Record Number:
Author, Monographic: Couillard, D.//Mercier, G.//Chartier, M.
Author Role:
Title, Monographic: Solubilisation biologique des métaux dans les boues digérées aérobies : acclimatation des microorganismes et application du procédé sur des boues digérées en laboratoire
Translated Title:
Reprint Status:
Edition:
Author, Subsidiary:
Author Role:
Place of Publication: Québec
Publisher Name: INRS-Eau
Date of Publication: 1989
Original Publication Date: Juillet 1989
Volume Identification:
Extent of Work: xv, 111
Packaging Method: pages
Series Editor:
Series Editor Role:
Series Title: INRS-Eau, Rapport de recherche
Series Volume ID: 291
Location/URL:
ISBN: 2-89146-287-4
Notes: Rapport annuel 1989-1990
Abstract: ISBN double avec le R000364
Rapport trimestriel I (version modifiée). Rapport rédigé pour le Centre québécois de valorisation de la biomasse (CQVB), le Centre Saint-Laurent (CSL), le ministère de l'Environnement du Québec (MENVIQ) et la Société québécoise d'assainissement des eaux (SQAE)
15.00$
Call Number: R000291
Keywords: rapport/ ok/ dl

PROGRAMME DE RECHERCHE TR-86-0047

Solubilisation biologique des métaux dans les boues digérées aérobies: acclimatation des microorganismes et application du procédé sur des boues digérées en laboratoire

Rapport Trimestriel I (version modifiée)

(15 avril 1989 - 31 juillet 1989)

présenté au CQVB, CSL, MENVIQ et à la SQAE

par

D. Couillard

G. Mercier

M. Chartier

INRS-Eau (Université du Québec)

2700, rue Einstein

Sainte-Foy, Québec

G1V 4C7

INRS-Eau, rapport scientifique No 291

Juillet 1989

Remerciement

Les auteurs adressent leurs remerciements au Conseil de Recherche en Sciences Naturelles et en Génie du Canada (subvention CRSNG OGP0003711), au ministère de l'Éducation du Québec (subvention 89-EQ-3029) et au programme de développements académiques du réseau de l'Université du Québec qui ont financé une partie des dépenses reliées au projet. L'autre partie des dépenses a été supportée par le Centre Québécois de Valorisation de la Biomasse (CQVB), le Centre Saint-Laurent (Environnement Canada) (CSL), le ministère de l'Environnement du Québec (MENVIQ) et la Société Québécoise d'Assainissement des Eaux (SQAE).

Les auteurs adressent aussi leurs remerciements à R.D. Tyagi (professeur à l'INRS-Eau) pour son apport scientifique au début du projet. Aussi, les auteurs remercient F. Fournier (technicien-assainissement) pour son apport technique au laboratoire.

Résumé

La solubilisation des métaux lourds dans les boues résiduaires digérées de façon aérobie (digérées en laboratoire) a été étudiée en fournée de 1,5 litres. Divers modes d'application de la solubilisation ont été étudiés. L'option solubilisation des métaux et digestion des boues effectuées simultanément, se révèle 2 fois plus lente que la solubilisation effectuée après digestion. En plus, elle requiert 2 fois plus d'acide. Cette option est donc inadéquate. La solubilisation des métaux après digestion s'effectue en une journée en fournée dans les conditions suivantes; 1,25% de solides totaux, 3 g L^{-1} $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, pH initial de 4 et 10% d'inoculum. Le fort potentiel rédox des boues aérobies semble expliquer cette solubilisation rapide. La solubilisation de Cu, Zn et Mn a atteint jusqu'à 80%, 100% et100%. La moindre teneur de sulfure des boues aérobies a donc pu être compensée par l'ajout de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$. Des corrélations très significatives ont été établies entre le pourcentage de solubilisation de Zn, Mn et Cu et le pH alors que seul le pourcentage de solubilisation du cuivre démontre une corrélation significative avec le potentiel rédox (POR). Un seuil minimal de + 290 mV pour le POR a été déterminé pour la solubilisation du cuivre. Lors de la digestion des boues en laboratoire, il y eut nitrification ce qui abaissa le pH de 1.07 unité.

Au niveau des critères de digestion, la réduction des solides volatils semble le critère le plus fiable puisqu'il est moins versatil que la DCO et quantitativement plus fiable que le taux de consommation en oxygène qui est plus fastidieux à mesurer. La diminution de pH ne semble pas applicable comme critère car souvent il n'y a pas nitrification à la station (comme ici à Haute-Bécancour) alors qu'elle se produit en laboratoire.

Table des matières

	Page
Introduction	xv
CHAPITRE 1 - REVUE DE LITTÉRATURE	3
1.1 Problématique	3
1.1.1 La solubilisation chimique versus la solubilisation biologique	6
1.1.2 Boues digérées aérobies et anaérobies	10
1.2 La digestion des boues d'épuration	12
1.2.1 Objectifs de la digestion	12
1.2.2 Critère d'évaluation de la digestion	12
1.2.3 La digestion anaérobie	13
1.2.4 La digestion aérobie	14
1.2.5 Les organismes pathogènes et la digestion	15
1.3 La solubilisation des métaux dans les boues digérées anaérobies	15
1.4 La solubilisation des métaux dans les boues digérées aérobies	16
1.4.1 La digestion en milieu acide	17
1.4.2 La nitrification comme économie d'acide	17
1.4.2.1 Perte d'azote lors du processus de digestion	21
1.4.3 Effets possibles de la solubilisation sur les organismes pathogènes	21
CHAPITRE 2 - MATÉRIEL ET MÉTHODES	25
2.1 Objectifs	25
2.2 Montage expérimental	26
2.2.1 Temps d'inoculation	26
2.3 Matériel	28
2.3.1 Souche bactérienne utilisée	28
2.3.2 Boues utilisées	28
2.3.3 Substrat utilisé	29

Table des matières

Page

2.4 Échantillonnage 29

2.5 Techniques d'analyse 33

2.5.1 pH et POR 33
2.5.2 Aération et concentration d'oxygène 33
2.5.3 Métaux 33
2.5.4 Solides totaux volatils et inertes 34
2.5.5 Demande chimique en O_2 (DCO) 34
2.5.6 Coefficient volumétrique du transfert d'oxygène (K_La) et taux de consommation d'oxygène (TCO) 34
2.5.7 Population bactérienne 35

CHAPITRE 3 - RÉSULTATS 39

3.1 La solubilisation des métaux 39

3.1.1 Solubilisation du Cu, du Zn et du Mn 39
3.1.2 Solubilisation du Cr, Ni, Cd, Pb 53

3.2 La digestion des boues 60

3.2.1 Réduction des solides volatils 60
3.2.2 La demande chimique en O_2 (DCO) 68
3.2.3 Les populations bactériennes 68
3.2.4 Le taux de consommation d'oxygène (TCO) 70

3.3 Acide utilisée 72

CHAPITRE 4 - DISCUSSION 77

4.1 Choix de la stratégie la plus adéquate 77

4.1.1 Digestion et solubilisation combinées 77
4.1.2 Solubilisation effectuée après la digestion 77

4.2 La solubilisation des métaux 78

4.2.1 La solubilisation du Cu 78

4.2.1.1 Facteurs influençant la solubilisation du Cu 79

4.2.2 La solubilisation du Zn 80

4.2.2.1 Facteurs influençant la solubilisation du Zn 80

Table des matières

Page

4.2.3 La solubilisation du Mn 80

4.2.3.1 Facteurs influençant la solubilisation du Mn 81

4.3 La population bactérienne 81

4.4 Le taux de consommation d'oxygène (TCO) 84

4.5 Nitrification et consommation d'acide 84

4.6 La demande chimique en oxygène (DCO) 86

4.7 La digestion des boues 86

CONCLUSION 91

RÉFÉRENCES 97

Liste des tableaux

Page

Tableau 1.1: Contenu en solides totaux (ST) et en nutriments dans les boues de 34 villes du Québec (Sources: St-Yves et Beaulieu, 1988) 4

Tableau 1.2: Normes de la CEE relatives aux teneurs de métaux tolérées par l'épandage agricole 6

Tableau 1.3: 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) 7

Tableau 1.4: Contenu en composés potentiellement toxiques dans les boues résiduaires de 34 villes du Québec (Source St-Yves et Beaulieu, 1988b) 8

Tableau 1.5: Gammes de pH tolérées pour divers types de micro-organismes qui peuvent être présents dans les boues d'épuration (selon Vishniac, 1974 sauf pour les champignons et levures) 18

Tableau 1.6: Seuils des concentrations de métaux solubles qui inhibent le procédé de nitrification 20

Tableau 2.1: Analyses d'échantillons des boues homogènes pour les métaux totaux 30

Tableau 2.2: Analyses d'échantillons des boues homogènes effectuées par le ministère de l'Environnement 31

Tableau 2.3: Analyses d'un échantillon de substrat $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ provenant de Sidbec Dosco 32

Tableau 3.1: Taux moyen de solubilisation pour le Cu, le Zn et le Mn dans les 6 béchers avec le maximum de pourcentage de solubilisation atteint par ces trois métaux 52

Tableau 3.2: Taux de réduction des solides volatils 61

Tableau 3.3: Comparaison entre la diminution de la DCO et la réduction des solides volatils au moment de l'inoculation pour les béchers 1 à 4 et au jour 23 pour les béchers 5 et 6 69

Tableau 3.4: Évaluation de la population de Thiobacillus ferrooxidans après l'inoculation 71

Tableau 3.5: Quantité d'acide sulfurique 5% v/v utilisé dans chacun des béchers, pour abaisser le pH à 4 73

Liste des tableaux

Page

Tableau 4.1: Micro-organismes acidophiles ayant un potentiel pour la solubilisation bactérienne des métaux (Tiré de Mercier, 1988) 82

Liste des figures

Page

Figure 1.1: Illustration du procédé d'enlèvement des métaux par solubilisation bactérienne sur les boues digérées anaérobies (Tiré de Wong et Henry, 1983) 11

Figure 1.2: Effet de la température sur le changement de pH principalement dû à la nitrification lors de la digestion aérobie (Randall et al., 1975) 19

Figure 2.1: Schéma global du procédé expérimental suivi 27

Figure 3.1: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 1, où les deux inoculations ont été faites les 14^{e} et 16^{e} jours (45,5% de réduction des solides volatils) 40

Figure 3.2: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 1, où les deux inoculations ont été faites les 14^{e} et 16^{e} jours (45,5% de réduction des solides volatils) 41

Figure 3.3: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 2, où l'inoculation a été faite le 9^{e} jour (35,2% de réduction des solides volatils) 42

Figure 3.4: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 2, où l'inoculation a été faite le 9^{e} jour (35,2% de réduction des solides volatils) 43

Figure 3.5: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 3, où l'inoculation a été faite le 9^{e} jour (32,3% de réduction des solides volatils) 44

Figure 3.6: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 3, où l'inoculation a été faite le 9^{e} jour (32,3% de réduction des solides volatils) 45

Figure 3.7: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 4, où l'inoculation a été faite le 12^{e} jour (39,3% de réduction des solides volatils) 46

Figure 3.8: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 4, où l'inoculation a été faite le 12^{e} jour (39,3% de réduction des solides volatils) 47

Figure 3.9: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 5, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion 48

Liste des figures

Page

Figure 3.10: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 5, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion 49

Figure 3.11: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 6, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion 50

Figure 3.12: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 6, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion 51

Figure 3.13: Régression entre la solubilisation du cuivre et le pH avec R = 0,92 comme facteur de correlation pour les béchers 1 à 4 et R = 0,84 pour les béchers 5 et 6 54

Figure 3.14: Régression entre la solubilisation du cuivre et le POR avec R = 0,84 comme facteur de correlation pour les béchers 5 et 6 55

Figure 3.15: Régression entre la solubilisation du zinc et le pH avec comme facteur de correlation R = 0,98 pour les béchers 1 à 4 et R = 0,90 pour les béchers 5 et 6 56

Figure 3.16: Régression entre la solubilisation du zinc et le POR avec R = 0,46 comme facteur de correlation pour les béchers 1 à 4 et R = 0,54 pour les béchers 5 et 6 57

Figure 3.17: Régression entre la solubilisation du manganèse et le pH avec comme facteur de correlation R = 0,95 pour les béchers 1 à 4 et R = 0,96 pour les béchers 5 et 6 58

Figure 3.18: Régression entre la solubilisation du manganèse et le POR avec R = 0,49 comme facteur de correlation pour les béchers 1 à 4 et R = 0,44 pour les béchers 5 et 6 59

Figure 3.19: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 1, où les deux inoculations ont été faites les 14^{e} et 16^{e} jour (45,5% de réduction des solides volatils) 62

Figure 3.20: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 2, où l'inoculation a été faite le 9^{e} jour (35,2% de réduction des solides volatils) 63

Liste des figures

Page

Figure 3.21: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 3, où l'inoculation a été faite le 9^{e} jour (32,3% de réduction des solides volatils) 64

Figure 3.22: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 4, où l'inoculation a été faite le 12^{e} jour (39,3% de réduction des solides volatils) 65

Figure 3.23: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 5, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion 66

Figure 3.24: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 6, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion 67

Introduction

Dans l'ère de la construction des usines de traitement des eaux, la disposition et la gestion des boues produites lors de l'épuration des eaux, soulèvent de plus en plus de questions. L'épandage agricole s'avère être un mode intéressant et économique de gestion. Par contre, la trop haute teneur en métaux lourds des boues restreint l'épandage de plus de 50% des boues.

L'enlèvement des métaux lourds par voie chimique étant coûteux et inefficace pour solubiliser le Cu, la solubilisation biologique des métaux semble être une méthode économique et simple. Cette solubilisation biologique est assurée par des bactéries du genre Thiobacillus.

Jusqu'à présent, la solubilisation biologique des métaux a été effectuée sur des boues anaérobies. Mais vu qu'au Québec la digestion des boues est faite de façon surtout aérobie, il a été jugé utile de tenter la solubilisation biologique des métaux dans les boues digérées de façon aérobie.

Le premier chapitre dresse la problématique des métaux dans les boues, une revue de littérature des études faites sur la solubilisation biologique des métaux, de même que les objectifs de la digestion. Le chapitre 2 donne le protocol expérimental suivi et les résultats obtenus, sont présentés au chapitre 3. La discussion des résultats est faite au chapitre 4. Ce rapport scientifique se termine par une conclusion générale.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

REVUE DE LITTÉRATURE

1.1 Problématique

Lors du traitement des eaux usées, il y a production massive de boues résiduaires. Ces boues sont constituées de solides en suspension et de la biomasse bactérienne dans le cas d'un procédé biologique, ou de solides en suspension avec les agents floculants dans le cas d'un procédé physico-chimique. Le volume de ces boues représente 1% du volume des eaux usées traitées (Davis, 1986), et elles contiennent entre 1 et 7% de solides (Lester et al., 1983). Le traitement et la disposition finale de ces boues représente un des coûts majeurs du traitements des eaux, allant selon certains auteurs, jusqu'à 50% du coût total de la dépollution des eaux (Couillard, 1988; Davis, 1986; Lester et al., 1983). En plus, selon EPA (1984), dû aux traitements tertiaires, la quantité de boue doublera d'ici l'an 2000.

Les modes de disposition des boues comprennent; l'enfouissement des cendres précédé par l'incinération, l'enfouissement sanitaire et l'épandage agricole. L'incinération est un mode coûteux (Davis, 1987) et de plus pollue l'air (Scheltinga, 1987). Et en plus, il faut diposer des cendres sécuritairement. L'enfouissement sanitaire est de plus en plus difficile dû au manque de site approprié (Couillard et al., 1987). Enfin, le rejet en mer est innacceptable à cause des problèmes environnementaux qu'il occasionne (Lester et al., 1983). Ainsi, l'épandage sur des terres agricoles, s'avère souvent la solution la plus économique (Davis, 1987; 1986).

En plus les boues constituent un excellent engrais (Davis, 1987), et un bon amendeur de sol. Et elles permettent une économie d'engrais, puisque selon Environnement Canada (1985), la valeur marchande moyenne de l'azote, du phosphore et du potassium, contenus dans les boues, est estimée à 56.60$ CAN tm^{-1} boue sèche. Le tableau 1.1 donne la composition en nutriments des boues de 34 villes du Québec.

Par contre, l'accumulation des métaux lourds dans les boues, présente des inconvénients pour leur épandage agricole. En effet, dans les usines municipales d'épuration des eaux usées, les principaux métaux lourds (le cadmium (Cd), le cuivre (Cu), le zinc (Zn), le plomb (Pb), le mercure (Hg), le

Tableau 1.1: Contenu en solides totaux (ST) et en nutriments dans les boues de 34 villes du Québec (Source: St-Yves, et Beaulieu, 1988)

MUNICIPALITÉ	ST mg/L	NTK 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

chrome (Cr) et le nickel (Ni)) 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 Cosgrove, 1974). Le manganèse est un élément problématique au Québec (St-Yves et Beaulieu, 1988). La plupart des métaux lourds étant toxiques, leur concentration en trop grande quantité dans les boues résiduaires est inquiétante (Scheltinga, 1987; Tjell, 1986; Sommers et Nelson, 1981). Le cuivre, le nickel et le zinc sont phytotoxiques (Webber, 1986; Davis et Carlton-Smith, 1984; Beckett et Davis, 1982; Bingham et al., 1979). Tandis que le cadmium est zootoxique (Nriagu, 1988; Environnement Canada, 1985; Lester et al., 1983; Ryan et al., 1982; Naylor et Loehr, 1981). Celui-ci est très redouté, car les concentrations requises pour être zootoxiques sont plus faibles que celles nécessaires pour être phytoxiques.

De même, l'accumulation du manganèse, du fer, du zinc et du cadmium par les plantes a déjà été prouvée (Scheltinga, 1987). Les tableaux 1.2 et 1.3 illustrent les normes relatives aux teneurs en métaux lourds admissibles dans les boues destinées à l'épandage agricole.

En Ontario, plus de 50% des boues dépassent les normes pour la teneur en métaux lourds (Wong et Henry, 1984b). Aux États-Unis, 50 à 60% des boues dépassent les normes (Wozniak et Huang, 1982). De plus, une étude sommaire effectuée au Québec (voir tableau 1.4), révèle que 18 municipalités sur 34 dépassent au moins pour un des métaux les normes tolérées dans les boues. Le cuivre est l'un des éléments les plus problématiques. La seule solution pour ces boues dépassant les normes tolérées pour l'épandage agricole, reste la décontamination, c'est-à-dire l'enlèvement des métaux lourds.

1.1.1 La solubilisation chimique versus la solubilisation biologique

L'enlèvement des métaux contenus dans les boues s'effectue par leur solubilisation. Celle-ci peut être faite de façon chimique ou biologique. La solubilisation chimique a été étudiée à plusieurs reprises (Kiff et al., 1983; Wozniak et Huang, 1982; Jenkins et al., 1981; Cornwell et al., 1980; Oliver et Carey, 1976; Bloomfield et Prudent, 1975; Olver et al., 1975; Scott et Horlings, 1975). Il s'est révélé, que la plupart du temps ces méthodes étaient inefficaces pour solubiliser le plomb et le cuivre, un des éléments très

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: 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	Québec***	Belgique	Canada	Danemark	Finlande	France	Allemagne de l'ouest	Pays-Bas	Norvège	Suède	Suisse	Tous les pays		CEE Directive	
												Gamme	Mediane	R*	M**
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 Flyn et al. (1987)

Tableau 1.4: Contenu en composés potentiellement toxiques dans les boues résiduaires de 34 villes du Québec (Source St-Yves et Beaulieu, 1988b)

MUNICIPALITÉ	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.	Mo mg/kg m.s.	Ni mg/kg m.s.	Pb mg/kg m.s.	Se mg/kg m.s.	Zn mg/kg m.s.	BPC mg/kg m.s.
Ascot Corner (BD)	20	29	5.11	2.92	17	421	239	0.068	19.5	12	52	<0.1	1 195	<0.05
Aubert-Gallion (BA RBS)	4.9	114	4.7	4.6	50.2	468	192	0.64	9.8	16.2	102	0.1	555	<0.002
*Ayer's Cliff (BA)	1.6	28	0.85	6.44	9.4	708	2 820	0.12	5.31	19.7	0.94	<0.1	390	<0.05
*Beauceville (BA Fo)	4.9	244	5.2	9.1	52.8	371	793	2.24	6.6	22.7	108	0.2	1 765	<0.002
*Beauharnois (BA Fo)	1.4	32	3.7	8.8	29.9	274	3 645	12.2	25	29.9	136	3.1	58.3	<0.5
*Black-Lake (BA RbS)	4.6	255	5.9	11.1	214	1 518	318	1.89	12.9	80	172	0.1	493	<0.004
Campbell's Bay (BD)	0.8	<2	3.3	<5	32.3	950	158	4.2	<25	22.4	191	0.98	1 042	<0.02
Chapeau (BD)	0.3	<2	2.3	<5	21.7	747	231	0.5	<25	17.1	130	1.5	517	<0.1
Communauté régionale outaouais (BA)	1.1	<2	<2	6.9	22.5	411	940	1.4	<25	27.4	127	1.4	470	<0.5
*Cowansville (BA Fo)	0.99	33	1.8	11.3	58	1 020	5 510	0.257	10	25.4	70	<0.1	445	<0.05
*Farnham (BA Fo)	0.55	40	1.76	413	161	1 056	3 116	0.343	5.60	10.6	3.52	<0.1	464	<0.05
*Granby (BA)	1.72	32	0.88	6.14	34.4	816	1 740	0.2	15.4	15.7	5.9	<0.1	178	<0.05
*Jonquière (BA Fo)	1.8	225	5	8.7	55.4	352	121	3.8	8.4	19.7	153	0.1	393	<0.002
*Lac-Mégantic (BA AP)	3.5	260	2.2	6.3	26.3	704	1 302	1.25	5	19.6	68.3	<0.1	262	<0.002
Magog (BA Fo)	1.41	34	1.41	3.12	17.7	323	229	0.565	5.88	19.3	12.5	<0.2	173	<0.05
Mont-Rolland (BA)	0.3	<2	<2	<5	20.5	693	398	0.8	<25	19.2	107	0.6	385	<0.05
*Mont-Tremblant (BD)	0.3	<2	3.2	<5	20.4	1 654	102	3.4	<25	15.9	107	1.1	840	<0.1
*Notre Dame des Pins (BD)	14.5	134	5	12.1	28.6	461	2 566	1.31	9	20.6	61.9	1.8	778	<0.002
Notre-Dame-du-Lac (BA)	3.8	184	5.1	12	56	424	339	2.88	9.8	30.5	107	0.3	693	<0.002
Rock Forest (BA)	2.02	31	5.07	2.21	13.1	836	256	0.905	10	22.5	2.35	<0.1	1 197	<0.05
*Rock Island (BA)	0.61	31	1.4	8.33	107	1 478	347	0.854	94	17	13.4	<0.2	444	<0.05
*Salaberry de Valleyfield (BA)	0.4	<2	3.9	7.8	41.9	1 107	1 230	1.5	<25	25.1	123	3.3	548	<0.2
*Ste-Agathe-des-Monts (BA)	0.28	<2	<2	<5	12.3	1 134	382	1.5	<25	14.8	394	0.4	628	<0.2
Ste-Helene-de-Bagot (BD)	0.47	35	1.64	1.03	6.56	328	70	0.102	10	8.44	0.94	<0.1	506	<0.05
Ste-Madeleine (BA)	0.01	59	2.91	3	12.4	455	839	0.165	18.8	15.3	28.2	<0.2	413	<0.05
Ste-Mélanie (BA)	2	91.7	5.9	5.6	47.2	521	73.4	1.25	13.8	12.3	150	0.1	369	<0.008
*St-Bernard (BA AP)	6.6	189	5.5	13.2	32.1	454	2 996	1.86	28.9	19	103	0.2	882	<0.006
St-Gabriel-de-Brandon (BA Fo)	0.8	185	3.0	4	147	182	353	1.98	10.8	11.8	91.3	0.1	336	<0.002
St-Hyacinthe (BA)	0.59	31	1.62	3.58	19.6	314	348	0.075	16.3	10.3	31.4	<0.1	339	<0.05
St-Jean-Baptiste-de-Rouville (BA Fo)	0.3	<2	<2	<5	15.8	298	368	0.8	<25	16.4	31.6	1.2	447	<0.2
*St-Jovite (BA)	0.5	<2	<2	<5	24.7	1 089	2 046	1.1	<25	19.8	155	0.8	627	<0.5
*St-Placide (BD)	1.5	<2	4.5	<5	20.3	773	149	1.7	45	21.3	208	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	10.2	27	144	0.4	642	<0.003
*Victoriaville (BA)	3.8	77.2	11.2	4.7	33.7	650	2 251	1.32	12.2	17.3	148	0.4	718	<0.001

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

Notes
Souligné = 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

problématiques des boues. En plus, ces méthodes sont coûteuses puisqu'elle requièrent de grandes quantités d'acide, soit de 0,5 à 0,8 g H_2SO_4/g boue sèche (Tyagi et Couillard, 1987a; Wong et Henry, 1983; Schöborn et Hartmann, 1978; Oliver et Carey, 1976).

La solubilisation biologique des métaux est plus économique et simple. Celle-ci est assurée par des bactéries du genre Thiobacille et l'espèce la plus utilisée, pour la solubilisation bactérienne des métaux est: Thiobacillus ferrooxidans découvert par Colmer et al. (1950). Ces bactéries sont chemo-autotrophes, tirant leur énergie métabolique de substances chimiques. Dans le cas de Thiobacillus ferrooxidans, c'est l'oxydation du soufre sous forme réduite et du fer ferreux qui lui procure son énergie métabolique (Harrison, 1984; Ingledew, 1982; Lundgren et Silver, 1980; Guay et al., 1976). Donc les sulfures de métaux, ainsi que le fer ferreux contenus dans les boues, permettent en théorie, leur croissance, dans les boues. Thiobacillus ferrooxidans est une bactérie mésophile à gram négatif (Vishniac, 1974) qui se présente sous forme de bâtonnets de dimension 0,5 à 0,8 µm x 1,0 à 2,0 µm (Bosecker et Kursten, 1978). La seule source de carbone de cette bactérie est le dioxide de carbone (Harrison, 1984; Guay et al., 1976). Et elle assimile l'azote sous forme d'ions ammonium (Harrison, 1982). Thiobacillus acidophilus et Acidiphillum cryptum sont des bactéries hétérotrophes nécessaires à Thiobacillus ferrooxians, car elles se nourissent des pyruvates qu'elle excrète (Harrison, 1984). T. acidophilus oxyde la matière organique et les formes réduites du soufre, alors que A. Cryptum oxyde la matière organique seulement. Mentionnons Thiobacillus thiooxidans qui est aussi en mesure d'oxyder le soufre réduit (S^{2-}, $S_2O_3^{2-}$, $S_4O_6^{2-}$, S°).

