



# **CARACTÉRISATION DU COLMATAGE CHIMIQUE ET BIOLOGIQUE ET LEURS INTERACTIONS AU SEIN D'UN DISPOSITIF DE MICRO-IRRIGATION DANS LE CONTEXTE DE LA RÉUTILISATION DES EAUX USÉES ÉPURÉES EN IRRIGATION**

Date du début de la thèse: février 2014  
Soutenance prévu: février 2017

Doctorante: Nancy Rizk

Directeur de thèse: Nicolas Roche

Encadrants: Nassim Ait Mouheb, Bruno Molle



# Plan

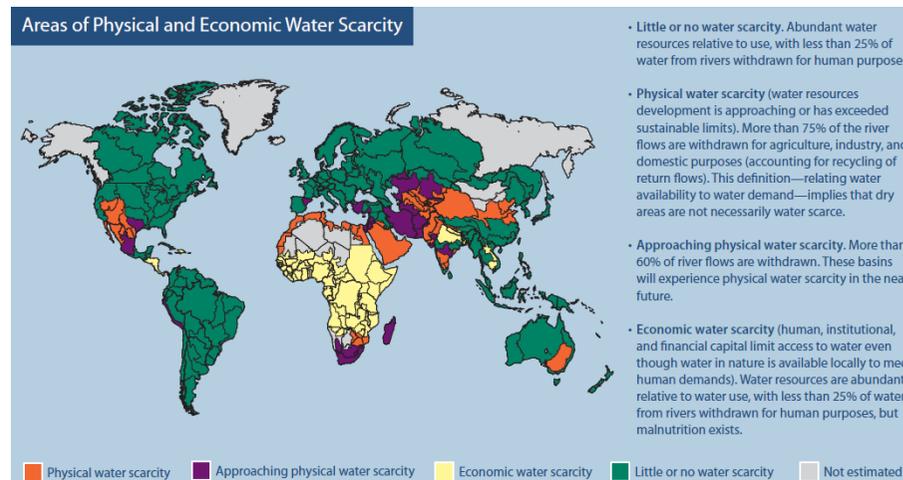
- ❖ Contexte
- ❖ Irrigation
- ❖ Micro-irrigation
- ❖ Objectifs de la thèse
- ❖ Etude expérimentale du colmatage chimique
- ❖ Etude expérimentale du colmatage biologique
- ❖ Interaction colmatage biologique et chimique



# Contexte

Le développement économique s'accompagne aujourd'hui d'une augmentation de la consommation d'eau qui suscite l'apparition de problèmes liés à la disponibilité ou à la qualité de la ressource.

FAO 2007



## Solution

Utilisation des eaux usées traitées pour l'irrigation

# Irrigation



Irrigation gravitaire

Facile, très bien maîtrisée et peu coûteuse

Beaucoup de perte d'eau par évaporation et par percolation



Irrigation par aspersion

✓ Economiser de la main d'œuvre, irrigue de grandes surfaces

✗ Pertes dues à la dérive et à l'évaporation, impact sur le sol et les cultures



Micro-irrigation

✓ Economie d'eau, peu de main d'œuvre, bonnes conditions phytosanitaires, économie d'énergie

✗ Sensibilité au colmatage, investissement plus élevés

# Micro-irrigation

- Irrigation au pied de la plante à l'aide de distributeurs posés en surface du sol ou enterrés.
- Génération de perte de charge a l'aide de géométries complexes des canaux dans le goutteur.

Contexte de recherche: réutilisation des eaux usées épurées



Argiles (inférieure à 2  $\mu\text{m}$ )  
Limons (2  $\mu\text{m}$  à 50  $\mu\text{m}$ )  
Sables fins (50  $\mu\text{m}$  à 200  $\mu\text{m}$ )

Colmatage Physique



Biofilms, algues

Colmatage Biologique



Phosphates, sulfates, fer, carbonate de calcium et magnésium

Colmatage Chimique

Mécanismes couplés

# Objectifs de la thèse

- 1) Analyse expérimentale et par modélisation des paramètres induisant la précipitation chimique lors de la réutilisation des eaux usées traitées en irrigation.
- 2) Etude de la cinétique de formation du biofilm dans un réacteur de Taylor Couette sur un support en PE.
- 3) Effet de la présence du  $\text{CaCO}_3$  dans l'eau sur le développement du biofilm et analyse de la proportion et du type de précipitation inorganique fixés sur ce biofilm.



