
PRECODD - Programme ECOtechnologies et Développement Durable



Programme ECOPLUIES

Techniques alternatives de traitement des eaux pluviales et de leurs sous-produits : vers la maîtrise du fonctionnement des ouvrages d'infiltration urbains

Projet ANR-05-ECOT-006

Délivrable D-B2

Rapport sur l'étude du lavage/hydrocyclonage de résidus de curage de bassin de rétention et étude biodégradation échelle pilote.

Responsable du rendu :

BENBELKACEM Hassen
DESJARDIN-BLANC Valérie

Décembre 2008

SOMMAIRE

1	Rappels des objectifs	3
2	Sédiments étudiés.....	3
3	Etude lavage/hydrocyclone	3
3.1	Objectif.....	3
3.2	Unité d'hydrocyclonage	4
3.3	Résultats.....	5
3.3.1	<i>Analyses granulométriques</i>	6
3.3.2	<i>Teneur en hydrocarbures</i>	7
3.4	Discussion	Erreur ! Signet non défini.
4	Essai de biodégradation échelle pilote	8
4.1	Sédiments et pilote	8
4.2	Résultats.....	9
4.2.1	<i>Suivi de la teneur en hydrocarbures des sédiments contenus dans le pilote</i>	9
4.2.2	<i>Comportement des métaux à la lixiviation</i>	10
4.2.3	<i>Le carbone dissous</i>	11
4.3	Conclusions	Erreur ! Signet non défini.
5	Conclusion générale	11

Rappels des objectifs

Ce rapport se découpe en 2 parties. La première est consacrée à l'étude du lavage de sédiments et séparation par hydrocyclonage.

La deuxième présente les résultats de la première étude à l'échelle pilote d'essai de biodégradation.

2 Sédiments étudiés

Sédiments de ZAC du Chêne (sédiments ZAC): Le bassin de rétention de la ZAC du Chêne draine une zone d'activités tertiaires de 74 ha. Il se localise au Bron, dans l'est lyonnais. Le bassin de rétention (Figure 1) se localise à quelques centaines de mètres du bassin d'infiltration. Après prélèvement sur le site, ils ont été séchés, puis tamisés à 2 mm. Afin de s'assurer d'avoir un lot homogène, la fraction 2 mm a été broyée finement avec un broyeur à couteaux RETSCH.



Figure 1 : Vue du bassin de rétention de ZAC du chêne.

3 Etude lavage/hydrocyclone

3.1 Objectif

Les sédiments issus du curage des ouvrages de rétention des eaux pluviales sont généralement envoyés dans des stations de lavage des sables. À l'issue du lavage et de la séparation par hydrocyclone, les sables sont récupérés et l'eau et les particules fines sont ré-envoyées dans la station d'épuration, associée à la station de lavage.

L'objectif de cette partie de l'étude est de voir si le pré-traitement biologique a un effet bénéfique sur le lavage et la qualité des sables en sortie d'hydrocyclone. Les trois sédiments étudiés sont les sédiments ZAC :

- non aéré,
- aéré en présence de cyclodextrine MCD,
- aéré en présence de cyclodextrine HPCD.

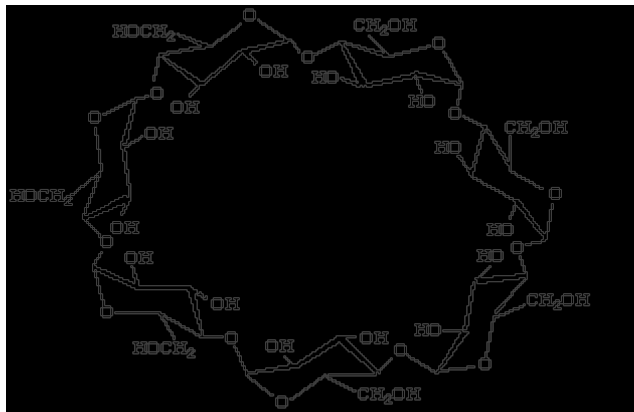


Figure 2 : β -cyclodextrine constituée de sept unités de β -D-glucopyranosyl

- Les cyclodextrines (Figure 2) sont des molécules cycliques dites "cages" Les unités β -D-glucopyranosyl qui les composent présentent des groupements polaires "à l'extérieur" et un cœur "hydrophobe". Les cyclodextrines testées possèdent des groupements méthyles (MCD) ou hydroxypropyles (HPCD) à la place de certains hydroxyyles.

