

Université du Québec

Mémoire

présenté à

l'Institut National de la Recherche Scientifique

(INRS-Eau)

comme exigence partielle

de la

maîtrise ès Sciences de l'Eau

par

Guy Mercier

L'extraction biologique des métaux lourds

des boues anaérobies d'épuration

Juillet 1988

REMERCIEMENTS

Je tiens ici à remercier les gens qui m'ont aidé tout au long de l'élaboration de ce mémoire. De façon plus particulière, je tiens à témoigner ma gratitude à mon directeur de mémoire M. Denis Couillard, qui a su être encourageant et dynamique tout au long de ce travail tout en étant un très bon directeur scientifique. Je remercie aussi M. R.D. Tyagi pour ses nombreux conseils.

Pour les nombreuses heures de travail de dactylographie, je remercie Mme Suzanne Dussault qui a été une aide précieuse. Finalement, je suis reconnaissant au Conseil de Recherches en Sciences naturelles et Génie du Canada pour son soutien financier.

RÉSUMÉ

La disposition des boues résiduelles de l'épuration des eaux municipales cause un problème de taille. Une des solutions est d'en faire l'épandage agricole, car les boues constituent un excellent engrais et amendeur de sol. Cependant une revue de la littérature montre que plus de 50% des boues résiduelles contiennent trop de métaux lourds pour l'épandage agricole. L'extraction chimique étant coûteuse, le procédé de solubilisation biologique à l'aide des thiobacilles a été envisagée.

Le procédé biologique est étudié dans deux types de réacteur; un réacteur en continu sans recyclage et un avec recyclage. Le réacteur avec recyclage s'est révélé être moins efficace que le simple réacteur en continu car la séparation solide-liquide est trop lente et inefficace ce qui amène la reprecipitation ou recomplexation du cuivre et dans une moindre mesure celle du zinc. Un mode de séparation plus rapide et efficace est proposé. Dans cette étude le meilleur pourcentage de solubilisation pour le Cu est obtenu à un temps de séjour de 3 jours avec 3 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dans le réacteur continu. En effet, 62.2% du cuivre et 77.4% du zinc sont respectivement solubilisés. La meilleure solubilisation du zinc (97.2%) est obtenue dans le réacteur avec recyclage pour un temps de résidence de 4 jours. Le temps est donc le facteur important pour le zinc alors que la quantité de substrat et le potentiel d'oxydo-réduction régissent la solubilisation du cuivre.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	3
CHAPITRE 1 - PROBLÉMATIQUE	
CHAPITRE 2 - REVUE DE LITTÉRATURE SUR L'ENLÈVEMENT DES MÉTAUX DES BOUES D'ÉPURATION	
2.1 Composition métallique des boues résiduares	23
2.2 Spéciation des métaux dans les boues anaérobies	23
2.3 Processus chimique versus processus biologique pour solubiliser les métaux	29
2.4 Les micro-organismes de la solubilisation bactérienne des métaux	30
2.4.1 Mécanismes de la solubilisation bactérienne des métaux	35
2.5 Les facteurs affectant la croissance de ces micro-organismes	39
2.5.1 Type de substrat	39
2.5.2 Le dioxyde de carbone	42
2.5.3 Oxygène et potentiel d'oxydo-réduction (POR)	43
2.5.4 Pourcentage de solides et diamètre des particules de substrat	44
2.5.5 Température et pH optimum	45
2.5.6 Agitation et coefficient volumétrique de transfert d'oxygène	47
2.5.7 Nutriments requis	49
2.6 Expériences antérieures d'extraction bactérienne des métaux dans les boues digérées en anaérobiose	49
2.7 Types de réacteurs	56
CHAPITRE 3 - PHASE EXPÉRIMENTALE	
3.1 Justification des choix expérimentaux	65
3.2 Objectifs	67
3.3 Design expérimental	68
3.4 Matériel	69
3.4.1 Souche bactérienne utilisée	69
3.4.2 Boues utilisées	69
3.4.3 Description du montage et des appareils	70

TABLE DES MATIÈRES (suite)

	Page
3.5 Méthodes	80
3.5.1 Échantillonnage	80
3.5.2 Techniques d'analyses	81
3.5.2.1 POR et pH	81
3.5.2.2 Aération et concentration d'oxygène	81
3.5.2.3 Population bactérienne acidophile	82
3.5.2.4 Solides totaux, volatiles et inertes	82
3.5.2.5 Métaux lourds	83
3.5.2.6 Coefficient volumétrique du transfert d'oxygène ($K_L a$) et taux de consommation d'oxygène (TCO)	83
3.5.2.7 Volume des boues décantées (VBC) et indice du volume des boues (IVB)	84
3.6 Résultats bruts	84
3.6.1 Teneurs en solides dans les réacteurs	84
3.6.2 Évolution des principaux paramètres et de la solubilisation des métaux lourds	86
3.6.3 Mesure du coefficient volumétrique de transfert d'oxygène ($K_L a$) et du taux de consommation d'oxygène (TCO)	86
3.6.4 Volume des boues décantées (VBC) et indice du volume des boues (IVB)	86
CHAPITRE 4 - ANALYSE DES RÉSULTATS	
4.1 Périodes correspondantes au régime permanent pour les divers temps de séjour	89
4.2 Influence des principaux paramètres sur la solubilisation du cuivre et du zinc	89
4.2.1 Relation entre la solubilisation du cuivre et du zinc et le POR dans les réacteurs	111
4.2.2 Relation entre la solubilisation du cuivre et du zinc et le pH	117
4.2.3 Relation entre la solubilisation du cuivre et du zinc et la population bactérienne	118
4.2.4 Relation entre la solubilisation du cuivre et du zinc et le pourcentage de saturation en O_2 et le taux d'aération	120
4.3 Efficacité technologique des divers types de traitements proposés et consommation d'acide	122
4.3.1 Influence du temps de séjour	124
4.3.2 Solubilisation du nickel, cadmium, chrome et plomb	127
4.3.3 Solubilisation dans le bassin d'alimentation	130
4.3.4 Influence de la concentration de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$	130

TABLE DES MATIÈRES (suite)

	Page
4.3.5 Étude comparative des deux réacteurs	132
4.3.6 Décantabilité de la boue traitée	136
4.3.7 Réduction des solides volatiles	138
4.4 Coefficients biocinétiques	140
 CHAPITRE 5 - DISCUSSION	
5.1 Réacteurs appropriés	145
5.2 Comparaisons économiques	147
5.2.1 L'épandage agricole versus les autres modes de disposition	147
5.2.2 Coûts des produits chimiques et comparaison entre les procédés chimiques et biologiques	150
5.2.3 Intégration des coûts aux modes de disposition des boues résiduaire et comparaison avec la valeur fertilisante	152
5.3 Normes québécoise d'épandage des boues résiduaire	154
5.3.1 Utilité de la décontamination d'une boue qui est à la limite permise pour sa teneur en métaux (Zn et Cd)	160
5.4 Étude des divers modes d'application de l'extraction des métaux avec la digestion aérobie mésophile	161
5.4.1 Extraction post-digestion et discussion de l'utilisation de la nitrification comme agent acidifiant	163
5.4.1.1 Digestion aérobie menée jusqu'à nitrification puis extraction des métaux	164
5.4.1.2 Digestion aérobie conventionnelle sans nitrifi- cation suivie de l'extraction des métaux	168
5.4.2 Digestion aérobie combinée à l'extraction des métaux	168
5.4.3 Le cas des boues de déphosphatation	172
Conclusions et recommandations	175
Références	181
Annexes	213

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1 : Concentrations maximales permmissibles de métaux lourds (mg kg^{-1} boue sèche) dans les boues considérées acceptables pour épandage sur les terres agricoles	10
Tableau 1.2 : Normes de la CEE relatives aux teneurs de métaux tolérées pour l'épandage agricole	13
Tableau 1.3 : Charges maximales admissibles en métaux lourds (en kg/ha) pour les terres agricoles	14
Tableau 1.4 : Contenu en métaux lourds dans les boues résiduaires purement domestiques en mg kg^{-1} sec	17
Tableau 1.5 : Contenu en solides totaux (ST) et en nutriments dans les boues de 34 villes du Québec	18
Tableau 1.6 : Contenu en composés potentiellement toxiques dans les boues résiduaires de 34 villes du Québec	19
Tableau 2.1 : Concentrations de divers métaux dans les boues résiduaires aux États-Unis et au Québec	24
Tableau 2.2 : Spéciation des principaux métaux lourds dans les boues anaérobies selon divers auteurs	28
Tableau 2.3 : Micro-organismes acidophiles ayant un potentiel pour la solubilisation bactérienne des métaux	36
Tableau 2.4 : Paramètres cinétiques de <u>Thiobacillus ferrooxidans</u> sur divers substrats	40
Tableau 2.5 : Normes ontariennes pour l'épandage agricole des boues ..	53
Tableau 3.1 : Analyse d'un échantillon de boues exécutée par le ministère de l'Environnement du Québec prélevé le 17 juin 1987 à l'usine d'épuration de Ville de Deux-Montagnes	71
Tableau 3.2 : Contenu moyen en métaux des boues d'alimentation pour les divers temps de séjour	72
Tableau 3.3 : Pourcentage moyen de solides totaux (ST), solides volatiles (SV) et solides inertes (SI) pour les divers temps de séjour dans les réacteurs	85
Tableau 4.1 : Période servant au calcul des taux et des % de solubilisation, au calcul des POR moyens, du % moyen de saturation en O_2 , du pH moyen ainsi qu'à l'évaluation de $K_L a$ et de TCO	90

LISTE DES TABLEAUX (suite)

	Page
Tableau 4.2 : Valeurs moyennes du taux de solubilisation, du POR, du pH et % de saturation en O ₂	113
Tableau 4.3 : Moyennes des populations bactériennes acidophiles	119
Tableau 4.4 : Teneurs en solides totaux (% ST) dans les réacteurs, le surnageant du décanteur et le recyclage et indice du volume des boues (IVB)	123
Tableau 4.5 : Comparaison entre les taux de solubilisation obtenus et ceux tirés de travaux antérieurs	126
Tableau 4.6 : Solubilisation du cadmium et du nickel	128
Tableau 4.7 : Solubilisation des métaux dans le bassin d'alimentation au temps de séjour de 3 jours avec une teneur de substrat de 3 g L ⁻¹ FeSO ₄ ·7H ₂ O	131
Tableau 4.8 : Comparaison des paramètres pour les 2 réacteurs opérés avec 3 g L ⁻¹ de FeSO ₄ ·7H ₂ O au temps de séjour de 3 jours	134
Tableau 4.9 : Réduction des solides volatils dans le réacteur en continu	139
Tableau 5.1 : Solubilisation du Cu et du Zn et le POR moyen dans les réacteurs pour les divers temps de séjour	146
Tableau 5.2 : Comparaison économique des procédés chimiques et biologiques	151
Tableau 5.3 : Coûts comparatifs ajustés en \$ CAN 1987 tm ⁻¹ boues sèches	155
Tableau 5.4 : Coût de la décontamination des boues pour la société par tonne sèche	156
Tableau 5.5 : Scénarios d'épandage des boues résiduaires	158
Tableau 5.6 : Seuils des concentrations de métaux solubles qui inhibent le procédé de nitrification	167
Tableau 5.7 : Gammes de pH tolérés pour divers types de micro-organismes qui peuvent être présents dans les boues d'épuration	170

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 2.1 : Diagramme d'équilibre pour divers métaux dans les boues anaérobies	27
Figure 2.2 : Effet de la concentration en solides des boues sur le pourcentage de solubilisation des métaux	46
Figure 2.3 : Effet de la température sur la solubilisation du cadmium dans les boues de Toronto	46
Figure 2.4 : Solubilisation du zinc dans les boues digérées anaérobies	55
Figure 2.5 : Taux de solubilisation en fonction des temps en journée	57
Figure 2.6 : Schéma du procédé choisi pour la désulfuration du charbon	57
Figure 2.7 : Réacteur à recyclage interne pneumatique	61
Figure 3.1 : Schéma global du procédé de solubilisation des métaux dans les boues anaérobies	73
Figure 3.2 : Schéma détaillé de l'alimentation et des deux réacteurs	77
Figure 4.1a : Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur en continu au temps de séjour de 1 jour	91
Figure 4.1b : Population bactérienne acidophile et % de saturation en oxygène pour le réacteur en continu au temps de séjour de 1 jour	92
Figure 4.1c : Pourcentage de solubilisation du cuivre et surnageant du zinc, POR et pH dans le réacteur avec recyclage et le décanteur au temps de séjour de 1 jour	93
Figure 4.1d : Population bactérienne acidophile et % de saturation en oxygène dans le réacteur avec recyclage au temps de séjour de 1 jour	94
Figure 4.2a : Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur en continu au temps de séjour de 2 jours	95
Figure 4.2b : Population bactérienne acidophile et % de saturation en oxygène pour le réacteur en continu au temps de séjour de 2 jours	96

LISTE DES FIGURES (suite)

	Page
Figure 4.2c : Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur avec recyclage et le sur-nageant du décanteur au temps de séjour de 2 jours	97
Figure 4.2d : Population bactérienne acidophile et % de saturation en oxygène dans le réacteur avec recyclage au temps de séjour de 2 jours	98
Figure 4.3a : Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur en continu au temps de séjour de 3 jours avec 1 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue	99
Figure 4.3b : Population bactérienne acidophile et % de saturation en oxygène dans le réacteur en continu au temps de séjour de 3 jours avec 1 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue	100
Figure 4.3c : Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur avec recyclage et le sur-nageant du décanteur au temps de séjour de 3 jours avec 1 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue	101
Figure 4.3d : Population bactérienne acidophile et % de saturation en oxygène dans le réacteur avec recyclage au temps de séjour de 3 jours avec 1 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue	102
Figure 4.4a : Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur en continu au temps de séjour de 4 jours	103
Figure 4.4b : Population bactérienne acidophile et % de saturation en oxygène dans le réacteur en continu au temps de séjour de 4 jours	104
Figure 4.4c : Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur avec recyclage et le sur-nageant du décanteur au temps de séjour de 4 jours	105
Figure 4.4d : Population bactérienne acidophile et % de saturation en oxygène dans le réacteur avec recyclage au temps de séjour de 4 jours	106
Figure 4.5a : Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur en continu au temps de séjour de 3 jours avec 3 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue	107

LISTE DES FIGURES (suite)

	Page
Figure 4.5b : Population bactérienne acidophile et % de saturation en oxygène dans le réacteur en continu au temps de séjour de 3 jours avec 3 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue	108
Figure 4.5c : Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur avec recyclage et la boue <u>recyclée</u> au temps de séjour de 3 jours avec 3 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue	109
Figure 4.5d : Population bactérienne acidophile et % de saturation en oxygène dans le réacteur avec recyclage au temps de séjour de 3 jours avec 3 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue	110
Figure 4.6 : Effet du temps de séjour sur les valeurs moyennes de pH et de POR dans les deux types de réacteurs	114
Figure 4.7 : Effet du temps de séjour sur la solubilisation du cuivre et du zinc dans les deux types de réacteurs	115
Figure 4.8 : Effet du temps de séjour sur les taux de solubilisation du cuivre et du zinc dans les deux types de réacteurs	116
Figure 4.9 : Influence de la concentration de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sur la solubilisation du cuivre et du zinc dans les réacteurs à $\tau = 3$ jours	133
Figure 5.1 : Coûts typiques pour l'épandage agricole (boue liquide), l'enfouissement (boues 20% solides totaux), la disposition en mer (20% solides totaux) et l'incinération (20% solides totaux) selon l'EPA (1984)	148
Figure 5.2 : Effet de la température sur le changement de pH principalement dû à la nitrification lors de la digestion aérobie	165

INTRODUCTION

INTRODUCTION

L'épandage des boues résiduelles d'épuration des eaux municipales est un mode de gestion économique. Cependant, la teneur en métaux lourds de ces boues empêche souvent leur épandage pour des raisons de toxicité. L'enlèvement de ces métaux par solubilisation chimique s'est révélé trop coûteux.

Depuis près de 10 ans maintenant divers chercheurs travaillent sur la solubilisation biologique de ces métaux à l'aide des thiobacilles. Les travaux de ces chercheurs ont permis d'entrevoir un potentiel intéressant. Malheureusement toutes les études ont été faites dans des erlenmeyers ou dans des réacteurs en fournée. Ces mêmes recherches ont été faites avec des boues anaérobies sans ajout de substrat supplémentaire car les sulfures de métaux sont abondants dans ce genre de boues et servent de substrat aux thiobacilles.

Une recherche plus élaborée sur les divers types de réacteur s'avère nécessaire si l'application commerciale est sérieusement envisagée. Cette étude vise donc à essayer deux types de réacteur fonctionnant en continu. Le premier est un simple réacteur en continu sans aucun recyclage. Le deuxième est un réacteur en continu avec recyclage. C'est donc dire que ce réacteur se déverse dans un décanteur où les phases quasi solides et liquides sont séparées et que la boue épaisse (fond) est en partie retournée dans le réacteur d'où le terme recyclage. Une autre innovation de cette étude est l'emploi d'un résidu industriel peu coûteux le sulfate ferreux heptahydrate. Son emploi s'avère nécessaire car les boues digérées en anaérobiose de Ville De Deux-Montagnes ne sont pas aptes à supporter la croissance des thiobacilles. Il s'agit ici d'une étude comparative entre les deux réacteurs qui seront opérés à 4 temps de

séjour différents dans les mêmes conditions. Il sera ainsi possible d'établir pour chaque réacteur les courbes du taux et du pourcentage de solubilisation en fonction du temps de séjour. Des mesures fréquentes de potentiel rédox et de pH nous permettront, de plus, de voir l'influence de ces paramètres sur la solubilisation des métaux.

Au premier chapitre, le lecteur se familiarise avec la problématique des métaux dans les boues. Au chapitre 2, la revue de la littérature présente de façon plus détaillée les micro-organismes et les boues d'épuration ainsi que les facteurs importants pour l'activité bactérienne des thiobacilles. La phase expérimentale est présentée en troisième lieu et est suivie de l'analyse des résultats au chapitre 4. Finalement, cette étude se situant dans le cadre des sciences appliquées, le chapitre 5 discute des conclusions générales des réacteurs, des facteurs économiques, ainsi que des normes québécoises sur l'épandage agricole qui ont un impact majeur sur l'épandage des boues et sur ce procédé. En dernier lieu, l'auteur discute des possibilités d'application de ce procédé dans le cas des boues ayant subi une digestion aérobie. En effet, la très grande majorité des boues du Québec subissent une digestion aérobie, il est donc intéressant d'étudier les possibilités de solubilisation biologique des métaux dans les boues aérobies.

CHAPITRE 1

Problématique

Dans une usine municipale d'épuration des eaux usées, les principaux métaux lourds cadmium, cuivre, zinc, plomb, mercure, chrome et nickel se concentrent dans les boues des décanteurs primaires et secondaires (Stephenson et Lester, 1987a; 1987b; Nelson, 1986; Stoveland et al., 1979; Cheng et al., 1975; Oliver et Coscove, 1974). Les métaux insolubles précipitent partiellement lors de la décantation primaire (Sterrit et Lester, 1984) alors que dans les systèmes à boues activées, l'interaction des métaux solubles et insolubles avec le floc biologique mène à l'adsorption passive des métaux sur les cellules (Stephenson et Lester, 1987a; 1987b). Il y a aussi formation de complexes avec les polymères extracellulaires (Brown et Lester, 1979). L'emprisonnement physique des métaux dans le biofloc peut aussi se produire (Stephenson et Lester, 1987b).

Selon Stephenson et Lester (1987a), les métaux les moins solubles se retrouvent en plus grandes quantités dans les boues, soient le cadmium, le chrome, le cuivre, le plomb et le zinc. Plus de 75% de ces métaux présents dans l'eau à traiter se concentrent dans les boues. Le cobalt, le molybdène et le nickel étant beaucoup plus solubles, ils sont retirés de l'eau à traiter, avec un pourcentage inférieur à 40%.

Le traitement et la disposition finale des boues d'épuration représentent un coût majeur du traitement des eaux usées. Selon certains auteurs, ce coût peut représenter jusqu'à 50% du coût total de la dépollution des eaux (Couillard, 1988; Davis, 1986; Lester et al., 1983). Le volume des boues représente approximativement 1% du volume des eaux usées traitées (Davis, 1986). De plus, les boues contiennent entre 1 et 7% de solides (Lester et al., 1983).

Les modes de disposition des boues sont peu nombreux et présentent de gros inconvénients. L'incinération est coûteuse (Davis, 1987) et pollue l'air (Scheltinga, 1987). Avec ce mode de disposition, les métaux se retrouvent dans les cendres qu'il faut enfouir sécuritairement. L'enfouissement sanitaire est de plus en plus difficile à cause du manque de sites appropriés tandis que le rejet en mer cause de sérieux problèmes environnementaux (Lester et al., 1983). Finalement, l'épandage sur les terres agricoles des boues digérées s'avère souvent la solution la plus économique (Davis, 1987; 1986), et l'intérêt pour ceci est toujours d'actualité (Nicholson; 1988). Au Québec, l'épandage n'est autorisé que si les boues ont été stabilisées par digestion aérobie, anaérobie ou par la chaux, ou si l'âge des boues est au moins de 20 jours (Flynn et al., 1987; 1986).

La pollution de l'environnement par les métaux est de plus en plus préoccupante, surtout pour ce qui est du Pb, Cd, Hg et As (Nriagu, 1988). La plupart des métaux lourds sont toxiques et c'est pourquoi ils sont une source d'inquiétude s'ils sont présents en trop grande concentration dans les boues résiduelles (Scheltinga, 1987; Tjell, 1986, Sommers et Nelson 1981). Le cuivre, le nickel, le zinc sont phytotoxiques (Webber, 1986; Davis et Carlton-Smith, 1984; Beckett et Davis, 1982; Bingham et al., 1979). Ils ont donc pour effet de diminuer la croissance et le rendement des plantes au delà d'une concentration donnée. Webber et al. (1984) concluent que le cuivre et le nickel ont respectivement 2 et 8 fois la toxicité du zinc. Le cadmium est zootoxique pour les mammifères et l'humain car lorsqu'il est régulièrement ingéré, il s'accumule dans les reins et les endommage (Nriagu, 1988; Environnement Canada, 1985; Lester et al., 1983; Ryan et al., 1982; Naylor et Loehr, 1981). Il s'accumule dans les végétaux et dans la chaîne alimentaire. Ce phénomène se produit à des concentrations de cadmium dans le sol qui sont

beaucoup plus faibles que celles causant la phytotoxicité du cadmium (Environnement Canada, 1985; Bingham et al., 1979). Pour ces raisons, le cadmium est le métal le plus redouté. Ce qui est visible dans les faibles valeurs de cadmium tolérées dans les boues pour épandage agricole (Tableau 1.1). Les canadiens ingèrent déjà par leur nourriture de 50 à 90 µg de Cd par jour, alors que la limite suggérée par l'organisation mondiale de la santé (OMS) est de 71 µg de Cd par jour (Webber, 1986). Les autorités canadiennes doivent donc être très vigilantes pour ce qui est de l'accumulation de ce métal dans les sols via les boues résiduelles. Webber et al. (1984) concluent que le cadmium doit servir de base à l'élaboration des normes concernant la concentration maximale de métaux acceptables dans les boues servant à l'épandage sur des sols agricoles. En 1986, Webber, dans un rapport synthèse, suggère d'augmenter la norme canadienne au niveau de celle des Etats-Unis pour le cadmium (4 kg Cd ha⁻¹ (Cdn) vs 5 à 20 Kg Cd ha⁻¹ selon la capacité d'échange cationique du sol). Ceci semble peu justifiable étant donné la forte ingestion de cadmium que subissent déjà les canadiens. Surtout que les américains ont diminué la charge de cadmium qui était de 5 à 20 kg Cd ha⁻¹ selon la capacité d'échange cationique du sol à des valeurs de 2 à 4.5 kg Cd ha⁻¹ pour les états du nord-est (Tjell, 1986).

L'accumulation du manganèse, du fer, du zinc et du cadmium par les plantes a déjà été prouvé (Scheltinga, 1987). Selon Davis (1984), le mercure, le plomb et le chrome sont moins disponibles pour l'assimilation par les plantes étant donné qu'ils sont présents sous formes insolubles. À l'opposé, le cadmium, le nickel, le zinc et le cuivre sont plus dangereux, étant plus solubles et donc plus disponibles pour l'assimilation par les plantes. Cette solubilité inquiète scientifiques et gestionnaires (Davis, 1986; Tjell, 1986; Lester et al., 1983, Sposito, 1981), car elle rend probable la contamination des nappes

Tableau 1.1: Concentrations maximales tolérables de métaux lourds (mg kg^{-1} boue sèche) dans les boues étant considérées acceptables pour épandage sur les terres agricoles (Tiré de Webber et al., 1984 et modifié)

Elément	de l'ouest										Tous les pays	CEE Directive			
	Québec***	Belgique	Canada	Danemark	Finlande	France	Allemagne	Pays-Bas	Norvège	Suède			Suisse	Gamme	Mediane
As	20	10	75				10					10-75	10		
Cd	15	10	20	8	30	20	20	5	10	15	30	8-30	7	20	40
Co	100	20	150		100				20	50	100	20-150	75		
Cr	1000	500			1000	1000	1200	500	200	1000	1000	200-1200	1000		
Cu	1000	500			3000	1000	1200	600	1500	3000	1000	500-3000	1100	1000	1750
Hg	10	10	5	6	25	10	25	5	7	8	10	5-25	10	16	25
Mn	1500	500			3000				500			500-3000	500		
Mo	25		20							20			20		
Ni	180	100	180	30	500	200	200	100	100	500	200	30-500	200	300	400
Pb	500	300	500	400	1200	800	1200	300	300	300	1000	300-1200	500	750	1200
Se	25	25	14			100						14-100	25		
Zn	2500	2000	1850		3000	3000	3000	3000	3000	10000	1000	1000-10000	3000	2500	4000

* R : recommandé selon Davis (1987)

** M : maximale selon Davis (1987)

*** : selon Flynn et al. (1987)

d'eau souterraines dans les cas d'épandage agricole ou d'enfouissement sanitaire.

Avec les problèmes associés aux métaux contenus dans les boues, on pourrait se demander: pourquoi envisager leur épandage sur des terres destinées à l'agriculture. La réponse est que les boues constituent un excellent engrais à cause des propriétés suivantes (Davis, 1987):

- la composition typique des boues d'épuration est 4.1% d'azote, 1.4% de phosphore et 0.3% de potassium sur la base du pourcentage de solides secs;
- les boues aident à maintenir les éléments nutritifs dans le sol;
- elles contribuent à des apports en matière organique et en éléments nutritifs; surtout si elles sont très concentrées en solides;
- elles améliorent la structure et la consistance du sol;
- elles augmentent la capacité de rétention d'eau du sol;

Les boues constituent donc autant un amendeur de sol qu'un engrais pour celui-ci.

Au Royaume-Uni 39% des boues municipales sont utilisées en agriculture (Davis, 1987); (44% selon Lake et al., 1984), la concentration moyenne en cadmium de toutes les boues est de 29.9 mg Cd Kg⁻¹ boues sèches. Aux États-Unis la concentration médiane en cadmium est de 16 mg Cd Kg⁻¹ (moyenne = 110 mg Cd Kg⁻¹

selon Sommers, 1977) boues sèches (Davis, 1986). La norme aux Pays-Bas est de 5 mg Cd Kg⁻¹ boues sèches; aux États-Unis, elle est de 25 mg Cd Kg⁻¹ boues sèches (Tjell, 1986), alors qu'au Royaume-Uni elle est de 20 mg Cd Kg⁻¹ boues sèches (Davis, 1987).

Ces quelques chiffres montrent une très grande variabilité dans les normes. Cette situation est corroborée par le tableau 1.1 qui présente les normes de différents pays du monde (Webber et al., 1984), alors que le tableau 1.2 nous résume les normes qui ont été votées pour être appliquées dans la CEE en 1989; elle serviront de base minimale pour les pays de la Communauté Économique Européenne (CEE) (Davis, 1987). La concentration maximale de métaux tolérable dans le sol peut être contrôlée par la charge annuelle maximale acceptable pour le sol ou par la concentration maximale acceptable dans les boues. La norme pour le chrome n'est pas encore déterminée mais devrait l'être sous peu. Selon Davis (1987), ces normes sont compatibles avec les normes actuelles de Grande Bretagne. Mais si l'on regarde la norme des Pays-Bas (tableau 1.1), on s'aperçoit que la norme de base pour la CEE est beaucoup moins sévère.

Aux États-Unis (EPA, 1984), au Canada (Environnement Canada, 1985), ainsi qu'au Québec, jusqu'en 1986, le pH minimal du sol requis pour faire l'épandage agricole était de 6.5. Au Québec, les sols sont généralement acides (4.5 à 6.0) Flynn et al. (1987). Le ministère de l'Environnement du Québec a donc récemment décidé d'abaisser le seuil minimal pour l'épandage agricole des boues résiduelles à un pH de 6. Ce choix est peut-être un peu risqué puisque la solubilité du Cd augmente avec la diminution du pH (Environnement Canada, 1985) et que selon Hinesly et al. (1977) le pH optimal pour absorption et la translocation du cadmium vers les grains de maïs est de 6.

Tableau 1.2: Normes de la CEE relatives aux teneurs de métaux tolérées pour l'épandage agricole

Métal	Sol (mg kg ⁻¹ sec)	Boue (mg kg ⁻¹ sec)	Quantité annuelle (kg ha ⁻¹ an ⁻¹)
Cadmium	1-3	20-40	0.15
Cuivre	50-140	1000-1750	12
Nickel	30-75	300-400	3
Zinc	150-300	2500-4000	30
Plomb	50-300	750-1200	15
Mercure	1-1.5	16-25	0.1

Tiré de Davis, 1987

Tableau 1.3

(Tiré de Webber, 1986)

Charges maximales admissibles en métaux lourds (kg/ha) pour les terres agricoles

Autorité	Cd	Zn	Cu	Ni	Pb	Cr	Mn	Mo	Co	As	Se	Hg	B
Alberta	0,8	150	100	12	50	50	-	-	-	-	-	0,2	5
	1,1	200	150	19	75	75	-	-	-	-	-	0,4	7,5
Colombie-Britannique	1,5	300	200	25	100	100	-	-	-	-	-	0,5	10
Ontario	4,0	200	-	36	100	-	4	4	30	15	2,8	1,0	-
Canada	1,6	300	150	32	90	210	4	4	30	14	2,4	0,8	-
Danemark	4,0	370	-	36	100	-	4	4	30	15	2,8	1,0	-
Finlande	0,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
France	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	5,4	750	210	60	210	360	-	-	-	-	-	-	-
Allemagne	8,4	750	210	60	210	210	-	-	-	-	-	2,7	-
Pays-Bas	2,0	400	120	20	100	100	-	-	-	2	-	5,7	-
Norvège	0,2	60	30	2	6	4	10	-	0,4	-	5	2,0	-
Suède	0,075	50	15	2,5	1,5	5	-	-	0,25	-	-	0,14	-
Royaume-Uni	5	560	280	70	1 000	1 000	4	-	-	10	-	0,04	-
États-Unis	5*	250	125	50	500	-	-	-	-	-	-	2,0	4,5
	10	500	250	100	1 000	-	-	-	-	-	-	-	-
	20	1 000	500	200	2 000	-	-	-	-	-	-	-	-
Gamme	0,1	60	30	2	6	4	-	-	0,4	2	2,4	0,14	4,5
	à 20	à 1 000	à 500	à 200	à 2 000	à 1 000	-	-	à 30	à 15	à 5	à 5,7	à 10
Médiane	3	500	210	60	210	210	4	-	-	10	-	2	-
Québec**	4	370	-	36	100	-	4	4	30	15	2.8	1	-

* Pour le Nord-est des États-Unis, la charge maximale a été abaissée de 2 à 4.5 kg/ha selon le type de sol (Tjell, 1986).

** Selon Flynn et al. (1987, 1986)

Une distinction importante doit être faite entre les trois types de normes. Il y a les normes sur le contenu en métaux dans les boues (tableaux 1.1 et 1.2), les normes sur la charge totale (sur plusieurs années) de métaux pouvant être appliquée (tableau 1.3). Finalement, il y a la concentration maximale du métal à ne pas dépasser dans le sol qui est de $3.5 \text{ mg Cd kg}^{-1}$ de sol au Royaume-Uni, de 1 à 3 pour la CEE de 3 pour la République fédérale allemande (RFA) (Tjell, 1986) et de 2 mg Cd kg^{-1} de sol au Québec (Flynn et al., 1987; 1986).

Au tableau 1.3, on constate que les pays Scandinaves sont beaucoup plus strictes pour la charge de cadmium applicable (0.075 à $0.2 \text{ kg Cd ha}^{-1}$). À l'autre extrémité on retrouve les États-Unis et la RFA.

Lester et al. (1983) évaluent entre 82-85%, le pourcentage des boues qui ne respectent pas la norme pour l'équivalent zinc au Royaume-Uni. En Ontario, Wong & Henry (1984b) estiment que 50% des boues ne respectent pas les normes ontariennes; alors qu'aux États-Unis, Wozniak et Huang (1982) ont évalué que de 50 à 60% des boues dépassent les normes proposées par l'EPA. Finalement, Tjell (1986) conclut que presque tous les intervenants sont d'accord sur le fait qu'il y a de gros problèmes potentiels de toxicité, et que, les normes pour le cadmium tendront à être de plus en plus sévères.

Le contrôle à la source des métaux, a été étudié. Mais il est difficile et coûteux à appliquer, car il nécessite de connaître et de contrôler la pollution générée par chaque pollueur industriel. Tjell (1986) conclut que même s'il est possible de diminuer le contenu en métaux des boues par la surveillance des industries, il demeure qu'une bonne partie des boues est toujours contaminée. Le même auteur conclut qu'il est probablement plus coûteux de procéder au

contrôle à la source des métaux lourds que d'utiliser les modes les plus dispendieux d'élimination des boues résiduelles, ce qui rend peu intéressant le contrôle à la source.

La contribution de métaux lourds des résidences et des eaux de ruissellement a été évaluée par Klein et al. (1974) pour la ville de New-York. Il est étonnant de constater que 49% du Cd, 47% du Cu et 42% du Zn proviennent des résidences. Les eaux de ruissellement urbain contribuent pour 31% du Zn et 14% du Cu alors que 20% de ce dernier élément proviennent du système d'approvisionnement en eau potable. Seul le chrome (52%) et le nickel (65%) proviennent majoritairement des industries. Förstner et Wittmann (1979) réétudièrent les données de Klein et al. (1974) et conclurent de plus que le ruissellement urbain est une source majeure de plomb et de zinc. Wozniak et Huang (1982) estiment qu'une grande partie des métaux provient des résidences et du ruissellement urbain et que la concentration des métaux croît avec la population d'une ville. Ces auteurs indiquent que 80% des boues pourraient ainsi dépasser les normes de l'EPA. Le tableau 1.4 donne la concentration en métaux de boues résiduelles purement domestiques selon Tjell (1986) et Davis (1987).

Même si ces boues respectent la plupart des normes, il n'en demeure pas moins que les systèmes d'égoûts purement domestiques sont rares au Québec. Le tableau 1.5 donne la concentration en éléments nutritifs des boues de 34 villes du Québec en 1988 (St-Yves, 1988b) alors que le tableau 1.6 présente la concentration des divers contaminants (métaux + métalloïdes + BPC) dans les mêmes boues. Même si les résultats ne sont que préliminaires, il est facile d'y voir que 18 villes sur 34 (52.9%) dépassent la norme obligatoire pour au

Tableau 1.4 Contenu en métaux lourds dans les boues résiduaires purement domestiques en mg kg^{-1} sec.

	Tjell (1986)	Davis (1987)
Cd	3	5
Cu	200	380
Ni	25	30
Zn	700	515
Cr	50	50
Pb	100	120

Tableau 1.5: Contenu en solides totaux (ST) et en nutriments dans les boues de 34 villes du Québec (Source: St-Yves, 1988b)

MUNICIPALITÉ	ST mg/L	NIK mg/kg m.s.	NH ₄ mg/kg m.s.	NO ₂ + NO ₃ mg/kg m.s.	P tot mg/kg m.s.	K mg/kg m.s.	Ca mg/kg m.s.	Mg mg/kg m.s.
Ascot Corner. (BD)	49 000	72 400	17 900	2.1	1 455	572	3 190	1 515
Aubert-Gallion (BA RBS)	19 100	26 600	3 270	429	15 460	2 762	10 910	2 311
Ayer's Cliff (BA)	33 000	58 300	12 700	2.6	980	1 493	1 223	1 180
Beauceville (BA Fo)	24 100	34 630	8 130	353	18 210	3 956	11 880	4 345
Beauharnois (BA Fo)	6 600	51 061	1 515	127.3	13 435	7 400	20 800	8 200
Black-Lake (BA RbS)	12 000	40 140	12 000	840	16 980	7 478	10 330	17 200
Campbell's Bay (BD)	10 600	27 736	849	101.9	3 563	1 500	18 100	5 500
Chapeau (BD)	24 400	29 385	2 869	109.8	4 266	1 400	8 500	2 500
Communauté régionale outaouais (BA)	7 000	82 000	24 286	154.3	28 953	7 600	38 600	6 100
Cowansville (BA Fo)	41 000	27 500	19 300	4.6	5 265	2 650	1 120	1 565
Farnham (BA Fo)	61 000	14 500	8 800	4.5	2 265	2 855	2 199	1 125
Granby (BA)	31 000	47 600	15 100	16.1	3 585	7 741	1 250	1 685
Jonquière (BA Fo)	20 800	40 270	9 760	567	24 630	8 654	13 280	4 240
Lac-Mégantic (BA AP)	19 500	56 960	14 370	785	18 840	15 550	12 820	6 827
Magog (BA Fo)	52 000	45 200	25 000	12.1	3 755	3 120	351	1 314
Mont-Rolland (BA)	11 400	17 895	728	126.3	15 470	8 500	14 900	6 500
Mont-Tremblant (BD)	27 800	19 353	1 727	79.9	16 363	1 600	14 500	1 500
Notre Dame des Pins (BD)	24 700	26 450	2 840	96.4	12 850	1 023	14 200	2 597
Notre-Dame-du-Lac (BA)	22 800	28 530	4 280	260	16 310	2 073	13 270	4 942
Rock Forest (BA)	44 000	76 700	16 500	6.9	4 750	4 332	610	1 602
Rock Island (BA)	19 000	121 000	13 200	2.1	4 897	2 159	450	836
Salaberry de Valleyfield (BA)	19 000	104 947	3 158	31.6	14 265	8 400	29 100	9 500
Ste-Agathe-des-Monts (BA)	12 500	44 320	3 200	33.6	16 529	9 200	13 200	4 800
Ste-Helene-de-Bagot (BD)	32 000	67 200	46 900	9.8	1 163	1 630	1 477	996
Ste-Madeleine (BA)	5 000	105 000	32 400	80	5 764	7 679	1 964	3 089
Ste-Mélanie (BA)	3 600	53 360	15 570	943	11 980	6 641	16 490	3 731
St-Bernard (BA AP)	6 200	35 000	3 470	2 415	34 300	5 485	42 310	5 771
St-Gabriel-de- Brandon (BA Fo)	18 000	47 980	15 770	237	13 750	5 240	12 230	3 012
St-Hyacinthe (BA)	38 000	63 800	42 800	8.5	4 847	4 471	1 935	1 917
St-Jean-Baptiste-de- Rouville (BA Fo)	10 800	40 185	1 204	50	16 127	7 800	16 800	4 900
St-Jovite (BA)	4 100	139 268	2 927	141.5	18 465	5 800	18 500	4 00
St-Placide (BD)	18 600	21 237	2 688	318.3	4 731	1 600	23 600	4 800
Val-D'or (BA Fo)	28 700	47 000	12 370	476	17 960	5 407	16 240	3 869
Victoriaville (BA)	39 700	45 890	11 600	379	23 680	7 516	21 140	3 726

Types de traitement

- BA : Boues activées
- BD : Bio-disques
- BA AP : Boues activées Aération prolongée
- BA Fo : Boues activées Fosses d'oxydation
- BA RBS: Boues activées Réacteur biologique séquentiel

Note: Prise d'un seul échantillon dans chaque cas

M.S. = matière sèche

Tableau 1.6: Contenu en composés potentiellement toxiques dans les boues résiduaires de 34 villes du Québec (Source St-Yves, 1988b)

MANICIPALITÉ	As mg/kg m.s.	B mg/kg m.s.	Cd mg/kg m.s.	Co mg/kg m.s.	Cr mg/kg m.s.	Cu mg/kg m.s.	Mn mg/kg m.s.	Hg mg/kg m.s.	Pb mg/kg m.s.	Ni mg/kg m.s.	Mo mg/kg m.s.	Se mg/kg m.s.	Zn mg/kg m.s.	BFC mg/kg m.s.
Ascot Corner (RD)	20	29	5.11	2.92	17	421	239	0.068	52	12	19.5	<0.1	1 195	<0.05
Aubert-Gallion (BA RRS)	4.9	114	4.7	4.6	50.2	468	192	0.64	102	16.2	9.8	0.1	555	<0.002
*Ayer's Cliff (BA)	1.6	28	0.85	6.44	9.4	708	2 820	0.12	0.94	19.7	5.31	<0.1	390	<0.05
*Beauveville (BA Fo)	4.9	244	5.2	9.1	52.8	371	793	2.24	108	22.7	6.6	0.2	1 765	<0.002
*Beauport (BA Fo)	1.4	32	3.7	8.8	29.9	299	3 645	12.2	136	29.9	25	3.1	583	<0.5
*Black-Lake (BA RRS)	4.6	255	5.9	11.1	214	1 518	318	1.89	172	80	12.9	0.1	493	<0.004
*Campbell's Bay (RD)	0.8	<2	3.3	<5	21.7	950	158	4.2	191	22.4	<25	0.98	1 042	<0.02
Chapeau (RD)	0.3	<2	2.3	<5	21.7	747	231	0.5	130	17.1	<25	1.5	517	<0.1
Communauté régionale Outaouais (BA)	1.1	<2	<2	6.9	22.5	411	940	1.4	127	27.4	<25	1.4	470	<0.5
*Cowansville (BA Fo)	0.99	33	1.8	11.3	58	1 020	5 510	0.257	70	25.4	10	<0.1	445	<0.05
*Farnham (BA Fo)	0.55	40	1.76	413	161	1 036	3 116	0.343	3.52	10.6	5.60	<0.1	464	<0.05
*Granby (BA)	1.72	32	0.88	6.14	34.4	816	1 780	0.2	5.9	15.7	15.4	<0.1	178	<0.05
*Jonquière (BA Fo)	1.8	225	5	8.7	55.4	352	121	3.8	153	19.7	8.4	0.1	393	<0.002
*Mac-Vigantic (BA AP)	3.5	280	2.2	6.3	26.3	704	1 302	1.25	68.3	19.6	5.88	<0.1	262	<0.002
*Magog (BA Fo)	1.41	34	1.41	3.12	17.7	323	229	0.565	12.5	19.3	5	<0.2	173	<0.05
*Mont-Holland (BA)	0.3	<2	<2	<5	20.5	693	398	0.8	107	19.2	<25	0.6	385	<0.05
*Mont-Tremblant (RD)	0.3	<2	3.2	<5	20.4	1 654	102	3.4	107	15.9	<25	1.1	840	<0.1
*Notre Dame des Pins (RD)	14.5	134	5	12.1	28.6	461	2 566	1.31	61.9	20.6	9	1.8	778	<0.002
Noire-Dame-du-Lac (BA)	3.8	184	5.1	12	56	424	339	2.88	107	30.5	9.8	0.3	693	<0.002
*Rock Forest (BA)	2.02	31	5.07	2.21	13.1	836	256	0.905	2.35	22.5	10	<0.1	1 197	<0.05
*Rock Island (BA)	0.61	31	1.4	8.33	107	1 478	347	0.854	13.4	17	94	<0.2	444	<0.05
*Salaberry de Valleyfield (BA)	0.4	<2	3.9	7.8	41.9	1 107	1 230	1.5	123	25.1	<25	3.3	548	<0.2
*Ste-Agathe-des-Monts (BA)	0.28	<2	<2	<5	12.3	1 134	382	1.5	394	14.8	<25	0.4	628	<0.2
Ste-Hélène-de-Bagot (RD)	0.47	35	1.64	1.03	6.56	328	70	0.102	0.94	8.44	10	<0.1	506	<0.05
*St-Madeleine (BA)	0.01	59	2.91	3	12.4	455	839	0.165	28.2	15.3	18.8	<0.2	413	<0.05
*St-Mélanie (BA)	2	91.7	5.9	5.6	47.2	521	73.4	1.25	150	12.3	13.8	0.1	369	<0.008
*St-Bernard (BA AP)	6.6	189	5.5	13.2	32.1	454	2 996	1.86	103	19	28.9	0.2	882	<0.006
*St-Gabriel-de- Brandon (BA Fo)	0.8	185	3.0	4	147	182	353	1.98	91.3	11.8	10.8	0.1	336	<0.002
St-Hyacinthe (BA)	0.59	31	1.62	3.58	19.6	314	348	0.075	31.4	10.3	16.3	<0.1	339	<0.05
St-Jean-Baptiste-de- Roxville (BA Fo)	0.3	<2	<2	<5	15.8	298	368	0.8	31.6	16.4	<25	1.2	447	<0.2
*St-Jovite (BA)	0.5	<2	<2	<5	24.7	1 089	2 046	1.1	155	19.8	45	0.8	627	<0.5
*St-Placide (RD)	1.5	<2	4.5	<5	20.3	773	149	1.7	208	21.3	45	2.4	1 021	<0.2
Val-D'Or (BA Fo)	3.3	74.2	5.6	12.9	52.5	766	1 315	1.81	144	27	107.2	0.4	642	<0.003
*Victoriaville (BA)	3.8	77.2	11.2	4.7	33.7	650	2 251	1.32	148	17.3	12.2	0.4	718	<0.001

Types de traitement
 BA : Boues activées
 RD : Rio-disques
 BA AP : Boues activées Aération prolongée
 BA Fo : Boues activées Fosses d'oxydation
 BA RRS : Boues activées Réacteur biologique séquentiel

Notes
 Surligné = Dépasse la norme obligatoire
 Prise d'un seul échantillon dans chaque cas
 18 villes sur 34 dépassent les normes obligatoires pour un toxique au moins
 * Municipalité qui dépassent la norme obligatoire pour un ou plusieurs toxiques

moins un des contaminants, ces boues ne sont donc pas aptes à être épandues sur les sols agricoles. Les BPC ne semblent pas poser de problèmes. Le cuivre est l'élément le plus problématique dans ce tableau, le manganèse et le bore suivent en ordre d'importance. Un cas problème de mercure et un autre de molybdène sont observables. Finalement les boues de Victoriaville contiennent du cadmium en quantité appréciable en dépassant la norme recommandée tout en respectant la norme obligatoire pour cet élément zootoxique. La seule option pour les boues qui dépassent la concentration maximale tolérable pour l'épandage agricole des boues d'épuration est la décontamination à la station d'épuration.

CHAPITRE 2

Revue de littérature sur l'enlèvement des métaux des boues d'épuration

2.1 COMPOSITION MÉTALLIQUE DES BOUES RÉSIDUAIRES

Sommers (1977) a évalué la concentration en métaux de 250 échantillons de boues venant de 150 stations différentes. St-Yves (1985) a effectué le même genre de travail au Québec ce qui est résumé dans le mémoire de Giroux (1986).

Après un premier examen du tableau 2.1, on constate que les valeurs pour le Québec sont beaucoup plus faibles, ceci est dû au fait que la plupart des stations traitent des effluents de municipalités rurales (Giroux, 1986). (Le tableau 1.6 démontre que 52.9% des boues dépassent les normes obligatoires pour un élément toxique au moins). Cependant avec l'ajout de municipalités plus importantes (St-Yves, 1988b), il y a augmentation des concentrations moyennes pour le cuivre et le zinc. Le manganèse semble aussi être présent en grande quantité.

Aux États-Unis, la gamme des concentrations est très large. Les moyennes sont beaucoup plus fortes que les médianes, spécialement pour le cadmium. En fait, environ 47% des boues aux États-unis dépassaient la valeur médiane de 16 mg Cd kg⁻¹ (Sommers, 1977) alors que la norme américaine pour le Cd est de 25 mg kg⁻¹ (Tjell, 1986).

2.2 SPÉCIATION DES MÉTAUX DANS LES BOUES ANAÉROBIES

Avant de discuter du procédé de solubilisation bactérienne des métaux, il est important d'étudier les formes sous lesquelles ceux-ci existent dans les boues anaérobies. En général les ions métalliques libres sont assez rares dans les

Tableau 2.1: Concentrations de divers métaux dans les boues résiduairees aux États-Unis et au Québec

	E.U.* mg/kg sec			Québec	
	Gamme	Médiane	Moyenne	Moyenne	
				Giroux 1986	St-Yves 1988b
Pb	13 - 19 700	500	1 360	180.4	98.2
Zn	101 - 27 800	1 740	2 790	526.9	594.5
Cu	84 - 10 400	850	1 210	551.8	698.7
Ni	2 - 3 520	82	320	35.6	20.7
Cd	3 - 3 410	16	110	9.9	4.2
Cr	10 - 99 000	890	2 620	913.0**	44.53
Mn					1 111.2

* Sommers, 1977

** Concentration probablement due à une contamination industrielle

boues (Sterrit et Lester, 1984), les formes inorganiques insolubles et les complexes avec la matière organique représentent les formes dominantes.

Les conditions réductrices qui prévalent lors de la digestion anaérobie des boues forment des sulfurés métalliques (Hayes et Theis, 1978; Mosey, 1976) qui sont extrêmement insolubles (Lester et al., 1983). La seule exception est celle du chrome qui forme plutôt un hydroxyde insoluble (Theis et Hayes, 1980). Tous semblent d'accord pour prédire que le cuivre est présent sous forme de sulfure cuivreux (Cu_2S) (Legret et al., 1983; Theis et Hayes, 1980; Stover et al., 1976). Globalement Hayes et Theis (1978) concluent que Cu, Zn, Pb, Cd et Ni sont à peu près à 70% sous forme de sulfure et à environ 30% sous forme intracellulaire. Alors que 40% du Cr se retrouve sous forme $\text{Cr}(\text{OH})_3$ et plus de 60% sous forme intracellulaire.

Plus récemment Alibhai et al. (1985) ont conclu que la formation de complexes avec la surface des cellules (probablement les groupement - SH des protéines) entre en compétition avec la précipitation sous forme de sulfure pour Cu, Zn, Pb, Cd, Ni et Hg et sous forme d'hydroxyde pour Cr. Ainsi il semble que le zinc est principalement lié à la matière organique (Gould et Genetelli, 1978; Stover et al., 1976). Pour le cadmium le consensus n'est pas établi puisque Stover et al. (1976) et Legret et al. (1983) ont trouvé la classe carbonatée plus importante que la classe des sulfures pour cet élément.

Le nickel suscite moins de controverses et il est le seul à pouvoir être présent sous formes solubles en quantités appréciables (Legret et al., 1983; Hayes et Theis, 1978). Le plomb cause encore moins d'incertitude car il est très peu soluble et bien fixé dans les boues par des mécanismes de

précipitation (PbS) et de complexation avec la matière organique. Finalement le fer se retrouve sous forme de précipités de $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2$ ou de FeS, ou encore, lié à la matière organique.

La figure 2.1 représente les conditions d'équilibre calculées par Theis et Hayes (1980) pour un type de boues anaérobies. On peut y remarquer la zone d'équilibre de ce type de boues anaérobies et on voit bien selon cette figure sous quelles formes existent les divers métaux. La figure 2.1 démontre que la solubilité d'un métal dépend autant du potentiel rédox (Eh) que du pH. À remarquer que le cuivre nécessite un potentiel rédox plus élevé que les autres métaux pour être soluble (Cu^{+2}). Le tableau 2.2 résume les diverses opinions des scientifiques sur la spéciation des métaux dans les boues anaérobies.

Il ne faut surtout pas oublier que dans les boues anaérobies (solides totaux aux environs de 3%), la matière organique est très abondante et que la stabilité des complexes organométalliques selon la série d'Irving-Williams (Irving et Williams, 1948) suit l'ordre suivant:



On devra donc s'attendre à avoir plus de difficultés à solubiliser le plomb et le cuivre. En étudiant les résultats des essais qui ont été faits par acidification chimique, on s'aperçoit vite que ces deux métaux sont en fait pratiquement non solubilisés. Finalement, Legret et al. (1987) concluent que dans le milieu naturel, mis à part le plomb, tous les métaux lourds sont potentiellement relargables, le cadmium et surtout le nickel étant les plus mobiles.

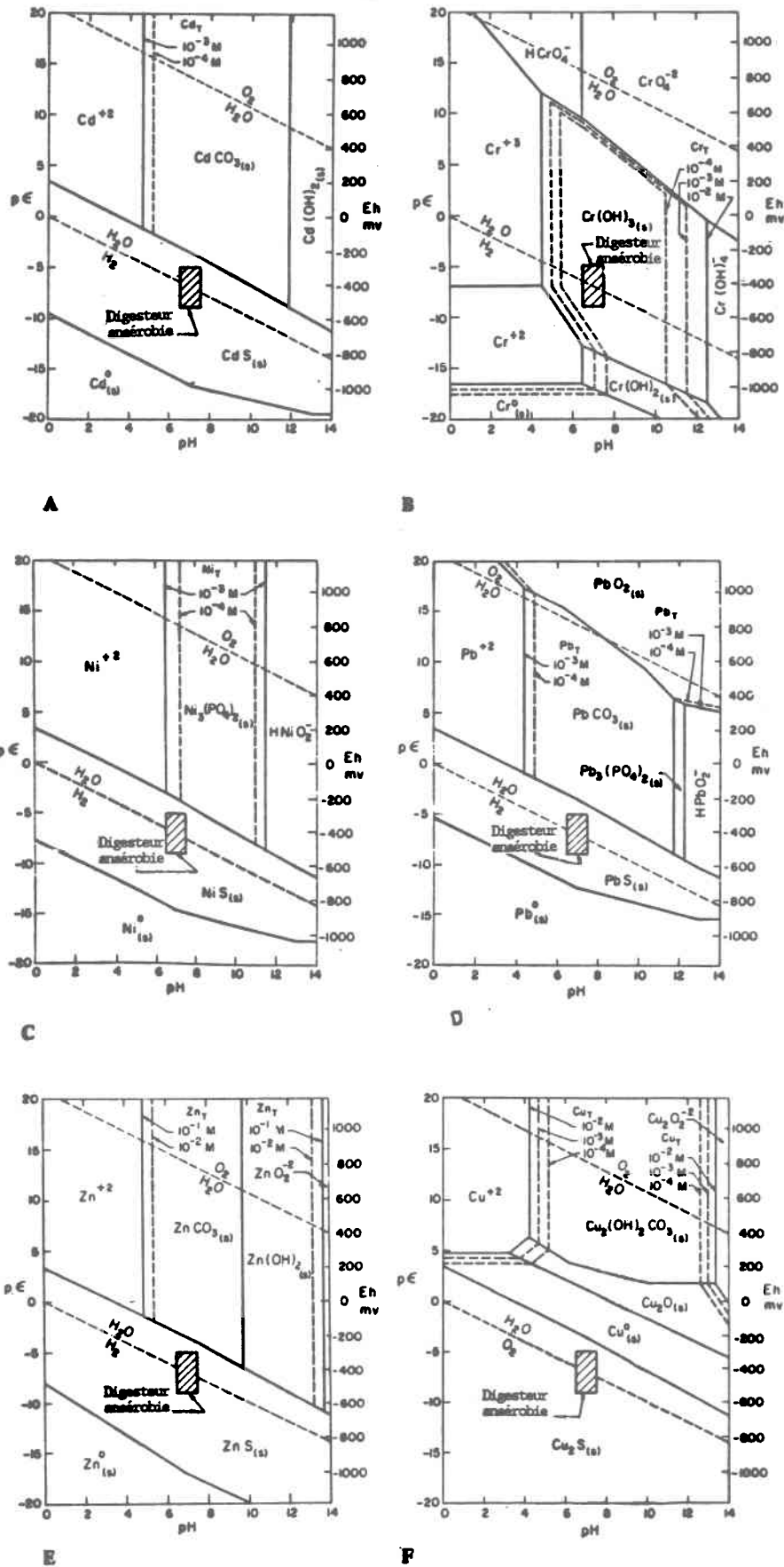


Figure 2.1: Diagrammes d'équilibre pour divers métaux dans les boues anaérobies. Les ligands sont $C_T = P_T = S_T = 10^{-2} M$ (A) Cd, (B) Cr, (C) Ni, (D) Pb, (E) Zn, (F) Cu (De Theis & Hayes, 1980)

Tableau 2.2: Spéciation des principaux métaux lourds dans les boues anaérobies selon divers auteurs.

ELEMENT	HAYES & THEIS 1978	STOVER <u>ET AL.</u> 1976	LEGRET <u>ET AL.</u> 1983
Cu	Cu ₂ S > INTRACEL.	Cu ₂ S > CARBONATE	Cu ₂ S > CARBONATE + Cu-org.
Ni	NiS > INTRACEL.	CARB.> ORG.> EX .	Ni-ORG.+ NiS
Zn	ZnS > INTRACEL.	Zn-org > CARB.	CARB.> OXY. + HYD
Pb	PbS > INTRACEL.	CARB.> ORG.> PbS	PbS IMMOBILE
Cd	CdS > INTRACEL.	CARB.> CdS > ORG.	CARB. > CdO
Cr	Cr(OH) ₃ > INTRACEL.	-----	-----

LÉGENDE: INTRACEL.: INTRACELLULAIRE
 CARB.: CARBONATE
 ORG.: LIÉ A LA MATIÈRE ORGANIQUE
 EX.: ÉCHANGEABLE
 OXY.: OXYDE
 HYD : HYDROXYDE

2.3 PROCESSUS CHIMIQUE VERSUS PROCESSUS BIOLOGIQUE POUR SOLUBILISER LES MÉTAUX

Plusieurs tentatives de solubilisation chimique des métaux ont été étudiées (Kiff et al., 1983; Wozniak et Huang, 1982; Jenkins et al., 1981; Cornwell et al., 1980; Oliver et Carey, 1976; Bloomfield et Pruden, 1975; Olver et al., 1975; Scott et Horlings, 1975). La plupart du temps, ces méthodes sont inefficaces pour solubiliser le plomb et le cuivre; ce dernier est problématique pour ce qui a trait à la toxicité des boues, sa teneur étant souvent au-dessus des normes fixées. De plus, ce sont des méthodes coûteuses car elles requièrent de grandes quantités d'acide, soit de 0.5 à 0.8 g H₂SO₄/g boues sèches (Tyagi et Couillard, 1987a; Wong et Henry, 1983; Schöborn et Hartmann, 1978; Oliver et Carey, 1976). Ces méthodes nécessitent souvent la dilution des boues pour obtenir de bons rendements et en plus, elles exigent de grandes quantités de chaux à la fin du traitement, afin de neutraliser l'acide pour précipiter les métaux.

Des résultats plus probants ont été obtenus par Hayes et al. (1980) qui atteignent de bons rendements de solubilisation pour les métaux. (Cd = 95, Cu: 61%, Ni=81%, Zn=99%, Pb=55%, Cr=29%). Par contre, leur méthode nécessite que la boue soit préalablement digérée à 55°C ("Aerobic Autoheated Thermophilic Digester") et que l'acidification soit faite à la même température ce qui donne au procédé un avantage au niveau de la solubilité des sels mais peut par contre coûter fort cher à réaliser. De plus, dans ce cas, le coût de l'acide (HCl) est important. Ce point sera étudié à la fin de ce mémoire lors des comparaisons économiques des divers procédés.

La tentative la plus récente est celle de Logan et Feltz (1985) qui ont procédé à l'extraction des métaux avec HCl (pH = 2) sur des boues anaérobies qui étaient préalablement aérées pendant 2 semaines. Ce procédé solubilise 76% du Cd et plus de 70% du Zn, Ni, Ca et Mn, mais n'enlève que 25% du cuivre et moins de 5% du Pb. Même si les quantités d'acide requises sont diminuées dues à la longue aération, la quantité de chaux requise est élevée. Les principaux désavantages de cette approche sont le long temps requis pour l'aération et la faible extraction du cuivre et du plomb. Les aspects économiques de cette approche seront étudiés à la fin de ce mémoire.

2.4 LES MICRO-ORGANISMES DE LA SOLUBILISATION BACTÉRIENNE DES MÉTAUX

Le micro-organisme le plus utilisé dans la solubilisation des métaux par les bactéries est sans contredit Thiobacillus ferrooxidans, découvert par Colmer et ses associés (Colmer et al., 1950; Colmer et Hinkle, 1947).

Cette bactérie qui appartient au genre Thiobacille, est un organisme chemoautotrophe, c'est-à-dire qu'elle tire son énergie métabolique de substances chimiques. Dans le cas du Thiobacillus ferrooxidans, ce sont les formes réduites du soufre inorganique et le fer ferreux qui sont utilisées (Harrison, 1984; Ingledew, 1982; Lundgren et Silver, 1980, Guay et al., 1976). Une boue anaérobie peut donc, en théorie, supporter la vie de ce micro-organisme car le fer est sous forme ferreux et les sulfures y sont abondants.

Le fait d'être apte à tirer son énergie vitale de la simple oxydation de Fe (II) à Fe (III) est un phénomène très rare. Ingledew (1982) commente en ces termes cette capacité étonnante:

"The latter life style, growth on Fe (II) oxidation represents one of the narrowest thermodynamic limits for which growth is known to occur..."

Harrison (1982) a recensé 23 souches différentes de cette bactérie qu'il qualifie d'aérobie et d'acidophile strictes (Harrison, 1984; Ingledew, 1982). Thiobacillus ferrooxidans est une bactérie mésophile à gram négatif (Vishniac, 1974), qui se présente sous forme de bâtonnet de dimension 0.5 à 0.8 µm X 1.0 - 2.0 µm (Bosecker et Kursten, 1978).

Selon certains auteurs (Corbett et Ingledew, 1987; Sugio et al., 1985; Goodman et al., 1983) elle peut aussi vivre en milieu anaérobie. Il est à noter que les bactéries Ferrobacillus ferrooxidans et Ferrobacillus sulfooxidans ont été reconnues en 1972, comme étant de la même espèce, étant des souches différentes de Thiobacillus ferrooxidans, (Kelly et Tuovinen, 1972).

La seule source de carbone de cette bactérie est le dioxyde de carbone (Harrison, 1984; Guay et al., 1976). Elle assimile l'azote sous forme d'ions ammonium (Harrison, 1982). Mackintosh (1978) a démontré qu'elle était apte à fixer l'azote atmosphérique (N₂).

Quelques auteurs (Ingledew, 1982; Le Roux et al., 1978) croient que T. ferrooxidans peut se nourrir de matière organique; mais ceci est contredit par Harrison (1984). En effet, ce dernier attribue cette hétérotrophisme à la

contamination de la souche pseudo pure par des hétérotrophes acidophiles tels Thiobacillus acidophilus ou Acidiphillum cryptum.

Les nutriments essentiels à cette bactérie sont l'azote, le phosphate, le sulfate à 2 g L^{-1} (Tuovinen et al., 1971a) et le magnésium (II). Le nitrate est inhibiteurs à 0.05%, le chlorure, le fructose, le lactose, l'extrait de viande, le peptone et le tryptone, le sont à 0.5% (Tuovinen et al., 1971a). L'argent ionique à 10^{-9}M est inhibiteur lorsque T. ferrooxidans croît sur FeSO_4 (Norris et Kelly, 1978b). Le cinnabre (HgS) est inhibiteur lorsqu'il est présent à plus de 10% mais a peu d'effet à une concentration de 1% (Baldi et Olson, 1987). Néanmoins, dans la plupart des cas, des souches résistantes se développent. Certains anions, surtout sous leurs formes protonées, tels le HCl , le HNO_3 et les acides organiques sont toxiques s'ils sont en quantités appréciables. En effet, ces molécules traversent alors la membrane et vont acidifier le cytosol qui est normalement à pH 7 (Alexander et al., 1987; Ingledew, 1982).