La solubilisation bactérienne des métaux peut se faire selon deux mécanismes; direct et indirect. Le mécanisme direct est décrit dans les équations 1 et 2 (Huntchins et al., 1986; Torma, 1986; Lundgren et Silver, 1980).

$$MS + 2\ O_2 \xrightarrow{\text{bactéries}} M\ SO_4 \qquad (1)$$

$$FeS_2 + 3\tfrac{1}{2}O_2 + H_2O \xrightarrow{\text{bactéries}} FeSO_4 + H_2SO_4 \qquad (2)$$

Et si c'est le sulfate ferreux qui est utilisé comme substrat, il est aussi directement oxydé selon l'équation 3 (Bosecker et Kursten, 1978).

$$4\ FeSO_4 + O_2 + 2\ H_2SO_4 \xrightarrow{\text{bactéries}} 2\ Fe_2\ (SO_4)_3 + 2\ H_2O \qquad (3)$$

Dans le mécanisme indirect, les ions ferriques générés par l'oxydation du fer ferreux, par les bactéries, réagissent avec les sulfures des métaux pour produire du Fe (II) et du soufre élémentaire (voir équation 4 et 5).

$$MS + 2\ Fe^{3+} \longrightarrow M^{2+} + 2Fe^{2+} + S^{\circ} \qquad (4)$$

$$FeS_2 + Fe_2(SO_4)_3 \longrightarrow 3\ FeSO_4 + 2\ S^{\circ} \qquad (5)$$

Ces réactions sont purement chimiques et n'impliquent pas les bactéries. C'est dans une étape subséquente que les ions ferriques sont oxydés par les bactéries en Fe (III) et le soufre élémentaire est oxydé en sulfate (voir équation 6 et 7).

$$2\ Fe^{2+} + \tfrac{1}{2}O_2 + 2H^{+} \xrightarrow{\text{bactéries}} 2\ Fe^{3+} + H_2O \qquad (6)$$

$$2\ S^{\circ} + 3O_2 + 2H_2O \xrightarrow{\text{bactéries}} 2\ H_2SO_4 \qquad (7)$$

Et l'acide sulfurique, produit dans les équations 2 et 7, contribue à abaisser le pH et à solubiliser les métaux. La solubilisation bactérienne des métaux demeure donc un mode d'enlèvement des métaux économique, puisqu'il requiert jusqu'à 5 fois moins d'acide (Tyagi et al., 1988). En plus, il assure jusqu'à l'enlèvement de 60 à 75% du cuivre (Mercier, 1988; Tyagi et al., 1988, 1987b; Wong et Henry, 1983). La figure 1.1 illustre le schéma du procédé, qui peut être appliqué pour la décontamination des boues par solubilisation biologique des métaux.

1.1.2 Boues digérées aérobies et anaérobies.

Les conditions réductrices prévalant lors de la digestion anaérobie des boues, favorisent la formation de sulfures de métaux (Hayes et Theis, 1978; Mosey, 1976; Legret et al., 1983). Étant donné que ces sulfures de métaux peuvent

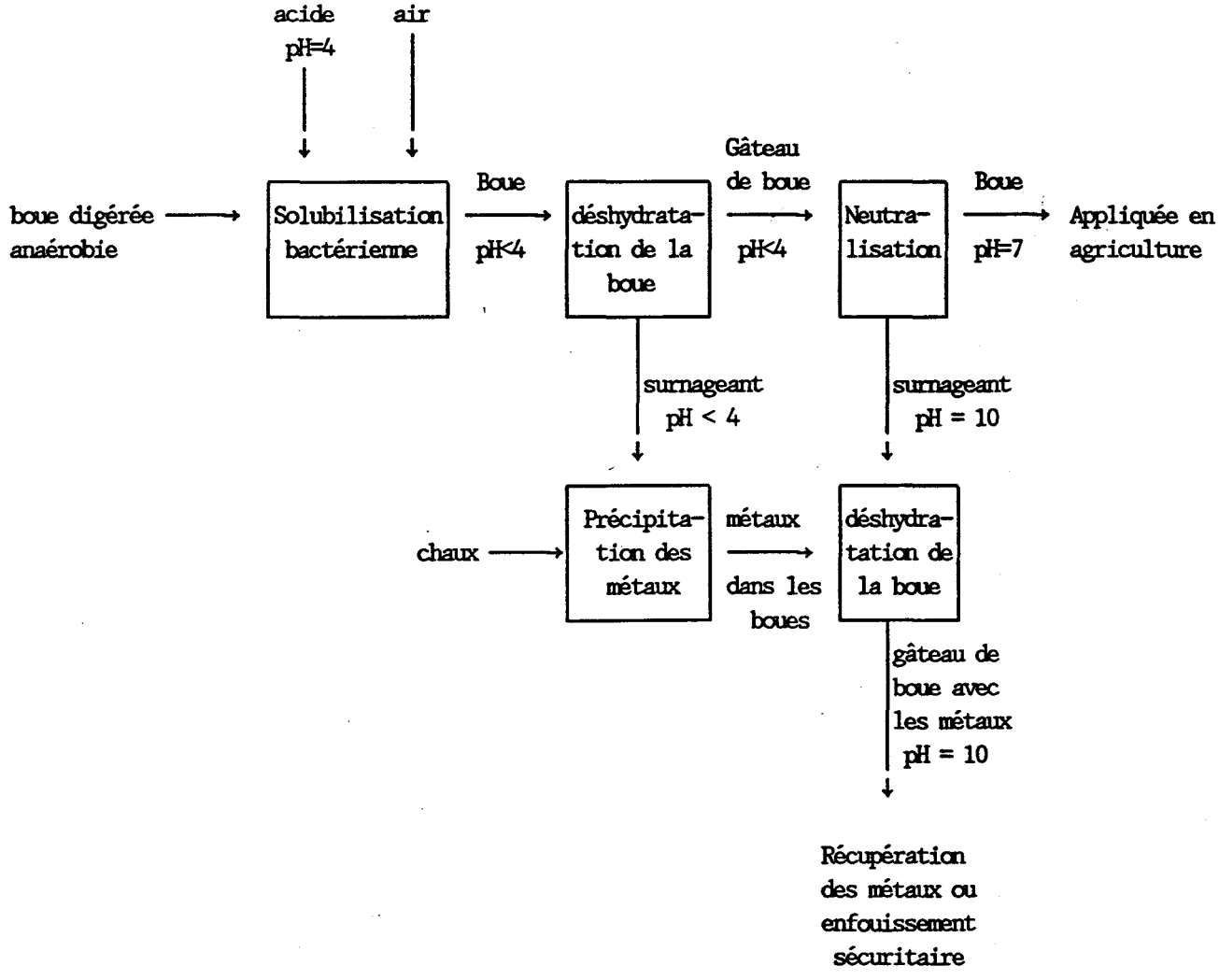


Figure 1.1: Illustration du procédé d'enlèvement des métaux par solubilisation bactérienne sur des boues digérées anaérobies (Tiré de Wong et Henry, 1983).

servir de substrat à T. ferrooxidans (Wong et Henry, 1984a), les recherches sur la solubilisation bactérienne dans les boues ont été plutôt dirigées vers les boues digérées de façon anaérobie. Peu de recherches ont donc été effectuées sur des boues aérobies, mais au Québec, le type de digestion pratiqué rend les avenues de recherche sur les boues aérobies, intéressantes. En effet, mis à part la Communauté Régionale de l'Outaouais, Valcartier et Deux Montagnes, presque toutes les usines de traitement des eaux au Québec, font une digestion partielle par stockage aérobie de leurs boues.

Dans cette expérience, la solubilisation bactérienne des métaux dans les boues aérobies, a été effectuée. Et ceci au cours de différents moments lors de la digestion, afin d'évaluer les meilleures combinaisons possibles, entre la solubilisation des métaux et la digestion des boues.

1.2 La digestion des boues d'épuration

1.2.1 Objectifs de la digestion

Dans les procédés d'épuration des eaux, les boues résiduaires produites par le traitement des eaux usées, sont digérées. Les objectifs de cette digestion visent à diminuer la putrescibilité des boues, pour assurer leur diposition sans qu'il y ait dégagement d'odeur. De même, la digestion permet de réduire l'activité bactérienne des boues pour éviter la présence en trop grand nombre de bactéries pathogènes. Également elle permet de prévenir les problèmes de baisse de pH du sol lors de leur épandage, dû à une nitrification "in situ". En dernier lieu, la digestion vise la réduction du volume des boues pour des considérations économiques de transport. Les procédés de digestion examinés ici, sont de type aérobie et anaérobie mésophiles.

1.2.2 Critère d'évaluation de la digestion

Avant d'examiner les différents processus de digestion, il importe de connaître quels sont les critères d'évaluation de la digestion d'une boue. Selon l'EPA (1984), les boues anaérobies et aérobies sont considérées digérées lorsque la réduction de solides volatils atteint 38%. Au Québec, toujours pour les boues aérobies et anérobies, la règle est de fixer le temps de digestion à 20 jours

(Flynn et al., 1987). Selon d'Antonio (1983), le pH est aussi un bon indicateur de la progression du processus de digestion dans les boues aérobies. Également, dans les boues aérobies, selon Ahlberg et Boyko (1972), un taux de consommation d'oxygène par les bactéries se situant entre 0,5 et 1,0 mg O_2/g VSS·h, est un critère fiable, pour indiquer si la digestion est terminée. Selon l'EPA (1979), le K_d peut être utilisé pour illustrer le taux de la digestion de la matière organique. Ainsi, la diminution de la matière organique en fonction du temps dans le digesteur aérobie peut être représenté comme:

$$\frac{dM}{dt} = -K_d M$$

et où $\frac{dM}{dt}$ = décomposition de la matière organique par unité de temps ($M\ T^{-1}$)

K_d = taux constant de la réaction (T^{-1})

et M = concentration de solides volatils biodégradables encore présents au temps t dans le digesteur ($M\ L^{-3}$).

1.2.3 La digestion anaérobie

La digestion anaérobie est opérée à 35°C et en l'absence d'oxygène ce qui favorise les bactéries anaérobies méthanogènes. La matière cellulaire est transformée en gaz méthane, en ammoniaque et en CO_2 par une série de réactions comportant une phase acidogène et une phase méthanogène. Le procédé est résumé à l'équation 1.

$$C_6H_{12}O_6 \longrightarrow 3CH_3COOH \qquad (1a)$$

$$3CH_3COOH \longrightarrow 3CO_2 + 3CH_4 \qquad (1b)$$

C'est un procédé sensible aux inhibitions par les métaux lourds difficile à contrôler et à faire fonctionner efficacement. Le gaz méthane provenant de la réaction peut servir comme source de combustible pour chauffer le réacteur. Le pH final de la digestion anaérobie est légèrement alcalin (pH ≈ 7.2 - 7.5).

Le POR des bous digérées anaérobies se situe entre -500 et -300 mV et les métaux sont en grande partie sous forme de sulfures (Hayes et Theis, 1978). Selon l'EPA (1979), le surnageant de la digestion est très chargé et peut causer des problèmes lors de son retour en tête de station. Enfin, toujours selon l'EPA (1979), le temps de rétention des solides y est de 10 à 28 jours et l'équipement sophistiqué requis pour le chauffage des boues entre autres, implique des coûts élevés d'installation. C'est donc un type de digestion économique pour des stations d'épuration de plus de 10 MGD (Deeny et al., 1985).

1.2.4 La digestion aérobie

La stabilisation des boues par voie aérobie, transforme la matière cellulaire en CO_2 et H_2O en présence d'oxygène. S'il y a nitrification (voir équation 2), il y consommation de 1,98 kg O_2/kg VSS détruit (Reynolds, 1973). Alors que sans nitrification (voir équation 3), la consommation d'oxygène est de 1,42 kg O_2/kg·VSS détruit (Reynolds, 1973).

$$C_5H_7NO_2 + {}_7O_2 \longrightarrow 5CO_2 + 3H_2O + H^+ + NO_3^- \qquad (2)$$

$$C_5H_7NO_2 + 5O_2 \longrightarrow 5CO_2 + 2H_2O + NH_3 \qquad (3)$$

Selon Ahlberg et Boyko (1972), le POR d'une boue aérobie est supérieur à 400 mV. La digestion aérobie en deux étapes est préférable pour éviter les court-circuits de pathogènes, et permet également de sauver sur l'aération, car après cinq jours, la consommation d'oxygène est réduite (Smith, 1971; Ahlberg et Boyko, 1972). Ainsi, dans le second bassin, le taux d'oxygénation peut être ajusté, évitant alors les pertes inutiles d'énergie. Le surnageant d'une digestion aérobie est également moins chargé, que celui d'une digestion anaérobie (EPA, 1979). Par contre, les coûts d'aération sont plus élevés et les boues sont plus difficiles à déshydrater.

Enfin, étant donné que les coûts d'installation sont moins élevés dans le cas d'une digestion aérobie (EPA, 1979), ce procédé serait plus approprié pour les petites et moyennes usines (Deeney et al., 1985).

1.2.5 Les organismes pathogènes et la digestion

Un des objectifs de la digestion est de réduire les organismes pathogènes. La digestion anaérobie inactiverait 76 à 96% des virus, détruirait 95 à 99% des coliformes fécaux, 80 à 87% des streptocoques fécaux, 25 à 92% des Salmonella thyphosa (thyphoïdes) et 60 à 90% des Mycobacterium tuberculosis (tuberculose) (Berg, 1978). Par contre, selon cet auteur, elle est peu efficace pour la destruction des oeufs de parasites (Ascaris lumbricoïdes, Taenia sagitana, etc.).

Dans les boues digérées aérobies, il y a également une réduction des organismes pathogènes. Mais selon Degrémont (1978), l'élimination des organismes pathogènes est moins efficace dans une digestion aérobie et la destruction des vers est plus aléatoire.

Pour Black et al. (1982), la destruction des oeufs de parasite est meilleure avec ce type de digestion. Storey (1987) quant à lui, conclut que tous les procédés réduisent le nombre d'oeufs, mais considère la digestion anaérobie plus ovicide.

1.3 Solubilisation des métaux dans les boues digérées anaérobies

La solubilisation des métaux dépend du pH, du POR, de la concentration en métaux et en solides totaux (Mercier, 1988; Tyagi et al., 1988; Tyagi et Couillard, 1987a; Wong et Henry, 1983). Wong et Henry (1984b; 1983) dans des boues anaérobies, en fournée, enlèvement en 8 à 10 jours, 87% Zn, 86% Cd, 65% Cu, 78% Ni et 0% de Pb. Ils effectuèrent leurs expériences dans des boues préacidifiées à pH = 4 (0,15 g de H_2SO_4/g boue sèche sont requis), à 20°C, sans ajout de substrat. Également, la solubilisation bactérienne n'affectait pas les propriétés fertilisantes et d'amendeur de sol des boues (i.e. que les quantités de phosphore, de potassium et d'azote restent peu changées). Et enfin, à pH < 4, 90% des hétérotrophes sont tués.

Dans des boues anaérobies préacidifiées à pH=4 à 30°C, en fournée, Tyagi et Couillard (1988, 1987a), en 10 jours, enlevèrent 95% Zn; 75% Cu, 50% Cd et 55% de Pb. Ils trouvèrent que la solubilisation diminue à mesure que le

pourcentage des solides totaux augmente et qu'une culture mixte (T. ferrooxidans et T. Thiooxidans) donnait des meilleurs résultats qu'une culture pure. Mercier (1988) en continu, avec un temps de séjour de 3 jours, et 3 $g \cdot L^{-1}$ $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ enleva 77% Zn, 62% Cu et observa pendant le processus de solubilisation, une réduction des solides volatils de 1% par jour. De même, il trouva qu'un POR > 200 mV est nécessaire pour solubiliser le Cu et que la solubilisation de celui-ci est très correlée avec l'augmentation du POR. Enfin, à l'INRS-Eau, dans un bio-réacteur à ascension pneumatique et dans un réacteur en continu avec recyclage, avec un temps de séjour de 0.75 jour, à 30°C avec 20% de recyclage et un pH de 4.5 à l'entrée, environ 91% et 94% du Zn, 89% et 91% du Cu ainsi que 81% et 66% du Cd respectivement ont été enlevés des boues anaérobies. (Couillard et al., 1988).

1.4. La solubilisation des métaux dans les boues digérées aérobies

La solubilisation bactérienne dans des boues digérées de façon aérobie n'a pas été tentée jusqu'à maintenant. Mais le POR élevé de ces boues (400 mV selon Ahlberg et Boyko, 1972) rend avantageux l'utilisation de ces boues pour la solubilisation bactérienne. En effet, selon Mercier (1988) des valeurs de POR élevées favorisent la solubilisation des métaux dont notamment le Cu, qui est très dépendant du POR.

Mercier (1988) obtient de meilleurs résultats pour la solubilisation du Cu, dans des boues anaérobies, avec l'ajout du substrat $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, à une concentration de 3 g/L par rapport à 1 g/L. De même Piché (1988) trouva que l'ajout du substrat $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ de Sidbec Dosco, n'entraînait pas des coûts supplémentaires élevés (i.e. 6$/tonne boue sèche pour 32$/tonne boue sèche de produits chimiques, nécessaires au procédé). Donc, l'absence des métaux sous forme de sulfures comme substrat des bactéries dans les boues aérobies, n'entraîne pas de difficultés puisque l'ajout d'un substrat économique pour les bactéries, est possible. Enfin, toujours dans le but d'optimiser et de rentabiliser le procédé de solubilisation, différentes combinaisons de digestion et solubilisation sont possibles.

1.4.1 La digestion en milieu acide

Mercier (1988) lors de la solubilisation bactérienne sur des boues anaérobies (pH < 4), observa une réduction des solides volatils de 1%/jour. Parmi les organismes retrouvés dans les boues (voir le tableau 1.5), les bactéries T. acidophilus et A. cryptum ainsi que certains champignons et levures, sont des hétérotrophes pouvant vivre à pH acide. Il existe donc des organismes en milieu acide, qui sont en mesure d'oxyder la matière organique et de participer à la digestion des boues. Par contre, il n'y a pas de nitrification en milieu acide, puisque les nitrosomonas ne peuvent fonctionner dans ces basses valeurs de pH. Et la production d'acide organique simple par les bactéries hétérotrophes (Vishnac, 1974) peut soulever des problèmes de toxicité pour T. ferrooxidans empêchant ainsi une solubilisation des métaux simultanée à la digestion. En effet, selon Ingledew (1982), à des concentrations d'acide organique de 5 mM dans un tampon à pH 3, l'oxydation du Fe^{2+} est diminuée de 10 à 60%. Malgré qu'il est peu probable d'atteindre de telles concentrations, les possibilités de toxicité pour T. ferrooxidans reste à vérifier.

1.4.2 La nitrification comme économie d'acide

Lors de la digestion aérobie, la nitrification entraîne la formation de HNO_3 (voir équation (2) de la section 1.2.4), qui peut abaisser le pH final à des valeurs se situant entre 4.0 et 6.4 (D'Antonio, 1983; EPA, 1979; Koers et Mavinic, 1977; Ahlberg et Boyko, 1972). La figure 1.2 illustre la relation existant entre la température et la diminution de pH due à la nitrification (Randall et al., 1975). Étant donné que le procédé de solubilisation fonctionne à pH acide (l'optimum de croissance de Thiobacillus ferrooxidans est à un pH=2.3), la baisse de pH due à la nitrification permet d'espérer des économies sur l'acide requis pour diminuer le pH des boues.

Par contre, le processus de nitrification peut être inhibé par les métaux lourds. Le tableau 1.6 indique les concentrations de métaux lourds solubles requises pour inhiber la nitrification (Anthony et Breimhurst, 1981). Enfin, l'acide nitrique produit lors de la nitrification, est toxique pour T. ferrooxidans. Ainsi à 5 mM de HNO_3, dans un tampon à pH = 3, le taux d'oxydation du Fe^{2+} baisse de 80% (Ingledew, 1982). Mais la concentration

Tableau 1.5: 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)

(Tiré de Mercier, 1988)

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

* Réf.: Skinner et al., 1980

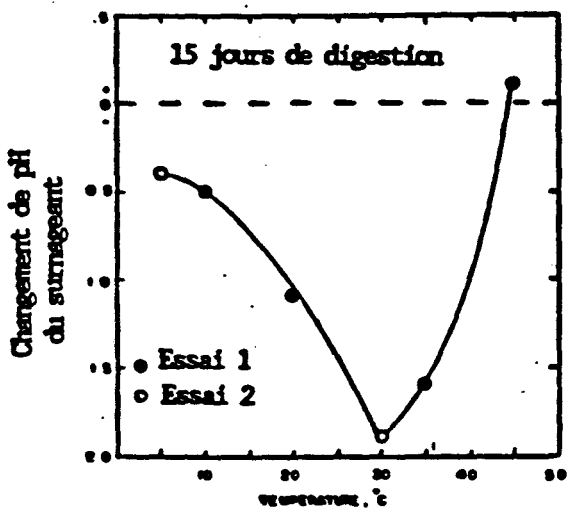


Figure 1.2: Effet de la température sur le changement de pH principalement dû à la nitrification lors de la digestion aérobie (Randall et al., 1975).

Tableau 1.6: Seuils des concentrations de métaux solubles qui inhibent le procédé de nitrification.

Métal	Seuils de concentration des métaux Solubles causant une inhibition de la nitrification (mg/l)
Cr^{+6}	0,25
Cu	0,05 - 0,5
Pb	0,5
Ni	0,25 - 0,5
Zn	0,08 - 0,5

maximale de HNO_3 pouvant être atteinte à pH = 4 est de 0,1 mM, donc bien en dessous du seuil toxique pour T. ferrooxidans. Malgré tout, ici aussi, les possibilités de toxicité pour T. ferrooxidans restent à être vérifiées.

1.4.2.1 Perte d'azote lors du processus de digestion

Étant donné que les boues d'épuration sont destinées à l'épandage agricole, leur valeur en azote est importante. Dans la digestion anaérobie, il y aurait perte du NH_4^+ soluble, lors de l'essorage. L'azote sous forme de NH_4^+ et NH_3 seront aussi perdus en quantité importante par volatilisation lors de l'épandage (Hall et Ryden, 1986; Hinesley et al., 1979)). Alors qu'avec la digestion aérobie, due au processus de nitrification (transformation du NH_3 en NO_3^-) c'est le NO_3^- soluble qui sera perdu lors de l'essorage. Par contre, lors de l'épandage, il y aurait moins de perte, puisque le NO_3^- est beaucoup moins susceptible à la volatilisation.

1.4.3 Effets possibles de la solubilisation sur les organismes pathogènes

Selon Degrémont (1978), l'élimination des organismes pathogènes se fait seulement à 85% dans une boue aérobie. D'où la solubilisation des métaux qui se fait en milieu acide, est intéressante pour "stériliser" les boues aérobies. Gerba et al. (1975) ont constaté que Salmonella typhosa ainsi que E. coli et Streptoccoccus faecalis, meurent en quelques jours en milieu acide (entre 2.9 et 4.5). La survie des virus quant à elle diminuerait à un pH s'éloignant de la valeur de 6 (Berg, 1978). Et selon l'EPA (1979), la survie des virus dans le sol est favorisée par un pH légèrement alcalin.

Selon Berg (1978), les streptocoques fécaux seraient de bons indicateurs de la survie des virus. Les streptocoques fécaux ne survivant que quelques jours à pH acide ($\approx$ 3), il est probable que les virus soient inactivés après plusieurs jours de digestion (10 à 15 jours). Enfin, selon Black et al. (1982), l'oxygénation demeure plus efficace pour détruire les oeufs d'helminthes, que l'acidité. En effet ceux-ci peuvent se développer dans des solutions à 50% de H_2SO_4 (Hays, 1977). Schwartzbord et al. (1987) et Stien et al. (1987) ont trouvé que le conditionnement à la chaux et au chlorure ferrique diminue la viabilité des oeufs d'helminthes (Taenia saginata et T. solium), et des

entérovirus. Étant donné qu'à la fin du procédé, la boue devra être neutralisée à la chaux et qu'elle contient du fer, il est possible que cet effet ovicide se fasse sentir. De plus, si c'est de la chaux vive qui est utilisée, il y aura dégagement de chaleur lors de la réaction (voir équation 1) ce qui permet d'espérer une réduction des pathogènes par "pasteurisation" des boues.

$$CaO + H_2O \longrightarrow Ca(OH)_2 + \text{chaleur} \qquad (1)$$

Donc, globalement le procédé semble prometteur pour la destruction des salmonelles et peut être celle des helminthes lors de la neutralisation avec le CaO. Ce qui est important, puisque Environnement Canada (1985) conclut que les plus gros risques hygiéniques des boues proviennent des salmonelles et de Taenia saginata.

CHAPITRE 2

MATÉRIEL ET MÉTHODES

MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.1 Objectifs

L'objectif premier de cette étude est d'évaluer les possibilités de solubilisation bactérienne des métaux dans les boues digérées de façon aérobie.

Pour évaluer la meilleure façon de procéder, différentes combinaisons de temps de digestion avec la solubilisation bactérienne des métaux sont présentées. Il sera alors possible de déterminer le temps requis pour l'ensemble des deux opérations: digestion de la matière organique et solubilisation des métaux. Les différentes stratégies abordées dans cette expériences sont:

1) La solubilisation bactérienne des métaux après que la digestion soit terminée, c'est-à-dire après 38% de réduction de solides volatils (le critère de réduction des solides volatils exigé pour que la digestion soit terminée selon les normes de l'EPA (1984).

2) La solubilisation bactérienne des métaux alors que la digestion des boues n'est pas tout à fait complétée; soit autour de 35% de réduction des solides volatils. Ceci permettrait d'inclure une partie des coûts d'enlèvements des métaux dans les coûts de la digestion dans le cas d'une valorisation agricole des boues.

3) La solubilisation bactérienne des métaux effectuée simultanément à la digestion des boues permettant ainsi d'inclure la solubilisation dans le même temps pris pour la digestion.

Un montage expérimental permettra de vérifier chacune de ces stratégies ainsi que;

- d'évaluer les taux de solubilisation ainsi que le temps requis pour solubiliser le Cu, Zn, Mn selon les différents temps d'inoculation lors de la digestion;

- d'étudier l'influence des paramètres tels le POR et le pH sur la solubilisation bactérienne.