3.2 Unité d'hydrocyclonage

Parmi les appareils de classification hydraulique en dimension, l'hydrocyclone est très utilisé en raison de sa simplicité, son coût relativement peu élevé, ses capacités à traiter des débits importants avec des coupures fines et un encombrement minimal. C'est un classificateur centrifuge statique de forme cylindro-conique, alimenté tangentiellement et sous pression et disposant de deux sorties : la surverse par où sortent les particules fines et le liquide ; la sousverse par où sortent les particules grossières et une petite fraction de liquide.

Pour cette étude, une installation d'hydrocyclonage de laboratoire a été achetée (fournisseur allemand : Szotek Filter Separation Service). L'installation comprend (voir Figure 3) :

- un bac d'alimentation de 40 L,
- une pompe d'alimentation avec un moteur de 1,5 kW et un débit d'alimentation maximal de $3,5 \text{ t.h}^{-1}$ sous 3,5 bars,
- un manomètre,
- un hydrocyclone type PC 50 en polyuréthane hautement résistant à l'abrasion, de diamètre nominal 50 mm. Il est fourni avec un jeu d'apex (buses de sousverse de différents diamètres 3,4 ; 4,4 ; 6,4 et 9,4 mm) et deux diamètres de surverse (8 et 14 mm).

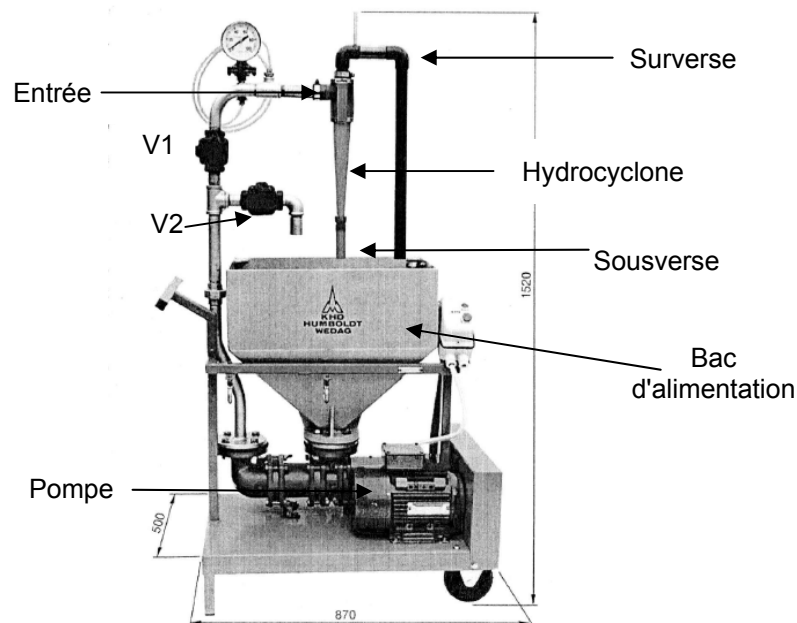


Figure 3 : Installation pilote d'hydrocyclonage

Technique de lavage et de séparation

Pour toutes les expériences réalisées, l'hydrocyclone est muni d'un apex de 6,4 mm (sortie sousverse) et une sortie de surverse de 14 mm.