# Qualités d'eaux usées traitées étudiées: (2012 à gauche et 2015 à droite)



| ANALYSE                                     | RESULTAT | UNITE     |
|---|----------|-----------|
| <b>EQUILIBRE CALCO-CARBONIQUE</b>           |          |           |
| TEMPERATURE DE LEAU A LA MESURE DU p        | 18.2     | °C        |
| * PH  | 7.30     | Unites pH |
| TITRE ALCALIMETRIQUE                        | <2       | °F        |
| * TITRE ALCALIMETRIQUE COMPLET              | 26.1     | °F        |
| TITRE HYDROTOMETRIQUE                       | 22.3     | °F        |
| <b>FER ET MANGANESE</b>                     |          |           |
| FER TOTAL                                   | 0.08     | mg/l      |
| MANGANESE TOTAL                             | <4.00    | µg/l      |
| <b>PROP. OPTIQUES ET ORGANOLEPTIQUES</b>    |          |           |
| * TURBIDITE NEPHELOMETRIQUE                 | 2.03     | NTU       |
| Absorbance UV 254 nm apres filtration 0.45  | 0.167    | cm-1      |
| <b>OLIGO-ELEMENTS ET MICROPOLLUANTS M</b>   |          |           |
| FLUORURES                                   | <0.50    | mg/l      |
| ALUMINIUM TOTAL                             | <20      | µg/l      |
| <b>MINERALISATION</b>                       |          |           |
| T°C de l'eau a la mesure de la conductivite | 18.5     | °C        |
| * CONDUCTIVITE (mesure corrigée a 25°C)     | 1270     | µS/cm     |
| MAGNESIUM                                   | 7.0      | mg/l      |
| POTASSIUM                                   | 18.1     | mg/l      |
| SODIUM                                      | 119      | mg/l      |
| SULFATES                                    | 109      | mg/l      |
| CHLORURES                                   | 171      | mg/l      |
| CALCIUM                                     | 133      | mg/l      |
| <b>PARAMETRES AZOTES ET PHOSPHORES</b>      |          |           |
| * AMMONIUM (EN NH4)                         | 0.37     | mgNH4/l   |
| NITRATES (EN NO3)                           | 9.8      | mg/l      |
| * NITRITES (EN NO2)                         | 0.17     | mg/l      |
| * AZOTE KJELDAHL (EN N)                     | 2.31     | mg N/l    |
| * PHOSPHORE TOTAL (EN P)                    | 0.17     | mg P/l    |
| <b>OXYGENE ET MATIERES ORGANIQUES</b>       |          |           |
| * CARBONE ORGANIQUE TOTAL                   | 6.80     | mg/l      |
| * DCO                                       | <30      | mg O2/l   |
| * M.E.S. (Filtre Whatman GF/C)              | 5.0      | mg/l      |

| ANALYSE                                     | RESULTAT | UNITE     |
|---|----------|-----------|
| <b>CONTEXTE ENVIRONNEMENTAL</b>             |          |           |
| Température de l'échantillon à réception    | 16.0     | °C        |
| <b>EQUILIBRE CALCO-CARBONIQUE</b>           |          |           |
| Température de l'eau à la mesure du pH      | 18.8     | °C        |
| * PH  | 7.2      | Unites pH |
| TITRE ALCALIMETRIQUE                        | <2       | °F        |
| * TITRE ALCALIMETRIQUE COMPLET              | 26.9     | °F        |
| TITRE HYDROTOMETRIQUE                       | 50.0     | °F        |
| <b>OLIGO-ELEMENTS ET MICROPOLLUANTS</b>     |          |           |
| FLUORURES (Sous-traités)                    | 0.08     | mg/l      |
| <b>MINERALISATION</b>                       |          |           |
| T°C de l'eau à la mesure de la conductivite | 18.7     | °C        |
| * CONDUCTIVITE (mesure corrigée à 25°C)     | 1240     | µS/cm     |
| MAGNESIUM (Sous-traité)                     | 5.97     | mg/l      |
| POTASSIUM (Sous-traité)                     | 16.70    | mg/l      |
| SODIUM (Sous-traité)                        | 105.50   | mg/l      |
| SULFATES (Sous-traités)                     | 109.0    | mg/l      |
| CHLORURES (Sous-traités)                    | 161.0    | mg/l      |
| CALCIUM (Sous-traité)                       | 134.1    | mg/l      |
| <b>METAUX</b>                               |          |           |
| ALUMINIUM TOTAL (Sous traité)               | <0.010   | mg/l      |
| <b>OXYGENE ET MATIERES ORGANIQUES</b>       |          |           |
| * DBO <sub>n</sub> (avec ATU)               | 1.0      | mg O2/l   |