Dans certains cas, un substrat (Fe(II) , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$) peut devenir inhibiteur à la croissance, lorsque le substrat principal est différent. C'est ainsi que 10 mM de thiosulfate ou autre forme réduite du soufre inhibe la croissance de T. ferrooxidans sur le sulfate ferreux à pH 1.5 (Hurtado et al., 1987). À l'opposé Hazeu et al. (1986) ont observé que 75 mM de Fe(II) ou Fe(III) , diminuait la croissance de T. ferrooxidans sur le thiosulfate d'environ 30%.

La résistance de cette bactérie aux métaux lourds est grande; il lui est, en effet, possible d'oxyder le fer en présence d'une concentration inférieure à 0.15 M de zinc, 0.17 M de nickel, 0.16 M de cuivre, 0.17 M de cobalt, 0.18 M de

manganèse et 0.37 M d'aluminium (Hutchins et al., 1986). Le plus toxique des éléments est l'ion molybdate qui est léthal à 5 mg/l pour T. ferrooxidans. L'ion molybdate a une structure très semblable à l'ion sulfate, il le remplace donc dans les mécanismes enzymatiques de la bactérie, ce qui l'empoisonne (Tuovinen et Kelly, 1974b). L'uranium, les anions d'arsenic, de sélénium et de tellure sont inhibiteurs dans des gammes de concentrations de 0.8 à 3 mM. Finalement, la croissance sur le thiosulfate est beaucoup plus sensible à l'inhibition par les métaux (Tuovinen et al., 1971b).

Le potentiel d'oxydo-réduction ou potentiel rédox (POR) du système ferreux-ferrique est de + 747 mV à 25°C (Lundgren et Silver, 1980). Cependant, les valeurs expérimentales oscillent entre + 220 mV et 540 mV (Brierley, 1978), lorsque les sulfures métalliques servent comme substrat. Dans les boues, le potentiel rédox doit se situer aux environs de ces valeurs pour qu'il y ait solubilisation des métaux.

Il est faux de prétendre à l'utilisation de cultures pures lors de la solubilisation bactérienne des métaux dans les boues municipales. Lors de la désulfuration du charbon, il y a présence de Thiobacillus thiooxidans pouvant aussi oxyder les composés réduits des minéraux du soufre, mais pas le fer.

Thiobacillus acidophilus oxyde la matière organique et les formes réduites du soufre (Harrison, 1984). Acidiphillum cryptum oxyde la matière organique seulement. Ces deux dernières espèces de bactéries qui sont hétérotrophes sont nécessaires à T. ferrooxidans, car elles se nourrissent des pyruvates qui sont ses déchets métaboliques et qui peuvent inhiber sa propre croissance (Harrison, 1984).

Thiobacillus acidophilus a la forme d'un court bâtonnet, est gram négatif, non sporulante et est souvent visible sous forme de paire non détachée (Guay et Silver, 1975a). Elle croit à des pH de 1.5 à 6.0 avec un optimum de croissance à pH 3.0. Le chlorure de sodium à plus de 0.5% inhibe sa croissance (Guay et Silver, 1975a). Acidiphilum cryptum se distingue par son étrange mobilité car elle tourne en rond sur elle-même tout en restant au même point (Harrison, 1984).

Une autre bactérie importante est Leptospirillum ferrooxidans qui a une morphologie particulière, soit une forme en L ou de court serpent avec un long flagelle qui lui donne une très grande mobilité (Hutchins et al., 1986). Cette bactérie oxyde le fer (II) mais non le soufre (Norris, 1983; Norris et Kelly, 1978a; Balashova et al., 1974). Elle est aussi gram négatif, acidophile et mésophile en plus de se développer par chemoautotrophisme. En 1982, des recherches ont démontré qu'elle oxyde la pyrite en culture pure (Norris, 1983) et qu'elle peut indirectement solubiliser d'autres sulfures métalliques contenant des concentrations minimales de fer.

La plupart de ces bactéries sont probablement présentes lors de la solubilisation des métaux par les bactéries et ce, même si l'inoculum contient seulement T. ferrooxidans. Hutchins et al. (1986) parlent de présence dans le sol de ces diverses bactéries, il y a donc de grandes chances de les retrouver dans les boues municipales.

Récemment, des recherches ont été entreprises avec des bactéries thermophiles tel Sulfolobus acidocaldarius que Kargi et Robinson (1982a, 1982b) utilisent

expérimentalement à 75°C pour la désulfuration du charbon. Murr et Mehta (1982) ont aussi travaillé avec une espèce de bactérie thermophile à 55°C.

Quelques méthodes de recensement de Thiobacillus ferrooxidans ont été développées jusqu'à maintenant. Harrison (1984) a développé une méthode sur gel de silice et sulfate ferreux. Encore plus récemment, Butler et Kempton (1987) ont réussi à améliorer grandement la méthode, réduisant les difficultés ainsi que la période d'incubation, qui est maintenant de 7 à 14 jours. Néanmoins, les premiers travaux de ce genre ont été entrepris par Tuovinen et Kelly (1973) sur gel d'agar. D'autres méthodes directes de compte avec un hématymètre ou une chambre de compte Petroff-Hausser sont aussi efficacement utilisées (Sugio et al., 1986; Lacey et Lawson, 1970). Ceci étant possible car seul les bactéries acidophiles résistent aux pH où croissent ces bactéries. Le compte est cependant un compte total d'acidophiles.

Le tableau 2.3 présente un résumé des diverses bactéries et de leurs caractéristiques.

2.4.1 Mécanismes de la solubilisation bactérienne des métaux:

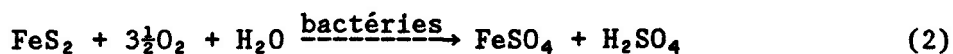
Dans la littérature, il est généralement accepté que la solubilisation bactérienne des métaux s'opère à l'aide de deux mécanismes. Le premier, le mécanisme direct solubilise les sulfures de métaux (MS) et la pyrite en sulfate tel que décrit dans les équations 1 et 2 (Huntchins et al., 1986; Torma, 1986; Lundgren et Silver, 1980):



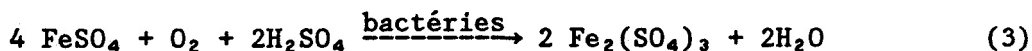
Tableau 2.3: Micro-organismes acidophiles ayant un potentiel pour la solubilisation bactérienne des métaux.

Espèce	Substrats utilisables	Caractéristiques générales	pH de croissance pH optimum	Température de croissance (°C) croissance et optimale
<u>Thiobacillus ferrooxidans</u>	Sulfures de métaux Sulfate ferreux Pyrite Thiosulfate Tétrathionate Soufre élémentaire	Aérobie Bâtonnet 0.5 à 0.8µm x 1.0 à 2.0µm Gram négatif Non sporulante Mobile En paire ou simple Chemoautotrophe	1.0 à 5.0 optimum ≈ 2.3	10 à 40 optimum ≈ 32°C
<u>Thiobacillus thiooxidans</u>	Sulfures de métaux Soufre élémentaire Thiosulfate Tétrathionate	Aérobie stricte Bâtonnet 0.5µm x 1.0 à 2.0µm Gram négatif Parfois mobile Simple, en paire ou courte chaîne Chemoautotrophe	0.5 à 6.0 optimum 2.0 à 3.5	10 à 37 optimum 28 à 30
<u>Leptospirillum ferrooxidans</u>	Sulfate ferreux Pyrite Sulfures de métaux	Aérobie Bâtonnet en L Avec flagelle Gram négatif Très mobile Chemoautotrophe	≈ 2.0	Mésophile
<u>Thiobacillus acidophilus</u>	Thiosulfate Tétrathionate Soufre élémentaire Matière organique	Aérobie Bâtonnet 0.5 à 0.8µm x 1.0 à 1.5 µm Mobile Souvent en paire Autotrophe facultatif	1.5 à 6.0 optimum ≈ 3.0	Mésophile optimum 25 à 30
<u>Acidiphillum cryptum</u>	Glucose Extrait de levure Matière organique	Aérobie Bâtonnet Chemoorganotrophe	2.0 à 6.0	Mésophile
<u>Sulfolobus acidocaldarius*</u>	Sulfate ferreux Pyrite Soufre élémentaire Thiosulfate Tétrathionate Hydrogène sulfureux Sulfures de métaux Composés organiques soufrés simple	Aérobie Sphère lobée de dia. 0.8 à 1.0µm de dia. Gram négatif Non sporulante Autotrophe facultatif	0.9 à 5.8 optimum sur S° 2 à 3	55 à 85 optimum 70 à 75

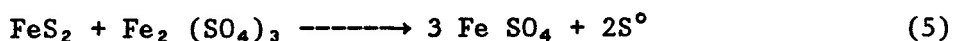
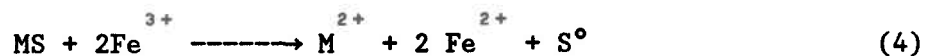
* pas présente dans les boues



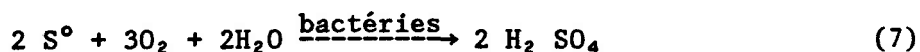
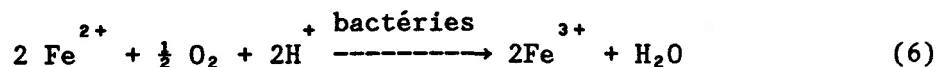
Bosecker et Kürsten (1978) indiquent qu'il a été démontré que ce mécanisme peut solubiliser les sulfures de nickel (NiS), de cobalt (CoS), de zinc (ZnS), de molybdène (MoS), de plomb (PbS), d'antimoine (Sb₂S₃) et de cuivre (Cu₂S et CuS). Si le sulfate ferreux est utilisé comme substrat, il est aussi directement oxydé selon l'équation 3 (Bosecker et Kursten, 1978):



Dans le second mécanisme, qui est qualifié d'indirect, les ions ferriques générés par l'oxydation du fer ferreux, réagissent avec les sulfures de métaux pour produire du Fe(II) et du soufre élémentaire. Ces réactions, étant purement chimiques, n'impliquent pas directement les micro-organismes. Les équations 4 et 5 nous décrivent ces mécanismes:

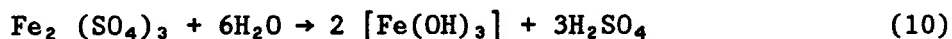
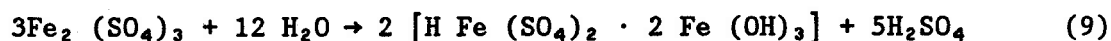
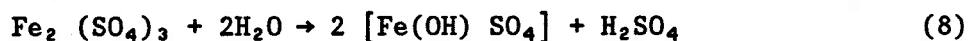


Puis dans une étape subséquente, les ions ferriques sont régénérés par l'oxydation microbienne du Fe(II) et le soufre élémentaire est aussi oxydé en sulfate, selon les équations 6 et 7:

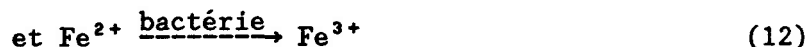
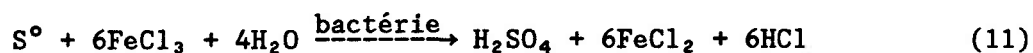


Le fer ferrique est donc prêt à poursuivre le cycle de l'oxydation des sulfures métalliques selon les équations 4 et 5. L'acide sulfurique produit dans les équations 2 et 7 contribue à abaisser le pH et donc, à solubiliser les métaux.

La concentration optimale de fer est de 0.004 à 0.010 M. Au-delà de cette concentration, il y a formation de la jarosite, un précipité jaune aussi appelé "yellow boy". Ce précipité est formé par l'hydrolyse du sulfate ferrique (Guay et Silver, 1981; Guay et al., 1976) selon les réactions 8, 9 et 10:



Sugio et al. (1985) suggèrent les réactions 11 et 12 pour expliquer l'oxydation anaérobie du soufre:



Ceci résume les principales réactions d'oxydo-réduction de la solubilisation bactérienne des métaux.

2.5 LES FACTEURS AFFECTANT LA CROISSANCE DE CES MICRO-ORGANISMES

2.5.1 Type de substrat

Plusieurs produits peuvent servir de substrat pour les diverses espèces de micro-organismes capables de solubiliser les métaux, le tableau 1.4 les identifie et présente les paramètres cinétiques de croissance estimés par de nombreux auteurs. Wong et Henry (1984b) n'ont pas ajouté de substrat additionnel lors de la solubilisation bactérienne des métaux dans les boues anaérobies d'une usine de Toronto. Cependant, ces boues contenaient de très fortes teneurs en métaux, surtout en fer (31 150 mg/Kg boues sèches). Dans les boues anaérobies, le fer est principalement sous forme de sulfures (Legret et al., 1983; Hayes et Theis, 1978) et de carbonate ferreux (Legret et al., 1983; Stover et al., 1976) qui servent de substrat aux micro-organismes. Cependant, de si fortes concentrations de métaux sont exceptionnelles. Dans notre cas, il faut ajouter un substrat artificiel pour obtenir une solubilisation rapide des métaux, qui est dépendante de la croissance importante des micro-organismes.

Le tableau 2.4 reproduit les paramètres cinétiques de Thiobacillus ferrooxidans sur divers substrats. Les taux spécifiques de croissances ont été calculés par le modèle de Monod (1949):

$$\mu = \frac{\mu_m S}{K_s + S} \quad (13)$$

$$\text{où } \mu = \frac{1}{X} \frac{dX}{dt} \quad (14)$$

Tableau 2.4: Paramètres cinétiques de Thiobacillus ferrooxidans sur divers substrats.

Substrat	Référence	Taux spécifique de croissance μ en h ⁻¹	Taux maximum de croissance spécifique μ_m en h ⁻¹	Constante de demi-saturation K_s en mM	Rendement bactérien Y_{SX} en Kg bactérie / Kg substrat
FeSO ₄ FeSO ₄ ·7H ₂ O	Lacey et Lawson (1970)	-	0.20 à 30°C	36	0.002(CSTR)*
	Tuovinen et Kelly (1974a)	-	-	-	-
	Chang et Myerson (1982)	-	0.1085 à 28°C	2.5	0.017(RRIP)**
	Godard et al. (1987)	-	0.1580 à 30°C	-	0.002(CSTR)
	Kelly et Jones (1978)	-	0.143	-	- (CSTR)
FeSO ₄ ·7H ₂ O	Takamori et al. (1983)	0.16 à 0.31	-	-	0.048(ELECTROLYTIC)
	Yunker et Radovich (1986)	-	-	-	-
FeS ₂	Myerson et Kline (1984)	0.023 - 0.073	-	-	- (CSTR)
	Huber et al. (1984b)	0.060	-	-	0.044 et 0.066 (F)***
	Hoffman et al. (1981)	-	0.22	2.41	0.075 (F)
	Chang et Myerson (1982)	-	0.07 à 0.22	-	0.070 (F)
CuFeS ₂	Mishra et al. (1986)	0.08	-	-	-
ZnS ZnS	Gormely et al. (1975)	-	>0.1038	-	0.070 (CSTR)
	Sanmugasunderam et al. (1980)	-	0.015 à 0.025	-	-
PbS	Tomisuka et Yagisawa (1978)	-	0.10	-	-
Na ₂ S ₂ O ₃	Tuovinen et Kelly (1974a)	0.018 à 0.043	0.043	-	0.037 (F)
	Bounds et Colmer (1972)	-	-	20 à 50	-
	Eccleston et Kelly (1978)	-	-	1.2 à 25	0.047 (F)
	Hazeu et al. (1986)	-	-	0.005 à 0.025	0.034 (CSTR)
S ⁰	Espejo et Romero (1987)	0.021	-	-	-
K ₂ S ₄ O ₆	Tuovinen et Kelly (1974a)	-	0.050	-	0.032 (F)
	Eccleston et Kelly (1978)	0.092	-	0.13 à 8.33	0.041 (F)
	Hazeu et al. (1986)	-	-	0.004 à 0.025	0.034 (F)

* CSTR = Réacteur en continu bien mélangé

** Réacteur à recyclage interne pneumatique ("AIRLIFT")

*** F = Fournée

avec μ = taux spécifique de croissance en h^{-1}

μ_m = taux spécifique maximum de croissance en h^{-1}

S = concentration de substrat en mM

K_s = concentration du substrat qui correspond à un μ égal à la moitié de μ_m

X = concentration des micro-organismes en g/l ou ind/ml

t = temps en h^{-1}

L'équation du rendement bactérien est:

$$Y_{SX} = \frac{dX}{dS} \quad (15)$$

L'étude du tableau 2.4 montre que les meilleurs taux maximum de croissance ont été obtenus en utilisant le sulfate ferreux et la pyrite. On obtient 0.1085 à 0.22 h^{-1} contrairement à une gamme de 0.018 à 0.092 pour les diverses formes du soufre. Le rendement (Y_{SX}) est cependant beaucoup plus important lorsque la pyrite est utilisée comparativement au sulfate ferreux, et ce même si la pyrite est insoluble, donc moins accessible pour les micro-organismes. Le désavantage que la pyrite soit insoluble, est compensé par le fait que dans celle-ci, T. ferrooxidans, utilise encore plus le sulfure que le fer, dû à sa très grande affinité pour les sulfures (Hazeu et al., 1986). Le sulfate dans $FeSO_4$ n'est pas un substrat car le soufre y est déjà à son état d'oxydation le plus élevé.

Les formes minérales réduites du soufre comme le thiosulfate, le tétrathionate ont des taux spécifiques de croissance beaucoup plus faibles. Ceci est probablement dû au fait que ces produits sont peu stables en milieu acide et

qu'ils se décomposent. Ces produits de décomposition sont des polythionates (HS_xO_3), des radicaux de soufre (SO_5^{\ominus} , SO_3^{\ominus}), des superoxydes (O_2^{\ominus}) et hydroperoxyde tel que HO_2^{\ominus} (Hurtado et al., 1987). Ce sont donc tous des agents chimiques très agressifs et ils endommagent les membranes bactériennes. En fait, la croissance de T. ferrooxidans ne peut être démarrée à un pH inférieur à 3.5 sur ce substrat. Par contre, le rendement bactérien sur ces produits du soufre est supérieur à celui sur le sulfate ferreux et 2 fois moindre que sur la pyrite.

La pyrite et le sulfate ferreux sont ceux qui semblent le plus prometteur car ils occasionnent un fort taux de croissance, ce qui permet de diminuer le temps de réaction et le volume des réacteurs. Le coût de chacun des différents substrats sera sans doute le facteur déterminant. De ce point de vue, la pyrite semble grandement favorisée, car elle est un résidu fréquent dans les mines. L'étude des divers substrats fait l'objet de recherche à l'INRS-Eau, (Piché, 1988). En dernier lieu, il est intéressant de noter les hauts rendements que Yunker et Radovich (1986) ont obtenus en réduisant électrolytiquement les ions ferriques produits par les bactéries en solution.

2.5.2 Le dioxyde de carbone

Le dioxyde de carbone est la seule source de carbone que T. ferrooxidans utilise. Plusieurs auteurs (Goodman et al., 1983; Takamori et al., 1983; Kařgi, 1982; Hoffmann et al., 1981; Torma et al., 1972) ont démontré qu'en aérant avec de l'air enrichi en CO_2 le rendement de la solubilisation était augmenté. Cependant, toutes ces expériences ont été faites avec des minerais géologiques ou avec des produits minéraux, donc pauvres en matière organique.

2.5.3 Oxygène et potentiel d'oxydo-réduction (POR)

Très peu de chercheurs se sont penchés sur l'importance exacte de ce paramètre. Guay et al. (1975b) ont conclu que l'efficacité de la solubilisation de l'uranium par T. ferrooxidans dépendait de la disponibilité de l'oxygène et que dans la phase exponentielle de croissance, la concentration de O_2 s'abaissait de 7 ppm à 3 ppm. Ceci suggère que ce serait le facteur limitant lors de cette phase de croissance. La concentration d'oxygène est aussi fortement corrélée au potentiel d'oxydo-réduction que l'on doit maintenir à des valeurs plus élevées que +250 mV pour solubiliser significativement le cuivre (Wong et Henry, 1983).

Sur la figure 2.1a (Theis et Hayes, 1980; Hayes et Theis, 1978), on constate que le POR des boues anaérobies se situe entre -500 et -200 mV. Lorsqu'on élève le POR à +100 mV (par aération ou autres procédés chimiques) et que l'on abaisse le pH à moins de 4, le cadmium se solubilise sous forme Cd^{+2} , alors que si le POR demeure dans les valeurs négatives à pH 4, on ne peut le solubiliser car il est sous forme $CdS(s)$. Une bonne stratégie pour solubiliser les métaux requiert donc un bon ajustement du pH et du POR. Ceci peut être fait par oxydation chimique ou biologique. Chimiquement, on peut utiliser l'air ou un autre agent oxydant. L'aération à elle seule est trop lente. Les oxydants chimiques sont coûteux et oxydent la matière organique, ce qui change les caractéristiques des boues et réduit ses propriétés fertilisantes et d'amendement pour les sols. L'augmentation du potentiel rédox est beaucoup plus rapide et économique avec le procédé biologique (Tyagi et Couillard, 1987a).

Dans le cas de la désulfuration du charbon avec T. ferrooxidans, Bos et al. (1986) ont conclu que cette bactérie a une très grande affinité pour l'oxygène. En fait, un pourcentage de saturation en oxygène de 2.5% est suffisant pour ces micro-organismes dans la phase stationnaire. Cependant, il semble plus raisonnable d'avoir au moins 35% de saturation en oxygène pour éviter que celui-ci limite la croissance. Finalement, l'importance du POR est clairement visible dans les diagrammes d'équilibre des boues anaérobies types; ceux-ci ont été calculés par Theis et Hayes (1980) et sont présentés à la figure 2.1.

2.5.4 Pourcentage de solides et diamètre des particules de substrat

Le diamètre des particules du substrat a été identifié par plusieurs chercheurs comme un paramètre important. En le diminuant, ce qui augmente la surface de contact, on augmente le taux de solubilisation bactérienne des métaux (Myerson et Kline, 1984; Andrews et Maczuga, 1982; Hoffman et al., 1981; Guay et al., 1976). Guay et al. (1976) ont trouvé qu'un diamètre de 0.030 mm était optimal lors de la solubilisation de l'uranium. Il est évident qu'il n'est pas question de diamètre des particules lorsque le substrat est soluble comme dans le cas du sulfate ferreux (FeSO_4), du thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ou du tétrathionate ($\text{K}_2\text{S}_4\text{O}_6$).

Cependant, le pourcentage de solides totaux est de grande importance dans la solubilisation bactérienne des métaux dans les boues. Tyagi et Couillard (1987a; -1987b) ont su démontrer lors d'expériences en fournée que la solubilisation des métaux étudiés diminuait avec l'augmentation du contenu en solides des boues. Ceci peut être dû à une diminution du transfert du substrat, des gaz (O_2 , CO_2) et des métabolites qui diminuerait l'activité

bactérienne. Une augmentation du % de solides a aussi pour effet d'augmenter l'adsorption et la complexation des métaux sur la surface des particules (Tyagi et Couillard, 1987a). La figure 2.2 démontre bien cette diminution du % de solubilisation en fonction de l'augmentation du % de solides.

2.5.5 Température et pH optimum

Le tableau 2.3 mentionne que l'optimum de température pour T. ferrooxidans se situe entre 32 et 35°C, alors que l'optimum de pH est aux environs de 2.3. Selon Torma (1986), la température minimale devrait être d'environ 15°C étant donné que T. ferrooxidans est mésophile.

En fait, Wong et Henry (1984b) ont obtenu de bons rendements de solubilisation pour Cd, Ni et Zn, à 10°C, ils ont cependant observé une hausse de l'efficacité lorsque la température passait de 10 à 25°C; la figure 2.3 présente ce résultat pour le Cd. Le coefficient de température Q_{10} peut être calculé selon l'équation (Guay et al., 1975b):

$$Q_{10} = \left(\frac{V_2}{V_1}\right)^{\left(\frac{10}{T_2 - T_1}\right)} \quad (16)$$

V_1 et V_2 sont les vitesses d'oxydation des métaux en mg de métal par litre par jour à des températures T_1 et T_2 en °K.

Tyagi et Couillard (1988a) ont calculé un Q_{10} de 2.24 dans le cas de la croissance de T. ferrooxidans dans les boues anaérobies.

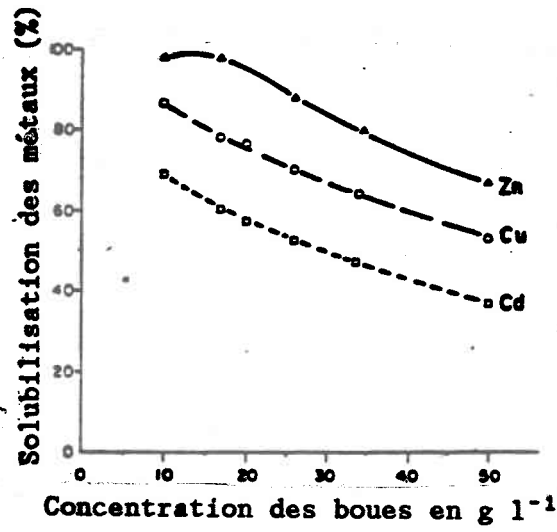


Figure 2.2: Effet de la concentration en solides des boues sur le pourcentage de solubilisation des métaux (Tiré de Tyagi et Couillard, 1987a)

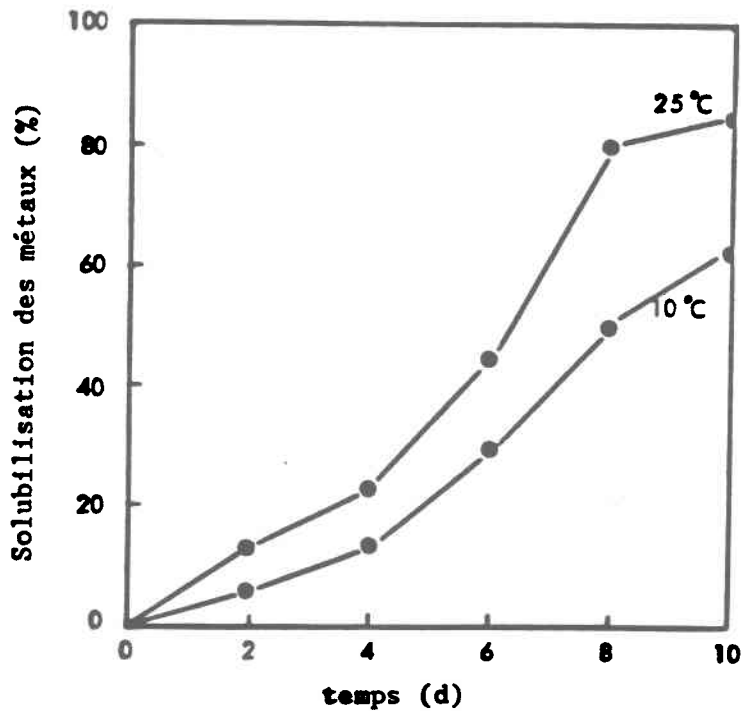


Figure 2.3: Effet de la température sur la solubilisation du cadmium dans les boues de Toronto (Tiré de Wong et Henry 1984b)

Dans une plus haute gamme de température, Guay et al. (1975b) ont calculé des taux de solubilisation de 7.45 mole $l^{-1}h^{-1}$ et 12.60 moles $l^{-1}h^{-1}$ à des températures de 23 et 32°C. Ceci résulte donc en un coefficient de température Q_{10} de 1.8, ce qui signifie qu'une augmentation de 10°C augmente la solubilisation par un facteur de 1.8 entre ces deux températures. Un autre auteur (Torma et al., 1970) a calculé un Q_{10} de 2.05, lors d'une augmentation de température de 25 à 35°C, durant la solubilisation du minerai de sulfure de zinc.

Dans les expériences de biohydrométallurgie, le pH est généralement maintenu à 2.3 à l'aide d'ajouts d'acide ou de base (Guay et al., 1975b; Torma et al., 1972). Dans le cas de la solubilisation des métaux dans les boues, toute l'économie du procédé est basée sur la quantité minimale d'acide requise. Donc pour être économiquement efficace, on abaisse le moins possible le pH à l'aide d'acide sulfurique, puis les bactéries oxydant le fer et les sulfures de métaux l'abaissent davantage. À date, le pH le plus haut qui semble acceptable pour une croissance efficace des bactéries semble être autour de pH 4 (Wong et Henry, 1984b). Après cet ajustement de pH, le temps de résidence des boues dans le réacteur est ajusté de façon à obtenir le bon pH et une solubilisation efficace des métaux. Cette façon de fonctionner permet une consommation minimale d'acide sulfurique.

2.5.6 Agitation et coefficient volumétrique de transfert d'oxygène

Le rôle de l'agitation et celui du coefficient volumétrique de transfert d'oxygène ont été peu étudiés avec Thiobacillus ferrooxidans. Guay et Silver (1977) ont expérimenté des vitesses d'agitation de 300 à 800 rpm. Ils

observèrent que le taux de solubilisation de l'uranium augmentait avec l'augmentation de l'agitation. À l'opposé Wong et Henry (1984a) ont conclu qu'une agitation légère était plus efficace qu'une agitation trop violente. Par contre, l'agitation en plus de l'aération améliorait le rendement par rapport à celui obtenu avec une simple aération.

Le coefficient volumétrique de transfert d'oxygène ($K_L a$) est plus adéquat à décrire l'importance réelle de l'aération combinée à l'agitation. Il est en fait la mesure directe de l'oxygène qui entre en solution; s'il est élevé, il assure donc que les bactéries aient amplement d'oxygène à leur disposition. Il se définit comme suit (Pirt, 1975):

$$\frac{dC}{dt} = K_L a (C_s - C) \quad (17)$$

où: C_s = concentration d'oxygène à saturation mg L^{-1}

C = concentration d'oxygène dans le réacteur mg L^{-1}

$K_L a$ = coefficient volumétrique de transfert d'oxygène h^{-1}

t = temps en heures

À remarquer que $K_L a$ n'est pas fonction que des micro-organismes. Il est plutôt relié aux conditions physiques du système, soit l'aération, l'agitation et la géométrie du réacteur. Guay et al. (1975b; 1977) ont observé une augmentation du taux de solubilisation (9.60 et $12.60 \text{ mM uranium L}^{-1} \text{ h}^{-1}$) lors d'une augmentation du $K_L a$ de 8.72 h^{-1} à 46.85 h^{-1} qui correspondait à des vitesses d'agitation de 300 rpm et 800 rpm . On voit donc l'importance de maximiser le $K_L a$ à l'aide de l'agitation et de l'aération.

2.5.7 Nutriments requis

La section 2.4 mentionne que Thiobacillus ferrooxidans requiert 2 g L^{-1} de sulfate et entre 2 et 12 mg L^{-1} de magnésium (McCready et al., 1986; Tuovinen et al., 1971a) en plus de l'ion ammonium et du phosphate à 9.6 mg L^{-1} . Les boues résiduelles du Québec (Flynn et al., 1984) contiennent $30.5 \text{ mg Mg L}^{-1}$, $118 \text{ mg PO}_4^{3-} \text{ L}^{-1}$ et $193 \text{ mg NH}_4^+ \text{ L}^{-1}$. En comparant ces chiffres de composition des boues avec ceux représentant les nutriments requis, on constate qu'il y a amplement de phosphate, de magnésium et d'ions ammonium.

Le sulfate est ajouté lors de la pré-acidification à l'acide sulfurique. Le sodium, le potassium et le calcium sont jugés en quantités suffisantes dans le charbon par Kos et al. (1983) pour procéder à la désulfuration biologique de celui-ci et il est connu que c'est un milieu faible en minéraux. Ces éléments sont en grandes concentrations dans les boues (Na = 154 mg L^{-1} , K: 48 mg L^{-1} , Ca = 164 mg L^{-1} pour les boues résiduelles du Québec (Flynn et al., 1984), il n'y a donc certainement pas de carence ici.

2.6 EXPÉRIENCES ANTÉRIEURES D'EXTRACTION BACTÉRIENNE DES MÉTAUX DANS LES BOUES DIGÉRÉES EN ANAÉROBIOSE

La solubilisation bactérienne des métaux pour fin d'extraction n'est étudiée que depuis peu de temps en relation avec les boues d'épuration. Ceci implique donc que la littérature sur ce sujet est très limitée. Les premiers à avoir fait des expériences sur les boues anaérobies avec les thiobacilles furent Schönborn et Hartmann (1978). Ils réalisèrent des expériences en erlenmeyers à 30°C , et furent capables de solubiliser les métaux des boues anaérobies

auxquelles on avait ajouté 1% de FeS et 0.5% de CuS, pour des essais avec des boues contenant jusqu'à 4% de solides en suspension avec Thiobacillus ferrooxidans. Ils purent aussi démontrer qu'une culture mixte de T. ferrooxidans et de T. thiooxidans donnait de meilleurs résultats qu'une culture pure, s'ils ajoutaient en plus 1% de soufre. Ce faisant, ils pouvaient aller jusqu'à des concentrations en solides de 5%. Le pH le plus élevé permettant la croissance fut 4.9; au-delà de cette valeur il n'y a pas eu de croissance et le pH augmente après la pré-acidification faite à l'acide sulfurique. Les bactéries ont, comme dans toutes les études sur ce sujet, dues subir une adaptation aux boues avant l'expérimentation. Le temps de réaction nécessaire était alors de 26 à 31 jours pour avoir une solubilisation maximale.

Plus récemment, Wong et Henry (1984a; 1984b; 1983) ont travaillé sur les boues anaérobies de la station d'épuration de Humber Plant à Toronto. Ces boues contiennent de très fortes concentrations de métaux soit 41 880, 10 060, 1 835 et 130 mg Kg⁻¹ pour le Fe, Zn, Cu et Cd et ceci avec 3.84% de solides totaux. Leurs essais étaient faits en fournée après avoir préalablement aéré les boues pour deux jours et les avoir acidifiées à pH 4 avec l'acide sulfurique (HCl et HNO₃ sont toxiques pour T. ferrooxidans). Ils démarraient ainsi avec un POR de -216 mV (après aération). Il est important de bien comprendre que le principal avantage de l'extraction bactérienne vient du fait qu'on économise sur l'acide en amenant le pH à 4 comparé à 2 avec les procédés à l'acide. Ainsi, ils utilisèrent environ 0.15g H₂SO₄/g boues sèches comparé à 0.5 à 0.8g H₂SO₄/g boues sèches pour les procédés à l'acide. Ils obtinrent les résultats de solubilisation suivants en 8 à 10 jours à 20-25°C alors que le pH diminuait jusqu'à pH 3.2

Pb < Cu < Ni < Zn \approx Cd

0% 65% 78% 87% 86%

À remarquer que le cuivre est solubilisé, ce qui n'était pas le cas avec les procédés à l'acide. Un fait noté également par Wong et Henry (1983) est que la stabilité des complexes organométalliques de Irving Williams est exactement l'inverse soit:

Pb > Cu > Ni > Co > Zn > Cd

Cela semble vouloir démontrer que la formation de complexes avec la matière organique est importante et qu'elle est prépondérante pour Pb et Cu (Wong et Henry, 1983) qui sont très difficiles à solubiliser.

Ces mêmes auteurs ont aussi étudié l'effet de la température sur la solubilisation du Cd, en opérant à 10 et 25°C. Ils conclurent à une augmentation de 30% de l'efficacité pour 25°C comparé à 10°C. Ces mêmes auteurs étudièrent aussi l'influence du pH initial pour débiter la solubilisation bactérienne. Ils vinrent à la conclusion qu'un pH de 6 ne permettait pas le début de la croissance et qu'un pH 4 était adéquat (Wong et Henry, 1984b). Ils évaluèrent qu'une aération de 50 cm³ l⁻¹ min⁻¹ était suffisante. Un aspect assez particulier de leur recherche portait sur la diminution du nombre de bactéries hétérotrophes que causait la solubilisation bactérienne. Avant traitement, les boues contenaient 2.2 x 10⁹ bactéries hétérotrophes ml⁻¹; après elles ne comptaient plus que 1.8 x 10⁸ bactéries hétérotrophes ml⁻¹. Ceci est dû au milieu qui devient trop acide pour le

développement des bactéries hétérotrophes. C'est donc dire que ce procédé agit comme inhibiteur des bactéries hétérotrophes, donc de pathogènes potentiels. Le procédé détruit aussi les bactéries nitrifiantes et décomposeurs. Les boues gardent finalement une bonne valeur agricole (Wong et Henry, 1984b). Le procédé réussit à décontaminer des boues lourdement polluées par les métaux lourds, pour qu'elles puissent satisfaire les normes ontariennes pour l'épandage agricole. Le tableau 2.5 donne les résultats de cette expérience que l'on compare à la norme ontarienne.

Calmano et al. (1985) ont travaillé sur la décontamination des boues de dragage des sédiments qui provenaient du port de Hambourg. Ce qui est d'intérêt dans leur travail avec les thiobacilles est le fait qu'ils ont utilisé l'acide sulfureux pour acidifier la boue à pH 5. Une aération subséquente abaissait le pH à 4 car l'acide sulfureux était oxydé en acide sulfurique. Ceci peut représenter une façon d'économiser sur l'achat d'acide. Ces mêmes auteurs estiment que la solubilisation bactérienne ne requiert que 10% de l'acide requis par un procédé chimique pour arriver au même résultat. Ils conclurent que dans leur cas, une inoculation avec Thiobacillus thiooxidans seul était plus efficace. Ceci est en complète opposition avec plusieurs autres auteurs. Dungan et Apel (1978) qui travaillèrent sur la désulfuration du charbon, et Norris et Kelly (1978a), viennent tous deux à la conclusion que des cultures mixtes sont plus efficaces. Tyagi et Couillard (1987b) concluent qu'une culture mixte de Thiobacillus thiooxidans et Thiobacillus ferrooxidans est plus efficace dans la solubilisation bactérienne des métaux des boues anaérobies d'épuration. Néanmoins, Calmano et al. (1985) obtinrent de très bon taux de solubilisation après 16 jours en fournée (Co=98%, Zn=95%, Mn=91%,

Tableau 2.5: Normes ontariennes pour l'épandage agricole des boues

	Rapport minimal* requis pour l'épandage agricole en Ontario	Rapport avant l'extraction bactérienne	Rapport après l'extraction bactérienne
	$\frac{[\text{NH}_4^+ - \text{N} + \text{NO}_3^- - \text{N}]}{[\text{métal}]}$	$\frac{[\text{NH}_4^+ - \text{N} + \text{NO}_3^- - \text{N}]}{[\text{métal}]}$	$\frac{[\text{NH}_4^+ - \text{N} + \text{NO}_3^- - \text{N}]}{[\text{métal}]}$
Cadmium	500	118	940
Cuivre	10	8	31
Nickel	40	30	147
Plomb	15	22	26
Zinc	4	1.5	13

* Un rapport égal ou supérieur est requis pour l'épandage agricole.

Cu=84%, Ni=66%, Cr=45%, Fe=27%, Pb=17%). La solubilisation augmenta avec la diminution du pH et du pourcentage de solides totaux.

Une seule utilisation du thiosulfate comme substrat a été expérimentée et rapportée dans la littérature jusqu'à maintenant. Il s'agit de la tentative de Kreye et al. (1973) qui, faisant face à une eau industrielle fortement chargée en thiosulfate, décidèrent d'utiliser les thiobacilles pour enlever le thiosulfate. Ce n'est pas, spécifiquement, une expérience de solubilisation des métaux. C'est cependant le seul exemple où des boues activées furent complètement transformées en un réacteur où proliféraient les thiobacilles. C'est ainsi qu'en 8 jours, le pH passa de 8.3 à 2.7 et que le thiosulfate fut éliminé. Cependant, la matière organique ne l'était plus car les hétérotrophes disparurent massivement, démontrant une fois encore, le caractère bactéricide des thiobacilles faces aux hétérotrophes.

À l'INRS-Eau, des essais de solubilisation bactérienne des métaux sont en cours depuis quelques années. Jusqu'à maintenant, Tyagi et Couillard (1988b, 1987a, 1987b) ont travaillé sur des boues anaérobies de la station d'épuration de Valcartier. Cette boue présente des concentrations en métaux beaucoup plus faibles que celles de Toronto, mais elle ne respecte toutefois pas les normes québécoises pour l'épandage sur des terres agricoles (Tyagi et Couillard, 1987b) en ce qui concerne le Cu, le Pb et le Ni. Cette boue contenait moins de sulfure et de Fe(II), donc moins de substrat pour les thiobacilles que la boue de-Toronto, on aurait donc pu s'attendre à de moins bons résultats. Malgré cela, les auteurs obtinrent une solubilisation pour Zn, Cu, Pb, Cd, de 96%, 75%, 55% et 50% en 10 à 12 jours (en fournée). La figure 2.4 donne un exemple de résultat pour Zn en fournée. C'est la première fois qu'une si forte

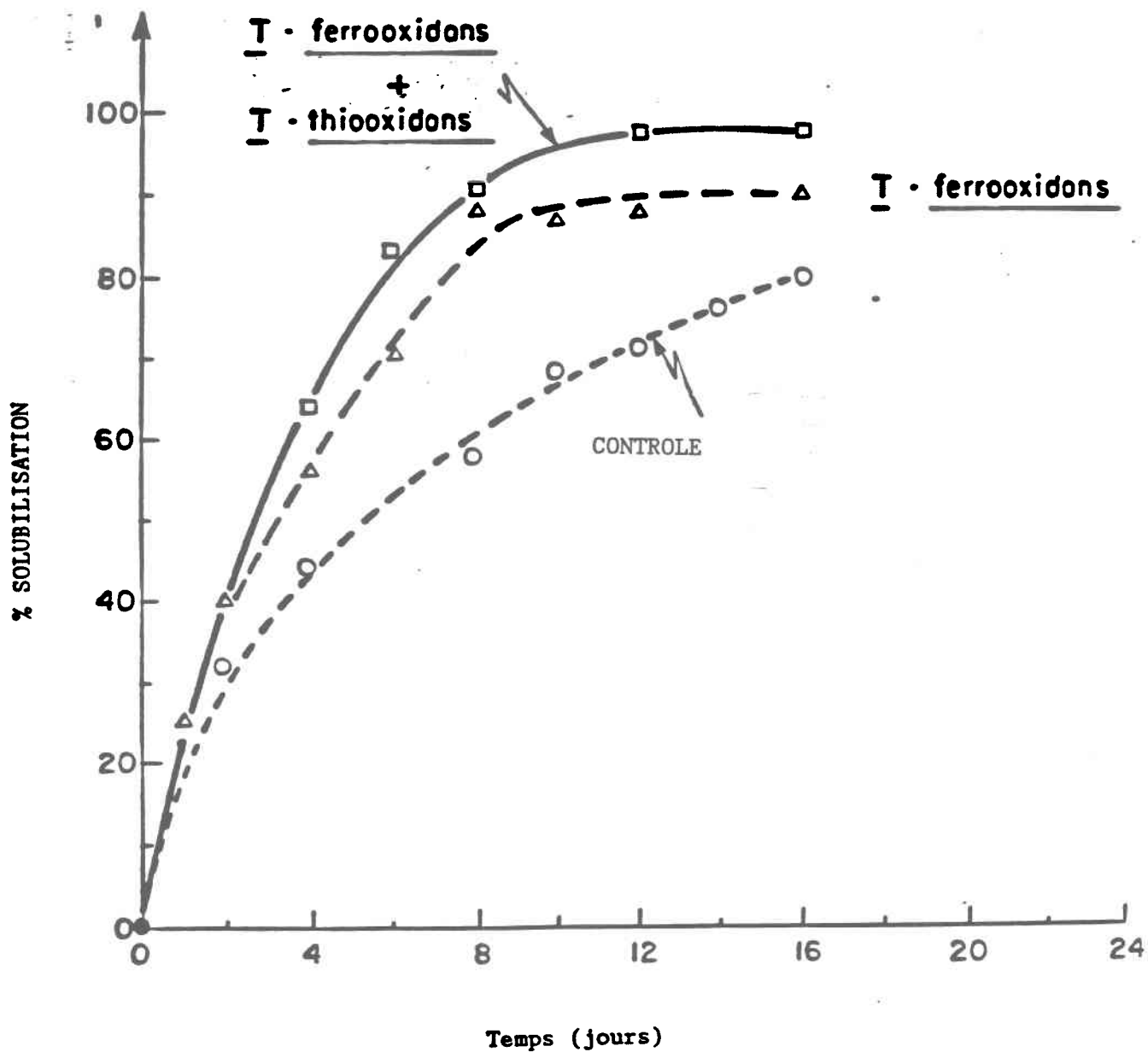


Figure 2.4: Solubilisation du zinc dans les boues digérées anaérobies
(Tiré de Tyagi et Couillard, 1987b)

solubilisation du plomb est obtenue. Les taux de solubilisation s'établissent dans l'ordre suivant: $Cu > Zn > Pb > Cd$ (voir figure 2.5). Comme il a été mentionné précédemment, un plus fort taux de solubilisation fut observé lorsque T. thiooxidans et T. ferrooxidans sont inoculés ensemble comparativement à T. ferrooxidans seul.

En réacteur bien mélangé, en continu, (CSTR = continuous stirred tank reactor), un temps de résidence de la boue dans le réacteur entre 3.3 et 5 jours était optimal pour maximiser le taux de solubilisation du plomb (Tyagi et Couillard, non publié). En continu, une concentration acceptable de Cu dans les boues était atteinte en 5 jours alors qu'en fournée, on n'atteint ce résultat (74% d'enlèvement) qu'en sept jours.

2.7 TYPES DE RÉACTEURS

Dans le but d'obtenir un procédé rapide et économique, il est important d'étudier divers types de réacteurs afin de faire un choix approprié. Un simple réacteur en continu est sensible aux chocs toxiques et/ou hydrauliques de par sa faible inertie face aux changements (Couillard, 1988). Dans ce genre de bioréacteur, le fonctionnement à faibles taux de résidence, peut mener à un manque de biomasse dû à une croissance bactérienne trop faible. Tyagi et Couillard (1987) ont cependant montré que le réacteur en continu est plus efficace au niveau du temps nécessaire pour opérer la réaction qu'un simple réacteur en fournée tel qu'utilisé par Wong et Henry (1983, 1984a, 1984b).

Dans la littérature, très peu d'auteurs étudient les divers types de réacteur utilisables pour la solubilisation des métaux dans les boues de stations

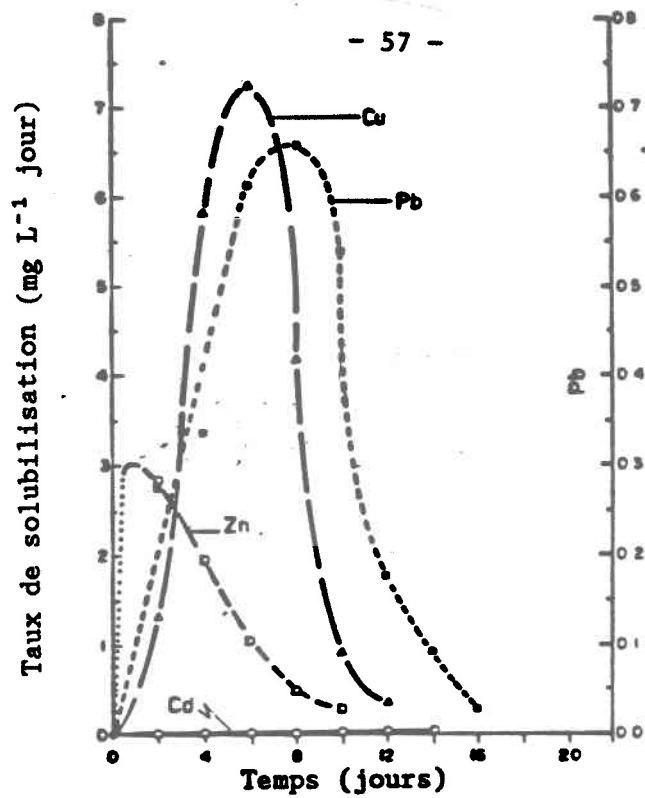


Figure 2.5: Taux de solubilisation en fonction des temps en fournée.
(Tiré de Tyagi et Couillard, 1987b)

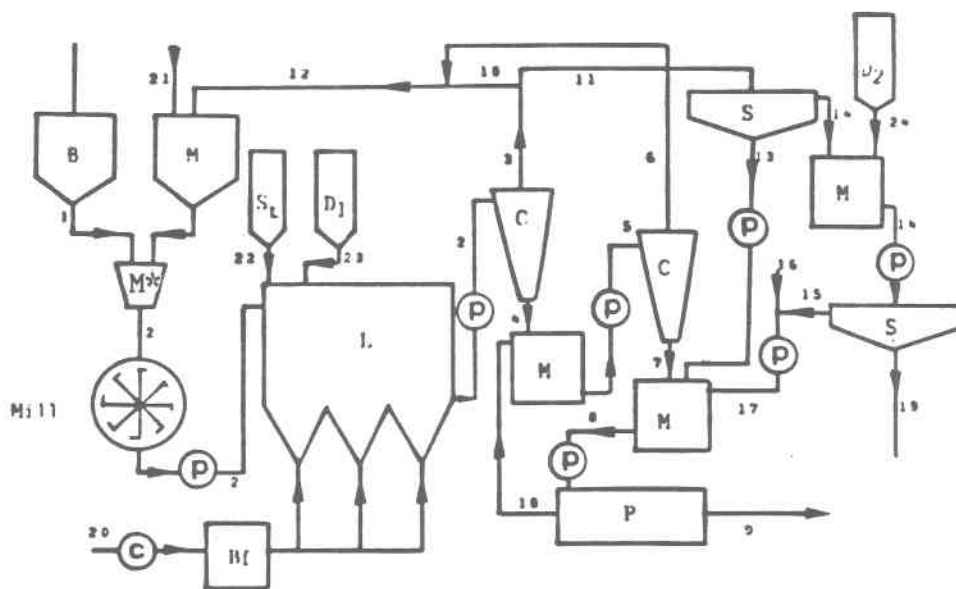


Figure 2.6: Schéma du procédé choisi pour la désulfuration du charbon
(Tiré de Bos et al., 1986)

d'épuration. Cependant, quelques études, faites avec les mêmes micro-organismes, portent sur la désulfuration du charbon.

Dans le charbon, le soufre existe surtout sous forme de pyrite, qui est un excellent substrat pour les thiobacilles. Des tentatives de désulfuration du charbon dans des colonnes ont donné de mauvais résultats car le temps requis se chiffrait en année (Tillet et Myerson, 1987). Aux Pays-Bas, un vaste projet sur l'étude de la désulfuration biologique du charbon a été entrepris. Cette étude (Bos et al., 1986; Huber et al., 1984a) a mené à la conclusion qu'un système consistant en un réacteur fortement mélangé suivi d'un réacteur à écoulement en piston était la configuration la plus appropriée. Les deux réacteurs étant agités par aération pour éviter les problèmes de corrosion des agitateurs, maximiser l'aération et faciliter un redémarrage des opérations qui est plus facile avec une agitation à l'air.

Dans le réacteur bien mélangé, (M* sur figure 2.6) le charbon est mélangé avec la partie recyclée (bactérie + eau + charbon). C'est là où la croissance bactérienne se fait. Le temps de résidence du réacteur est de 24 heures ($\mu = 0.053 \text{ h}^{-1}$). Dans le réacteur avec écoulement en piston (L sur figure 2.6) (faiblement aéré) se produit la réaction du premier ordre (équation 18) de la désulfuration qui requiert peu d'agitation.



Cette deuxième partie du procédé nécessite un temps de résidence minimal de 4 jours. Bos et al. (1986) contrôlent le pH entre 1.8 et 2.5. Avec cette configuration, ils obtiennent un enlèvement de 90% de la pyrite en 9 jours.

D'un point de vue pratique, les auteurs estiment qu'une suite de 10 réacteurs mélangés en cascade peut enlever 90% de pyrite en 11 jours. L'étude économique du procédé a prouvé que ce système était économiquement viable pour la désulfuration du charbon à un coût de 17 à 61 DF1*/t de charbon (7 à 21 \$ CAN/t) dépendamment de la grosseur de l'installation. La figure 2.6 reproduit le schéma de ce procédé.

Un autre type de réacteur est étudié dans le cas du charbon. Il s'agit du réacteur à recyclage interne pneumatique (RRIP OU "airlift") qui est très efficace par rapport au transfert d'oxygène donc potentiellement prometteur pour la croissance des bactéries. Tran et Gannon (1981) ont réalisé la digestion aérobie de boue d'épuration à des vitesses 4 fois supérieures aux réacteurs conventionnels. Ce résultat est explicable par la très grande efficacité du transfert d'oxygène qui est de 90% dans ce type de réacteur alors qu'il n'est que de 4 à 20% dans les digesteurs ordinaires. De plus, ces réacteurs "RRIP" peuvent accepter de fortes charges organiques et de fortes teneurs en solides. De plus, le haut transfert d'oxygène de ces réacteurs minimise le coût énergétique de l'aération. Godard et al. (1987) ont étudié la croissance de T. ferrooxidans dans un "RRIP" et ont obtenu de très bons résultats (voir tableau 2.4). Kargi et Cervoni (1983) ont aussi utilisé un réacteur de ce type avec la bactérie thermophile, Sulfolobus acidocaldarius à 70°C pour des expériences sur la désulfuration du charbon. En 10 jours (dont 4 jours de latence) il réussirent à enlever 30% du soufre pyritique.

* DF1: Florins néerlandais.

Cependant, les recherches les plus élaborées ont été réalisées par Beyer et al. (1986; 1987). Ils ont obtenu 95% d'enlèvement de la pyrite dans le charbon après 8 jours avec un pourcentage de solides de 20% dans leur "RRIP" modifié en arrondissant le fond et en transformant la géométrie du réacteur ainsi que la distribution de l'air.

Les conditions étaient les suivantes: diamètre des particules de charbon < 0.5 mm, volume du réacteur = 4 l, pH initial = 1.9-2.2, aération 1 volume d'air/volume réacteur/min., T=30°C, souche=T. ferrooxidans BF 219, contenu en soufre du charbon=1.3 à 5.7%. Avec les réacteurs conventionnels, le temps de séjour était environ de 25 jours pour le même genre de résultats. Avec leur "RRIP" modifié, ils furent même aptes à garder en vie les bactéries pendant 22 jours à une concentration de solides de 50%. Ce genre de réacteur semble donc très prometteur au niveau de la performance. La figure 2.7 présente un schéma d'un "RRIP" à boucle interne. Ce genre de réacteur est présentement à l'étude à l'INRS-Eau pour solubiliser les métaux dans les boues d'épuration (Tyagi et Couillard, 1988a).

Récemment, Nakamura et al. (1986) ont expérimenté un réacteur à disques biologiques rotatifs pour décontaminer les eaux de drainage d'une mine avec T. ferrooxidans. Les conclusions de leurs travaux sont:

- i le taux d'oxydation de Fe(II) (140 mg L⁻¹) est indépendant du pH dans la ~~gamme de~~ gamme de pH de 1.0 à 2.6 et de la température entre 10 et 40°C;
- i le taux d'oxydation était multiplié par 4 en augmentant la vitesse périphérique des disques biologiques de 4.7 à 28.2 m min⁻¹.

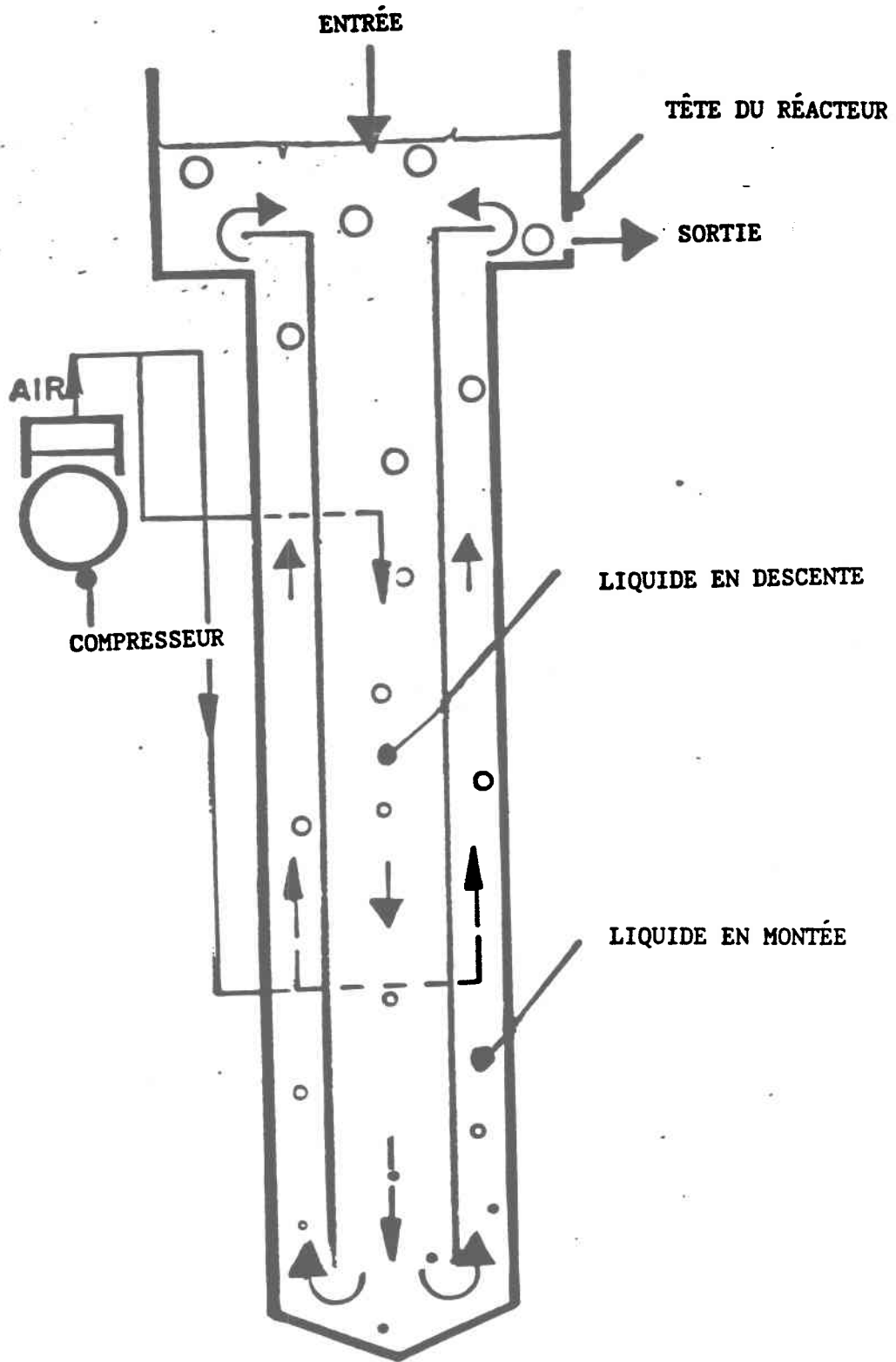


Figure 2.7 Réacteur à recyclage interne pneumatique (RRIP ou "airlift")

CHAPITRE 3

Phase expérimentale

3. PHASE EXPÉRIMENTALE

3.1 JUSTIFICATION DES CHOIX EXPÉRIMENTAUX

Comparée à la solubilisation chimique des métaux, la solubilisation bactérienne à l'aide des thiobacilles étudiées dans le chapitre 2 a les avantages suivants:

- contrairement à l'acidification elle ne requiert pas la dilution de la boue (Tyagi et Couillard, 1987a);
- une bonne solubilisation des métaux peut être obtenue (Tyagi et Couillard, 1987a; 1987b; Wong et Henry, 1983; Schönborn et Hartmann, 1978);
- contrairement à la solubilisation avec l'acide, le cuivre peut être solubilisé par les bactéries;
- elle peut se faire à pH 3 au lieu de pH 2 nécessaire avec les acides seuls (Tyagi et Couillard, 1987a);
- les quantités d'acide et de chaux requises pour neutraliser l'acide dans le produit final sont beaucoup moins importantes (Tyagi et Couillard, 1987b; Wong et Henry, 1983);
- le coût des produits chimiques pour la déshydratation des boues, est substantiellement réduit (Wong et Henry, 1984a).;
- les boues décontaminées sont inodores;
- la lixiviation bactérienne est simple et moins dangereuse (brûlures par l'acide) à opérer que les procédés chimiques.

Le problème majeur du procédé biologique est la lenteur des réactions de solubilisation. Cette lenteur conduit à de longs temps de séjour des boues dans

le réacteur qui entraînent la construction de gros réacteurs et l'aération prolongée entre 5 et 12 jours, ce qui est dispendieux. Rappelons ici que le temps de séjour (τ) dans les réacteurs est défini comme le volume du réacteur divisé par le débit quotidien:

$$\tau = V/Q \quad (19)$$

où V = volume du réacteur en litre

Q = débit d'alimentation du réacteur en litre par jour

et τ = temps de séjour du liquide dans le réacteur en jours

(Tiré de Grady et Lim, 1980)

Jusqu'à maintenant seul les réacteurs en fournée et en continu sans recyclage ont été utilisés. Le réacteur en continu est plus rapide que celui en fournée (Tyagi et Couillard, non publié). Il serait possible d'utiliser un réacteur à disques biologiques rotatifs comme Nakamura et al. (1986) qui traitaient des eaux de drainage de métaux (Fe^{+2} soluble), cependant dans ce genre de réacteur la biomasse est fixée sur les disques, or les boues contiennent beaucoup de solides qui inhibent le contact entre les bactéries fixées sur les disques et le substrat. Ce phénomène fait donc douter, à priori, de l'efficacité de ce type de réacteur dans le cas des boues.

Un réacteur à recirculation interne pneumatique (RRIP) serait sans doute adéquat étant donné sa très grande efficacité quant au transfert de l'oxygène. Un réacteur en continu avec recyclage devrait aussi être plus efficace pour la solubilisation bactérienne des métaux car le recyclage de la biomasse devrait permettre une plus forte concentration des thiobacilles. De plus un réacteur

avec recyclage résiste mieux aux chocs toxiques car il a une plus grande inertie face aux changements (Couillard, 1988). Par contre en recyclant les boues décantées; le réacteur avec recyclage devrait normalement fonctionner à un plus haut pourcentage de solides que le réacteur en continu sans recyclage, pour une même boue. Or la solubilisation diminue avec l'augmentation du pourcentage de solides (Tyagi et Couillard, 1987a). À l'étude des derniers points il semble y avoir plus de points en faveur du réacteur avec recyclage. L'expérimentation qui suit vise donc à étudier comparativement un réacteur en continu avec recyclage et un sans recyclage.

3.2 OBJECTIFS

La présente étude a pour but principal de vérifier l'efficacité d'un réacteur en continu avec recyclage de la boue décantée, comparativement à un réacteur en continu sans recyclage, pour effectuer la solubilisation bactérienne des métaux lourds des boues anaérobies de Ville de Deux-Montagnes. Les principaux objectifs du montage expérimental sont:

- 1- Évaluer le taux de solubilisation du Cu, Zn, Ni, Cd, Pb et Cr à divers temps de séjour dans les deux réacteurs.
- 2- Étudier l'influence des paramètres clés tels le pH, le POR, la concentration de substrat, la saturation en O₂.
- 3- D'établir une courbe du pourcentage de solubilisation pour les 2 réacteurs en fonction du temps de séjour.
- 4- D'évaluer la décantabilité de la boue traitée.

3.3 MONTAGE EXPÉRIMENTAL

Il est d'abord important de noter que les deux réacteurs dits, en continu, sont en fait opérés en semi-continu car l'alimentation se fait soit une fois par heure ou une fois par deux heures pendant quelques minutes. Cependant une alimentation aussi fréquente est quasi continue et tout au long de ce mémoire on emploiera la terminologie "en continu" pour plus de simplicité.