10 L d'eau sont introduits dans le bac d'alimentation. La pompe est alors mise en route, vannes V1 fermée et V2 ouverte, l'eau ne pénétrant pas dans l'hydrocyclone. 500 g de sédiments secs sont alors ajoutés dans le bac et pendant 5 min le lavage se fait, le mélange étant assuré par la circulation importante entraînée par la pompe. La vanne V1 est alors progressivement ouverte jusqu'à obtenir une vitesse de passage des particules à travers la buse de sousverse de 3 m.s^{-1} , valeur à ne pas dépasser pour un fonctionnement correct d'un hydrocyclone. L'angle de décharge de la sousverse est alors de forme conique avec un angle se situant entre 20 et 30°. Au bout de 5 min de fonctionnement pour atteindre un régime stationnaire, les échantillons de sousverse et surverse sont prélevés.

3.3 Résultats

Le Tableau 1 présente les conditions opératoires des trois expériences réalisées sur les sédiments ZAC non aérés, aérés avec MCD et aérés avec HPCD. Ce sont sensiblement les mêmes débits et les mêmes concentrations en sousverse et surverse qui ont été obtenues lors de ces trois lavages.

Tableau 1 : Conditions opératoires des essais de lavage

Sédiments ZAC	non aéré	aéré avec MCD	aéré avec HPCD
débit alimentation (L.h ⁻¹)	900	840	900
débit sousverse (L.h ⁻¹)	330	350	360
concentration sousverse (g.L ⁻¹)	276	280	283
débit surverse (L.h ⁻¹)	570	490	540
concentration surverse (g.L ⁻¹)	37	44	43

3.3.1 Analyses granulométriques

La Figure 4 donne la répartition granulométrique en volume des échantillons d'alimentation, de sousverse et de surverse du sédiment ZAC non aéré. Ces résultats sont obtenus par diffraction laser en utilisant le Mastersizer 2000 de Malvern Instrument. L'alimentation présentait deux pics à 60 µm et 420 µm. Ces deux pics se retrouvent en surverse et sousverse, mais à des intensités différentes. Cette figure montre que la séparation se fait mais est insuffisante. En effet, la sousverse (majoritairement du sable à valoriser) contient encore de nombreuses particules fines. Elle aurait nécessité un deuxième passage dans l'hydrocyclone.

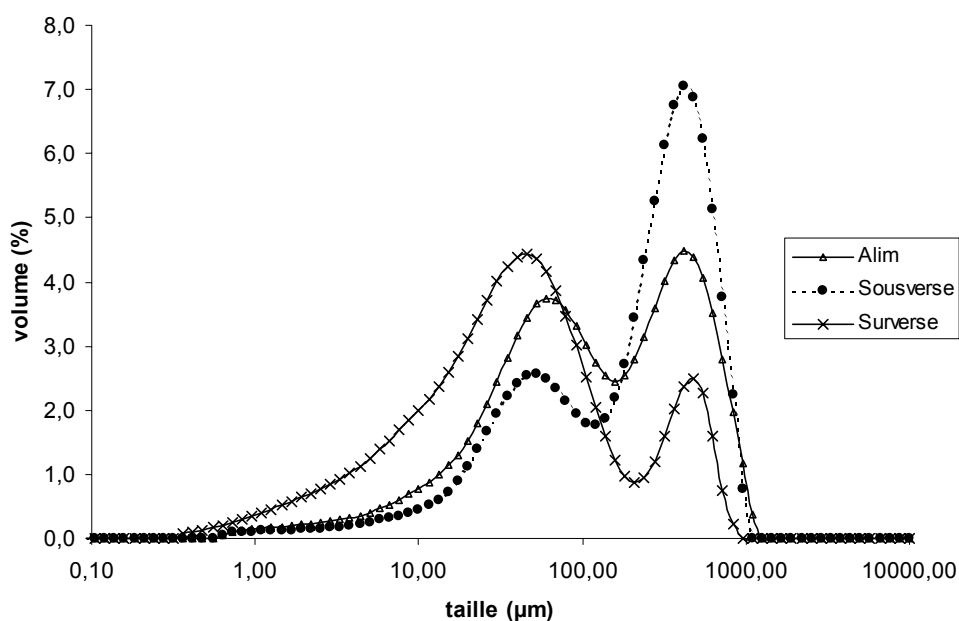


Figure 4 : Répartition granulométrique en volume des échantillons d'alimentation, de sousverse et de surverse du sédiment ZAC non aéré.

