

## PROJETS DE SOUTIEN À LA RECHERCHE ET À LA FORMATION DANS LES THÉMATIQUES INTÉGRÉES

### RAPPORT DE SUIVI À 12 MOIS

A retourner avant le 09 décembre 2016 à Florence Ntassi: [florence.ntassi@auf.org](mailto:florence.ntassi@auf.org)

Titre du projet : Développement de technologies avancées de dépollution des eaux et effluents résiduaires adaptées à l'assainissement non collectif.

Responsable du projet : Patrick DROGUI

Établissement de rattachement du responsable de projet : Institut National de la Recherche Scientifique

### Rapport scientifique

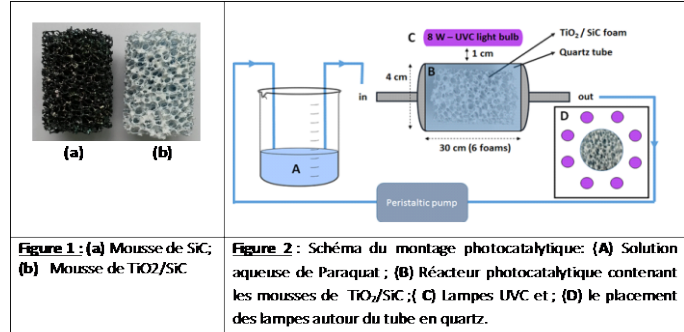
*Le rapport, d'une longueur minimale de deux (2) pages, doit faire état de l'avancement du projet, de façon globale et, activité par activité, telles qu'identifiées en annexe 13, et au regard des indicateurs, des cibles, des livrables, et des risques qui avaient été identifiés, en expliquant les écarts constatés et les solutions apportées le cas échéant. Il sera également précisé les résultats scientifiques atteints, les modalités de leur diffusion, l'état de la collaboration entre les membres du projet et entre les partenaires, et mentionné les actions de valorisation du projet. Merci de joindre les publications scientifiques le cas échéant.*

**Nos travaux de R&D dans le cadre de ce projet en étroite collaboration avec nos partenaires Ivoiriens, Béninois, Burkinabés et Français ont très bien progressé et des étapes importantes ont été franchies.** En effet, nous avons déjà obtenu des résultats très prometteurs. Les résultats obtenus jusqu'à ce jour sont détaillés dans la section ci-après.

#### 1. AVANCEMENT DES TRAVAUX

La première partie des travaux a consisté à déposer des catalyseurs de  $\text{TiO}_2$  sur les mousses de SiC selon un procédé de type "dip-coating". Les mousses (servant de support) ont été revêtus de  $\text{TiO}_2$ -P25 par immersion dans un solvant organique. L'immobilisation du photocatalyseur  $\text{TiO}_2$ -P25 a été effectuée en préparant 100g/L de suspension de P25 dans une solution d'éthanol (suspension de  $\text{TiO}_2$  dans l'éthanol). Les mousses de SiC ont été ensuite immergées dans la suspension à 8 mm/s. Cinq cycles de trempage ont été effectués pour chaque mousse avec 10 min de séchage entre deux immersions. Après cela, chaque mousse a été séchée une nuit à 110°C et calcinée pendant 4 heures à 5°C/min (Figure 1). Le pourcentage moyen en poids de  $\text{TiO}_2$  par mousse est de 17%. L'analyse de ses mousses a été réalisée par SEM (Scanning electron microscopy) ([Activité-1](#)). Les photoanodes ont été préparées en déposant les revêtements de  $\text{TiO}_2$  sur des grilles de titane (10 cm x 11cm) en utilisant la technique de pulvérisation magnétron à haute fréquence et en imposant une densité de