Les réacteurs continus sans recyclage et avec recyclage sont opérés à 30°C et 425 rpm d'agitation. L'aération en volume d'air par volume de réacteur par minute (VVM) est variable afin d'assurer un pourcentage de saturation en O₂ le plus haut possible. Le pourcentage de recyclage (α) est toujours de 50% pour le réacteur avec recyclage, c'est-à-dire que le débit de boue recyclée (F_R en litre par jour) est égal à la moitié du débit de l'alimentation (F en litre par jour).

Le pourcentage des solides est maintenu aux environs de 3% (soit la concentration moyenne des solides dans les boues anaérobies) dans les réacteurs en ajustant la teneur des solides dans le réservoir d'alimentation avec de l'eau déionisée lorsque nécessaire. L'évaporation est compensée dans les réacteurs en ajoutant respectivement 125 mL et 100 mL d'eau déionisée par jour dans le réacteur avec et sans recyclage. Le débit des diverses pompes est mesuré quotidiennement et réajusté au besoin, afin de bien contrôler le temps de séjour et le taux de recyclage.

Les deux réacteurs sont opérés à des temps de séjours (τ) de 1, 2, 3 et 4 jours avec une concentration de 1 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Une concentration de substrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) de 3 g L^{-1} est aussi étudiée pour le temps de séjour de 3 jours pour les deux types de réacteurs.

Une étude préliminaire à 14 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ est effectuée pour un temps de séjour de 5 jours pour le réacteur en continu et un temps de séjour de 2.5 jours pour le réacteur avec recyclage. Les résultats bruts de cette étude sont présentés dans l'annexe 6.

3.4 MATÉRIEL

3.4.1 Souche bactérienne utilisée

La souche bactérienne utilisée lors de toutes les expériences est une souche de Thiobacillus ferrooxidans (ATCC, 19859) pré-acclimatée à la croissance sur des boues anaérobies dans lesquelles le $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ est ajouté. À remarquer que la croissance sur les boues anaérobies sans ajout de substrat s'est révélée inexistante. L'auteur ne prétend pas opérer avec une souche pure puisque tel que déjà discuté (section 2.4) il est probable que les boues résiduaires contiennent diverses espèces de thiobacilles.

3.4.2 Boues utilisées

Les boues anaérobies de Ville de Deux-Montagnes ont été utilisées pour tous les essais. Les boues pour les temps de séjour 4, 2 et 1 jours ont été prélevées le 17 juin 1987 alors que celles pour les temps de séjour de 3 jours (1 g L^{-1} et

3 g L⁻¹ de FeSO₄·7H₂O) ont été prélevées le 26 octobre 1987. Le tableau 3.1 donne la valeur des analyses faites par le ministère de l'Environnement du Québec sur un échantillon simple du 17.06.87. Les analyses plus fréquentes ont été effectuées à l'INRS-Eau sur la boue à chaque temps de séjour et sont présentées au tableau 3.2. Les résultats du tableau 3.2 peuvent différer légèrement de ceux du tableau 3.1, mais le tableau 3.2 est jugé plus fiable car il s'agit d'une moyenne de plusieurs analyses sur le mélange de la boue homogénéisée. Avant utilisation, les boues étaient entreposées à 4°C dans des bidons de polyéthylène prélavés. Cette boue est faiblement contaminée par les métaux lourds (tableau 3.2). Le seul métal problématique est le cuivre dont la teneur varie de 841 à 972 mg Cu kg⁻¹ sec, ces valeurs ne dépassent pas la norme québécoise obligatoire de 1 000 mg Cu kg⁻¹ sec mais dépassent nettement la norme recommandée de 600 mg Cu kg⁻¹ boue sèche. La concentration des autres métaux respecte les normes. Il est à noter que Ville de Deux-Montagnes est une municipalité de banlieue de 10 600 habitants sans industries assez importantes pour affecter de façon significative la qualité des eaux usées municipales. Ces boues sont un mélange de boues primaires et secondaires digérées en anaérobiose à la station de Deux-Montagnes selon les techniques usuelles (Ramalho, 1983).

3.4.3 Description du montage et des appareils

La figure 3.1 indique les diverses étapes du procédé de solubilisation biologique des métaux qui est effectué sur les boues anaérobies obtenues à Ville de Deux-Montagnes. Il montre essentiellement le traitement que les boues subissent afin de solubiliser les métaux.

Tableau 3.1: Analyse d'un échantillon de boues exécutée par le Ministère de l'environnement du Québec, prélevée le 17 juin 1987 à l'usine d'épuration de Ville de Deux-Montagnes.

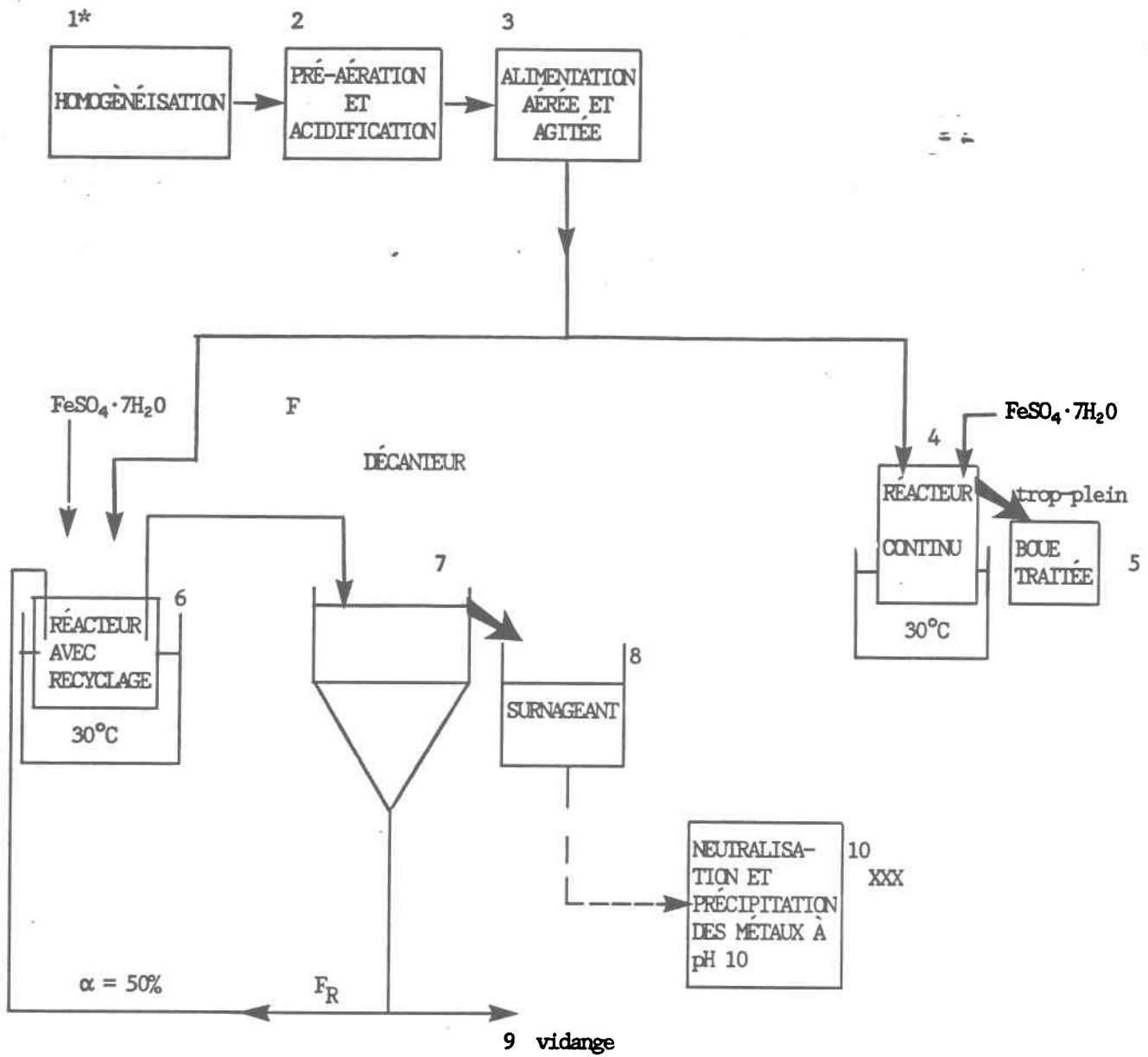
PARAMÈTRE	RÉSULTAT	PARAMÈTRE	RÉSULTAT
			mg/kg sec
pH	7.0	Ca	4.3×10^4
	mg/kg sec		
Al	1.5×10^4	Cr	47
Ag	2	Cu	1.3×10^3
As	5	Fe	1.9×10^4
Ba	430	Mg	1.4×10^4
B	63	Mn	253
Cd	1	Zn	920
Hg	4.4	Se	2
Mo	9	NTK	8.8×10^4
Ni	29	N-NH ₄	4.0×10^4
Pb	220	N-NO ₃ + NO ₂	58
K	8.9×10^3	P total inorganique	3.2×10^3
Na	3.3×10^3	P total	2.1×10^4

Tableau 3.2: Contenu moyen en métaux des boues d'alimentation pour les divers temps de séjour.

Temps de séjour	Unités	Cu	Zn	Ni	Cd	Pb	Cr	% ST**
Précision	mg/L	±0.5	±0.5	±0.04 ±	0.005	±0.1	±0.05	±0.1
1 jour	mg/L	26.9	21.0	1.00	0.10	6.8	1.52	3.2 ± 0.1
	mg/kg	841 ± 34	655 ± 30	31.3 ± 1.6	3.1 ± 0.2	211 ± 7.5	47.6 ± 2.5	
2 jours	mg/L	28.2	22.8	0.91	0.13	5.6	1.38	2.9 ± 0.1
	mg/kg	972 ± 34	784 ± 30	31.4 ± 1.6	4.5 ± 0.2	195 ± 7.5	47.6 ± 2.5	
3 jours*	mg/L	25.3	20.3	0.81	0.12	5.3	2.26	3.0 ± 0.1
		843 ± 34	678 ± 30	27.0 ± 1.6	4.0 ± 0.2	178 ± 7.5	42.0 ± 2.5	
4 jours	mg/L	27.2	25.8	0.84	0.10	6.4	1.37	2.9 ± 0.1
	mg/kg	935 ± 34	885 ± 30	29.0 ± 1.6	3.4 ± 0.2	220 ± 7.5	47.0 ± 2.5	

* : pour les deux concentrations de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

** : pourcentage de solides totaux



XXX : Étape non réalisée dans cette recherche.

Figure 3.1: Schéma global du procédé de solubilisation des métaux dans les boues anaérobies.

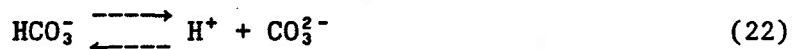
* Les numéros identifient les étapes du procédé.

1- **Homogénéisation:**

Lors de l'homogénéisation des boues (1), de 45 à 70 litres de boues sont mélangés ensemble à l'aide d'un agitateur en bois; ceci afin d'avoir une boue homogène pour un même temps de séjour. Un échantillon de la boue homogène est prélevé pour l'analyse des métaux, la détermination du pH et des solides totaux, volatils et inertes. Cette boue homogénéisée est gardée dans les bidons de polyéthylène au réfrigérateur à 4°C jusqu'à utilisation.

2- **Préaération et acidification:**

Lors de travaux préliminaires il a été établi que l'aération augmentait le pH de la boue. La fraction carbonatée étant une fraction importante (tableau 2.2), il est probable que l'aération d'une boue anaérobie favorise le dégagement du CO₂. Ainsi le bicarbonate se transforme en CO₂ ce qui amène la consommation d'un ion H⁺, donc une augmentation du pH. Comme le montrent les équations suivantes:



Avant l'acidification, la boue homogénéisée est aérée pendant une journée environ. Puis on l'acidifie à pH 4 avec de l'acide sulfurique 5% v/v en mélangeant à l'aide d'une cuillère de bois.

3- Alimentation:

La boue est transférée à l'alimentation qui est constituée d'un bassin en polycarbonate (8 L) pouvant contenir 7 L de boue. Il est muni d'un agitateur magnétique Mag-mix 65906 de PRÉCISION SCIENTIFIC et d'une électrode de Ross 8102 de ORION, qui est reliée à un contrôleur de pH de la compagnie Horizon model 5997. Une pompe masterflex transfère à l'alimentation de l'acide sulfurique (5% v/v), sur commande du contrôleur de pH. Finalement la boue dans l'alimentation est aérée pour maintenir un potentiel rédox (POR) entre 50 et 250 mV. Des échantillons sont prélevés dans ce réservoir pour évaluer le pH, le POR, les solides totaux, volatils et inertes. Les méthodes d'analyses utilisées seront citées à la section 3.5.

4. Le réacteur en continu ou sans recyclage:

De l'alimentation, une pompe masterflex distribue, à toutes les heures ou une fois par deux heures, selon les temps de séjour un volume étalonné de boues aux deux différents réacteurs. Tous les ajouts ou retraits de boues sont exécutés sur l'ordre d'un microprocesseur Chrontrol à 4 circuits qui est programmé en conséquence.

Le réacteur en continu est un contenant de polycarbonate d'un volume utile de 2.5 L. Il est contenu dans un contenant en polycarbonate de 5 L qui reçoit l'eau à 30°C de la pompe chauffante HAAKE E3. Cette pompe est montée sur un contenant en polycarbonate de 16 L qui est remplie d'eau. L'eau (à 30°C) redescend par gravité par 2 orifices vers le réservoir de 16 L. Le contrôle de la température à 30°C est ainsi assuré. L'agitation dans le réacteur est effectuée à l'aide d'une cuillère en bois montée sur un agitateur con-torque # 7225 de la compagnie Eberbach. L'agitation est ajustée à 425 rpm et vérifiée chaque jour avec un tachymètre modèle 8207-00 de la compagnie Cole Palmer. Le trop-plein du réacteur continu est déversé par gravité dans un bécber (No 5 sur figure 3.1). L'aération du réacteur est assurée par deux petits tubes de verres de 2 mm diamètre intérieur (figure 3.2). Les pierres poreuses sont inutilisables parce qu'elles entraînent la formation d'une quantité importante de mousse. Le $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ est ajouté quotidiennement au réacteur à raison de 1 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue, à l'exception des essais à 3 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Lors du temps de séjour de 1 jour, on ajoute le $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ à toutes les 12 heures environ.

5. **Bécber de boue traitée:**

Ce dernier sert simplement à recevoir la boue traitée qui est en excès dans le réacteur continu.

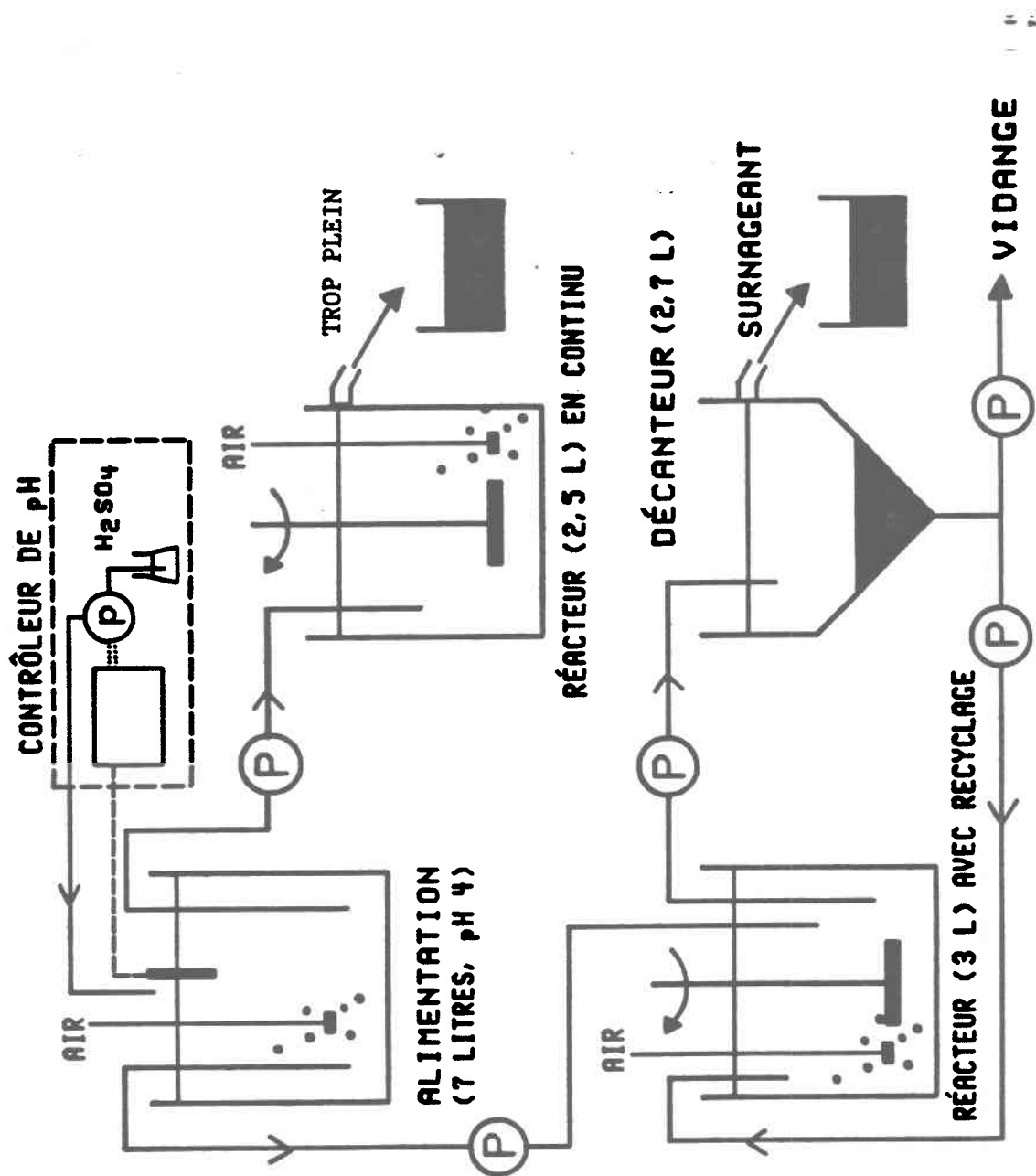


Figure 3.2: Schéma détaillé de l'alimentation et des deux réacteurs.

P = pompe masterflex

6. Réacteur en continu avec recyclage:

L'alimentation, l'aération, l'agitation et le contrôle de température s'effectuent de la même façon que pour le réacteur en continu sans recyclage. Ce réacteur est un réservoir de polycarbonate de 5 L contenu dans un deuxième réservoir de polycarbonate de 8 L où circule l'eau à température contrôlée. Le volume de boue dans le réacteur est maintenu à 3 litres. La boue traitée sortant du réacteur et la boue recyclée sont pompées à l'aide de pompes masterflex reliées au microprocesseur Chrontrol. L'ajout du sulfate ferreux se fait de la même façon que pour le premier réacteur. La différence avec le réacteur en continu est que le réacteur avec recyclage se déverse dans le décanteur et que les boues épaissies du fond du décanteur sont réintroduites dans le réacteur. Ceci permet en théorie d'avoir une plus forte concentration de thiobacilles dans le réacteur que s'il n'y a pas de recyclage.

7. Décanteur:

La décantation permet la séparation du surnageant qui est un liquide assez claire et de la boue épaissie qui sera recyclée vers le réacteur ou vidangée.

Le décanteur est un contenant de polyéthylène de 4 litres en forme d'entonnoir. Le trop-plein est situé à un volume de 2.7 L. La partie inférieure est percée et munie d'un adaptateur pour installer un tube masterflex, ceci constitue la sortie commune pour le recyclage des boues et la vidange des boues en excès. À remarquer que le temps de résidence

dans le décanteur est égal à 90% de celui du réacteur et qu'en réalité lorsqu'on parle d'un temps de séjour dans le réacteur de 2 jours, la boue reste (2 + 1.8) jours soit 3.8 jours dans le système réacteur-décanteur pour un taux de recyclage de 50%.

8. Surnageant:

Le surnageant de la décantation contient la majorité des métaux qui ont été solubilisés. Il se déverse dans un béccher de 2 litres par le trop-plein du décanteur.

9. Vidange:

Une pompe masterflex évacue la boue en excès (boue traitée) vers un béccher de 2 litres. La vidange est fixée à 50% du débit provenant de l'alimentation au réacteur, ce débit s'est révélé efficace pour maintenir le niveau des boues dans le décanteur lors des expériences préliminaires. Lorsque la charge d'un décanteur est augmentée trop fortement (vidange trop faible), la concentration en solides augmente dans le décanteur, la ligne de séparation solide-liquide monte et la décantation ne s'effectue plus (Tyagi et Couillard, 1987c). À plus de 50% de recyclage, la concentration en solides totaux dans le réacteur augmente à plus de 3.50% ce qui rend la décantation impossible.

La figure 3.2 présente un schéma plus détaillé de l'alimentation et des deux réacteurs.

3.5 MÉTHODES

3.5.1 Échantillonnage

Pour tous les temps de séjour, des mesures de pH, POR, aération, concentrations en O_2 sont prises dans les deux réacteurs de façon quotidienne et à toutes les 12 heures environ pour le temps de séjour de 1 jour. De plus, les valeurs du pH et du POR de l'alimentation, du surnageant du décanteur et celles de la boue recyclée sont évaluées. Les populations bactériennes acidophiles sont aussi périodiquement évaluées dans les réacteurs, le surnageant et la boue recyclée. À chaque jour, 15 mL de boue provenant des deux réacteurs et du surnageant sont prélevés pour l'analyse des métaux. Ces échantillons sont immédiatement centrifugés à 12 000 rpm à température de la pièce pendant 10 min sur une centrifugeuse SORVALL SUPERSPEED RC 2-B. Le surnageant de la centrifugation est transféré dans des cuvettes de plastique de 26 mL et acidifié avec 0,2 mL de HNO_3 concentré (réactif analytique, spécifications A.C.S.). Les échantillons sont, alors, entreposés à $4^\circ C$ jusqu'à l'analyse qui se fait une fois par semaine. Pour le temps de séjour de 3 jours à 3 g L^{-1} de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, les métaux solubilisés sont aussi analysés dans la boue recyclée.

Les échantillons pour déterminer la teneur en solides totaux (% ST), solides volatils (% SV) et solides inertes (% SI) sont prélevés dans les réacteurs, le surnageant et la boue recyclée, quelques fois lors d'un temps de séjour. Le coefficient volumétrique de transfert d'oxygène ($K_L a$) (section 2.5.6), le volume décanté des boues et l'indice du volume des boues sont déterminés pour le temps de séjour de 3 jours à 3 g L^{-1} de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ pour les 2 réacteurs.

L'indice du volume des boues est le volume (mL) occupé par 1 g de boue après une décantation de 30 min. (APHA, 1985). Les boues du 17 juin 1987 sont analysées pour plusieurs paramètres présentés au tableau 3.1. - À chaque temps de séjour le mélange homogène était analysé pour les six métaux d'intérêt soit le Cu, Zn, Ni, Cd, Pb et Cr.

3.5.2 Techniques d'analyses

3.5.2.1 POR et pH

Ces deux paramètres sont déterminés à l'aide d'un pH mètre FISHER ACCUMET modèle 805 MP équipé d'une électrode de calomel, d'une électrode de verre et d'une électrode de platine pour le POR. La lecture de l'électrode de POR est régulièrement corrigée à l'aide de l'étalonnage à la quinhydrone Ektachrome Kodak 217 à pH 4 et 7. Le pH mètre est étalonné quotidiennement à pH 2 et 4 ou 4 et 7 selon les besoins. Les mesures de pH sont précises à ± 0.02 unité de pH.

3.5.2.2 Aération et concentration d'oxygène

L'aération est mesurée et ajustée à l'aide d'un débitmètre à air. La concentration en oxygène est mesurée à l'aide d'un oxymètre de Yellow Spings Instrument (YSI) modèle 54. Celui-ci est étalonné dans l'eau saturée en oxygène à 30°C. À cette température l'eau saturé en oxygène contient $7.7 \text{ mg O}_2\text{L}^{-1}$ d'eau selon la table de YSI (YSI, 1970).

3.5.2.3 Population bactérienne acidophile

Le compte bactérien se fait visuellement au microscope sur une cellule de Petrof-Hausser qui a 20 μm de profondeur et est divisée en carreaux de 1/400 mm^2 . Un échantillon de 1 mL de boue est dilué avec 1 mL de H_2SO_4 5% v/v et 28 mL d'eau déionisée, ceci résultant en une dilution de 1/30. Une goutte de cette dilution est transférée sur la cellule de type Petroff-Hausser. Le dénombrement des bactéries dans un carreau à un grossissement de 100 X est fait sur 20 carreaux et la moyenne par carreau est calculée. Toute l'opération est répétée 2 ou 3 fois afin d'avoir des valeurs semblables de la concentration en bactéries acidophiles plus petite que 5 μm en individu par mL (ind/mL). Il n'est pas prétendu ici que l'on puisse différencier les divers types de bactéries d'après un simple examen visuel à ce grossissement. Le compte est donc un dénombrement de bactéries acidophiles (pH 3 environ), car plus de 90% des bactéries hétérotrophes ordinairement retrouvées à pH neutre sont détruites (Wong et Henry, 1984b). Le microscope utilisé est un Ortholux II.

3.5.2.4 Solides totaux, volatils et inertes

Les solides totaux (% ST), les solides volatils (% SV) et les solides inertes (% SI) sont déterminés selon la méthode de l'APHA (1985) no 209 F. Les solides totaux sont ce résidu sec qui résulte du séchage de la boue à 100 °C sur un bain-marie puis à 105°C pour une heure dans une étuve. Les solides volatils sont la fraction volatilisée à 550°C alors que les solides inertes représentent la fraction restante après calcination à 550°C pendant une heure.

3.5.2.5 Métaux lourds

Les métaux lourds (Cu, Zn, Ni, Cd, Pb et Cr) sont analysés sur un spectrophotomètre d'absorption atomique à la flamme modèle AA-575 de la compagnie Varian. Les métaux totaux dans les boues sont analysés après avoir digéré 10 mL de boue avec 10 mL de HNO₃, 5 mL de HF et fumer avec 7 mL de HClO₄. Pour l'analyse du plomb dans ces échantillons, l'EDTA est utilisé comme agent complexant. Pour toutes les analyses du Cu et du Zn une dilution 1/5 est nécessaire pour situer la réponse dans la courbe d'étalonnage. De plus, le Zn est analysé avec la flamme tournée en diagonale dans le faisceau lumineux. Les analyses sont réalisées selon les directives de l'APHA (1985). Les solutions standards pour les métaux sont préparées avec des étalons de la compagnie BDH, l'agent diluant utilisé est le HNO₃ 0.5% v/v.

3.5.2.6 Coefficient volumétrique du transfert d'oxygène (K_La) et taux de consommation d'oxygène (TCO)

Le coefficient volumétrique du transfert d'oxygène (K_La) (section 2.5.6) et le taux de consommation d'oxygène (TCO) par les bactéries sont déterminés selon la méthode d'état non stable d'aération de la boue activée (Ramalho, 1983). Cette méthode consiste à arrêter l'aération pour diminuer la concentration en oxygène dissous dans le réacteur. Puis on redémarre l'aération et on mesure la concentration d'oxygène (C) qui augmente avec le temps. Le graphique de C versus le temps permet d'estimer les pentes dC/dt. Puis le graphique dC/dt

versus C donne une droite de pente $-K_L a$ et d'ordonnée à l'origine égale à $[K_L a C_{SW} - TCO]$ où C_{SW} est la concentration d'oxygène à saturation soit $7.7 \text{ mg O}_2\text{L}^{-1}$ à 30°C .

3.5.2.7 Volume des boues décantées (VBC) et indice du volume des boues (IVB)

Le volume des boues décantées (VBC) est déterminé à l'aide de la méthode 213 B de l'APHA (1985), sauf que des béchers de 900 mL au lieu de 1 L, sont utilisés. Le VBC sert essentiellement à calculer l'indice du volume des boues (IVB). Le terme IVB est le volume en ml occupé par un gramme de boue. Pour calculer ce terme, on doit connaître le VBC et le % de solides totaux qui sont respectivement déterminés selon les méthodes 213 B et 209 C de l'APHA (1985). Pour évaluer la qualité de la décantation, le % de ST, le % de SV et le % SI sont déterminés sur le surnageant après 5 heures de décantation lors de la mesure du volume des boues décantées.

3.6 RÉSULTATS BRUTS

3.6.1 Teneurs en solides dans les réacteurs

Le tableau 3.3 résume les teneurs moyennes en solides totaux dans les deux réacteurs aux divers temps de séjour.

Tableau 3.3: Pourcentage moyen de solides totaux (ST), solides volatils (SV) et solides inertes (SI) pour les divers temps de séjour dans les réacteurs.

	Temps de séjour / jour				
	1	2	3	3 (3g L ⁻¹ FeSO ₄ ·7H ₂ O)	4
Réacteur Continu					
% ST	2.8 ± 0.1	2.9 ± 0.1	2.9 ± 0.1	2.8 ± 0.1	2.9 ± 0.1
% SV	48.8	52.1	46.7	43.3	59.5
% SI	51.2	47.9	53.3	56.7	40.5
Réacteur avec recyclage					
% ST	3.0 ± 0.1	3.1 ± 0.1	2.8 ± 0.1	3.0 ± 0.1	3.2 ± 0.1
% SV	46.9	51.6	50.8	43.5	59.5
% SI	48.1	48.3	49.2	56.5	40.5

3.6.2 Évolution des principaux paramètres et des taux de solubilisation des métaux

Les résultats bruts relatifs au temps de séjour (τ) de 1 jour sont reproduits à l'annexe 1, ceux pour $\tau = 2$ jours, dans l'annexe 2; pour $\tau = 3$ jours et 1 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dans l'annexe 3. L'annexe 4 donne les résultats pour le temps de séjour de 4 jours. L'annexe 5 présente les résultats pour le temps de séjour de 3 jours avec 3 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

3.6.3 Mesure du coefficient volumétrique de transfert d'oxygène ($K_L a$) et du taux de consommation d'oxygène (TCO)

Les annexes 5E et 5F contiennent les résultats bruts ainsi que les graphiques qui ont permis de déterminer les valeurs de $K_L a$ et de TCO.

3.6.4 Volume des boues décantées (VBC) et indice du volume des boues (IVB)

Les résultats bruts et calculés sont présentés dans les annexes 5G et 5H pour les volumes des boues décantées et l'indice du volume des boues dans les deux types de réacteur.

CHAPITRE 4

Analyse des résultats

4. ANALYSE DES RÉSULTATS

4.1 PÉRIODES CORRESPONDANTES AU RÉGIME PERMANENT POUR LES DIVERS TEMPS DE SÉJOUR

Afin d'atteindre une certaine stabilité lors du fonctionnement du réacteur à un temps de séjour donné, il est en général requis d'attendre 3 temps de séjour (3τ). Le tableau 4.1 présente les périodes considérées en régime permanent d'après la stabilité des valeurs de pH et de POR. Les résultats obtenus lors des périodes indiquées permettent de calculer les moyennes pour la solubilisation des métaux, le POR dans les réacteurs et l'alimentation, le % de saturation en O_2 et le pH. De plus, c'est dans de telles périodes que le $K_L a$, le TCO et l'IVB sont évalués.

4.2 INFLUENCE DES PRINCIPAUX PARAMÈTRES SUR LA SOLUBILISATION DU CUIVRE ET DU ZINC

Les figures 4.1 à 4.4 (a b c d dans chaque cas) présentent les pourcentages de solubilisation du cuivre et du zinc, le pH, le POR, la population bactérienne et le % de saturation en oxygène dans les réacteurs et dans le surnageant du décanteur pour les temps de séjour de 1, 2, 3 et 4 jours à 1 g L^{-1} de substrat. Sur les figures 4.5 (a, b, c, d), les mêmes paramètres sont présentés pour le temps de séjour de 3 jours à 3 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Il est à remarquer que le % de solubilisation dans la boue recyclée (recyclage) remplace celui dans le surnageant. Dans tous les cas, la partie inférieure des graphiques reproduit les valeurs de POR et de pH dans les réacteurs ainsi que dans le surnageant du décanteur (même exception pour graphique 4.5). Dans la première partie de ce

Tableau 4.1: Période servant au calcul des taux et des % de solubilisation, au calcul des POR moyens, du % moyen de saturation en O₂, du pH moyen ainsi qu'à l'évaluation de K_La et de TCO.

Concentration de FeSO ₄ ·7H ₂ O g L ⁻¹	Temps de séjour (jours)	Zn Réacteur continu	Zn Réacteur avec recyclage	Cu Réacteur continu	Cu Réacteur avec recyclage
1	1	3 τ à la fin	3 τ à la fin	3 τ à la fin	3 τ à la fin
1	2	3 τ à la fin	^A 2τ au 9e jour	3 τ excluant ^B jours, 7,8,10	2τ au 9e jour ^A
1	3	3 τ à la fin	3 τ à la fin	3 τ à la fin	3 τ à la fin
1	4	4.75τ à la fin (19e jour au ^C 25e jour)	4.75 à la fin ^C	4.75 τ à la fin ^C	4.75 τ à la fin ^C
3	3	3 τ à la fin	3 τ à la fin	3 τ à la fin	3 τ à la fin

A : Jours 10, 11, 12 rejetés car problèmes avec l'alimentation
 B : Jours 7, 8, 10 rejetés car bris d'agitateur du réacteur continu
 C : Problèmes avec le contrôleur de pH

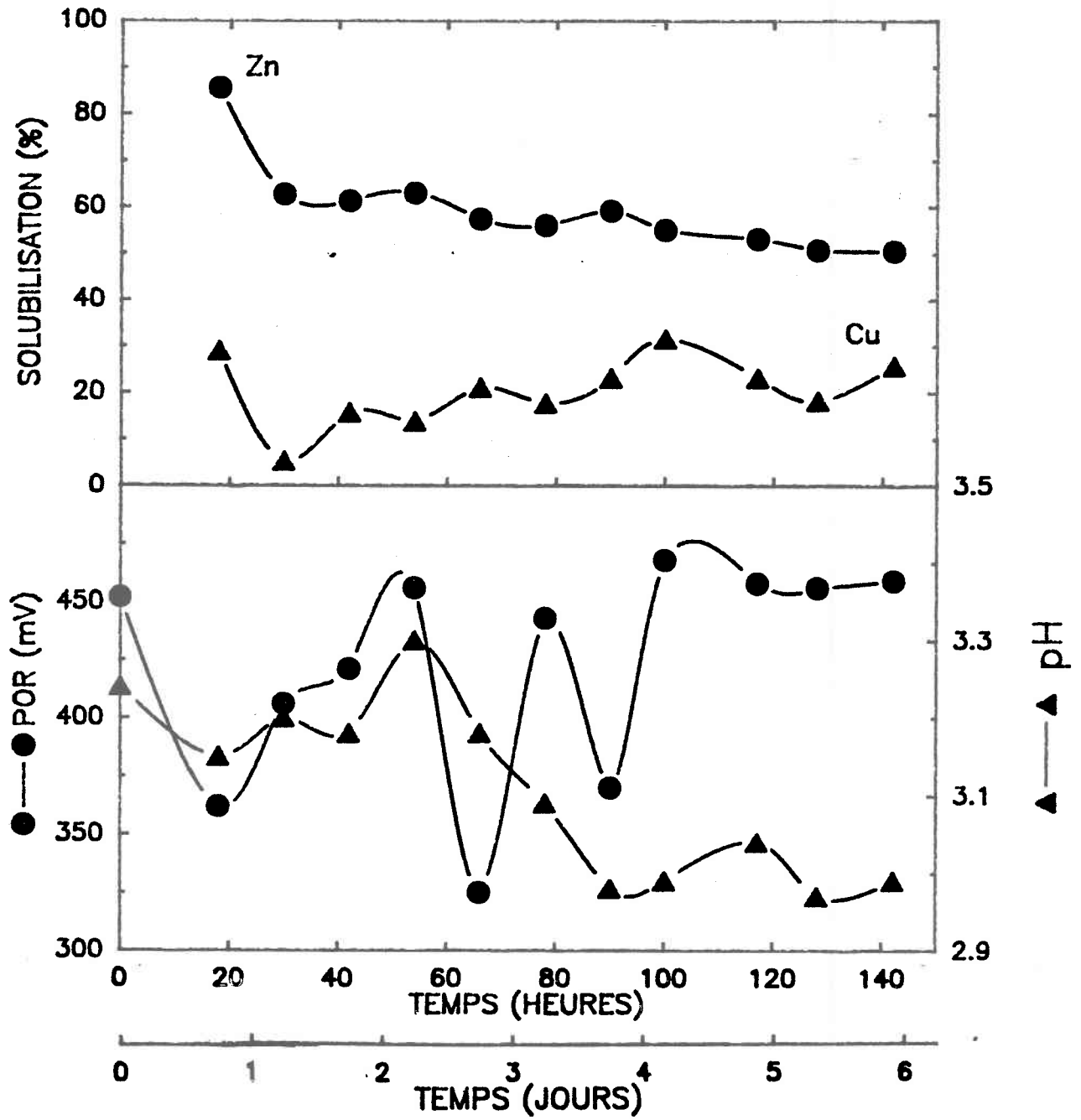


Figure 4.1 a: Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur en continu au temps de séjour de 1 jour.

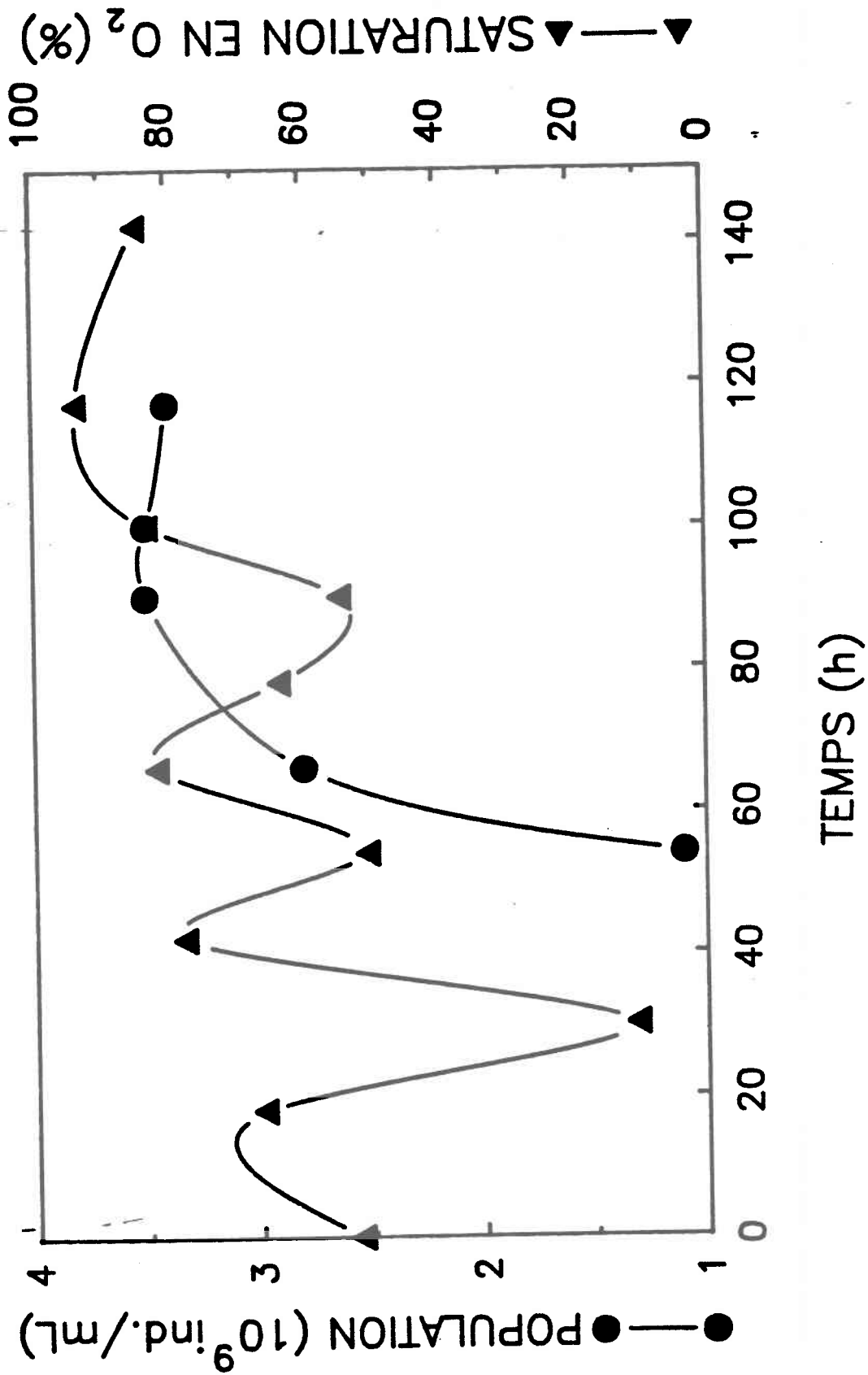


Figure 4.1 b: Population bactérienne acidophile et pourcentage de saturation en oxygène pour le réacteur en continu au temps de séjour de 1 jour.

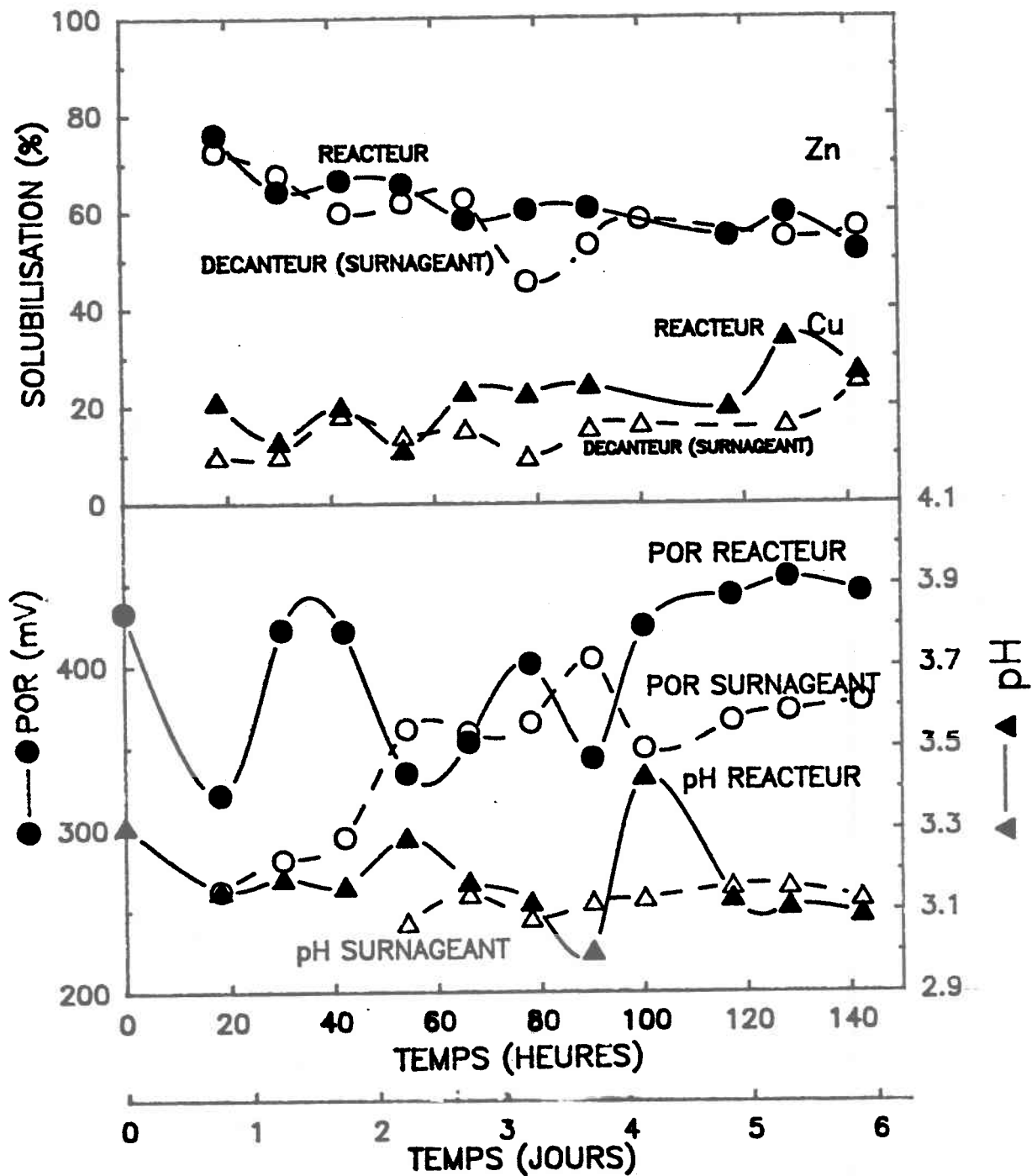


Figure 4.1 c: Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur avec recyclage et le surnageant du décanteur au temps de séjour de 1 jour.

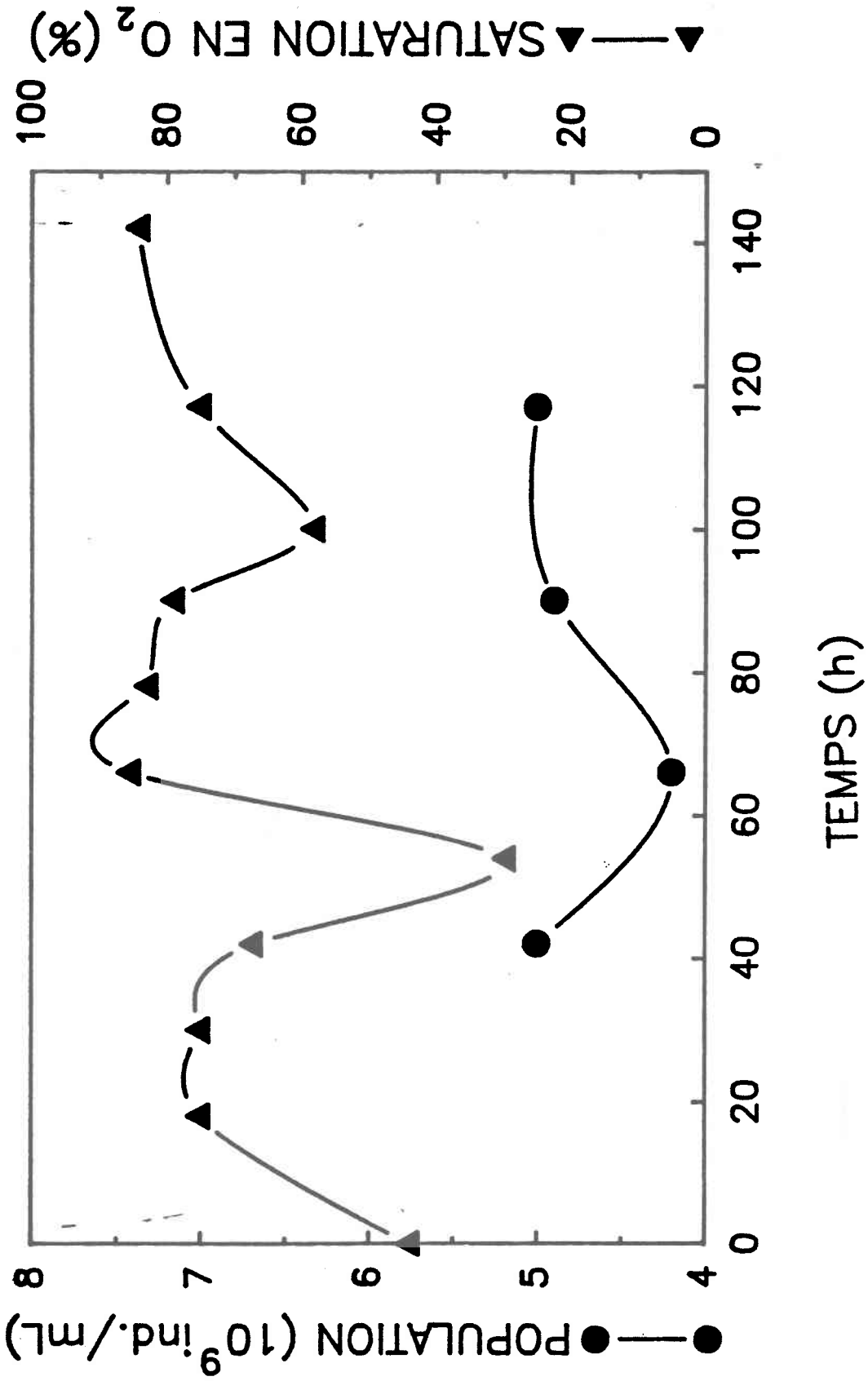


Figure 4.1 d: Population bactérienne acidophile et pourcentage de saturation en oxygène dans le réacteur avec recyclage au temps de séjour de 1 jour.

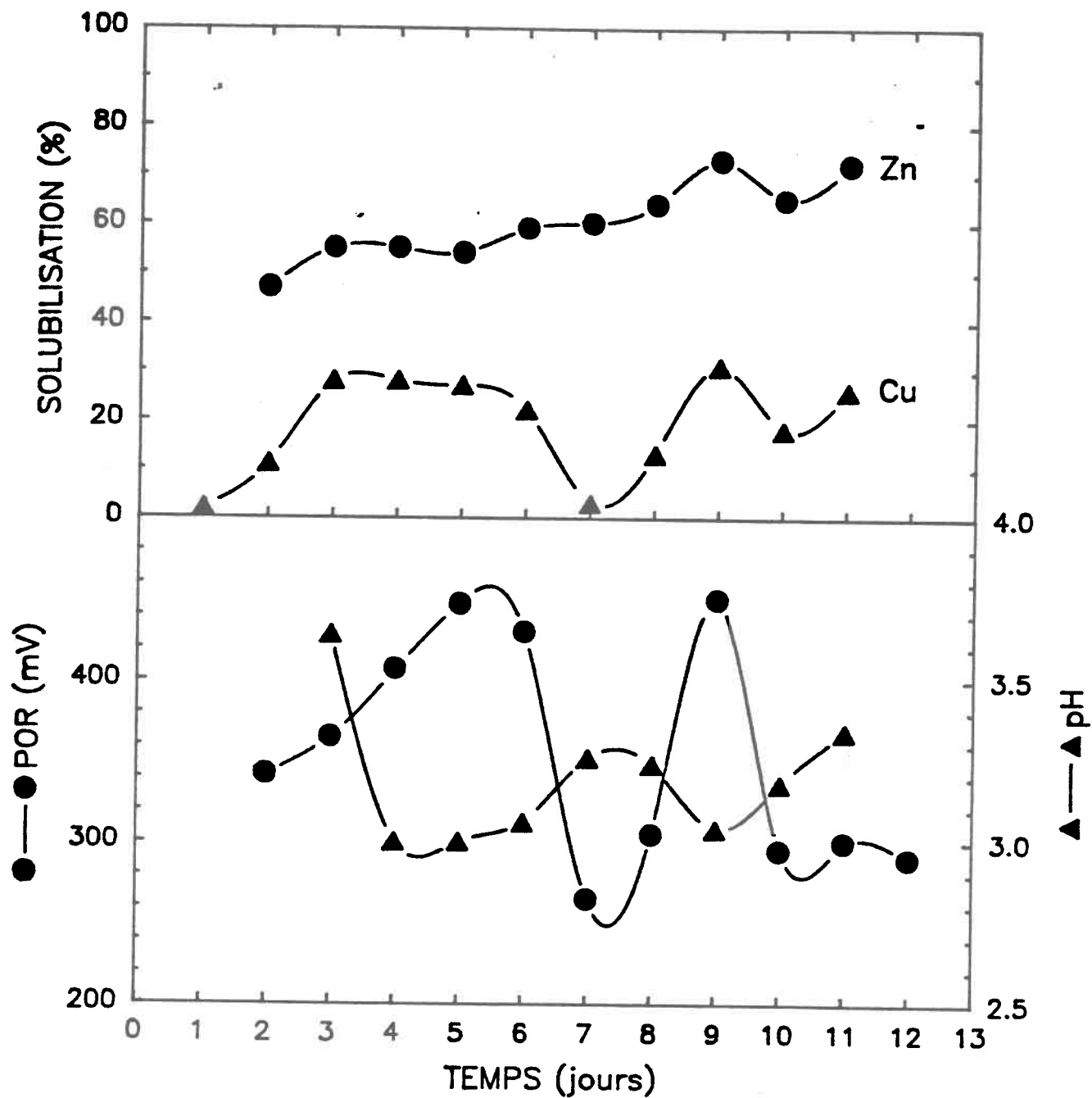


Figure 4.2 a: Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur en continu au temps de séjour de 2 jours.

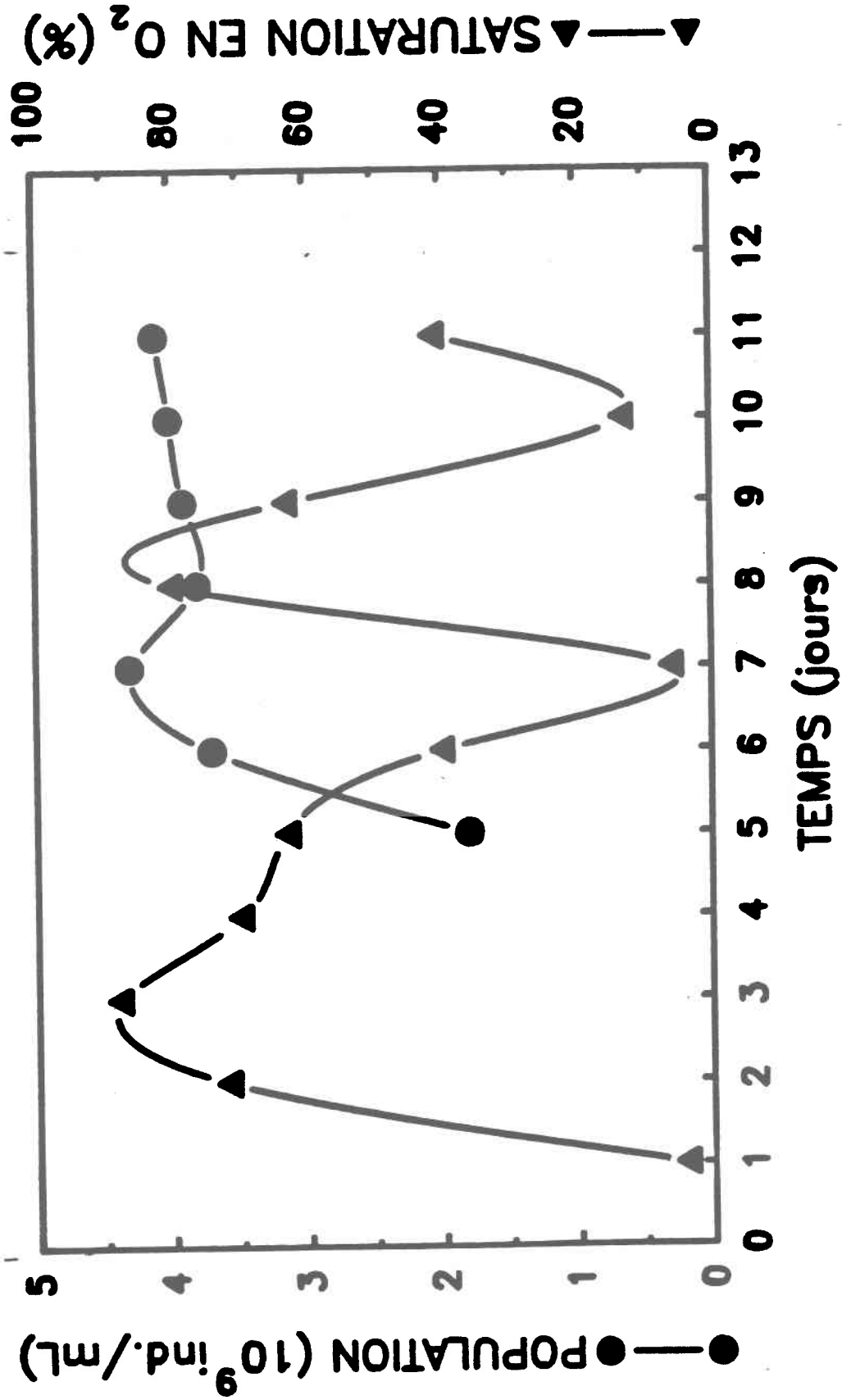


Figure 4.2 b: Population bactérienne acidophile et pourcentage de saturation en oxygène pour le réacteur en continu au temps de séjour de 2 jours.

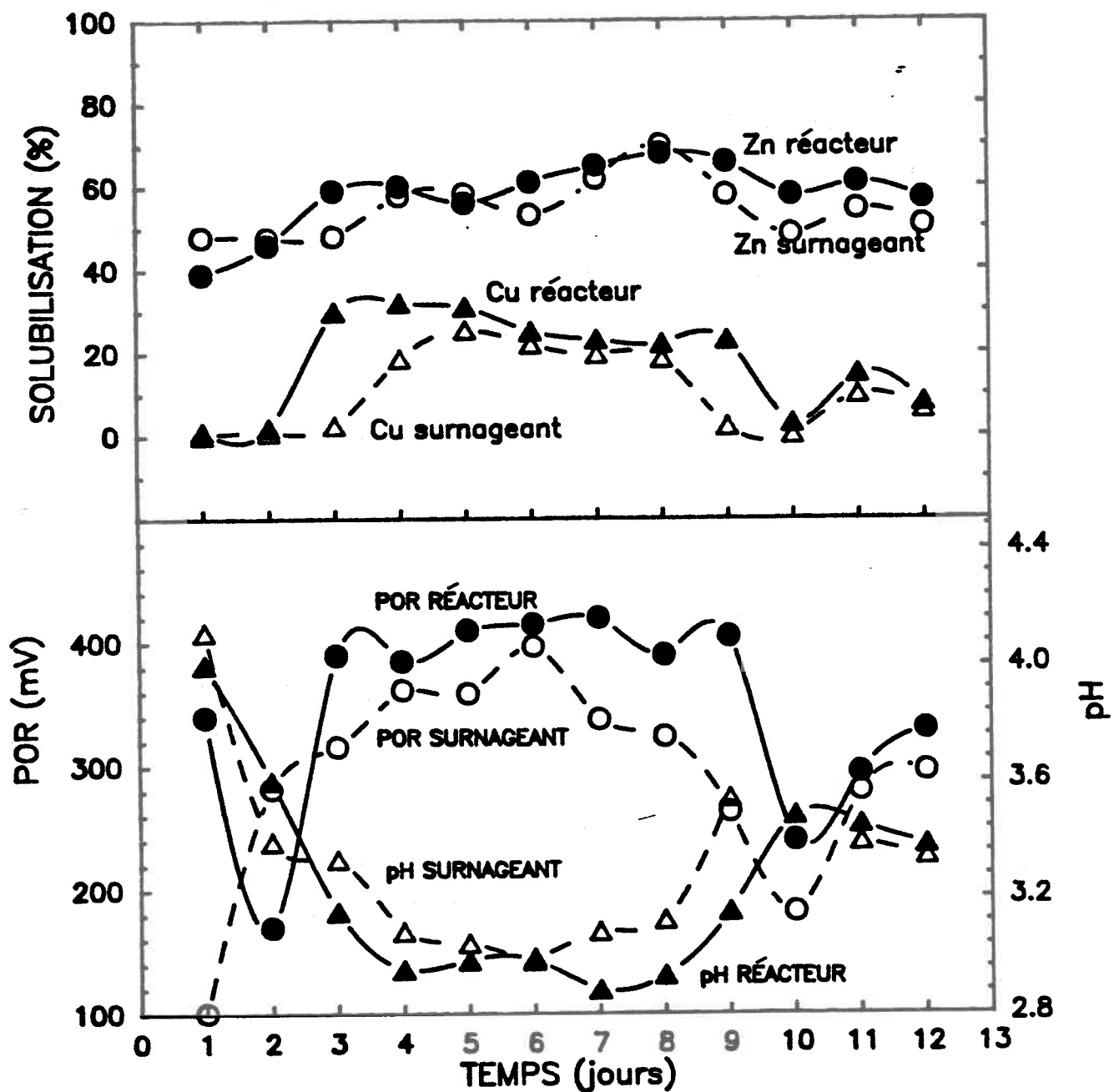


Figure 4.2 c : Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur avec recyclage et le surnageant du décanteur au temps de séjour de 2 jours.

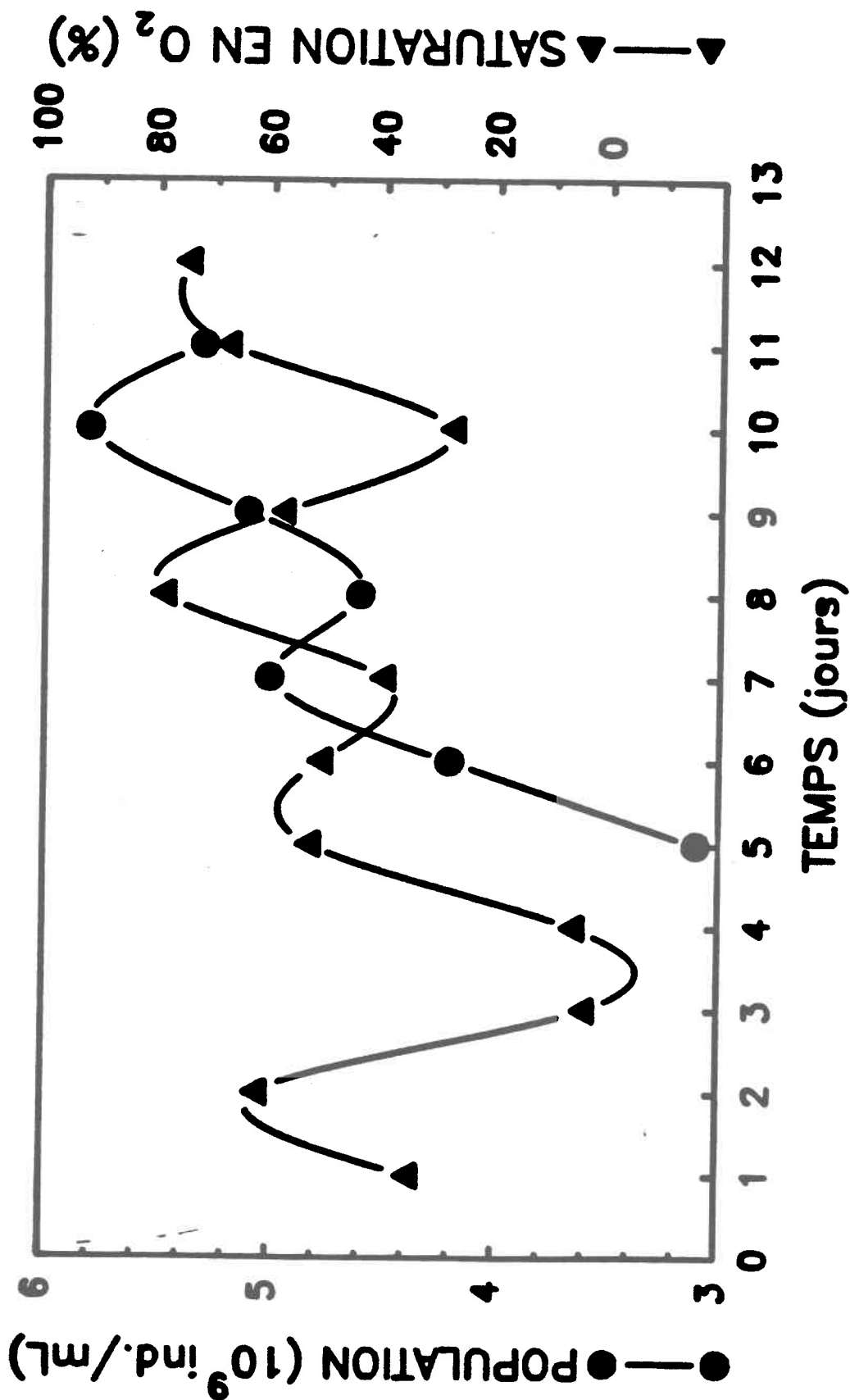


Figure 4.2 d: Population bactérienne acidophile et pourcentage de saturation en oxygène dans le réacteur avec recyclage au temps de séjour de 2 jours.