Des résultats sensiblement identiques ont été obtenus pour les essais avec aération et en présence de cyclodextrine comme le montre la Figure 5 qui représente les courbes de partage des différents essais. Une courbe de partage rend compte du degré de partage des particules en fonction de leur grosseur. Elle est obtenue en portant en abscisse la dimension d des particules (en coordonnées logarithmiques) et en ordonnée le pourcentage volumique y de la tranche granulométrique de

l'alimentation qui passe dans la sousverse. Une maille de coupure d_{50} (dimension des particules de l'alimentation ayant une probabilité de 50 % de passer dans la sousverse) plus faible est observée lors des essais aérés en présence de cyclodextrines que pour l'essai non aéré (70 μm et 110 μm respectivement). Ceci donc implique une meilleure séparation pour les essais aérés. Cependant, la forme de la courbe montre dans les trois cas une séparation difficile. En effet, la forme générale d'une courbe de partage est un S et traduit la qualité d'une séparation. Cette dernière est idéale si la courbe est verticale, ce qui est loin d'être le cas dans nos essais.

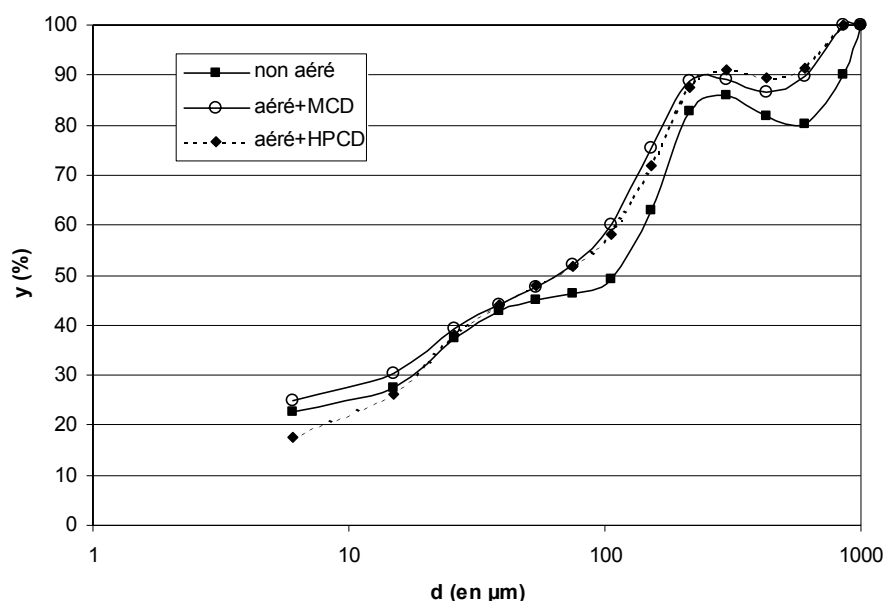


Figure 5 : Courbes de partage des trois essais d'hydrocyclonage.

3.3.2 Teneur en hydrocarbures

Les résultats des teneurs en hydrocarbures de l'alimentation, de la sousverse et de la surverse des trois essais sont présentés dans le Tableau 2. Dans les trois cas, une teneur en hydrocarbure nettement plus élevée en surverse (de 800 à 1300 mg.kg^{-1}) qu'en sousverse (de 270 à 380 mg.kg^{-1}) est observée. Ceci confirme que les particules fines concentrent la majorité de la pollution organique. Il est également intéressant de noter que les fractions carbonées lourdes C35-C40 ne sont plus détectées en surverse.

Tableau 2 : Teneurs en hydrocarbure (en mg.kg⁻¹ de sédiment sec) avant et après lavage et séparation par hydrocyclonage.