Donnée de 2015

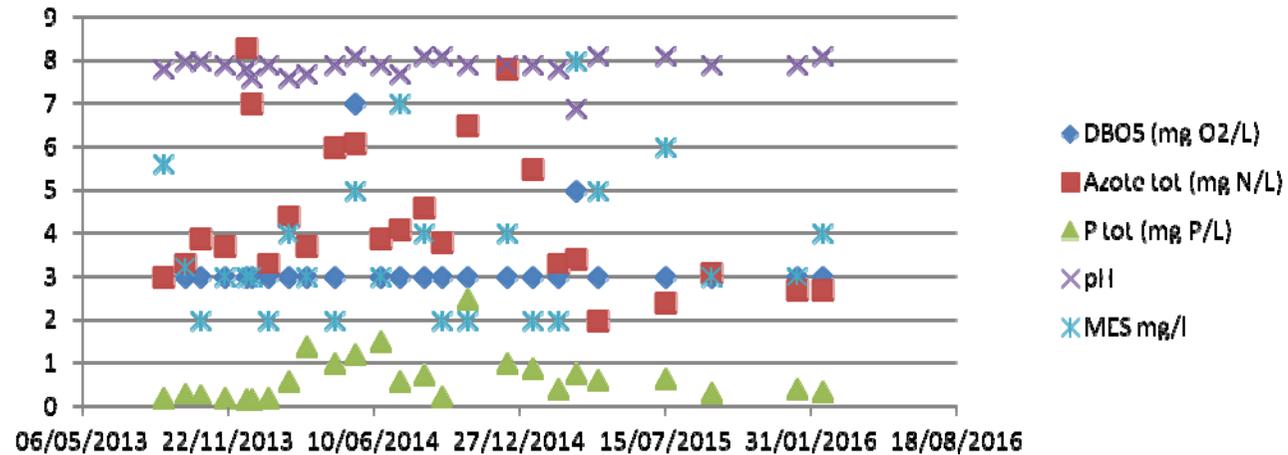
- Paramètre influençant le plus le colmatage chimique
- Paramètre influençant le plus le colmatage biologique

Donnée de 2012



La croissance de la biomasse nécessite des apports nutritifs en carbone (DBO5), azote (NTK) et phosphore (Pt) dans la proportion de **100 / 5 / 1**.

- Qualité de l'eau traité de Mauguio entre aout 2013 et février 2016



Evolution de la DBO5, N tot, P tot, pH et MES de l'eau traitée en sortie de la STEP

|            | DBO5 (mg O <sub>2</sub> /L) | Azote tot (mg N/L) | P tot (mg P/L) | pH         | MES mg/l   |
|------------|-----------------------------|--------------------|----------------|------------|------------|
| Moyenne    | 3,24                        | 4,34               | 0,6692         | 7,864      | 3,632      |
| Ecart-type | 0,879393731                 | 1,71148084         | 0,546114457    | 0,25146239 | 1,65597907 |