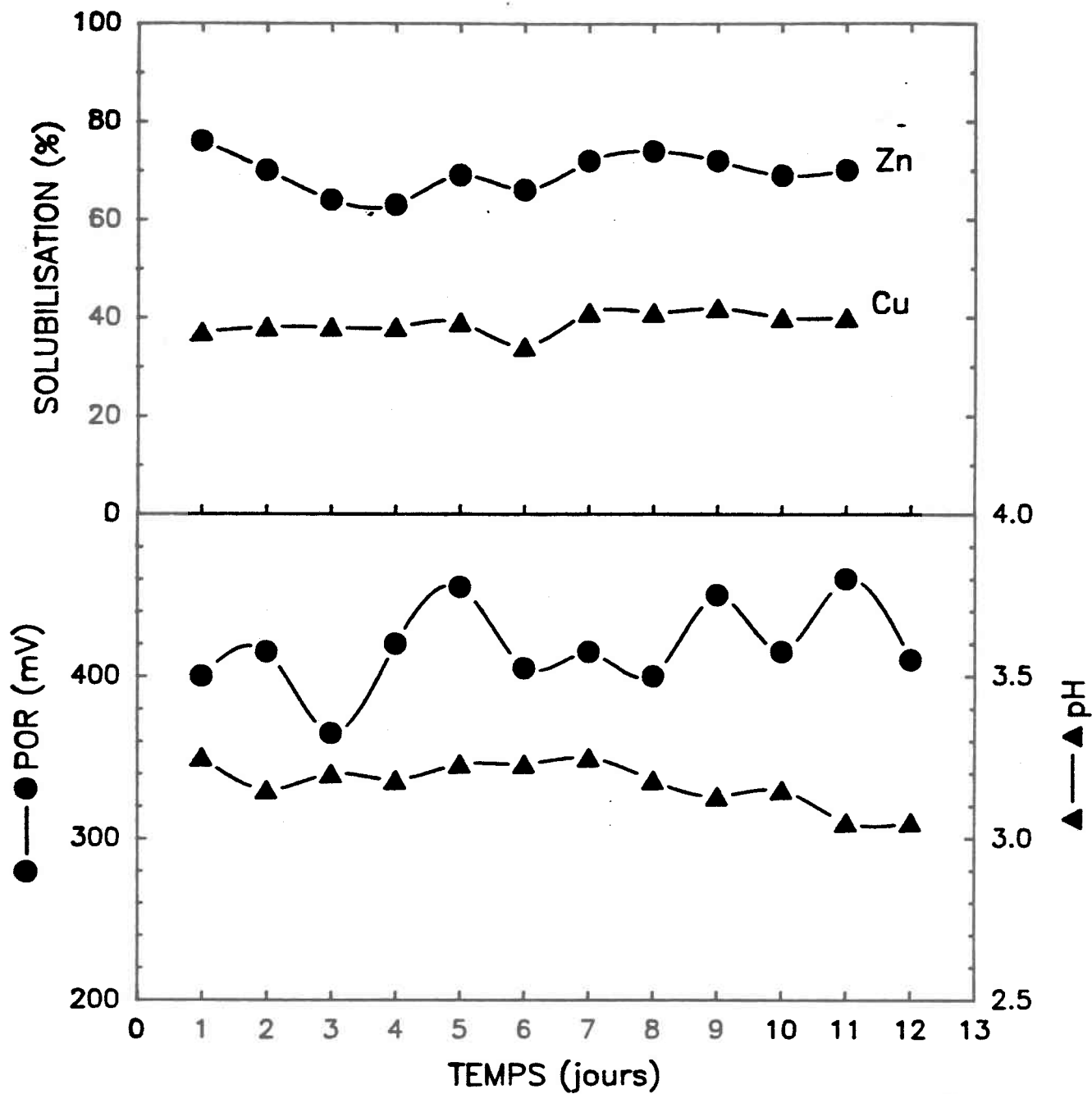


Figure 4.3 a: Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur en continu au temps de séjour de 3 jours avec 1 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue.

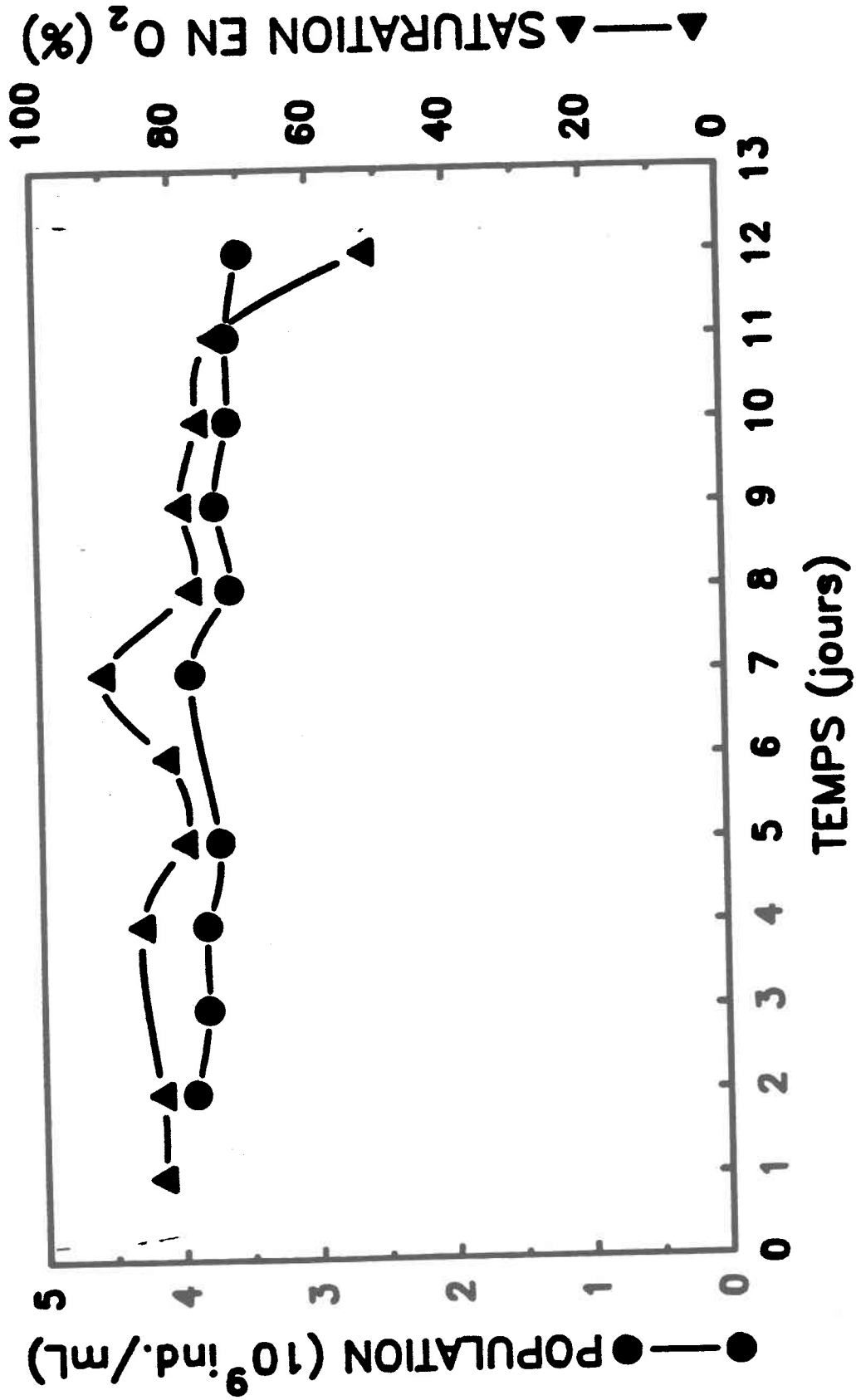


Figure 4.3 b: Population bactérienne acidophile et pourcentage de saturation en oxygène dans le réacteur en continu au temps de séjour de 3 jours avec 1 g $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ par litre de boue.

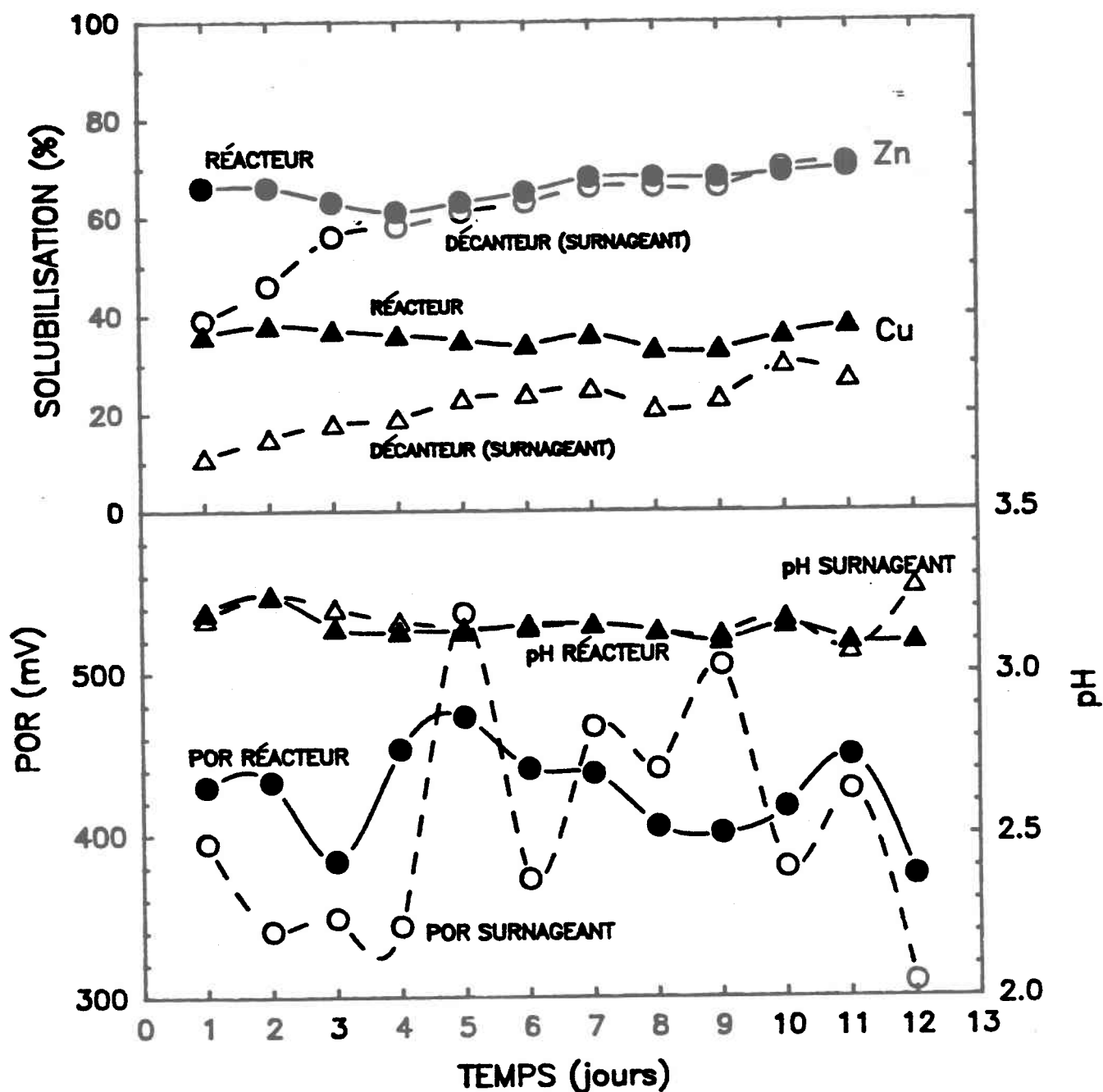


Figure 4.3 c: Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur avec recyclage et le surnageant du décanteur au temps de séjour de 3 jours avec 1 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue.

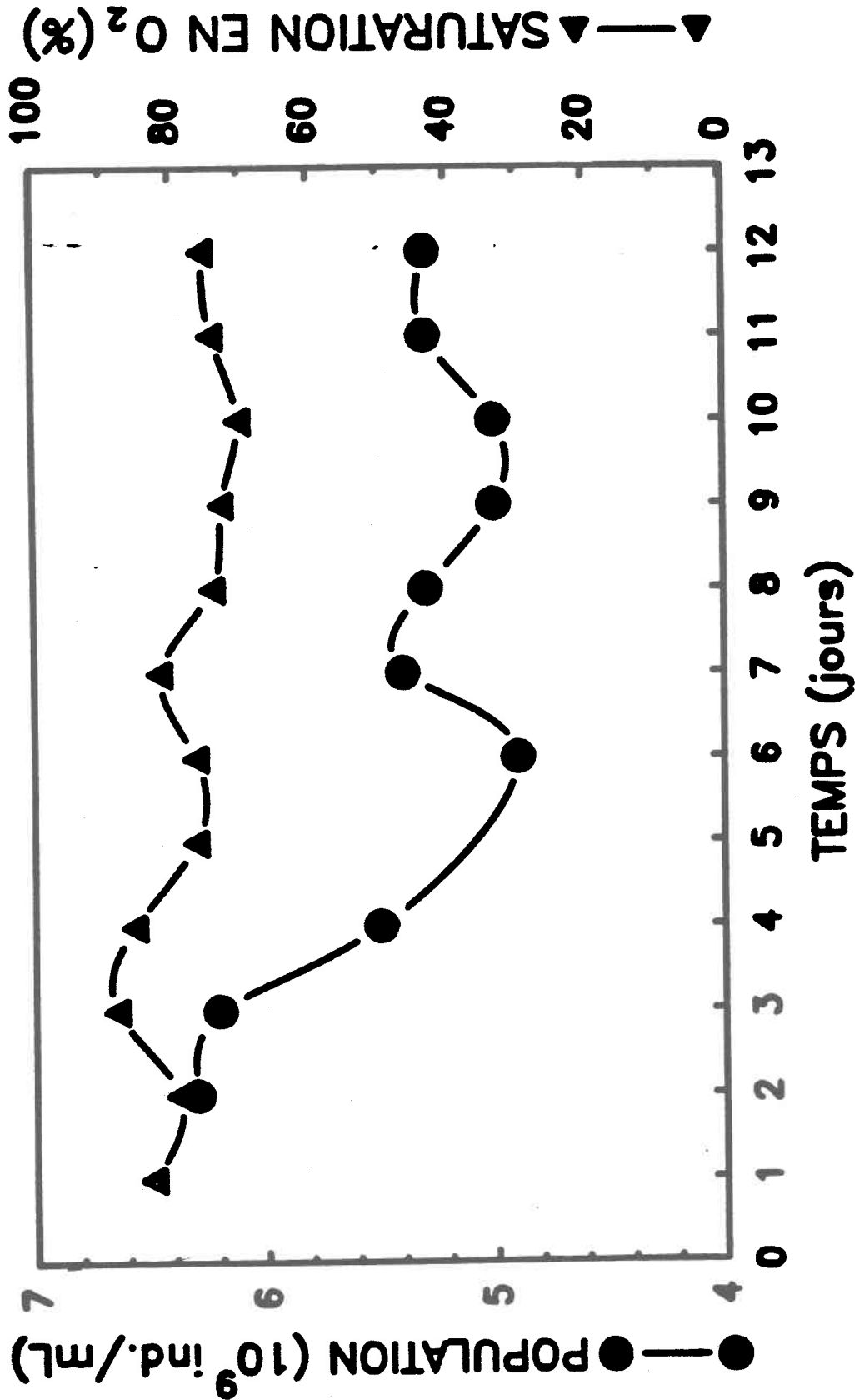


Figure 4.3 d: Population bactérienne acidophile et pourcentage de saturation en oxygène dans le réacteur avec recyclage au temps de séjour de 3 jours avec 1 g $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ par litre de boue.

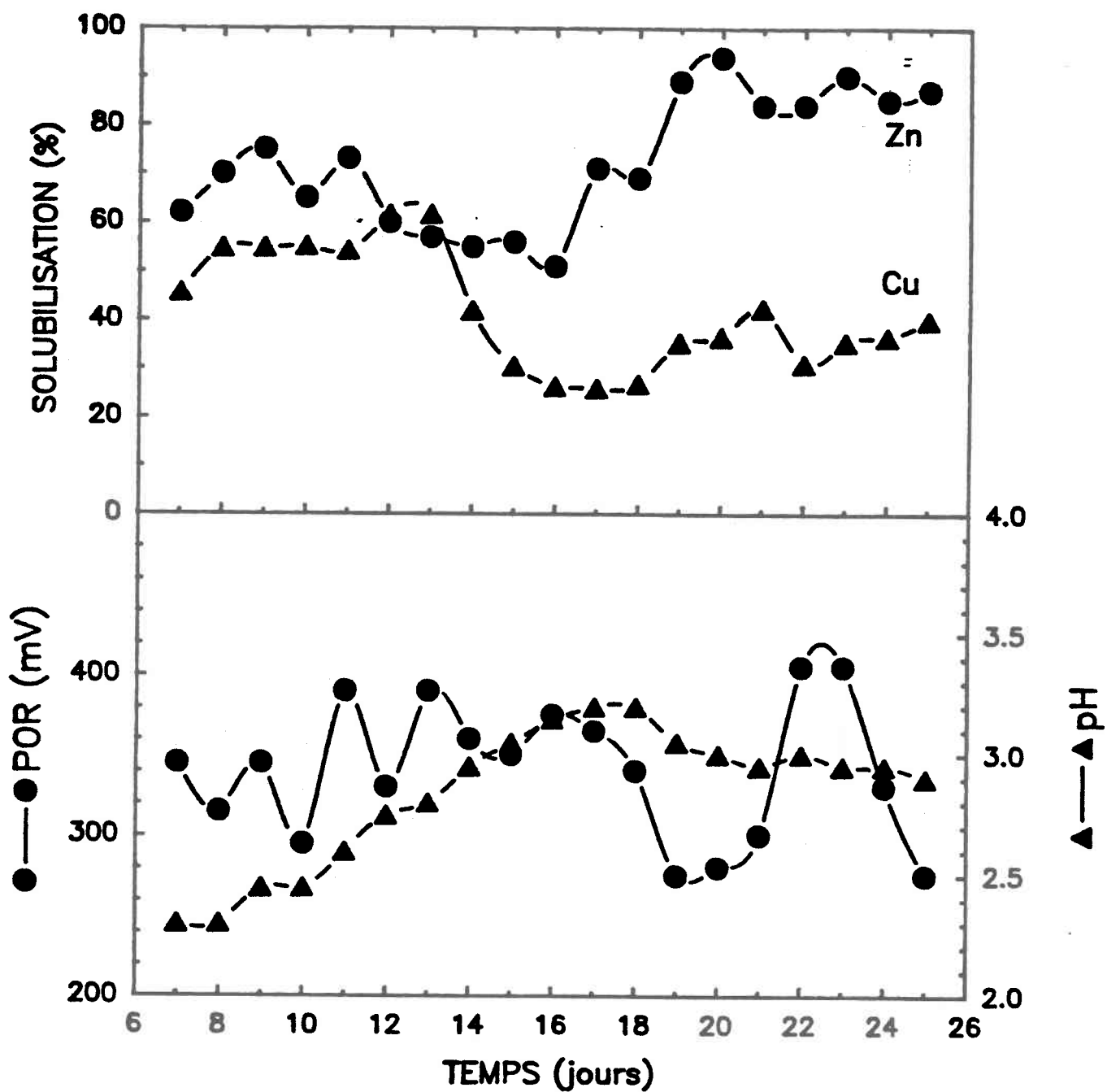


Figure 4.4. a: Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur en continu au temps de séjour de 4 jours.

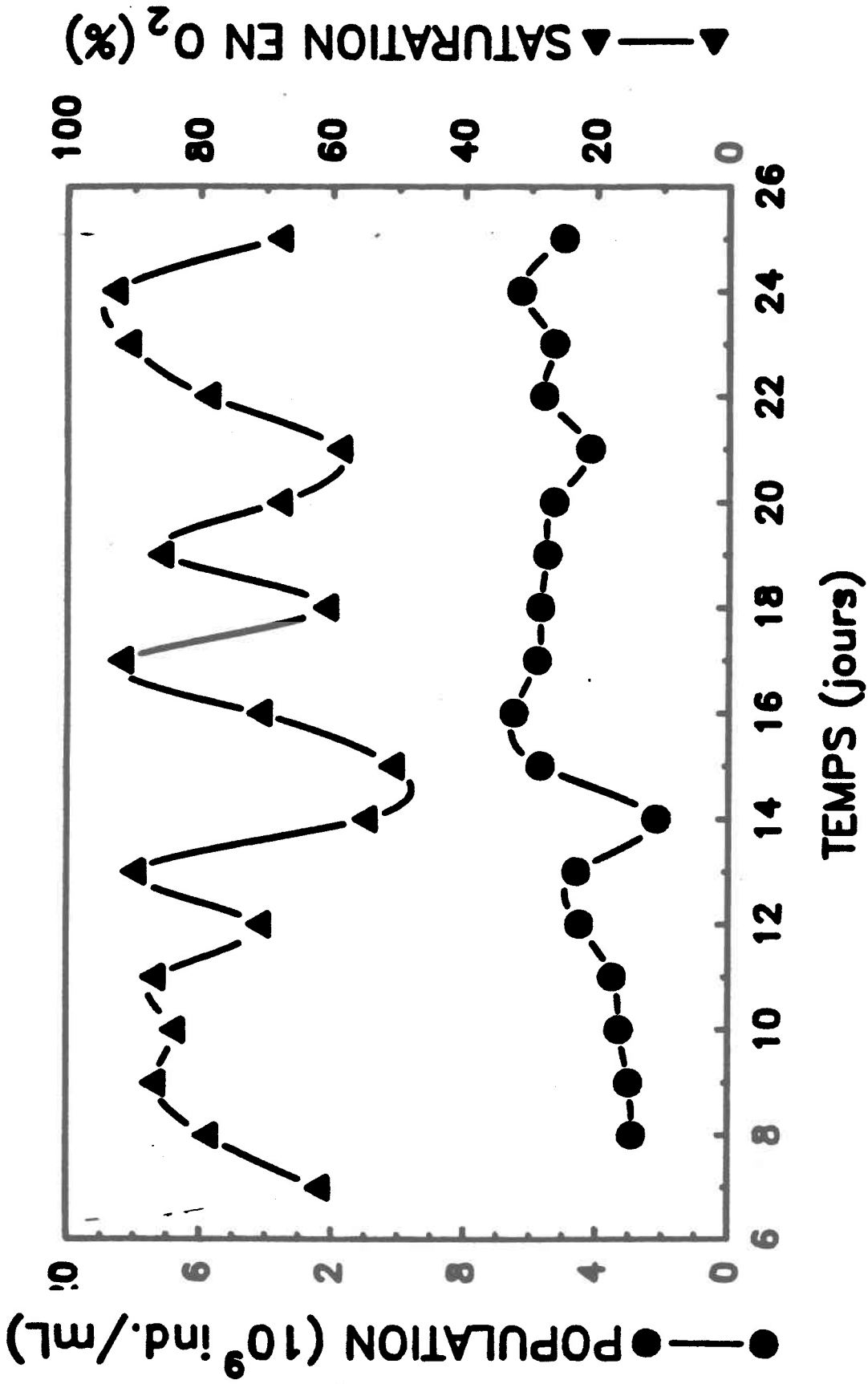


Figure 4.4 b: Population bactérienne acidophile et pourcentage de saturation en oxygène dans le réacteur en continu au temps de séjour de 4 jours.

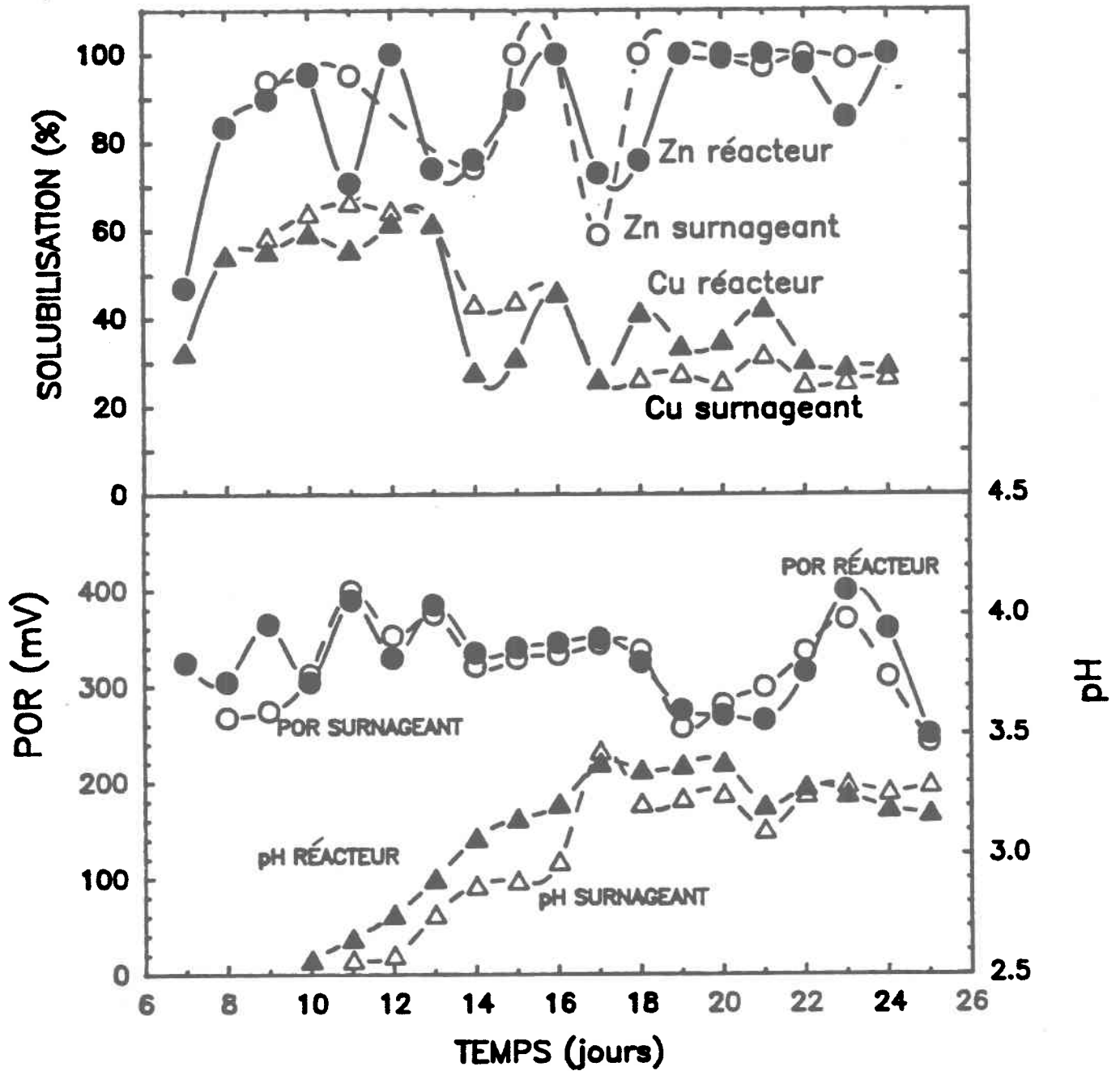


Figure 4.4 c: Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur avec recyclage et le surnageant du décanteur au temps de séjour de 4 jours.

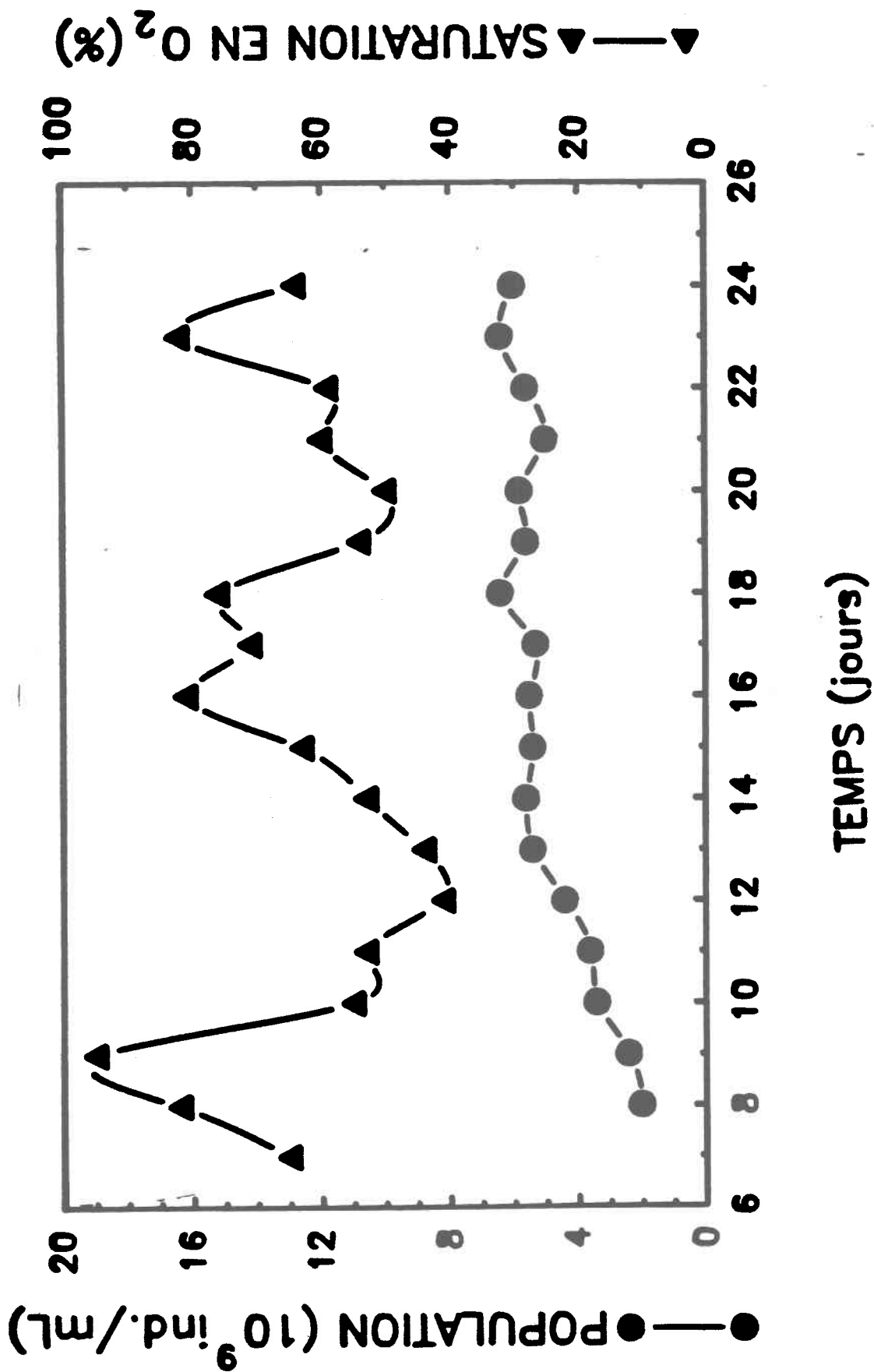


Figure 4.4 d: Population bactérienne acidophile et pourcentage de saturation en oxygène dans le réacteur avec recyclage au temps de séjour de 4 jours.

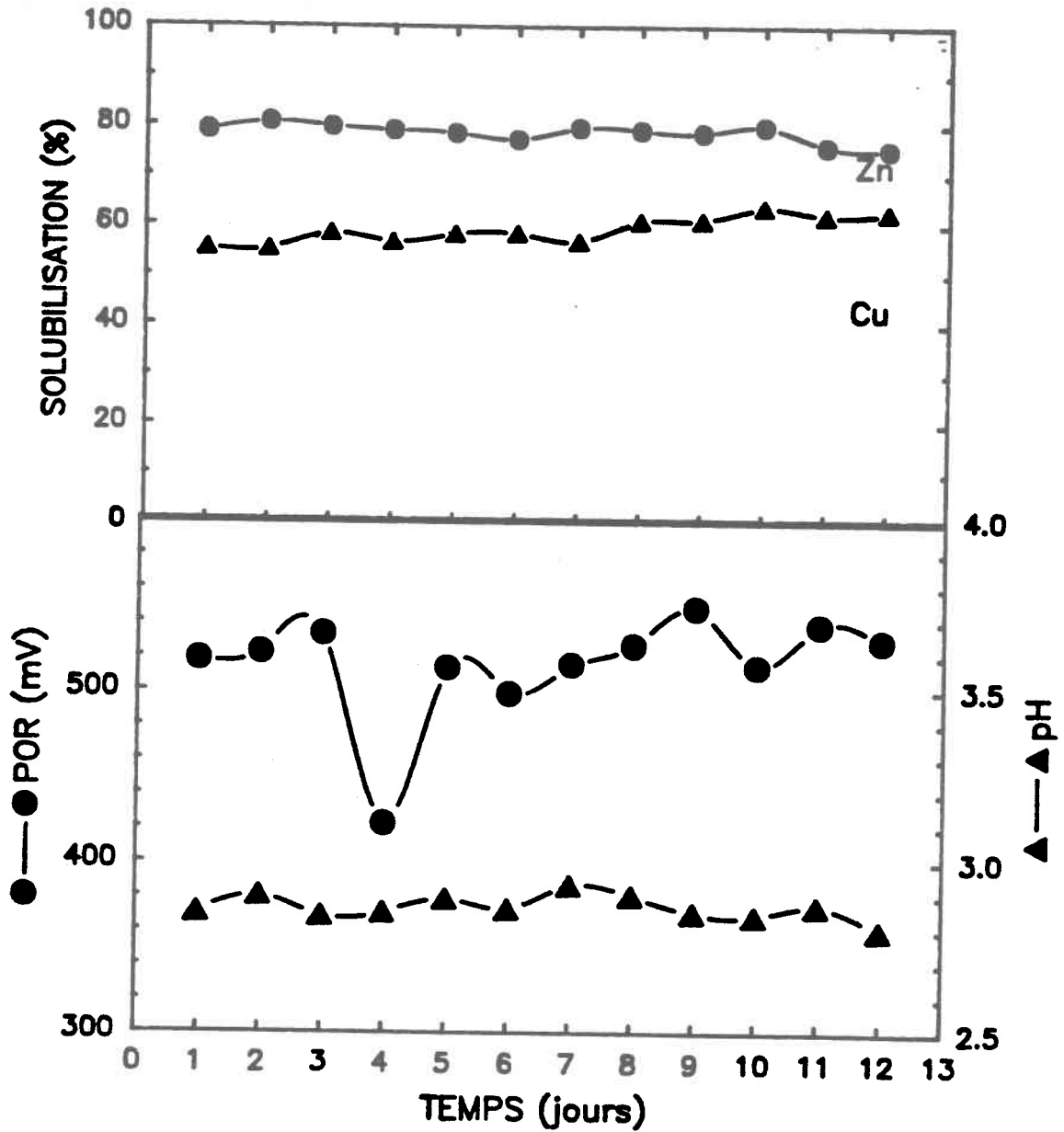


Figure 4.5 a: Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur en continu au temps de séjour de 3 jours avec 3 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue.

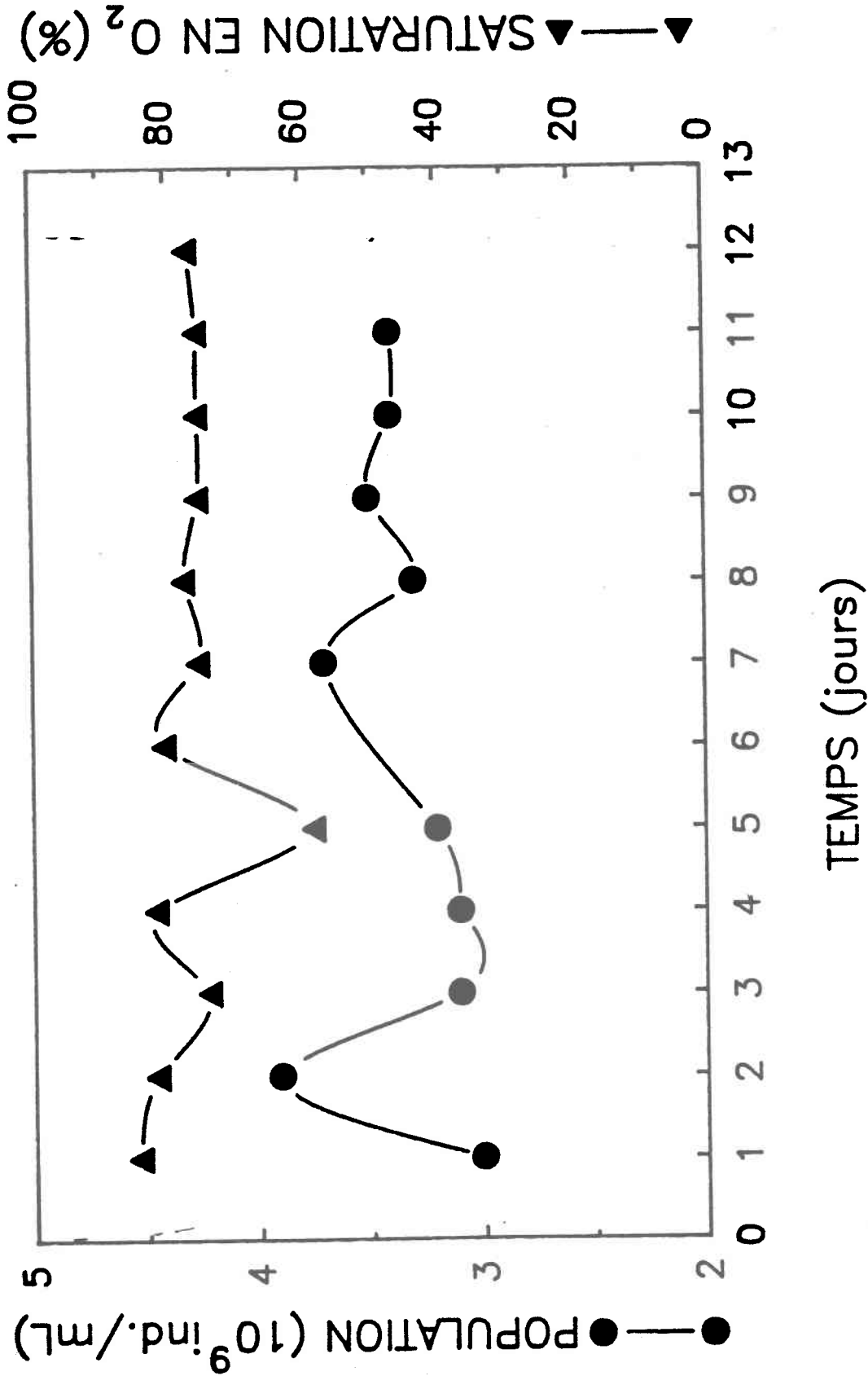


Figure 4.5 b: Population bactérienne acidophile et pourcentage de saturation en oxygène pour le réacteur en continu au temps de séjour de 3 jours avec 3 g $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ par litre de boue.

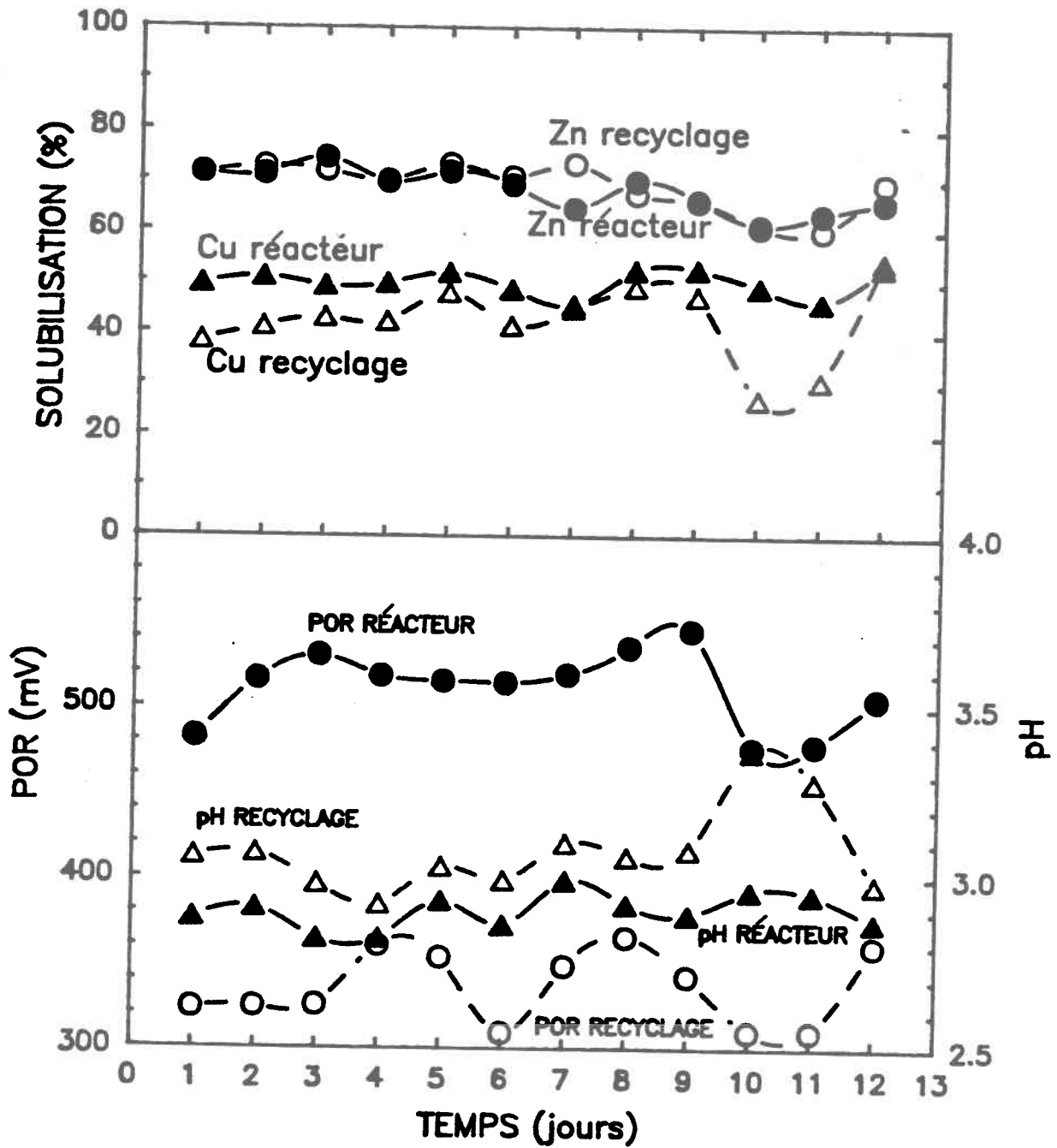


Figure 4.5 c: Pourcentage de solubilisation du cuivre et du zinc, POR et pH dans le réacteur avec recyclage et la boue recyclée au temps de séjour de 3 jours avec 3 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre de boue.

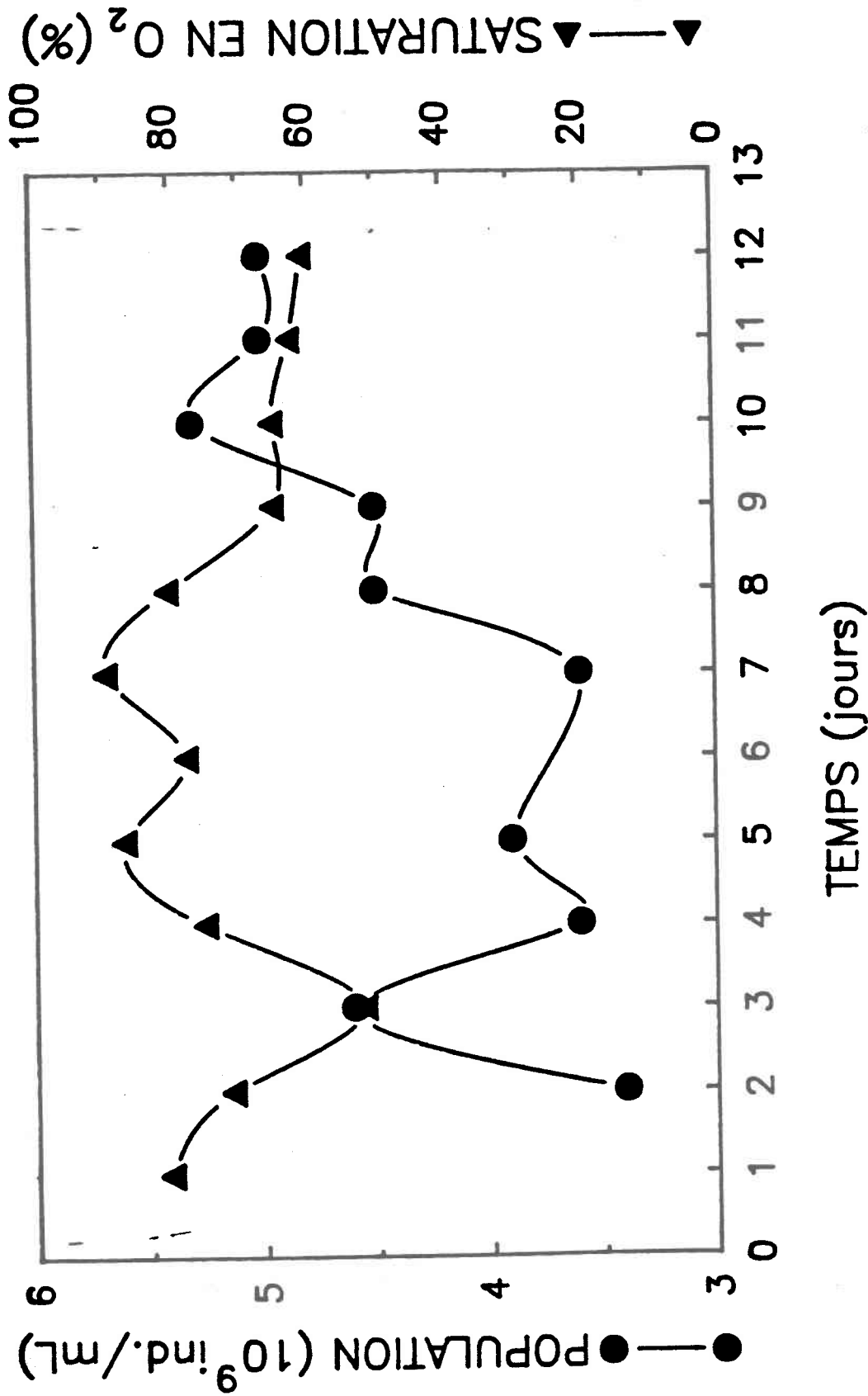


Figure 4.5 d: Population bactérienne acidophile et pourcentage de saturation en oxygène dans le réacteur avec recyclage au temps de séjour de 3 jours avec 3 g $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ par litre de boue.

chapitre, l'identification des principales tendances en fonction des principaux paramètres est tentée. L'étude de la solubilisation en fonction du temps de séjour est présentée dans la section 4.3 pour les deux types de réacteurs.

4.2.1 Relation entre la solubilisation du cuivre et du zinc et le POR dans les réacteurs

Premièrement à l'examen des graphiques 4.1a, 4.1c, 4.2a, 4.2c, 4.3a, 4.3c, 4.4a, 4.4c, 4.5a et 4.5c, il est bien évident que le zinc se solubilise beaucoup plus que le cuivre. Sur les graphiques 4.1c, 4.2c, 4.3c, le POR dans le surnageant du décanteur est plus faible que le POR dans le réacteur. Ceci correspond à une plus faible solubilisation du cuivre dans le décanteur (surnageant) que dans le réacteur. Le zinc sur ces graphiques semble beaucoup moins influencé par la différence de POR. Au temps de séjour de 4 jours (Figure 4.4c), le POR dans le surnageant est assez semblable à celui du réacteur dans la période stable soit du 19^e au 26^e jour. Ceci n'empêche pas la solubilisation du cuivre d'être inférieure dans le surnageant (probablement dû au pH qui s'élève légèrement). Sur les figures 4.2a, 4.2c et 4.5c, il est clairement visible qu'une chute de POR correspond à une baisse de la solubilisation du cuivre. La réaction du zinc à ces baisses de POR est beaucoup moindre. À la figure 4.5c, il est étonnant de constater une si grande différence de POR entre le contenu du réacteur avec recyclage et la boue recyclée (recyclage). Lors de la période de stabilité (du 9^e au 12^e jour), une baisse importante de la solubilisation du cuivre est observée dans le recyclage par rapport au réacteur. Ce qui correspond au POR du recyclage qui est beaucoup plus faible.

Le tableau 4.2 présente la valeur moyenne des principaux paramètres; POR, pH, taux d'aération et % de saturation en O_2 , en relation avec les taux de solubilisation du cuivre et du zinc. Il faut noter dans ce tableau, la faible valeur de POR dans les réacteurs au temps de séjour de 4 jours qui correspond à une faible valeur du POR dans le bassin d'alimentation et à un faible taux de solubilisation pour le cuivre. Pour le zinc, il y a augmentation du taux de solubilisation lorsque τ passe de 3 à 4 jours (pour 1 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$). Le POR dans le réacteur avec recyclage (R) est en général plus bas que dans le réacteur continu (C) (4 fois sur 5). À $\tau = 4$ jours, le POR dans le réacteur avec recyclage est presque aussi faible que le POR dans la boue recyclée (tableau 4.2).

La figure 4.6 représente l'effet du temps de séjour sur le pH et le POR moyen des réacteurs. Il est visible sur ce graphique que le POR au temps de séjour de 4 jours est particulièrement faible pour le réacteur avec recyclage alors que pour le réacteur en continu le POR est faible pour τ de 2 et 4 jours (Tableau 4.2). Ceci correspond à un POR faible dans l'alimentation, alors qu'à $\tau = 1$ et 3 jours le POR dans l'alimentation est plus fort. Ce point démontre l'influence marquée du POR de l'alimentation sur le POR dans les réacteurs. Le % de solubilisation du Cu est un peu plus faible pour le temps de séjour de 4 jours que pour le temps de séjour de 3 jours (figure 4.7), ce qui correspond à un POR très faible au temps de séjour de 4 jours. Normalement, le graphique du pourcentage de solubilisation en fonction du temps de séjour doit donner une courbe de pente positive. Celui du taux de solubilisation en fonction du temps de séjour doit donner une courbe de pente négative. La solubilisation du zinc n'est pas affectée et continue de croître selon la théorie entre les temps de séjour de 3 et 4 jours. La même observation est aussi visible sur la figure

Tableau 4.2: Valeurs moyennes du taux de solubilisation, du FOR, du pH et du % de saturation en O₂

Concentration de FeSO ₄ ·7H ₂ O (g L ⁻¹)	Temps de séjour (jours)	Taux de solubilisation (mg L ⁻¹ jour ⁻¹)				FOR (moyen) (mV)			pH moyen		% saturation O ₂		Taux aération VM ⁴		
		Zn		Cu		FOR alimentation (mV)	C. ¹	R. ²	ER ³	C ¹	R ²	C ¹	R ²	C ¹	R ²
		C ¹	R ²	C ¹	R ²										
1	1	11.3	12.2	6.2	6.9	215	442	418	301	3.01	3.09	75.8	76.0	0.7	1.1
1	2	7.4	7.1	3.7	3.5	74	330	405	305	3.22	2.98	48.0	57.9	0.5	1.0
1	3	4.9	4.8	3.5	3.1	141	436	410	289	3.10	3.12	70.4	72.8	0.7	1.0
3	3	5.3	4.3	5.2	4.2	227	523	501	331	2.84	2.91	78.1	61.0	0.5	1.0
1	4	5.4	6.3	2.5	2.3	53	325	298	275	2.97	3.26	75.6	63.1	0.7	1.0

- 1 réacteur continu
- 2 réacteur avec recyclage
- 3 boue recyclée
- 4 volume d'air par volume de réacteur par minute

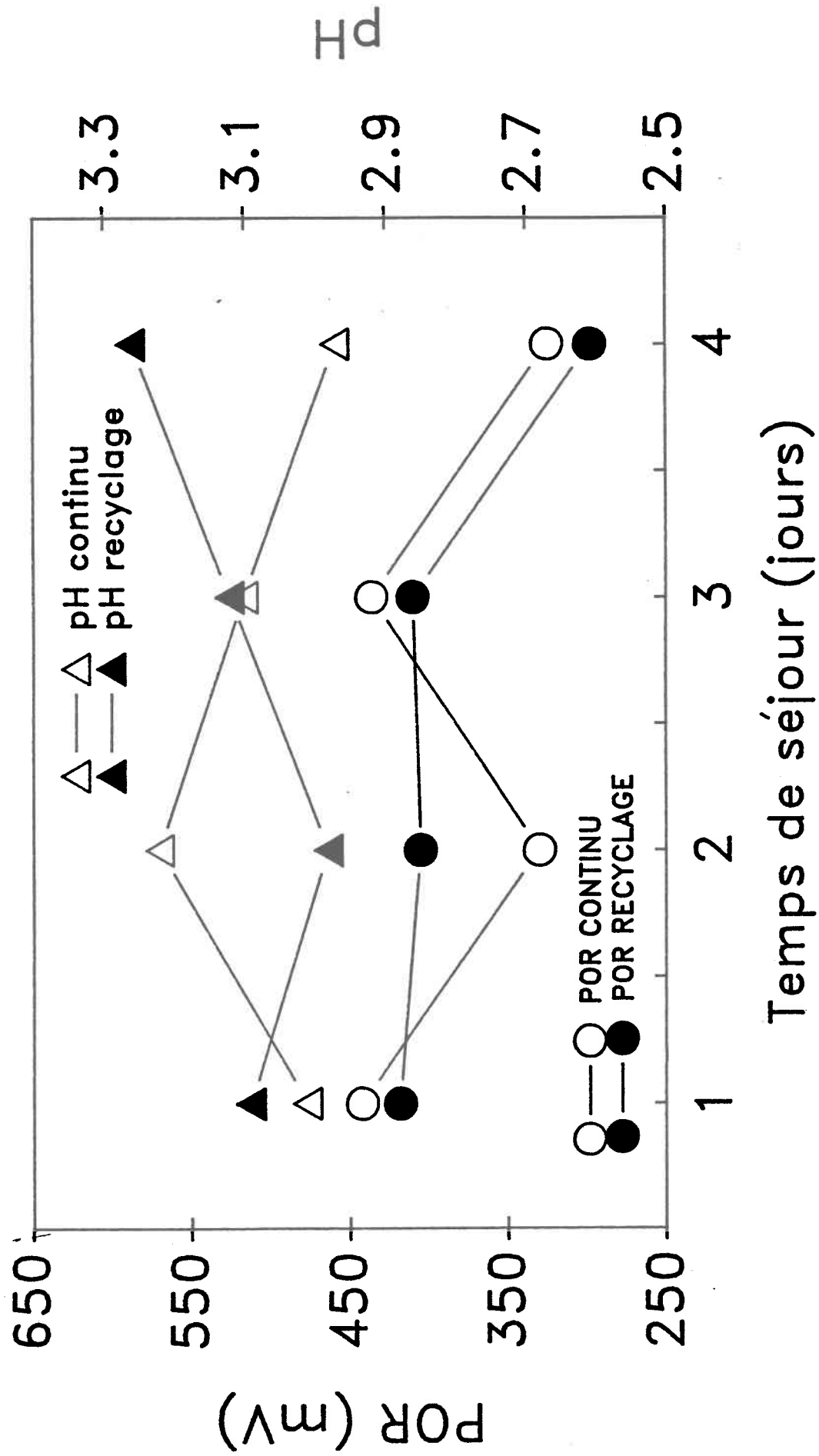


Figure 4.6: Effet du temps de séjour sur les valeurs moyennes de pH et de POR dans les deux types de réacteurs.

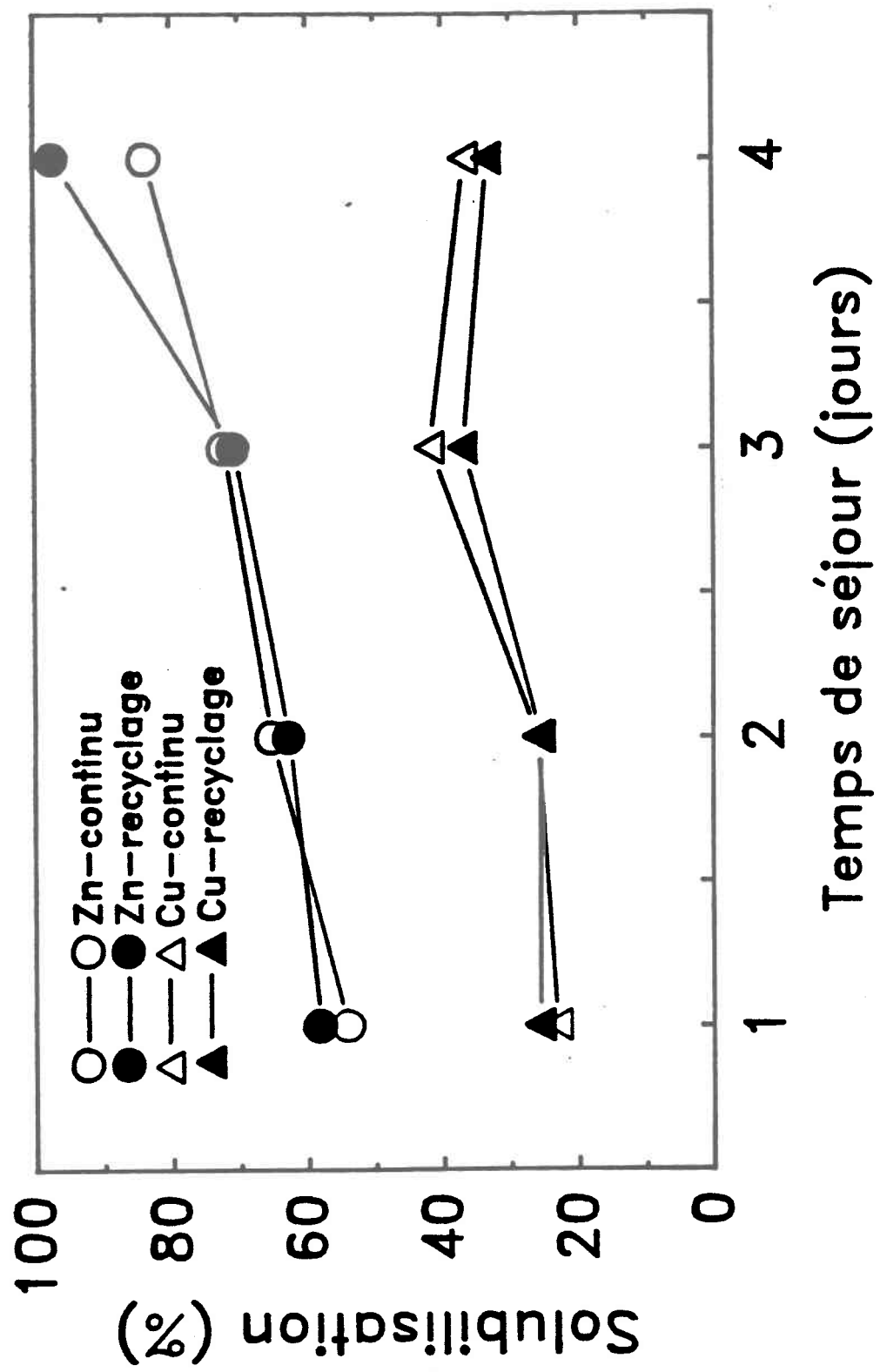


Figure 4.7: Effet du temps de séjour sur la solubilisation du cuivre et du Zinc dans les deux types de réacteurs.

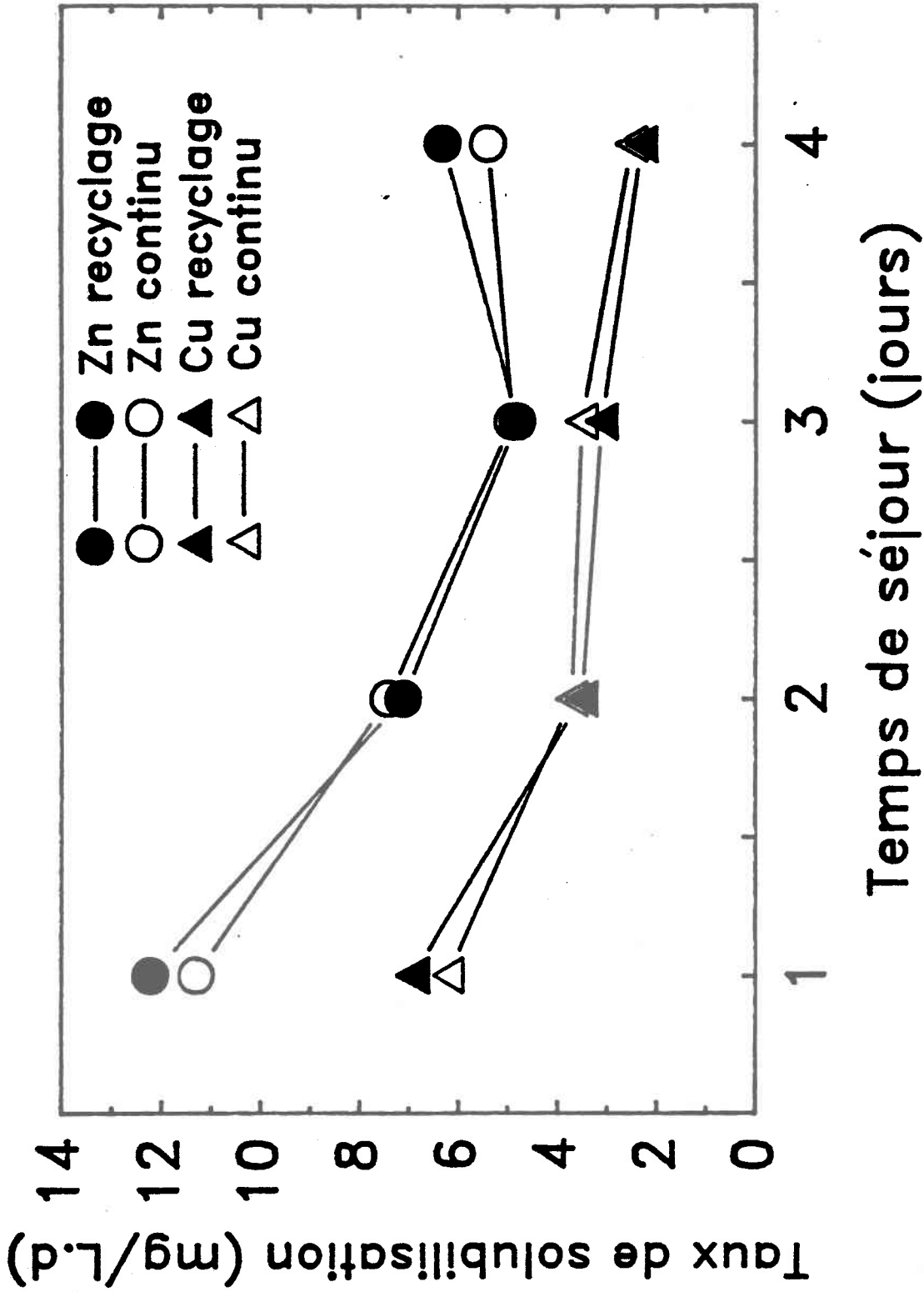


Figure 4.8: Effet du temps de séjour sur les taux de solubilisation du cuivre et du zinc dans les deux types de réacteurs.