	Non aéré			Aéré + MCD			Aéré + HPCD		
	Alim	Sousverse	Surverse	Alim	Sousverse	Surverse	Alim	Sousverse	Surverse
HCT sur ech séché	740	380	1300	560	350	990	570	270	800
C10-C12	< 20	< 20	< 200	< 20	< 20	< 200	< 20	< 20	< 200
C12-C16	< 20	< 20	< 200	< 20	< 20	< 200	< 20	< 20	< 200
C16-C21	29	< 20	< 200	23	< 20	< 200	< 20	< 20	< 200
C21-C35	480	270	800	380	250	550	380	180	420
C35-C40	160	57	< 200	110	50	< 200	110	40	< 200

4 Essai de biodégradation échelle pilote

4.1 Sédiments et pilote

Les sédiments étudiés proviennent de ZAC du chêne (voir § 2).

Le pilote spécialement conçu pour cette étude (Figure 6) a été rempli avec environ 12 kg de sédiments réhumidifiés à 20 %. Ce pourcentage de 20 % environ a été choisi pour que le brassage des sédiments se fasse de manière optimale. Si les sédiments avaient présenté une humidité de 30 % (comme dans les expériences en colonnes), leur texture aurait été trop "collante" pour ce type d'aération.

Les sédiments ont été aérés 15 minutes toutes les 4 heures. Le taux d'humidité a été réajusté tous les jours.

Plusieurs prélèvements ont été effectués : pour chaque temps : 3 prélèvements indépendants. Une fraction de chaque prélèvement est envoyé à l'analyse pour le dosage des hydrocarbures, une autre fraction de l'échantillon est soumis à un test de lixiviation (voir livrable D-B1). Le carbone organique et inorganique dissous est mesuré ainsi que le Cu, Cd, Pb et Zn dans les lixiviats obtenus

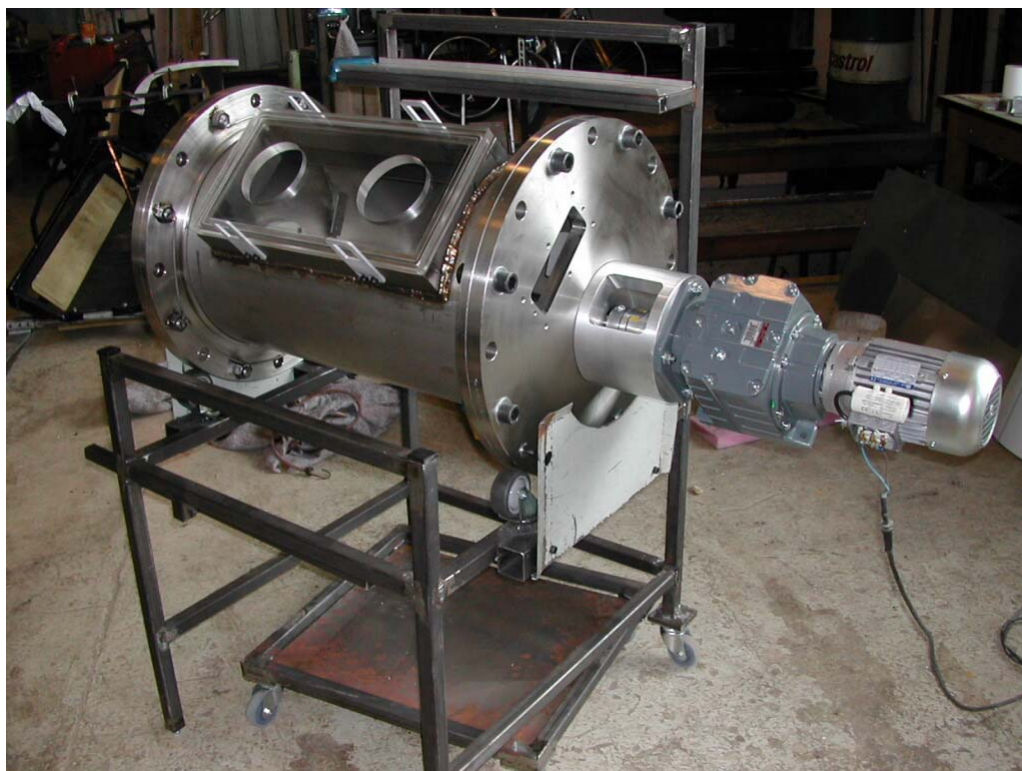


Figure 6 : Pilote "ECOPLUIES" pour le traitement des sédiments en grande quantité.