puissance de  $7.7 \text{ W/cm}^2$  et une température de  $470^\circ\text{C}$  ([Activité-2](#)). Les photocatalyseurs ( $\text{TiO}_2/\text{SiC}$ ) ont été par la suite intégrés dans un photoréacteur fait en quartz (transparent à l'UV et au visible) pour permettre des études comparatives sous exposition UV et/ou sous simulateur solaire lors des expériences ([Activité-3 et Activité-4](#)). Le procédé Photocatalytique (PC) comprenant des mousses de  $\text{TiO}_2/\text{SiC}$  a subséquemment été testé pour la dégradation d'un herbicide (paraquat) pouvant être rencontré dans les eaux de surface, souterraines et résiduaires. Les essais ont été effectués sur des effluents synthétiques reconstitués ([Activité-5](#)). Le paraquat est l'herbicide le plus utilisé au monde, bien qu'il soit le plus toxique. Il est relié à une augmentation de la maladie de Parkinson dans les zones traitées. Son impact est aussi notable sur les espèces marines et terrestres autres que l'homme. Le paraquat est une substance réfractaire à la dégradation. Il reste dans les sols et est adsorbé sur les sédiments. Due à sa structure et ses groupements fonctionnels, le paraquat est très stable dans l'eau et très peu présent sous ses formes métabolites. La Figure 2 présente la structure schématique de l'unité expérimentale utilisée lors de la dégradation du paraquat. L'unité expérimentale fonctionne avec une recirculation continue à travers un bac d'alimentation. La circulation de l'eau est assurée par une pompe péristaltique à débits variables ( $0.75\text{mL/s}$  à  $15\text{mL/s}$ ). Une dégradation quasi totale du paraquat ( $C_0=20\text{mg/L}$ ) a été enregistrée au bout de 3h en imposant une recirculation de  $5 \text{ mL/s}$ . Une étude comparative a été effectuée entre l'adsorption



(traitement à l'obscurité en présence de catalyseur), la photolyse (irradiation UV en l'absence de catalyseur) et la photocatalyse (UV + catalyseur). Les résultats sont présentés à la Figure 3. La photocatalyse (PC) est de loin le procédé plus efficace (en comparaison avec la photolyse directe et l'adsorption). Le Docteur Soro Doudjo (INP-HB, Yamoussoukro) a participé aux travaux portant sur le traitement photocatalytique du Paraquat lors de son séjour à l'INRS au mois de juillet 2016 et ce, sous la supervision des Profs. Drogui et Robert. Cedric Marien (étudiant au doctorat, Université de Strasbourg, France) a également été impliqués dans ces travaux. Par ailleurs un procédé électrocatalytique (EC) a également été mis sur pied pour le traitement des eaux industrielles issues des cuves de nettoyage DCO initiale de plus de  $10.000 \text{ mg/L}$ . Différentes intensités ont été testées ( $3, 5, 8, 10$  et  $15 \text{ A}$ ) en utilisant une anode de BDD et une cathode de graphite en présence de  $7\text{g/L}$  de sulfate de sodium. Les résultats obtenus révèlent que  $10$  et  $15 \text{ A}$  permettent d'atteindre les objectifs environnementaux de rejets fixés à  $800 \text{ mg/L}$  de DCO. Les analyses de DCO (Demande Chimique en Oxygène) indiquent des concentrations résiduelles de  $470$  et  $347 \text{ mg/L}$  respectivement pour  $10$  et  $15 \text{ A}$  et ce après  $150$  et  $120$  minutes de traitement. Toutefois, il est important de prévoir un système de refroidissement pour les fortes intensités ( $\geq 15\text{A}$ ) car elles entraînent l'augmentation de la température dans le réacteur au cours du traitement. Une étudiante béninoise (Isbath Sanni) effectue des travaux de Master sur l'optimisation du procédé électro-catalytique (Procédé EC) pour le traitement des eaux industrielles. Ces travaux sont supervisés par les Profs. Aina et Drogui. D'autres travaux ont été réalisés en Côte d'Ivoire et au Burkina-Faso sous la supervision des Profs. Adouby, Yao et Richardson ont consisté à sélectionner les résidus agricoles les plus appropriés pour la préparation de charbon actif. Des branches de rônier ont été sélectionnés, lesquels résidus sont présents en quantité exploitable en Côte d'Ivoire (sans

