

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mohamed BOUDIAF – M'sila

Faculté de Technologie

Département d'hydraulique



Polycopié des travaux pratiques Épuration des eaux usées



Niveau concerné: 2^{ème} Année Master, Hydraulique Urbaine (HU) et Ressources Hydrauliques (RH)

Réalisé par : Mr. TIAIBA Mohammed

Année Universitaire : 2020/2021

Matière d'enseignement

Unité d'enseignement : UEM 2.1

Matière : TP Epuration des eaux usées

VHS: 22h30 (TP 1h30)

Crédits : 2

Coefficient : 1

Objectifs de l'enseignement

Les objectifs assignés par cette matière portent sur l'initiation des étudiants à mettre en pratique les connaissances théoriques acquises dans le cours de l'épuration des eaux résiduaires. L'étudiant sera en mesure d'utiliser les appareils de mesures de paillasse ainsi que les pilotes destinés à réaliser des études sur l'épuration des eaux.

Connaissances préalables recommandées

- Chimie des eaux ;
- Biologie des eaux ;
- Traitement des eaux ;
- Epuration des eaux.

Contenu de la matière

- TP 1 : Mesure des matières en suspension
- TP 2 : Détermination de la demande biochimique en oxygène (DBO)
- TP 3 : Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)
- TP 4 : Détermination du dosage de l'azote total Kjeldhal (NTK)

Mode d'évaluation :

Contrôle continu: 100%.

TP 1 : MESURE DES M.E.S (Matières en suspension)

Définition

Les matières en suspension (MES) constituent l'ensemble des particules minérales et/ou organiques présentes dans une eau naturelle ou polluée. Elles peuvent être composées de particules de sable, de terre et de sédiment arrachées par l'érosion, de divers débris apportés par les eaux usées ou les eaux pluviales très riches en MES, d'êtres vivants planctoniques (notamment les algues). Elles correspondent à la concentration en éléments non dissous d'un échantillon.

L'abondance des matières en suspension dans l'eau favorise la réduction de la luminosité et abaisse la production biologique du fait, en particulier, d'une chute de l'oxygène dissous consécutive à une réduction des phénomènes de photosynthèse.

La détermination des matières en suspension dans l'eau s'effectue par filtration ou par centrifugation. La méthode par centrifugation est surtout réservée aux eaux contenant trop de matières colloïdales pour être filtrées dans de bonnes conditions, en particulier si le temps de filtration est supérieur à une heure.

A / Méthode par filtration

La mesure des MES par filtration repose sur le principe de la double pesée : un volume d'eau est filtré sur une membrane (préalablement pesée à vide) de 1,5 microns et les résidus sur cette dernière sont pesés. Le rapport de la différence de masse sur le volume d'eau filtré donne la concentration des MES en milligramme/litre.

Matériel :

- Equipement de filtration sous vide ;
- Filtres en microfibrilles de verre Wattman GF/C (\varnothing 47mm) ;
- Fioles jaugées ou éprouvettes graduées ;

Mode opératoire

Peser un papier filtre sans sandres soit M_1 . Mettre le dispositif de filtration en marche. Homogénéiser l'échantillon et prendre un volume et les verser sur le papier filtre. Rincer le flacon ayant contenu l'échantillon par quelques gouttes d'eau distillée. Après filtration, mettre le papier filtre dans une étuve réglée à 105 °C jusqu'à évaporation totale de l'eau. Refroidir dans un dessiccateur, puis peser-le une deuxième fois, soit M_2 . Mettre le papier filtre dans un creuset en platine ou en porcelaine taré soit M' auparavant dans un four réglé à 525 ± 25 °C pendant deux (02) heures. Refroidir dans le dessiccateur et peser le creuset avec le papier filtre soit M'' .

Soit $M_3 = (M'' - M')$.

B / Méthode par centrifugation

Un certain volume d'eau est centrifugé à 4500 tr/mn, pendant 20 minutes. Le culot est ensuite recueilli, séché à 105 °C, refroidi et pesé. Ensuite, il est calciné à (525 ± 25) °C, refroidi puis pesé.

Matériel :

- Centrifugeuse susceptible de tourner à 4500 tr/mn ;
- Etuve ;
- Four ;
- Creusets en porcelaine.