4.2 Résultats

4.2.1 Suivi de la teneur en hydrocarbures des sédiments contenus dans le pilote.

Nous avons suivi la quantité d'hydrocarbures dans les sédiments contenus dans le pilote (Figure 7). Compte tenu des problèmes rencontrés pour le dosage des hydrocarbures (voir délivrable D-B1), nous avons décidé de faire 3 prélèvements pour chaque temps, et de les envoyer en même temps au laboratoire d'analyse extérieur (t_0 , t_7 , t_{14} et t_{21}). On remarque sur la Figure 7 que la teneur en hydrocarbures diminue dans les sédiments. En 21 jours, environ $170 \text{ mg.kg}^{-1} \pm 20$ ont été perdus soit 30 % des hydrocarbures initialement présents. Le fait d'avoir envoyé tous les échantillons en même temps nous permet de nous assurer que le protocole a été strictement le même et réalisé par la même personne. Les résultats sont d'ailleurs cohérents. De plus, chaque temps de prélèvement étant réalisé en triplicat, nous pouvons remarquer que la répétabilité n'est pas si mauvaise. L'écart type est inférieur à 10 % ce qui compte tenu de la complexité de ce type de matrice et du niveau de pollution est plutôt faible.

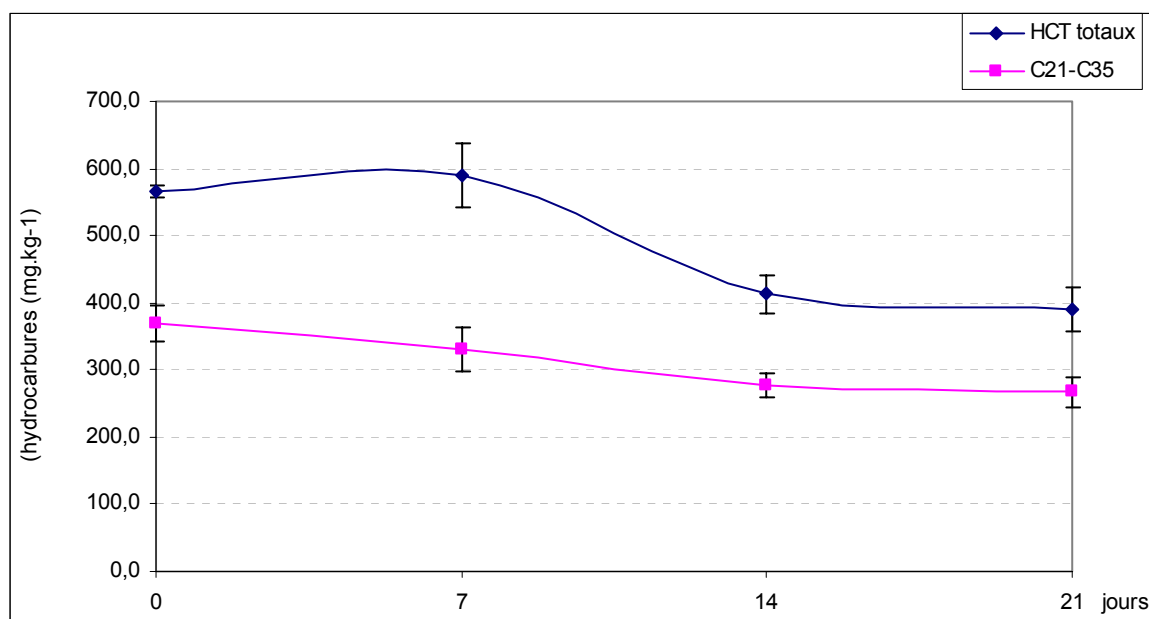


Figure 7 : Evolution de la teneur en hydrocarbures totaux et fraction C21-C35 en fonction du temps. Chaque point est la moyenne de 3 prélèvements.