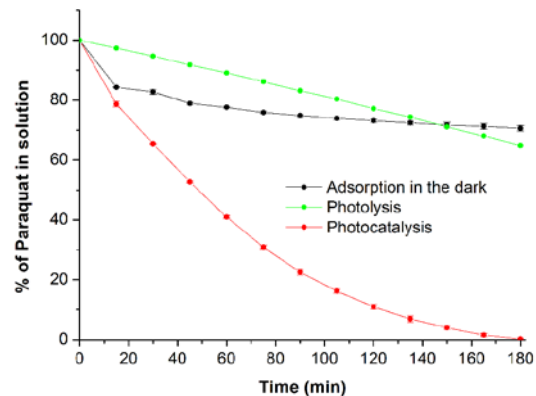


Figure 3 Comparaison entre adsorption, photolyse et photocatalyse: [Paraquat] =  $20 \text{ ppm}$  avec 8 lampes UVC

pratiquement aucun investissement monétaire). La partie subséquente travaux a consisté à concevoir un four traditionnel pour la préparation du charbon actif ([Activité 7](#)) destiné à la purification des eaux en milieu rural. Le four est réalisé de façon traditionnelle avec de l'argile (présent également en quantité exploitable en Côte d'Ivoire). Il est réalisé en s'inspirant de ce qui se fait traditionnellement dans les villages (Figure 4) La température à l'intérieur du four peut atteindre les 360°C au bout de deux heures d'alimentation. Cette température peut être conservée à l'intérieur du four pendant environ 2h lorsque le chauffage est arrêté. Par la suite, ce four a été utilisé pour la préparation de charbon actif à partir des résidus agricoles. Quelques échantillons des bio-adsorbants (charbon actif) ont été acheminés dans les laboratoires de l'INRS pour des fins de caractérisation (analyses MEB, DRX, FTIR, etc.) ([Activité-8](#)). Les diffractogrammes des charbons actifs présentent tous un halo de diffusion aux petits angles, indiquant ainsi une structure amorphe de ces échantillons. Les groupements fonctionnels des échantillons ont été analysés par infrarouge à transformée de Fourier-IRTF. Les spectres obtenus peuvent servir de "carte d'identité spectroscopique" pour les matériaux de charbon actif. Les spectres ont été enregistrés entre 500 et 4000  $\text{cm}^{-1}$  à l'aide d'un spectrophotomètre Thermo Electron Corp Nicolet-6700. Les spectres ont permis de mettre en évidence la présence de certains groupements fonctionnels des échantillons de charbon. L'analyse de ces spectres indique la présence de groupements de type carbonyle (C-O/C=O) observés dans la région entre 1416 et 1800  $\text{cm}^{-1}$  et la présence de groupements de type carboxylique (-COOH) observés autour de 1620  $\text{cm}^{-1}$ . Ces bio-adsorbants ont été par la suite intégrés dans des colonnes pour des tests d'efficacité épuratoire sur des eaux de surface (eau de rivière, eau de lac et eau de puits) ([Activité-9](#) et [Activité-10](#)). Des analyses physicochimiques et microbiologiques ont été effectuées avant et après traitement. En ce qui concerne les paramètres physicochimiques, les valeurs enregistrées suite à la filtration des eaux sur les bio-adsorbants (Procédé Bios) sont en dessous des valeurs requises par l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS). En revanche, en ce qui concerne les paramètres microbiologiques, les normes de l'OMS ne sont pas pour la plupart atteintes. Des améliorations doivent être apportées afin d'améliorer les performances épuratoires du système pour l'élimination de la pollution microbienne. Des essais d'optimisation du procédé **BioS** ([Activité-11](#)) sont présentement en cours dans les laboratoires de de l'INP (des Profs. Adouby et Yao) afin d'évaluer la composition des mélanges, le degré de compaction et la durée d'utilisation des adsorbants avant leur remplacement. Le présent document soumis à l'AUF fait le bilan de nos travaux de recherche tels que prévu à l'[Activité-12](#).