- de comparer comme critère d'évaluation de la digestion d'une boue; la demande chimique en oxgène (DCO), la réduction des solides volatils, et le taux de consommation d'oxygène (TCO).

2.2 Montage expérimental

La figure 2.1 illustre les différentes étapes du montage expérimental.

L'expérience a été effectuée sur 31 jours (du jour 0 à 30), en fournée, dans 6 béchers de pyrex, avec un volume initial de boue de 1,5 litre.

Dans chacune des options expérimentales, du début à la fin, l'aération est maintenue à 1 VVM (i.e. un volume d'air par volume de réacteur par minute). Elle est assurée par des pierres d'aquarium reliées, via des tubes, au compresseur d'air du complexe scientifique.

L'agitation est assurée, de façon continue, dans les six béchers simultanément par un agitateur six pattes PHIPPS et BIRD inc. L'agitation est maintenue à 100 rpm, et ce, avec des tiges d'agitation en plastique.

De même l'évaporation est compensée par de l'eau déionisée, pour que la réduction des solides totaux, réflète bien la réduction des solides volatils. La température de l'expérience est celle de la pièce, soit 22°C ± 2°C.

2.2.1 Temps d'inoculation

Pour la première option, la digestion s'opère avec agitation et aération, jusqu'au-delà de 38% de réduction des solides volatils soit 42,4% au 14^{e} jour pour le bécher No 1 et 39,3% au 12^{e} jour pour le bécher No 4. À ce moment, les thiobacilles sont ajoutés (inoculum de 10%) après avoir préalablement acidifié la boue jusqu'à un pH de 4, nécessaire pour la croissance de thiobacilles, avec de l'acide sulfurique 5% v/v et mis 3 g/L de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$. Dans le cas du bécher No 1, une seconde inoculation de thiobacilles a été faite, deux jours plus tard avec l'ajout supplémentaire de 3g/L de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, la première n'ayant pas été efficace.

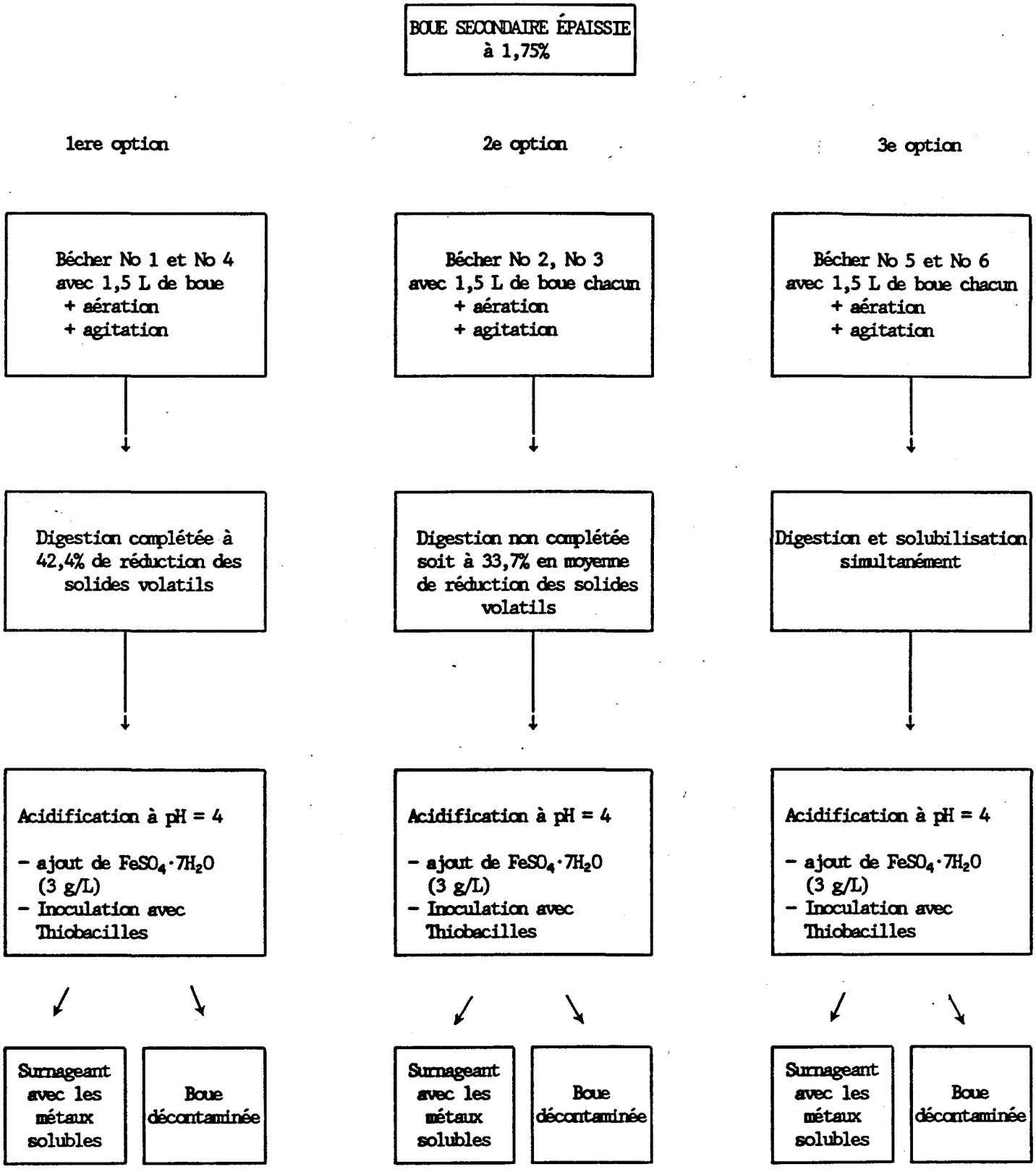


Figure 2.1: Schéma global du procédé expérimental suivi.

Pour la seconde option étudiée dans les béchers no 2 et no 3, avec aération et agitation, la digestion faite par les bactéries hétérotrophes a réduit les solides volatils jusqu'à un pourcentage moyen de 33,7% (au 9^{e} jour pour no 2 et no 3). Puis l'inoculum de 10% des thiobacilles est ajouté. Ici encore après avoir préalablement acidifié jusqu'à un pH de 4 avec du H_2SO_4 5% v/v et ajouté 3 g/L de $Fe_2SO_4 \cdot 7H_2O$.

Enfin pour la dernière option, les béchers 5 et 6 ont été inoculés avec les thiobacilles (inoculum de 10%) dès le début de la digestion, soit au jour 0 de l'expérience. Préalablement une acidification jusqu'à un pH de 4 avec H_2SO_4 5% v/v et l'ajout de 3 g/L de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ avaient été faits.

2.3 Matériel

2.3.1 Souche bactérienne utilisée

La souche bactérienne utilisée provient à l'origine de la souche Thiobacillus ferrooxidans (ATCC 19859). Les bactéries déjà acclimatées aux boues anaérobies ont été ré-acclimatées à la croissance, sur des boues aérobies. Pendant 10 jours, des boues aérobies avec 3 g/L de substrat, le $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, ont été ajoutés quotidiennement à un volume initial de 500 mL. Soit, à raison de 50 mL par jour, les 5 premiers jours et 150 mL par jour pour les 5 derniers jours. Enfin, jusqu'au moment d'être utilisé, des boues aérobies et du $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ sont ajoutées régulièrement. Les boues peuvent être contaminées par diverses espèces de thiobacilles telles Thiobacillus thiooxidans et Thiobacillus acidophilus. Il est également possible de retrouver Leptospirilum ferrooxidans. En raison de cette contamination, le terme plus général de thiobacilles, sera employé pour désigner la souche bactérienne.

2.3.2 Boues utilisées

Les boues utilisées proviennent de Ville de Deux Montagnes, municipalité de 10 600 personnes, sans grande industrie au nord-ouest de Montréal. Le prélèvement s'est effectué dans les boues du recyclage du traitement secondaire.

Les tableaux 2.1 et 2.2 illustrent les analyses effectuées sur la boue, au début et à la fin de l'expérience. Il est à remarquer qu'avec 1 022 mg Cu Kg^{-1} boue sèche, après la digestion, la norme obligatoire du Québec de 1 000 mg Cu kg^{-1} boue sèche est dépassée ainsi que la norme recommandée de 600 mg Cu Kg^{-1} boue sèche.

Afin d'obtenir un pourcentage de solides totaux plus représentatifs, les boues ont été épaissies par décantation jusqu'à une valeur moyenne de 1,75% de solides totaux.

2.3.3 Substrat utilisé

Le substrat utilisé, le $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ provient de Sidbec Dosco à Montréal. Le tableau 2.3 illustre différents paramètres du $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.

2.4 Échantillonnage

Pour tous les béchers, des mesures de pH, de POR, de température, d'aération et de concentration d'oxygène dissous sont prises quotidiennement. De même 10 mL dans chacun des béchers sont prélevés pour l'analyse des métaux.

Ceuxi-ci sont immédiatement centrifugés à 12 000 rpm à la température de la pièce, pendant 10 minutes sur une centrifugeuse SORVAL SUPER SPEED RC 2-B. Les surnageants de la centrifugation sont transférés dans de petits contenants en plastique de 26 mL, où ils sont acidifiés avec 0,2 mL de HNO_3 concentré (réactif analytique spécifications ACS). Et les échantillons sont alors entreposés à 4°C, jusqu'à l'analyse des métaux.

Dans chaque bécher, 30 mL de boue sont prélevés en moyenne trois fois par semaine, pour déterminer la teneur en solides totaux (% ST), les solides volatils (% SV), et les solides inertes (% SI). À partir de ces valeurs, il est possible de déterminer la diminution de la matière organique, i.e. celle des solides volatils, tout au long de l'expérience.

Tableau 2.1: Analyses d'échantillons des boues homogènes pour les métaux totaux.

Paramètre	Précision (mg/L)	Concentration dans les boues (mg/L)	Concentration dans les solides	
			Avant digestion i.e. 1,75 ± 0,06% ST (mg/kg boue sèche)	Après digestion i.e. 1,24 ± 0,13% ST (mg/kg boue sèche)
Cu	0,25	12,68	724 ± 14	1 022 ± 20
Zn	0,23	11,03	630 ± 13	894 ± 18
Mn	0,11	5,44*	310,8 ± 6,3	438,7 ± 8,8
Pb	0,03	1,42	80,0 ± 1,6	112,9 ± 2,3
Ni	0,01	0,53	30,22 ± 0,57	42,74 ± 0,81
Cr	0,01	0,54	30,74 ± 0,63	43,39 ± 0,89
Cd	0,005	Non détecté	< 0,5	< 0,5

* Ici 0,98 mg/L Mn proviennent de la boue et 4,46 mg/L du substrat, le $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

Tableau 2.2: Analyses d'échantillon de boues homogènes effectuées par le ministère de l'Environnement

Paramètre	mg/kg boue sèche
Alcalinité	760*
Al	15 700
Ba	83
B	37
Hg	3,2
Mo	6,0
K	4 500
Na	3 000
Ca	24 600
Fe	12 700
Mg	8 200
NTK	57 100
$N\text{-}NH_4$	11 400
$N\text{-}NO_3^- + NO_2^-$	17
P_{total}	14 800
$P_{hydrolysable}$	10 300

* en mg/L

Tableau 2.3: Analyse d'un échantillon de substrat $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ provenant de Sidbec Dosco.

Paramètre	Résultat (mg/kg $FeSO_4 \cdot 7H_2O$)
Hg	0,03
As	< 0,3
Se	< 0,3
Mn	1 488
Pb	8,8
Zn	282,4
Cd	0
Ni	29,2
Cr	3,8
Cu	2,7

Également, avec une fréquence de trois fois par semaine, la DCO de chaque bécher est déterminée.

Le coefficient volumétrique de transfert d'oxygène (K_La) est déterminé à plusieurs reprises pour chaque bécher au cours des trente jours d'expérimentation.

Il en va de même pour le compte de la population bactérienne. Enfin, des mélanges de boues homogènes sont prélevés pour l'analyse des métaux totaux, c'est-à-dire le Pb, Cd, Cr, Zn, Cu, Ni, Mn.

2.5 Techniques d'analyse

2.5.1 pH et POR

Ces deux paramètres sont déterminés à l'aide d'un pH mètre FISHER ACUMET modèle 805MP. Le POR est déterminé avec une électrode de référence au calomel et une électrode de platine de la compagnie FISHER. La lecture de l'électrode est régulièrement corrigée à l'aide de l'étallonnage à la quinhydrone Ektachrome Kodak 217 à pH 4 et 7. Quant au pH, il est déterminé d'après une électrode combinée de la compagnie METROHM. Le pH mètre est également étalonné quotidiennement à pH 2 et 4 ou 4 et 7 selon les besoins. Les mesures de pH sont précises à ± 0,02 unités de pH.

2.5.2 Aération et concentration d'oxygène

L'aération est ajustée à l'aide d'un débitmètre à air. La concentration en oxygène dissous est mesurée à l'aide d'un oxymètre de Yellow Springs Instrument (YSI) modèle 54. Celui-ci est étalonné dans l'eau saturée en oxygène, et ce, selon les valeurs de la table YSI (YSI, 1970).

2.5.3 Métaux

Les absorbances des métaux lourds, trouvés dans le surnageant des échantillons centrifugés, sont lues sur un spectrophotomètre d'absorption atomique à la flamme modèle AA-575 de la compagnie VARIAN. Les analyses sont faites pour le

Cu, Zn, Mn, Cr, Ni, Cd, Pb. Les métaux totaux dans les boues sont analysés après avoir digérés 10 mL de boue avec 10 mL d'HNO_3, 5 mL d'HF et 5 mL d'H_2O_2 30% (Benlakhdim, 1987). Des dilutions de 1/5 ont été faites pour le Cu, le Zn et le Mn pour respecter la courbe d'étalonnage. Les solutions standards pour les métaux sont préparées avec des étalons de la compagnie BDH et l'agent diluant utilisé est le HNO_3 0,5% v/v. Enfin les courbes de régression établies à partir des étalons de concentration connus et leur absorbance respective, sont déterminées avec le programme calcul du logiciel Lotus 1-2-3. Les concentrations des échantillons sont lues sur ces courbes.

2.5.4 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 209F. Les solides totaux sont le résidu sec qui résulte du séchage à 103°C dans une étuve. Les solides volatils sont la fraction volatilisée après une heure à 550°C alors que les solides inertes sont la fraction restante. Et pour la réduction des solides volatils, la valeur initiale est celle du jour 0.

2.5.5 Demande chimique en O_2 (DCO)

La DCO en mgO_2/L, est déterminée à partir de deux mL d'échantillon préalablement dilués vingt fois avec de l'eau déionisée, et ajoutés dans des éprouvettes préparées de la compagnie HACH. Celles-ci contiennent une solution de dichromate de potassium. La digestion de l'échantillon est faite à 150°C pendant deux heures puis on détermine l'absorbance par spectrophotométrie à 600 nm. La DCO est proportionnelle à l'absorbance et est déterminée à partir d'étalon de DCO préparé avec du potassium d'hydrogène phtalate, dont la DCO théorique est de 1,176 g O_2/g (APHA, 1985).

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

Le coefficient volumétrique du transfert d'oxygène (K_La) et le taux de consommation d'oxygène (TCO) par les bactéries sont déterminés selon la

méthode où l'aération de la boue activée est non uniforme (Ramalho, 1983; Degrémont, 1978). Selon cette méthode, l'aération est arrêtée, ce qui diminue la concentration d'oxygène dissous dans le réacteur. Puis l'aération est redémarrée et la concentration d'oxygène (C) qui augmente avec le temps, est mesurée. À partir du graphique de C versus le temps, dc/dt est estimé. Et le graphique dc/dt en fonction de C donne une droite de pente $-K_L a$ et d'ordonnée à l'origine égale à $[K_L a\ C_{SW} - TCO]$ et où C_{SW} est la concentration d'oxygène à saturation.

2.5.7 Population bactérienne

Le compte bactérien est fait au microscope optique Wild Heerbrugg, à un grossissement de 100X, sur une cellule de Petroff-Hausser qui a 20 µm de profondeur et est divisée en carreaux de 1/400 mm^2. Un échantillon est dilué 20 fois avec de l'eau déionisée et un mL de H_2SO_4 5% v/v. Le dénombrement des bactéries est effectué à partir d'une goutte de cette dilution transférée sur une cellule de Petroff-Hausser. Pour chaque échantillon, la moyenne du dénombrement de ving carreaux de la cellule de Petroff-Hausser est faite. La population en individu par mL, est considérée comme celle des bactéries acidophiles pour un pH inférieur à 4 et des non acidophiles pour un pH supérieur à 4.

Dans les bactéries acidophiles, sont incluses Thiobacillus ferrooxidans, Thiobacillus thiooxidans et Leptospirillum ferrooxidans qui oxydent les sulfures de métaux. Mais ils ne dégradent pas la matière organique. Le groupe de bactéries acidophiles comprend également Thiobacillus acidophilus qui elles, peuvent dégrader la matière organique.

Les bactéries non acidophiles comprennent les hétérotrophes qui peuvent oxyder la matière organique.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS

Résultats

Les résultats peuvent se diviser en deux parties; soit les résultats sur la solubilisation des métaux comme telle, et ceux concernant la digestion.

3.1 La solubilisation des métaux

3.1.1 Solubilisation du Cu, du Zn et du Mn

Les figures 3.1 à 3.12 illustrent dans la partie supérieure du graphique, les pourcentages de solubilisation obtenus chaque jour pour le Cu, le Zn et le Mn dans chaque bécher. Tandis que la partie inférieure du graphique, donne le POR et le pH correspondant. Le tableau 3.1 quant à lui, donne en plus du pourcentage de réduction des solides volatils, les valeurs de taux moyens pour les trois métaux. Ceux-ci sont calculés entre la journée de l'inoculation et la journée où le Cu atteint son maximum de solubilisation. Le Cu sert de base au calcul pour les trois métaux, car c'est l'élément le plus problématique à solubiliser. Les plus hauts pourcentages de solubilisation obtenus dans chaque bécher, sont également indiqués dans ce tableau.

Sur les figures 3.1 à 3.12, il est important de vérifier dans le titre de la figure la journée où est faite l'inoculation. Dans le cas présent, les essais de digestion et de solubilisation (après inoculation) sont faits en mode de fonctionnement discontinu ou cuvée.

Dans les béchers No. 2 et No. 3 (figure 3.3 à 3.6), le plus haut taux de solubilisation est obtenu la journée suivant l'inoculation, c'est-à-dire au 10^{e} jour. Donc dans les boues aérobies, le pic de solubilisation pour le Cu, le Zn, le Mn, se fait à l'intérieur d'une journée. La baisse de pH à une valeur de 3,0 et 3,26 et la montée de POR entre 450 et 550 mV, conséquentes à l'inoculation de thiobacilles, correspondent à ce pic de solubilisation.

Dans le bécher no. 4 (voir les figures 3.7 et 3.8), le pic de solubilisation est également obtenu la journée suivant l'inoculation, sauf, pour le Mn où la solubilisation se fait en deux étapes. Ainsi, 37% du Mn est solubilisé au 8^{e} jour, c'est-à-dire avant l'inoculation, quand le pH descend en bas de 6.

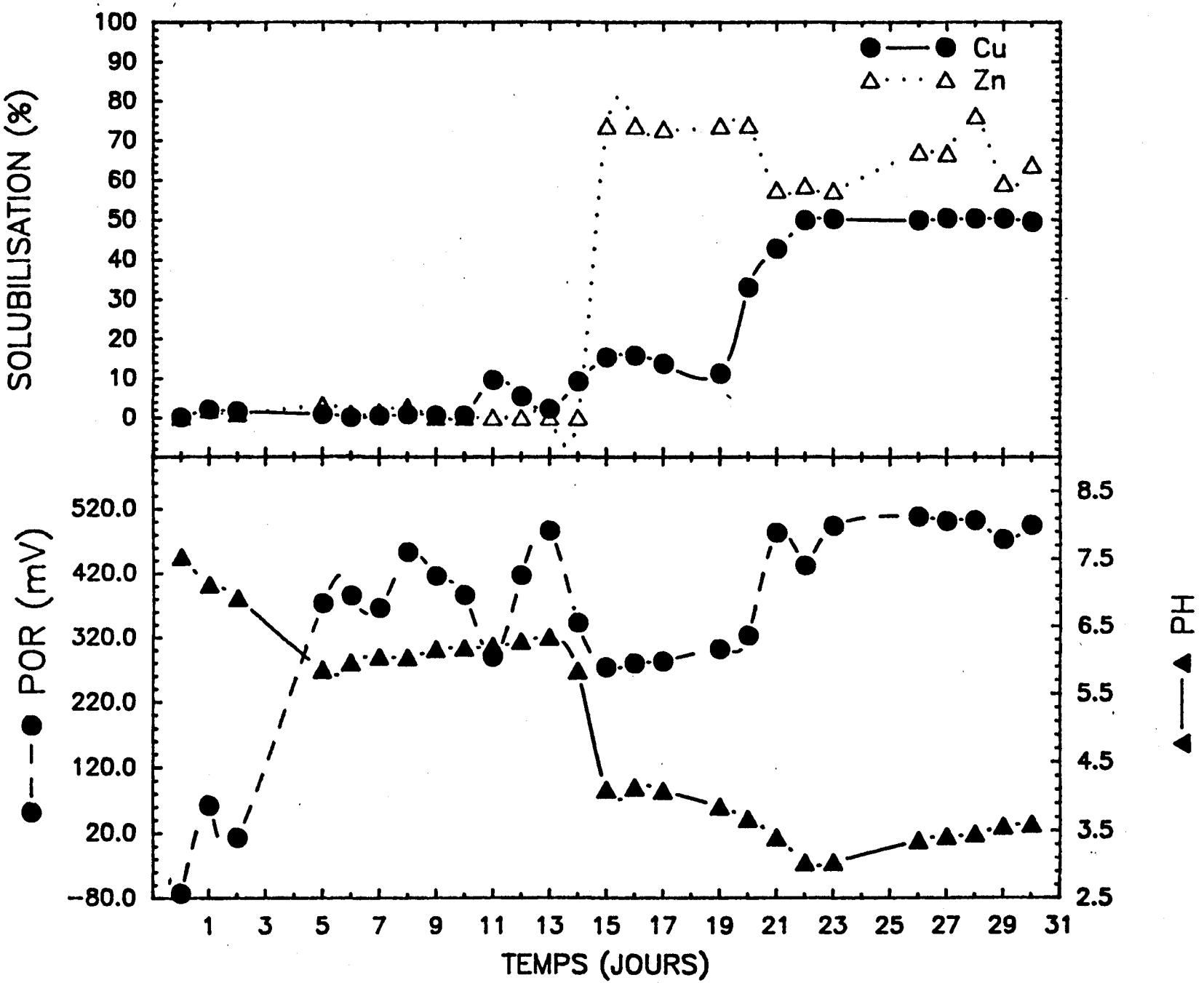


Figure 3.1: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 1, où les deux inoculations ont été faites les 14e et 16e jours (45,5% de réduction des solides volatils).

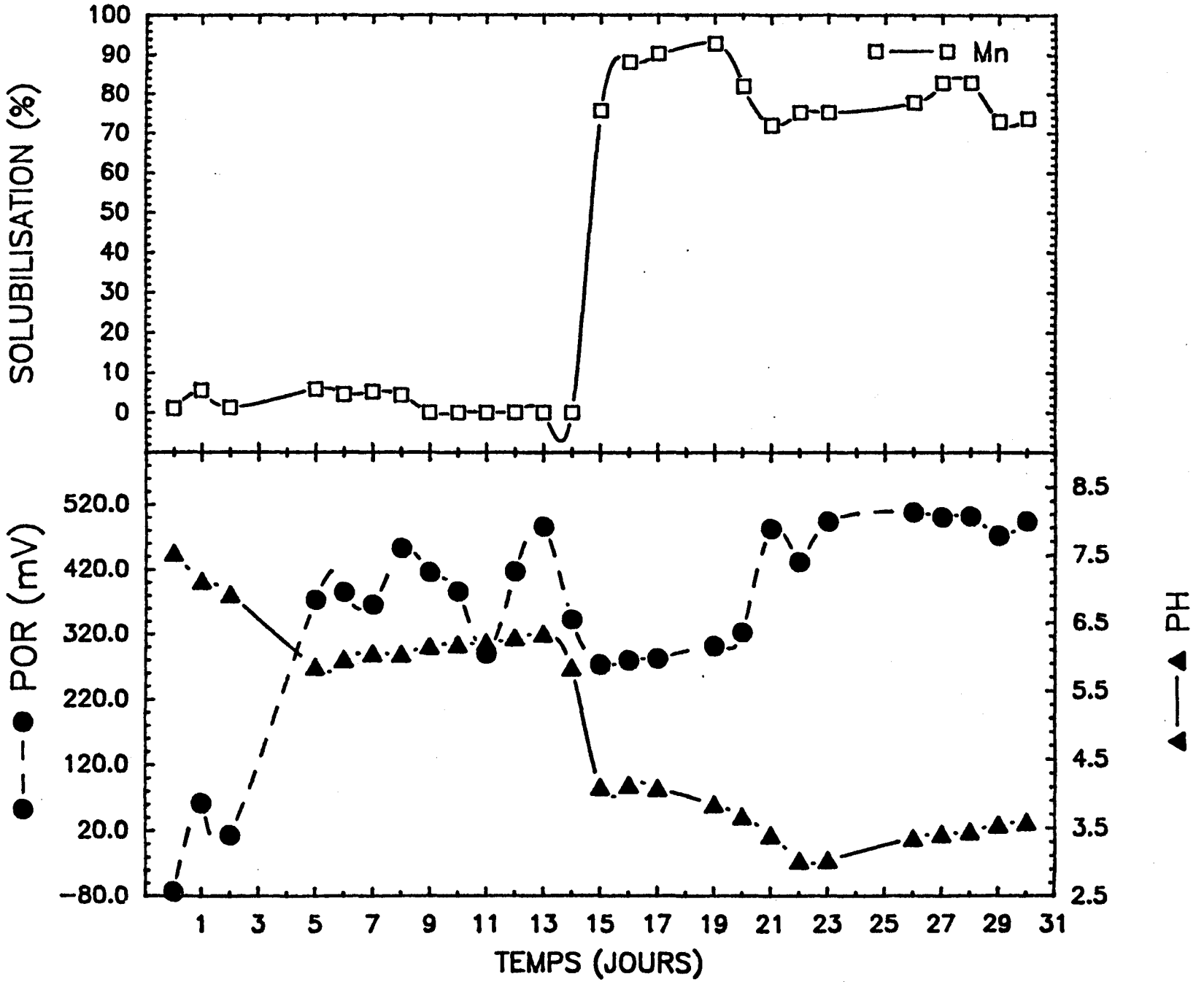


Figure 3.2: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 1, où les deux inoculations ont été faites les 14e et 16e jours (45,5% de réduction des solides volatils).