4.2.2 Comportement des métaux à la lixiviation

Tableau 3 : Concentrations en Cd, Cu, Pb et Zn mesurées dans les lixiviats pour les prélèvements dans le pilote "ECOPLUIES" au temps t_0 , t_{14} et t_{21} .

	Cd 228,80nm mg/L	Cu 324,75nm mg/L	Pb 220,35nm mg/L	Zn 213,586nm mg/L
LD (mg/L)	0,005	0,001	0,003	0,001
moy t_0	<LD	0,035	<LD	0,206
écart type		0,003		0,014
moy t_{14}	<LD	0,038	0,008	0,074
écart type		0,002	0	0,011
moy t_{21}	<LD	0,043	0,007	0,060
écart type		0,001	0	0,0005

Le Tableau 3 nous permet de suivre l'évolution du comportement de certains métaux au cours du traitement. Dans le délivrable D-B1, nous ne faisons des tests de lixiviation qu'à t_0 et t_{final} . Grâce au pilote "ECOPLUIES" nous pouvons suivre l'évolution de leur mobilité au cours du temps. Le cadmium n'est jamais retrouvé en solution. Ce métal est sous une forme très stable, adsorbé fortement sur les particules solides. Le comportement du plomb est similaire car il est en concentration très faible dans les lixiviats. Nous avons déjà observé ce type de résultats dans les essais en colonnes (délivrable D-B1). Le cuivre relargué, quant à lui, augmente très légèrement pour atteindre les valeurs observées pour les expériences en colonnes (délivrable D-B1). En revanche, le comportement du Zn est plus surprenant. Il est en effet très mobile à $t=0$ ce qui correspond à la 1^{ère} ré-humidification des sédiments. Et au cours du temps, la concentration en Zn dans les lixiviats passe de 0,206 à 0,060 mg/L. L'aération limite le relargage de plus de 70 %.

4.2.3 Le carbone dissous

Nous avons observé dans les expériences en colonnes que lorsque les sédiments DR étaient aérés, le CIT dissous diminuait et que parallèlement le COT dissous augmentait (voir délivrable D-B1). D'après la Figure 8, on observe le même phénomène sur les sédiments ZAC. En 21 jours, le CT est passé de 35,5 à 48,1 mg/L (+ 35 %). le CIT est, quant à lui, passé de 22,9 à 13,7 mg/L (- 40 %) alors que le COT évolue de 12,5 à 34,4 mg/L (+ 175 %).

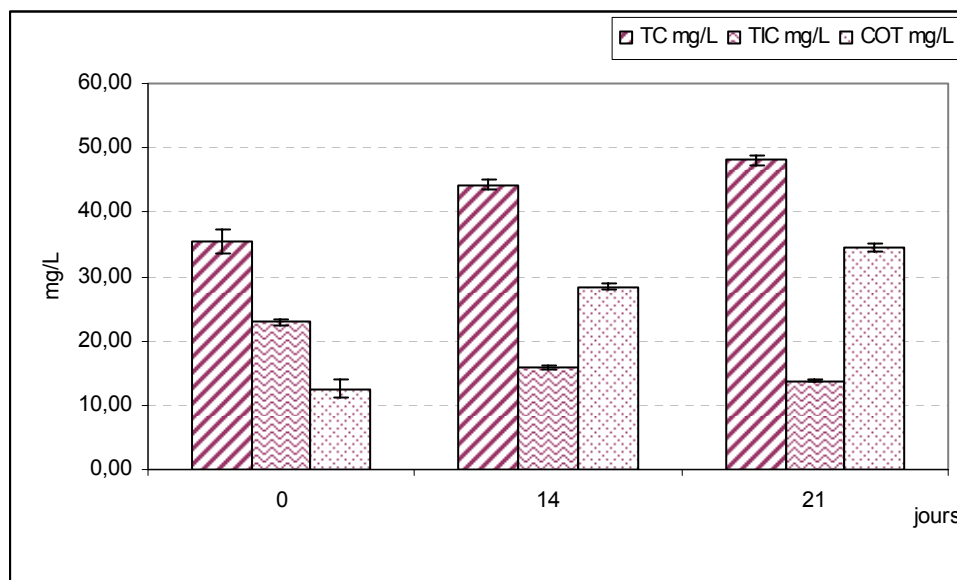


Figure 8 : Evolution au cours du temps du carbone total (CT), du carbone inorganique total (CIT) et du carbone organique total (COT) dissous (lixiviats filtrés à 0,45 µm).