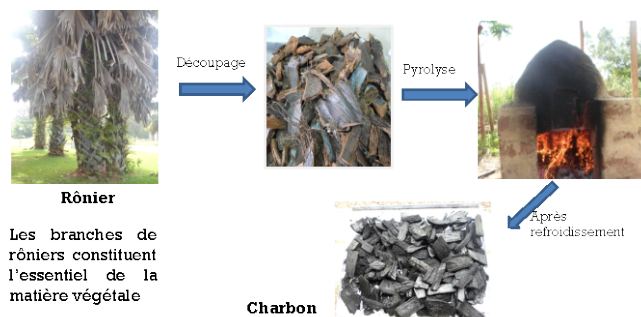


Figure 4 Étape de préparation du charbon actif dans le four traditionnel

## 2. ACTIVITÉS DE COLLABORATION ET D'ÉCHANGES RÉALISÉS AU COURS DE LA 1<sup>ÈRE</sup> ANNÉE

Cette première année a permis d'entreprendre et de réaliser plusieurs activités de collaboration entre les chercheurs impliqués (québécois, ivoiriens, béninois, burkinabés et Français) dans le projet. Les sections suivantes décrivent ces activités ainsi que les retombées utiles de ces collaborations.

- Une rencontre de travail de l'équipe a été organisée en septembre 2016 (du 12 au 20 septembre 2016) à Québec. Cette rencontre d'équipe impliquant les collaborateurs au projet (incluant, les profs. projet **Drogui, Yao, Adouby, Robert, et Richardson**) a permis de consolider les bases de ce partenariat de recherche entre les différentes équipes, pour ce qui a trait à la planification des activités de recherche conjointes à venir et aux échanges du personnel hautement qualifié entre les équipes. Lors de cette rencontre, les équipes (québécoise, ivoirienne, burkinabé et française) ont successivement présenté l'état d'avancement des travaux de recherche par rapport aux objectifs visés du projet.

- Par ailleurs, cette mission de nos collaborateurs à Québec, nous a permis de capitaliser sur nos expertises complémentaires pour la recherche de financement additionnel visant la réalisation d'activités de recherche connexes sur des problématiques environnementales d'actualité. Ainsi, un autre projet (complémentaire au présent projet) a été élaboré. Ce projet porte sur le *"Développement de procédés innovants utilisant des ressources naturelles (Solaire et Biomasse) pour l'assainissement autonome des eaux usées"* Ce projet a été soumis pour financement auprès du PReSeD-CI (Partenariat rénové pour la Recherche au Service du Développement de la Côte d'Ivoire) (projet soumis en novembre 2016).
- Un stagiaire ivoirien (Dr. D. Soro) de l'équipe ivoirienne des Profs. Yao et Adouby a séjourné au centre ETE de l'INRS de Québec (sous la direction du Prof. Drogui). Durant son stage d'une durée de trois semaines (16 juin au 9 juillet 2016), Dr. D. Soro a travaillé sur la photo-dégradation du paraquat en utilisant un photo-catalyseur supporté de TiO<sub>2</sub>. Le docteur D. Soro a eu l'occasion de se familiariser les techniques photo-catalytiques/électro-catalytiques de traitement des eaux.
- Une étudiante étudiante/stagiaire béninoise (Isbath Sanni) effectue des travaux de Master sur l'optimisation du procédé électro-catalytique (Procédé EC) pour le traitement des eaux industrielles.
- Un autre étudiant ivoirien (I. M'Bra) est également impliqué dans ce projet. Le projet de thèse du doctorant I. M'Bra porte principalement sur l'élaboration de film nanostructuré en TiO<sub>2</sub> pour des applications photocatalytiques. Le doctorant ivoirien séjournera dans les laboratoires du Prof. Robert à Strasbourg au cours du printemps 2017. Il travaillera principalement sur les essais en PC utilisant des matériaux nanostructurés.
- Un autre étudiant québécois (S. Komtchou, étudiant inscrit au doctorat à l'INRS) séjourne présentement à l'ICPEES (France) pour un stage d'une durée six mois (02 janvier au 30 juin 2017). Le doctorant S. Komtchou porte sur l'élaboration et la caractérisation de nouveaux matériaux photoactifs SiO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub> codopés avec C et N (SiO<sub>2</sub>/TiO<sub>2-xα</sub>C<sub>x</sub>N<sub>α</sub>). Ces photocatalyseurs seront par la suite utilisés pour la dégradation des pesticides (ex. Paraquat dans l'eau)