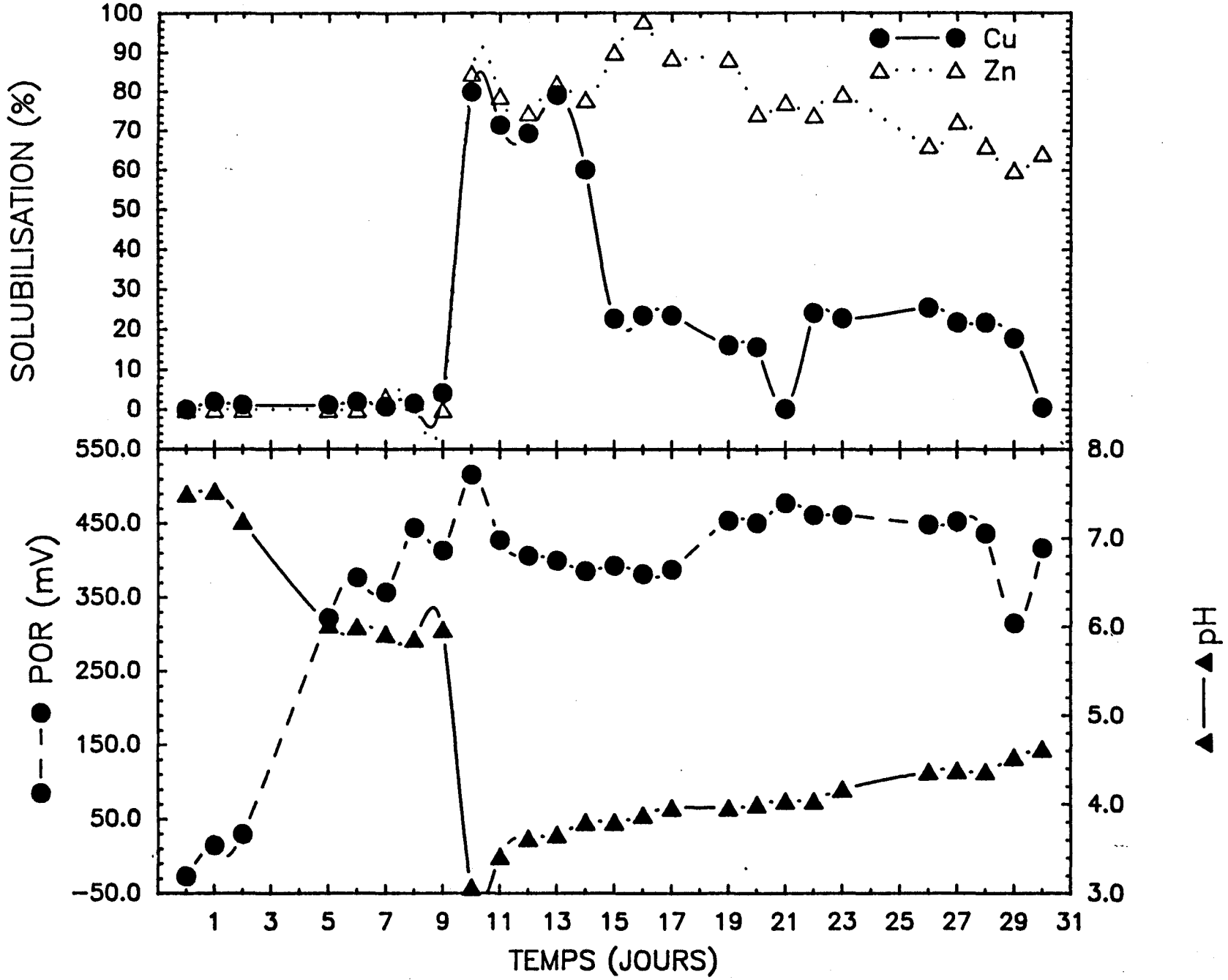


Figure 3.3: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 2, où l'inoculation a été faite le 9e jour (35,2% de réduction des solides volatils).

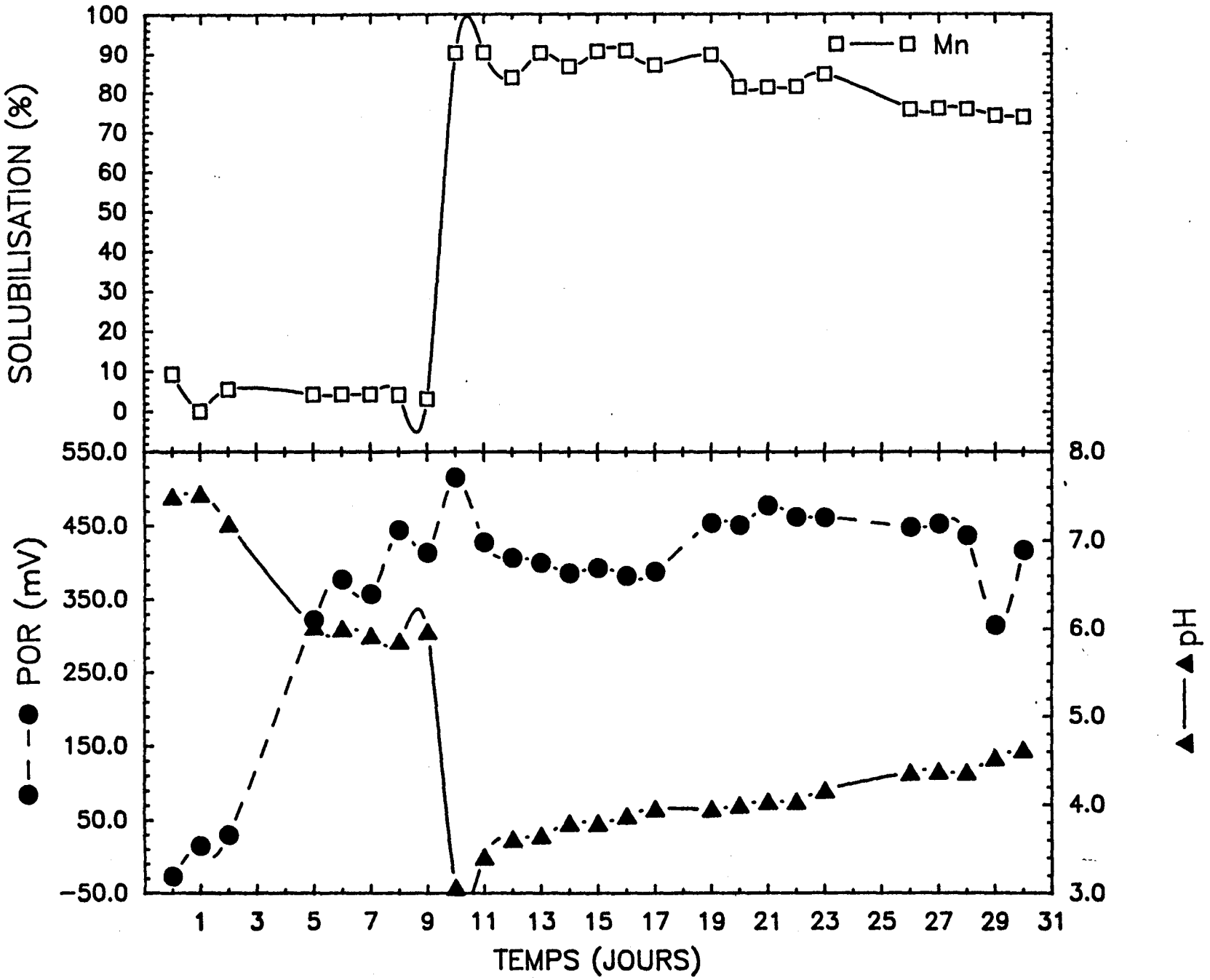


Figure 3.4: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 2, où l'inoculation a été faite le 9e jour (35,2% de réduction des solides volatils).

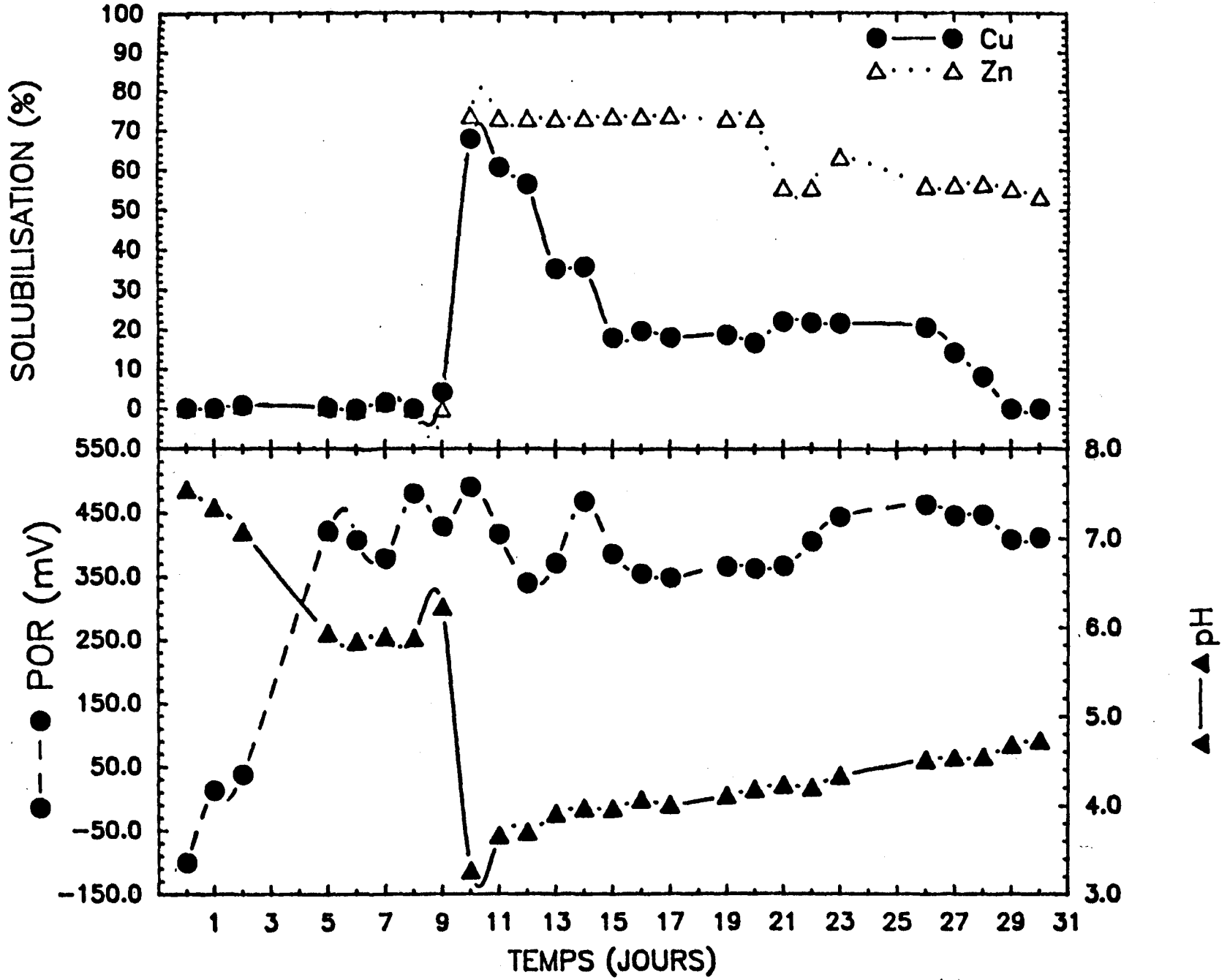


Figure 3.5: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 3, où l'inoculation a été faite le 9e jour (32,3% de réduction des solides volatils).

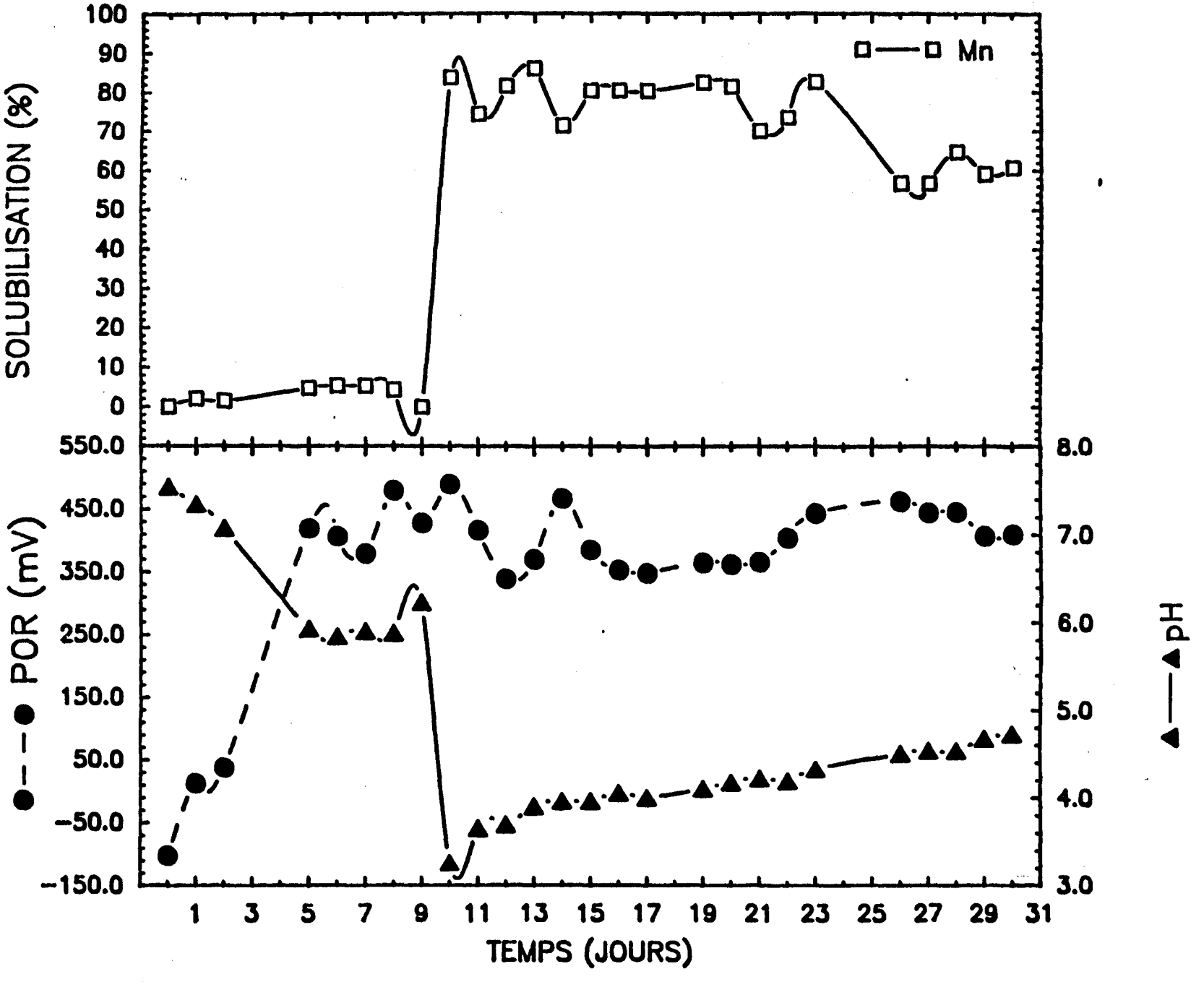


Figure 3.6: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 3, où l'inoculation a été faite le 9e jour (32,3% de réduction des solides volatils).

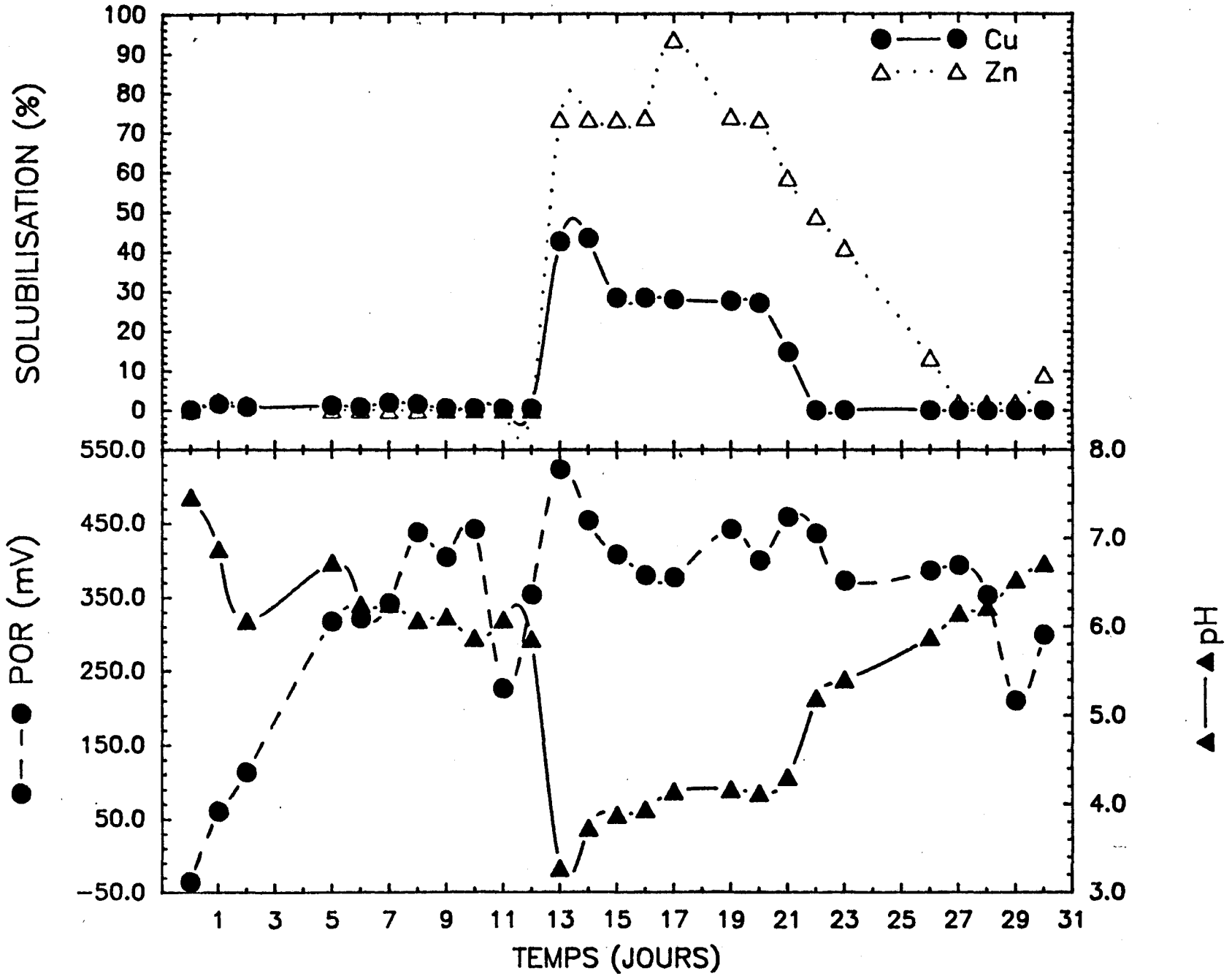


Figure 3.7: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 4, où l'inoculation a été faite le 12e jour (39,3% de réduction des solides volatils).

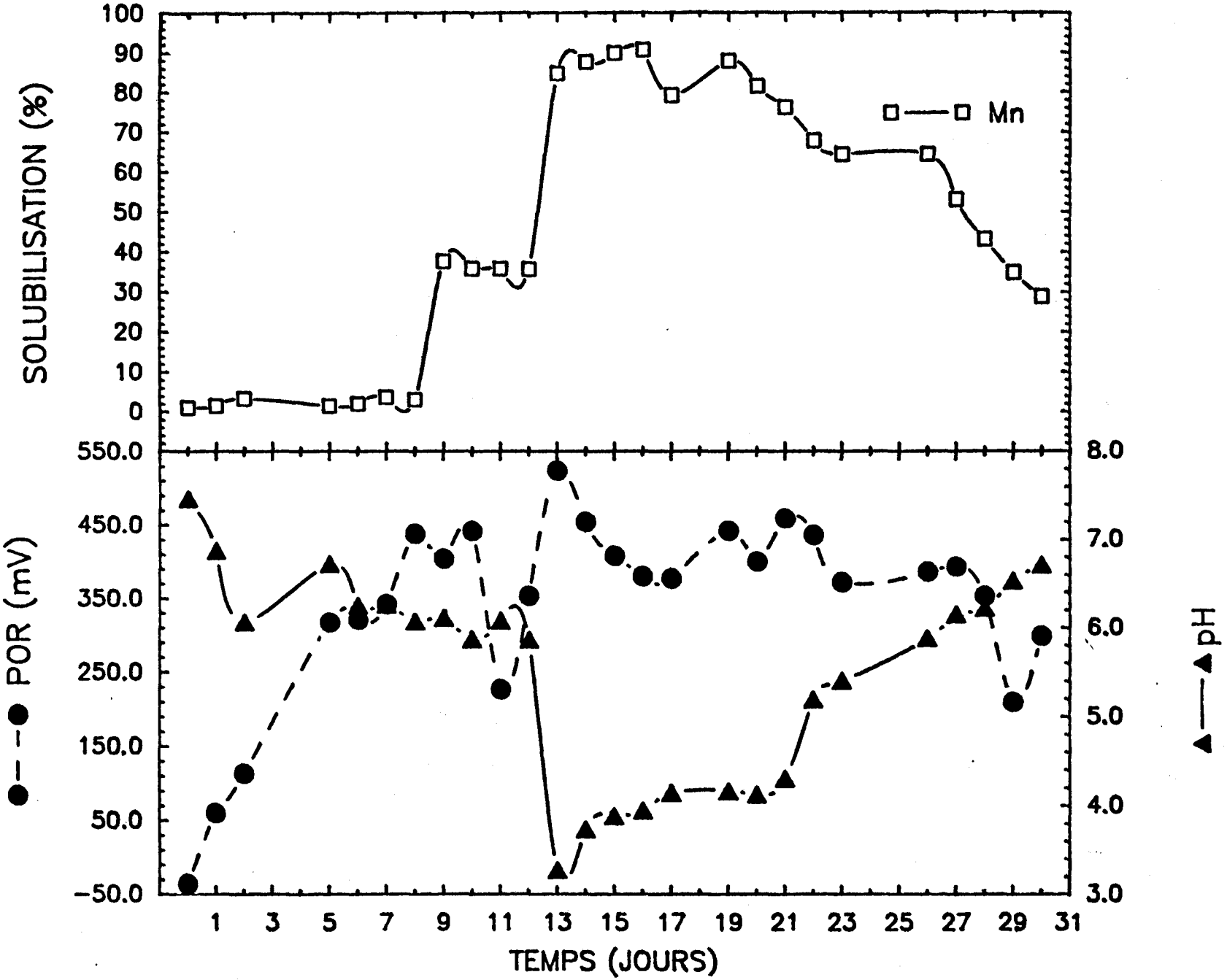


Figure 3.8: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 4, où l'inoculation a été faite le 12e jour (39,3% de réduction des solides volatils).

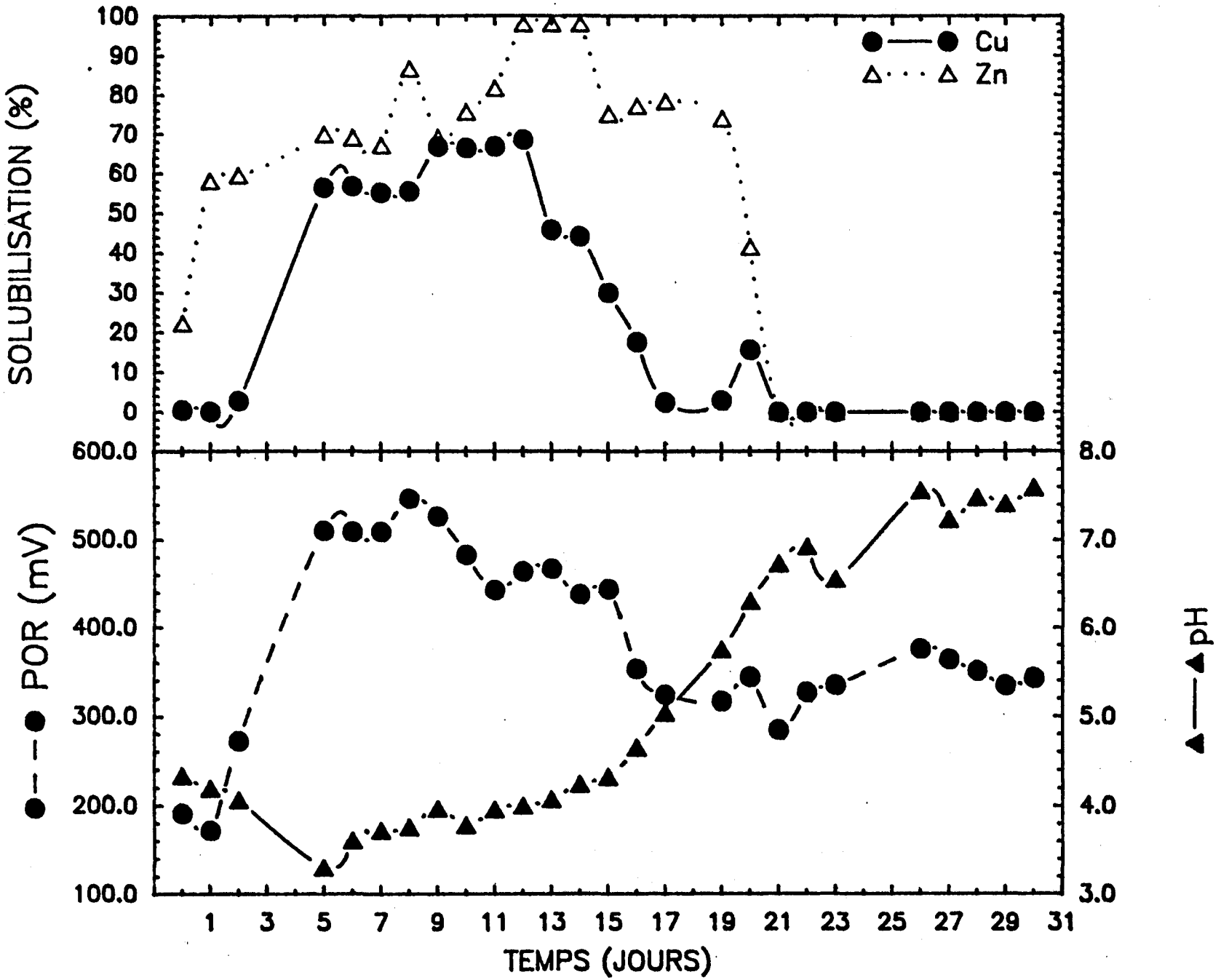


Figure 3.9: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 5, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion.