Mode opératoire :

Centrifuger un volume d'eau homogénéisée à 4500 tr/mn pendant 20 minutes ; séparer le liquide surnageant par siphonnage sans perturbation du dépôt. Les culots de matières sont transvasés dans une capsule tarée auparavant soit M_1 . Rincer les tubes ayant contenu l'échantillon par l'eau distillée. Introduire les eaux de lavage avec les culots dans les capsules, que l'on met par la suite dans une étuve réglée à 105 °C jusqu'à évaporation totale de l'eau. Refroidir dans un dessiccateur pendant 30 à 40 minutes. Peser alors la capsule soit M_2 . La capsule est portée à 525 ± 25 °C pendant 02 heures. Refroidir de la même manière et peser la capsule une troisième fois soit M_3 .

M_1 : poids en gramme de la capsule vide.

M_2 : poids en gramme de la capsule + culots après chauffage à 105 °C.

M_3 : poids en gramme de la capsule après calcination à (525 ± 25) °C.

Questions :

1. Calculer les matières en suspension totales, organiques et minérales par les deux méthodes.
2. Comparer les deux méthodes.
3. Quels sont les traitements nécessaires pour les eaux ayant de grandes quantités de matières en suspension ?

TP 2 : LA DEMANDE BIOCHIMIQUE EN OXYGENE (DBO)

I. Principe

La demande biochimique en oxygène (DBO) est une expression pour indiquer la quantité d'oxygène qui est utilisée pour la destruction de matières organiques décomposables par des processus biochimiques. La mesure de la DBO_5 est faite selon la méthode manométrique (par mesure de pression dans un système fermé) basée sur le principe du respiromètre de WARBURG au cours duquel la respiration de la biomasse est directement mesurée par un appareil. Un volume d'échantillon est placé dans des flacons à bouchon rodé.

Une quantité d'eau est versée dans une bouteille d'incubation de 510 mL, fermée avec un bouchon muni d'un capteur de pression (oxytop). Le volume choisi est fonction de la gamme de mesures souhaitée. L'appareil de mesure, de type OxiDirect (BSB BOD), est placé dans un réfrigérateur maintenu à 20 °C. On suit ensuite, en fonction du temps, soit tous les jours pendant 5 jours pour la DBO_5 , la consommation d'oxygène, qui se traduit par une diminution de la pression d'air. L'oxydation des matières organiques provoque la formation de CO_2 qui sera piégé par une solution de l'hydroxyde de potassium (KOH) qui se trouve dans le joint caoutchouc du flacon. Ainsi il se développe une dépression dans la bouteille.

L'ajout de l'inhibiteur de nitrification (ATH : allyle 2 thio-urée) permet de freiner la nitrification, car l'oxydation des dérivés ammoniacaux et des nitrites en nitrates absorbe également de l'oxygène. Cette amine joue un rôle d'inhibiteur.

I.1. Matériels nécessaires



Figure 1 : Bouteilles DBO



Figure 2 : Incubateur

I.3. Paillasse

- 4 Bouteilles de 500 ml
- Etuve 20°C
- 1'allyle 2 thio-urée : C₄H₈N₂S
- KOH

Mode opératoire

- Evaluer la plage de mesure de l'échantillon à analyser et choisir le volume d'échantillon selon le tableau ci-dessous
- Mesurer exactement le volume d'échantillon à l'aide du ballon de débordement et le verser dans un flacon DBO (éventuellement utiliser un entonnoir)
- Introduire un barreau d'agitation dans le flacon DBO
- Ajouter les gouttes nécessaires d'ATH (tableau ci-après) dans le flacon
- Visser la sonde DBO sur le flacon
- Poser l'échantillon sur le support à flacons
- Mettre l'appareil en marche en appuyant sur la touche ON/OFF
- Incuber l'échantillon à 20 °C.
- Relever les valeurs après 5 jours.