### 3. DIFFUSION ET DISSÉMINATION DES RÉSULTATS DE LA RECHERCHE

#### Publications

1. Komtchou S, A Dirany, P Drogui, N Delegan, MA El Khakani, D Robert (2016) *Degradation of atrazine in aqueous solution with electrophotocatalytic process using TiO<sub>2-x</sub> photoanode*, Chemosphere 157, (2016) 79-88.
2. Carabin, P Drogui, D Robert, *Photocatalytic Oxidation of Carbamazepine: Application of an Experimental Design Methodology*. Water, Air, & Soil Pollution 227 (4), (2016) 1-16
3. Marie Le Pivert, Cédric B. D. Marien, Patrick Drogui, Ahmad Dirany, Christian M'Bra and Didier Robert (2017) *Photocatalytic tubular reactor using TiO<sub>2</sub> nanoparticles coated onto SiC foams*. Article soumis dans le journal Water Sciences and Technology.
4. Kopoin K., Y.A. Yobouet., A. Assemian, K.B. Yao, P. Drogui (2017) Factorial design applied for phosphate removal from a synthetic and municipal wastewaters using electrocoagulation. Article en preparation à soumettre dans le journal Separation Purification and Technology.

#### Conférences

1. Marien C., C. Marchal, A. Koch, D. Robert and P. Drogui (2016) Sol-gel synthesis of TiO<sub>2</sub> nanoparticles: effect of Pluronic P123 on particle's morphology and photocatalytic degradation of Paraquat. SPEA-9, 9th European meeting on solar chemistry and photocatalysis: Environmental

applications. 13-17th June 2016, Strasbourg, France.

2. Komtchou S, P. Drogui, A. Dirany, P. Lafrance, N. Delegan, M.A El Khakani, D. Robert (2016) Degradation of atrazine in aqueous solution with electro-photocatalytic process. SPEA-9, 9th European meeting on solar chemistry and photocatalysis: Environmental applications. 13-17th June 2016, Strasbourg, France.
3. Assemian A., E. Kouassi, D. Boa, K. Kopoin, P. Drogui (2016) Optimisation de la décoloration de solutions aqueuses de Bleu de Méthylène par procédé électrochimique d'électrocoagulation. Colloque Eau, Déchets et Développement Durable, 7 – 11 mars 2016, Lomé, Togo.

Résumé du projet, de ses perspectives et de ses faits marquants à des fins de diffusion publique (maximum ½ page, en langage courant accessible à un large public) :

Ce projet de recherche s'inscrit dans les efforts conduits par les chercheurs (Profs. **Drogui, Yao, Adouby, Aina, Robert**, et **Richardson**) impliqués dans cette demande au niveau du développement de technologies innovantes de décontamination de divers rejets domestiques et industriels non connectés à des systèmes centralisés de traitement. L'objectif principal visé par le présent projet est de capitaliser sur les expertises complémentaires des cinq équipes de recherche (Canadienne, Française, Ivoirienne, Beninoise et Burkinabé) pour relever les défis scientifiques et technologiques dans le domaine névralgique de la dépollution des eaux et de la gestion décentralisée des eaux résiduaires domestiques et industrielles. Cette synergie de compétences multidisciplinaires permettra de renforcer le savoir-faire et d'élargir les connaissances nécessaires au développement de procédés innovants, multitâches et efficaces pour le traitement des eaux contaminées par des polluants organiques persistants (POPs), inorganiques et microbiens. De façon plus spécifique, ce projet de recherche vise les quatre objectifs principaux suivants : **1)** le premier est de développer des unités ultra-oxydantes (photocatalytique/électrolytique) portatives pour l'assainissement autonome (sans ajout de produits chimiques) et capables de dégrader les polluants organiques persistants (POPs) des eaux résiduaires domestiques et effluents industriels; **2)** Le second est de développer de nouveaux matériaux bio-adsorbants à base de la biomasse locale (résidus agricoles) et d'optimiser leur capacité d'adsorption en fonction de leurs conditions d'élaboration. Ces nouveaux matériaux bio-adsorbants seront intégrés dans des réacteurs sous forme de colonnes dans le but de mettre au point des procédés hautement efficaces; **3)** Le troisième objectif est de mettre en synergie les techniques ultra-oxydantes (objectif #1) et les propriétés adsorbantes des nouveaux matériaux bio-adsorbants pour accroître la capacité d'élimination de divers types de micropolluants émergents (tels les composés phénoliques, pesticides, hormones, dérivés hormonaux et antibiotiques, etc.); **4)** le quatrième objectif est de développer des modèles mathématiques prédictifs basés sur la méthodologie du plan d'expérience et de surface de réponse pour l'optimisation des conditions opératoires lors de l'application des procédés de traitement ultra-oxydants. En collaborant avec nos collègues ivoiriens qui font partie d'un grand réseau africain regroupant les meilleurs chercheurs d'une dizaine de pays africains œuvrant dans le domaine de l'environnement, et en collaborant avec l'Institut 2IE de Ouagadougou qui est l'institution de recherche la plus prestigieuse en Afrique de l'Ouest dans le domaine des technologies de l'eau, nous apporterons une plus-value indéniable à la qualité de formation de nos étudiants et à l'impact international des résultats de nos recherches. La réalisation des objectifs de ce projet se fera grâce à la conjugaison des compétences complémentaires des cinq équipes de recherche et aux échanges croisés des idées, des expériences et des chercheurs et étudiants africains, canadiens et français. Nous entrevoyons, en particulier, des stages de formation croisés (au Canada, en France, en Côte d'Ivoire, au Bénin et au Burkina-Faso) pour les étudiants des cinq institutions à hauteur de 1 à 2 mois/an. De plus, les chercheurs principaux (Drogui, Yao, Adouby, Robert, Aina et Richardson) feront également des