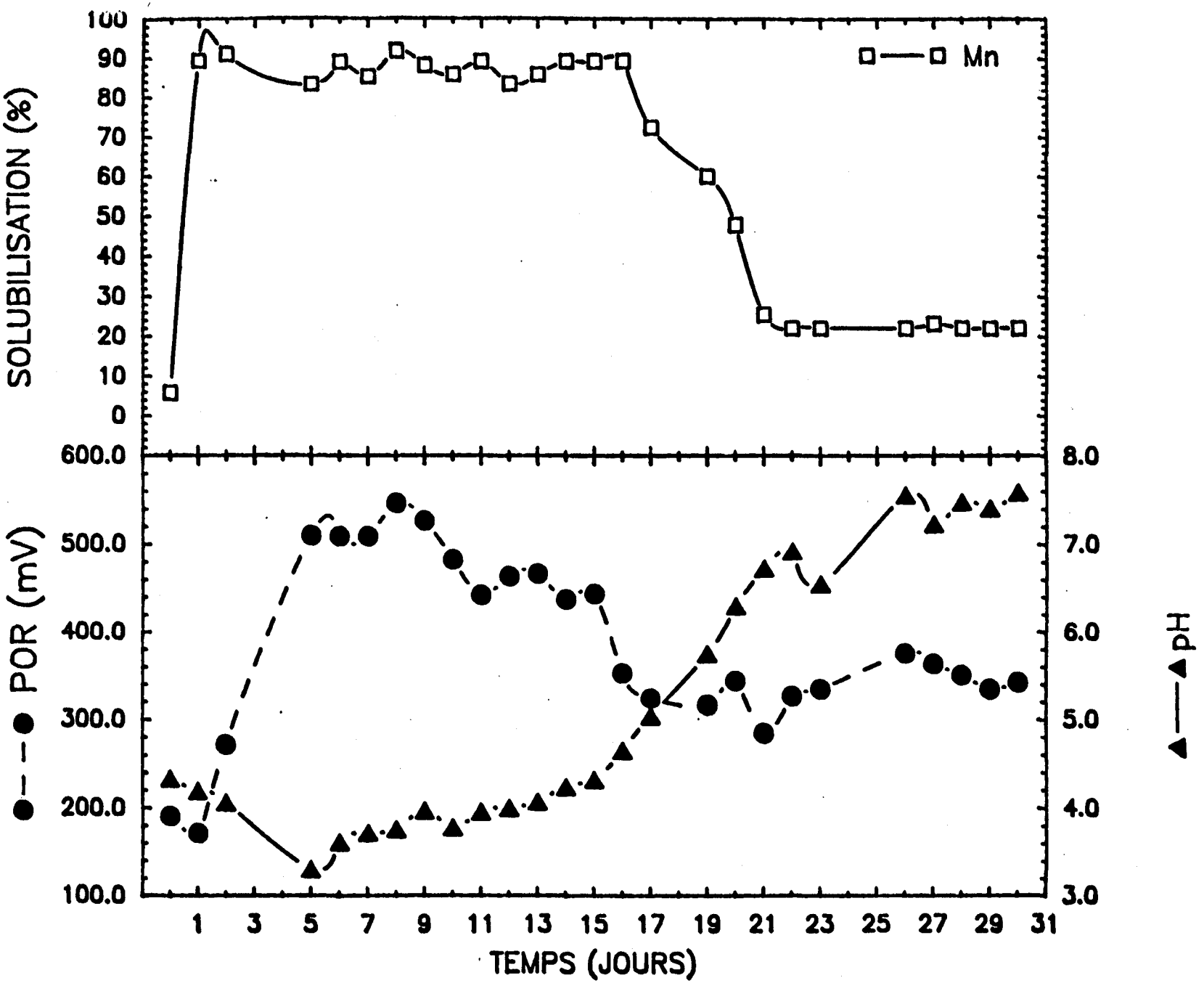


Figure 3.10: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 5, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion.

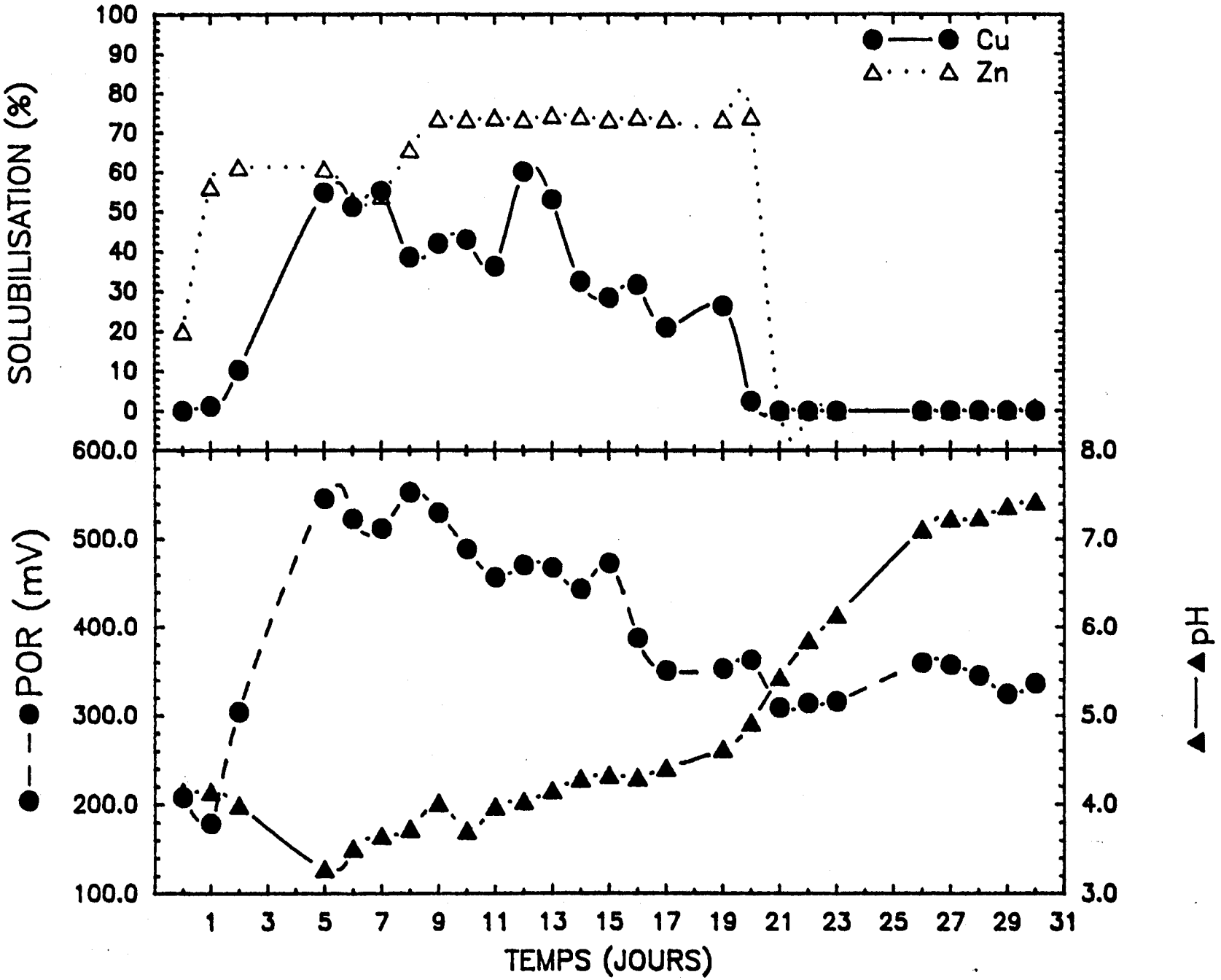


Figure 3.11: Solubilisation du cuivre et du zinc, pH et POR, dans le bécher No. 6, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion.

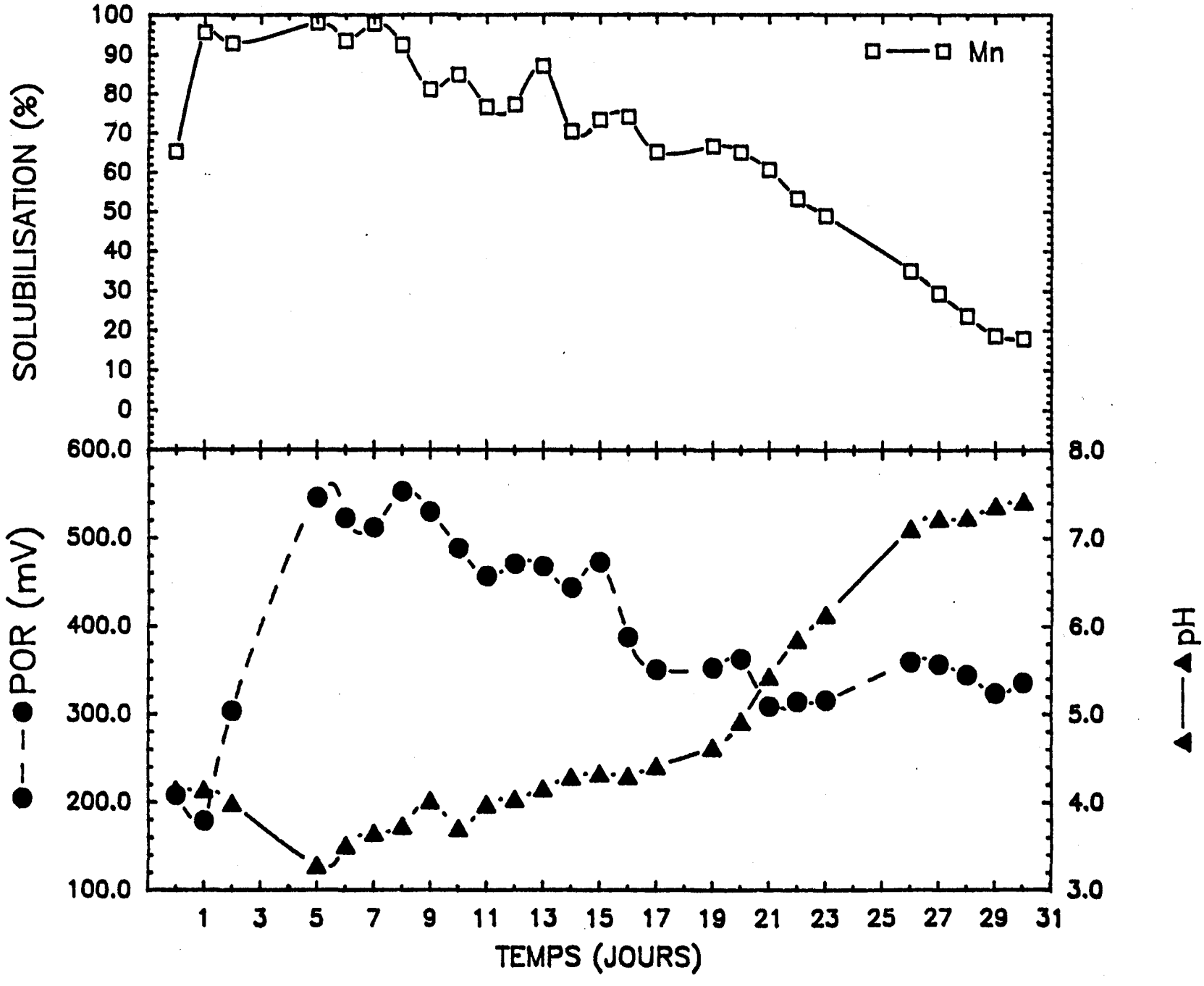


Figure 3.12: Solubilisation du manganèse, pH et POR, dans le bécher No. 6, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion.

Tableau 3.1 Taux moyen de solubilisation pour le Cu, le Zn et le Mn dans les 6 béchers avec le maximum de pourcentage de solubilisation atteint par ces trois métaux.

Bécher	Réduction des SV au moment de l'inoculation (%)	Nombre de jours après l'inoculation, où le % maximum de solubilisation du Cu est atteint (jour)	Taux moyen de solubilisation ($mg \cdot L^{-1} \cdot jours^{-1}$)			maximum de solubilisation (%)		
			Cu	Zn	Mn	Cu	Zn	Mn
1	45,5	8	0,6	0,8	0,7	50,8	73,7	92,8
2	35,2	1	9,6	9,3	4,7	80,0	100,0	90,8
3	32,3	1	8,1	8,1	4,5	68,2	73,9	86,0
4	39,3	1	5,3	8,2	4,4	43,4	93,5	90,6
5	0	5	1,4[a]	1,5	0,9	66,9	100,0	91,9
6	0	5	1,4	1,3	0,9	60,2	74,0	100,0

a: Dans le bécher No 5, les taux moyens de solubilisation ont été calculés entre l'inoculation et le jour 5, soit à 56,4% de Cu solubilisé.

Et le maximum de solubilisation est atteint la journée suivant l'inoculation au 13^{e} jour.

Pour le bécher No. 1, (voir les figures 3.1 et 3.2), la solubilisation du Zn et du Mn se fait à l'intérieur de la journée, suivant la première inoculation. Pour le Cu, le POR de 274 mV et le pH supérieur à 3,84, semblent inadéquats pour solubiliser plus de 20% de celui-ci. Le plus haut taux est obtenu au 22^{e} jour, c'est-à-dire huit jours après la première inoculation. Et la solubilisation atteint son plus haut pourcentage seulement au 23^{e} jour.

Pour les béchers No. 5 et No. 6 (figures 3.9 à 3.12), où l'inoculation de thiobacilles a été faite dès le début, les taux de solubilisation les plus élevés pour le Zn et le Mn sont atteints, la journée suivant l'inoculation. Sauf pour le cas du Mn dans le bécher No. 6, qui a une solubilisation déjà très élevée, la journée même de son inoculation. Il est à remarquer que ces taux élevés sont atteints, même si les POR demeurent à de basses valeurs. Ce qui souligne l'importance prépondérante du pH pour la solubilisation du Zn et Mn. Le Cu par contre, atteint sa valeur maximale de solubilisation, seulement lorsque le POR monte à de plus hautes valeurs (au-dessus de 300 mV).

Les figures 3.13 à 3.18 illustrent la relation qui existe entre le pourcentage de solubilisation du Cu, du Zn et du Mn, et les paramètres pH et POR. Pour les trois métaux, la relation entre le pH et la solubilisation est importante. Dans le cas du Cu (voir la figure 3.13), le facteur de corrélation entre la solubilisation et le pH, qui est légèrement inférieur à ceux du Zn et du Mn, surtout pour les béchers No. 5 et No. 6, peut s'expliquer par l'importance du POR. En effet, pour les trois métaux, c'est seulement chez le Cu que la relation entre la solubilisation et le POR est significative (voir les figures 3.14, 3.16 et 3.18). Et cette relation n'a pu être observée que dans les béchers No. 5 et No. 6, où le pH était à des valeurs assez basses pour permettre la solubilisation avec la montée de POR. Alors que dans les béchers No. 1, No. 2, No. 3, No. 4 et même No. 5 et No. 6, pour le Zn et le Mn, l'importance du POR n'est pas démontrée (voir figures 3.16 et 3.18).

3.1.2 Solubilisation du Cr, Ni, Cd, Pb

Étant donné les faibles quantités de Cr, Ni, Cd et Pb, retrouvées dans les boues de Ville de Deux-Montagnes, leur solubilisation n'a pas été suivi ici.

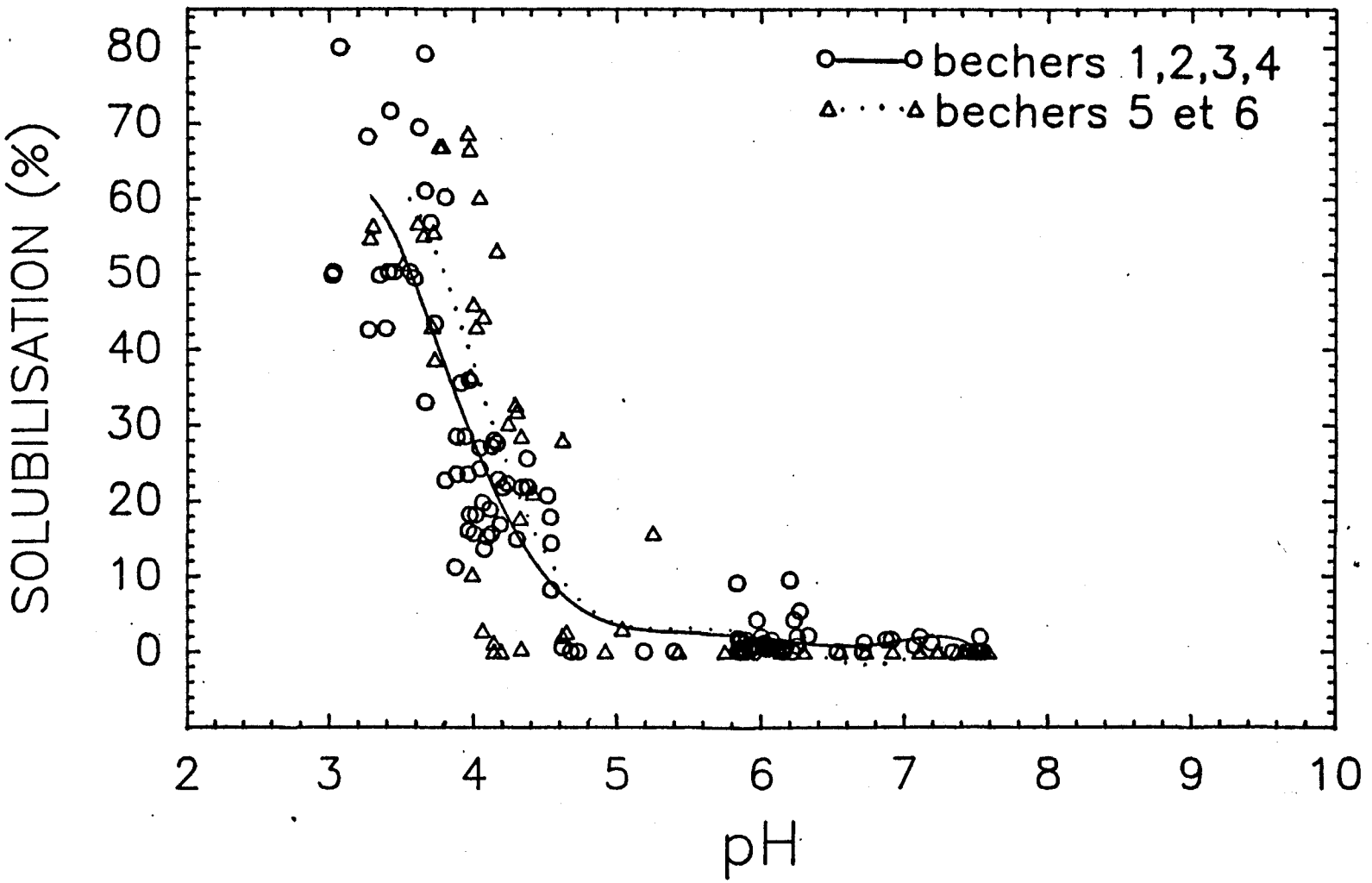


Figure 3.13: Régression entre la solubilisation du cuivre et le pH avec R = 0,92 comme facteur de correlation pour les béchers 1 à 4 et R = 0,84 pour les béchers 5 et 6.

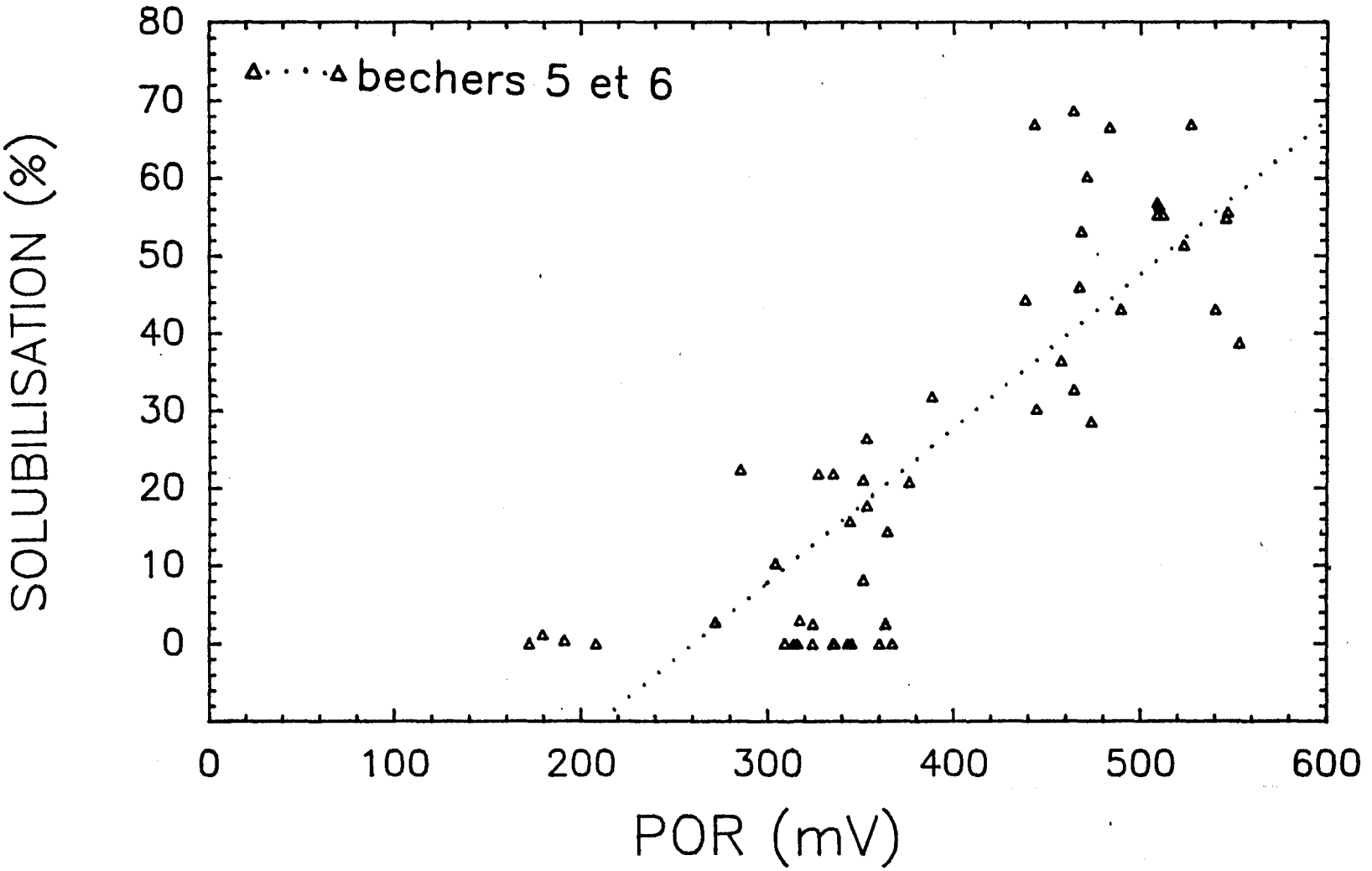


Figure 3.14: Régression entre la solubilisation du cuivre et le POR avec R = 0,84 comme facteur de correlation pour les béchers 5 et 6.

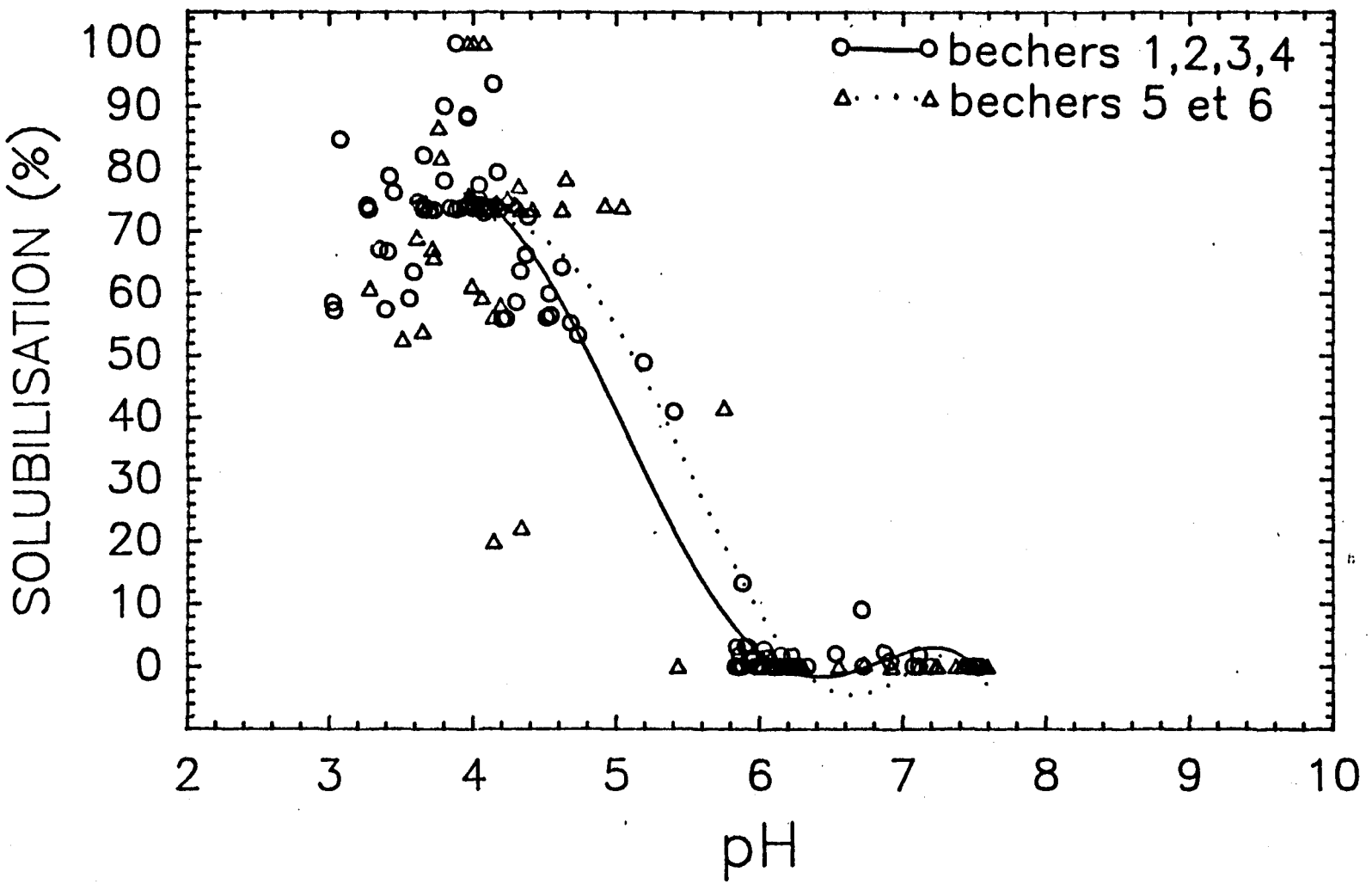


Figure 3.15: Régression entre la solubilisation du zinc et le pH avec comme facteur de correlation R = 0,98 pour les béchers 1 à 4 et R = 0,90 pour les béchers 5 et 6.

