-août	18,2	177,4		19,5	189,3		10,0	100,4		21,4	206,8	
12-août	23,7	228,5		23,7	228,5		23,7	228,5		23,7	228,5	
12-août		202,9	0%		208,9	1%		164,4	25%		217,6	-8%
18-août	20,9	202,2		21,4	206,8		12,3	122,5		24,4	234,6	
18-août	23,9	230,1		23,9	230,1		23,9	230,1		23,9	230,1	
18-août		216,1	4%		218,4	5%		176,3	34%		232,3	1%
20-août	21,3	206,5		21,5	207,5		11,6	115,8		23,8	229,1	
20-août	34,2	326,7		34,2	326,7		34,2	326,7		34,2	326,7	
20-août		266,6	29%		267,1	25%		221,3	71%		277,9	8%
22-août	19,5	189,2		20,6	199,4		6,1	64,1		26,8	257,1	