Tableau I.1 : Volume d'échantillon en fonction de la gamme de la DBO₅

Gamme de la DBO₅ (mg O₂/L)	Volume de l'échantillon (mL)	Dosage (ATH)
0 – 40	428	10 gouttes
0 – 80	360	10 gouttes
0 – 200	244	5 gouttes
0 – 400	157	5 gouttes
0 – 800	94	3 gouttes
0 – 2000	56	3 gouttes
0 – 4000	21.7	1 goutte

I.5. Questions

- 1- Tracer la courbe DBO= f(T)
- 2- Que peut-on dire de cette eau ?
- 3- La température a-t-elle une influence directe sur l'oxygène dissous dans l'eau ?
- 4- Pourquoi l'oxygène dissous est-il important ?
- 5- Quelle est la teneur moyenne d'oxygène dans les eaux de surface non polluées ?

TP 3 : LA DEMANDE CHIMIQUE EN OXYGENE (DCO)

I. Principe

La demande chimique en oxygène DCO expose les exigences en oxygène des matières oxydables présentes dans l'eau d'un effluent. Il s'agit en grande partie de matières organiques qui seront oxydées lors de réactions enzymatiques, ou d'ions oxydables (fer ferreux, chlorures, sulfures, nitrites...), la DCO permet de comprendre la valeur du traitement appliquer et d'évaluer l'impact des rejets sur l'environnement.

La DCO correspond à la quantité d'oxygène émanant du dichromate de potassium réagissant, dans les conditions opératoires du procédé indiqué, avec les substances oxydables contenues dans 1 l d'eau. 1 mol de $K_2Cr_2O_7$ correspond à 1,5 mol de O_2 Indication en mg/l de DCO (= mg/l de O_2)

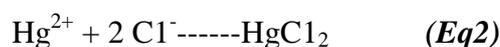
Les réactions peuvent être schématisées comme suit :

❖ *Oxydation des substances (s*) présentes dans l'eau*

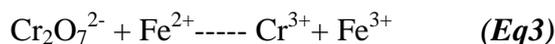


❖ Intervention d'un agent masquant

Pour éviter l'oxydation des ions chlorures en chlore, on utilise le sulfate de mercure (II) qui complexe les ions Cl^- :



❖ Réaction de dosage



I.2. Produits et matériels

I.2.1. Produits

- Acide sulfurique concentré $d = 1,83$ g/l (dangereux) ;
- Acide sulfurique dilué 4 M ;
- Solution de sulfate d'argent dans l'acide sulfurique concentré, (dangereux) ;
- Solution de sulfate de fer d'ammonium environ 0,12 M ;
- Sulfate de mercure en cristaux ;
- Solution de dichromate de potassium 0,04 M ;
- Solution aqueuse de sulfate de tris (1,10-phénanthroline)fer (II) (ferroïne).

I.2.2. Matériel

- Dispositif à reflux ;
- Ballons de 250 ml ;
- Pipette jaugée de 5 ml ;
- Burette de 25 ml ;
- Eprouvette de 10 ml et de 20 ml ;
- Rampe chauffante ;
- Agitateur magnétique.



Figure 1 : Dispositif à reflux

I.3. Protocol opératoire

❖ Détermination du titre exact du sel de Mohr

- Dans un erlen de 250 ml, introduire 10 ml de solution de $K_2Cr_2O_7$ 0,25 N et 90 ml d'eau distillée
- Ajouter lentement 30 ml de H_2SO_4 concentré. Refroidir.
- Ajouter 3 gouttes de ferroïne.
- Titrer par sel de Mohr contenu dans la burette.
- Observer les changements de coloration.
- Le point équivalent correspond au virage du bleu-vert au rouge-brun.
- Noter le volume de sel de Mohr de burette VSDM et en déduire le titre de la solution

❖ Oxydation (2 heures de réaction)

- Dans un tube rodé de 250 ml, introduire 0,4 g de sulfate mercurique, puis 20 ml d'échantillon, 10 ml de la solution de bichromate et (lentement) 30 ml du mélange d'acide sulfurique et de sulfate d'argent.
- Agiter pour bien homogénéiser et ajouter une ou deux pierres ponce avant de mettre à chauffer.
- Installer le reflux. Ne pas graisser à la silicone car il pourrait réduire le bichromate. On lui préfère un rode en Téflon. Ni l'acide sulfurique ni le bichromate ne sont volatils. Il y a six positions simultanées.
- On préparera donc en même temps : un blanc d'eau distillée et 5 échantillons. Compte tenu du mode de dosage en retour, il faut être sûr que le bichromate est en excès mais pas trop. On ne peut pas changer les quantités de bichromate. On sera donc amené à effectuer plusieurs dilutions d'un échantillon complètement inconnu.