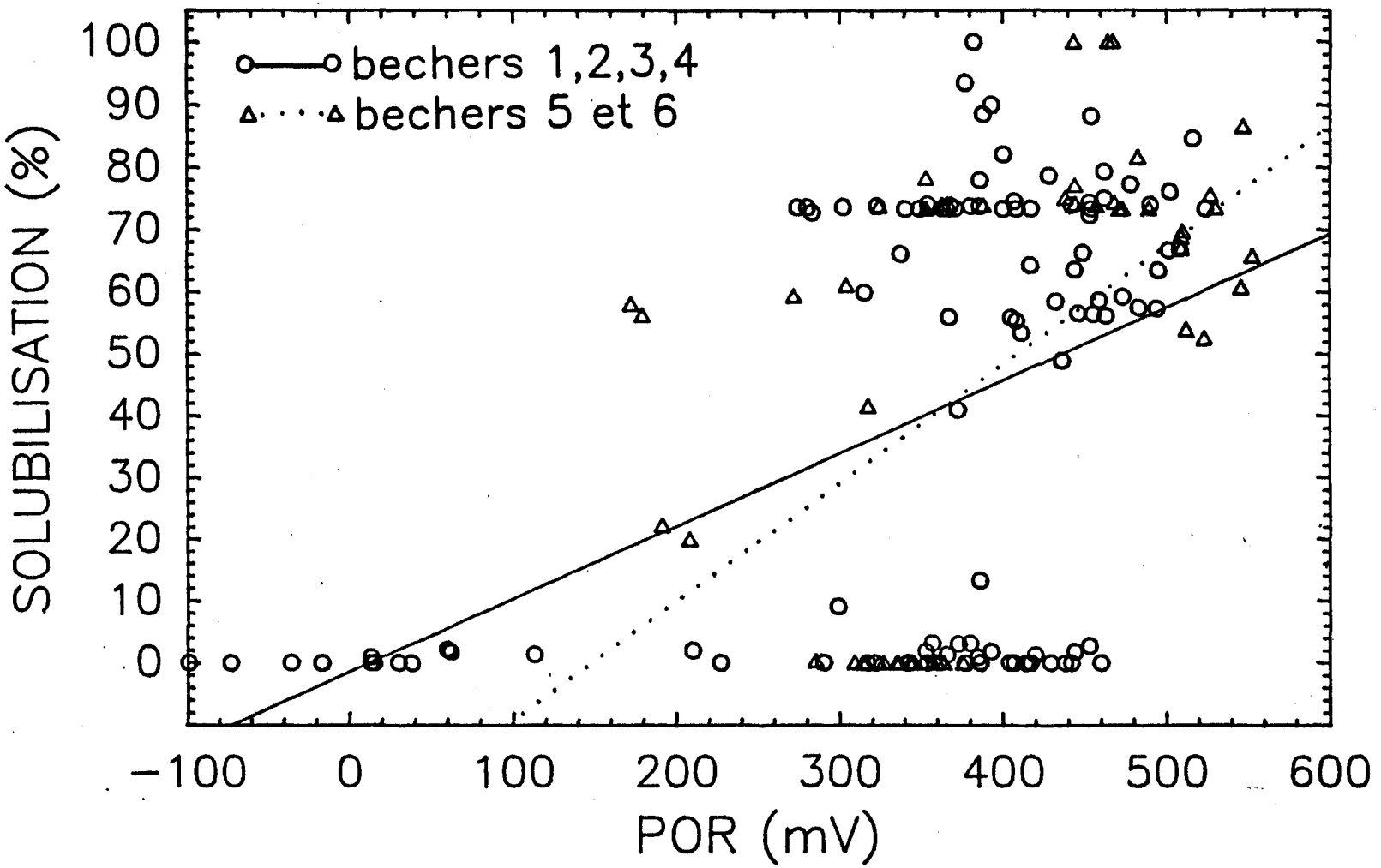


Figure 3.16: Régression entre la solubilisation du zinc et le POR avec R = 0,46 comme facteur de correlation pour les béchers 1 à 4 et R = 0,54 pour les béchers 5 et 6.

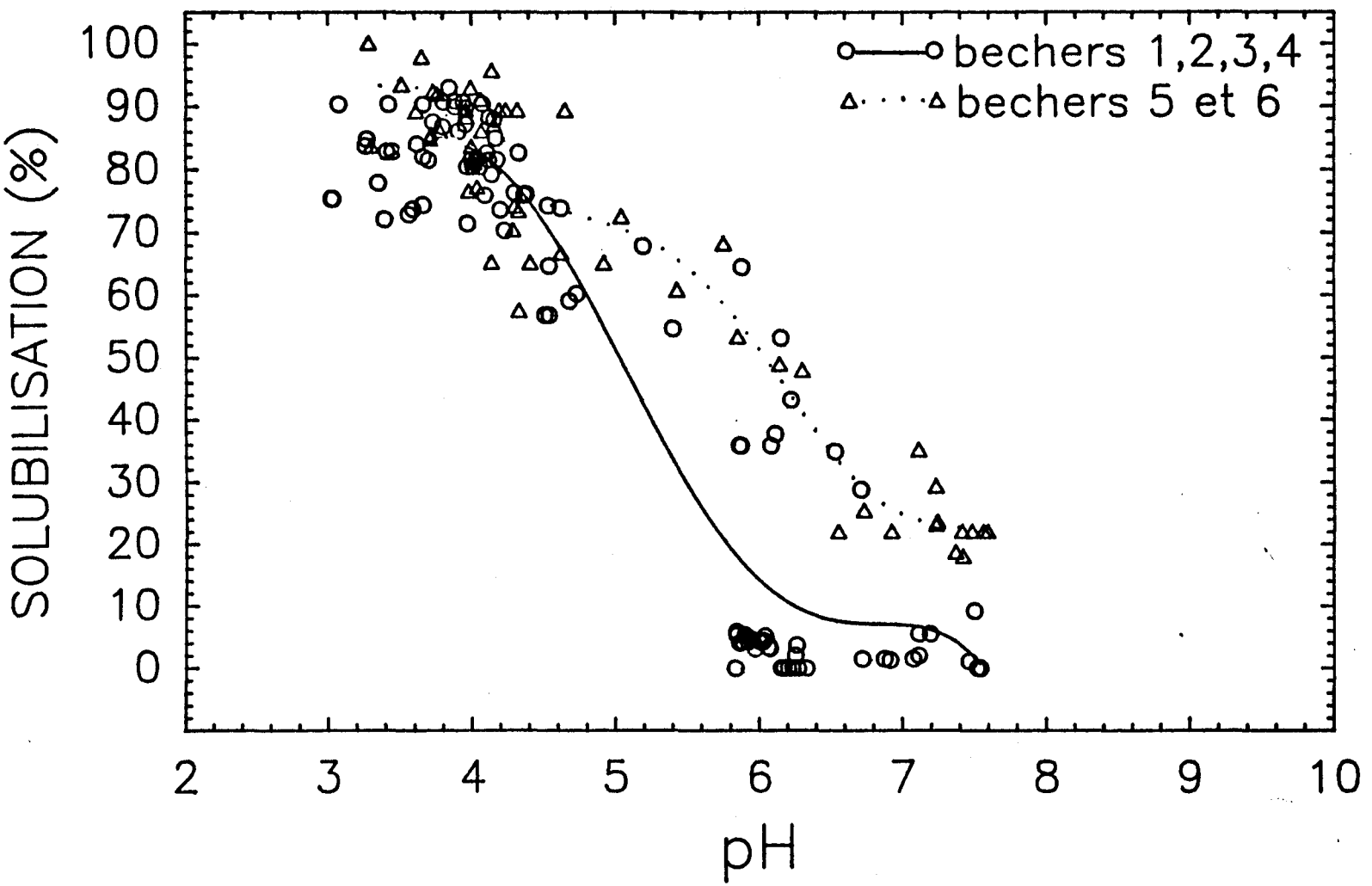


Figure 3.17: Régression entre la solubilisation du manganèse et le pH avec comme facteur de correlation R = 0,95 pour les béchers 1 à 4 et R = 0,96 pour les béchers 5 et 6.

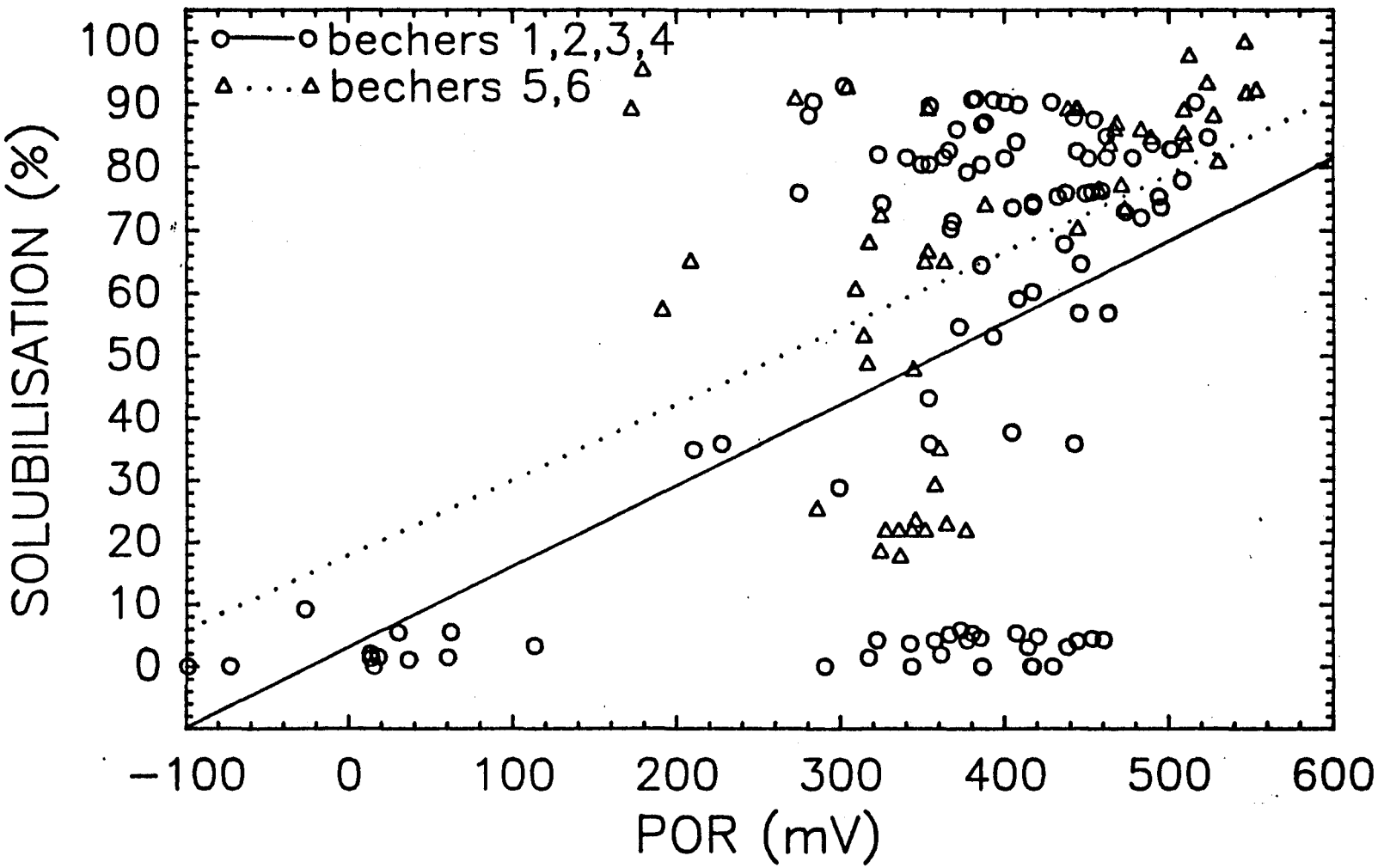


Figure 3.18: Régression entre la solubilisation du manganèse et le POR avec R = 0,49 comme facteur de correlation pour les béchers 1 à 4 et R = 0,44 pour les béchers 5 et 6.

3.2 La digestion des boues

Les figures 3.19 à 3.24, illustrent dans le bas du graphique, la réduction des solides volatils et la DCO, dans chacun des béchers. Alors que dans le haut du graphique, ce sont les populations de bactéries, et leur taux de consommation d'oxygène, qui sont illustrés.

3.2.1 Réduction des solides volatils

Au tableau 3.2, pour chaque bécher, le pourcentage de réduction des solides volatils par jour, ainsi que le taux K_d est donné.

Dans les béchers No. 1, No. 2, No. 3 et No. 4, la digestion ou réduction des solides volatils semble se faire de façon régulière jusqu'à l'inoculation des thiobacilles (figures 3.19 à 3.22). Pour les béchers No. 2, No.3 et No.4, cela correspond au 9^e jour, 9^e jour et 12^e jour respectivement. Après il y a une légère augmentation des solides volatils puis le retour à des valeurs de solides volatils plus ou moins constantes.

Dans le bécher No. 1, l'inhibition de la digestion semble débuter à partir du 19^e jour, soit 3 jours après la seconde inoculation. L'inhibition de la digestion plus tardive de ce bécher, comparativement aux autres, correspond également à une solubilisation tardive du Cu, qui ne s'est pas faite la journée suivant l'innoculation.

Tandis que dans les béchers No. 5 et No. 6 (figure 3.23 et 3.24), où il y a eu inoculation dès le début, la digestion progresse de façon irrégulière et beaucoup plus lentement. Alors que dans tous les autres béchers, la réduction des solides volatils atteint en moyenne un taux de 3,4% par jour, dans les béchers No. 5 et No. 6, le taux est de 1,5% par jour.

Tableau 3.2 Taux de réduction des solides volatils.

Bécher	Taux K_d (jour $^{-1}$)	Taux (%·jour^{-1})
1	0,060	3,2
2	0,060	3,9
3	0,053	3,6
4	0,050	3,3
5	0,019	1,2
6	0,034	1,7

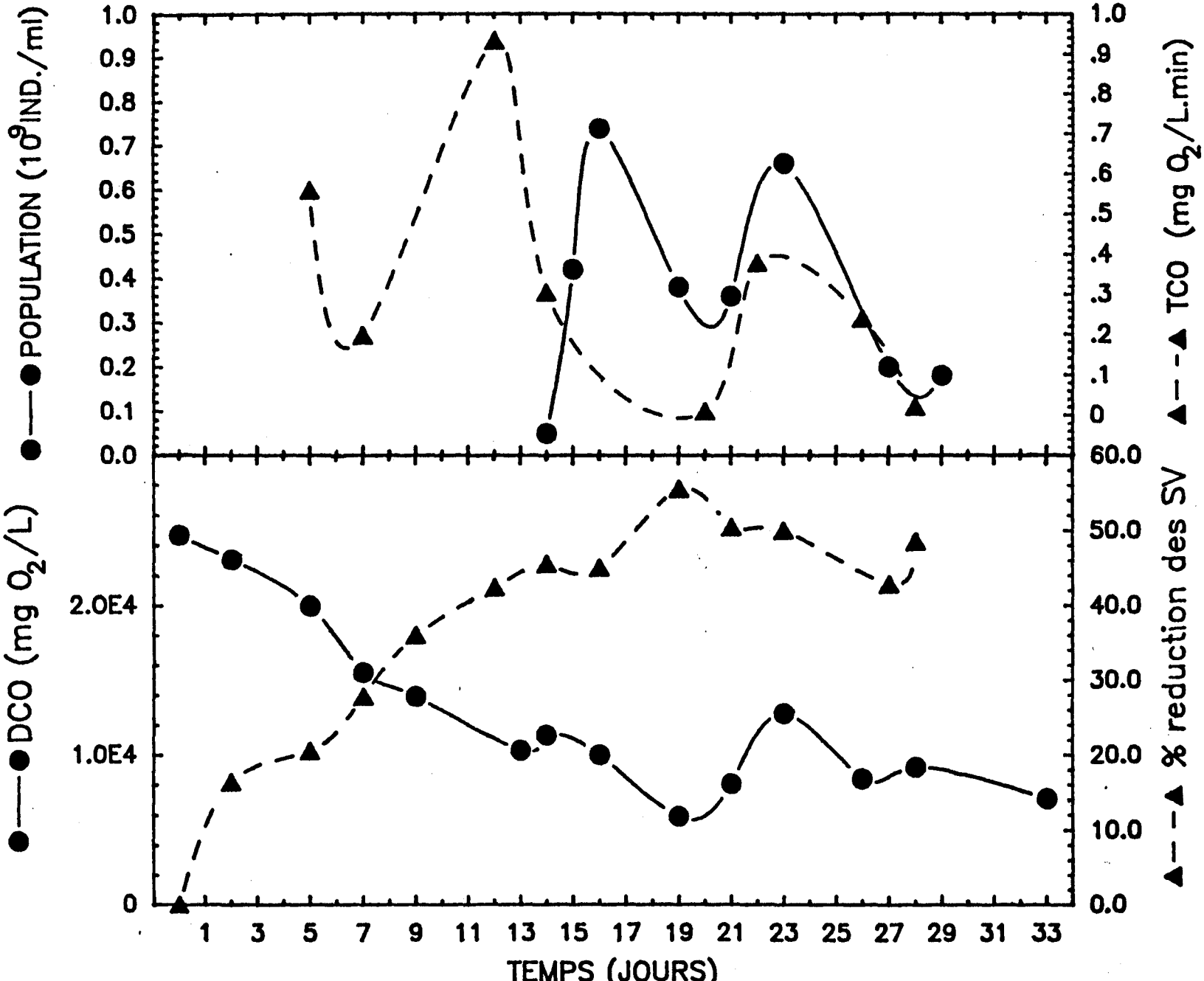


Figure 3.19: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 1, où les deux inoculations ont été faites les 14e et 16e jour (45.5% de réduction des solides volatils).

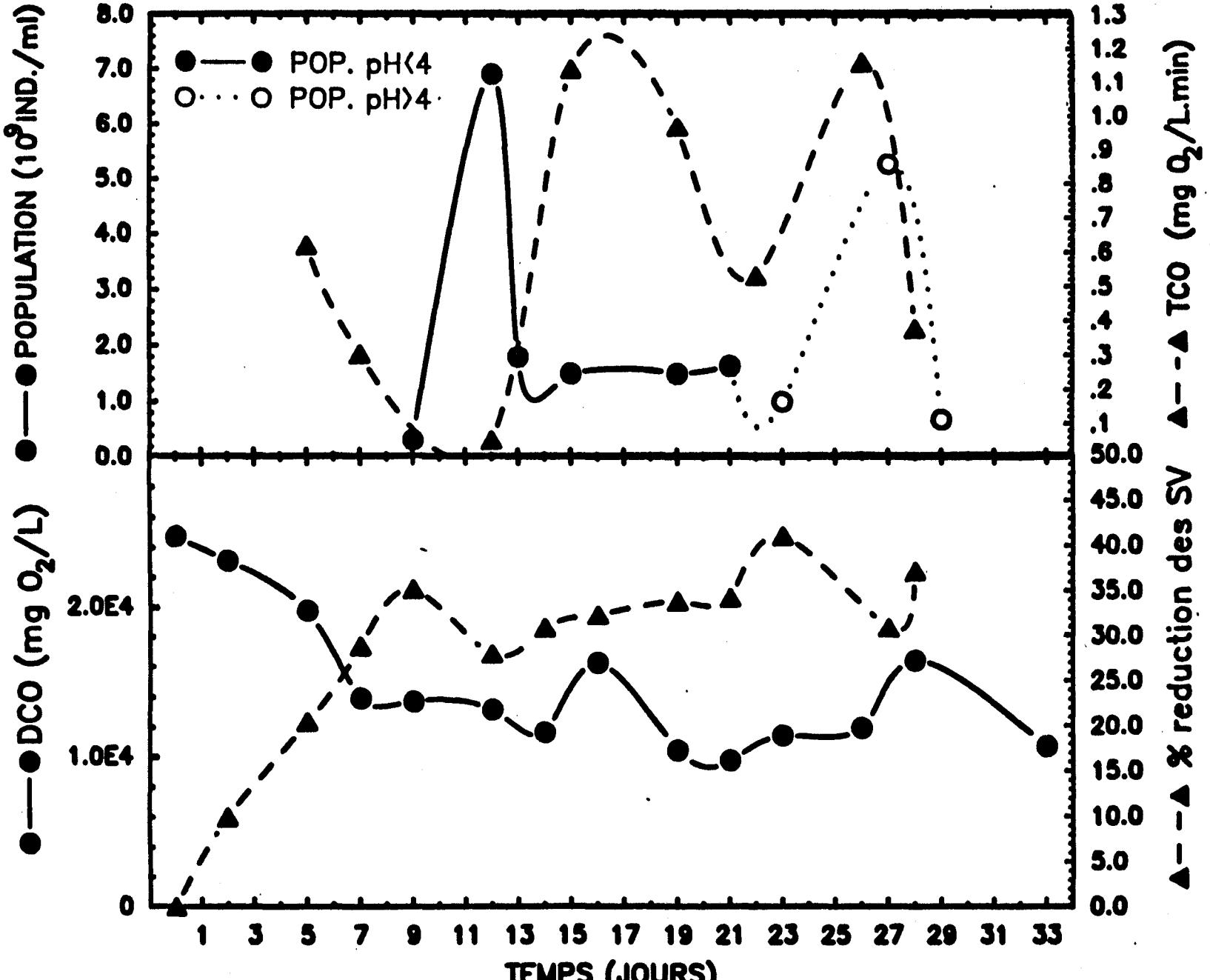


Figure 3.20: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 2, où l'inoculation a été faite le 9e jour (35,2% de réduction des solides volatils).

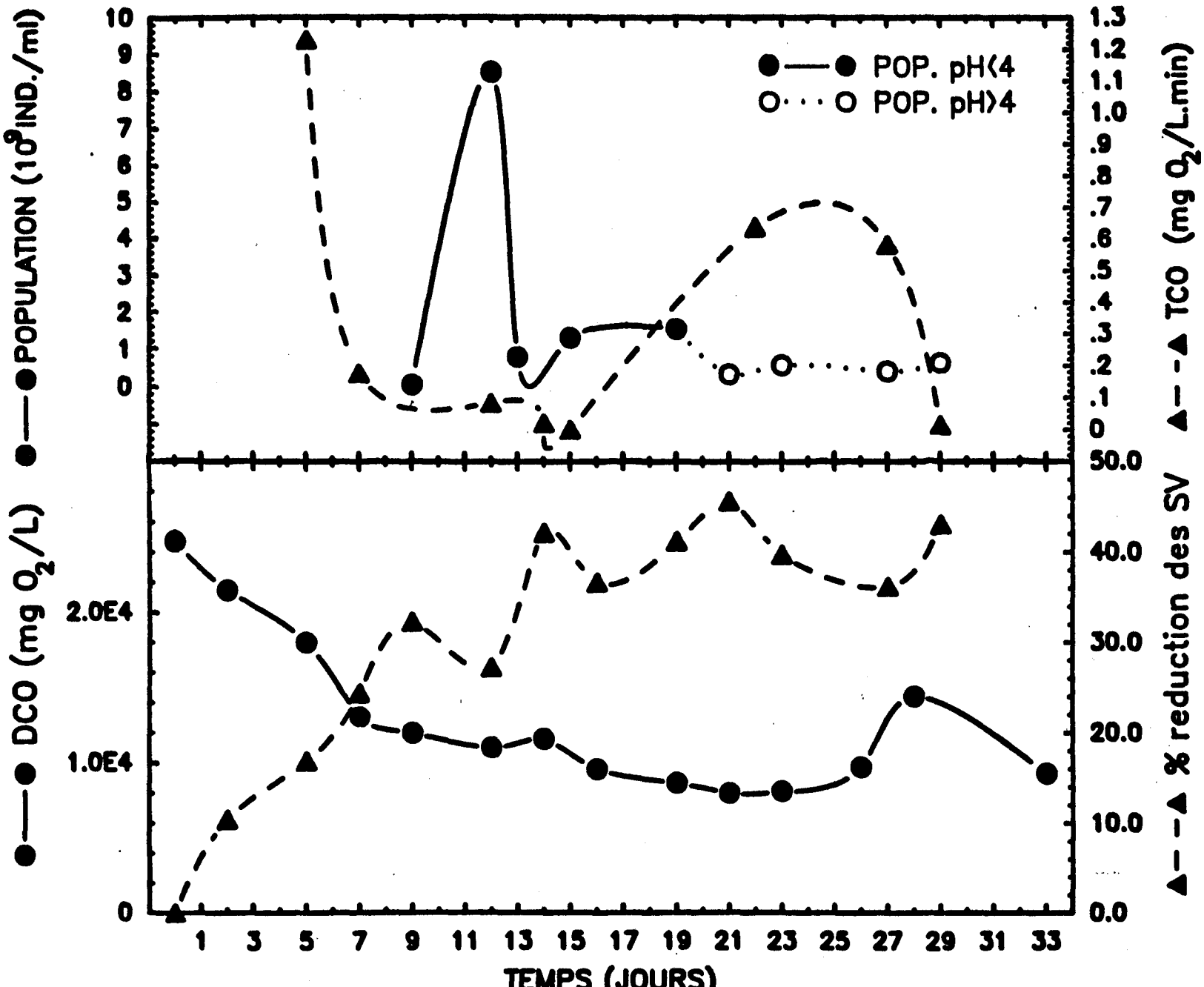


Figure 3.21: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 3, où l'inoculation a été faite le 9e jour (32,3% de réduction des solides volatils).