4.8 qui représente le taux de solubilisation du Cu et du Zn en fonction du temps moyen de séjour dans les réacteurs. À $\tau = 4$ jours, les taux de solubilisation pour le cuivre décroissent par rapport à $\tau = 3$ jours, alors que pour le zinc ils croissent. Cette augmentation (anormale selon la théorie) pour le zinc peut s'expliquer par une compétition entre les substrats. C'est ce qui fait dire qu'au temps de séjour de 4 jours, le sulfate ferreux semble devenir limitant, les bactéries s'orientent alors vers le second substrat qui est le sulfure de zinc. Le POR étant faible, le cuivre n'est pas facilement solubilisable, l'effet combiné du faible POR et de l'épuisement du $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ mène à l'augmentation de la solubilisation du zinc.

Globalement, il s'avère évident qu'un POR faible diminue grandement la solubilisation du cuivre. Le zinc est pour sa part beaucoup moins fortement influencé par le POR. La grande influence du POR sur la solubilité du cuivre s'explique facilement à l'aide de la figure 2.1, qui présente les formes de cuivre prédominantes dans les boues anaérobies selon le POR et le pH de la boue. Un minimum d'environ 250 mV pour le POR est nécessaire à la présence de Cu^{+2} (figure 2.1 F).

4.2.2 Relation entre la solubilisation du cuivre et du zinc et le pH

De façon générale, le pH dans le réacteur avec recyclage est légèrement supérieur à celui du réacteur en continu (tableau 4.2) pour un même temps de séjour. À la figure 4.6, il est difficile de détecter une tendance générale du pH en fonction du temps de séjour; il semblerait cependant que le pH augmente avec le temps de séjour pour le réacteur avec recyclage et diminue pour le réacteur continu. Dans le réacteur continu la baisse du pH à mesure

qu'augmente le temps de séjour explique bien l'augmentation de la solubilisation du cuivre et du zinc. Le temps de séjour de quatre jours faisant exception pour le Cu car le POR du réacteur à ce temps de séjour est faible. Pour le réacteur avec recyclage l'augmentation simultanée du pH et du temps de séjour va à l'encontre d'une meilleure solubilisation. L'hypothèse de l'épuisement progressif du $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ explique probablement cette baisse de solubilisation car il ne faut pas oublier que pour un temps de séjour de 2 jours, il y a un temps de résidence de 1.8 jours dans le décanteur, ce qui mène plus rapidement à l'épuisement du sulfate ferreux qui est rendu non disponible par un mécanisme inconnu. Ceci n'influence cependant pas le zinc qui voit sa solubilisation augmenter avec le temps de séjour pour atteindre un maximum à τ de 4 jours dans le réacteur avec recyclage. Aux figures 4.1c, 4.2c, 4.5c, le pH dans le décanteur (surnageant ou recyclage) est supérieur à celui du réacteur; ce qui correspond à une plus faible solubilisation du cuivre dans le décanteur.

Il est cependant à remarquer que les tendances sont beaucoup moins nettes pour le pH que pour le POR. Au temps de séjour de 4 jours, la faible solubilisation du cuivre dans le réacteur avec recyclage correspond à une valeur de pH plus élevée (3.26) en même temps qu'à un faible POR.

4.2.3 Relation entre la solubilisation du cuivre et du zinc et la population bactérienne

Les populations bactériennes acidophiles sont présentées, pour les deux types de réacteur, à tous les temps de séjour (Figures 4.1 b et d, 4.2 b et d, 4.3 b et d, 4.4 b et d, 4.5 b et d). Elles sont très stables sur la période considérée en régime permanent. Le tableau 4.3 résume le calcul des moyennes de

Tableau 4.3: Moyennes des populations bactériennes acidophiles.

Concentration de substrat (g ^L ⁻¹ de FeSO ₄ ·7H ₂ O)	Temps de séjour (jours)	Population bactérienne acidophile moyenne 10 ⁹ (10 ⁹ individus / mL)		Rapport <u>Pop. R. Recyclage</u> / <u>Pop. R. Continu</u>
		Réacteur continu	Réacteur avec recyclage	
1	1	3.5	5.0	1.43
1	2	4.0	5.0	1.27
1	3	3.6	5.1	1.42
1	4	5.3	6.1	1.15
3	3	3.4	4.9	1.144

ces populations. La population ne varie pas tellement en fonction du temps de séjour. Le réacteur avec recyclage a une population entre 1.15 et 1.44 fois plus grande que celle du réacteur en continu. Ceci implique que la population bactérienne est plus grande dans le recyclage que dans le réacteur et plus faible dans le surnageant. L'examen des annexes 1 à 5 permet de vérifier ce fait.

L'auteur tient à noter ici une observation pratique. Lors du compte de la population de la boue recyclée, une période de 15 à 20 minutes après dilution de l'échantillon est nécessaire afin de permettre aux bactéries de se réanimer. L'oxygène est assez rare dans cette partie du décanteur. Les bactéries qui ne bougent pas n'étant pas considérées dans le compte, la dilution dans de l'eau aérée et le brassage favorisent leur activation et permet le compte.

Au temps de séjour de 4 jours, les populations dans les deux réacteurs sont un peu plus fortes (tableau 4.3), ceci correspond à une faible solubilisation du cuivre et une plus forte solubilisation du zinc. Étant donné que le compte est effectué sur tous les organismes qui bougent, la plus forte population peut être due à la présence en plus grand nombre des hétérotrophes vu la plus forte valeur de pH à ce temps de séjour.

4.2.4 Relation entre la solubilisation du cuivre et du zinc et le pourcentage de saturation en oxygène et le taux d'aération

Sur les figure 4.1b et d, 4.2b et d, 4.3b et d, 4.4b et d, 4.5b et d, le % de saturation en oxygène est présenté tout au long des expériences. Sur la figure 4.2b, le bris de l'agitateur produit en une baisse évidente de la saturation en oxygène au temps de 7 et 10 jours. Cette faible valeur du % de saturation en

oxygène provoque une baisse du POR et de la solubilisation du cuivre sur le graphique 4.2a. La très grande récupération du réacteur en continu au niveau du POR et du pH a permis de considérer le régime comme permanent à l'exception des 7^e, 8^e et 10^e jour. Sur la figure 4.2d, au jour 10, le % de saturation en O₂ baisse aux environs de 30% car les tuyaux d'aération se sont obstrués, ce problème produit une baisse du POR, de la solubilisation du cuivre et du zinc, visible sur la figure 4.2c. Le régime permanent est donc déstabilisé et ces points 10, 11 et 12 sont écartés pour le calcul des moyennes et des taux de solubilisation. La période de stabilité pour le temps de séjour de 2 jours dans le réacteur avec recyclage a été choisi du 4^e au 9^e jour. De façon générale lors des régimes permanents l'oxygène a toujours été maintenu à plus de 40% de saturation en O₂, et le plus souvent autour de 70%.

Au tableau 4.2, le % moyen de saturation en O₂ varie entre 48.0 et 78.1 % respectivement pour le réacteur en continu à $\tau = 2$ jours et à $\tau = 3$ jours avec 3g L⁻¹ de substrat. On observe que les faibles valeurs du % saturation en O₂ correspondent aux valeurs moyennes faibles du POR. Par exemple pour le réacteur continu à $\tau = 2$ jours, 48.0% de saturation en O₂ correspond à un POR de 330 mV. Avec le réacteur en continu à $\tau = 3$ jours avec 3 g L⁻¹ de FeSO₄·7H₂O, 78% de saturation en O₂ correspond à un POR de 523 mV. Pour le réacteur avec recyclage à $\tau = 4$ jours, un POR de 298 mV correspond à un % de saturation en O₂ de 63.1%. Le % de saturation en O₂ et le POR évoluent dans le même sens. Un fort POR est nécessaire à une bonne solubilisation du Cu. Donc le maintien d'un pourcentage de saturation en O₂ élevé est essentiel.

Au niveau de l'aération, il est intéressant de constater que celle requise dans le réacteur avec recyclage est toujours plus grande que celle nécessaire dans

le réacteur en continu, et ce, même si souvent le réacteur avec recyclage a approximativement le même pourcentage de saturation en oxygène (sauf $\tau = 4$ jours, $\tau = 3$ jours à $3 \text{ g L}^{-1} \text{ FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ où il est plus bas) et un moindre POR (sauf à $\tau = 2$ jours où le % saturation en O_2 est plus élevé dans le réacteur avec recyclage à ce temps de séjour).

Cette observation peut s'expliquer en partie par le fait que le % de solides dans le réacteur avec recyclage est, la plupart du temps, supérieur d'environ 0.3% à celui dans le réacteur en continu (Tableau 4.4). La principale raison semble cependant être l'apport de la boue recyclée qui avec son faible POR amène une quantité importante de bactéries en asphyxie. Ces bactéries, entrant dans le réacteur, font baisser le POR (voir figure 4.5c). Le tableau 4.2 montre que le POR moyen dans le recyclage est de 100 mV à 170 mV plus bas que dans le réacteur, sauf à $\tau = 4$ jours où le POR dans les réacteurs est particulièrement faible.

4.3 EFFICACITÉ TECHNOLOGIQUE DES DIVERS TYPES DE TRAITEMENTS PROPOSÉS ET CONSOMMATION D'ACIDE

La consommation d'acide est un facteur important dans la faisabilité d'un procédé de solubilisation des métaux dans les boues. De l'annexe 7, il ressort qu'en moyenne $0.176 \text{ g H}_2\text{SO}_4$ pur g^{-1} de boue sèche ont été consommés pour abaisser le pH d'une valeur d'environ 8.2 (après aération, 7.1-7.2 avant aération) à un pH de 4. Tyagi et Couillard (1987b) rapportent une consommation de $0.145 \text{ g H}_2\text{SO}_4 \text{ g}^{-1}$ de boue sèche pour la boue de Valcartier. La boue de Ville de Deux-Montagnes requiert donc un peu plus d'acide sulfurique. Cette différence est probablement due à ce que l'eau de Ville de Deux-Montagnes est

Tableau 4.4: Teneurs en solides totaux (% ST) dans les réacteurs, le surnageant du décanteur et le recyclage et indice du volume des boues (IVB)

Concentration de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ g L^{-1}	Temps de séjour (jours)	Réacteur avec recyclage				Réacteur continu	
		% ST du réacteur	% ST du recyclage	% ST du surnageant	IVB (mL/g)	% ST du réacteur	IVB (mL/g)
1	1	3.1 ± 0.1	4.1 ± 0.1	0.8 ± 0.1		2.8 ± 0.1	
1	2	3.2 ± 0.1	3.2 ± 0.1	1.0 ± 0.1		2.9 ± 0.1	
1	3	2.8 ± 0.1	3.1 ± 0.1	0.9 ± 0.1		2.9 ± 0.1	
1	4	3.2 ± 0.1	3.1 ± 0.1	1.4 ± 0.1		2.9 ± 0.1	
3	3	3.0 ± 0.1	3.3 ± 0.1	1.1 ± 0.1	31.85^a	2.8 ± 0.1	31.80^a

a: Avec 0.86% de solides totaux dans le surnageant (voir annexes 5G et 5H).

plus alcaline. La concentration moyenne de calcium dans la boue de Ville de Deux-Montagnes est plus importante que dans la boue de Valcartier, 4.3×10^4 mg Ca kg^{-1} (Tableau 3.1) versus 22 000 mg Ca kg^{-1} pour Valcartier (Tyagi et Couillard, 1987b). Il est connu que les cations majeurs de l'alcalinité sont les ions calcium et magnésium (Tableau 3.1). Ce qui explique probablement la plus forte consommation d'acide. Les procédés chimiques de solubilisation des métaux requièrent de 0.5 à 0.8 g H_2SO_4 g^{-1} de boue sèche (Tyagi et Couillard, 1987b; Wong et Henry, 1983). Le procédé biologique consomme donc 5 fois moins d'acide au minimum.

4.3.1 Influence du temps de séjour

Sur la figure 4.7 il est clairement visible que le % de solubilisation pour le Zn augmente avec le temps de séjour, alors que sur la figure 4.8 le taux de solubilisation fait l'inverse entre $\tau = 1$ à $\tau = 3$ et puis remonte à $\tau = 4$ jours. Le cuivre a un comportement un peu différent, le % de solubilisation augmente de $\tau = 1$ jour à $\tau = 3$ jours puis à $\tau = 4$ jours, il redescend. Le taux de solubilisation du cuivre descend sur toute la gamme entre $\tau = 1$ jour et $\tau = 4$ jours. La descente étant particulièrement forte entre 1 jour et 2 jours de temps de séjour.

Le seul point non conforme à la théorie (voir section 4.2.2) est la solubilisation plus faible pour le cuivre et plus forte pour le zinc obtenue à $\tau = 4$ jours. Cette baisse de solubilisation du cuivre s'explique probablement en partie par le faible POR moyen de l'alimentation à ce temps de séjour (53 mV, tableau 4.2) qui cause un faible POR dans les 2 réacteurs. L'effet global étant de rendre moins disponible le cuivre (POR faible). Le cuivre est

aussi très fortement complexé par la matière organique (Theis et Hayes, 1980). L'effet du faible POR qui entraîne l'équilibre vers le Cu^0 sur la figure 2.1 F (chapitre 2) et la forte complexation du cuivre par la matière organique expliquent cette baisse de solubilisation du cuivre au temps de séjour de 4 jours. Le zinc pour sa part est beaucoup moins influencé par le POR (Figure 2.1 E), à τ égale à 4 jours, il peut y avoir épuisement du $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, le sulfure de zinc est un substrat compétiteur au Fe^{+2} et peut donc prendre la place de celui-ci. Cette compétition entraîne la plus grande solubilisation du zinc à $\tau = 4$ jours. Il y a aussi probablement compétition entre le ZnS et le Cu_2S , à ce même temps de séjour le faible POR rend difficile la solubilisation du cuivre. Le grand gagnant de l'épuisement (hypothèse à confirmer) du sulfate ferreux et du POR faible est donc le zinc qui voit sa solubilisation augmenter.

La décroissance du taux de solubilisation du cuivre et du zinc en fonction du temps de séjour a aussi été observée par Tyagi et Couillard (1987). Le tableau 4.5 présente une comparaison des taux de solubilisation obtenus avec ceux de travaux antérieurs. Il apparaît évident, comme le conclut Tyagi et Couillard (1987), que le réacteur en continu est de beaucoup supérieur à un réacteur en fournée.

D'une façon générale le tableau 4.5 révèle les points suivants:

- a) que le taux de solubilisation augmente avec la concentration du substrat (métal);

Tableau 4.5: Comparaison entre les taux de solubilisation obtenus et ceux tirés de travaux antérieurs.

Cette étude (1 g L ⁻¹ FeSO ₄ ·7H ₂ O)					Tyagi et Couillard (1987 b)		Tyagi et Couillard (1987)	
Temps de séjour (jours)	Zn		Cu		En fournée		Réacteur continu	
	C ¹ (3)	R ² (3)	C (3)	R (3)	Zn (3)	Cu (3)	Zn (3)	Cu (3)
2	7.4	7.1	3.7	3.5			4.2	10.5
3	4.9	4.8	3.5	3.1			4.0	10.0
10					1.55			
12						5.37		
Concentration initiale mg/kg	716		907		640	2 300	640	2 300

¹ réacteur en continu

² réacteur avec recyclage

³ en mg de métal par litre par jour

- b) qu'un réacteur en continu est plus performant qu'un réacteur en fournée;
- c) que le réacteur avec recyclage n'est pas plus performant qu'un réacteur continu.

En effet, pour le cuivre dans le réacteur en continu à $\tau = 3$ jours, Tyagi et Couillard ont obtenu un taux de 10 avec 2300 mg Cu/kg. Dans cette étude, on obtient un taux de 3.5 dans des conditions semblables, car il n'y a que 907 mg Cu/kg dans la boue. Pour le zinc, les taux sont plus semblables car les teneurs de zinc dans les boues se ressemblent. Les résultats de cette étude sont meilleurs au niveau de la solubilisation du zinc, par contre le cuivre est moins bien solubilisé. Le plus faible taux de solubilisation du cuivre s'explique donc par le fait que la boue de Ville de Deux-Montagnes contient 2,5 fois moins de cuivre que celle de Valcartier et que le taux de solubilisation du procédé augmente avec la concentration du substrat (métal).

4.3.2 Solubilisation du nickel, cadmium, chrome et plomb

Le tableau 4.6 exprime les résultats concernant le nickel et le cadmium aux divers temps de séjour. Le nickel semble être mieux solubilisé avec un temps de séjour plus long (3 jours versus 1 jour). Au temps de séjour de 2 et 4 jours les faibles POR (Tableau 4.2) (sauf avec réacteur recyclage à $\tau = 2$ jours) semblent correspondre à une plus faible solubilisation du nickel (Tableau 4.6). Avec 3 g L^{-1} de substrat, la solubilisation du nickel est quasi totale. Il est cependant nécessaire de rappeler ici que la teneur initiale de nickel étant faible ($\approx 30 \text{ mg kg}^{-1}$), les erreurs sur les analyses sont proportionnellement plus importantes. Il en est de même pour le cadmium et pour le chrome.

Tableau 4.6: Solubilisation du cadmium et du nickel

Concentration de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (g L^{-1})	Temps de séjour (jour)	Nickel		Cadmium	
		Réacteur en continu (%)	Réacteur avec recyclage (%)	Réacteur en continu (%)	Réacteur avec recyclage (%)
1	1	28.7	23.8	83.3	85.0
1	2	28.6	21.5	76.9	76.9
1	3	82.4	83.0	66.7	66.7
1	4	38.3	39.1	100	contamination
3	3	94.8	93.0	64.6	66.7

Le cadmium ne montre pas de tendance générale en fonction du temps de séjour. Sa teneur dans les boues est faible. Il y a eu contamination par une pièce métallique dans le réacteur avec recyclage au temps de séjour 4 jours. Les erreurs relatives d'analyse dans ce cas peuvent prendre des proportions importantes étant donné que les concentrations sont près de la limite de détection qui est de $0.005 \text{ mg Cd L}^{-1}$.

Le chrome et le plomb contenus dans ces boues sont très peu solubilisés lors du procédé biologique mis à l'essai dans le cadre de cette étude. Les % de solubilisation varient entre 0 et 5.6%. Les meilleures valeurs se produisent dans le réacteur avec recyclage avec un temps de séjour de 3 jours avec 3 g L^{-1} de substrat. Dans ce cas, 3.6% du plomb et 5.6% du Cr ont été solubilisés (Annexe 5.D). Les valeurs sont cohérentes puisque les sulfures de plomb sont oxydés en sulfate de plomb qui est très peu soluble (CRC, 1974). Le plomb a en plus une très grande affinité pour la matière organique qui est dans la phase solide ($K_B = 7.89 \times 10^{18}$: Theis et Hayes, 1980).

Le chrome dans une boue anaérobie est sous forme de Cr(OH)_3 (Tableau 2.1). Il n'est pas connu comme étant un substrat pour les thiobacilles et même si le diagramme d'équilibre de la figure 2.1B suppose sa solubilisation, celle-ci est très peu efficace. Il faut ajouter que $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ peut aussi bien demeurer insoluble que se solubiliser suivant la forme cristalline sous laquelle il se présente (CRC, 1974).

4.3.3 Solubilisation dans le bassin d'alimentation

La solubilisation dans le bassin d'alimentation a été évaluée au temps de séjour de 3 jours avec 3 g L^{-1} de substrat. Le tableau 4.7 présente le sommaire de ces résultats pour les quatre principaux métaux. On peut y voir que Zn et Ni se solubilisent dans l'alimentation (pH=4) de façon significative. Le cuivre et le cadmium sont très peu solubilisés.

La solubilisation du zinc dans le réservoir d'alimentation contribue, sans aucun doute, à l'obtention de meilleurs taux de solubilisation comparativement à ceux du cuivre. La figure 2.1E montre que la dissociation de ZnS en Zn^{+2} se produit pour une valeur du POR théorique supérieure à 0 mV si le $\text{pH} \leq 5$, contrairement au cuivre qui nécessite un POR supérieur + 250 mV (Figure 2.1F) pour réaliser la même transformation. Le zinc peut donc se solubiliser dans l'alimentation et non le cuivre. La même argumentation vaut pour le nickel (Figure 2.1C). Le bassin d'alimentation n'ayant pas été échantillonné pour les autres temps de séjour, il est impossible de généraliser ces conclusions. Il ne faut pas, non plus, oublier que le POR de l'alimentation dans cette expérience était élevé à une valeur de + 227 mV (réacteur en continu et avec recyclage à τ de 3 jours avec 3 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$); ce qui est considérablement plus élevé que la moyenne.

4.3.4 Influence de la concentration de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Après avoir entrepris les essais avec 1 g L^{-1} de substrat pour les quatre temps de séjour, il fut décidé d'envisager une autre concentration de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ au temps de séjour le plus prometteur. Les réacteurs ont donc été alimentés avec

Tableau 4.7: Solubilisation des métaux dans le bassin d'alimentation au temps de séjour de 3 jours avec une teneur de substrat de 3 g L⁻¹ de FeSO₄·7H₂O.

Cu %	Zn %	Ni %	Cd %
1.1	26.4	47.2	4.2

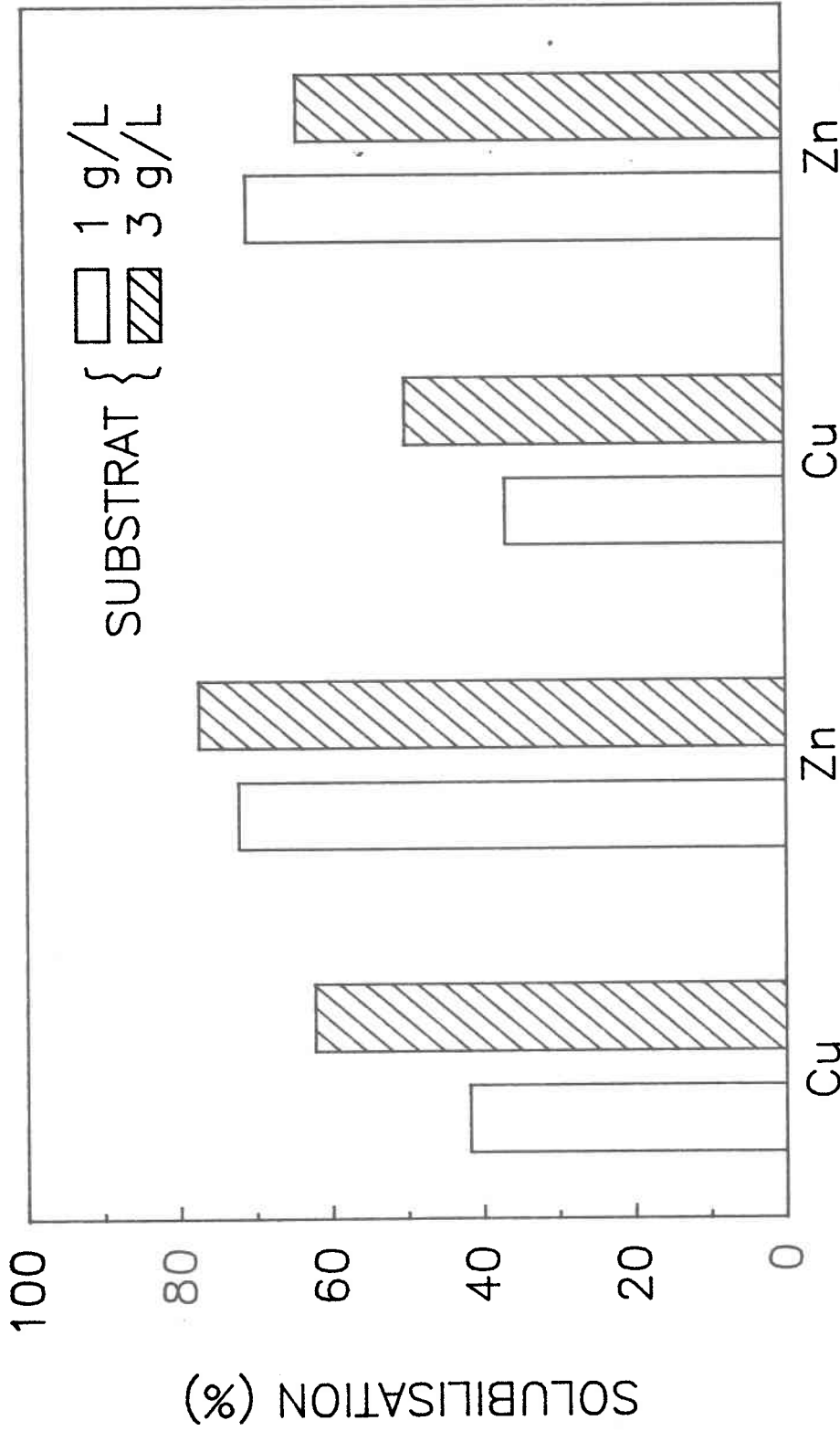
3 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ L^{-1} pour le temps de séjour de 3 jours. La figure 4.9 présente les résultats obtenus dans les deux réacteurs avec les deux concentrations de substrats pour $\tau = 3$ jours.

Il apparaît clairement dans le cas du réacteur en continu que la teneur de substrat plus élevée a amélioré la solubilisation du cuivre. Par ailleurs, l'effet sur la solubilisation du zinc est beaucoup moins marqué. Dans le réacteur avec recyclage l'augmentation de la concentration du substrat a accru la solubilisation du cuivre, mais a diminué celle du zinc. Parmi les explications possibles à cette baisse on peut noter la suivante. Dans le réacteur avec recyclage, le long temps de séjour dans le décanteur (90% de τ) peut mener à l'épuisement du sulfate ferreux. Le ZnS étant un substrat compétiteur, il est donc choisi pour remplacer le Fe^{+2} auprès des bactéries d'où l'augmentation de sa solubilisation. La forte augmentation du POR et le faible pH dans les réacteurs avec 3 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ semblent favoriser la solubilisation du cuivre dans les réacteurs comme on le constate à la figure 4.9.

De façon générale, l'augmentation de la quantité de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a des effets bénéfiques et particulièrement marqués pour le cuivre. Pour le zinc il ne semble pas très indiqué, d'après ces résultats, d'utiliser des concentrations de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ de l'ordre de 3 g L^{-1} .

4.3.5 Étude comparative des deux réacteurs

Le tableau 4.8 résume les données concernant l'ensemble des paramètres mesurés au cours de cette étude au temps de séjour de 3 jours avec 3 g L^{-1} de substrat.



RÉACTEUR EN CONTINU RÉACTEUR AVEC RECYCLAGE

Figure 4.9: Influence de la concentration de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sur la solubilisation du cuivre et du zinc dans les réacteurs à $\tau = 3$ jours.

Tableau 4.8: Comparaison des paramètres pour les 2 réacteurs opérés avec 3 g L⁻¹ de FeSO₄·7H₂O au temps de séjour de 3 jours

Paramètres	Réacteur en continu	Réacteur avec recyclage
Cu (% solubilisation)	62.2	50.1 (réacteur: 50.1) (surnageant: 35.5) (recyclage: 39.8)
Zn (% solubilisation)	77.4	64.1 (Réacteur: 64.1) (surnageant: 56.1) (recyclage: 64.1)
POR (mV)	523	501
Oxygène (% de saturation)	75.6	63.1
K _L a (h ⁻¹)	7.9	7.6
TCO (mg O ₂ L ⁻¹ min ⁻¹)	0.32	0.20
pH	2.8	2.9

Avec 1 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ il n'est pas possible de déterminer lequel des deux réacteurs est le plus efficace (Figure 4.7, 4.8). Avec 3 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, il apparaît plus clairement que le réacteur en continu est plus efficace que le réacteur avec recyclage. Le tableau 4.8 révèle que les deux réacteurs ont des $K_L a$ (coefficient volumétrique du transfert d'oxygène) quasi identiques même si l'aération est plus importante dans le réacteur avec recyclage (1.0 VVM versus 0.5 VVM). Le POR, la saturation en oxygène et le taux de consommation d'oxygène (TCO ou "OUR = oxygen uptake rate") de même que les taux de solubilisation sont plus élevés dans le réacteur en continu alors que le pH y est légèrement plus faible. Les résultats sont présentés à la figure 4.9.

La plus faible solubilisation dans le réacteur avec recyclage s'explique ainsi. Le temps de séjour dans le décanteur est long car on espérait ainsi pouvoir décanter la boue traitée. La boue, lorsqu'elle arrive dans le décanteur, voit sa teneur en oxygène descendre rapidement, car les bactéries le consomment. En conséquence le POR diminue et les métaux, en particulier le cuivre, reprécipitent sous forme de sulfures ou se complexent avec la matière organique. Cette hypothèse est appuyée par le tableau 4.8 qui montre que le pourcentage de solubilisation dans la boue recyclée est de 39.8% contre 50.1% dans le réacteur. Cette boue recyclée exerce une forte demande en oxygène dans le réacteur diminuant le POR du réacteur avec recyclage comparativement au réacteur en continu (tableaux 4.2 et 4.8). La figure 4.5c montre bien ces effets sur la solubilisation du cuivre. Quant au zinc, il est beaucoup moins influencé car il précipite sous forme de sulfure à un POR beaucoup plus faible (0 mV).

Les figures 4.1c, 4.2c et 4.3c et 4.4c appuient cette conclusion car on y constate que le POR et la solubilisation sont moindres dans le surnageant que dans le réacteur. Le surnageant est mieux oxygéné que la boue recyclée et a un POR faible (tableau 4.2) comparativement au réacteur et fort comparativement au POR de la boue recyclée.

En résumé, tout porte à croire que le cuivre est solubilisé dans le réacteur puis reprécipité en partie dans le décanteur pour revenir se solubiliser dans le réacteur. Le résultat global de ces deux processus est un rendement plus faible du réacteur avec recyclage. Idéalement la décantation de la boue devrait se faire plus rapidement, peut-être à l'aide de flocculant, pour éviter la précipitation des métaux. Une autre solution serait d'utiliser la centrifugation pour séparer la boue du liquide contenant les métaux, ce mode de séparation étant efficace selon Wong et Henry (1984a) qui réussirent à récupérer 95% des métaux en fonctionnant à 1100 g.

4.3.6 Décantabilité de la boue traitée

Les boues traitées sont particulièrement difficiles à décanter et c'est pour cette raison que le temps de séjour dans le décanteur a été fixé à une forte valeur. L'indice du volume des boues (IVB) est très faible (31.80 mL g^{-1}); ce qui devrait normalement garantir une bonne décantation rapide. Car, un IVB de 60 à 79 est excellent et la décantation se détériore à mesure qu'augmente l'indice du volume des boues (Gregory, 1984).

Cependant l'IVB ne tient pas compte de la qualité du surnageant de la décantation, car il suppose que le surnageant ne contient plus de solides.

Dans ce cas-ci il nous induit en erreur. La décantation partielle est rapide, mais elle n'est que partielle même après 3.6 jours. En fait en réexaminant le tableau 4.4, on s'aperçoit que le surnageant compte entre 0.8 et 1.4% de solides totaux (7900 à 14300 mg L⁻¹) qui ne s'explique certe pas par les 1000 mg L⁻¹ de FeSO₄·7H₂O et les quelques 50 mg L⁻¹ de métaux solubilisés. Il y a en fait formation d'une suspension colloïdale non décantable sans ajout d'aide flocculant. Environ 300 à 450 mg L⁻¹ de ces colloïdes seraient formés de bactéries, si on considère une bactérie moyenne comme un cylindre de 1.5 µm x 0.8 µm avec une densité de 1 g mL⁻¹ contenant 70% d'eau. Une conclusion possible est que la plus grande partie de ces colloïdes est constituée de boue. Ce surnageant a, comme toutes les boues utilisées, aux environs de 50% de SV et de 50% de SI.

En fait il y a environ le tiers du poids des boues qui est entraîné dans le surnageant avec les métaux solubilisés. Une bonne séparation est nécessaire à ce niveau, le surnageant contenant les métaux solubles doit être efficacement séparé de la boue qui se trouve ainsi décontaminée. Les métaux du surnageant sont alors précipités en remontant le pH à l'aide de la chaux vive (CaO) ou de la soude (NaOH). Il y a production d'une boue de métaux. Le procédé décontamine ainsi les 2/3 des boues et concentre les métaux dans le dernier tiers. Ce genre de procédé est inacceptable car il exige un mode de disposition sécuritaire pour le dernier tiers des boues fortement contaminées. Il faut donc envisager l'ajout d'aide flocculant ou encore procéder à un autre mode de séparation rapide tel la centrifugation. D'ailleurs Wong & Henry (1984a) sont arrivés à la conclusion que ni la décantation ou la filtration sous vide n'étaient adéquates pour séparer la fraction liquide de la fraction solide. Ils étudièrent la centrifugation à 1100 g qui se révéla très performante.

4.3.7 Réductions des solides volatils: (% SV)

Une boue digérée est supposée stable, c'est-à-dire que l'activité de décomposition devrait y être négligeable. Cette activité est en général mesurée par la réduction des solides volatils (Couillard, 1987c; EPA, 1979). Afin d'évaluer s'il y a une activité hétérotrophe (décomposition), un bilan du contenu en solides volatils, avant et après le traitement, est effectué pour le réacteur en continu au temps de séjour pour lesquels au moins 3 analyses des solides sont disponibles. Les résultats sont présentés au tableau 4.9.

L'examen des résultats confirme qu'il y a une légère réduction des solides volatils donc une activité hétérotrophe. En effet, en excluant le 15.8% à $\tau = 1$ jour (résultat probablement trop fort), le tableau 4.9 montre, qu'en moyenne, il y a une réduction de 1% par jour des solides volatils, et ce même si la boue est déjà stabilisée. Ce taux est très semblable (1%/jour) à celui suggéré par EPA (1984) qui mentionne 40 jours de digestion aérobie à 20°C pour réduire de 38% les SV dans une boue non stabilisée. Wong et Henry (1984b) ont étudié la population d'hétérotrophes avant et après lixiviation bactérienne des métaux. Ils trouvent 10 fois moins d'hétérotrophes après lixiviation (2.2×10^9 à 1.8×10^8 ind mL^{-1}), mais la population hétérotrophe (substrat = agar) reste tout de même élevée (1.8×10^8 ind. mL^{-1}). Il faut se rappeler ici que Thiobacillus acidophilus et Acidiphillum cryptum sont tous deux des hétérotrophes acidophiles facultatifs. Il y a peut-être aussi d'autres bactéries hétérotrophes acidophiles qui sont responsables du phénomène de réduction des SV. Plusieurs levures, (tel Lipomyces Starkeyi) et certains champignons sont des hétérotrophes acidophiles.

Tableau 4.9: Réduction des solides volatils dans le réacteur en continu

Substrat	Conditions	Alimentation		Réacteur		Nombre d'échantillons	Réduction des SV (%)
		ST (%)	SV (%)	ST (%)	SV (%)		
Concentration de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (g L^{-1})	Temps de séjour (jours)	ST (%)	SV (%)	ST (%)	SV (%)		
1	1	3.2 ± 0.1	48.6	2.8 ± 0.1	47.7	3	15.8
1	3	2.9 ± 0.1	47.0	2.8 ± 0.1	47.0	5	3.5
3	3	2.8 ± 0.1	48.4	2.8 ± 0.1	46.2	6	2.7

4.4 COEFFICIENTS BIOGINÉTIQUES

Le calcul des coefficients biocinétiques tels le rendement (Y_g en mg de bactéries fraîches par mg de substrat), le taux maximum de croissance (μ_m en h^{-1}), la concentration de substrat qui correspond à $\frac{1}{2} \mu_m$ et la constante de dégradation du substrat, (K_s en mg de substrat par litre), nécessite l'évaluation de la concentration du substrat à l'entrée et à la sortie du réacteur de même que celle de la population bactérienne. Or, dans le système étudié, il se trouve plusieurs substrats, soient les sulfures de métaux (MS) et le Fe^{+2} du $FeSO_4 \cdot 7H_2O$. Des contraintes techniques ont rendu impossible la quantification du Fe^{+2} dans les boues à l'entrée et à la sortie du réacteur.

L'auteur a tout de même essayé d'évaluer les constantes cinétiques à partir des concentrations de ZnS , Cu_2S , NiS et CdS . Cet essai est présenté dans l'annexe 8. La pente du graphique de Hofstee (μ/s vs μ ou S = concentration du substrat en $mg L^{-1}$) est en sens inverse à celle attendue. Les méthodes de Lineweaver-Burk, Hanes ont été essayées pour déterminer les coefficients biocinétiques. Tous ces essais ont donné des pentes inverses à celles attendues et ne sont donc pas présentées ici. Selon Grady et Lim (1980), le graphique de Lineweaver-Burk donnera une droite de pente opposée si le substrat (S) comprend de la matière non biodégradable. Dans la présente étude, la disponibilité du substrat (MS + Fe^{+2}) n'est pas bien connu. De plus, le Fe^{+2} n'ayant pas été analysé, cette omission rend probablement impossible la détermination des coefficients. En réalité, le substrat principal est probablement le Fe^{+2} qui est ajouté à une concentration de $200 mg L^{-1}$ ($1000 mg L^{-1}$ de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$) alors

que les sulfures de métaux ne représentent qu'environ 70 mg L⁻¹. Il est compréhensible dans ce cas de ne pas trouver de bons coefficients de régression entre $\frac{\mu}{S}$ et μ considérant que S ne tient compte que de 25% du substrat réel. On peut cependant affirmer que μ_m est plus grand que 0.042 h⁻¹ (1/24) car le réacteur a bien fonctionné à un temps de séjour de 1 jour et dans un réacteur en continu le taux de croissance (μ) est égal au taux de dilution (D) qui est l'inverse du temps de séjour. Donc pour $\tau = 1$ jour: $\mu = D = \frac{1}{24} = 0.042$.

$$\mu = D = \frac{1}{\tau} = \frac{1}{24} = 0.042 \text{ h}^{-1} \quad (23)$$

CHAPITRE 5

Discussion

5.1 RÉACTEURS APPROPRIÉS

L'étude a pour but de comparer un réacteur avec recyclage à un simple réacteur en continu. Le tableau 5.1 résume les résultats de solubilisation pour les divers temps de séjour.

Les systèmes étudiés ont été aptes à décontaminer des boues qui normalement ne peuvent servir de substrat efficace aux thiobacilles sans ajout de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Il est donc possible d'enlever les métaux dans les boues qui sont à la limite des normes québécoises du point de vue de leur teneur en cuivre, en ajoutant le sulfate ferreux ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).

Il semble que le réacteur avec recyclage soit inférieur au niveau du rendement de solubilisation. La reprécipitation ou la recomplexation du cuivre se produit dans le décanteur suite à une chute du potentiel d'oxydo-réduction. Cette chute de POR est due à la consommation de l'oxygène par les bactéries. Les métaux insolubles et la boue sont recyclés dans le réacteur. Ceci résulte en un plus faible POR et une moindre solubilisation dans ce réacteur lorsqu'on le compare au simple réacteur en continu. Cette conclusion n'écarte cependant pas complètement le réacteur avec recyclage pour l'enlèvement des métaux dans les boues résiduelles urbaines. Un mode de séparation liquide-solide rapide et efficace, comme la centrifugation ou l'ajout d'aide flocculant, pourrait permettre d'éviter les chutes de POR lors de la séparation et ainsi rendre le réacteur avec recyclage efficace. La centrifugation semblerait plus prometteuse à ce niveau selon Wong et Henry (1984a) qui constatent que la décantation (ne spécifient pas s'ils ont essayé des aides flocculants) et la

Tableau 5.1: Solubilisation du cuivre et du zinc et potentiel d'oxydo-réduction moyen dans les deux types de réacteur pour les divers temps de séjour.

Quantité de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ g L^{-1}	Temps de séjour (jours)	Solubilisation du Cu (%)		Solubilisation du Zn (%)		POR moyen des réacteurs (mV)	
		C ¹	R ²	C ¹	R ²	C ¹	R ²
1	1	23.1	25.6	54.1	58.1	442	418
1	2	26.0	25.5	65.3	62.7	330	405
1	3	41.8	36.9	72.2	70.8	436	410
1	4	36.6	33.2	83.7	97.2	325	298
3	3	62.2	50.1	77.4	64.1	523	501

¹ = réacteur en continu

² = réacteur avec recyclage

filtration sous vide sont inadéquates, alors que la centrifugation à 1100 g est très efficace.

Cette étude démontre aussi clairement que le potentiel d'oxydo-réduction (POR) est un paramètre très important dans la solubilisation des métaux. À ce sujet, le réacteur à recirculation interne pneumatique (RRIP) serait sans doute le meilleur réacteur pour solubiliser les métaux dans les boues car il a une efficacité de transfert d'oxygène très élevée (jusqu'à 90% versus 4 à 20% dans un réacteur conventionnel (Tran et Gannon, 1981). Dans un RRIP, le coût pour dissoudre une même quantité d'oxygène est beaucoup plus faible. Les essais de Beyer et al. (1987; 1986) démontrent la très grande efficacité de ce type de réacteur pour la désulfuration du charbon avec T. ferrooxidans. Il serait donc, sans doute, possible avec un RRIP de solubiliser les métaux en 1 ou 2 jours en utilisant 3 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, puisque pour le charbon le RRIP s'est révélé être 3 fois plus rapide qu'un réacteur conventionnel. L'économie faite sur la taille du réacteur et sur le temps d'aération permettrait ainsi d'utiliser la technologie du RRIP qui est un peu plus sophistiquée et dispendieuse qu'un réacteur en continu conventionnel.

5.2 COMPARAISONS ÉCONOMIQUES

5.2.1 L'épandage agricole versus les autres modes de disposition

La figure 5.1 présente le coût, en 1984, des divers modes de disposition des boues d'épuration au États-Unis (EPA, 1984). L'enfouissement est certes le mode le plus économique mais comme il a été mentionné au premier chapitre, il est peu applicable et peut entraîner des problèmes environnementaux. La

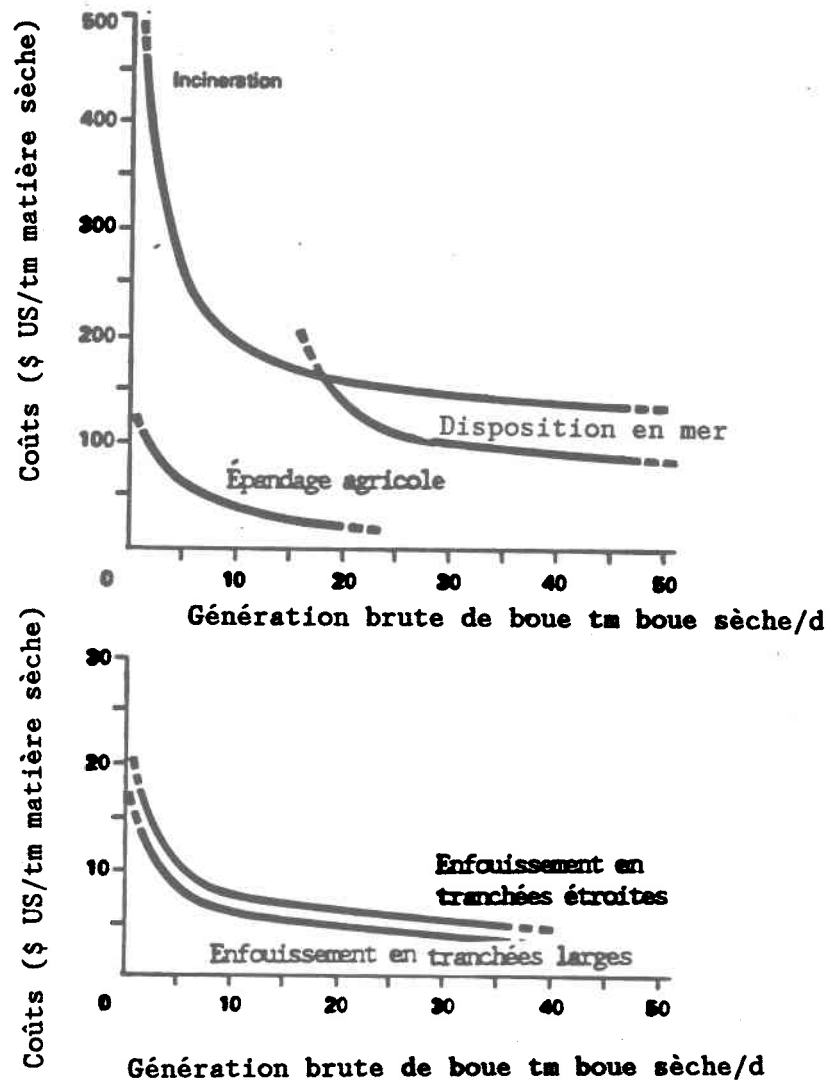


Figure 5.1: Coûts typiques pour l'épandage agricole (boue liquide), l'enfouissement (boue 20% solides totaux), la disposition en mer (20% solides totaux) et l'incinération (20% solides totaux) selon (EPA, 1984)

disposition en mer n'est pas applicable au Québec. Il ne reste donc que l'épandage agricole et l'incinération. Pour une usine qui génère 10 tonnes de boue par jour ($\approx 30\ 000 - 40\ 000$ habitants), il en coûterait environ 45\$ US/tm sèche (65.80 \$ CAN 1987) (inflation annuelle de 4%) pour l'épandage agricole et 190\$ US/tm sèche (278\$ CAN 1987) pour l'incinération (EPA, 1984). Une marge de 212\$ CAN tm^{-1} boue sèche est donc disponible pour procéder économiquement à l'enlèvement des métaux des boues contaminées. Environnement Canada (1985) arrive dans une toute autre gamme de coûts. Ce Ministère fédéral estime le coût de l'épandage agricole à 32\$ CAN tm^{-1} sèche en 1973 (76.80\$ CAN en 1987) et celui de l'incinération de 25 à 90\$ CAN tm^{-1} sèche (1973) (60 à 216\$ CAN 1987). Ce large écart pour l'incinération suppose probablement que la méthode du calcul des coûts pour l'incinération est très variable, certains auteurs ne comptant pas, par exemple, les coûts des installations (usage combiné pour déchets domestiques et boues), mais seulement les frais de fonctionnement. Par exemple à la Communauté urbaine de Québec (CUQ), l'incinération est privilégiée car on compte utiliser l'incinérateur de Limoilou qui brûle déjà les déchets domestiques (Couillard et al., 1987). La CUQ ne calcule donc pas les frais d'installation de l'incinérateur dans les coûts de l'incinération des boues résiduelles. Cette décision favorise donc l'incinération au dépend de l'épandage agricole. Il semble donc plus réaliste de retenir les coûts supérieurs de la gamme des coûts obtenus par la méthode d'Environnement Canada (1985) et de comparer 216\$ CAN (1987) pour l'incinération à 76.80\$ CAN (1987) pour l'épandage agricole. Une marge de 139.20\$ CAN tm^{-1} sèche est alors disponible pour la décontamination des boues.

5.2.2 Coûts des produits chimiques et comparaison entre les procédés chimiques et biologiques

Les coûts des produits chimiques pour les divers procédés chimiques et le procédé biologique sont présentés au tableau 5.2. Au mois de novembre 1987, les coûts du marché étaient de 121.75\$ CAN tm^{-1} H_2SO_4 à 99%, 80.45\$ CAN/tm CaO 92-95% (Jolichaux, 1987) 163\$ CAN/tm HCl concentré (C.I.L., nov. 1987) et 720\$ CAN/tm CH_3COOH glacial (99%) (C.I.L. nov. 1987). Piché (1988) a démontré que le sulfate ferreux provenant du procédé de Sidbec Dosco à Montréal (vendu à 55\$ CAN/tm $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: conversation téléphonique avec Gilles Lussier de Sidbec Dosco le 25 novembre 1987) est satisfaisant pour le procédé biologique. Ce produit qui est un résidu de procédé est aussi efficace que le réactif de laboratoire utilisé pour la croissance de Thiobacillus ferrooxidans. Sa pureté vérifiée s'est révélée très bonne. La comparaison des divers procédés énumérés au tableau 5.2 montre nettement que le seul concurrent potentiel au procédé de lixiviation biologique proposé est le procédé de Hayes et al. (1980). Ce dernier semble, à prime abord, n'être que de 68% plus dispendieux que le procédé biologique. Il y a, au niveau des coûts, plusieurs faiblesses puisque ce procédé nécessite premièrement une digestion aérobie à 55°C, puis une extraction à la même température. Un tel système devrait probablement être chauffé pour maintenir une température de 55°C. Il y a en effet controverse à savoir si ces systèmes peuvent être énergétiquement autosuffisants. Vismara (1985) conclut que l'autosuffisance énergétique est impossible pour une efficacité du transfert d'oxygène inférieur à 20% et ce même à 5% de solides totaux. Ce qui signifie qu'un RRIP devrait être utilisé et que la solubilisation serait difficile vu le haut pourcentage de solides. Le procédé biologique pour sa part, peut fonctionner à des températures aussi basses que

Tableau 5.2: Comparaison économique des procédés chimiques et biologiques

Type de procédé	Acide requis g de l'acide concentré par g boues sèches	Chaux requise g/g boues sèches	Coût en \$ CAN/t sèche		FeSO ₄ - 7H ₂ O Basé sur 2.75% ST		TOTAL \$ CAN/t	Références
			Acide	Chaux	[g/L] boue humide	\$ CAN		
Boues primaires + H ₂ SO ₄	0.5053	---	61.52	---	---	---	61.52 + chaux	Jenkins et al. (1981)
Boues primaires digérée + H ₂ SO ₄	0.7108	1.0 (chaux hydratée)	86.47	84.55	---	---	171.02	Jenkins et al. (1981)
Boues digérées anaérobies + H ₂ SO ₄ + Lixiviation bactérienne + lixiviation	0.1684	0.0736 (chaux vive	20.51	5.92	0	0.00	26.43	Tyagi et Couillard (1987a; 1987b)
	"	"	"	"	1	2.00	28.43	
	"	"	"	"	2	4.00	30.43	
					3	6.00	32.43	
Boues digérées anaérobies + H ₂ SO ₄ + Lixiviation bactérienne + lixiviation	0.176	0.0769	21.43	6.18	1	2.00	29.61	Cette étude
			"	"	3	6.00	33.61	
Boues digérées par procédé thermophile aérobie (55°C) + HCl	0.21	---	34.57	---	---	---	34.57 + chaux + énergie (55°C)	Hayes et al. (1980)
Boues digérées anaérobies + aération + HCl (2 sem.)	0.3261	---	55.42	---	---	---	55.42 + chaux	Logan et Feltz (1985)
Boues digérées aérobies + CH ₃ COOH	0.5265	---	379.08	---	---	---	379.08 + chaux	Legret et al. (1987)

10°C (Wong et Henry, 1984b). De plus, le coût de la chaux pour le procédé thermophile devrait être plus élevé que pour le procédé biologique étant donné que l'acidification s'est faite jusqu'à pH=2 au lieu de pH=3.0 dans le procédé biologique. Donc, en réalité, le procédé de Hayes et al. (1980) devrait aboutir à un coût beaucoup plus important, surtout qu'au Québec, dans les mois d'hiver, il peut être difficile de maintenir une autosuffisance énergétique.

Le procédé de Logan et Feltz (1985) représente des coûts en produits chimiques d'au moins 100% plus chers et il nécessite 2 semaines d'aération. Il est donc plus long et plus coûteux à opérer que le procédé biologique. Finalement, la tentative de Legret et al. (1987) bien qu'intéressante au niveau scientifique, coûte énormément cher en acide acétique. Comme le montre le tableau 5.2, à 33.61\$ CAN t⁻¹ sèche, le procédé biologique semble des plus compétitifs.

5.2.3 Intégration des coûts aux modes de disposition des boues résiduelles et comparaison avec la valeur fertilisante

La valeur moyenne de l'azote, du phosphore et du potassium contenus dans les boues en termes de coûts de remplacement des engrais chimiques est de 56.50\$ CAN tm⁻¹ boues sèches (Environnement Canada, 1985), soit 60.50\$ CAN tm⁻¹ boues sèches à 4% d'inflation par an, valeur 1987. En 1984 l'EPA (EPA, 1984) évaluait la valeur de la boue à 9.08\$ US de N, 28.33\$ US de P et 0.66\$ US de K par tonne sèche, soit environ de 56\$ CAN en 1987 au Canada (taux 1.3\$ CAN/\$ US). Donc, le cultivateur qui reçoit 1 t de boue décontaminée économise 60\$ CAN d'engrais qu'il n'a pas à acheter. Ce qui permet de couvrir les frais des produits chimiques (33.61\$ CAN tm⁻¹ sèche) du procédé.

Mettons-nous maintenant du côté de la municipalité qui au début, doit donner gratuitement son produit pour le faire accepter par les agriculteurs. Elle doit considérer 33.61\$ CAN tm^{-1} sèche comme coûts des produits chimiques et 76.80\$ CAN tm^{-1} pour le coût de l'épandage agricole. Le coût total atteint 110.41\$ CAN par tonne sèche. À cela, il faut ajouter les coûts des installations nécessaires à l'usine d'épuration (ceux au champs étant compris dans le 76,80\$ CAN) et les frais de fonctionnement. Ces frais sont inconnus à l'heure actuelle mais il est primordial que la technologie soit simple et peu coûteuse pour rester compétitive du point de vue des municipalités. À remarquer qu'aux États-Unis, la marge de 212\$ CAN entre l'incinération et l'épandage agricole permet de supposer que la rentabilité de l'enlèvement des métaux est quasi assurée même si les frais d'immobilisation et d'opération sont élevés.

Les coûts en immobilisations, en opération et maintenance sont calculés selon le livre de design de l'EPA (EPA, 1979) en considérant que la solubilisation bactérienne prend 4 jours. Ce calcul est présenté dans l'annexe 9. Une autre évaluation du coût, beaucoup plus élevé, a été faite en utilisant les données fournies dans la publication de Deeny et al. (1985) pour une digestion aérobie thermophile autochauffée qui coûte, selon eux, 160\$ US (1985) par tonne sèche pour une usine de 1 million de gallons par jour. Le transfert d'oxygène dans ce genre de réacteur étant élevé (12 à 23%), il a été considéré que la solubilisation des métaux se ferait dans le tiers du temps (2 jours) requis pour une digestion normale (6 jours). Ceci est appuyé par le fait que dans l'annexe 9, on peut constater que la solubilisation des métaux se fait en 4 jours soit le $\frac{1}{3}$ du temps requis pour la digestion mésophile aérobie (30°C) (16 jours).

Au tableau 5.3 il est facile de constater que le coût du procédé est de beaucoup supérieur au coût des produits chimiques seuls. Il est très intéressant de constater que même dans le pire des cas, le procédé biologique et l'épandage n'atteignent pas la valeur supérieure du coût associé à l'incinération. Ce tableau démontre bien que même en procédant à l'enlèvement biologique des métaux après digestion, l'incinération demeure plus coûteuse.

Pour la société, les coûts de la décontamination sont obtenus en soustrayant 60,00\$ CAN par tonne de boue épandue (valeur fertilisante) du coût total, (tableau 5.4). Il est apparent que pour la société, la décontamination des boues est plus économique que l'incinération. De plus, les effets environnementaux positifs tels le bénéfice apporté à l'environnement par le respect des cycles vitaux des écosystèmes en retournant à la terre ce qui vient de la terre (nourriture) et l'apport de matière organique qui combat l'érosion des sols, sont en faveur de cette option. De l'autre côté l'incinération pollue l'air (Cd, Pb, Zn) et nécessite l'enfouissement d'un volume important de cendres contaminées (40 à 70% du volume des boues sèches ou 5% du volume des boues humides, Benlakhdim, 1987)).

5.3 NORMES QUÉBÉCOISES D'ÉPANDAGE DES BOUES RÉSIDUAIRES

Le gouvernement du Québec restreint l'application des boues résiduares à l'aide d'une norme sur l'azote disponible. La norme québécoise à ce sujet est très sévère et elle n'autorise que l'épandage de 135 kg N disponible ha⁻¹ en 5 ans (Flynn et al., 1987) où l'azote disponible est calculé selon:

$$N_{\text{disp}} = [\text{NH}_4^+] + [\text{NO}_3^-] + [\text{NO}_2^-] + 0.30 (N_{\text{organique}})$$

Tableau 5.3: Coûts comparatifs ajustés en \$ CAN 1987 tm^{-1} boues sèches

Scénario	Épandage agricole avec décontamination				TOTAL	Incinération
	Produits chimiques	Épandage	Décontamination biologique			
Environnement Canada (1985)	33.61 \$	76.80 \$***	37.75 \$* à 78.32 \$**	148.13 \$ à 188.73 \$	60 \$*** - 216 \$	
EPA (1984)	33.61 \$	65.00 \$	37.72 \$* à 78.32 \$**	137.11 \$ à 177.73 \$	278.00 \$	
Royaume-Uni de Davis (1987)					120 à 180 \$	

* Selon EPA (1979) voir annexe 10. Ne comprend pas les intérêts d'emprunts.

** Selon Deeney et al. (1985), en comptant que la solubilisation coûte le tiers du coût de la digestion auto-chauffée aérobie thermophile (ATAD 1 Mgd) car on prévoit le tiers du temps pour la solubilisation des métaux (2 jours versus 6 jours dans ATAD) étant donné la haute efficacité du transfert d'oxygène dans ce genre de réacteur (12 à 23% d'efficacité du transfert d'oxygène).

*** Utilisant l'index de Marshall et Swift.

Tableau 5.4: Coûts de la décontamination des boues pour la société par tonne sèche

	Décontamination et épandage	Incinération
Coût pour la station d'épuration	148 à 188.73\$ CAN	60 à 216\$ CAN
Bénéfice à l'agriculteur en économie de fertilisant	60\$ CAN	0\$ CAN
Coût réel pour la société	88 à 128.73\$ CAN + bénéfice à l'environnement + prévention de l'érosion	60 à 216\$ CAN + Pollution de l'air et enfouissement des cendres

Tiré du tableau 5.3

En Europe, parmi les pays les plus sévères, les Pays-Bas autorisent 2 t ha^{-1} par année (10 t/ha par 5 ans), alors que la majorité des pays autorise de 5 à $10 \text{ t ha}^{-1} \cdot \text{a}^{-1}$, ce qui correspond à 25 et 50 t ha^{-1} en 5 ans (Tjell, 1986). Le tableau 5.5 présente les taux d'épandage possibles pour le maïs, premièrement selon la norme du $135 \text{ kg N}_{\text{disp}}$ par 5 ans (cas 1), deuxièmement sans cette limitation et basés sur les besoins en nutriments (cas 2). Le cas 5 reproduit pour fins de comparaison, un exemple américain de Salem en Oregon (EPA, 1984). Tous ces chiffres ont été calculés selon le guide des bonnes pratiques de Flynn et al. (1987), en utilisant les concentrations en azote et phosphore de la boue de Ville de Deux-Montagnes (Tableau 5.5).

Les périodes maximales d'épandage pour atteinte des seuils critiques en métaux dans les sols sont aussi calculées selon que la norme de $135 \text{ kg N}_{\text{disp}}/5$ ans est appliquée ou non (cas 1 et 2) et en troisième lieu (cas 3), basées sur les besoins en N_{disp} des plantes (sans la norme de $135 \text{ kg N}_{\text{disp}}$ par 5 ans) mais avec décontamination de la boue à 80%. Le détail de ces calculs est fourni dans l'annexe 10 et suppose que la boue de ville de Deux-Montagnes soit à la limite de $2500 \text{ mg Zn Kg}^{-1}$ de boue sèche et que Cd soit à 15 mg Cd Kg^{-1} de boue sèche; ces deux valeurs étant les normes obligatoires à respecter pour l'épandage agricole des boues.

Il est évident, à première vue, que la norme sur l'azote en limitant l'épandage agricole défavorise grandement celle-ci au niveau économique. En effet, l'épandage de 5 fois moins de boue par hectare oblige la municipalité à transporter les boues beaucoup plus loin en désavantageant l'épandage agricole vis-à-vis de l'incinération. C'est une des raisons pour lesquelles la Communauté urbaine de Québec (CUQ) conclue que seulement le quart des boues

Tableau 5.5: Scénarios d'épandage des boues résiduaires.

Cas	Épandage possible tm boues sèches/ 5 ans	Années d'épandage		Remarque
		Basé sur Zn	Basé sur Cd	
1	Norme (135 Kg N ^{disp}) par 5 ans	175	349	+ 703.8 kg N/5 ans empêche l'épandage économique
2	Limitation sur N ^{disp} requis par le maïs (sans norme de 135 Kg N ^{disp} /5 ans)	35	70	Empoisonnement à court terme
3	Limitation sur N ^{disp} requis par les avec boues décontaminées à 80% pas de norme sur N	175	350	Favorise l'épandage et augmente la période utile
4	Facteur B/A			
5	Selon Oregon limité par P (EPA, 1984)			+ N d'engrais chimique

peut être épandu à cause du manque de terres aptes à recevoir ces boues, les 75% supplémentaires seront incinérés (Couillard et al., 1987). Cette norme a donc des effets insidieux majeurs.

Cependant, cette norme étire de beaucoup la longévité de l'épandage permettant celle-ci pendant 175 ans au lieu de 35 ans pour le Zn. D'un autre côté, elle obligera l'agriculteur à suppléer les 703.8 kg N ha⁻¹ par des fertilisants chimiques pendant ces 5 ans pour la culture du maïs (180 Kg N/an). Or les fertilisants chimiques qui sont des sels d'azote tels l'urée, le chlorure d'ammonium, le nitrate d'ammonium, des sels d'ammonium phosphatés, etc., sont aussi solubles que l'azote des boues qui est aux environs de 50% sous forme organique, donc moins disponible à la lixiviation. En Amérique du Nord, l'ammoniac dilué dans l'eau et les sels d'urée sont les plus utilisés (Tisdale et al., 1985). Il semble donc que cette norme sur l'azote ne vise pas à éviter les problèmes de pollution de l'eau de drainage par l'azote. D'ailleurs à ce sujet, Alan Rubin (Kuchewritter, 1988) de l'EPA est d'avis qu'il est plus approprié de régler le problème de la pollution des eaux de surface par l'azote par le biais de bonnes techniques de gestion des boues, tels des taux d'application répondant aux besoins des plantes (Kuchenritther, 1988).

Les résultats obtenus par plusieurs scientifiques au sujet des pertes d'azote lors de l'épandage ont été présentés lors d'un congrès au Danemark en 1985 (KOFOED et al., 1986). Les scientifiques présents au congrès conclurent que les pertes d'azote par lixiviation lors d'épandage des boues et de fumiers ne se présentent que lorsque les applications sont trop importantes et qu'elles sont faites sur des sols nus ou en pente. Une application de 200 kg N/ha·a ne présente pas de problèmes sérieux dans le cas des boues résiduaires. Le

problème du purin de porc est quant à lui beaucoup plus critique. Ils conclurent aussi que les pertes par évaporation de l'ammoniac sont beaucoup plus sérieuses que la lixiviation et que ces pertes représentent en Irlande, 35% de l'azote ajouté. Hinesley et al. (1979) arrivent à la même conclusion. Ils proposent donc l'injection des boues dans le sol pour éviter cette sublimation de l'ammoniac.

La perte d'azote (NH_4^+ , NO_3^- , NO_2^-) au niveau de l'usine d'épuration est importante lors de l'essorage de la boue (Environnement Canada, 1985). Le calcul du taux d'épandage permis à partir d'un échantillon pris sur une boue non essorée est donc faussé si cette boue est par la suite essorée et appliquée par aspersion. Il faudrait tenir compte des pertes d'azote par sublimation et par essorage.

Tous ces arguments mènent vers la conclusion que la norme du 135 kg N_{disp} par hectare par 5 ans est trop restrictive et nuit grandement à l'avènement de l'épandage agricole au Québec. Il serait plus approprié de procéder à l'épandage de 180 kg N_{disp} /ha·an par les boues pour le maïs (l'élément limitant ici) et même dans ce cas on aurait besoin d'un peu d'engrais chimique comme démarreur pour la culture.