5 Conclusion générale

L'objectif de la première partie de l'étude était de voir si le pré-traitement biologique a un effet bénéfique sur le lavage et la qualité des sables en sortie d'hydrocyclone. À l'issue des expériences effectuées, il semble très difficile de conclure sur l'efficacité du traitement biologique sur le lavage et la qualité des sables. Une légère différence de répartition, granulométrique est observée (maille de coupure d_{50} diminuant de 110 µm à 70 µm) ainsi qu'une teneur en HCT moindre. Néanmoins, d'après les conclusions du délivrable B1, il semblerait utopique de considérer ces améliorations comme significatives et de boucler des bilans matières en se fiant aux mesures des teneurs en hydrocarbures.

L'objectif de la deuxième partie de l'étude proposait de disposer d'un pilote de grande capacité pour le traitement des sédiments. Les résultats obtenus nous indiquent que le pilote est opérationnel et que la teneur en hydrocarbures diminue. Il est très important voire impératif d'envoyer les échantillons à l'analyse en même temps pour pouvoir les comparer. Dans ces conditions, nous avons clairement pu observer une diminution des hydrocarbures de 30% dans les sédiments de ZAC en 21 jours. Compte tenu que la réalisation du pilote a été retardée, il ne nous est pas possible dans ce rapport de présenter une étude plus longue. Mais il nous apparaît important de continuer les expérimentations et de suivre l'évolution du comportement de certains métaux et du carbone organique et inorganique dissous. Pour pouvoir apprécier correctement la diminution des hydrocarbures, il conviendra de

réaliser des prélèvements en triplicat pour différents temps et de les stocker à 4°C afin de les envoyer à l'analyse en même temps.

L'aspect analytique et les problèmes rencontrés dans ce domaine nous permettent de tirer une conclusion majeure : il conviendrait de nous équiper de tout le dispositif pour gérer l'analyse du prélèvement aux chromatogrammes car l'étape de préparation des échantillons nous apparaît cruciale. Nous n'avions pas envisagé au début de cette étude que la quantification des hydrocarbures poserait autant de difficultés car lors d'une étude préalable « Maîtrise et gestion des Ouvrages » les résultats d'analyses étaient sans aucune ambiguïté. Depuis cette étude, le laboratoire à qui nous confions nos essais a revu ses protocoles et a acquis de nouvelles machines (les analyses se faisaient sur le site de Saint Priest (69) pendant les deux premières années du programme ECOPLUIES et aujourd'hui à l'Isle d'Abeau (38)). Dans le type d'étude que nous avons mené où nous cherchons à suivre une cinétique de dégradation, il est impératif de pouvoir apprécier une faible variation et les procédures, même s'il s'agit de procédures normalisées, sont inadéquates. Il faut pouvoir modifier certains paramètres en fonction de la mesure et un laboratoire d'analyse n'a pas cette vocation. Les sédiments ont une texture tellement particulière et la charge polluante tellement élevée qu'il faudrait une procédure d'extraction spécialement adaptée.

Nous avons aujourd'hui un pilote de traitement qui nous permet d'aérer des sédiments en grande quantité. Ainsi, il nous sera possible, à l'issue du traitement, de faire à la fois plusieurs tests de lavage/hydrocyclonage et aussi plusieurs tests d'écotoxicité qui nécessitent pour certains plusieurs centaines de grammes d'échantillons (tests de germination ou de croissance par exemple). Compte tenu des résultats obtenus avec les cyclodextrines, de nouveaux essais devraient être menés dans le pilote de traitement grande capacité afin de tester l'efficacité sur le lavage et l'écotoxicité des sédiments traités avant et après lavage.