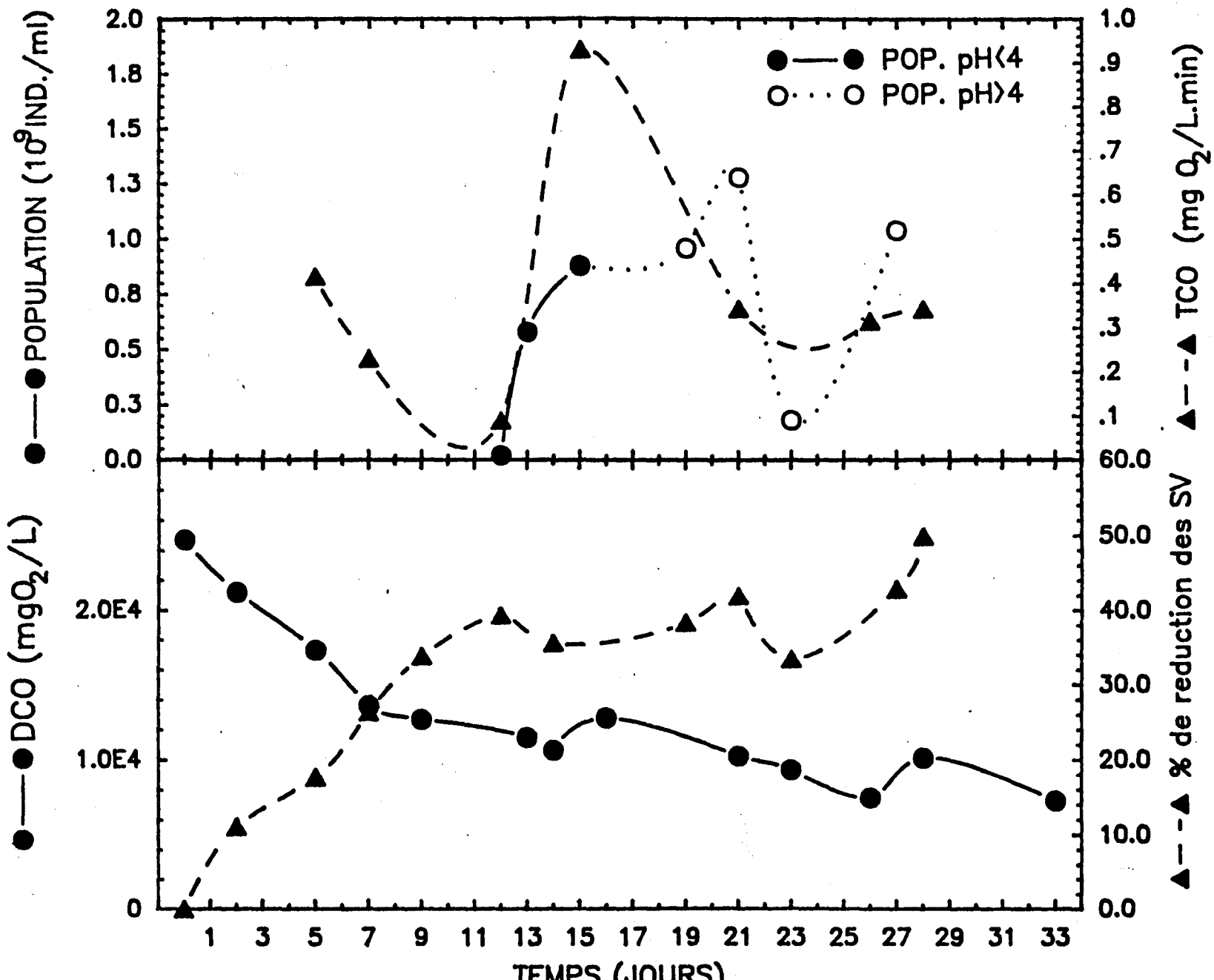


Figure 3.22: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 4, où l'inoculation a été faite le 12e jour (39,3% de réduction des solides volatils).

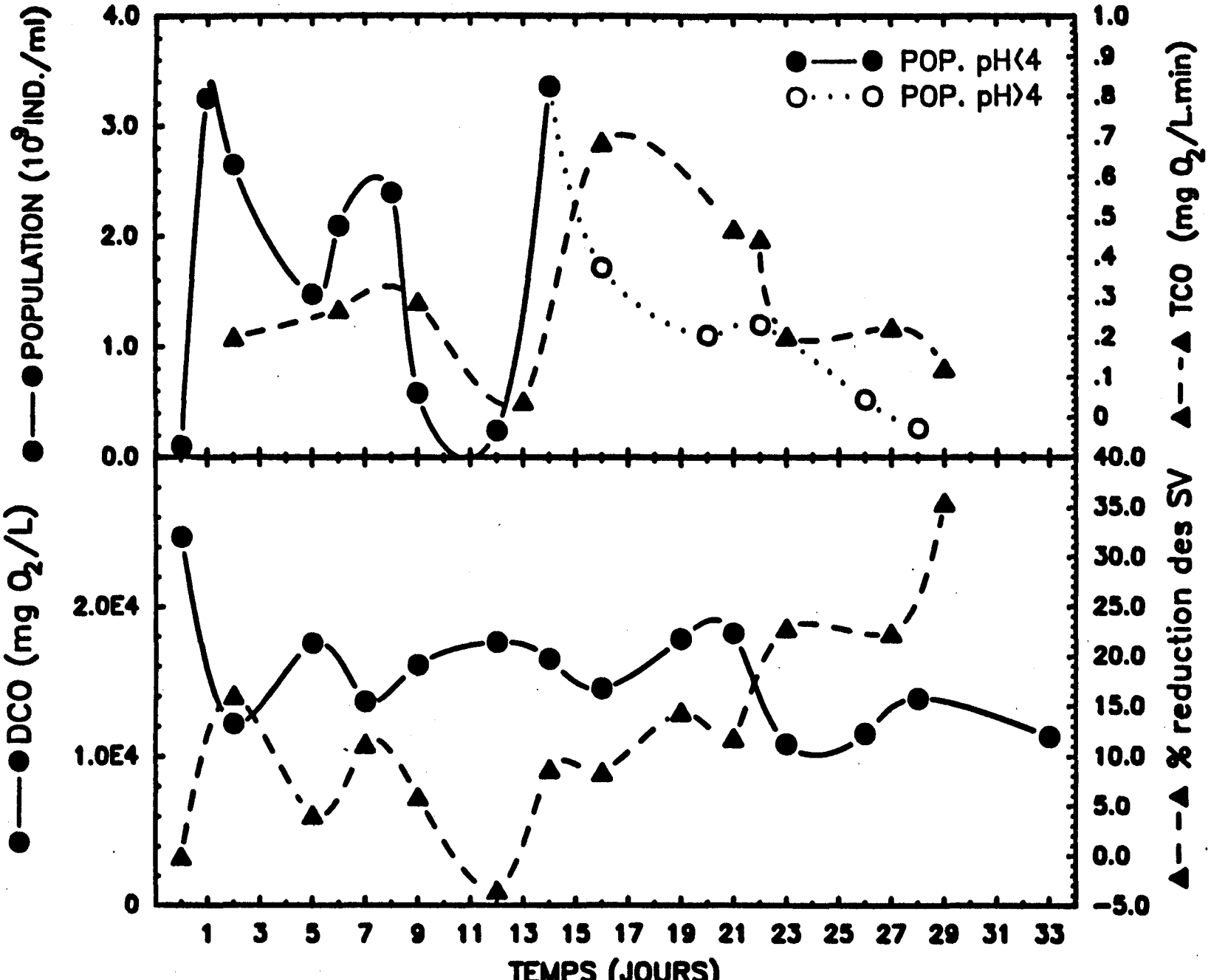


Figure 3.23: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 5, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion

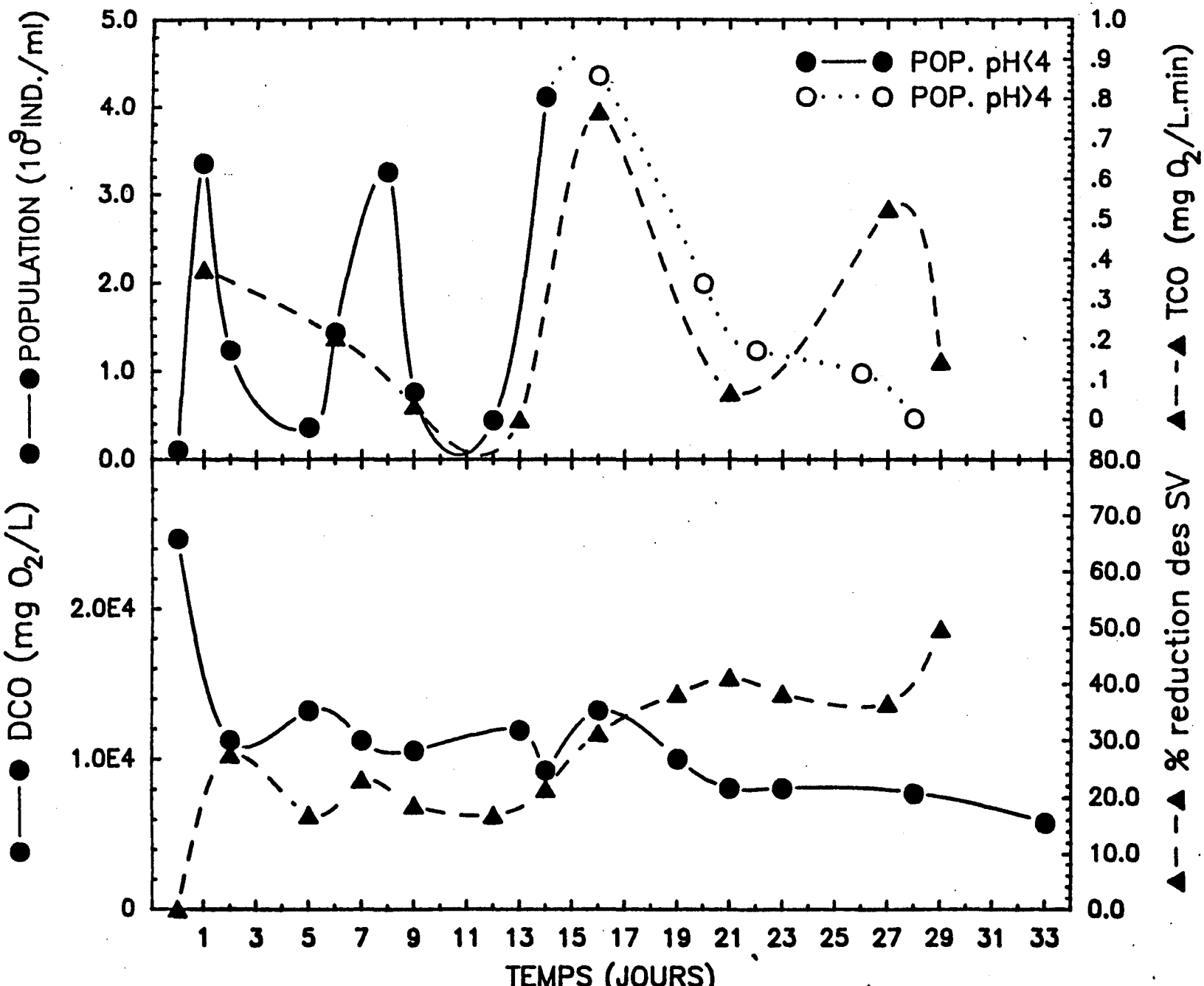


Figure 3.24: Population bactérienne, taux de consommation d'oxygène, réduction des solides volatils et demande chimique en oxygène, dans le bécher No. 6, où l'inoculation a été faite dès le début de la digestion

3.2.2 La demande chimique en O_2 (DCO)

Une relation inverse entre DCO et la réduction des solides volatils se vérifie dans tous les béchers. À une augmentation de la réduction des solides volatils correspond une diminution de la demande chimique en oxygène et vice versa.

La diminution de la matière organique entraîne une diminution de la matière à oxyder, donc une baisse de la DCO. Le tableau 3.3 illustre la diminution de la DCO et la réduction des solides volatils en pourcentage, au moment de l'inoculation pour les béchers No. 1 à No. 4 et au jour 23 pour les béchers No. 5 et No. 6.

3.2.3 Les populations bactériennes

Sur tous les graphiques, une distinction a été faite entre les populations de bactéries vivant à un pH inférieur à 4 et celles vivant à un pH supérieur à 4. La méthode utilisée pour le dénombrement bactérien ne faisant pas de distinctions entre les diverses espèces, la courbe de population peut donc inclure plusieurs espèces.

Dans les béchers No. 5 et No. 6, (figures 3.23 et 3.24 à pH acide), où la digestion se fait simultanément avec la solubilisation, les fluctuations de population bactérienne suivent celles de la réduction des solides volatils. Par exemple dans le bécher No. 5, dans la première partie de la courbe, des jours 0 à 2, il y a un pic de croissance dans la population bactérienne à 3,25 x 10^9 indivus/ml, qui correspond à une diminution de la matière organique de 0 à 16% de réduction des solides volatils. Suivant ces pics, il y a une baisse dans la courbe de population jusqu'à 1,48 x 10^9 indivus/ml, correspondant ici à une augmentation de la matière organique, c'est-à-dire une diminution de la réduction des solides volatils de 15% à 4%. Dans les deux béchers ces cycles de montée et de descente se répète à 2 et 3 reprises entre les jours 0 et 13, c'est-à-dire tant que le pH est inférieur à 4.

Tableau 3.3 Comparaison entre la diminution de la DCO et la réduction des solides volatils au moment de l'inoculation pour les béchers 1 à 4 et au jour 23 pour les béchers 5 et 6.

Bécher	% de réduction de la DCO	% réduction des solides volatils
1	54,0	45,5
2	44,6	35,2
3	51,3	32,3
4	46,8	39,3
5	56,2	22,9
6	67,2	38,3

À pH plus grand que 4, le taux de réduction des solides volatils augmente, associé ici à une diminution des populations de bactéries. Le tableau 3.4 donne une estimation de la population de Thiobacillus ferrooxidans, d'après la différence de teneur en solides volatils trouvée avant et après l'inoculation dans les béchers No. 1 à 4.

Dans les béchers No. 2 et No. 3 (figures 3.20 et 3.21), entre les jours 9 et 13, les pics de croissance bactérienne suivant l'inoculation, sont associés, ici aussi, à une augmentation de la matière organique. C'est-à-dire une diminution de la réduction des solides volatils de 35% à 33% dans le bécher No. 2 et 32% à 27% dans le bécher No. 3. Dans le bécher No.1 (figure 3.19), les deux pics de population correspondent aux deux inoculations faites dans ce bécher. Dans le bécher No. 4 (figure 3.22) la croissance des thiobacilles demeure faible.

De façon générale, les populations vivant à pH > 4, c'est-à-dire hétérotrophes sont moins grandes que celles vivant à pH < 4. Et la réduction des solides volatils reprend lorsque le pH monte.

3.2.4 Le taux de consommation d'oxygène (TCO)

Dans les béchers, où la digestion a lieu de façon régulière (figures 3.19 à 3.22) entre les jours 5 et 13, à la réduction des solides volatils, correspond une diminution de la TCO jusqu'à 0,1 mg O_2/L·min pour les béchers No. 2 à No. 4, et 0,2 mgO_2/L·min pour le bécher No. 1. Dans ce bécher, une hausse de la TCO est observée entre les jours 7 à 13.

Dans la plupart des béchers, (figures 3.19 à 3.24), le pic des thiobacilles est associé à un faible TCO. De même quand le pH monte, il y a augmentation du TCO. Dans les béchers No. 2 et No. 6 (Figures 3.20 et 3.24), après le 13^{e} jour, il y a deux pics de TCO qui pourraient être associés avec les changements de population. Enfin, de façon générale, le TCO semble peu relié à la courbe de population.

Tableau 3.4 Évaluation de la population de Thiobacillus ferrooxidans après l'inoculation.

Bécher	Matière organique avant l'inoculation (mg/L)		Matière organique après l'inoculation (mg/L)		Population estimée de Thiobacillus ferrooxidans (mg/L)	
	1ere inoc.	2e inoc.	1ere inoc.	2e inoc.	1ere inoc.	2e inoc.
1	6812	5554	6877	6004	64	646
2	7326		8938		1611	
3	7813		8400		587	
4	7331		7781		450	

3.3 Acide utilisée

Pour acidifier les béchers 1, 2, 3, 4 à pH 4, deux fois moins d'acide H_2SO_4 sont requis que pour les béchers 5 et 6, où l'acidification est faite tout au début de la digestion (voir tableau 3.5).

Tableau 3.5 Quantité d'acide sulfurique 5% v/v utilisée dans chacun des béchers, pour abaisser le pH à 4.

Bécher	H_2SO_4 utilisé (g H_2SO_4/g boue sèche)	H_2SO_4 utilisé 5% v/v (mL)	Volume de boue acidifiée (mL)	Solides totaux au moment de l'acidification (%)
1	0,091	18,00	1 365,0	1,33
2	0,083	15,00	1 280,0	1,30
3	0,088	15,40	1 280,0	1,25
4	0,095	15,50	1 220,0	1,23
5	0,182	54,20	1 500,0	1,82
6	0,196	54,20	1 500,0	1,69

CHAPITRE 4

DISCUSSION

Discussion

4.1 Choix de la stratégie la plus adéquate

4.1.1 Digestion et solubilisation combinées

Avec cette option (Béchers No. 5 et No. 6), la solubilisation des métaux est faite simultanément avec la digestion. Le taux de réduction des solides volatils moyen étant de 1,4% (voir tableau 3.2), 26 jours sont requis (22°C ± 2°C) pour effectuer la solubilisation et atteindre 38% de réduction des solides volatils (critère selon les normes de l'EPA (1984), pour considérer la digestion des boues terminée). Alors que dans le cas d'une solubilisation des métaux faite en fin de digestion, 12 jours sont requis pour le procédé; i.e. 11 jours pour la digestion et 1 jour pour la solubilisation des métaux. L'option combinée est 2,5 fois plus lente que les autres options étudiées. De plus, étant donné que les métaux atteignent leur maximum de solubilisation après 5 jours, il faut procéder à ce moment, à leur extraction, pour éviter leur précipitation dans les boues. Ce qui signifie interrompre la digestion non complétée, pour pouvoir procéder à l'extraction des métaux et reprendre celle-ci par la suite, pour la terminer. Donc une façon de procéder qui implique des manipulations supplémentaires; c'est-à-dire deux séparations des boues et de leurs surnageants (après la solubilisation et après la digestion) et de remélanger les boues et leur surnageant, lorsque la digestion est reprise, après l'extraction des métaux. Également les boues non digérées demandent deux fois plus d'acide pour être acidifiées à pH=4 que les boues digérées (voir le tableau 3.5). Ce qui augmente les coûts en acide du procédé. Pour toutes ces raisons cette option semble moins adéquate.

Cependant, il demeure que le taux de réduction des solides volatils de 1,4%, même faible, prouve la présence de bactéries hétérotrophes, pouvant vivre en milieu acide.

4.1.2 Solubilisation effectuée après la digestion

Les deux autres options consistent à effectuer la solubilisation bactérienne des métaux alors que la digestion est complétée (option 1) et pas tout à fait

complétée (option 2). Il ne semble pas avoir plus d'avantages à utiliser une stratégie plutôt que l'autre, puisque de toute façon, la solubilisation se fait très rapidement (en 1 journée). Elle n'est donc pas le facteur limitant.

En fait, pour avoir le procédé le plus économique, le mieux serait d'acidifier et d'inoculer avec Thiobacillus ferrooxidans à 36,5% de réduction des solides volatils. Ainsi la solubilisation des métaux et la digestion (taux quotidien de 1,5% à pH acide) se termine à l'intérieur de la même journée. Il est alors possible de profiter du POR élevé, estimé à 400 mV au minimum selon Ahlberg et Boyko (1972), prévalant lors d'une digestion aérobie pour effectuer une solubilisation efficace des métaux. Mais pratiquement, il demeure difficile de déterminer rapidement de façon précise, la réduction des solides volatils. D'où avant tout, il s'agit surtout de s'assurer que la digestion est assez avancée. Et alors, la solubilisation peut être effectuée.

Donc en résumé, la stratégie la plus adéquate est de laisser se faire la digestion, qui se fait alors à un taux plus rapide qu'en pH acide, jusqu'à ce qu'elle soit presque terminée. L'acidification, moins coûteuse en acide dans les boues digérées, et l'inoculation, sont alors faits. Après la solubilisation des métaux en une journée, il est alors possible de procéder à la séparation des métaux des boues digérées.

4.2 La solubilisation des métaux

4.2.1 La solubilisation du Cu

Le cuivre étant plus problématique à solubiliser, et se retrouvant dans les boues à des concentrations pouvant dépasser les normes, sa solubilisation demeure souvent le facteur limitant de la solubilisation des métaux. Dans cette expérience, en fournée, la solubilisation du cuivre se fait à l'intérieur d'une journée. Tyagi et Couillard (1987b) prennent 10 jours pour enlever 75% du Cu dans les boues anaérobies en fournée. Également les meilleurs taux de solubilisation du Cu (bécher No. 2 et No. 3 au tableau 3.1) sont beaucoup plus élevés que ceux obtenus par Tyagi et Couillard (1987b) en fournée. Ceux-ci obtiennent un taux de 5,37 $mg \cdot L^{-1}$ $jours^{-1}$ pour une concentration initiale de 2300 mg de Cu/kg boue sèche, alors que dans cette expérience, les deux

meilleurs taux moyens sont de 8,8 mg L^{-1} $jours^{-1}$ pour la moitié de cette concentration initiale en Cu, soit 1 022 mg Cu/kg boue sèche. Par contre, les expériences effectuées sur des boues anaérobies avec des réacteurs en continu, à 0,75 jour (Couillard et al., 1988) ont des taux de solubilisation supérieurs; soit de 30 à 60 $mg \cdot L^{-1}$ $jour^{-1}$ pour le double de la concentration en Cu.

Étant donné que les taux de solubilisation sont plus élevés en continu qu'en fournée, les hauts taux obtenus en fournée dans cette expérience, laisse supposer qu'un jour en continu, serait amplement suffisant, pour obtenir de hauts pourcentages de solubilisation du cuivre.

La variation des taux et des maximum de pourcentage de solubilisation observable surtout chez le cuivre, entre les différentes options (voir tableau 3.1) peut s'expliquer par des problèmes de viabilité de l'inoculum. Avec les figures 3.19 à 3.22, il est possible de constater que la croissance des bactéries acidophiles, est reliée au taux et au % maximum de solubilisation; plus la croissance est élevée plus le taux de solubilisation et le maximum de solubilisation sont grands (bécher No. 2 et No. 3), et vice versa (bécher No. 1 et No. 4).

4.2.1.1 Facteurs influençant la solubilisation du Cu

Le cuivre est le seul métal des trois métaux suivis dans cette expérience, qui a une corrélation significative avec le POR (voir figure 3.14). Le POR est donc important pour la solubilisation du Cu, et le seuil minimal observé, d'après la droite de régression, est de 290 mV. En dessous de cette valeur, il n'y a pas de solubilisation du cuivre. Le pH influe également de façon significative sur la solubilisation du Cu. Le seuil minimal de pH observé de 4,7 (voir la figure 3.13) correspond assez bien au seuil de 4,5 obtenu par Adams et Sanders (1984).

En résumé sur des boues aérobies, entre 70 et 80% du Cu, peuvent être solubilisées à l'intérieur d'une journée en fournée. Le pH et le POR sont des facteurs importants pour la solubilisation de cet élément. Enfin, de plus hauts taux et pourcentages de solubilisation, probable en continu, restent à expérimenter.

4.2.2 La solubilisation du Zn

Le zinc est également solubilisé à l'intérieur d'une journée en fournée. Alors que Tyagi et Couillard (1987b) prend 10 à 12 jours en fournée avec des boues anaérobies. Les taux de solubilisation, surtout s'ils ne sont pas limités par la solubilisation du Cu, sont aussi plus élevés. C'est-à-dire, dans les meilleurs des cas (bécher No 2 et No 3), 6 fois plus élevés que ceux obtenus par Tyagi et Couillard (1987b) en fournée, pour des concentrations de Zn qui sont semblables.

4.2.2.1 Facteurs influençant la solubilisation du Zn

La relation entre la solubilisation du Zn et le POR n'est pas significative. La solubilisation du Zn semble en effet, dépendre plus du pH, et ce, avec un facteur de corrélation assez élevé (voir la figure 3.15). Le seuil minimal de pH observé de 6 est semblable à la valeur de 5,8 obtenue par Adams et Sanders (1984).

Donc, il est probable de pouvoir obtenir au moins entre 73,7% et 100% de la solubilisation à l'intérieur d'une journée en continu. Et pour cet élément, le POR n'est pas un facteur primordial pour sa solubilisation alors que le pH demeure un facteur important à des valeurs inférieures à 6.

4.2.3 La solubilisation du Mn

Au Québec, le Mn est un élément problématique dans les boues de plusieurs municipalités puisqu'il est retrouvé à des concentrations au-delà de la norme obligatoire. En plus, dans cette expérience, le substrat donné aux bactéries, le $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ de Sidbec Dosco, en contient en quantités appréciables (voir tableau 2.3). D'où l'importance de vérifier sa solubilisation par les bactéries. Il semble que celle-ci ne pose pas de problèmes, puisque 86 à 100% du Mn, sont solubilisés. Et dont 86 à 93% à l'intérieur d'une journée (bécher No. 1 à No. 4 au tableau 3.1).