5.3.1 Utilité de la décontamination d'une boue qui est à la limite permise pour sa teneur en métaux (Zn et Cd)

Le tableau 5.4 démontre que la décontamination d'une boue, se situant à la limite pour sa teneur en zinc, permet d'augmenter la période d'épandage sur un sol donné de 35 ans à 175 ans avant d'atteindre le seuil critique pour la phyto-toxicité. Comme aux États-Unis (Wozniak et Huang, 1982), en Angleterre

(Lester et al., 1983) et en Ontario (Wong et Henry, 1983) plus de la moitié des boues dépasse les normes, et que tous ces gouvernements ont des normes plus permissives que le Québec (tableau 1.1), il apparaît évident que les municipalités du Québec auront à affronter le même problème.

Au Québec, la moyenne des teneurs en cuivre des boues de 57 petites municipalités est de 551 mg Cu Kg⁻¹ (Flynn et al., 1987), alors que la limite recommandée est de 600 mg Cu Kg⁻¹. Pour le manganèse la moyenne est de 701 mg Kg⁻¹ alors que la limite est de 800 mg Mn Kg⁻¹. Les boues de ville de Deux-Montagnes dépasse la limite recommandée pour le cuivre, alors que Valcartier (≈ 10 000 habitants) dépasse par plus de 100% la limite obligatoire pour le cuivre. Au premier chapitre, il a été indiqué que 53% des boues analysées dans la première moitié de 1988 dépassaient les normes obligatoires pour leur teneur en éléments potentiellement toxiques. Le cuivre étant l'élément le plus problématique.

5.4 ÉTUDE DES DIVERS MODES D'APPLICATION DE L'EXTRACTION DES MÉTAUX AVEC LA DIGESTION AÉROBIE MÉSOPHILE

Au Québec, la très grande majorité des processus de digestion sont aérobies mésophiles (St-Yves, 1988; Flynn et al., 1984). Jusqu'à maintenant tous les essais de solubilisation biologique des métaux ont été faits sur des boues anaérobies. Il est donc opportun étant donné le contexte québécois, d'explorer les possibilités du procédé d'extraction des métaux sur les boues aérobies. Selon Legret et al. (1987, 1983), la spéciation des métaux dans les boues aérobies diffère très peu de celle des boues anaérobies. La fraction sulfure ajoutée à celle des complexes avec la matière organique est aussi importante ce

qui peut laisser penser qu'il y a du substrat pour les thiobacilles. La plus grande différence existe entre les boues brutes et les boues digérées. Dans les boues brutes, les métaux sont sous des formes plus disponibles donc plus faciles à solubiliser. La proportion de métaux liés à la phase oxydable (organique + sulfure) et acido-soluble est en fait plus prédominante dans les boues brutes mixtes (primaires + secondaires) que dans les boues digérées (Legret et al., 1987, 1983). On peut donc s'attendre à une solubilisation des métaux plus facile avec les boues brutes, pour un même pH.

Ahlberg et Boyko (1972) et Couillard (1987b) mentionnent que les boues primaires ralentissent le processus de digestion aérobie, de plus comme ces boues contiennent une quantité importante de matière inerte, il apparaît opportun de se demander si elles doivent être incluses dans la digestion aérobie. Il est important de se rappeler que si les procédés décrits sont appliqués sur des boues mixtes (primaires + secondaires) le temps requis pour compléter les réactions sera toujours plus long.

Diverses possibilités s'offrent. La digestion aérobie peut être opérée normalement jusqu'à nitrification ou non, puis les boues sont transférées dans un autre bassin où la solubilisation des métaux se fait en 3 ou 4 jours. Entre les deux bassins, le pH de la boue est ajusté à 4 avec l'acide sulfurique, la quantité nécessaire de sulfate ferreux, soit aux environs de 3 g L⁻¹ de boue liquide, serait alors ajoutée dans le deuxième bassin. Une autre possibilité serait d'acidifier les boues brutes, d'ajouter le substrat pour les Thiobacillus et d'opérer ainsi une stabilisation combinée avec l'extraction des métaux. Seules des recherches adéquates permettront d'établir la meilleure façon d'opérer. Dans les sections qui suivent, ces diverses options sont

évaluées selon la littérature et d'après l'expérience acquise du procédé de solubilisation des métaux dans les boues résiduaires anaérobies.

5.4.1 Extraction post digestion et discussion de l'utilisation de la nitrification comme agent acidifiant

De façon générale, il est préférable d'opérer à une température de 30 à 35°C pour obtenir une réduction plus rapide des solides volatils (EPA 1979). Pour ce faire, dans les procédés thermophiles, l'opérateur maintient les solides en suspension à un minimum de 3% dans le réacteur, qui est couvert, isolé et enfoui dans le sol. Cette technologie simple est tout à fait utilisable dans notre cas. Ahlberg et Boyko (1972), en employant ces techniques et un réacteur (grandeur nature) en 2 étapes à murs communs, réussissent à fonctionner à 13.5°C en hiver et à 25°C en été. Il est donc relativement aisé de fonctionner à des températures adéquates (% solides totaux non spécifié). Par contre, il ne doit pas y avoir plus de 3% de solides totaux pour que la solubilisation des métaux soit efficace, car le taux de solubilisation est inversement proportionnel au pourcentage de solides. Selon Wolinski et Bruce (1984), une épaisse couche de mousse favorise grandement l'efficacité du transfert d'oxygène (ETO), donc la température. Ces auteurs ont, en effet, observé une efficacité du transfert d'oxygène de 100% due à une épaisse couche de mousse qui empêche l'oxygène de s'échapper. Pour une meilleure efficacité du transfert d'oxygène, il est suggéré de prévoir de l'espace dans le réacteur pour conserver cette mousse.

La nitrification et l'oxydation des matières organiques produisent respectivement de l'acide nitrique et des acides organiques. Les principales bactéries des boues activées sont: zooglea ramigera, bacillus subtilis,

bacillus proteus, E. coli, bacillus aéro-gène, micrococcus et les streptocoques fécaux. Elles produisent toutes des acides organiques lors de l'oxydation de la matière organique (Vishniac, 1974). Elles ont toutes un optimum de croissance aux environs de pH 5.0 (sauf zooglea ramigera) et de 30°C. Les bactéries nitrifiantes ont leur optimum de croissance aux environs de 28 à 30°C (Randall et al., 1975; Couillard, 1987 d). Ce qui est nettement visible sur la figure 5.2. Lors de la nitrification ces bactéries peuvent abaisser le pH jusqu'à 4 dans certains cas (Koers et Mavinic, 1977).

5.4.1.1 Digestion aérobie menée jusqu'à nitrification puis extraction des métaux

La nitrification pouvant abaisser le pH de 7 qu'il est à des valeurs entre 4 et 6, il est proposé dans ce mode d'exploitation de laisser la digestion aérobie se maintenir assez longtemps pour obtenir une nitrification. Le transfert subséquent de la boue dans un deuxième bassin tout en ajustant le pH à 4 avec H_2SO_4 précède la solubilisation des métaux. L'avantage d'un tel procédé est l'économie d'acide pour abaisser le pH. La consommation d'acide pour atteindre pH 4 est évaluée à environ 21.43\$ CAN/t boue sèche (section 5.2). Par contre, en opérant la minéralisation de l'azote organique ($N\text{-org} \rightarrow NH_3$) et la nitrification ($NH_3 \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO_3^-$), on solubilise l'azote sous la forme NO_3^- qui est perdu pour la boue lors de l'essorage. Selon l'EPA (1984), l'azote vaut 9.08\$ US/tm boue sèche soit environ 12\$ CAN au prix de 1987. L'usine ferait, en fait, une économie au niveau de l'acide mais l'agriculteur se retrouverait avec une boue de moindre valeur agronomique. Déjà l'azote est parfois à de faibles concentrations (5.1%) par rapport au phosphore, (2.0 %) dans les boues car les plantes requièrent plus d'azote que de phosphore (Flynn et al., 1987).

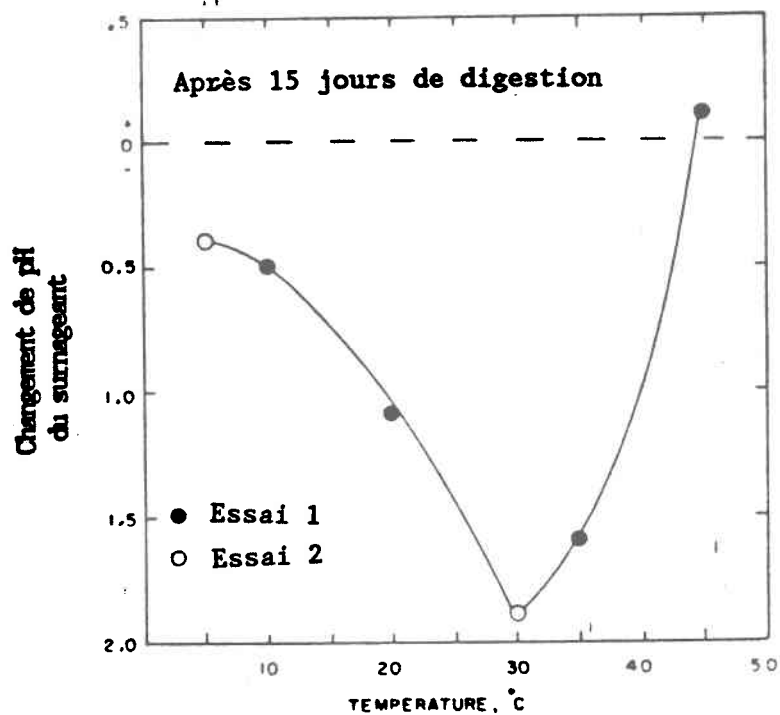


Figure 5.2: Effet de la température sur le changement de pH principalement dû à la nitrification lors de la digestion aérobie (Randall et al., 1975).

D'ailleurs à Salem en Oregon, la boue est additionnée d'azote ammoniacal avant d'être épandue sur les terres agricoles (EPA, 1984). Il faut aussi mentionner que lors de l'essorage des boues anaérobies, l'ammoniac est perdu via le surnageant (Environnement Canada, 1985).

Que l'azote soit sous la forme ammonium ou nitrite-nitrate, il est évident qu'il y aura une perte importante d'azote. Lors de l'essorage puis de l'épandage, si elle est sous forme d'ammonium et lors de l'essorage si il est est sous forme de nitrate. En ce sens, le mode de fonctionnement minéralisation nitrification de l'azote organique ne réduirait peut-être pas tellement plus l'azote dans les boues que le mode d'extraction sur les boues anaérobies. Car, si l'azote est sous forme NH_4^+ (boue anaérobie décontaminée) il y a sublimation de l'ammoniac lors de l'épandage. Sur une boue aérobie ($\text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$), cette perte par sublimation est moindre ou inexistante.

D'autres problèmes sont aussi causés par ce mode de fonctionnement. L'acide nitrique est toxique pour T. ferrooxidans. À 5 mM de HNO_3 , dans un tampon à pH=3, le taux d'oxydation du Fe^{2+} baisse de 80%. Les acides organiques simples réduisent de 10 à 60% l'oxydation de Fe^{2+} par les thiobacilles pour la même concentration de substrat et le même pH (Ingledew, 1982). Il est cependant certain que la concentration maximale atteinte (pH=4) de HNO_3 , sera 0.1 mM donc 50 fois moindre. La réponse à la toxicité de HNO_3 , et des acides organiques devra être vérifiée en laboratoire.

Un autre problème est l'inhibition de la nitrification causée par les métaux lourds. Selon Anthony et Breimhurst (1981), les concentrations en métaux données au tableau 5.6 inhibent le processus de nitrification. Il est à

Tableau 5.6: Seuils des concentrations de métaux solubles qui inhibent le procédé de nitrification.

Métal	Seuils des concentrations des métaux solubles causant une inhibition de la nitrification (mg/L)	Métaux solubles dans les boues à pH 4 (mg/L)
	Anthony et Breimhurst (1981)	Cette étude
Cr ⁺⁶	0.25	0 - 0.06
Cu	0.05 - 0.5	0 - 0.09
Pb	0.5	0
Ni	0.25 - 0.5	0 - 0.50
Zn	0.08 - 0.5	0 - 6.0

remarquer qu'il s'agit des concentrations solubles. Il serait assez vraisemblable de rencontrer de telles concentrations dans des boues (surtout Ni et Zn) qui ont besoin qu'on en extrait les métaux. Au tableau 5.6, il apparaît nettement qu'à pH = 4, les concentrations de zinc et de nickel solubles dépassent les seuils d'inhibition des bactéries nitrifiantes. En résumé, cette approche comporte plusieurs interrogations et semble prometteuse en premier examen, cependant, il y a de bonnes chances que la nitrification soit inhibée. Seule l'expérimentation permettra de vérifier ce point.

5.4.1.2 Digestion aérobie conventionnelle sans nitrification suivie de l'extraction des métaux

Une économie de temps et d'énergie pour l'aération devrait être réalisée en comparaison avec l'extraction des métaux après digestion anaérobie. En effet, l'augmentation du potentiel rédox de la boue anaérobie de -300 à + 100 mV demande l'aération à 1 VVM pendant une journée au minimum. C'est seulement après cette aération que la solubilisation des métaux dans une boue digérée en anaérobiose peut démarrer. De plus, comme déjà mentionné au paragraphe 5.4, les métaux, dans une boue digérée aérobie, sont plus facilement mobilisables que dans une boue anaérobie. Il serait donc opportun d'étudier cette possibilité en laboratoire en parallèle avec la première méthode déjà mentionnée (voir 5.4.1.1)

5.4.2 Digestion aérobie combinée à l'extraction des métaux

La stratégie dans cette approche est d'utiliser les boues fraîches, de les acidifier à pH=4 avec l'acide sulfurique, d'ajouter le sulfate ferreux et

d'opérer la digestion des boues et la solubilisation des métaux simultanément. La question qui demeure est de savoir s'il est possible de réduire les solides volatils (SV) de 38% en un temps raisonnable. Pour répondre à cette question, l'étude des gammes de survie des principaux organismes présents dans les boues résiduaires en fonction du pH (tableau 5.7) est nécessaire (de Vishniac, 1974; Skinner et al., 1980).

D'après ce tableau, il semble y avoir très peu d'organismes qui peuvent survivre à un pH de 3.0. Par contre, les champignons et les levures peuvent tolérer les pH acides. Entre autres, la levure Lipomyces Starkeyi abaisse le pH de 6.9 à 3, en quatre jours, lorsqu'elle croît sur le glucose. Dans les bactéries Thiobacillus acidophilus et Acidiphillum cryptum sont des hétérotrophes acidophiles qui ont un optimum de croissance à pH=3 (section 2.4). Dans des expériences d'extraction des métaux sur une boue déjà digérée de façon anaérobie, l'auteur observe une diminution de VSS de 3% sur 3 jours (voir section 4.3.7). Ceci est à peu près équivalent aux taux de digestion aérobie mésophile. Ces premiers résultats expérimentaux semblent donc encourageants, surtout considérant que la boue est déjà stabilisée, donc théoriquement beaucoup plus résistante à une réduction des SV.

Pour la réduction des pathogènes un pH acide, une oxygénation et une température assez élevée (30°C) favorisent la destruction d'un grand nombre de bactéries. En effet, Gerba et al. (1975) constatent que Salmonella thyphosa (typhoïde) meurt très rapidement à pH=3 ou 4 et que E. coli et Streptococcus faecalis meurt en quelques jours dans un sol à pH=2.9 à 4.5. Berg (1978) semble conclure que les virus sont plus stables à pH=6.0, et que la résistance des virus diminue pour des pH fortement acides ou fortement basiques. Ainsi sur

Tableau 5.7: Gammes de pH tolérés pour divers types de micro-organismes qui peuvent être présents dans les boues d'épuration (selon Vishniac, 1974 sauf pour les champignons et levures)

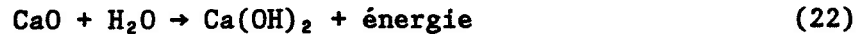
Micro-organismes	Gamme de pH tolérés	pH final lorsque croissance sur Monosaccharide
<u>Zooglea ramigera</u>	Pas de croissance à pH 4.5 ou 9.6	---
<u>Streptococcus</u>	4.1 - ?	4.1 - 4.6
<u>Bacillus subtilis</u> (synonyme B-mésentéricus)	5.5 - 8.5 limite non connue	?
<u>B. coagulans</u>	4.0 - ?	4.0 - 5.0
<u>B. proteus</u>	?	?
<u>Micrococcus</u>	4.5 - ?	4.5 - 5.9
<u>Gluconobacter</u> (fruit surrissage)	4.5 - ?	4.5
<u>Acetobacter peroxydans</u> (surrissage) des végétaux	4.0 - ?	4.0
<u>Lactobacillus aéro-gène</u>	4.5 - 5.8	4.5
<u>E. coli</u>	4.5 - ?	Forme acide formique
<u>Thiobacillus acidophilus</u>	1.5 - 6.0	---
<u>Acidiphillum cryptum</u>	2.0 - 6.0	---
Champignons et levures*	2.0 - 7.0 1.5 - 3.5	

* Réf.: Skinner et al., 1980

la gamme étudiée (4.0 à 8.0) pour l'adénoviruse le pH=4.0 est le pH le plus hostile au virus. L'EPA (1979) et Couillard (1987a) indiquent que la survie des virus dans le sol est favorisée par un pH légèrement alcalin. Berg (1978) conclut que les Streptocoques fécaux sont les meilleurs indicateurs de survie des virus, et Gerba et al. (1975) affirment que ceux-ci ne survivent que quelques jours à pH=3.0. Comme le procédé proposé durera au moins 10 à 15 jours, il y aura destruction d'une quantité importante de Streptocoques fécaux.

Pour ce qui est des oeufs d'helminthes l'oxygénation semble plus efficace que l'acidité (Black et al., 1982); car ils peuvent se développer dans des solutions à 50% d'acide sulfurique (Hays, 1977).

Cependant, Schwartzbrod et al. (1987) et Stien et Schwartzbrod (1987) affirment que le conditionnement à la chaux et au chlorure ferrique diminue la viabilité des oeufs d'helminthes surtout des cestodes (Taenia saginata et T. solium), il semble en être de même pour les entérovirus. Étant donné que les boues devront être neutralisées à la chaux et qu'elle contiennent du fer, il est probable que cet effet se fera sentir, surtout si la chaux vive est utilisée. La chaux vive peut monter la température à 70°C lors de la neutralisation de la boue acide. Ce qui équivaut à pasteuriser la boue, diminuant ainsi considérablement le risque de contamination par les pathogènes. En effet, les suédois et les danois lors de la stabilisation avec la chaux vive réussissent à tuer les salmonelles et les parasites grâce au dégagement de chaleur de la réaction exothermique suivante:



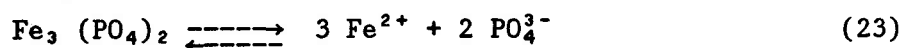
qui porte la température à 80°C (EPA, 1979). Ce dégagement de chaleur est vrai pour des boues déshydratées neutralisées à la chaux vive car la masse d'eau est faible et la température monte rapidement. Globalement ce procédé semble promettre la destruction des salmonelles et peut-être celle des helminthes lors de la neutralisation avec CaO. Ceci est important car Environnement Canada (1985) conclut que les plus gros risques hygiéniques des boues viennent des salmonelles et de Taenia saginata.

En conclusion, ce dernier type de procédé semble plus apte à détruire les pathogènes que les digestions conventionnelles (aérobies et anaérobies). Il constitue aussi une économie si on réussit à réduire les VSS, tuer les pathogènes et enlever les métaux dans le temps équivalent à la digestion aérobie mésophile. Dans cette optique le seul coût supplémentaire qu'il impliquerait serait le coût des produits chimiques (H₂SO₄, FeSO₄, CaO). Le procédé serait alors probablement moins onéreux (33.61\$ CAN (tableau 5.2) versus 60.00\$/tm sèche (tableau 5.4) pour N, P, K) que la valeur en engrais que les boues contiennent. Ce serait donc un mode élégant de disposer des boues. Il reste cependant beaucoup d'hypothèses à prouver et d'expériences à opérer pour mettre au point les techniques ici énumérées.

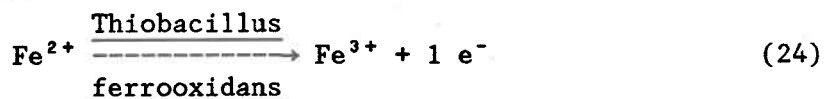
5.4.3 Le cas des boues de déphosphatation

Aux États-Unis, l'EPA (1984) prévoit que la quantité des boues doublera avant l'an 2000, ceci est dû à l'imposition de traitement tertiaire visant l'enlèvement des éléments nutritifs. L'élément nutritif le plus susceptible de

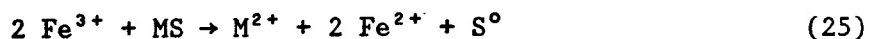
causer l'eutrophisation des étendues d'eau douce est le phosphore (Lee et al., 1978; Lee, 1973). Une méthode simple de le précipiter est l'ajout de FeCl₃ (Ramalho, 1983; Couillard, 1987d). Le procédé requiert 10 mg Fe³⁺/L, soit 50.0 mg FeSO₄·7H₂O L⁻¹. Considérant que le volume de boues correspond à 1% du débit de la station (Davis, 1986), on retrouvera 5.0 g FeSO₄ L⁻¹ de boue, ce qui est plus que ce qui a été utilisé (3 g L⁻¹) dans l'expérimentation pour la solubilisation des métaux. C'est donc dire que si ces boues étaient traitées pour l'enlèvement des métaux, on peut espérer sauver sur le sulfate ferreux si le fer dans cette boue est sous une forme disponible et utile aux bactéries. Si le fer est ajouté sous forme de FeSO₄·7H₂O, il devrait normalement précipiter sous forme ferreux, (Fe₃(PO₄)₂) dans ce cas, ce phosphate ferreux devrait être en équilibre (Couillard et Tyagi, 1986) selon l'équation:



Dans l'enlèvement des métaux, les thiobacilles oxydent le Fe²⁺ (Tyagi et Couillard, 1988) selon l'équation:



Et le fer ferrique réagit avec les sulfures de métaux pour les solubiliser,



Le soufre résultant est biologiquement oxydé.

Il est cependant possible que le mécanisme soit bloqué par une spéciation particulière du fer (ferrique par exemple). Ce blocage est observé dans le cas des boues de Ville de Deux-Montagnes qui contiennent autour de 18 000 mg/kg de fer en milieu anaérobie, donc sous forme Fe^{2+} et qui n'est pas apte à supporter la vie des Thiobacillus ferrooxidans. Alors que si on y ajoute du $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ les thiobacilles prolifèrent. Seule l'expérimentation amènera une fois de plus la réponse à ces questions.

L'étude des divers modes de digestion, du mode de solubilisation bactérienne des métaux et de la sensibilité des organismes pathogènes a permis d'élaborer plusieurs hypothèses de recherches intéressantes. Les difficultés à opérer efficacement la digestion anaérobie et les restrictions de plus en plus sévères pour les pathogènes favorise le développement de procédés plus efficaces. Dans cette optique, il est très intéressant de procéder à des expérimentations selon les trois modes proposés. Le développement d'un procédé, apte à enlever les métaux et les pathogènes, qui s'intégrerait à la digestion serait un grand pas dans la gestion des boues résiduaires municipales.

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

L'étude de deux types de réacteur, un simple réacteur en continu et un réacteur en continu avec recyclage, permet de mieux comprendre le procédé de solubilisation bactérienne des métaux. Le réacteur avec recyclage s'avère moins efficace à solubiliser les métaux que le réacteur en continu. Cette moins grande efficacité du réacteur avec recyclage s'explique par une chute du potentiel d'oxydo-réduction dans le décanteur. Le temps de séjour dans le décanteur est très long, dû à la difficulté de décanter la boue traitée. Les bactéries consomment alors l'oxygène entraînant une abaisse de POR et la réprécipitation ou la recomplexation du cuivre et du zinc dans une moindre mesure. La boue recyclée a un POR faible, en entrant dans le réacteur, cette boue exerce donc une forte demande en oxygène. De plus, les métaux qui ont été réprécipités (ou recomplexés) dans le décanteur doivent être resolubilisés dans le réacteur. Globalement, le réacteur avec recyclage solubilise moins de Cu et de Zn dans les mêmes conditions. L'influence du POR sur la solubilisation du Cu est très évidente alors qu'elle l'est un peu moins pour le Zn. La solubilisation du Ni semble être favorisée par un fort POR, le cadmium pour sa part ne semble pas subir l'influence du POR en autant que celui-ci soit plus élevé que 200 mV.

Une décantation de 3.5 jours n'est pas efficace pour séparer convenablement la boue du surnageant qui contient au minimum 0.8% de solides totaux. La faiblesse du réacteur avec recyclage résulte de cette difficulté à opérer la séparation solide-liquide. Une séparation plus rapide avec des aides flocculants ou l'utilisation de la centrifugation permettrait, probablement, de rendre efficace le réacteur avec recyclage.

Les expériences exécutées semblent indiquer une compétition entre les divers substrats soit le sulfure de zinc, le sulfate ferreux et sulfure cuivreux. Les meilleurs résultats pour le Cu sont obtenus avec 3 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ au temps de séjour de 3 jours, 62.2% du Cu et 77.4% du Zn sont solubilisés. L'augmentation de la concentration de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (1 puis 3 g L^{-1}) permet d'augmenter grandement la solubilisation du cuivre. Pour le zinc, le bénéfice est beaucoup moins net, et dans certains cas il y a baisse de solubilisation dans le réacteur avec recyclage. Pour le zinc, la solubilisation la plus forte, est obtenue au temps de séjour de 4 jours avec 1 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dans le réacteur avec recyclage (POR faible). Il est donc possible de conclure que le paramètre important pour la solubilisation du zinc est le temps. Le POR et la concentration de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ semblent peu déterminant pour cet élément. En fait il est probable que trop de sulfate ferreux nuit à la solubilisation du zinc car il y a compétition entre ces deux substrats.

Les expériences exécutées et la revue de la littérature permettent d'émettre les quelques recommandations qui suivent:

- 1- Une méthode de compte sur plaque devrait être essayée, la méthode avec le Petroff-Hausser n'étant que semi-quantitative.
- 2- Les essais futurs devraient utiliser 3 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, au minimum, si le cuivre est le métal à solubiliser.
- 3- La séparation solide-liquide avec des aides flocculants ou par centrifugation devrait être étudiée et appliquée au réacteur avec recyclage.

- 4- Étant donné la grande importance du potentiel d'oxydo-réduction, un réacteur à recyclage interne pneumatique (haute efficacité du transfert d'oxygène) devrait être étudié lors d'expériences ultérieures. Pour des efficacités technologiques semblables, le point de vue économique devrait, cependant, primer pour le choix du type de réacteurs.

- 5- L'auteur suggère au gouvernement québécois d'adopter la norme du 100 mg Cu kg⁻¹ de sol pour se protéger contre la phytotoxicité de cet élément. De plus, la norme du 135 kg N disp. par 5 ans devrait être annulée, vu qu'il apparaît qu'elle est beaucoup trop sévère et qu'elle empêche l'épandage économique des boues d'épuration.

- 6- Le Québec s'orientant plutôt vers des boues aérobies, il est primordial d'effectuer des essais avec ce genre de boues afin de juger de l'applicabilité du procédé de solubilisation des métaux pour les boues ayant subies une digestion aérobie mésophile.

RÉFÉRENCES

Références

AHLBERG, N.R. and BOYKO, B.I. (1972).

Evaluation and design of aerobic digesters. Journal of Water Pollution Control Federation, 44(4): 634-643.

ALEXANDER, B., LEACH, S. and INGLEDEW, J.W. (1987).

The relationship between chemiosmotic parameters and sensitivity to anions and organic acids in the acidophile Thiobacillus ferrooxidans. Journal of General Microbiology, 133: 1171-1179.

ALIBHAI, K.R.K., MEHROTRA, I. and FORSTER, C.F. (1985).

Heavy metal binding to digested sludge. Water Research, 19(12): 1483-1488.

ANDREWS, G.E. and MACZUGA, J. (1982).

Bacterial coal desulfurization, Biotechnology Bioengineering Symposium, 12: 337-348.

ANTHONY, R.M. and BREIMHURST, L.H. (1981).

Determining maximum influent concentrations of priority pollutants for treatment plants. Journal of Water Pollution Control Federation, 53(10): 1457-1468.

APHA (1985).

Standard methods for the examination of water and wastewater. 16th edition. American Public Health Association, Washington D.C.

BALASHOVA, V.V., VEDEENINA, I.Y., MARKOSYAN, G.E. and ZAVARZIN, G.A. (1974).

The auxotrophic growth of Leptospirillum ferrooxidans, *Microbiology*, 43(4): 581-585, Eng. 491-494.

BALDI, F. and OLSON, G.J. (1987):

Effects of cinnabar on pyrite oxidation by Thiobacillus ferrooxidans and cinnabar mobilization by a Mercury-resistant strain. *Applied and Environmental Microbiology*, 53: 772-776.

BECKETT, P.H.T. and DAVIS, R.D. (1982).

Heavy metals in sludge-are their effects additive? *Water Pollution Control*, 81: 112-119.

BENLAKHDIM, N. (1987).

Étude des boues des eaux usées: effet des pluies acides et de l'incinération sur leur contenu en métaux lourds. Thèse de Doctorat, Université Laval, Québec, 119 pages.

BERG, G. (1978).

Indicators of viruses in water and food. Ann Arbor Sciences Publishers, Ann Arbor, Michigan, 424 p.

BEYER, M., EBNER, H.G. and KLEIN, J. (1986).

Bacterial desulfurization of german hard coal. *Process Metallurgy*, 4: 151-163.

BEYER, M., EBNER, H.G., ASSENMACHER, H. and FRIGGE, J. (1987).

Elemental sulfur in microbiologically desulphurized coals. Fuel, 66: 551-555.

BINGHAM, F.T., PAGE, A.L., MITCHELL, G.A. and STRONG, J.E. (1979).

Effects of liming an acid soil amended with sewage sludge enriched with Cd, Cu, Ni and Zn on yield and Cd content of wheat grain. Journal of Environmental Quality, 8(2): 202-207.

BLACK, M.I.; SCARPINO, P.U.; O'DONNELL, C.J. and MEYER, K.B. (1982).

Survival rates of parasite eggs in sludge during aerobic and anaerobic digestion. Applied and Environmental microbiology, 44(5): 1138-1143.

BLOOMFIELD, C. and PRUDEN, G. (1975).

The effects of aerobic and anaerobic incubation on the extractabilities of heavy metals in digested sewage sludge. Environmental Pollution, 8: 217-232.

BOS, P., HUBER, T.F., KOS, C.H., RAS, C. and KUENEN, J.G. (1986).

A dutch feasibility study of microbial coal desulphurization. Process Metallurgy, 4: 129-150.

BOSECKER, K. and KURSTEN, M. (1978).

Recovery of metallic raw materials by microbial leaching. Process Biochemistry, 13(2): 2-4.

BOUNDS, H.C. and COLMER, A.R. (1972).

Comparison of the kinetics of thiosulfate oxidation by three iron-sulfur oxidizers. *Canadian Journal of Microbiology*, 18: 735-740.

BRIERLEY, C.L. (1978).

Bacterial leaching. *CRC Critical Reviews in Microbiology*, 6: 207-262.

BROWN, M.J. and LESTER, J.N. (1979).

Metal removal in activated sludge: the role of extracellular polymers. *Water Research*, 13: 817-837.

BUTLER, B. and KEMPTON, A. (1987).

Growth of T. ferrooxidans on solid media containing heterotrophic bacteria. *Journal of Industrial Microbiology*, 2: 41-45.

CALMANO, W., AHLF, W. and FÖRSTNER, U. (1985).

Heavy metal removal from contaminated sludges with dissolved sulfur dioxide in combination with bacterial leaching, *Proceedings of the 5th International Conference on Heavy Metals in the Environment*, Athens, CEP Consultants, Edinburg, 952-955.

CHANG, Y.C. and MYERSON, A.S. (1982).

Growth model of the continuous bacterial leaching of iron pyrite by Thiobacillus ferrooxidans, *Biotechnology and Bioengineering*, 24: 889-902.

CHENG, M.H., PATTERSON, J.W. and MINEAR, R.A. (1975).

Heavy metals uptake by activated sludge, *Journal of Water Pollution Control Fédération*, 47(2): 362-376.

COLMER, A.R. and HINKLE, M.E. (1947).

The role of microorganism in acid mine drainage. *Science*, 106: 253-256.

COLMER, A.R., HINKLE, M.E. and TEMPLE, K.L. (1950).

An iron oxidizing bacterium from the acid drainage of some bituminous coal mines. *Journal Bacteriology*, 59: 317-328.

CORBETT, C.M. and INGLEDEW, J.W. (1987).

Is Fe^{3+/2+} cycling an intermediate in sulphur oxidation by Fe²⁺ grown Thiobacillus ferrooxidans? *FEMS Microbiology Letters*, 41: 1-6.

CORNWELL, D.A., WESTERMOFF, G.P. and CLINE, G.C. (1980).

Batch feasibility testing of heavy metals removal from wastewater sludge with liquid ion exchange. Dans: Proceedings of Mid Atlantic Waste Conference, 12 TM Bucknell University, Lewisburg P.A., July 13-15, pp. 111-119.

COUILLARD, D. (1988).

Étude de quelques indices de croissance du Larix laricina fertilisé par des boues anaérobies. *Environmental Technology Letters*, accepté pour publication.

COUILLARD, D. (1987a).

Épuration par le sol des eaux usées. Notes de cours de l'unité Eau-7243.
INRS-Eau, Université du Québec, Sainte-Foy, Québec, 58 pages.

COUILLARD, D. (1987b).

Traitement primaire des eaux usées. Notes de cours de l'unité Eau-7243.
INRS-Eau, Université du Québec, Sainte-Foy, Québec, 234 pages.

COUILLARD, D. (1987c).

Traitements secondaires biologiques des eaux usées. Notes de cours de
l'unité Eau-7243. INRS-Eau, Université du Québec, Sainte-Foy, Québec, 130
pages.

COUILLARD, D. (1987d).

Traitement tertiaire des eaux usées. Notes de cours de l'unité Eau-7243.
INRS-Eau, Université du Québec, Sainte-Foy, Québec, 38 pages.

COUILLARD, D.; LÉGARÉ, P. and POULIN, R. (1987).

Étude de la valorisation agricole des boues provenant des stations
d'épuration des eaux de la communauté urbaine de Québec. Rapport
scientifique no 244, INRS-Eau (Préparé pour la Communauté urbaine de Québec
et le ministère de l'Environnement du Québec). 142 pp.

COUILLARD, D. et TYAGI, R.D. (1986).

Traitement du phosphore (PO_4) des eaux usées à l'aide des résidus de
l'extraction alcaline de la bauxite, Tribune du Cebedeau, 507(39): 3-14.

CRC (1974).

Handbook of chemistry and physics, 54th edition. Chemical Rubber Co. Cleveland.

DAVIS, R.D. and CARLTON-SMITH, C.H. (1984).

An investigation into the phytotoxicity of zinc, copper and nickel using sewage sludge of controlled metal content. Environmental Pollution, B8: 163-185.

DAVIS, R.D. (1984).

Environmental effects of sludge, Dans: Processing and use of sewage sludge. P. L'Hermite et H. Ott (eds), D. Reidel Publishing Co., The Netherlands, 349-357.

DAVIS, R.D. (1986).

Cadmium in sludges used as fertilizer. Experientia Supplementum, 50: 55-65.

DAVIS, R.D. (1987).

Use of sewage sludge on land in the United Kingdom. Water Science and Technology, 19(8): 1-8.

DUNGAN, P.R. and APEL, W.A. (1978).

Microbial desulfurization of coal. Dans: Metallurgical applications of bacterial leachings and related microbiological phenomena, A. E. Torma, L.E. Murr and J.A. Brierley (eds), Academic press, New York, 223-250.

ECCLESTON, M. and KELLY, D.P. (1978).

Oxidation kinetics and chemostat growth kinetics of Thiobacillus ferrooxidans on tetrathionate and thiosulfate. Journal of Bacteriology, 134: 718-727.

ENVIRONNEMENT CANADA (1985).

L'épandage des eaux usées traitées et des boues d'épuration d'origine urbaine. Direction générale des programmes de protection de l'environnement, SPE6-EP-84-1, Ottawa, pp. 62-167.

EPA (1984).

Environmental regulations and technology. Use and disposal of municipal wastewater sludge. United States Environmental Protection Agency. EPA-625/10-84-003, 76 pages.

EPA (1979).

Process Design Manual. Sludge Treatment and disposal. United States Environmental Protection Agency, EPA 625/1-79-011, Municipal, Environmental Research Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268.

ESPEJO, R. and ROMERO, P. (1987).

Growth of thiobacillus ferrooxidans on elemental sulfur. Applied and Environmental Microbiology, 53(8): 1907-1912.

FLYNN, F., JALBERT, J.M., ROBERT, R., ST-YVES, A., TERREAUULT, J.A. et TRUDEL, G. (1984).

Rapport sur la qualité des boues des stations d'épuration et autres boues. Ministère de l'Environnement du Québec, 74 pages.

FLYNN, F., JALBERT, J.M., ROBERT, R., ST-YVES, A., TERREAUULT, J.A. et TRUDEL, G. (1986).

La valorisation agricole des boues de stations d'épuration. Ministère de l'Environnement du Québec, 47 pages.

FLYNN, F., JALBERT, J.M., ROBERT, R., ST-YVES, A., TERREAUULT, J.A. et TRUDEL, G. (1987).

Valorisation agricole des boues de stations d'épuration des eaux usées municipales, Guide de bonnes pratiques. Ministère de l'Environnement du Québec, 60 pages.

FÖRSTNER, U. and WITTMANN, G.T.W. (1979).

Toxic Metals. Dans: Metal pollution in the aquatic environment. Springer-Verlag (ed), Berlin Heidelberg New York, pp. 3-68.

GERBA, C.P.; WALLIS, C. and MELNICK, J.L. (1975).

Fate of wastewater bacteria and viruses in soil. Journal of the irrigation and drainage division; ASCE 101: 157-174.

GIROUX, I. (1986).

Evaluation des sites pour l'épandage des boues d'usine d'épuration. Mémoire de maîtrise ès Sciences de l'eau, INRS-Eau, Université du Québec, 171 pages.

GODARD, F., KLVANA, D., CHAVARIE, C., ANDRÉ, G., KARAMANEV, D. et JOLICOEUR, M. (1987).

Cinétique d'oxydation du fer ferreux par Thiobacillus ferrooxidans.
Dans: Proceedings of the 37th Canadian Chemical Engineering Conference,
Montréal, 18-22 Mai: 329-331.

GOODMAN, A.E., BABIJ, T. and RITCHIE, A.I.M. (1983).

Leaching of a sulfide ore by Thiobacillus ferrooxidans under anaerobic conditions. Dans: Recent progress in biohydrometallurgy. A.E. Torma et G. Rossi (eds), Cagliari, Italy: 361-376.

GORMELY, L.S.; DUNCAN, D.W., BRANION, R.M.R. and PINDER, K.L. (1975).

Continuous culture of Thiobacillus ferrooxidans on a Zn sulfide concentrate.
Biotechnology Bioengineering, 17: 31-49.

GOULD, M. and GENEITELLI, E.J. (1978).

Heavy metal complexation behaviour in anaerobically digested sludges. Water Research, 12: 505-512.

GRADY, C.P.L. (Jr) and LIM, H.C. (1980).

Biological wastewater treatment. Marcel Dekker, New York, p. 46.

GREGORY, J. (1984).

Design and operation of final settlement tanks for activated sludge systems.
Dans: Solid liquid separation, Ellis Horwood Ltd., Chichester, U.K.:
53-63.

GUAY, R. and SILVER, M. (1975a).

Thiobacillus acidophilus sp. nov., isolation and some physiological characteristics. Canadian Journal of Microbiology, 21: 281-288.

GUAY, R., TORMA, A.E. et SILVER, M. (1975b).

Oxydation de l'ion ferreux et mise en solution de l'uranium d'un minerai par Thiobacillus ferrooxidans. Annales de Microbiologie, 126B: 209-219.

GUAY, R., SILVER, M. and TORMA, A.E. (1976).

Microbiological leaching of a low-grade uranium ore by Thiobacillus ferrooxidans, European Journal of Microbiology, 3: 157-167.

GUAY, R. and SILVER, M. (1977).

Ferrous iron oxidation and uranium extraction by Thiobacillus ferrooxidans. Biotechnology and Bioengineering, 19: 727-740.

GUAY, R. and SILVER, M. (1981).

Uranium biohydrometallurgy. Process Biochemistry, 16(1): 8-11.

HARRISON, A.P. Jr (1982).

Genomic and physiological diversity amongst strains of Thiobacillus ferrooxidans and genomic comparison with Thiobacillus thiooxidans, Archives Microbiology, 131: 68-76.

HARRISON, A.P. Jr (1984).

The acidophilic Thiobacilli and other acidophilic bacteria that share their habitat. Annual Review Microbiology, 38: 265-292.

HAYS, B.D. (1977).

Potential for parasitic disease transmission with land applications of sewage plant effluents and sludges. *Water Research*, 11: 583-595.

HAYES, T.D. and THEIS, T.L. (1978).

The distribution of heavy metals in anaerobic digestion. *Journal of Water Pollution Control Federation*, 50: 61-72.

HAYES, T.D., JEWELL, W.J. and KABRICK, R.M. (1980).

Heavy metal removal from sludges using combined biological/chemical treatment. Dans: Proceedings of the 34th Conference on Industrial Waste, Purdue University, Lafayette Indiana: 529-543.

HAZEU, W., BIJLEVELD, W., GROTENHUIS, J.T.C., KAKES, E. and KUENEN, J.G. (1986).

Kinetics and energetics of reduced sulfur oxidation by chemostat culture of Thiobacillus ferrooxidans. *Antonie van Leeuwenhoek*, 52: 507-518.

HINESLY, T.D.; ZIEGLER, E.L. and BARRET, G.L. (1979).

Residual effects of irrigating corn with digested sewage sludge. *Journal of Environmental Quality*, 8(1): 35-38.

HINESLY, T.D., JONES, R.L., ZIEGLER, E.L. and TYLER, J.J. (1977).

Effects of annual and accumulative applications of sewage sludge on assimilation of zinc and cadmium by corn (*Zea mays* L.). *Environmental Sciences & Technology*, 11(2): 182-188.

HOFFMAN, M.R., FAUST, B.C., PANDA, F.A., KOO, H.H. and TSUCHIYA, H. (1981).

Kinetics of the removal of iron pyrite from coal by microbial catalysis. *Applied and Environmental Microbiology*, 42(2): 259-271.

HUBER, T.F., KOSSEN, N.W.F., BOS, P. and KUENEN, J.G. (1984a).

Design and scale up of a reactor for microbial desulphurization of coal: a regime analysis. Dans: *Innovations in biotechnology*, E.H. Houwink and R.R. van der Merr (eds). Elsevier Sciences Publishers, Amsterdam; 179-189.

HUBER, T.F., RAS, C. and KOSSEN, N.W.F. (1984b).

Design and scale up of a reactor for the microbial desulphurization of coal: a kinetic model for bacterial growth and pyrite oxidation. Dans: *Proceedings Third European Conference on Biotechnology*, 3: 151-159.

HURTADO, J.E., TSAI, Y.L. and TUOVINEN, O.H. (1987).

Effects of oxyanions of sulfur on Thiobacillus ferrooxidans: ferrous ion oxidation, oxygen uptake and cytochrome reduction. *Current Microbiology*, 15: 111-113.

HUTCHINS, S.R., DAVIDSON, M.S., BRIERLEY, J.A. and BRIERLEY, C.L. (1986).

Microorganisms in reclamation of metals. *Annual Review of Microbiology*. 40: 311-336.

INGLEDEW, J.W. (1982).

Thiobacillus ferrooxidans, the bioenergetics of an acidophilic chemolithotroph. *Biochimica et Biophysica Acta*, 683: 89-117.

IRVING, H. and WILLIAMS, J.P. (1948).

Order of stability of metal complexes. *Nature*, 162: 746-747.

JENKINS, R.L., SCHEYBELER, B.J., SMITH, M.L., BAIRD, R., LO, M.P. and HAUG, R.T. (1981).

Metals removal and recovery from municipal sludge. *Journal of Water Pollution Control Federation*, 53(1): 25-32.

KARGI, F. and ROBINSON, J.M. (1982a).

Removal of sulfur compounds from coal by the thermophilic organism Sulfolobus Acidocaldarius. *Applied and Environmental Microbiology*, 44(4): 878-883.

KARGI, F. and ROBINSON, J.M. (1982b).

Microbial desulfurization of coal by thermophilic microorganism Sulfolobus acidocaldarius. *Biotechnology and Bioengineering*, 24: 2115-2121.

KARGI, F. (1982).

Enhancement of microbial removal of pyritic sulfur from coal using concentrated cell suspension of T. ferrooxidans and an external carbon dioxide supply. *Biotechnology and Bioengineering*, 24: 749-752.

KARGI, F. and CERVONI, D. (1983).

An airlift-recycle fermenter for microbial desulfurization of coal. *Biotechnology letters*, 5(1): 33-38.

KELLY, D.P.; TUOVINEN, O.H. (1972).

Recommendation that the names Ferrobacillus ferrooxidans Leathen and Braley and Ferrobacillus sulfooxidans Kinsel be recognized as synonyms of Thiobacillus ferrooxidans Temple and Colmer. International Journal of Systematic Bacteriology, 22: 170-172.

KELLY, D.P. and JONES, C.A. (1978).

Factors affecting metabolism and ferrous iron oxidation in suspensions and batch cultures of Thiobacillus ferrooxidans: relevance to ferric iron leach solution regeneration. Dans: Metallurgical applications of bacterial leaching and related microbiological phenomena. A.E. Torma, L.E. Murr and J.A. Brierley (eds), Academic Press, New York, 19-44.

KIFF, R.J., CHEUNG, Y.H. and BROWN, S. (1983).

Heavy metal removal from sewage sludges, factors governing detoxification process efficiency. Dans: Proceedings of the 3th Conference on Heavy Metals in the Environment, Heidelberg, CEP Consultants, Edinburgh: 401-404.

KLEIN, L.A., MARTIN, L., NORMAN, N. and KIRSCHNER, S.L. (1974).

Sources of metals in New York city wastewater, Journal of Water Pollution Control Federation, 46(12): 2653-2662.

KOERS, D.A. and MAVINIC, D.S. (1977).

Aerobic digestion of waste activated sludge at low temperatures. Journal of Water Pollution Control Federation, 49(3): 460-468.

KOFOED, A.D.; WILLIAMS, J.H. and L'HERMITE, P. (1986).

Efficient land use of sludge and manure. Elsevier Science Publishers
London: 108-177.

KOS, C.H., BIJLEVELD, W., GROTENHUIST, T., BOS, P.; KUENEN, J.G. and PORTER,
R.P.B. (1983).

Composition of mineral salts medium for microbial desulphurization of coal.
Dans: Recent progress in biohydrometallurgy. A.E. Torma and G. Rossi (eds),
Cagliari, Italy, 479-490.

KREYE, W.C., KING, P.H. and RANDALL, C.W. (1973).

Biological treatment of high thiosulfate industrial wastewater. Dans:
Proceedings of the 28th Conference on Industrial Waste, Purdue University,
Lafayette, Indiana: 537-547.

KUCHENRITTER, R.D. (1988).

Sludge regs promise flexible options. Journal of Water Pollution Control
Federation, 60(4): 460-465.

LACEY, D.T. and LAWSON, F. (1970).

Kinetics of the liquid-phase oxidation of acid ferrous sulfate by the
bacterium Thiobacillus ferrooxidans, Biotechnology and Bioengineering,
12: 29-50.

LAKE, D.L., KIRK, P.W.W. and LESTER, J.N. (1984).

Fractionation, characterization, and speciation of heavy metals in sewage sludge and sludge-amended soils: a review. *Journal of Environmental Quality*, 13: 175-183.

LEE, G.F., RAST, W. and JONES, R.A. (1978).

Eutrophication of water bodies: Insight for an age-old problem. *Environmental Science & Technology*, 12(8): 900-908.

LEE, G.F. (1973).

Role of phosphorus in eutrophication and diffuse source control. *Water Research*, 7: 111-128.

LEGRET, M., DEMARE, D. and MARCHANDISE, P. (1983).

Speciation of heavy metals in sewage sludge, Dans: Proceedings of the 3th International Conference of Heavy Metals in the Environment. Heidelberg, CEP Consultants, Edinburgh: 350-353.

LEGRET, M., DIVET, L. et MARCHANDISE, P. (1987).

Mobilité et extraction des métaux lourds associés aux boues de stations d'épuration. *Water Research*, 21(5): 541-547.

Le ROUX, N.W., WAKERLEY, D.S. and PERRY, V.P. (1978).

Leaching of minerals using bacteria other than Thiobacilli, Dans: Metallurgical application of bacterial leaching and related microbiological phenomena, A.E. Torma, L.E. Murr and J.A. Brierley (eds), Academic Press, New York: 167-191.

LESTER, J.N., STERRIT, R.M. and KIRK, P.W.W. (1983).

Significance and behaviour of heavy metals in waste water treatment process.
II. Sludge treatment and disposal. The Science of the Total Environment,
30: 45-83.

LOGAN, T.J. and FELTZ, R.E. (1985).

Effect of aeration, cadmium concentration and solids content on acid
extraction of cadmium from a municipal wastewater sludge. Journal of Water
Pollution Control Federation, 57(5): 406-412.

LUNDGREN, D.G. and SILVER, M. (1980).

Ore leaching by bacteria. Annual Review of Microbiology, 34: 263-283.

MACKINTOSH, M. (1978).

Nitrogen fixation by Thiobacillus ferrooxidans, Journal of General
Microbiology, 105: 215-218.

McCREADY, R.G.L., WADDEN, D. and MARCHBANK, A. (1986).

Nutrient requirement for the in-place leaching of uranium by Thiobacillus
ferrooxidans. Hydrometallurgy, 17: 61-71.

MISHRA, A.K., MAHAPATRA, S.S.R. and ROY, P. (1986).

Factors affecting the growth and chalcopyrite oxydation by Thiobacillus
ferrooxidans. Proceedings Indian National Science Academy,
B52(4): 519-524.

MONOD, J. (1949).

The growth of bacterial cultures. Annual Review of Microbiology, 3: 371-393.

MOSEY, F.E. (1976).

Assessment of the maximum concentration of heavy metals in crude sewage which will not inhibit the anaerobic digestion of sludge. Water Pollution Control, 75: 10-20.

MURR, L.E. and MEHTA, A.P. (1982).

Coal desulphurization by leaching involving acidophilic and thermophilic microorganisms. Biotechnology and Bioengineering, 24: 743-748.

MYERSON, A.S. and KLINE, P.C. (1984).

Continuous bacterial coal desulfurization employing Thiobacillus ferrooxidans. Biotechnology and Bioengineering, 24: 92-99.

NAKAMURA, K., NOIKE, T. and MATSUMOTO, J. (1986).

Effect of operation conditions on biological Fe^{2+} oxidation with rotating biological contactors. Water Research, 20(1): 73-77.

NAYLOR, L.M. and LOEHR, R.C. (1981).

Increase in dietary cadmium as a result of application of sewage sludge to agricultural land. Environmental Science & Technology, 15(8): 881-886.

NELSON, P.O. (1986).

Studies of the uptake of heavy metals by activated sludge. Dans: Proceedings of the International symposium on metal speciations, separations and recovery. Chicago (juillet-août, 1986), Industrial Waste Elimination Research Center, pp. VIII-69-VIII-76.

NICHOLSON, J.P. (1988).

What are we doing with sludge? *Pollution Engineering*, 20(3): 14.

NORRIS, P.R. and KELLY, D.P. (1978a).

Dissolution of pyrite by pure and mixed culture of some acidophilic bacteria. *FEMS Microbiology Letters*, 4: 143-146.

NORRIS, P.R. and KELLY, D.P. (1978b).

Toxic metals in leaching systems. Dans: Metallurgical applications of bacterial leachings and related microbiological phenomena. A.E. Torma, L.E. Murr and J.A. Brierley (eds). Academic Press, New York: 83-102.

NORRIS, P.R. (1983).

Iron and mineral oxidation with Leptospirillum like bacteria. Dans: Recent progress in biohydrometallurgy, A.E. Torma and G. Rossi (eds). Cagliari, Italy, 83-95.

NRIAGU, J.O. (1988).

A silent epidemic of environmental poisoning? *Environmental Pollution*, 50: 139-161.

OLIVER, B.G. and COSGROVE, E.G. (1974).

The efficiency of heavy metal removal by a conventional activated sludge treatment plant. *Water Research*, 8: 869-874.

OLIVER, B.G. and CAREY, J.H. (1976).

Acid solubilisation of sewage sludge and ash constituents for possible recovery. *Water Research*, 10: 1077-1081.

OLIVER, J.W., KREYE, W.C. and KING, P.H. (1975).

Heavy metal release by chlorine oxidation of sludge. *Journal of Water Pollution Control Federation*, 47(10): 2490-2497.

PICHÉ, I. (1988).

Mémoire de maîtrise ès Sciences de l'eau, INRS-Eau, Université du Québec, non déposée.

PIRT, S.J. (1975).

Principles of microbe and cell cultivations, John Wiley & Sons (eds), New York, 274 pp.

RAMALHO, R.S. (1983).

Introduction to wastewater treatment processes. Academic Press, New York, 580 pages.

RANDALL, C.W.; RICHARDS, J.B. and KING, P.H. (1975).

Temperature effects on aerobic digestion kinetics. *Journal of the environmental engineering division, ASCE*, 101: 795-811.

RYAN, J.A., PAHREN, H.R. and LUCAS, J.B. (1982).

Controlling cadmium in the human food chain: a review and rational based on health effects. Environmental Research, 28: 251-302.

SANMUGASUNDERAM, S., DUNĆAN, D.W. and BRANION, R.M.R. (1980).

Novel reactor configuration for small microbial leaching, Dans: Advances in biotechnology, Vol. 1, Scientific and Engineering principles, M. Moo Young, C.W. Robinson and C. Vézina (eds), Pergamon Press, N.Y., pp. 595-600.

SCHWARTZBROD, J.; MATHIEU, C.; THÉVENOT, M.T.; BARADEL, J.M. and SCHWARTZBROD, L. (1987).

Waste water sludge: parasitological and virological contamination. Water Science and Technology, 19(8): 33-40.

SHELTINGA, H.M.J. (1987).

Sludge in agriculture: the european approach. Water Science & Technology, 19(8): 9-18.

SCHÖNBORN, W. and HARTMANN, H. (1978).

Bacterial leaching of metals from sewage sludge. European Journal of Applied Microbiology and Biotechnology, 5: 305-313.

SCOTT, D.S. and HORLINGS, H. (1975).

Removal of phosphates and metals from sewage sludges. Environmental Science and Technology, 9(9): 849-855.

SKINNER, F.A.; PASSMORE, S.M. and DAVENPORT, R.R. (1980).

Biology and activities of yeast. Academic Press, New York, 170 p.

SOMMERS, L.E. and NELSON, D.W. (1981).

Monitoring the response of soils and crops to sludge applications. Dans: Sludge and its ultimate disposal. J.A. Borchardt, W.J. Redman, G.E. Jones and R.T. Sprague (eds), Ann Arbor Science Publishers, Ann. Arbor, Michigan, pp. 217-240.

SOMMERS, L.E. (1977).

Chemical composition of sewage sludges and analysis of their potential use as fertilizers. Journal of Environmental Quality, 6(2): 225-232.

SPOSITO, G. (1981).

Trace metals in contaminated waters. Environmental Science and Technology, 15(4): 396-403.

STEPHENSON, T. and LESTER, J.N. (1987a).

Heavy metal removal during the activated sludge process. I. Extent of soluble and insoluble metal removal mechanisms; The Science of the Total Environment, 63: 199-214.

STEPHENSON, T., LESTER, J.N. (1987b).

Heavy metal removal during the activated sludge process. II. Insoluble metal removal mechanisms, The Science of the Total Environment, 63: 215-230.

STERRIT, R.M. and LESTER, J.N. (1984).

Significance and behaviour of heavy metals in waste water treatment processes. III. Speciations in waste waters and related complex matrices, The Science of the Total Environment, 34: 117-141.

STIEN, J.L. and SCHWARTZBROD, J. (1987).

Devenir des oeufs d'helminthes au cours d'un cycle d'épuration des eaux usées. Revue Internationale des sciences de l'eau, 3(3/4): 77-82.

STOVELAND, S., ASTRUC, M., LESTER, J.N. and PERRY, R. (1979).

The balance of heavy metals through a sewage treatment works. II. Chromium, nickel and zinc. The Science of the Total Environment, 12: 25-34.

STOVER, R.C., SOMMERS, L.E. and SILVIERA, D.J. (1976).

Evaluation of metals in wastewater sludge. Journal of Water Pollution Control Federation. 48(9): 2165-2175.

ST-YVES, A. (1988a).

Conversation téléphonique au mois d'avril 1988.

ST-YVES, A. (1988b).

Entrevue personnelle, mois de juin 1988.

ST-YVES, A. (1985).

La bonne pratique de la valorisation agricole des boues. Assises annuelles de l'AQTE, 1985. 14 pages.

SUGIO, T., DOMATSU, C., MUNAKATA, O., TANO, T. and IMAI, K. (1985).

Role of a ferric iron-reducing system in sulfur oxidation of Thiobacillus ferrooxidans. Applied and Environmental Microbiology. 49(6): 1401-1406.

SUGIO, T., MIZUNASHI, W., TANO, T. and IMAI, K. (1986).

Inhibition site of cupric ions on the growth of Thiobacillus ferrooxidans on sulfur-salts medium. Agricultural biology and Chemistry, 50(11): 2917-2918.

TAKAMORI, T., KAKUTA, H. and SUMIYA, M. (1983).

Some properties of Thiobacillus ferrooxidans and applications of the properties to improvement of the rate of sulfide mineral leaching. Dans: Recent progress in biohydrometallurgy A.E. Torma and G. Rossi (eds), Cagliari, Italy, 679:690.

THEIS, T.L. and HAYES, T.D. (1980).

Chemistry of heavy metals in anaerobic digestion. Dans: Chemistry of wastewater technology. Alan J. Rubin (ed.). Ann Arbor Science Publishers, Ann Arbor, 403-419.

TILLET, D.M. and MYERSON, A.S. (1987).

The removal of pyritic sulfur from coal employing Thiobacillus ferrooxidans in a packed column reactor. Biotechnology and Bioengineering, 29: 146-150.

TISDALE, S.L.; NELSON, W.L. and BEATON, J.D. (1985).

Soil fertility and fertilizers, 4e édition, Macmillan Publishing Co., New York, 745 pages.

TJELL, J.C. (1986).

Trace metal regulations for sludge utilization in agriculture; a critical review. Communauté Européenne, EUR 10361; 348-361.

TOMISUKA, N. and YAGISAWA, M. (1978).

Optimum conditions for leaching of uranium and oxidation of lead sulfide with Thiobacillus ferrooxidans and recovery of metals from bacterial leaching solutions with sulfate reducing bacteria, Dans: Metallurgical applications of bacterial leaching and related microbiological phenomena, A.E. Torma, L.E. Murr and J.A. Brierley (eds), Academic Press, New York: 321-344.

TORMA, A.E., WALDEN, C.C. and BRANION, R.M.R. (1970).

Microbial leaching of a zinc sulfide concentrate. Biotechnology and Bioengineering, 12: 501-517.

TORMA, A.E., WALDEN, C.C., DUNCAN, D.W. and BRANION, R.M.R. (1972).

The effect of carbon dioxide and particle surface area on the microbiological leaching of a zinc sulfide concentrate. Biotechnology and Bioengineering, 14: 777-786.

TORMA, A.E. (1986).

Biohydrometallurgy as an emerging technology. Biotechnology and Bioengineering Symposium, No. 16: 49-63.

TRAN, F. and GANNON, D. (1981).

Deep shaft high rate aerobic digestion laboratory and pilot plant performance. *Water Pollution Research Journal of Canada*. 16: 71-89.

TUOVINEN, O.H., NIEMELÄ, S.I. and GYLLENBERG, H.G. (1971a).

Effect of mineral nutrients and organic substances on the development of Thiobacillus ferrooxidans. *Biotechnology and Bioengineering*, 13: 517-527.

TUOVINEN, O.H., NIEMELÄ, S.I. and GYLLENBERG, H.G. (1971b).

Tolerance of Thiobacillus ferrooxidans to some metals. *Antonie van Leeuwenhoek*, 37: 489-496.

TUOVINEN, O.H. and KELLY, D.P. (1973).

Studies on the growth of Thiobacillus ferrooxidans. *Archives Microbiology*, 88: 285-298.

TUOVINEN, O.H. and KELLY, D.P. (1974a).

Studies on the growth of Thiobacillus ferrooxidans. *Archives Microbiology*, 98: 351-364.

TUOVINEN, O.H. and KELLY, D.P. (1974b).

Studies on the growth of Thiobacillus ferrooxidans. *Archives Microbiology*, 95: 53-164.

TYAGI, R.D. and COUILLARD, D. (1988a).

Bacterial leaching of metals from sludge. *Encyclopédie sur le traitement des eaux usées*. Gulf Publishing Co. soumis pour publication.

TYAGI, R.D.; COUILLARD, D. and TRAN, F. (1988b).

Heavy metals removal from anaerobically digested sludge by chemical and microbiological methods. *Environmental Pollution*. 50: 295-316.

TYAGI, R.D. and COUILLARD, D. (1987).

Removal of heavy metals from anaerobically digested sludge by bacterial leaching. Soumis pour publication.

TYAGI, R.D.; COUILLARD, D. (1987a).

Comparison of chemical and microbiological processes to remove heavy metals from anaerobically digested sludge. Dans: Proceedings of the International Symposium on small systems for water supply and waste water disposal, National University of Singapore, 2-4 July 1987: 435-448.

TYAGI, R.D. and COUILLARD, D. (1987b).

Bacterial leaching of metal from digested sewage sludge. *Process biochemistry*, 22(4): 114-117.

TYAGI, R.D. and COUILLARD, D. (1987c).

Performance of activated sludge settling tank in relation to metal inhibition. Proceeding of the International Conference on heavy metals in the Environment, New Orleans, CEP Consultants, Edinburgh, 78-81.

VISHNIAC, W.V. (1974).

Bergey's manual of determinative bacteriology. R.E. Buchanan et N.E. Gibbons (eds), Williams & Wilkins Co., Baltimore: 456-464.

VISMARA, R. (1985).

A model for autothermic aerobic digestion. *Water Research*, 19(4): 441-447.

WEBBER, M.D., KLOKE, A. and TJELL, J.C. (1984).

A review of current sludge use guidelines for the control fo heavy metal contamination in soils. Dans: Processing and use of sewage sludge. P. L'Hermite et H. Ott (eds), D. Reidel Publishing Co., The Netherlands, pp. 371-386.

WEBBER, M.D. (1986).

Épandage des boues d'épuration sur les terres agricoles - une évaluation. Environnement Canada et Agriculture Canada, Comité d'experts sur la gestion des sols et de l'eau. Burlington (Ontario), 42 pages.

WOLINSKI, W.R. and BRUCE, A.M. (1984).

Thermophilic oxidative sludge digestion. A critical assessment of performance and costs. Dans: EWPCA Symposium on European sewage refuse, Munich, 385-408.

WONG, L. and HENRY, J.G. (1983).

Bacterial leaching of heavy metals from anaerobically digested sewage sludges. *Water Pollution Research Journal of Canada*, 18: 151-162.

WONG, L. and HENRY, J.G. (1984a).

Biological removal and chemical recovery of metals from sludge. Dans:
Proceedings of the 39th Industrial Waste Conference, Purdue University,
Lafayette, Indiana: 515-520.

WONG, L. and HENRY, J.G. (1984b).

Decontaminating biological sludge for agricultural use. Water Science and
Technology, 17: 575-586.

WOZNIAK, D.J. and HUANG, J.Y.C. (1982).