❖ *Dosage*

- Récupérer l'ensemble avec précaution et sans hâte au bout de deux heures de chauffage en rinçant et rassemblant bien tous les résidus.
- Laisser refroidir un peu avant de manipuler le système. Il y a ici un très grave danger en cas de projection de bichromate acide bouillant. Attention particulièrement aux yeux. La peau restera marquée à vie en cas de contact (brûlure profonde).
- On doit aboutir à un volume d'environ 140 mL que l'on dose avec le sel de Mohr en présence de ferroïne.
- Attention, on ne pourra pas recommencer le dosage !

1.4. Questions

- 1- Ecrire les demi-équations électroniques relatives à chaque réactif.
- 2- Quel est le rôle du dichromate de potassium
- 3- Calculer alors la DCO en mg.L^{-1} d'équivalent dioxygène en remplacement du bichromate ?
- 4- Donner une formule reliant la DCO, les volumes de titration et la concentration en bichromate ?

TP 4 : DOSAGE DE L'AZOTE TOTAL (METHODE DE KJELDHAL)

L'azote organique contenu dans les eaux naturelles ou usées peut provenir d'une fuite de produits organiques azotés synthétiques, en particulier du fait des rejets industriels. Cet azote peut aussi être d'origine naturelle, résultant de la décomposition des végétaux, des animaux ou de leur métabolisme (acides aminés, protéines, urée, etc).

Ces dérivés organiques azotés naturels sont biodégradables par les micro-organismes et transformés en azote ammoniacal avant d'être oxydés.

Le dosage de l'azote organique se fait selon la méthode classique de Kjeldhal.

Principe :

Cette méthode comporte une digestion énergique des matières organiques, en présence d'acide sulfurique concentré et d'un catalyseur (sulfate de mercure) à une température de 360 °C. Le processus de digestion convertit l'azote organique en sulfate d'ammonium. Par passage en milieu alcalin, on libère l'ammonium que l'on dose après distillation par acidimétrie.

Réactifs :

- Acide sulfurique concentré.
- Acide borique à 4%.
- Indicateur de Teshiro.
- Sulfate de mercure cristallisé ou l'hypophosphite de sodium.
- Sulfate de potassium cristallisé.
- Solution d'acide sulfurique à 0,02 N.
- Solution d'hydroxyde de sodium à 50%.

Mode opératoire :

Dans un ballon tricol d'un litre et contenant quelques billes de verre ou des pierres ponce, introduire 200 ml d'eau à analyser, 10 g de sulfate de potassium et 20 ml d'acide sulfurique concentré. Mettre l'appareil de distillation en marche jusqu'à atteindre une température de 360 °C environ. Laisser refroidir à température ambiante. Laver la verrerie qui a servi auparavant sauf le ballon tricol ; ajouter alors 200 ml d'eau distillées et environ 75 ml de la solution d'hydroxyde de sodium à 50% (l'addition de NaOH se fait par intermittence et par petites quantités). Dans un bêcher de 250 ml, mettre 1 ml d'acide borique à 4%, 30 à 40 ml d'eau distillée et 4 à 5 gouttes de l'indicateur Teshiro, enfin procéder à la distillation de la même manière que pour l'azote ammoniacal, une fois le distillat récupéré, titrer par la solution d'acide sulfurique à 0,02 N.

Expression des résultats :

$$C_N \text{ (en ppm)} = \frac{(V-V') \cdot 0,02 \cdot 14 \cdot 1000}{V''}$$

V'' : volume de la prise d'essai

V : volume de l'acide sulfurique 0,02 N nécessaire au dosage de l'échantillon.

V' : volume de l'acide sulfurique 0,02 N nécessaire au dosage de l'eau distillée.

Questions :

1. Calculer C_N
2. Donner les différentes étapes du dosage avec les réactions qui s'y déroulent.
3. Citer les différentes formes d'azote.