4.2.3.1 Facteurs influençant la solubilisation du Mn

Le POR semble jouer un rôle peu important dans la solubilisation du Mn. Dans les béchers No. 5 et No. 6 (figure 3.10 et 3.12), malgré de basses valeurs de POR, le Mn est solubilisé dès le début, dû aux basses valeurs de pH. Ce qui confirme que le pH est le facteur important pour la solubilisation du Mn, avec un facteur de correlation élevé (voir figure 3.17). Le seuil minimal pour avoir la solubilisation du Mn se trouve à un pH se situant entre 6 et 7.

Donc en résumé il n'y a pas de difficultés à solubiliser le Mn en une journée, en fournée, et donc aussi très probablement en continu. Le pH est le facteur primordial pour sa solubilisation. Et enfin, le fait que le substrat en contienne, ne pose pas de problème, puisque les pourcentages de solubilisation atteints, sont très élevés.

4.3 La population bactérienne

Dans les béchers No. 5 et No. 6, où la solubilisation des métaux est faite dans le même temps pris pour la digestion, le taux de réduction des solides volatils de 1,5% par jour, prouve la présence de bactéries hétérotrophes acidophiles. Peu de bactéries hétérotrophes peuvent vivre en pH acide (Mercier, 1988). Mais parmi celles pouvant oxyder la matière organique et vivre à pH acide, il y a Thiobacillus acidophilus et Acidiphillum cryptum (voir Tableau 4.1). Ainsi entre le jour 0 et 2, associé à la réduction des solides volatils, il y a un pic de croissance bactérienne, qui correspondrait à la croissance de ces bactéries hétérotrophes acidophiles (figure 3.23 et 3.24). Pour leur synthèse, ces bactéries oxydent la matière organique ce qui entraîne une diminution des solides volatils.

L'augmentation de la matière organique ainsi que la diminution de la population bactérienne, subséquente à ce pic, démontre l'effet majeur dû à la présence de Thiobacillus ferrooxidans. En effet, ceux-ci augmentent la quantité de matière organique par leur prolifération, parce qu'ils utilisent le CO_2 gazeux comme seule source de carbone. Il y a donc une nette augmentation de la matière organique, puisqu'il n'y a pas d'oxydation des solides volatils par leur respiration. Ce cycle de diminution et d'augmentation de la matière organique,

Tableau 4.1: Micro-organismes acidophiles ayant un potentiel pour la solubilisation bactérienne des métaux. (Tiré de Mercier, 1988)

Espèce	Substrats utilisables	Caractéristiques générales	pH de croissance pH optimum	Température de (°C) croissance et optimale
Thiobacillus ferrooxidans	Sulfures de métaux Sulfate ferreux Pyrite Thiosulfate Tetrathionate 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
Thiobacillus thiooxidans	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 chaine Chemoautotrophe	0.5 à 6.0 optimum 2.0 à 3.5	10 à 37 optimum 28 à 30
Leptospirillum ferrooxidans	Sulfate ferreux Pyrite Sulfures de métaux	Aérobie Bâtonnet en L Avec flagelle Gram négatif Très mobile Chemoautotrophe	≈ 2.0	Mésophile
Thiobacillus acidophilus	Thiosulfate Tetrathionate Trithionate 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
Acidiphillum cryptum	Glucose Extrait de levure Matière organique	Aérobie Bâtonnet Chemoorganotrophe	2.0 à 6.0	Mésophile
Sulfolobus acidocaldarius* * pas présente dans les boues	Sulfate ferreux Pyrite Soufre élémentaire Thiosulfate Tétrathionate Hydrogène sulfureux Sulfures de métaux Composés organiques soufrés simple	Aérobie Sphère lobée 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

correlé avec une augmentation et une diminution du nombre de bactéries acidophiles, se répètent à 2 ou 3 reprises à pH < 4. Ce qui confirme que ce cycle de montée de la matière organique puis de descente est dû à la présence de Thiobacillus ferrooxidans qui ne croît qu'à pH acide. De même à pH > 4, il y a reprise de la réduction des SV et diminution du nombre de bactéries. En effet, il n'y a alors plus de synthèse, et les bactéries sont en phase de respiration endogène.

Dans les béchers No. 2 à No. 4, (voir figures 3.20 à 3,22) où la solubilisation s'est faite alors que la digestion était avancée, après le pic de croissance correspondant à l'inoculation, il y a également une brusque augmentation de la matière organique. Cette augmentation peut être encore ici associée à la croissance de Thiobacillus ferrooxidans et à la diminution de Thiobacillus acidophilus et Acidiphillum cryptum.

Dans le bécher No. 1 (voir figure 3.19) où les rendements de solubilisation, n'ont pas été aussi élevés que dans les autres béchers (No. 2, No. 3, No. 4), suite au premier pic de croissance, associé à la première inoculation, il n'y a pratiquement pas d'augmentation de la matière organique (64 mg/L). Ce qui laisse supposer l'absence de Thiobacillus ferrooxidans, expliquant du même coup les taux inférieurs (surtout pour le Cu) de solubilisation obtenus (voir Tableau 3.1).

Une estimation de la population de Thiobacillus ferrooxidans, d'après l'augmentation de la matière organique, suite à l'inoculation est représentée au Tableau 3.4. Même si les valeurs de ce tableau restent imprécises, les populations plus faibles estimées dans les béchers No. 1 et No. 4 sont corrélées avec de moins bons taux de solubilisation. De même, les populations de bactéries élevées dans le bécher No. 2, sont correlées avec un haut taux de solubilisation (voir Tableau 3.1).

En résumé, le compte bactérien semble une mesure plutôt qualitative que quantitative, mais demeure, une bonne indication de la solubilisation. Ainsi, une faible solubilisation est en général associée avec une faible population, et vice versa.

4.4 Le taux de consommation d'oxygène (TCO)

L'estimation théorique du taux de consommation d'oxygène chez les thiobacilles chemoautotrophes et les hétérotrophes (voir annexe 9), indique que le taux de consommation d'O_2 est plus élevé pour les hétérotrophes. Chez ceux-ci les valeurs de TCO moyennes sont de 0,506 mg O_2/L·min alors que chez les thiobacilles, elles sont de 0,08 mg O_2/L·min. La première diminution du TCO, se prolongeant jusqu'au 9e et 12e jour (voir figure 3.19 à 3.22) correspond à une diminution de la matière organique, qui est associée à des bactéries hétérotrophes en phase de respiration endogène. Avec l'ajout de Thiobacillus ferrooxidans par l'inoculation, le TCO demeure à de basses valeurs, correspondant ainsi aux faibles taux respiratoires des chemoautotrophes. Les pics subséquents de TCO, retrouvés notamment dans les béchers No. 2 à No. 4, indiquent un changement dans la population bactérienne, c'est-à-dire le remplacement des populations de chémoautotrophes par des populations hétérotrophiques aux TCO plus élevés. Cette reprise des hétérotrophes, pourrait correspondre à la présence de nouveaux substrats oxydables pour celles-ci, amenés par la prolifération de Thiobacillus ferrooxidans par exemple. À un pH se situant entre 4 et 4,5, il peut y avoir une digestion faite par Thiobacillus acidophilus (premier pic); puis avec la montée de pH, une autre population hétérotrophe s'établit (2e pic).

Le TCO est donc indicatif du type de population bactérienne. Et certains auteurs dont Ahlberg et Boyko (1972), préconise son emploi afin de déterminer si une boue est digérée.

4.5 Nitrification et consommation d'acide

La diminution du pH de 6,92 à 5,85 (voir annexes 1a, 2a, 3a et 4a) indique probablement une faible nitrification. En effet, selon les équations suivantes (tiré de Reynold, 1973);

$$C_5H_7NO_2 + 5O_2 \longrightarrow 5CO_2 + 2H_2O + NH_3 \qquad (1)$$

$$C_5H_7NO_2 + 7O_2 \longrightarrow 5CO_2 + 3H_2O + H^+ + NO_3^- \qquad (2)$$

s'il n'y avait pas de nitrification (équation 1), le pH serait augmenté par la production de NH_3, produit par l'oxydation de la matière organique. Ou encore, il resterait neutre dû à l'équilibre calco-carbonique (voir équation 3) qui diminuerait le pH augmenté par le NH_3.

$$\begin{aligned} CO_2 + H_2O &\rightleftharpoons H_2CO_3 \\ H_2CO_3 &\rightleftharpoons H^+ + HCO_3^- \\ HCO_3^- &\rightleftharpoons H^+ + CO_3^{2-} \end{aligned} \qquad (3)$$

Alors que s'il y a nitrification (équation 2), il y a diminution du pH due à la présence de H^+ et aussi au nouvel équilibre calco-carbonique établi par l'ajout de CO_2 provenant de la matière organique oxydée. Cette diminution de 1,07 unités de pH à 22°C, se rapproche bien des résultats de Randall et al. (1975), qui obtiennent une diminution de 1,20 unités de pH à 22°C.

Enfin, cette faible nitrification lors de la digestion, pourrait expliquer en partie ici, les faibles coûts d'acide requis pour acidifier la boue digérée à pH = 4 (voir tableau 3.5). En effet, dans les béchers No. 1 à No. 4, où l'acidification se fait alors que la digestion est avancée, la quantité d'acide requise est deux fois moindres que celles requises dans les béchers No. 5 et No. 6 où l'acidification se fait dès le début, avant que la nitrification ait lieu. De même les quantités d'acides utilisées pour les boues aérobies digérées, 0,09 gH_2SO_4/g boue sèche, sont inférieures à celles requises par Mercier (1988), qui utilise 0,176 g H_2SO_4/g boue sèche, et Tyagi et al., (1988), qui utilisent 0,145 g H_2SO_4/g boue sèche pour acidifier des boues anaérobies digérées. En effet, la présence d'acides organiques dans les boues aérobies, peut contribuer à abaisser le pH, diminuant ainsi les coûts en acide. Alors que dans les boues anaérobies, plus d'acide est requis dû à la présence de NH_4OH qui augmente le pH.

Donc, en résumé, le coût en acide pour acidifier les boues à pH = 4 est diminué de moitié, dans les boues aérobies digérées.

4.6 La demande chimique en oxygène (DCO)

Malgré que la diminution de la DCO est correlée avec une diminution des solides volatils et vice versa (figure 3.19 à 3.24), la réduction de la DCO ne suit pas de façon toujours proportionnelle la réduction des solides volatils (voir tableau 3.3). Différentes réductions de solides volatils peuvent correspondre à des réductions de DCO semblables, ce qui fait de la DCO un critère de digestion peu fiable.

4.7 La digestion des boues

Un des objectifs de cette expérience, consiste à évaluer le meilleur critère d'évaluation pour la digestion des boues, le plus valable selon les objectifs d'utilisation de ces boues, c'est-à-dire l'épandage. Afin de ne pas diminuer le pH des sols, la nitrification "in situ" doit être évitée. De même, il ne doit pas y avoir d'odeur et une certaine stérilisation des boues, doit être assurée. La demande chimique en oxygène (DCO), le pH, le taux de consommation en oxygène (TCO) et la réduction des solides volatils ont été examinés. Étant donné que la DCO n'est pas un paramètre qui diminue de façon proportionnelle et constante, (voir tableau 3.3) elle est à rejeter comme critère d'évaluation sûr, de la digestion d'une boue. Selon d'Antonio (1983), le pH serait un bon indicateur du déroulement du procesus de digestion. Dans cette expérience, il est vérifié que, la baisse de pH, causée par la nitrification, atteint son minimum entre le jour 6 et 8 dans les béchers No. 1 à No. 4 (voir annexes 1a à 4a); donc 3 à 4 jours avant que la digestion soit complétée, c'est-à-dire au 11e jour (38% de réduction des solides volatils). Par contre, dans un cadre pratique, en continu, cette baisse de 1,15 unités de pH en moyenne à 22°C, peut être difficile à détecter. En plus, dans plusieurs usines, la nitrification n'aurait pas toujours lieu. D'où le critère pH ne peut être considéré universel.

Selon Ahlberg et Boyko (1972), des valeurs de TCO se situant entre 0.5 et 1.0 mg O_2/VSS·h ce qui correspond ici à des valeurs entre 0,06 et 0,12 mgO_2/L·min

(voir annexe 10), indique que la digestion est terminée. Dans le bécher No. 1 (voir la figure 3.19), pour une réduction des solides volatils de 45,5%, le TCO est de 0,3 mg O_2/L·min. Donc un TCO qui est supérieur aux valeurs prédites par Ahlberg et Boyko (1972) pour une digestion complétée (i.e. 38% de réduction de SV). Mais dans ce bécher, il n'y a pas eu de diminution de la TCO avec la digestion, contrairement aux autres béchers (No. 2, 3 et 4). La montée dans le TCO entre les jours 7 et 11, (bécher 1) pourrait possiblement indiquer la présence de synthèse bactérienne, justifiant du même coup, une réduction des solides volatils moins grande que dans les autres béchers.

Dans les béchers No. 2, No. 3 et No. 4, avec une réduction de solides volatils de 35,2%, 32,3% et 39,3% respectivement, le TCO est de 0,1 mgO_2/L·min (voir les figures 3.20 à 3.22). Ce qui se rapproche des valeurs prédites par Ahlberg et Boyko (1972). Par contre, les variations de réduction des solides volatils pour un même TCO, indique que celui-ci serait une mesure moins sensible que la réduction des solides volatils. De même, dans ces béchers, après le pic de croissance bactérien, faisant suite à l'inoculation, il y a une brusque augmentation du TCO. Et ce, alors que la réduction des solides volatils demeure à de faibles valeurs. Donc, il n'y a pas toujours une forte correlation entre ces deux paramètres. En plus, la prise de mesures de TCO peut poser des problèmes opérationnels.

En résumé, le TCO semble un critère moins précis, pour déterminer la digestion. Néanmoins, il demeure le reflet de l'activité bactérienne, même s'il est quantitativement peu fiable.

Donc pour conclure, la réduction des solides volatils, reste une mesure fiable et valable, pour évaluer la digestion d'une boue. Malgré le certain délai entre la prise de la mesure et la réponse, les manipulations sont simples et faciles à effectuer. Et d'après les résultats obtenus dans cette expérience, à 38% de réduction des solides volatils, la nitrification est faite depuis 3 ou 4 jours. Ce qui permet donc, d'être sûr d'éviter la nitrification "in situ".

CONCLUSION

CONCLUSION

Donc en conclusion, la solubilisation des métaux est possible dans les boues aérobies. Les valeurs de POR élevées des boues lors de la digestion aérobie, ont permis une solubilisation rapide des métaux en fournée, soit à l'intérieur d'une journée. Le POR étant en effet, en plus du pH, le paramètre limitant la solubilisation du Cu. Ce qui explique aussi pourquoi, les expériences effectuées auparavant sur les boues anaérobies qui ont un POR moins élevé ($\approx$ -300 mV), prenaient 10 jours au lieu d'une journée, comme dans le cas des boues aérobies, pour atteindre les mêmes taux de solubilisation. La solubilisation des éléments Zn et Mn dépend surtout du pH.

De plus ces résultats prouvent bien que la faible teneur en sulfure des boues aérobies, peut être compensée par l'ajout de sulfate ferreux.

La solubilisation des métaux combinée à la digestion semble un procédé peu avantageux posant beaucoup de difficultés d'application pratique.

Le compte bactérien comme mesure qualitative, demeure une bonne indication de la solubilisation. De même, le taux de consommation d'oxygène est indicatif du type de population bactérienne.

La consommation d'acide est moins élevée dans les boues aérobies que dans les boues anaérobies, étant donné que la nitrification et la présence d'acides organiques peuvent abaisser le pH. De même, la composition des boues serait un facteur déterminant pour la quantité d'acide requise pour abaisser le pH à 4.

Comme critère d'évaluation de la digestion des boues, la réduction des solides volatils reste une mesure fiable et valable.

Objectifs trimestriels prévus et atteints

Le programme de recherche sur la solubilisation biologique des métaux lourds dans les boues aérobies d'épuration faisait part des objectifs suivants pour les mois de mi-avril à la fin de juillet.

	% d'atteinte
1- Acclimatation et préparation (1 mois)	100
2- Essais en cuvée de 1,5L (1.5 mois)	100
3- Essais dans le BAP (1 mois)	75

L'essai dans le BAP est complété, cependant l'analyse des résultats vient d'être terminée et le texte correspondant à cette partie n'a pu être écrit pour la fin juillet. Les résultats sur les essais en cuvée de 1,5 L sont très concluants et semblent prometteur au niveau de la solubilisation des métaux dans les boues digérées aérobies.

Modifications par rapport au plan de travail proposé

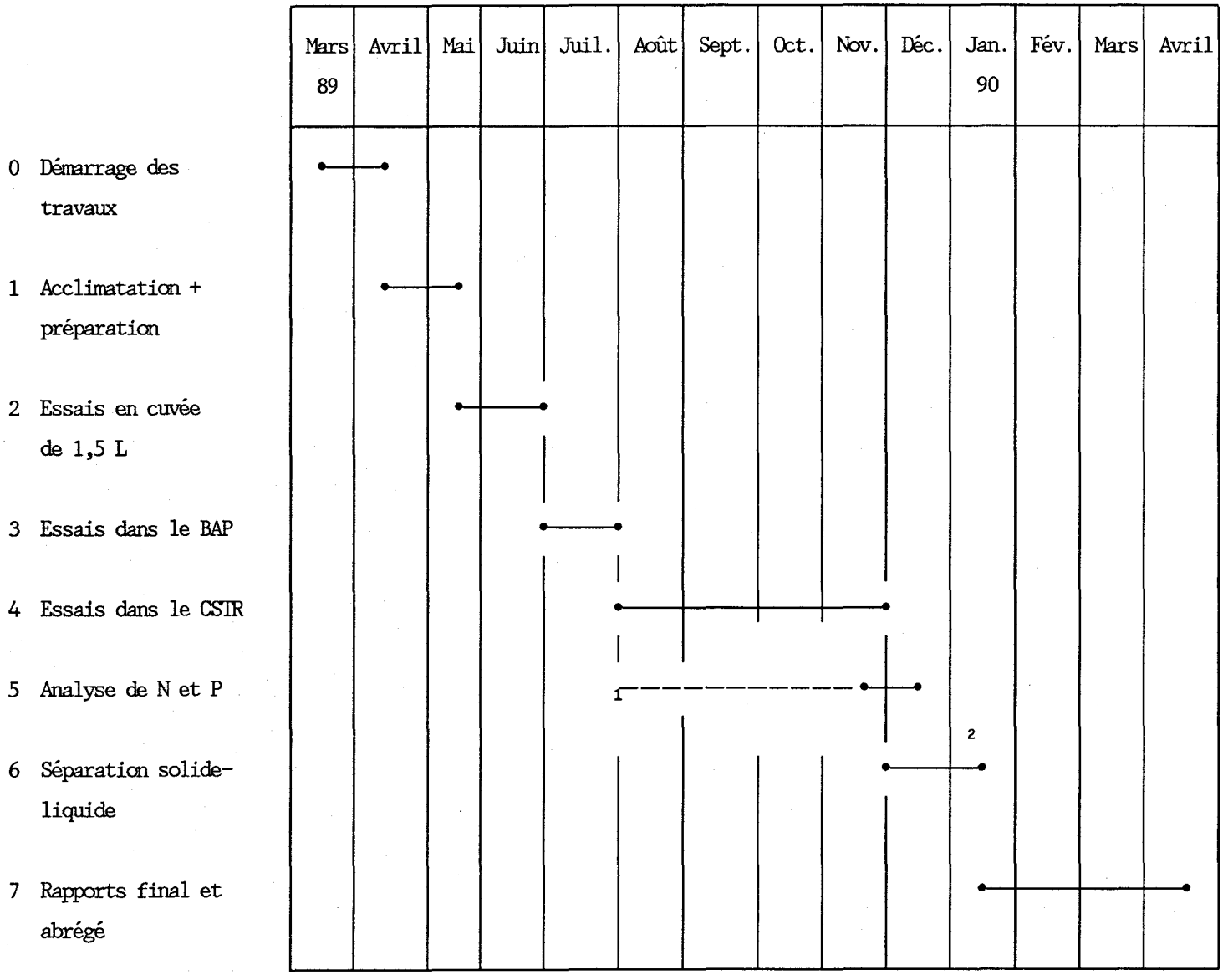
Il est nécessaire d'apporter une légère modification au protocole expérimental sur la solubilisation biologique des métaux lourds dans les boues aérobies. Le problème est le suivant. Le ministère de l'Environnement a imposé la mise en exploitation de la déphosphatation dans certaines stations d'épuration du Québec. Celle-ci est faite soit avec de l'alun ($Al_2(SO_4)_3 - 14H_2O$) ou avec du chlorure ferrique ($FeCL_3$). Les boues ayant subi un traitement à l'alun se retrouveront avec une forte concentration d'aluminium ce qui pourrait gêner les possibilités d'épandage agricole de ces boues car la toxicité de l'aluminium s'avère de plus en plus certifiée dans la littérature scientifique. De plus, cet élément peut s'avérer toxique pour les thiobacilles. Les boues provenant de la déphosphatation au $FeCl_3$ semble poser moins de problèmes de toxicité quant à l'épandage et pour les bactéries utilisées dans le procédé. Les boues aérobies de Cowansville qui sont déphosphatées avec du $FeCl_3$ sont donc choisies pour les essais dans le CSTR. Pour ce qui est de l'essai dans le BAP celui-ci a été fait avec les boues de Black Lake et est maintenant terminé, c'est-à-dire avant que la déphosphatation à l'alun soit appliquée.

D'un autre point de vue, il serait très intéressant de pouvoir décontaminer des boues contenant de l'alun car cela ajouterait un marché supplémentaire au procédé. Nous avons donc débuté l'acclimatation à ces boues et il est proposé,

dans la présente, d'opérer un réacteur en continu avec ces boues; ceci pour le temps de séjour donnant les meilleurs résultats avec les boues contaminées au $FeCl_3$. Ainsi, le procédé serait validé pour plusieurs types de boues. Ceci constitue donc une période d'environ 1 mois de travail pour l'équipe. Étant donné que le projet progresse rapidement et que nous ne désirons pas retarder la fin du présent contrat, l'équipe tentera de réaliser cette expérience dans les délais déjà prévus. L'horaire est donc légèrement modifié comme en témoigne le nouveau calendrier des travaux ci-joint.

Version modifiée le 20 juillet 1989

Calendrier des travaux



[1] Les échantillons seront prélevés pendant les 3 mois de fonctionnement du CSIR

[2] La période des Fêtes impliquera une extension de 2 semaines. Le travail d'un mois sera donc fait en 1,5 mois.

RÉFÉRENCES

Références

ADAMS, T.McM. and SANDERS, J.R. (1984).
The effect of pH on the release to solution of zinc, copper and nickel from metal loaded sewage sludges. Environmental Pollution (serie B), 8: 85-99.

AHLBERG, N.R. and BOYKO, B.I. (1972).
Evaluation and design of aerobic digesters. Journal of Water Pollution Control Federation, 44(4): 634-643.

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

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.

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'DONNEL, 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.

BOSECKER, K. and KURSTEN, M. (1978).
Recovery of metallic raw materials by microbial leaching. Process Biochemistry, 13(2): 2-4.

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., 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.

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.

COUILLARD, D., MERCIER, G., TYAGI, R.D. and TRAN, F. (1988).
Étude sur la solubilisation biologique des métaux lourds des boues anaérobies d'épuration pour fin de valorisation agricole. Tome IV, Rapport scientifique no 265, INRS-Eau.

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.

D'ANTONIO, G. (1983).
Aerobic digestion of thickened actived sludge. Water Research, 17(11): 1525-1531.

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. (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.

DEENY, K.; HEIDMAN, J. and SMITH, J. (1985).
Autothermal thermophilic aerobic digestion in the Federal Republic of Germany. Dans: Proceedings of the 40th Industrial Waste Conference, Purdue University, Lafayette, Indiana, 959-968.

DEGRÉMONT. (1978).
Mémento technique de l'eau. Technique et Documentation.

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, Cincinati, Ohio 45268.

FLYNN, F., JALBERT, J.M., ROBERT, R., ST-YVES, A., TERREAULT, 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.

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.

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.

HALL and RYDEN. (1986).

Current UK Research into Ammonia Losses from sludges and slurries. Dans: Efficient Land Use of Sludge and Manure, Elsevier Applied Science Publishers: 180-192.

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.

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.

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.

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.

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.

KOERS, D.A. and MAVINIC, D.S. (1977).
Aerobic digestion of waste activated sludge at low temperature. Journal of Water Pollution Control Federation, 49(3): 460-468.

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.

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.

LUNDGREN, D.G. and SILVER, M. (1980).
Ore leaching by bacteria. Annual Review of Microbiology, 34: 263-283.

MERCIER, G. (1988).
Mémoire de maîtrise ès Sciences de l'eau, INRS-Eau, Université du Québec.

MOSEY, F.E. (1976).
Assesment of the maximum concentration of heavy metals in crude sewage will not inhibit the anaerobic digestion of sludge. Water Pollution Control, 75: 10-20.

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.

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.

OLVER, 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.

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.

REYNOLDS, T.D. (1973).
Aerobic digestion of thickened waste activated sludge. Proceedings of the 28th Industrial Waste Conference of Purdue University, Lafayette, Indiana, 12-37.

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.

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.

SCHELTINGA, 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.

SMITH, A.R. (1971).
Aerobic digestion gains favor. Water and Waste Engineering, 8(2): 24-25.

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.

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.

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.

STOREY, G.W. (1987).
Survival of tape worm eggs, free and in proglottids, during simulated sewage treatment processes, Water Research 21(2): 199-203.

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.

ST-YVES, A. et BEAULIEU, R. (1988).
Caractérisation des boues de 34 stations d'épuration des eaux usées municipales (janvier, février 1988). Ministère de l'Environnement du Québec, Direction générale de l'assainissement des eaux, Direction de l'assainissement agricole, no. 262.

TJELL, J.C. (1986).
Trace metal regulations for sludge utilization in agriculture; a critical review. Communauté Européenne, EUR 10361; 348-361.

TORMA, A.E. (1986).
Biohydrometallurgy as an emerging technology. Biotechnology and Bioengineering Symposium, No. 16: 49-63.

TYAGI, R.D.; COUILLARD, D. and TRAN, F. (1988).
Heavy metals removal from anaerobically digested sludge by chemical and microbiological methods. Environmental Pollution. 50: 295-316.

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.

VISHNIAC, W.V. (1974).
Bergey's manual of determinative bacteriology. R.E. Buchanan et N.E. Gibbons (eds), Williams & Wilkins Co., Baltimore: 456-464.

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.

WEBBER, M.D.; KLOKE, A. and TJELL, J.C. (1984).
A review of current sludge use guidelines for the control of 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.

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.

YSI (1970).

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