Variables affecting metals removal from sludge. Journal of Water Pollution
Control Federation, 54(12): 1574-1580.

YUNKER, S.B. and RADOVICH, J.M. (1986).

Enhancement of growth and ferrous iron oxidation rates of T. ferrooxidans by
electrochemical reduction of ferric iron. Biotechnology and Bioengineering,
28: 1867-1875.

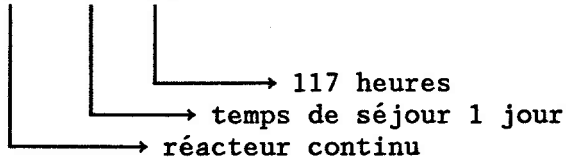
YSI (1970).

Instructions for YSI model 54 oxygen meter, Yellow Springs Instruments Co.
Ohio 45387, 30 pages.

ANNEXE 1

Annexe 1A: Résultats d'analyses pour le réacteur en continu (C) et l'alimentation (A) pour le temps de séjour de 1 jour

	pH	POR mV	Aération VVM	O ₂ % Sat.	Population bactérienne 10 ⁹ ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
C-1-0	3,24	452	--	51,9				
C-1-18	3,15	362	0,7	66,2				
C-1-30	3,20	406	1,0	10,4				
C-1-42	3,18	421	0,5	77,9				
C-1-54	3,30	456	0,5	50,6	1,1			
C-1-66	3,18	325	0,5	81,9	2,8			
C-1-78	3,09	443	0,5	63,6		3,21	44,44	55,56
C-1-90	2,98	370	0,7	54,5	3,5			
C-1-100	2,99	468	0,7	83,1	3,5	2,55	49,32	50,68
C-1-117	3,04	458	0,7	93,5	3,4			
C-1-128	2,97	456	0,7	--		2,60	47,37	52,63
C-1-142	2,99	459	0,7	84,4		2,68	50,00	50,00
<hr/>								
A-0	3,98	37						
A-18	3,80	182						
A-30	4,06	0						
A-42	3,96	124						
A-54	4,02	174				3,24	56,18	43,82
A-66	3,94	103						
A-78	3,82	210				3,20	45,24	54,76
A-90	4,04	210				2,81	44,44	55,56
A-100	4,05	188						
A-117	4,11	186						
A-128	4,11	195						
A-142	4,00	300						

Légende: C - 1 - 117


% Sat. = % de saturation en oxygène

Annexe 1B: Résultats d'analyses des métaux solubilisés et des métaux dans la boue pour le réacteur en continu au temps de séjour 1 jour.

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
C-1-18	1,55	2,88	3,59	85,5	0,46	46,0	0,37	>100	0,08	1,2	0,03	2,0
C-1-30	0,28	5,2	2,63	62,6	0,39	39,0	0,09	90,0	0,05	0,7	0,02	1,3
C-1-42	0,84	15,6	2,57	61,2	0,41	41,0	0,16	>100	0,02	0,3	0,04	2,6
C-1-54	0,74	13,7	2,64	62,9	0,31	31,0	0,10	100	0,04	0,6	0,05	3,3
C-1-66	1,13	21,0	2,40	57,4	0,38	38,0	0,08	80,0	0,03	0,4	0,04	2,6
C-1-78	0,95	17,6	2,35	56,0	0,24	24,0	0,09	90,0	0,06	0,9	0,03	2,0
C-1-90	1,24	23,0	2,48	59,1	0,27	27,0	0,08	80,0	0,12	1,8	0,02	1,3
C-1-100	1,69	31,4	2,31	55,0	0,31	31,0	0,08	80,0	0,07	1,0	0,03	2,0
C-1-117	1,24	23,0	2,23	53,1	0,39	39,0	0,10	100	0,09	1,3	0,02	1,3
C-1-128	0,97	18,1	2,13	50,7	0,26	26,0	0,07	70,0	0,14	2,1	0,05	3,3
C-1-142	1,38	25,6	2,12	50,5	0,25	25,0	0,08	80,0	0,16	2,4	0,04	2,6

Boue d'alimentation

mg L⁻¹

Essai 1	26,80	21,25	1,00	0,16	6,76	1,52
Essai 2	27,06	20,74	-	0,04	-	-
Moyenne	26,93	20,99	1,00	0,10	6,76	1,52

^a = en mg L⁻¹

^b = dilution par 5 donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation.

% Sol = % de solubilisation

Annexe 1C: Résultats d'analyses pour le réacteur avec recyclage (R), le surnageant du décanteur (S) et la boue recyclée (Rec.) au temps de séjour 1 jour.

	pH	POR mV	Aération VVM	O ₂ % Sat.	Population bactérienne 10 ⁹ ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
R-1-0	3,31	433	1,5	44,1				
S-1-0	3,75	262						
Rec-1-0	3,94	112						
R-1-18	3,15	321	1,5	75,3				
S-1-18	3,38	281						
Rec-1-18	3,26	294						
R-1-30	3,18	422	1,0	75,3				
S-1-30	3,34	295						
Rec-1-30	3,27	310						
R-1-42	3,16	421	1,0	67,5	5,0	3,43	50,00	50,00
S-1-42	3,25	361			4,2			
Rec-1-42	-	131			5,6	3,73	50,00	50,00
R-1-54 ^a	3,28	334	1,5	29,9				
S-1-54	3,07	359						
Rec-1-54	3,38	316						
R-1-66	3,17	353	1,5	85,7	4,2			
S-1-66	3,14	365						
Rec-1-66	3,87	88						
R-1-78	3,12	401	1,5	83,1				
S-1-78	3,08	404						
Rec-1-78	3,23	299						
R-1-90 ^b	3,00	343	1,0	79,2	4,9	2,94	46,43	43,57
S-1-90	3,12	349			1,6	0,82	56,00	44,00
Rec-1-90	3,16	331			6,6	4,12	52,07	47,93
R-1-100	3,43	424	1,0	58,4				
S-1-100	3,13	366						
Rec-1-100	3,52	273						
R-1-117	3,13	443	1,0	75,3	5,0	2,68	47,37	52,63
S-1-117	3,16	372			1,5	0,77	52,17	47,83
Rec-1-117	3,66	222			6,9	4,50	48,85	51,15
R-1-128	3,11	454	1,0					
S-1-128	3,16	378						
Rec-1-128	3,24	356						
R-1-142	3,09	445	1,0	84,4				
S-1-142	3,13	501						
Rec-1-142	3,21	325						

^a Diminution du % de solides totaux de l'alimentation.

^b Tuyau de l'alimentation est bloqué, ajout instantané de la boue manquante.

Légende: R = réacteur avec recyclage
S = surnageant du décanteur
Rec = boue recyclée

Le premier chiffre après la lettre indique le temps de séjour alors que le dernier indique le nombre d'heures depuis le début de l'expérience.

Annexe 1D: Résultats d'analyses des métaux solubilisés dans le réacteur (R) et dans le surnageant du décanteur (S) au temps de séjour 1 jour.

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
R-1-18	1,13	21,0	3,19	76,0	0,32	32,0	0,41	>100	0,03	0,4	0,02	1,3
S-1-18	0,53	9,8	3,04	72,4	0,27	27,0	0,18	>100	0,07	1,0	0,05	3,3
R-1-30	0,69	12,8	2,70	64,3	0,25	25,0	0,13	>100	0,01	0,1	0,02	1,3
S-1-30	0,54	10,0	2,84	67,7	0,34	34,0	0,22	>100	0,09	1,3	0,02	1,3
R-1-42	1,07	19,9	2,79	66,5	0,32	32,0	0,20	>100	0,04	0,6	0,02	1,3
S-1-42	0,98	18,2	2,51	59,8	0,36	36,0	0,29	>100	0,11	1,6	0,02	1,3
R-1-54	0,60	11,1	2,76	65,7	0,19	19,0	0,15	>100	0	0	0,03	2,0
S-1-54	0,75	13,9	2,60	61,9	0,19	19,0	0,09	90,0	0,10	1,5	0,04	2,6
R-1-66	1,24	23,0	2,45	58,4	0,30	30,0	0,10	100	0,04	0,6	0,04	2,6
S-1-66	0,82	15,2	2,63	62,6	0,33	33,0	0,10	100	0,09	1,3	0,02	1,3
R-1-78	1,21	22,5	2,53	60,3	0,28	28,0	0,09	90,0	0,01	0,1	0,02	1,3
S-1-78	0,5	9,5	1,91	45,5	0,22	22,0	0,08	80,0	0,07	1,0	0,02	1,3
R-1-90	1,31	24,3	2,55	60,7	0,23	23,0	0,09	90,0	0,01	0,1	0,03	2,0
S-1-90	0,83	15,4	2,23	53,1	0,24	24,0	0,08	80,0	0,07	1,0	0,01	0,7
R-1-100	0,44	8,2	2,17	51,7	0,21	21,0	0,08	80,0	0,05	0,7	0,02	1,3
S-1-100	0,87	16,2	2,45	58,4	0,25	25,0	0,10	100	0,06	0,9	0,02	1,3
R-1-117	1,07	19,9	2,31	55,0	0,25	25,0	0,08	80,0	0,06	0,9	0,02	1,3
S-1-117	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
R-1-128	1,85	34,3	2,50	59,6	0,29	29,0	0,08	80,0	0,02	0,3	0,03	2,0
S-1-128	0,87	16,2	2,27	54,7	0,31	31,0	0,08	80,0	0,03	0,4	0,03	2,0
R-1-142	1,46	27,1	2,18	51,9	0,17	17,0	0,09	90,0	0,07	1,0	0,03	2,0
S-1-142	1,36	25,3	2,38	56,7	0,26	26,0	0,09	90,0	0,08	1,2	0,02	1,3

Boue

d'alimentation

mg L⁻¹ 26,93 20,99 1,00 0,10 6,76 1,52

^a = en mg L⁻¹

^b = dilution par un facteur de 5 donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation

ANNEXE 2

Annexe 2A: Résultats d'analyses pour le temps de séjour de 2 jours avec le réacteur en continu (C), et pour l'alimentation (A).

	pH	POR mV	Aération VVM	O ₂ % Sat.	Population bactérienne 10 ⁹ ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
C-2-0	3,10	315	-	32,5				
C-2-1	4,90	-50	1,0	3,9				
C-2-2	3,92	340	1,0	72,7				
C-2-3	3,63	363	0,5	88,3				
C-2-4	3,03	406	0,5	70,1				
C-2-5	2,99	450	0,5	63,6	1,7			
C-2-6	3,07	428	0,5	40,0	3,7	2,89	52,11	47,89
C-2-7 ^b	3,25	263	0,5	6,5	4,3			
C-2-8	3,22	303	0,5	80,5				
C-2-9	3,05	452	0,5	62,3	3,9			
C-2-10 ^b	3,19	288	0,5	13,0	4,0			
C-2-11	3,35	289	0,5	41,6	4,1			
C-2-12	3,41	292		6,5				
A-0	-	-						
A-1 ^a	5,10	-83						
A-2	3,87	14						
A-3	3,99	91				2,90	46,99	53,01
A-4	3,71	110						
A-5	4,00	40				2,91	46,34	53,66
A-6	4,08	111						
A-7	4,04	-29						
A-8	4,25	90						
A-9	4,00	120						
A-10 ^a	3,38	98						
A-11 ^a	4,53	32						
A-12 ^a	3,96	154						

a contrôleur de pH défectueux

b BRI de l'agitateur

Légende: C - 2 - 9

→ au 9e jour
→ temps de séjour 2 jours
→ réacteur continu

Annexe 2B: Résultats d'analyses des métaux solubilisés en mg L⁻¹ et en % pour le réacteur en continu au temps de séjour de 2 jours ainsi que la concentration des métaux dans la boue utilisée

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
C-2-1	0,10	1,8	0,55	12,1	0,10	11,0	0	0	0	0	0,02	1,4
C-2-2	0,60	10,6	2,11	46,4	0,17	18,7	0,10	76,9	0	0	0,01	0,7
C-2-3	1,60	28,4	2,47	54,3	0,28	30,8	0,10	76,9	0	0	0,01	0,7
C-2-4	1,60	28,4	2,52	55,4	0,21	23,1	0,10	76,9	0,10	1,8	0,02	1,4
C-2-5	1,50	26,6	2,50	54,9	0,24	26,4	0,10	76,9	0,20	3,6	0,03	2,1
C-2-6	1,20	21,3	2,69	59,1	0,20	22,0	0,10	76,9	0,20	3,6	0,05	3,6
C-2-7	0,20	3,6	2,77	60,9	0,32	35,1	0,10	76,9	0,20	3,6	0,04	2,9
C-2-8	0,70	12,4	2,93	64,4	0,30	33,0	0,10	76,9	0,10	1,8	0,05	3,6
C-2-9	1,71	30,5	3,31	72,7	0,40	44,0	0,10	76,9	0,20	3,6	0,03	2,1
C-2-10	0,99	17,6	2,95	64,8	0,28	30,8	0,10	76,9	0,10	1,8	0,03	2,1
C-2-11	1,47	26,1	3,24	71,2	0,23	25,3	0,10	76,9	0,10	1,8	0,05	3,6
C-2-12	-	-	2,92	64,2	0,13	14,3	0,10	76,9	0,10	1,8	0,03	2,1

Boue
d'alimentation
mg L⁻¹

Essai 1	28,0	22,15	0,92	0,14	5,40	1,48
Essai 2	28,4	23,36	0,90	0,12	5,90	1,28
Moyenne	28,2	22,75	0,91	0,13	5,65	1,38

^a = en mg L⁻¹

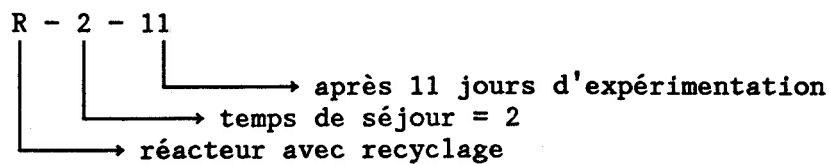
^b = dilution par un facteur de 5 donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation

Annexe 2C: Résultats d'analyses pour le réacteur avec recyclage (R), le surnageant du décateur (S) et la boue recyclée (Rec) pour un temps de séjour de 2 jours.

	pH	POR mV	Aération VVM	O ₂ % Sat.	Population bactérienne 10 ⁹ ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
R-2-1	4,19	123	1,0	62,3				
S-2-1	4,11	101						
Rec-2-1	4,22	-44						
R-2-2	3,60	248	1,0	3,9				
S-2-2	3,39	282						
Rec-2-2	3,97	-35						
R-2-3	3,17	387	1,0	6,5				
S-2-3	3,33	316						
Rec-2-3	3,31	217						
R-2-4	2,95	382	1,0	64,9				
S-2-4	3,08	362						
Rec-2-4	3,10	319						
R-2-5	2,97	413	1,0	53,2	3,1			
S-2-5	3,04	359						
Rec-2-5	3,08	335						
R-2-6	2,98	416	1,0	51,9	4,2	3,15	51,61	48,32
S-2-6	2,99	397			2,3	1,03	55,17	44,83
Rec-2-6	3,08	310			8,1	3,25	50,00	50,00
R-2-7	2,91	423	1,0	40,0	5,0			
S-2-7	3,08	338			2,4			
Rec-2-7	3,32	255			6,8			
R-2-8	2,94	392	1,0	79,2	4,6			
S-2-8	3,12	324						
Rec-2-8	3,16	314						
R-2-9	3,14	405	1,0	58,4	5,1			
S-2-9	3,54	263			1,8			
Rec-2-9	3,41	299			6,5			
R-2-10 ^a	3,49	215	1,0	28,6	5,8			
S-2-10		182						
Rec-2-10	3,59	184						
R-2-11	3,44	297	1,0	68,8	5,3			
S-2-11	3,39	280						
Rec-2-11	3,52	260						
R-2-12	3,37	332	1,0	75,3				
S-2-12	3,34	296						
Rec-2-12	3,47	199						

^a Tuyau d'aération bouché

Légende:



Annexe 2D: Résultats d'analyses des métaux solubilisés en mg L⁻¹ et en % (% sol) sous le réacteur avec recyclage (R), le surnageant du décanteur (S) pour un temps de séjour de 2jours.

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
R-2-1	0	0	1,79	39,3	0,03	3,3	0,10	76,9	0,10	1,8	0,02	1,5
S-2-1	0,01	0,2	2,18	47,9	0,13	14,3	0,10	76,9	0	0	0	0
R-2-2	0,10	1,8	2,12	46,6	0,06	6,6	0,10	76,9	0	0	0,02	1,5
S-2-2	0,05	0,8	2,17	47,7	0,20	22,0	0,10	76,9	0	0	0,04	3,0
R-2-3	1,70	30,1	2,73	60,0	0,13	14,3	0,20	>100	0,10	1,8	0,02	1,5
S-2-3	0,14	2,5	2,19	48,1	0,10	12,1	0,10	76,9	0,10	1,8	0,04	3,0
R-2-4	1,80	31,9	2,73	60,0	0,14	15,4	0,10	76,9	0,10	1,8	0,02	1,5
S-2-4	1,05	18,6	2,63	57,8	0,15	16,5	0,10	76,9	0,10	1,8	0,02	1,5
R-2-5	1,70	30,1	2,52	55,4	0,17	18,7	0,10	76,9	0,10	1,8	0,04	3,0
S-2-5	1,43	25,4	2,65	58,2	0,21	23,1	0,10	76,9	0,10	1,8	0,03	2,1
R-2-6	1,40	24,8	2,78	61,1	0,16	17,6	0,10	76,9	0,10	1,8	0,04	3,0
S-2-6	1,24	22,0	2,42	53,2	0,18	19,8	0,10	76,9	0,10	1,8	0,03	2,1
R-2-7	1,30	23,0	2,97	65,3	0,24	26,4	0,10	76,9	0,20	1,8	0,03	2,1
S-2-7	1,10	19,5	2,81	61,8	0,17	18,7	0,10	76,9	0,10	1,8	0,05	3,6
R-2-8	1,20	21,3	3,10	68,1	0,29	31,9	0,10	76,9	0,10	1,8	0,05	3,6
S-2-8	1,03	18,4	3,18	69,9	0,20	22,0	0,10	76,9	0,10	1,8	0,05	3,6
R-2-9	1,25	22,2	3,02	66,3	0,23	25,2	0,20	>100	0,10	1,8	0,03	2,1
S-2-9	0,12	2,1	2,64	58,0	0,21	23,1	0,10	76,9	0,10	1,8	0,02	1,5
R-2-10	0,15	2,7	2,66	58,4	0,13	14,3	0,10	76,9	0,10	1,8	0,03	2,1
S-2-10	0,01	0,2	2,21	48,6	0,14	15,4	0,10	76,9	0,10	1,8	0,03	2,1
R-2-11	0,88	15,6	2,81	61,7	0,14	15,4	0,10	76,9	0,10	1,8	0,03	2,1
S-2-11	0,56	9,9	2,48	54,5	0,18	19,8	0,10	76,9	0,10	1,8	0	0
R-2-12	0,45	8,0	2,61	57,3	0,18	19,8	0,10	76,9	0,10	1,8	0,03	2,1
S-2-12	0,35	6,2	2,30	50,6	0,15	16,5	0,10	76,9	0,10	1,8	0,02	1,5

Boue

d'alimentation

mg L⁻¹ 28,2 22,75 0,91 0,13 5,65 1.38

^a = en mg L⁻¹

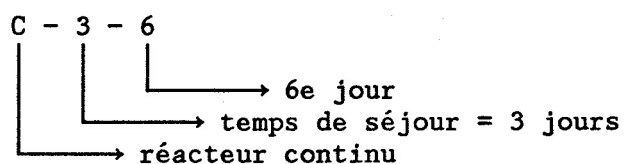
^b = facteur de dilution de 5, donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation.

ANNEXE 3

Annexe 3A: Résultats d'analyses pour le réacteur en continu (C) et l'alimentation (A) pour le temps de séjour de 3 jours (1 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).

	pH	POR mV	Aération VVM	O ₂ % Sat.	Population bactérienne 10^9 ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
C-3-1	3,26	400	0,7	83,1				
C-3-2	3,15	415	0,7	83,1	3,9	2,56	48,05	51,95
C-3-3	3,20	362	0,7		3,8			
C-3-4	3,17	420	0,7	85,7	3,8	2,85		
C-3-5	3,22	456	0,7	79,2	3,7			
C-3-6	3,22	405	0,7	81,8				
C-3-7	3,24	413	0,7	90,9	3,9			
C-3-8	3,18	400	0,7	77,9	3,6	3,23	45,05	54,95
C-3-9	3,13	452	0,7	79,2	3,7	2,92	46,51	53,49
C-3-10	3,14	415	0,7	76,6	3,6	2,86	45,88	54,12
C-3-11	3,05	463	0,7	74,0	3,6	2,70	49,38	50,62
C-3-12	3,07	416	0,7	51,9	3,5			
A-1	3,99	255						
A-2	3,90	151				2,92	48,72	51,28
A-3	3,93	261				2,70	44,74	55,26
A-4	3,86	218						
A-5	3,65	260				2,96	48,19	51,81
A-6	4,00	200				2,95	47,73	52,27
A-7	3,95	345				2,91	48,23	51,77
A-8	3,94	195						
A-9	4,01	255				2,98	48,31	51,69
A-10	4,07	126				3,22	43,16	56,84
A-11	3,97	60						
A-12	3,95	123						

Légende:



Annexe 3B: Résultats d'analyses des métaux solubilisés et des métaux dans la boue utilisée pour le réacteur en continu au temps de séjour de 3 jours.

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
C-3-1	1,90	37,6	3,11	76,4	0,31	38,3	0,09	75,0	0	0	0,03	2,4
C-3-2	1,96	38,7	2,85	70,0	0,30	37,0	0,08	66,7	0,04	0,8	0,03	2,4
C-3-3	1,94	38,3	2,60	63,9	0,23	28,4	0,09	75,0	0,02	0,4	0,04	2,4
C-3-4	1,94	38,3	2,58	63,4	0,28	34,6	0,07	58,3	0	0	0,02	1,6
C-3-5	1,97	38,9	2,81	69,0	0,36	44,4	0,08	66,7	0,06	1,1	0,04	3,2
C-3-6	1,74	34,4	2,68	65,9	0,26	32,10	0,08	66,7	0,10	1,8	0,02	1,6
C-3-7	2,07	40,9	2,94	72,2	0,48	59,3	0,09	75,0	0,10	1,8	0,03	2,4
C-3-8	2,10	41,5	3,03	74,4	0,53	65,4	0,08	66,7	0,10	1,8	0,04	3,2
C-3-9	2,14	42,3	2,94	72,2	0,59	72,8	0,08	66,7	0,07	1,3	0,04	3,2
C-3-10	2,03	40,1	2,82	69,3	0,64	79,1	0,08	66,7	0,09	1,7	0,02	1,6
C-3-11	2,08	41,1	2,87	70,5	0,68	84,0	0,08	66,7	0,10	1,8	0,02	1,6
C-3-12	2,21	43,7	3,13	76,9	0,76	93,8	0,08	66,7	0,06	1,1	-	-

Boue d'alimentation

mg L⁻¹

Essai 1	25,00	20,50	0,76	0,10	5,80	1,22
Essai 2	25,50	20,65	0,94	0,12	5,00	1,24
Essai 3	25,40	19,90	0,72	0,14	5,20	1,32
Moyenne	25,30	20,35	0,81	0,12	5,33	1,26

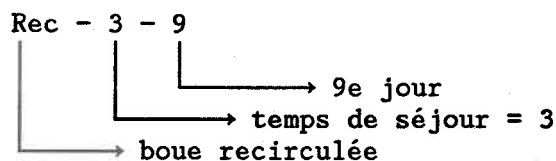
^a = en mg L⁻¹

^b = dilution par 5 donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation.

Annexe 3C: Résultats d'analyses pour le réacteur avec recyclage (R), le surnageant du décateur (S) et la boue recyclée (Rec) pour un temps de séjour de 3 jours.

	pH	POR mV	Aération VVM	O ₂ % Sat.	Population bactérienne 10 ⁹ ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
R-3-1	3,19	435	1,0	83,1				
S-3-1	3,17	395						
Rec-3-1	3,38	315						
R-3-2	3,24	433	1,0	79,2	6,3			
S-3-2	3,24	341						
Rec-3-2	3,78	117						
R-3-3	3,14	384	1,0	88,3	6,2			
S-3-3	3,20	449						
Rec-3-3	3,28	323						
R-3-4	3,13	453	1,0	85,7	5,5	2,91		
S-3-4	3,16	344			1,5	0,84		
Rec-3-4	3,28	303			7,8	3,07		
R-3-5	3,11	473	1,0	76,6				
S-3-5	3,14	537						
Rec-3-5	3,25	319						
R-3-6	3,15	441	1,0	76,6	4,9			
S-3-6	3,14	373						
Rec-3-6	3,32	217						
R-3-7	3,16	438	1,0	81,8	5,4	2,81	49,38	51,22
S-3-7	3,15	467				0,86	48,00	52,00
Rec-3-7	3,35	300				3,36	50,00	50,00
R-3-8	3,16	405	1,0	74,0	5,3	2,75	48,78	51,22
S-3-8	3,13	441			2,0	0,91	46,15	53,85
Rec-3-8	3,31	318			7,4	2,93	48,19	51,81
R-3-9	3,14	401	1,0	72,7	5,0	2,74	48,19	51,81
S-3-9	3,12	515			1,2	0,83	45,83	54,17
Rec-3-9	3,29	306			6,4	3,07	48,89	51,11
R-3-10	3,15	417	1,0	70,1	5,0	2,73	50,00	50,00
S-3-10	3,17	380				0,95	48,15	51,85
Rec-3-10	3,27	254				3,03	50,57	49,43
R-3-11	3,09	449	1,0	73	5,3	2,88	51,69	48,31
S-3-11	3,07	428				0,85	56,00	44,00
Rec-3-11	3,20	295				3,19	49,46	50,54
R-3-12	3,10	375	1,0	75,3	5,3			
S-3-12	3,27	309						
Rec-3-12	3,25	303						

Légende:



Annexe 3D: Résultats d'analyses des métaux solubilisés en mg L⁻¹ et en % pour le réacteur avec recyclage(R), le surnageant du décanteur (S) et la boue recyclée (Rec) pour le temps de séjour de 3 jours.

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
R-3-1	1,86	36,4	2,72	66,8	0,30	37,0	0,07	58,3	0,07	1,3	0,03	2,4
S-3-1	0,56	11,1	1,60	39,3	0,27	33,3	0,04	33,3	0,03	0,6	0,02	1,6
R-3-2	1,96	38,7	2,72	66,8	0,19	23,5	0,08	66,7	0,06	1,1	0,03	2,4
S-3-2	0,78	15,4	1,89	46,4	0,23	28,4	0,06	50,0	0,03	0,6	0,02	1,6
R-3-3	1,90	37,6	2,54	62,4	0,25	30,9	0,08	66,7	0,09	1,7	0,03	2,4
S-3-3	0,93	18,4	2,27	55,8	0,20	24,7	0,07	58,3	0,05	0,9	0,02	1,6
R-3-4	1,82	36,0	2,48	60,9	0,23	28,4	0,06	50,0	0,11	2,0	0,02	1,6
S-3-4	0,98	19,4	2,39	58,7	0,30	37,0	0,07	58,3	0	0	0,04	3,2
R-3-5	1,77	35,0	2,57	63,1	0,34	42,0	0,07	58,3	0,04	0,7	0,05	4,1
S-3-5	1,16	22,9	2,48	60,9	0,40	49,4	0,07	58,3	0,08	1,5	0,02	1,6
R-3-6	1,72	34,0	2,65	65,1	0,30	37,0	0,06	50,0	0,08	1,5	0,04	3,2
S-3-6	1,21	23,9	2,57	63,1	0,30	37,0	0,07	58,3	0,04	0,7	0,02	1,6
R-3-7	1,86	36,8	2,80	68,3	0,45	55,6	0,07	58,3	0,06	1,1	0,04	3,2
S-3-7	1,27	25,1	2,70	66,3	0,33	40,7	0,07	58,3	0,05	0,9	0,01	0,8
R-3-8	1,69	33,4	2,75	67,6	0,44	54,3	0,07	58,3	0,05	0,9	0,02	1,6
S-3-8	1,06	21,0	2,69	66,1	0,33	40,7	0,07	58,3	0,02	0,4	0,03	2,4
R-3-9	1,70	33,6	2,74	67,3	0,55	67,9	0,08	66,7	0,07	1,3	0,01	0,8
S-3-9	1,19	23,5	2,68	65,9	0,40	49,4	0,06	50,0	0	0	0,04	3,2
R-3-10	1,82	36,0	2,84	69,8	0,65	80,3	0,08	66,7	0,10	1,9	0,02	1,6
S-3-10	1,52	30,0	2,86	70,3	0,50	61,7	0,08	66,7	0,01	0,2	0,03	2,4
R-3-11	1,93	38,1	2,80	69,3	0,74	91,4	0,08	66,7	0,07	1,3	0,03	2,4
S-3-11	1,35	26,7	2,89	71,0	0,67	82,7	0,08	66,7	0,04	0,7	0,02	1,6
R-3-12	2,03	40,1	3,13	76,9	0,75	92,6	0,08	66,7	0,07	1,3	-	-
S-3-12	1,51	29,8	3,05	74,9	0,74	91,4	0,08	66,7	0	0	-	-

Boue

d'alimentation

mg L⁻¹ 25,30 20,35 0,81 0,12 5,33 1,26

^a = en mg L⁻¹

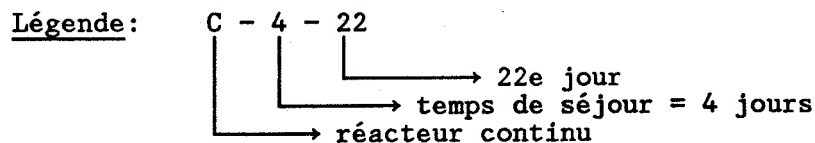
^b = diluée 5 fois donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation

ANNEXE 4

Annexe 4A: Résultats d'analyses pour le réacteur en continu (C) et l'alimentation (A) pour le temps de séjour de 4 jours.

	pH	POR mV	Aération VVM	O ₂ % Sat.	Population bactérienne 10 ⁹ ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
C-4-5	2,45	204						
C-4-6	2,56	195	1,5	3,8				
C-4-7	2,32	397	1,0	61,5				
C-4-8	2,33	366		79,9	3,0			
C-4-9	2,41	345	0,5	87,1	3,1			
C-4-10	2,46	292	0,5	83,3	3,3	2,93	58,54	41,46
C-4-11	2,58	389	0,5	87,1	3,5	2,93	57,32	42,68
C-4-12	2,75	330	0,5	70,5	4,5			
C-4-13 ^a	2,82	392	0,5	89,7	4,6			
C-4-14 ^a	2,93	358	0,5	54,5	2,1			
C-4-15 ^a	3,11	353	0,5	51,9	5,7	2,72	59,46	40,54
C-4-16	3,16	573	0,5	71,4	6,5			
C-4-17	3,20	367	0,5	92,2	5,8			
C-4-18	3,20	341	0,5	61,7	5,7			
C-4-19	3,07	276	0,5	85,7	5,6			
C-4-20	3,03	280	0,5	68,8	5,3			
C-4-21	2,94	298	0,5	59,7	4,2			
C-4-22	3,01	412	0,5	79,2	5,6			
C-4-23	2,96	407	0,5	90,9	5,3			
C-4-24	2,96	335	0,5	93,5	6,3			
C-4-25	2,84	265	0,5	68,8	5,0			
A-5		185						
A-6		50						
A-7		15						
A-8	4,0	40						
A-9		0						
A-10		-65						
A-11		136						
A-12	4,33	-6						
A-13	4,50	124						
A-14	4,50	25						
A-15	4,50	40						
A-16		160						
A-17		134						
A-18	4,17	134						
A-19	3,88	127						
A-20	3,97	107						
A-21	4,10	72						
A-22	4,04	-18						
A-23	4,01	-16						
A-24	3,75	11						
A-25	4,10	87						

a: Problème avec le contrôleur de pH



Annexe 4B: Résultats d'analyses des métaux solubilisés et des métaux dans la boue utilisée pour le réacteur en continu au temps de séjour de 4 jours.

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
C-4-5	1,73	31,8	2,55	49,5	0,39	32,8	0,10	100	0	0	0	0
C-4-6	0,84	15,4	2,44	47,4	0,35	41,7	0,10	100	0	0	0	0
C-4-7	2,48	45,6	3,07	59,6	0,48	57,1	0,10	100	0	0	0	0
C-4-8	2,98	54,8	3,48	67,6	0,54	64,3	0,10	100	0	0	0	0
C-4-9	2,98	54,8	3,79	73,6	0,49	58,3	0,10	100	0	0	0	0
C-4-10	3,00	55,1	3,30	64,1	0,56	66,7	0,10	100	0,08		0	0
C-4-11	2,95	54,2	3,64	70,7	0,38	45,2	0,10	100	0	0	0	0
C-4-12	3,35	61,6	4,38	85,1	0,41	48,8	0,10	100	0	0	0	0
C-4-13	3,35	61,6	4,11	79,9	0,41	48,8	0,10	100	0	0	0	0
C-4-14	2,28	41,9	3,81	73,9	0,47	55,9	0,10	100	0	0	0	0
C-4-15	1,66	30,5	3,92	76,0	0,41	48,8	0,10	100	0	0	0	0
C-4-16	1,43	26,3	3,52	68,4	0,45	53,6	0,10	100	0	0	0	0
C-4-17	1,41	25,9	3,66	71,1	0,39	32,8	0,10	100	0	0	0	0
C-4-18	1,46	26,8	3,53	68,7	0,40	47,6	0,10	100	0,05		0	0
C-4-19	1,92	35,3	4,58	89,0	0,33	39,3	0,10	100	0,03		0	0
C-4-20	1,98	36,4	4,48	87,1	0,27	32,1	0,10	100	0	0	0	0
C-4-21	2,30	42,3	4,31	83,7	0,32	38,1	0,10	100	0,02	0	0	0
C-4-22	1,68	30,9	3,73	72,5	0,31	36,9	0,10	100	0,04		0	0
C-4-23	1,93	35,4	4,16	80,7	0,32	38,1	0,10	100	0,01		0	0
C-4-24	1,98	36,4	4,40	85,4	0,32	38,1	0,10	100	0	0	0	0
C-4-25	2,17	39,9	4,51	87,5	0,38	45,2	0,10	100	0,08		0	0

Boue d'alimentation

mg L⁻¹

Essai 1	5,43 x 5		5.14 x 5		0,63		0,10		6,40		1,35
Essai 2	5,44 x 5		5.15 x 5		0,92		0,10		6,40		1,38
Essai 3	-----		5.17 x 5		0,96		0,10		6,50		1,34
Essai 4	-----		-----						6,330		1,39
Moyenne	27,20		25,75		0,84		0,10		6,40		1,37

^a = en mg L⁻¹

^b = diluée par 5, donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation.

Annexe 4C: Résultats d'analyses pour le réacteur avec recyclage (R), le surnageant du décanteur (S) et la boue recyclée pour le temps de séjour de 4 jours.

	pH	POR mV	Aération VVM	O ₂ % Sat.	Population bactérienne 10 ⁹ ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
R-4-5	2,75	173	1,0	3,8				
S-4-5	3,26	170						
Rec-4-5		42						
R-4-6	2,58	157	1,5	3,8				
S-4-6	2,69	105						
Rec-4-6								
R-4-7	2,19	325	1,5	65,3				
S-4-7	3,51	35						
Rec-4-7								
R-4-8	2,37	310	1,5	82,5	2,1			
S-4-8	2,47	268						
Rec-4-8								
R-4-9	2,45	367	0,5	94,5	2,5			
S-4-9	2,44	275			1,8			
Rec-4-9					5,6			
R-4-10	2,56	298	0,5	55,0	3,4	3,43	59,59	40,40
S-4-10	2,47	313			2,0			
Rec-4-10					5,4			
R-4-11	2,65	386	0,5	53,2	3,5	3,26	58,89	41,11
S-4-11	2,56	400			2,5			
Rec-4-11		208			4,3			
R-4-12	2,75	330	0,5	41,5	4,3			
S-4-12	2,58	353						
Rec-4-12	2,67	300						
R-4-13 ^a	2,90	386	0,8	13,0	5,3			
S-4-13	2,75	375						
Rec-4-13	2,96	285						
R-4-14 ^a	3,07	335	1,0	53,2	5,6			
S-4-14	2,87	321						
Rec-4-14	2,98	301						
R-4-15 ^a	3,15	343	1,0	63,6	5,4	2,88	59,49	40,51
S-4-15	2,89	329				1,43	60,00	40,00
Rec-4-15	3,08	295				3,19	60,23	39,77
R-4-16	3,21	340	1,0	80,5	5,6			
S-4-16	2,97	333						
Rec-4-16	3,23	290						
R-4-17	3,38	349	1,0	70,1	5,2			
S-4-17	3,43	344			3,2			
Rec-4-17	3,14	283			9,9			
R-4-18	3,35	326	1,0	76,6	6,7			
S-4-18	3,21	337			3,7			
Rec-4-18	3,39	310			11,3			

Annexe 4C: Résultats d'analyses pour le réacteur avec recyclage (R), le surnageant du décanteur (S) et la boue recyclée (Rec) pour le temps de séjour de 4 jours.

	pH	POR mV	Aération VVM	O ₂ % Sat.	Population bactérienne 10 ⁹ ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
R-4-19	3,37	277	1,0	54,5	5,6			
S-4-19	3,23	257						
Rec-4-19	3,41	256						
R-4-20	3,38	276	1,0	39,0	5,9			
S-4-20	3,25	281						
Rec-4-20	3,40	263						
R-4-21	3,20	265	1,0	59,7	5,0			
S-4-21	3,10	299						
Rec-4-21	3,31	291						
R-4-22	3,28	320	1,0	59,7	5,5			
S-4-22	3,25	336						
Rec-4-22	3,40	288						
R-4-23	3,25	393	1,0	81,8	7,5			
S-4-23	3,29	370						
Rec-4-23	3,35	309						
R-4-24	3,19	312	1,0	64,9	6,1			
S-4-24	3,26	310			1,8			
Rec-4-24	3,35	271			9,8			
R-4-25	3,17	244	1,0	67,5	7,1			
S-4-25	3,29	242						
Rec-4-25	3,17	238						

a: Problèmes avec le contrôleur de pH.

Annexe 4D: Résultats d'analyses des métaux solubilisés en mg L⁻¹ et en % pour le réacteur avec recyclage (R), le surnageant du décanteur (S) et la boue recyclée (Rec) pour le temps de séjour de 4 jours.

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
R-4-5	---	---	2,43	47,2	0,36	42,9	---	---	0	0	0	0
S-4-5	---	---	2,42	47,0	0,34	40,5	---	---	0	0	0	0
R-4-6	---	---	2,41	46,8	0,34	40,5	---	---	0	0	0	0
S-4-6	---	---	2,42	47,0	0,36	42,9	---	---	0	0	0	0
R-4-7	1,76	32,4	2,42	47,0	0,34	40,5	---	---	0	0	0	0
S-4-7	---	---	---	---	---	---	---	---	0	0	0	0
R-4-8	2,96	54,4	4,30	83,5	0,58	69,0	---	---	0	0	0	0
S-4-8	---	---	---	---	---	---	---	---	0	0	0	0
R-4-9	3,02	55,5	4,63	89,9	0,51	60,7	0,2		0	0	0	0
S-4-9	3,18	58,5	4,80	93,2	0,41	48,8	0,1 Plus		0,07	1,1	0	0
R-4-10	3,23	59,4	4,93	95,7	0,34	40,5	3,4 de		0,02	0,3	0	0
S-4-10	3,48	64,0	4,90	95,2	0,47	56,0	2,7 100%		0,09	1,4	0	0
R-4-11	3,03	55,7	3,64	70,7	0,33	39,3	2,6 dû		0	0	0	0
S-4-11	3,62	66,5	4,90	95,2	0,45	53,6	3,1 à		0	0	0	0
R-4-12	3,36	61,8	5,15	100	0,44	52,4	2,2 CON		0	0	0	0
S-4-12	3,51	64,5	---	---	0,57	67,9	2,9 TA		0	0	0	0
R-4-13	3,35	61,6	3,81	74,0	0,41	48,8	1,8 MI		0,02	0,3	0	0
S-4-13	3,35	61,5	---	---	0,56	66,7	2,7 NA		0,01	0,2	0	0
R-4-14	1,51	27,8	3,92	76,0	0,52	61,9	1,5 TION		0	0	0	0
S-4-14	2,35	43,2	3,81	74,0	0,48	57,1	2,1		0	0	0	0
R-4-15	1,69	31,1	4,61	89,6	0,47	56,0	1,2 DE		0	0	0	0
S-4-15	2,39	43,9	5,20	100	0,53	63,1	2,0		0	0	0	0
R-4-16	2,49	45,8	5,18	100	0,52	61,9	1,0 SOU		0	0	0	0
S-4-16	2,51	46,1	5,15	100	0,45	53,6	1,7 RCE		0	0	0	0
R-4-17	1,42	26,1	3,75	72,9	0,45	53,6	0,7		0	0	0	0
S-4-17	1,42	26,1	3,00	58,3	0,39	46,4	1,5 IN		0	0	0	0
R-4-18	2,24	41,2	3,91	75,8	0,35	41,7	0,5 CON		0	0	0	0
S-4-18	1,43	26,3	5,20	100	0,47	56,0	1,3 NUE		0	0	0	0
R-4-19	1,83	33,6	5,15	100	0,35	41,7	0,5		0	0	0	0
S-4-19	1,49	27,4	5,15	100	0,45	53,6	1,2		0	0	0	0
R-4-20	1,90	34,9	5,20	100	0,32	38,1	0,4		0	0	0	0
S-4-20	1,39	25,5	5,10	99,0	0,41	48,8	1,1		0	0	0	0
R-4-21	2,30	42,3	5,15	100	0,32	38,1	0,4 CON		0	0	0	0
S-4-21	1,72	31,6	5,00	97,1	0,41	48,8	1,1 TA		0	0	0	0
R-4-22	1,65	30,3	5,04	97,8	0,37	44,0	0,3 MI		0	0	0	0
S-4-22	1,36	25,0	5,20	100	0,50	59,5	0,8 NA		0	0	0	0
R-4-23	1,57	28,9	4,42	85,7	0,31	36,9	0,2 TION		0	0	0	0
S-4-23	1,40	25,7	5,10	99	0,42	50,0	0,6		0	0	0	0
R-4-24	1,59	29,2	5,15	100	0,30	35,7	0,2		0	0	0	0
S-4-24	1,45	26,7	5,30	100	0,37	44,0	0,5		0	0	0	0

Boue d'alimentation

mg L⁻¹

Moyenne	27,20	25,75	0,84	0,10	6,40	1,37
---------	-------	-------	------	------	------	------

^a = en mg L⁻¹

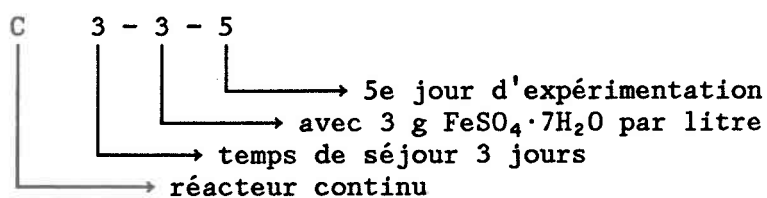
^b = diluée par 5, donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation.

ANNEXE 5

Annexe 5A: Résultats d'analyses pour le réacteur en continu (C) et l'alimentation (A) pour le temps de séjour de 3 jours avec 3 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ L^{-1}

	pH	POR mV	Aération VVM	O ₂ % Sat.	Population bactérienne 10 ⁹ ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
C-3-3-1	2,85	518	0,7	84,4		2,78	47,78	51,22
C-3-3-2	2,90	522	0,7	81,8	3,0	2,82	48,68	51,32
C-3-3-3	2,84	533	0,7	74,0	3,9	2,80	47,37	52,63
C-3-3-4	2,85	422	0,7	81,8	3,1	2,87		
C-3-3-5	2,89	513	0,7	58,4	3,1	2,82		
C-3-3-6	2,86	498	0,7	80,5	3,2	2,75		
C-3-3-7	2,93	515	0,7	75,3				
C-3-3-8	2,90	526	0,7	77,9	3,7	2,83	49,38	50,62
C-3-3-9	2,85	548	0,7	75,3	3,3			
C-3-3-10	2,84	514	0,7	75,3	3,5	2,95	43,33	56,67
C-3-3-11	2,87	538	0,7	75,3	3,4	2,94	43,18	56,82
C-3-3-12	2,80	529	0,7	76,6	3,4			
A-1	3,87	192				2,86	48,28	51,72
A-2	3,95	130				2,79	50,00	50,00
A-3	3,96	130				2,94	48,39	51,61
A-4	3,87	203				2,81	47,78	52,22
A-5	4,15	125				2,95		
A-6		270				2,99		
A-7	4,05	245						
A-8	3,99	285				2,62	47,56	52,44
A-9	3,80	277						
A-10	4,02	206				2,94	48,39	51,61
A-11	3,80	247						
A-12	4,00	180						

Légende:



Annexe 5B: Résultats d'analyses des métaux solubilisés et des métaux dans la boue utilisée pour le réacteur en continu et l'alimentation pour le temps de séjour 3 jours et 3 g FeSO₄·7H₂O l⁻¹

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
C-3-3-1	2,79	55,1	3,21	78,9	0,60	74,1	0,09	75,0	0,16	3,0	0,05	4,0
C-3-3-2	2,78	54,9	3,28	80,6	0,74	91,4	0,08	66,7	0,19	3,6	0,05	4,0
C-3-3-3	2,94	58,1	3,24	79,6	0,75	92,6	0,08	66,7	0,15	2,8	0	0
C-3-3-4	2,85	56,3	3,21	78,9	0,77	95,1	0,08	66,7	0,15	2,8	0,01	0,8
C-3-3-5	2,93	57,9	3,19	78,4	0,74	91,4	0,09	75,0	0,12	2,3	0,06	4,8
C-3-3-6	2,94	58,1	3,14	77,2	0,75	92,6	0,08	66,7	0,12	2,3	0,04	3,2
C-3-3-7	2,86	56,5	3,24	79,6	0,77	95,1	0,05	41,7	0,09	1,7	0,04	3,2
C-3-3-8	3,07	60,7	3,22	79,1	0,79	97,5	0,08	66,7	0,17	3,2	0,04	3,2
C-3-3-9	3,08	60,9	3,20	78,6	0,77	95,1	0,08	66,7	0,16	3,0	0,03	2,4
C-3-3-10	3,22	63,6	3,25	79,9	0,75	92,6	0,07	58,3	0,12	2,3	0,05	4,0
C-3-3-11	3,13	61,9	3,09	75,9	0,76	93,8	0,08	66,7	0,11	2,1	0,04	3,2
C-3-3-12	3,16	62,5	3,06	75,2	0,79	97,5	0,08	66,7	0,08	1,5	0,04	3,2

Boue d'alimentation

mg L⁻¹

25,30	20,35	0,81	0,12	5,33	1,26
-------	-------	------	------	------	------

Solubilisation dans l'alimentation

	X1	% Sol	X1	% Sol	X1	% Sol	X1	% Sol	X1	% Sol	X1	% Sol
A-2	0,08	1,6	3,58	17,6	0,50	61,7	0,07	58,3	0	0	0,06	4,8
A-3	0,06	1,2	2,40	11,8	0,50	61,7	0,06	50,0	0	0	0,05	4,0
A-4	0,07	1,4	4,05	19,9	0,40	49,4	—	—	0	0	0,05	4,0
A-5	0,09	1,8	4,28	21,0	0,40	49,4	0,06	50,0	0	0	0,05	4,0
A-6	0,07	1,4	6,05	29,7	0,35	43,2	0,10	83,3	0	0	0,03	2,4
A-7	0,06	1,2	5,49	27,0	0,42	51,9	0,09	75,0	0	0	0,03	2,4
A-8	0,04	0,8	5,85	28,8	0,45	55,6	—	—	0	0	0,02	1,6
A-9	0,05	1,0	5,63	27,7	0,40	49,4	0,02	16,7	0	0	0,04	3,2
A-10	0,05	1,0	5,28	25,9	0,38	46,9	0	0	0	0	0,01	0,8
A-11	0,07	1,4	5,51	27,1	0,37	45,7	0	0	0	0	0,02	1,6
A-12	0,06	1,2	5,07	24,9	0,38	46,9	0	0	0	0	0,01	0,8

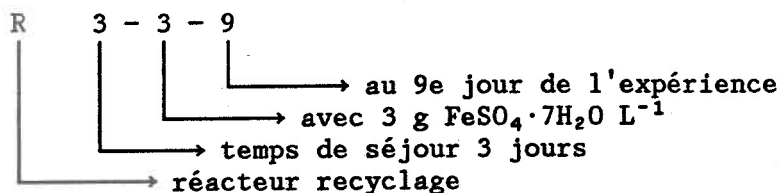
^a = en mg L⁻¹

^b = dilution par 5 donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation.

Annexe 5C: Résultats d'analyses pour le réacteur avec recyclage (R), le surnageant du décanteur (S) et la boue recyclée (Rec) pour le temps de séjour de 3 jours avec 3 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ par litre.

	pH	POR mV	Aération VVM	O_2 % Sat.	Population bactérienne 10^9 ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
R-3-3-1	2,88	482	1,0	80,5		2,85	50,60	49,40
S-3-3-1	3,06	334				1,36	52,63	47,37
Rec-3-3-1	3,06	323				3,30	49,51	50,49
R-3-3-2	2,91	516	1,0	71,4	3,4	3,04	50,00	50,00
S-3-3-2	2,94	455			1,4	1,12	47,22	52,78
Rec-3-3-2	3,07	324			5,0	3,09	54,12	45,88
R-3-3-3	2,82	530	1,0	51,9	4,6	2,97	50,63	49,37
S-3-3-3	2,87	446						
Rec-3-3-3	2,98	325						
R-3-3-4	2,82	518	1,0	75,3	3,6			
S-3-3-4	2,86	444						
Rec-3-3-4	2,92	360						
R-3-3-5	2,93	515	1,0	87,0	3,9			
S-3-3-5	2,94	467			2,5			
Rec-3-3-5	3,03	353			4,6			
R-3-3-6	2,86	514	1,0	77,9				
S-3-3-6								
Rec-3-3-6	2,99	309						
R-3-3-7	2,99	519	1,0	89,6	3,6			
S-3-3-7	2,96	478						
Rec-3-3-7	3,10	348						
R-3-3-8	2,92	535	1,0	80,5	4,5	3,33	43,12	56,88
S-3-3-8	3,02	522			1,6	0,88	57,69	42,31
Rec-3-3-8	3,06	365			5,2			
R-3-3-9	2,89	545	1,0	64,9	4,5			
S-3-3-9								
Rec-3-3-9	3,08	342						
R-3-3-10	2,96	476	1,0	64,9	5,3	3,02	43,48	56,52
S-3-3-10	3,00	485				1,10	46,87	53,13
Rec-3-3-10	3,37	310				3,58	47,00	53,00
R-3-3-11	2,95	478	1,0	62,3	5,0			
S-3-3-11	2,95	493						
Rec-3-3-11	3,28	310						
R-3-3-12	2,87	505	1,0	60,4	5,0			
S-3-3-12	3,03	448						
Rec-3-3-12	2,98	360						

Légende:



Annexe 5D: Résultats d'analyses de solubilisation des métaux pour le réacteur avec recyclage (R), le surnageant du décanteur (S) et la boue recirculée (Rec) pour le temps de séjour de 3 jours avec 3 g FeSO₄·7H₂O l⁻¹

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
R-3-3-1	2,50	49,4	2,90	71,2	0,50	61,7	0,08	66,7	0,07	1,3	0	0
S-3-3-1	2,18	43,1	3,11	76,4	0,50	61,7	0,08	66,7	0,07	1,3	0,07	5,6
Rec-3-3-1	1,94	38,3	2,90	71,2	0,38	46,9	0,07	58,3	0,08	1,5	0,03	2,4
R-3-3-2	2,54	50,8	2,89	71,0	0,60	74,1	0,07	58,3	0,11	2,1	0,02	1,6
S-3-3-2	2,50	49,4	3,12	76,7	0,65	80,2	0,08	66,7	0,13	2,4	0,04	3,2
Rec-3-3-2	2,08	41,1	2,95	72,5	0,40	49,4	0,07	58,3	0,05	0,9	0,03	2,4
R-3-3-3	2,48	49,1	3,02	74,2	0,75	92,6	0,07	58,3	0,11	2,1	0,02	1,6
S-3-3-3	2,56	50,6	3,17	77,9	0,70	86,4	0,07	58,3	0,15	2,8	0,01	0,8
Rec-3-3-3	2,17	42,9	2,92	71,7	0,55	67,9	0,06	50,0	0,14	2,6	0	0
R-3-3-4	2,51	49,6	2,83	69,5	0,78	96,3	0,07	58,3	0,17	3,2	0	0
S-3-3-4	2,26	44,7	2,99	73,5	0,78	96,3	0,07	58,3	0,15	2,8	0	0
Rec-3-3-4	2,13	42,1	2,84	69,8	0,64	79,1	0,08	66,7	0,13	2,4	0	0
R-3-3-5	2,61	51,6	2,91	71,5	0,79	97,5	0,07	58,3	0,15	2,8	0	0
S-3-3-5	2,37	46,8	2,94	72,2	0,76	93,8	0,08	66,7	0,13	2,4	0,04	3,2
Rec-3-3-5	2,42	47,8	2,97	73,0	0,75	92,6	0,08	66,7	0,10	1,9	0,04	3,2
R-3-3-6	2,45	48,4	2,81	69,0	0,78	96,3	0,06	50,0	0,18	3,4	0,04	3,2
S-3-3-6	1,09	25,5	2,60	63,9	0,80	98,8	0,07	58,3	0,04	0,7	0,02	1,6
Rec-3-3-6	2,09	41,3	2,87	70,5	0,78	96,3	0,07	58,3	0,08	1,5	0,04	3,2
R-3-3-7	2,30	45,4	2,58	63,4	0,80	98,8	0,05	41,7	0,19	3,6	0,01	0,8
S-3-3-7	2,44	48,2	2,96	72,7	0,80	98,8	0,05	41,7	0,05	0,9	0,08	6,3
Rec-3-3-7	2,26	44,7	2,68	73,2	0,75	92,6	0,05	41,7	0,09	1,7	0,05	4,0
R-3-3-8	2,64	52,2	2,84	69,8	0,75	92,6	0,07	58,3	0,12	2,2	0,05	4,0
S-3-3-8	2,35	46,4	2,84	69,8	0,79	97,5	0,08	66,7	0,05	0,9	0,07	5,6
Rec-3-3-8	2,48	49,0	2,74	67,3	0,77	95,1	0,08	66,7	0,13	2,4	0,05	4,0
R-3-3-9	2,65	52,4	2,69	66,1	0,73	90,1	0,08	66,7	0,11	2,1	0,01	0,8
S-3-3-9	0,07	1,4	1,19	29,2	0,78	96,3	0,02	16,7	0	0	0	0
Rec-3-3-9	2,39	47,2	2,68	65,9	0,78	96,3	0,08	66,7	0,09	1,7	0,04	3,2
R-3-3-10	2,48	49,0	2,49	61,2	0,74	91,4	0,08	66,7	0,05	0,9	0,04	3,2
S-3-3-10	2,64	52,2	2,73	67,1	0,77	95,1	0,08	66,7	0,09	1,7	0,06	4,8
Rec-3-3-10	1,37	27,1	2,48	60,9	0,80	98,8	0,01	8,3	0,08	1,5	0,06	4,8
R-3-3-11	2,33	46,1	2,58	63,4	0,79	97,5	0,08	66,7	0,08	1,5	0,01	0,8
S-3-3-11	2,66	52,6	2,71	66,6	0,79	97,5	0,08	66,7	0,06	1,1	0	0
Rec-3-3-11	1,56	30,8	2,45	60,2	0,77	95,1	0,06	50,0	0,04	0,7	0,05	4,0
R-3-3-12	2,69	53,2	2,68	65,8	---	---	---	---	0,05	0,9	0,04	3,2
S-3-3-12	1,81	35,8	2,51	61,7	0,77	95,1	0,08	66,7	0,10	1,9	0,01	0,8
Rec-3-3-12	2,74	54,2	2,83	69,5	0,78	96,3	0,08	66,7	0,10	1,9	0,05	1,0

Boue d'alimentation

mg L⁻¹

25,30	20,35	0,81	0,12	5,33	1,26
-------	-------	------	------	------	------

a = en mg L⁻¹

b = dilué par un facteur 5 donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation (% Sol).