séjours croisés dans les laboratoires de leurs collaborateurs par alternance et à hauteur de 2 semaines/an. En somme, ce projet de collaboration permettra la formation d'au moins huit étudiants gradués (Étudiants/stagiaires E1 à E8). Les livrables de ce projet se présentent comme suit : **j)** Acquérir de nouvelles connaissances et savoir faire dans le domaine de l'assainissement non collectif en utilisant la biomasse locale pour le traitement des eaux usées domestiques et industrielles; **ii)** Développer des systèmes intégrés ultraoxydants moins coûteux, efficaces, portatifs, écologiques et accessibles pour la dépollution des eaux par voie solaire en utilisant des matériaux photocatalytiques; **iii)** Proposer un prototype de réacteur adapté à l'assainissement décentralisé des eaux résiduaires et à l'élimination des POPs; **iv)** Rédiger un rapport final au terme du projet, incluant l'étude technico-économique, les conclusions et les recommandations afin de favoriser une meilleure intégration des approches technologiques développées.

Date et signature du responsable de projet :



Vendredi 13 janvier 2017

## Rapport financier

Merci de numérotter et de joindre l'ensemble des factures correspondantes aux dépenses, avec nom, date et signature des organisations émettrices. Le nombre de lignes de chaque tableau sera ajusté en fonction du projet.

### 1/ Dépense globale, par activité :

Numéro de l'activité (tel que dans l'annexe 13 de la convention)	Nom de l'activité (tel que dans l'annexe 13 de la convention)	Dépense totale prévue (en euros)	Dépense totale réalisée (en euros)	Écart (en valeur absolue)	Écart (en %)	Part du budget total consommé (en %)

### Commentaires :

### Précisions sur les dépenses engagées en ressources propres, ou par les partenaires :

### 2/ Liste détaillée des dépenses :

Nom de la dépense (une facture = une dépense)	Nature de la dépense (tel que dans l'annexe 12 de la convention)	Bénéficiaire (tel qu'identifié sur la facture)	Numéro de la facture (tel qu'attribué à la facture)	Nom de l'activité concernée (tel que dans l'annexe 13 de la convention)	Numéro de l'activité concernée (tel que dans l'annexe 13 de la convention, par ordre d'activité)	Montant de la dépense (en euros)

### Commentaires :

Le total des fonds mis à notre disposition pour la première année s'élève à 45399\$CAN.

Le total des dépenses s'élève à 42509\$ CAN (incluant, les allocations et bourse de stages, les frais de voyage, etc.)

### Date et signature du responsable de projet :

Nom, date et visa du responsable financier de l'établissement de rattachement du responsable de projet :