Annexe 5E: Détermination de K_{La} ; réacteur continu

$\tau = 3$ jours
 $[\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}] = 3\text{g L}^{-1}$

$T = 30^\circ\text{C}$
 Agitation = 425 rpm

$[\text{O}_2]_{\text{sat}} = 7.7 \text{ mg L}^{-1}$

Essai #1		Essai #2		Essai #3	
Temps (min.)	C (mg L ⁻¹)	Temps (min.)	C (mg L ⁻¹)	Temps (min.)	C (mg L ⁻¹)
0	1,20	0	1,6	0	0,70
1	1,80	0,5	1,90	0,5	1,00
2	2,10	1,0	2,15	1,0	1,20
3	2,50	1,5	2,40	1,5	1,40
4	2,70	2,0	2,65	2,0	1,60
5	2,80	2,5	2,90	2,5	1,90
6	3,05	3,0	3,10	3,0	2,05
7	3,15	3,5	3,30	3,5	2,20
8	3,30	4,0	3,50	4,0	2,40
9	3,50	4,5	3,65	4,5	2,60
10	3,60	5,0	3,80	5,0	2,75
11	3,70	5,5	4,00	5,5	2,85
12	3,80	6,0	4,15	6,0	3,00
13	3,88	6,5	4,30	6,5	3,10
14	3,95	7,0	4,40	7,0	3,25
15	4,05			7,5	3,40
16	4,10			8,0	3,50
17	4,18				
20	4,28				

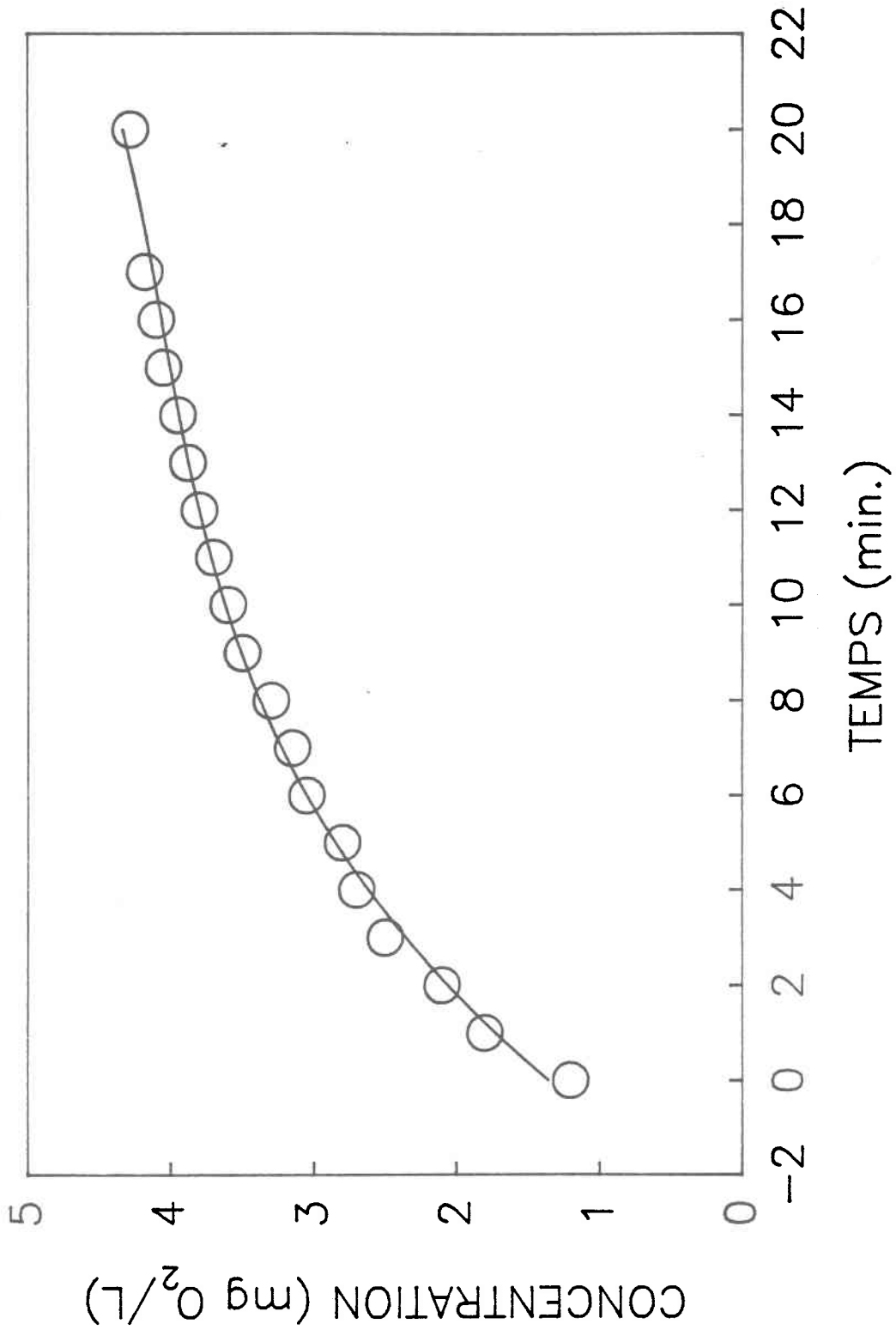
Pentes des graphiques C en fonction de t:

C	Pente dC/dt	C	Pente dC/dt	C	Pente dC/dt
2,05	0,37	1,90	0,58	1,20	0,44
3,05	0,18	2,20	0,56	1,70	0,42
3,60	0,11	2,50	0,43	2,35	0,35
3,95	0,07	3,10	0,39	2,60	0,30
4,30	0,04	3,65	0,32	3,00	0,27
		4,15	0,27	3,25	0,23
		3,30	0,37		
		3,0	0,41		
		2,75	0,41		

REACTEUR CONTINU, DETERMINATION DE $K_L a$

ESSAI # 1

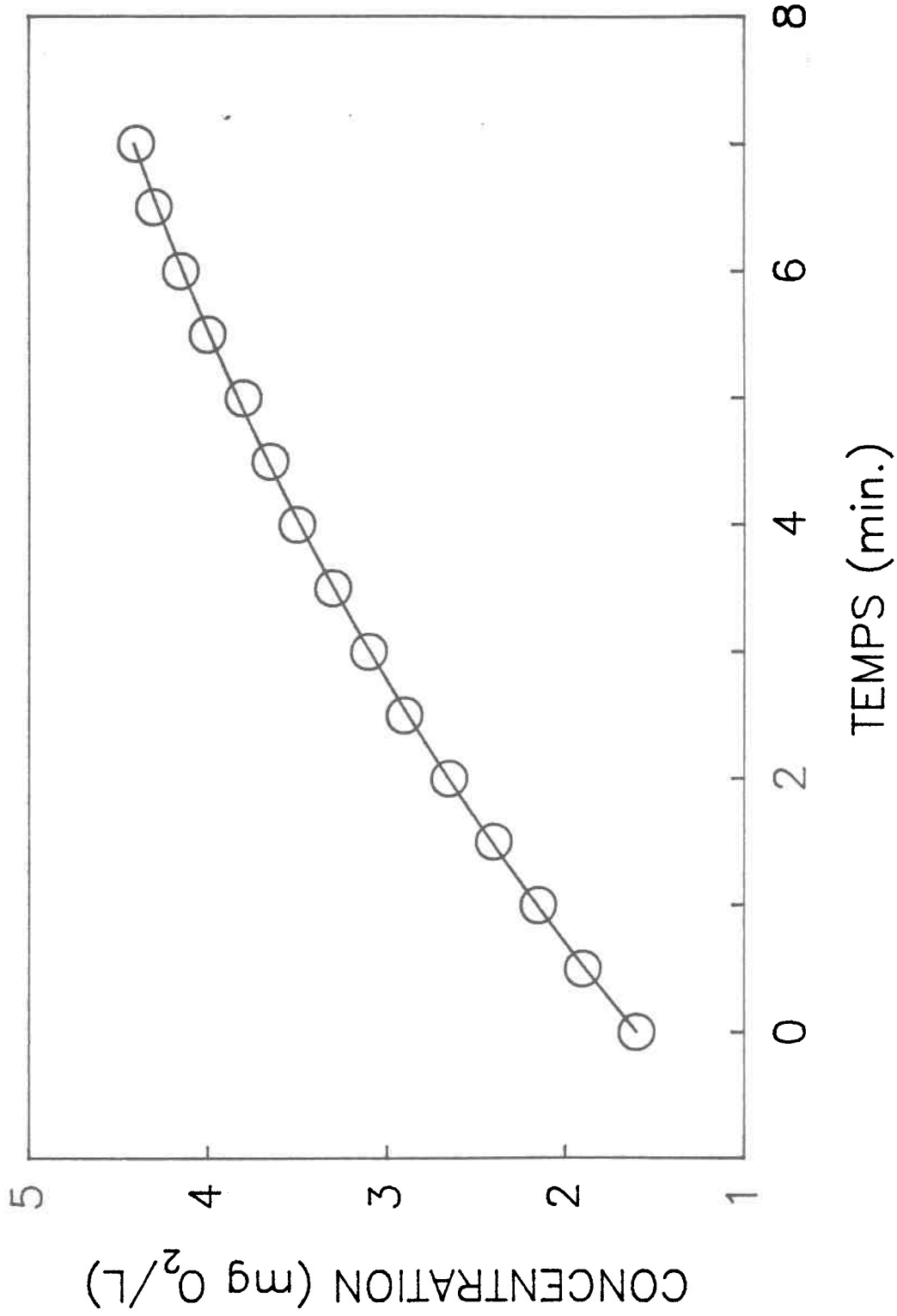
CONCENTRATION O_2 VS TEMPS



REACTEUR CONTINU, DETERMINATION DE $K_L a$

ESSAI # 2

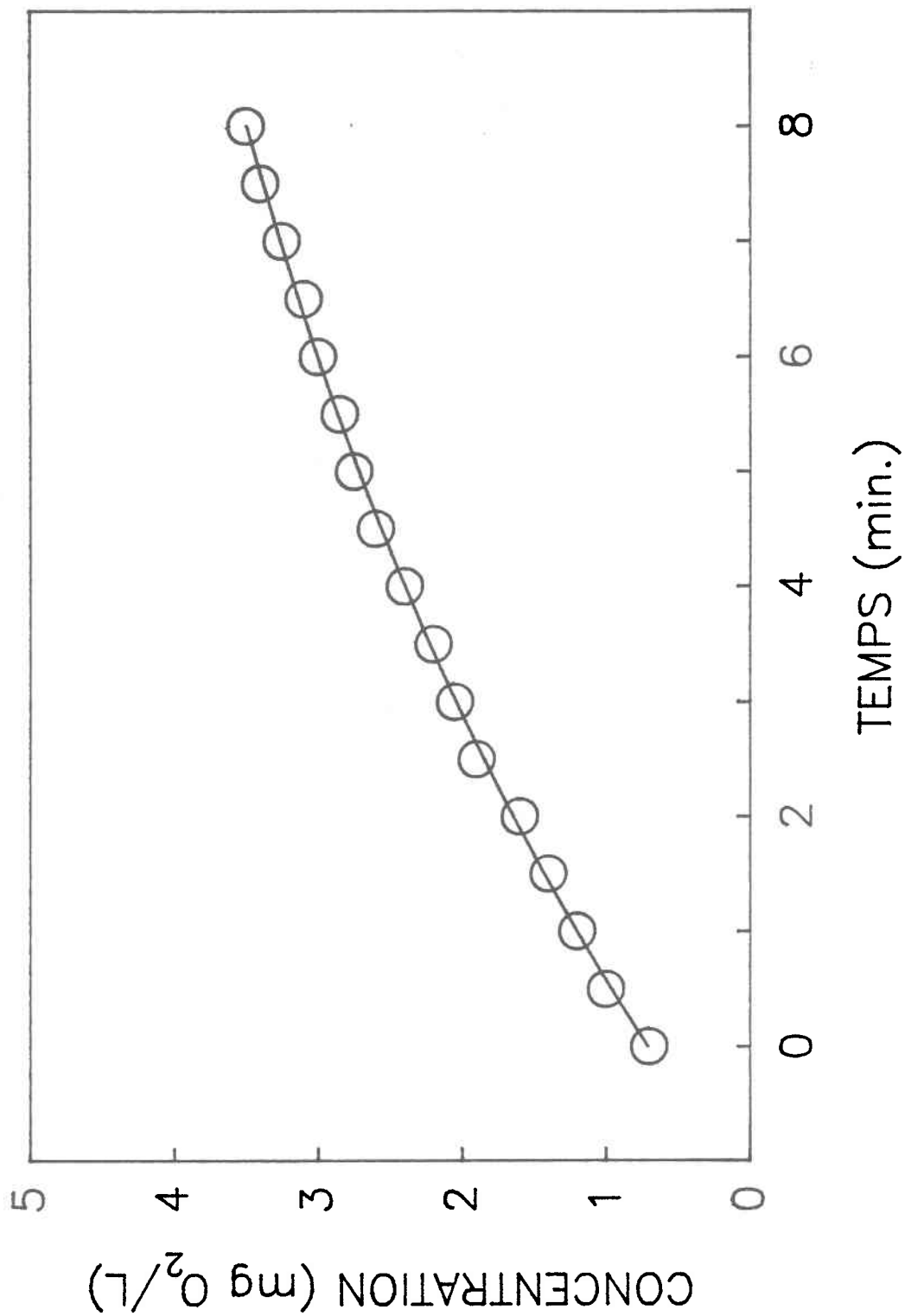
CONCENTRATION O_2 VS TEMPS



REACTEUR CONTINU, DETERMINATION DE $K_L a$

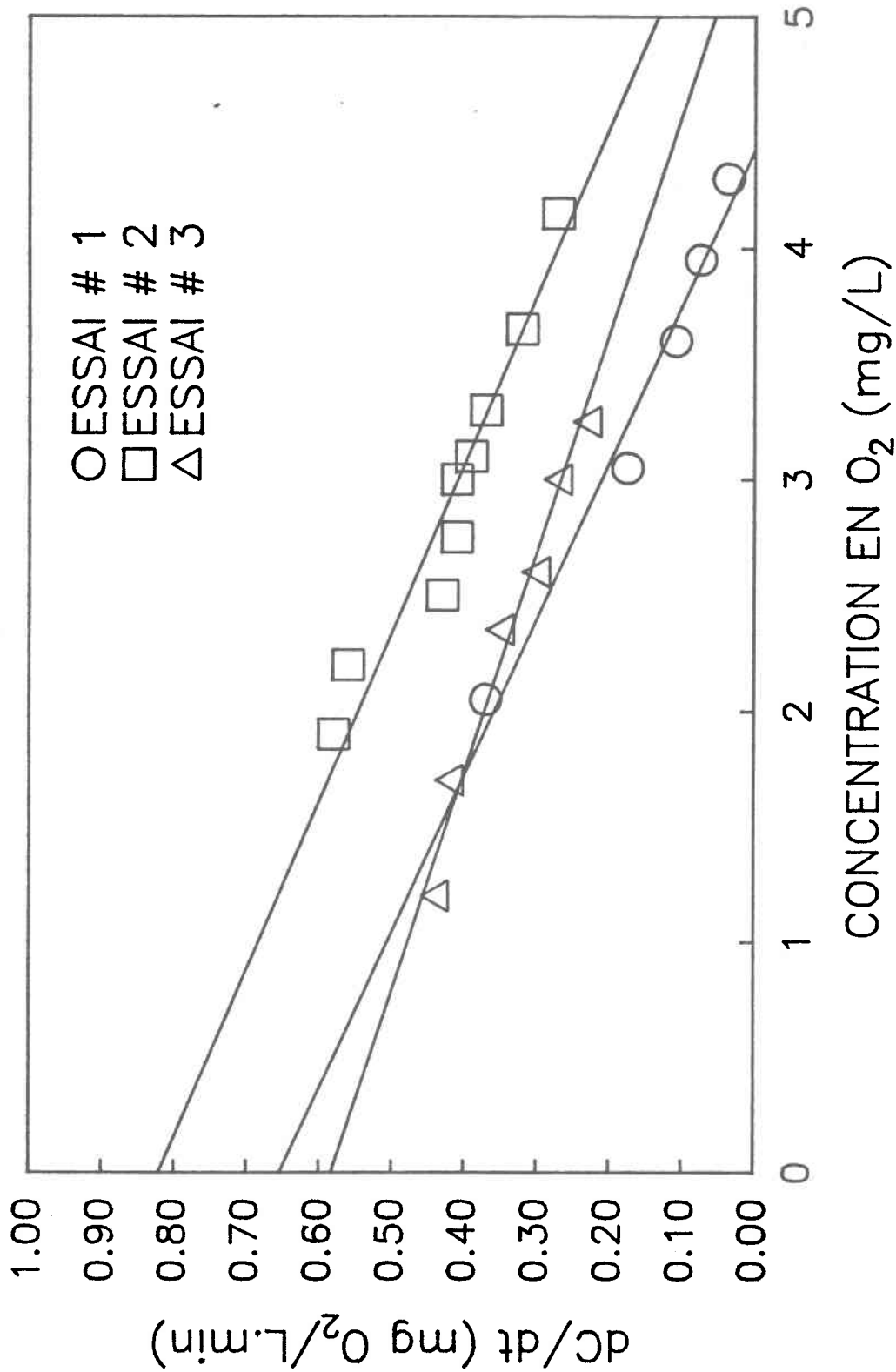
ESSAI # 3

CONCENTRATION O_2 VS TEMPS



REACTEUR CONTINU, DETERMINATION DE $K_L a$

dC/dt vs CONCENTRATION EN OXYGENE



Annexe 5F: Détermination de K_{La} ; réacteur avec recyclage

$\tau = 3$ jours
 $[\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}] = 3\text{g L}^{-1}$

$T = 30^\circ\text{C}$
 Agitation = 425 rpm

$[\text{O}_2]_{\text{sat}} = 7.7\text{ mg L}^{-1}$

Essai #1		Essai #2		Essai #3	
Temps (min.)	$[\text{O}_2]$ (mg L ⁻¹)	Temps (min.)	$[\text{O}_2]$ (mg L ⁻¹)	Temps (min.)	$[\text{O}_2]$ (mg L ⁻¹)
0	1,10	0	2,10	0	1,80
1	1,55	0,5	2,35	0,5	2,05
2	1,95	1,0	2,80	1,0	2,30
3	2,40	1,5	3,00	1,5	2,50
4	2,80	2,0	3,05	2,0	2,75
5	3,10	2,5	3,20	2,5	3,00
6	3,35	3,0	3,40	3,0	3,20
7	3,60	3,5	3,60	3,5	3,40
8	3,85	4,0	3,75	4,0	3,60
9	4,00	4,5	3,95	4,5	3,75
10	4,20	5,0	4,10	5,0	3,95
13	4,50	5,5	4,25	5,5	4,10
15	4,75	6,0	4,40	6,0	4,25
20	5,00	6,5	4,55	6,5	4,40
25	5,20	7,0	4,65	7,0	4,50
30	5,40	7,5	4,75	7,5	4,65
				8,0	4,75

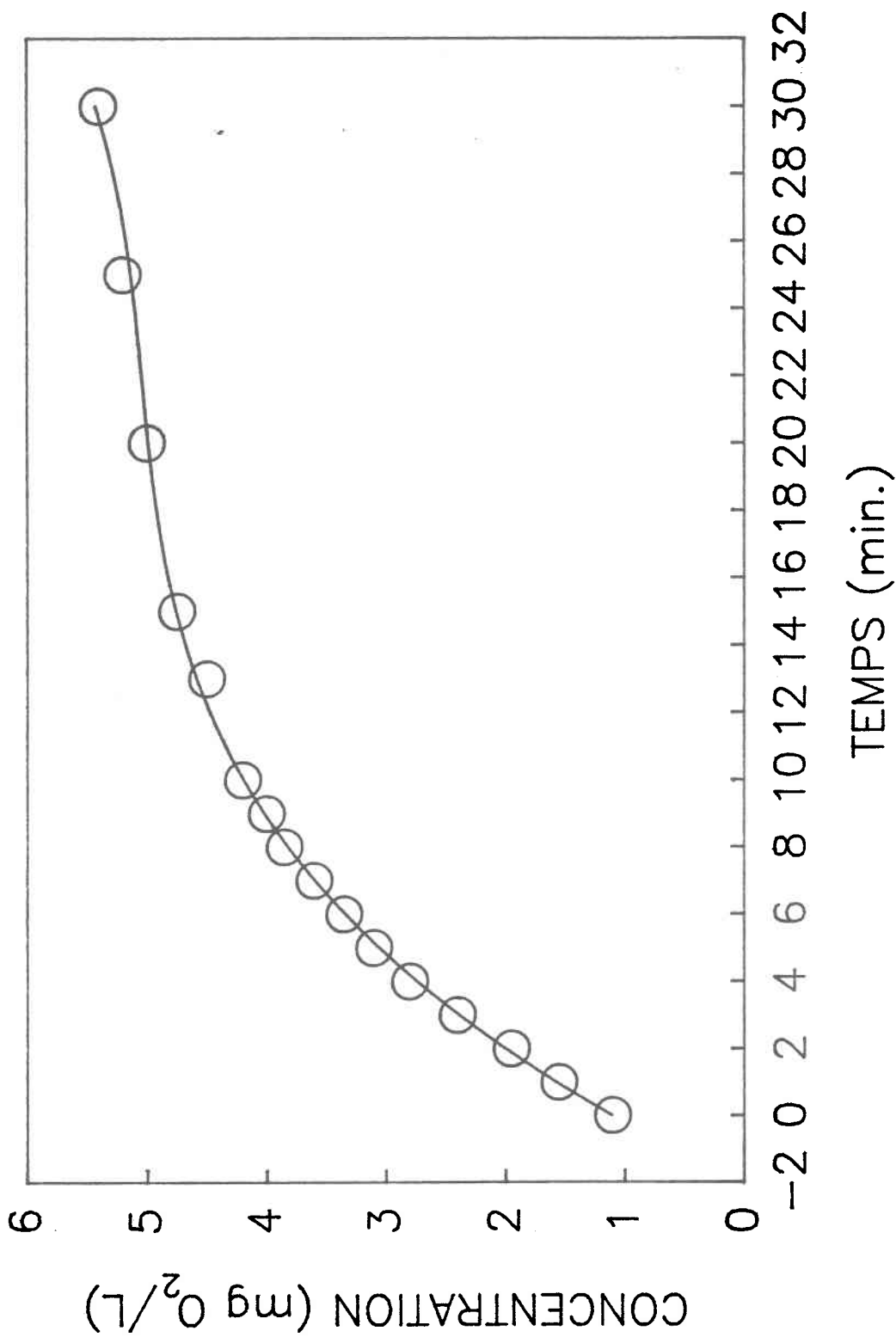
Pentes des graphiques C en fonction de t:

C	Pente dC/dt	C	Pente dC/dt	C	Pente dC/dt
1,60	0,46	2,35	0,57	2,30	0,52
2,80	0,34	2,90	0,48	2,75	0,43
3,35	0,24	3,25	0,38	3,25	0,41
3,95	0,16	3,50	0,33	3,75	0,34
4,50	0,11	4,10	0,29	4,25	0,30
4,90	0,05	4,65	0,23	4,65	0,24
5,25	0,04				

REACTEUR RECYCLAGE, DETERMINATION DE $K_L a$

ESSAI #1

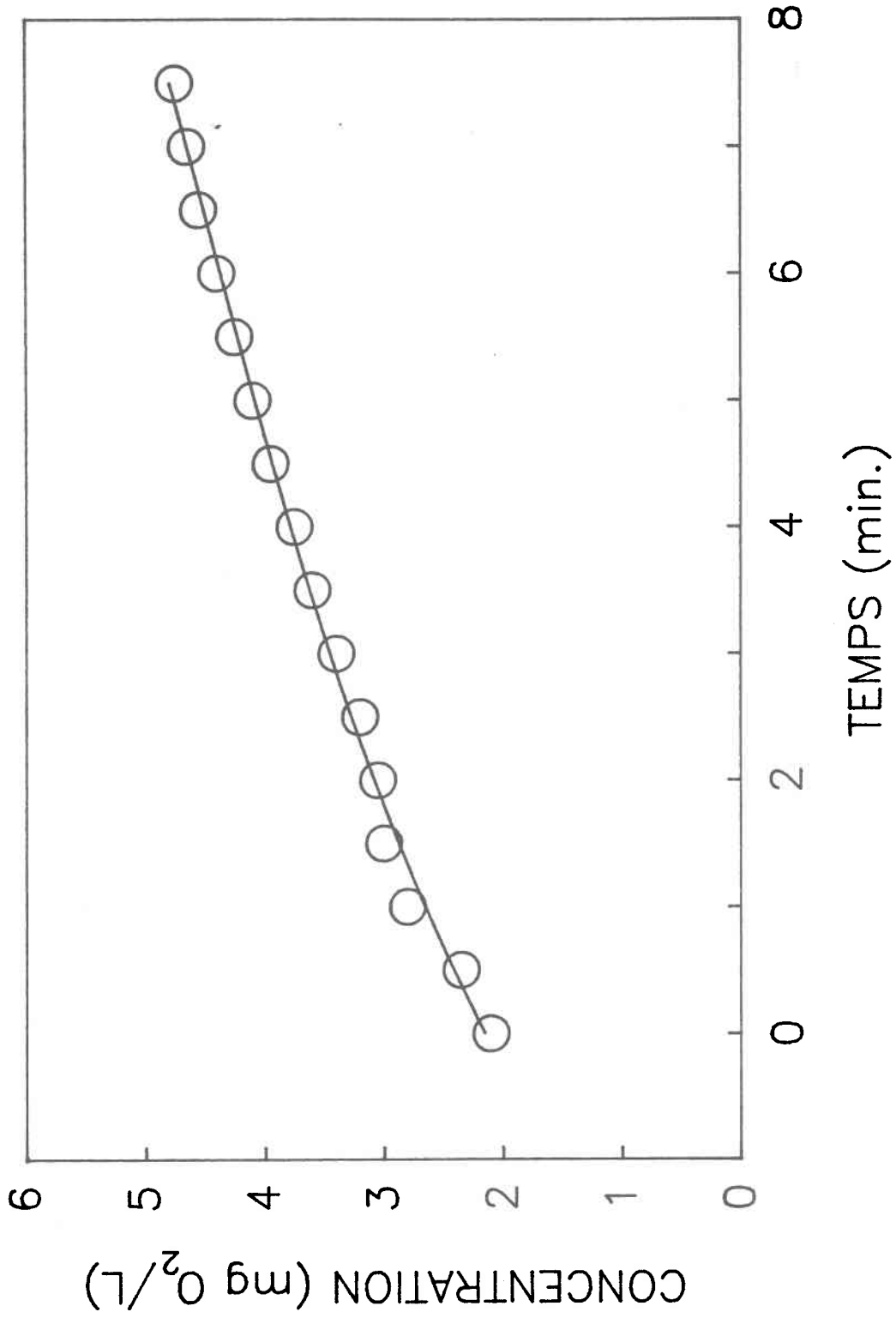
CONCENTRATION O_2 VS TEMPS



REACTEUR RECYCLAGE, DETERMINATION DE $K_L a$

ESSAI # 2

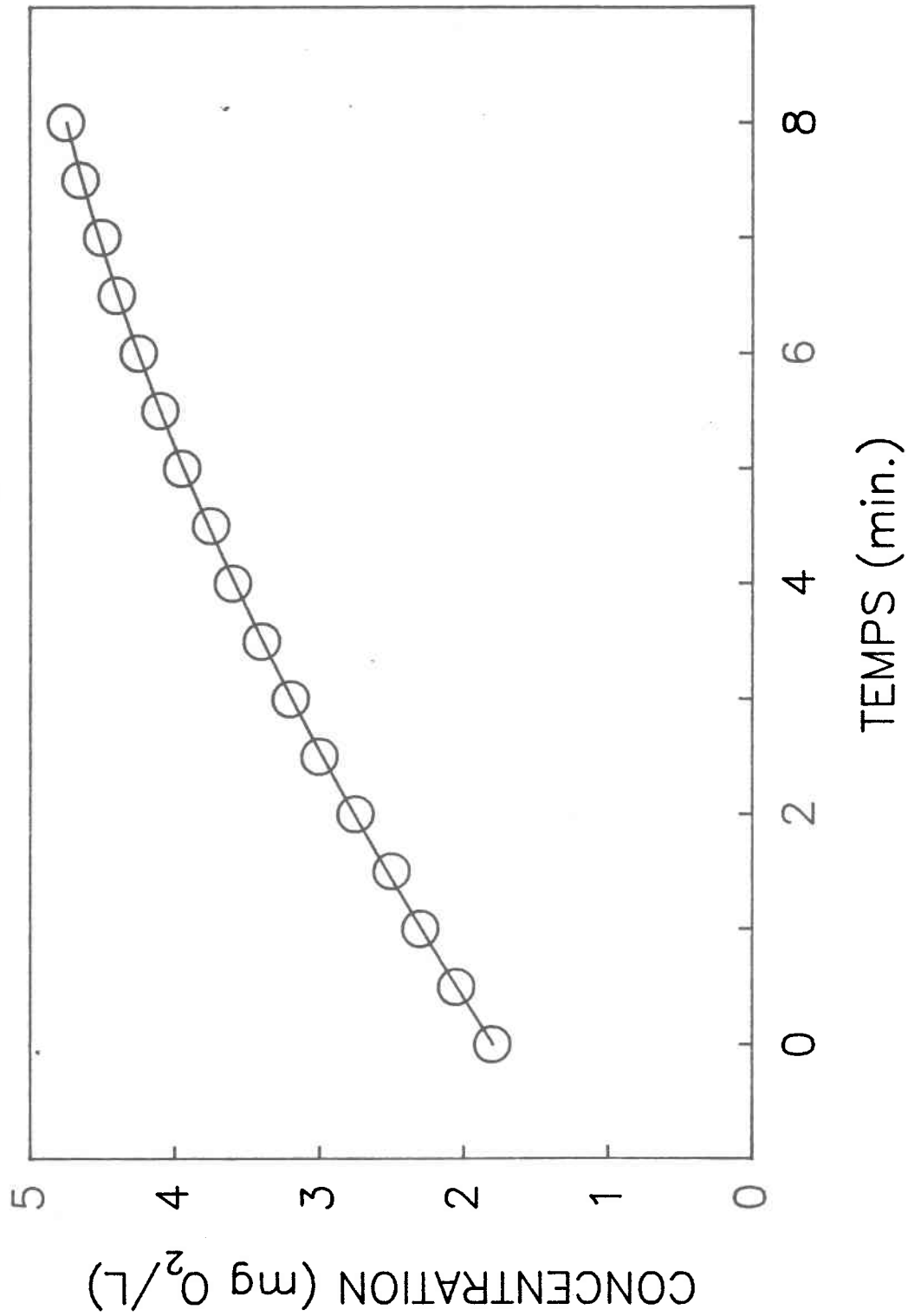
CONCENTRATION O_2 VS TEMPS



REACTEUR RECYCLAGE, DETERMINATION DE $K_L a$

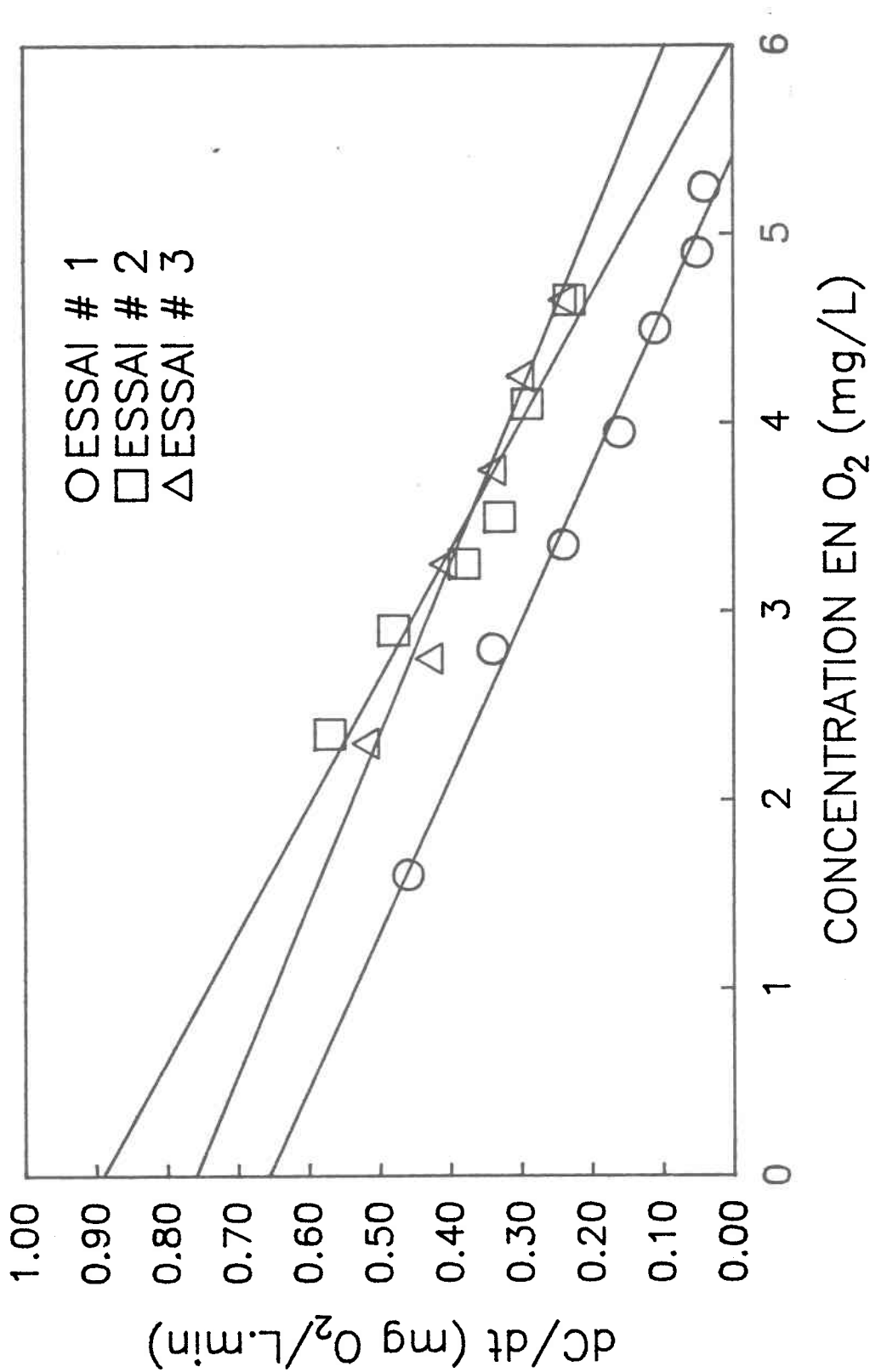
ESSAI # 3

CONCENTRATION O_2 VS TEMPS



REACTEUR RECYCLAGE, DETERMINATION DE $K_L a$

dc/dt vs CONCENTRATION EN OXYGENE



Annexe 5G: Volume des boues décantées (VBC) et indice du volume (IVB) des boues pour le réacteur continu, temps de séjour 3 jours et 3 g L⁻¹ de FeSO₄·7H₂O.

temps (min.)	Essai du C-3-3-10			Essai du C-3-3-12		
	% ST	VBC (ml)	% ST surnageant	% ST	VBC (ml)	% ST surnageant
0	2.69	900		2.96	900	
15		875			890	
20		840			880	
30		790			860	
45		740			825	
60		680			755	
90		625			720	
120		570			650	
150		525			590	
180		500			550	
210		480			500	
240		475			475	
300		--	0.83		450	0.89
IVB ml/g		32,63			30.96	
IVB moyen = 31.80 ml/g % ST moyen du surnageant = 0.86 %						

Annexe 5H: Volume des boues décantées (VBC) et indice du volume (IVB) des boues pour le réacteur avec recyclage au temps de séjour 3 jours avec 3 g L⁻¹ de FeSO₄·7H₂O.

Essai du R-3-3-10				Essai du R-3-3-12		
temps (min.)	% ST	VBC (ml)	% ST surnageant	% ST	VBC (ml)	% ST surnageant
0	2.61	900		2.71	900	
15		850			865	
20		800			830	
30		750			775	
45		690			720	
60		640			675	
90		565			600	
120		500			550	
150		500			500	
180		475			475	
210		450			--	
240		425			450	
300		--	0.88		450	0.84
IVB ml/g		31.92			31.77	
IVB moyen = 31.85 ml/g % ST moyen du surnageant = 0.86 %						

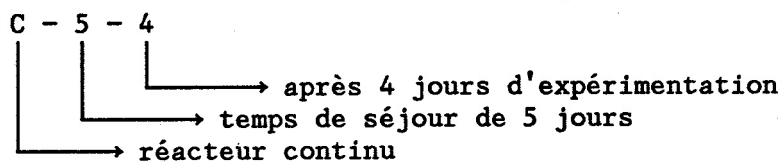
ANNEXE 6

Annexe 6A: Résultats d'analyses pour le réacteur en continu (C) au temps de séjour 5 jours avec 14 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

	pH	POR mV	Aération VVM	O ₂ % Sat.	Population ^a bactérienne 10 ⁸ ind/ml	Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %
C-5-1	3,10	290	1,0	96	4,5	-	-	-
C-5-2	3,00	179	1,0		-	-	-	-
C-5-3	2,95	295	1,0	8,9	-	-	-	-
C-5-4	3,10	257	1,0	8,9	5,7	-	-	-
C-5-5	2,39	355	1,0	8,9	9,1	-	-	-
C-5-6	2,60	265	1,0	8,9	8,0	-	-	-
C-5-7	2,83	243	1,0	15,4	7,4	3,21	68,09	31,91
C-5-8	3,17	172	1,0	-	8,5	-	-	-
C-5-9	3,15	228	1,0	8,9	-	-	-	-
C-5-10	3,17	230	1,0	12,8	9,6	-	-	-
C-5-11	2,70	368	1,0	7,7	5,8	-	-	-
C-5-12	2,84	360	1,0	12,8	8,1	3,24	63,04	36,96
C-5-13	2,72	290	1,0	25,6	-	3,45	65,31	34,69

^a : compté avec un hématymètre de profondeur 0,100 mm.

Légende:



Annexe 6B: Résultats d'analyses des métaux solubilisés pour le réacteur continu (C) au temps de séjour de 5 jours à 14 g L⁻¹ de FeSO₄·%H₂O.

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
C-5-1	1,74	43,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C-5-2	1,76	43,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C-5-3	1,80	44,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C-5-4	0,73	18,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C-5-5	2,50	62,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C-5-6	1,25	31,2	1,31	50,0	-	-	-	-	-	-	-	-
C-5-7	0,22	5,5	2,10	80,2	-	-	-	-	0,12	4,4	-	-
C-5-8	0,10	2,5	1,59	60,7	-	-	-	-	0,12	4,4	-	-
C-5-9	0,13	3,2	2,05	78,2	0,40	61,5	0,01	5,9	0,02	0,7	0	0
C-5-10	0,08	2,0	1,63	62,2	0,46	70,8	0	-	0,11	4,1	0	0
C-5-11	0,83	20,7	1,43	54,6	0,43	66,2	0,01	5,9	0,00	4,1	0	0
C-5-12	2,21	55,1	2,45	93,5	0,48	73,8	0,01	5,9	0,05	1,9	0	0
C-5-13	1,63	40,6	2,45	93,5	0,37	56,9	0,01	5,9	0,09	3,3	0	0

Boue d'alimentation^a

Essai 1	4,10		2,60		0,72		0,18		2,94		0,34	
Essai 2	3,98		2,65		0,57		0,16		2,52		0,24	
Essai 3	3,96		2,62				0,17		2,65		0,25	
Moyenne	4,01		2,62		0,65		0,17		2,70		0,28	
	x5		x5		x1		x1		x1		x1	
	20,06		13,10		0,65		0,17		2,70		0,28	

^a = en mg L⁻¹

^b = dilué par 5 donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation.

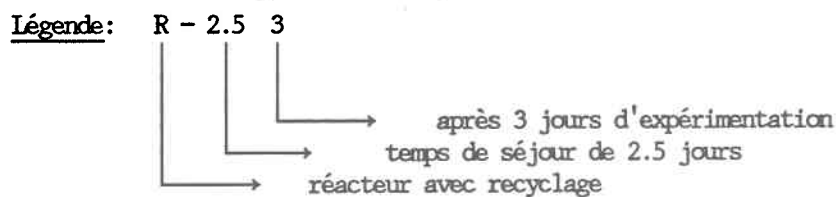
Annexe 6C: Résultats d'analyses pour le réacteur avec recyclage (R) et le surnageant du décanteur (S) au temps de séjour 2.5 jours avec 14 g L^{-1} de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

	pH	FOR mV	Aération VM	O ₂ % Sat.	Population ^a bactérienne 10 ⁸ ind/ml		Solides totaux %	Solides volatiles %	Solides fixes %	
					RÉACTEUR	SURNAGEANT RECYCLAGE				
R-2.5-1	2,96	320	1,0	79,5	5,4	-	4,7			
S-2.5-1	3,00	234	-	-	-	4,8				
R-2.5-2	3,02	220	1,0	-	-	-				
S-2.5-2	2,77	230	-	-	-	-				
R-2.5-3	3,15	311	1,0	8,9	-	-				
S-2.5-3	3,05	261	-	-	-	-				
R-2.5-4 ^b	3,05	300	1,0	38,5	6,8	-	9,8			
S-2.5-4	3,16	250	-	-	-	5,78				
R-2.5-5	2,96	350	1,0	97,4	9,1	-	8,1			
S-2.5-5	3,12	284	-	-	-	-				
R-2.5-6	2,89	375	1,0	92,3	9,8	-	9,2			
S-2.5-6	2,99	315	-	-	-	8,51				
R-2.5-7	2,85	371	1,0	76,9	11,5	-	14,9	2,65	63,63	36,36
S-2.5-7	2,89	284	-	-	-	10,2	-	1,12	60,61	39,39
R-2.5-8	2,90	280	1,0	88,5	9,3	-	9,5			
S-2.5-8	2,97	285	-	-	-	6,7	-			
R-2.5-9	2,89	327	1,0	89,7	-	-	-			
S-2.5-9	2,89	310	-	-	-	-	-			
R-2.5-10	2,70	330	1,0	82,1	9,7	-	7,4			
S-2.5-10	2,75	270	-	-	-	9,8	-			
R-2.5-11 ^c	2,72	355	1,0	78,2	7,4	-	8,4			
S-2.5-11	1,76	293	-	-	-	6,8	-			
S-2.5-12	2,53	391	1,0	41,0	10,4	-	7,6	2,97	63,95	36,05
S-2.5-12	2,56	316	-	-	-	6,8	-	1,05	58,82	41,18
R-2.5-13	2,71	235	1,0	32,1	13,6	-	-	3,15	67,42	32,58
S-2.5-13	2,44	270	-	-	-	-	-	1,16	61,76	38,24

^a : compté avec un hématymètre de profondeur 0,100 mm.

^b : augmentation de l'agitation

^c : emballement de l'agitation et formation de mousse débordante



Annexe 6D: Résultats d'analyses des métaux solubilisés dans le réacteur avec recyclage (R) et le surnageant du décanteur (S) pour le temps de séjour de 2.5 jours et 14 g L⁻¹ de FeSO₄·7H₂O.

	Cu ^a X5 ^b	% Sol Cu	Zn ^a X5 ^b	% Sol Zn	Ni ^a X1	% Sol Ni	Cd ^a X1	% Sol Cd	Pb ^a X1	% Sol Pb	Cr ^a X1	% Sol Cr
R-2.5-1	2,45	61,1	-	-	-	-	0,16	94,1	-	-	-	-
S-2.5-1	2,42	60,3	-	-	-	-	0,14	82,3	-	-	-	-
R-2.5-2	1,23	30,7	-	-	-	-	0,14	82,3	-	-	-	-
S-2.5-2	2,48	61,8	-	-	-	-	0,15	88,2	-	-	-	-
R-2.5-3	1,10	27,4	-	-	-	-	0,14	82,3	-	-	-	-
S-2.5-3	1,24	30,9	-	-	-	-	0,16	94,1	-	-	-	-
R-2.5-4	1,19	29,7	-	-	-	-	0,13	76,5	-	-	-	-
S-2.5-4	0,47	11,7	-	-	-	-	0,15	94,1	-	-	-	-
R-2.5-5	1,78	44,4	-	-	-	-	0,13	76,5	-	-	-	-
S-2.5-5	0,82	20,4	-	-	-	-	0,12	70,6	-	-	-	-
R-2.5-6	1,78	44,4	-	-	-	-	0,11	64,7	-	-	-	-
S-2.5-6	1,19	29,7	-	-	-	-	0,11	64,7	-	-	-	-
R-2.5-7	1,24	30,9	2,06	78,6	-	-	0,12	70,6	0,12	4,4	-	-
S-2.5-7	1,25	31,2	2,31	88,2	-	-	0,10	58,8	0,03	1,1	-	-
R-2.5-8	1,26	31,4	1,93	73,7	-	-	0,11	64,7	0,12	4,4	-	-
S-2.5-8	0,56	14,0	2,33	88,9	-	-	0,09	52,9	0,10	3,7	-	-
R-2.5-9	0,83	20,7	1,43	54,6	0,21	32,3	0,11	64,7	0,02	0,7	-	-
S-2.5-9	0,82	20,4	1,49	56,9	0,34	52,3	0,09	52,9	0,05	1,9	0	0
R-2.5-10	0,93	23,2	2,02	77,1	0,27	41,5	0,10	58,8	0,11	4,1	0	0
S-2.5-10	0,83	20,7	1,83	69,8	0,26	40,0	0,11	64,7	0,09	3,3	0	0
R-2.5-11	1,78	44,4	2,38	90,8	0,28	43,1	0,11	64,7	0	0	0	0
S-2.5-11	1,23	30,7	2,29	87,4	0,28	43,1	0,09	52,9	0,11	4,1	0	0
R-2.5-12	1,78	44,4	2,44	93,1	0,39	60,0	0,12	70,6	0,05	1,9	0	0
S-2.5-12	1,78	44,4	2,40	91,6	0,29	44,6	0,10	58,8	0,14	5,2	0	0
R-2.5-13	0,26	6,5	2,46	93,9	0,30	46,2	-	-	0,09	3,3	0	0
S-2.5-13	1,27	31,7	2,45	93,5	0,33	50,8	-	-	0,19	7,0	0	0

Boue d'alimentation^a

20,06 13,10 0,65 0,17 2,70 0,28

^a = en mg L⁻¹

^b = dilué par 5 donc à multiplier par 5 pour calculer le % de solubilisation.

ANNEXE 7

Annexe 7: Données sur la consommation de H_2SO_4 pour l'acidification des boues à pH 4

Date	Consommation de H_2SO_4
27-10-87	0.165 g H_2SO_4 g ⁻¹ boue sèche
11-11-87	0.188 g H_2SO_4 g ⁻¹ boue sèche
13-11-87	0.160 g H_2SO_4 g ⁻¹ boue sèche
15-11-87	0.155 g H_2SO_4 g ⁻¹ boue sèche
21-11-87	0.198 g H_2SO_4 g ⁻¹ boue sèche
23-11-87	0.198 g H_2SO_4 g ⁻¹ boue sèche
4-12-87	0.173 g H_2SO_4 g ⁻¹ boue sèche
7-12-87	0.171 g H_2SO_4 g ⁻¹ boue sèche

Moyenne 0.176 g H_2SO_4 g⁻¹ boue sèche

ANNEXE 8

Annexes 8A: Détermination du substrat (MS) non biodégradable dans le réacteur continu

Temps de séjour (h)	Substrat solubilisé ^a					Substrat ^a à l'entrée du réacteur C _o	Substrat ^a à la sortie du réacteur C	X ^b	q = $\frac{F(C_o - C)}{VX}$
	ZnS	Cu ₂ S	NiS	CdS	Total				
24	16.92	7.79	0.44	0.10	= 25.27	66.45	41.18	2620	4 x 10 ^{-4c}
48	22.15	9.18	0.40	0.13	= 31.86	70.82	38.96	3000	2.2 x 10 ⁻⁴
72	21.90	13.25	1.03	0.10	= 36.28	63.42	27.14	2700	1.8 x 10 ⁻⁴
96	32.13	12.47	0.50	0.13	= 45.22	73.88	28.66	3975	1.19 x 10 ⁻⁴

a: en mgL⁻¹ de sulfures de métaux (MS)

b: en mg de cellules fraîches par litre, calculé en considérant une bactérie comme un cylindre de 0.8 µm X 1.5 µm et que la densité des bactéries est de 1 g ml⁻¹

c: mg MS h⁻¹ mg⁻¹ de bactéries

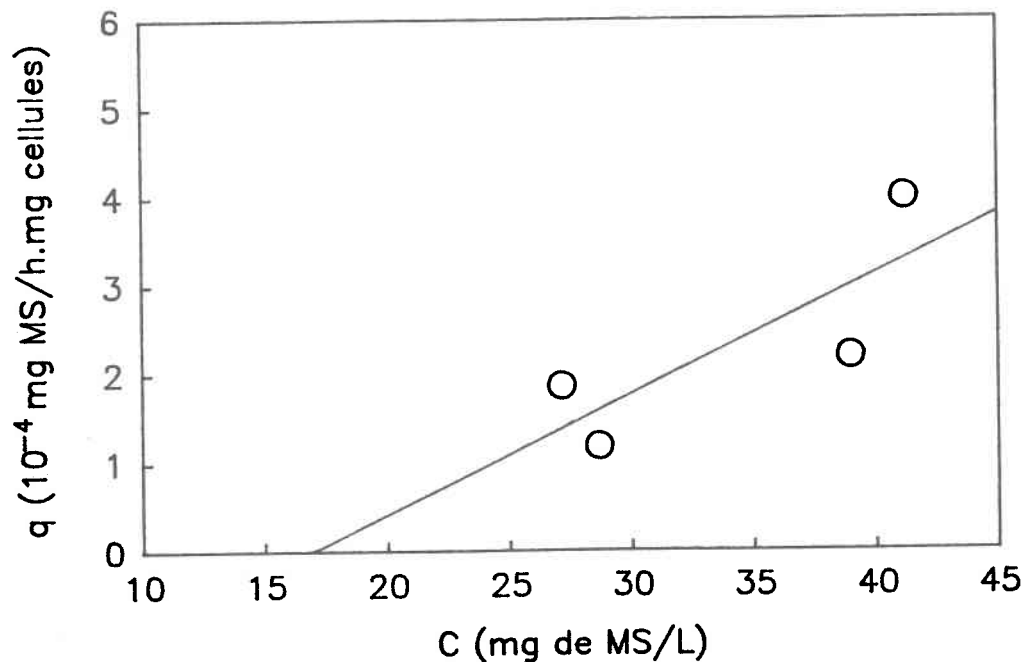
Du graphique on trouve que la partie non biodégradable

S_{nb} = 16.88 mg MS L⁻¹

ordonnée à l'origine = -2.296 x 10⁻⁴

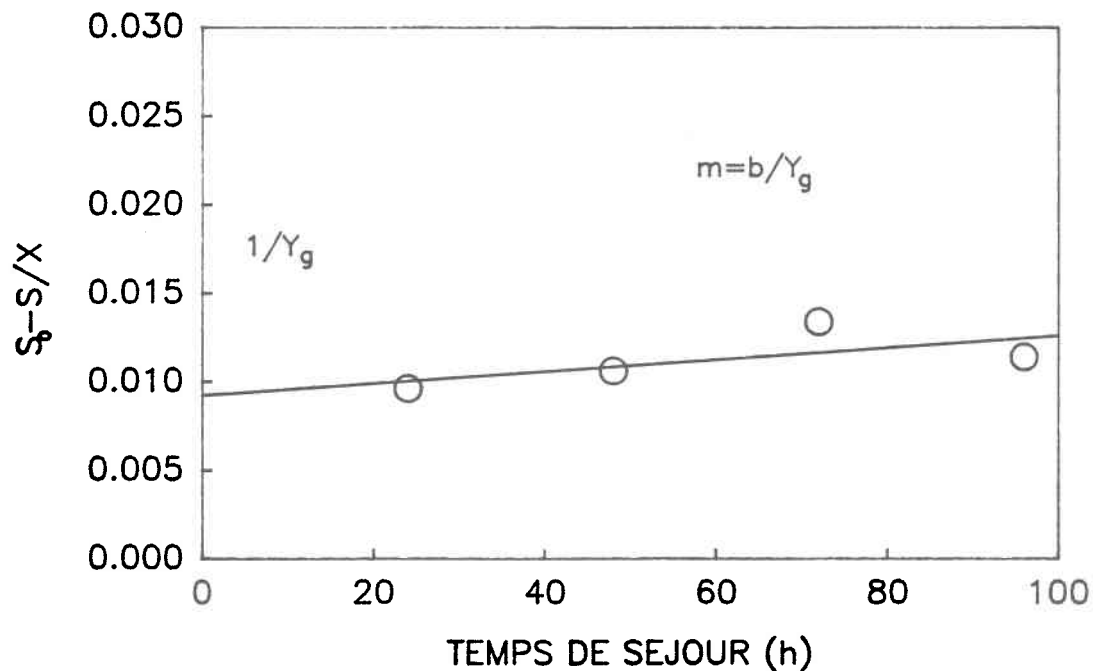
pente = 1.36 x 10⁻⁵

coefficient de régression = 0.81



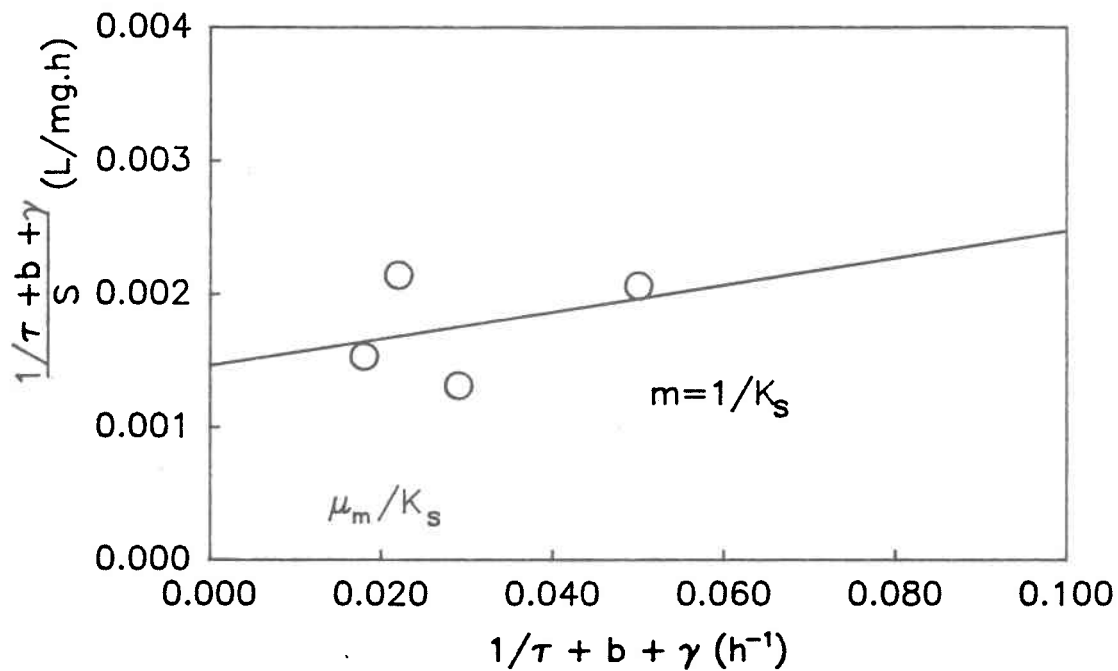
Annexe 8B: Détermination du coefficient de respiration endogène (b) du coefficient de mortalité (γ) et du rendement net (Y_g)

τ	S_o	S	$\frac{S_o - S}{X}$	Résultats du graphique
(h)	$C_o - S_{nb}$ (mg L ⁻¹)	C - S _{nb} (mg L ⁻¹)	$\frac{\text{mg MS}}{\text{mg bactéries fraîches}}$	$\frac{S_o - S}{X}$ vs S
24	49.57	24.30	0.96×10^{-2}	R = 0.66 ordonnée à l'origine = 9.2×10^{-3} Pente = 3.42×10^{-5}
48	53.94	22.08	1.06×10^{-2}	
72	46.54	10.26	1.34×10^{-2}	$Y_g = 108.7 \frac{\text{mg bactérie fraîche}}{\text{mg MS}}$
96	57.00	11.78	1.14×10^{-2}	b = 0.004 $\gamma \approx b = 0.004$



Annexe 8C: Tentative de détermination du taux spécifique maximum de croissance (μ_m) et de la constante de saturation (K_s) à l'aide d'un graphique de Hofstee.

$\frac{1}{\tau} + b + \gamma$	$\frac{\frac{1}{\tau} + b + \gamma}{S}$	Résultats du graphique
0.050	2.06×10^{-3}	Ordonnée à l'origine = 1.46×10^{-3}
0.029	1.31×10^{-3}	Pente = $m = 0.01$
0.022	2.14×10^{-3}	Coefficient de régression (R) = 0.36
0.018	1.53×10^{-3}	$K_s = 100 \text{ mg MS L}^{-1}$
		$\mu_m = 0.015$



ANNEXE 9

Annexe 9: Calcul du coût du procédé à l'aide du livre de design de l'EPA
(1979)

Usine: 10 Mgd (environ 30 000 de population) pour 40% de réduction des VSS
requiert 16 jours à 30°C à 1% pour volume des boues → 100 000 gallons
de boues donc environ 400 m³ de boue ou 400 tm de boue humide avec une
densité des boues d'environ 1.0 g ml⁻¹:

$$400 \text{ tm} \times 3\% \text{ de solides totaux} = 12 \text{ tm } \frac{\text{boue sèche}}{\text{jour}}$$

Capital = $1.47 \times 10^5 (Q)^{1.14}$ où Q est le débit de la station d'épuration en
Mgd.

$$= 1.47 \times 10^5 (10)^{1.14} = 2\,029\,020 \text{ \$ US (1977)}$$

$$\times 1.62 \text{ (CE plant cost INDEX)}$$

$$\times 1.3 \text{ (Change US - CAN)}$$

$$4\,273\,400 \text{ \$ CAN (1987)}$$

Ingénierie et administration

$$4\,273\,400 \times 0.2664 = 1\,138\,400 \text{ \$ CAN (1987)}$$

$$\text{TOTAL} \quad 5\,411\,800 \text{ \$ CAN}$$

Sur 20 ans:

$$\text{Boues sèches produites: } 12 \frac{\text{tm}}{\text{jour}} \times 365 \frac{\text{jours}}{\text{an}} \times 20 \text{ ans} = 87\,600 \text{ tm}$$

$$\text{FRAIS FIXES: } \frac{5\,411\,800\ \$}{87\,600\ \text{tm}} = 61.78\ \$\ \text{CAN} / \text{tm s\`eche}$$

Opération et maintenance:

$$960 \frac{\text{heures hommes}}{\text{an}} \times 15.00 \frac{\$ \text{CAN}}{\text{h}} = 14\,400\ \$\ \text{CAN}$$

Energie électrique: (30 kw pour 0.5 Mgd)

$$600\ \text{kw} \times \frac{0.04\ \$\ \text{CAN}}{\text{kWh}} \times 24 \frac{\text{h}}{\text{d}} \times 365 \frac{\text{d}}{\text{a}} : 210\,240\ \$\ \text{CAN}$$

Frais variables:

$$\frac{14\,400 + 210\,240}{12 \frac{\text{t}}{\text{d}} \times 365 \frac{\text{d}}{\text{a}}} = 51.29 \frac{\$ \text{CAN}}{\text{tm s\`eche}}$$

Coût total pour digestion aérobie mésophile (16 jours à 30°C)

Frais fixes + Frais variables = coût total

$$61.78\ \$ + 51.29\ \$ = 113.07 \frac{\$ \text{CAN}}{\text{tm s\`eche}}$$

Coût estimé pour le procédé de solubilisation bactérienne

Celle-ci se fait en 3 jours à 30°C (3g L⁻¹ de FeSO₄·7H₂O), plus 1 jour pour la pré-aération de la boue anaérobie. Ceci équivaut donc à une digestion dans une

usine de $\frac{4}{16} \times 10 \text{ MGD} = 2.5 \text{ MGD}$

Reprenons le calcul:

Coût en capital

$$\begin{aligned} C &= 1.47 \times 10^5 (2.5)^{1.14} = 417\,800 \text{ \$ US (1977)} \\ &\quad \times 1.62 \text{ (CE plant Cost INDEX)} \\ &\quad \times 1.3 \text{ (Change \$ US - \$ CAN)} \\ &\quad \text{-----} \\ &\quad 879\,890 \text{ \$ CAN (1987)} \end{aligned}$$

Ingénierie et administration:

$$879\,890 \times 0.2664 = 234\,400 \text{ \$ CAN (1987)}$$

$$\text{TOTAL} = 1\,114\,300 \text{ \$ CAN (1987)}$$

Frais fixes: $\frac{1\,114\,300}{87\,600 \text{ tm}} = 12.72 \text{ \$ CAN/tm sèche}$

Opération et maintenance:

$$310 \frac{\text{h-homme}}{\text{an}} \times 15.00 \frac{\text{\$ CAN}}{\text{h}} = 4\,650 \text{ \$ CAN/an}$$

Énergie

Avec 30 KW pour 0.5 Mgd on assure $1 \text{ mgO}_2\text{L}^{-1}$ pour plus de sureté.

Donc: $300 \text{ KW} \times 0.04 \frac{\$}{\text{KWh}} \times 24 \text{ h} \times 365 \text{ jr} = 210\,240 \text{ \$ CAN/an}$

Frais variables:

$$\frac{4650 + 210\,240}{12 \times 365} = 49,06 \text{ \$ CAN/t sèche}$$

Coût partiel (prix des produits chimiques à ajouter) du procédé de

solubilisation biologique des métaux: Frais fixes : 12.72 \$ CAN/t

Frais variables: 49.06

TOTAL 61.78 $\frac{\$ \text{ CAN}}{\text{tm sèche}}$

ANNEXE 10

Annexe 10: Calcul de la durée de l'épandage agricole des boues résiduaires selon divers scénarios.

Reprenons l'exemple de Flynn et al. (1987) pour le maïs qui requiert 180 Kg N/ha·a et 125 Kg P₂O₅/ha·a. Si on applique la teneur en phosphore et en azote de la boue de ville de Deux-Montagnes.

A) Évaluation du phosphore disponible dans les boues:

$$P_{\text{total}} = 21.0 \text{ g/kg} = 21 \text{ kg/tm}$$

$$P_{2O_5} \text{ disponible} = P_{\text{tot}} \times 0.70 \times 2.29$$

$$= 21 \frac{\text{kg}}{\text{tm}} \times 0.70 \times 2.29$$

$$= 33.61 \text{ kg P}_{2O_5}/\text{tm (matières sèches)}$$

$$\text{Besoin en boue pour phosphore} = \frac{125}{33.66} = 3.71 \text{ tm/a}$$

$$\text{Sur 5 ans} = 5 \times 3.71 = 18.56 \text{ tm boue sèche en 5 ans}$$

B) Calcul de la dose d'épandage selon la règle du 135 kgN_{disponible}/5 ans:

$$[\text{NH}_4^+] = 40 \text{ kg/tm}$$

$$[\text{NO}_3^- - \text{NO}_2^-] = 0.058 \text{ kg/tm}$$

$$[\text{N}_{\text{org}}] = 88 - 40 = 48 \text{ kg/tm}$$

$$\begin{aligned} \text{N}_{\text{disponible}} &= [\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-] + 0.30 [\text{N}_{\text{org}}] \\ &= 40.06 + 0.30 (88 - 40.06) \end{aligned}$$

$$\text{N}_{\text{disp}} = 54.44 \text{ kgN / tm boue sèche}$$

Épandage possible en 5 ans:

$$\frac{135}{54.44} = 2.48 \text{ tm de boue sèche / 5 ans}$$

C) Contribution dans les années suivantes de l'azote des boues à l'apport en

N_{disp} :

Considérons que l'épandage se fait en 1987:

L'apport en 1988 sera de:

$$1987 \quad 0.20 \times 88 \times 2.48 = 43.65 \text{ kgN/tm}$$

l'apport en 1989 sera de:

$$1988: 20 \times 0 \times 2.48 = 0$$

$$1987: 0.05 \times 88 \times 2.48 = 10.95$$

l'apport en 1990 sera de:

$$1989: 20 \times 0 \times 2.48 = 0$$

$$1988: 0.05 \times 0 \times 2.48 = 0$$

$$1987: 0.03 \times 88 \times 2.48 = 6.55$$

$$\text{TOTAL} = 61.15 \text{ kg N/ha}$$

Au total l'épandage aura apporté $135 + 61.15 = 196.15 \frac{\text{kgN}}{\text{ha}}$

D) Calcul de fertilisant azoté chimique requis:

$$5 \text{ ans} \times 180 \frac{\text{kg N}_{\text{disp}}}{\text{an}} = 900 \text{ kg}$$

$$900 - 196.15 \text{ kgN} = 703.85 \frac{\text{kg N chimique}}{\text{ha} \cdot 5 \text{ ans}}$$

E) Calcul de la durée de l'épandage avec la norme du $135 \text{ kgN}_{\text{disp}}/5 \text{ ans}$, si

[Zn] dans la boue est égal à la limite de 2500 mg Zn/Kg bs et que la [Cd] égale

la limite de $15 \frac{\text{mg Cd}}{\text{kg bs}}$

$$\begin{aligned} 1^\circ \text{ Zn} \quad & 2\,500 \text{ mg} \rightarrow 10^{-3} \text{ t} \\ & x \rightarrow 2.48 \text{ t} \\ & x = 6.2 \text{ kg Zn/5 ans} \end{aligned}$$

Au Québec, il y a en moyenne $77 \frac{\text{mg Zn}}{\text{kg sol sec}}$ et la limite tolérable est de 185

$\frac{\text{mg Zn}}{\text{Kg sol sec}}$ qui correspond à 370 kg Zn/ha.

Donc on peut ajouter:

$$\frac{185 - 77}{185} \times 370 = 216 \text{ kg Zn/ha}$$

donc si on met 6.2 kg Zn \rightarrow 5 ans

$$216 \text{ kg Zn} \rightarrow x \text{ ans}$$

$$x = 175 \text{ ans}$$

$$\begin{aligned} 2^\circ \text{ Pour Cd} \quad & 15 \text{ mg} \rightarrow 10^{-3} \text{ t} \\ & x \rightarrow 2.48 \text{ t} \\ & x = 37.2 \text{ g Cd/5 ans} \end{aligned}$$

Il y a en moyenne $0.7 \frac{\text{mg Cd}}{\text{kg sol sec}}$ au Québec et la limite est de $2.0 \frac{\text{mg Cd}}{\text{kg de sol}}$

donc environ $4.0 \frac{\text{Kg Cd}}{\text{ha}}$

Donc on peut ajouter:

$$\frac{2.0 - 0.7}{2.0} \times 4.0 = 2.6 \text{ Kg Cd/ha}$$

37.2 g → 5 ans

2600 g → x

x = 349 ans

F) Calcul de la quantité de boues nécessaire au besoin du maïs en azote (sans la norme du 135 Kg N_{disp}/5 ans)

1ere année 1987: 180 ÷ 54.44 = 3.31

2e année 1988: 0.20 x 88 x 3.31 = 58.26

$$\frac{180 - 58.26}{54.44} = 2.24$$

3e année 1989: 0.20 x 88 x 2.24 = 39.44

$$0.20 \times 88 \times 3.31 = \underline{14.56}$$

Résiduel = 54.00

$$\text{ajout} = \frac{180 - 54.00}{54.44} = 2.31$$

4e année 1990: 0.20 x 88 x 2.31 = 40.73

$$0.05 \times 88 \times 2.24 = 9.86$$

$$0.03 \times 88 \times 3.31 = \underline{8.74}$$

Résiduel = 59.33

$$\text{ajout} = \frac{180 - 59.33}{54.44} = 2.21$$

$$5^{\text{e}} \text{ année } 1991: 0.20 \times 88 \times 2.22 = 39.07$$

$$0.05 \times 88 \times 2.31 = 10.16$$

$$0.03 \times 88 \times 2.24 = 5.91$$

$$55.14$$

$$\text{ajout} = \frac{180 - 55.14}{54.44} = 2.29$$

$$\text{TOTAL} = 12.37 \text{ tm (matières sèches)}/5 \text{ ans}$$

G) Calcul de la durée de l'épandage si la norme de l'azote est éliminé et [Zn] = 2500 mg Zn/kg b.s. et [Cd] = 15 mg Cd/kg b.s. et si on se base sur les besoins en azote des plantes.

$$1^{\circ} \text{ Zn } 2.5 \text{ gZn} \rightarrow 1 \text{ Kg}$$

$$x \rightarrow 1000 \text{ kg}$$

$$x = \frac{2.5 \text{ kg Zn}}{\text{tm b.s.}}$$

$$2.5 \frac{\text{kg Zn}}{\text{tm b.s.}} \times 12.37 \frac{\text{tm boue}}{5 \text{ ans}} (\text{base } P_2O_5) = 30.93 \frac{\text{kg Zn}}{5 \text{ ans} \cdot \text{ha}}$$

$$216 \text{ kg} \rightarrow x$$

$$30.93 \text{ kg} \rightarrow 5 \text{ ans}$$

$$x = 35 \text{ ans}$$

$$2^{\circ} \text{ Cd } 15 \text{ mg Cd} \rightarrow 1 \text{ kg}$$

$$x \rightarrow 1000 \text{ Kg}$$

$$x = 15 \text{ g Cd/tm b.s.}$$

$$15 \frac{\text{g Cd}}{\text{tm b.s.}} \times 12.37 \frac{\text{tm}}{5 \text{ ans}} = 185.55 \text{ g/5 ans}$$

$$185.55 \text{ g} \rightarrow 5 \text{ ans}$$

$$2600 \text{ g} \rightarrow x \text{ ans}$$

$$x = 70 \text{ ans}$$

H) Durée d'épandage si la norme d'azote est éliminée, que $[\text{Zn}] = 2500 \text{ mg Zn/kg}$ et que $[\text{Cd}] = 15 \text{ mg/kg}$, et qu'on décontamine à 80%:

$$1^\circ \text{ Zn } \frac{0.5 \text{ kg Zn}}{\text{tm b.s.}} \times 12.37 \frac{\text{tm}}{5 \text{ ans}} = 6.18 \frac{\text{kg Zn}}{5 \text{ ans}}$$

$$6.18 \text{ kg Zn} \rightarrow 5 \text{ ans}$$

$$210 \text{ kg Zn} \rightarrow x \text{ ans}$$

$$x = 175 \text{ ans}$$

$$2^\circ \text{ Cd (il reste } 3 \text{ mg Cd/Kg} \Rightarrow) 3 \text{ g Cd/tm}$$

$$3 \frac{\text{g Cd}}{\text{tm}} \times 12.37 \frac{\text{tm}}{5 \text{ ans}} = 37.11 \frac{\text{g}}{5 \text{ ans}}$$

$$37.11 \text{ g} \rightarrow 5 \text{ ans}$$

$$2600 \text{ g} \rightarrow x$$

$$x = 350 \text{ ans}$$