# Etude expérimentale du colmatage chimique



Filtration  
0.45  $\mu\text{m}$



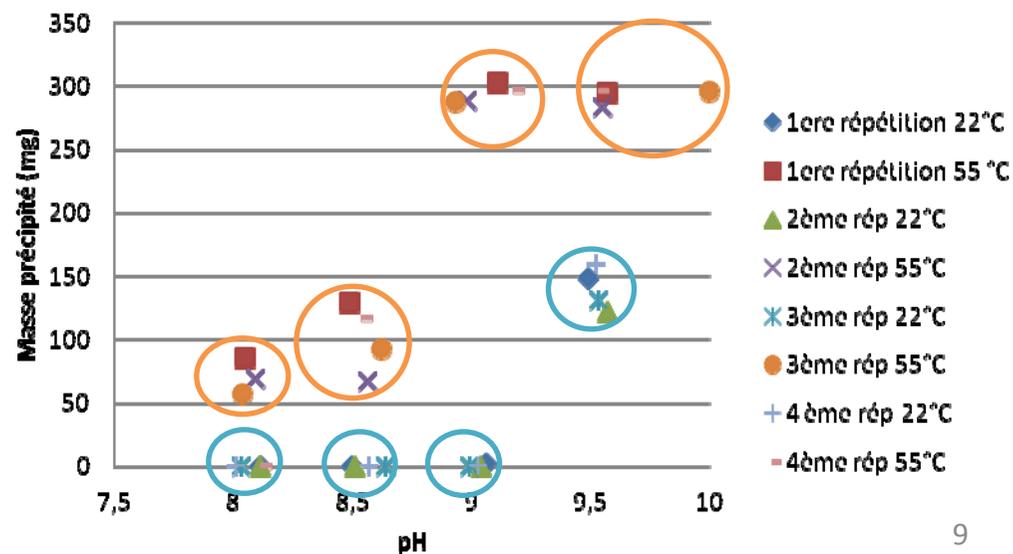
Filtration +  
passage à  
l'étuve (24h  
105°C)

V = 1 L par pH et par T°C  
pH 8, 8.5, 9 et 9.5 (NaOH 0.1  
M) T°C 22°C et 55°C



Peser  
(précision de  
la balance: 0.1  
mg)

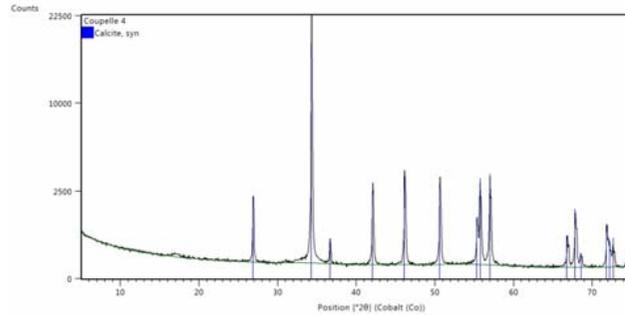
## Evolution de la masse du précipité en mg en fonction du pH et de la température



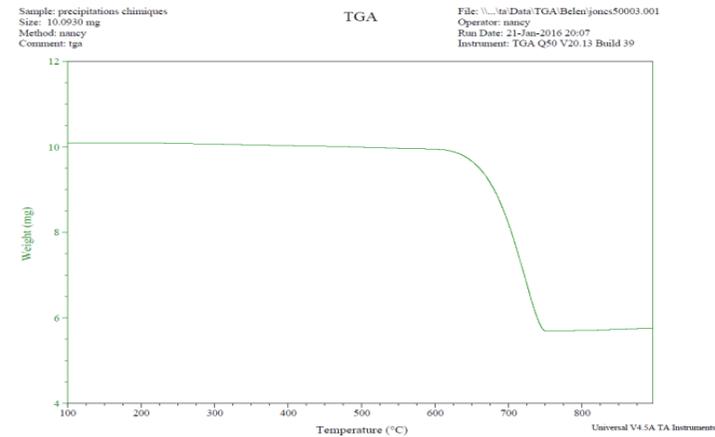


- Caractérisation de la précipitation chimique:

Les précipités formés ont été ensuite analysés par la diffractométrie de rayons X (CEREGE) et l'analyse thermogravimétrique (M2P2), 98% en masse s'est avéré être du carbonate de calcium sous forme de calcite.



A pH = 9.5; T = 22°C et pH = 8.5; T = 55°C les échantillons contiennent uniquement de la calcite.



A pH = 9.5; T = 22°C l'échantillon contient uniquement du carbonate de calcium.



- Modélisation par PhreeqC (version interactive):

**But:** Corréler l'expérimental à la modélisation et essayer de prédire l'entartrage et la quantité de carbonate de calcium obtenue en utilisant une qualité d'eau bien définie.

**Principe:**

- On fait rentrer les paramètres de notre eau et lui il calcule:

- L'activité
- SI

$$SI = \log \frac{PAI}{Ks} = \log PAI - \log Ks$$

$Ks$

Si  $IS > 0 \rightarrow$  précipitation

Si  $IS = 0 \rightarrow$  équilibre

Si  $IS < 0 \rightarrow$  dissolution

Avec  $IS =$  Indice de saturation

$PAI =$  Produit d'activité des ions concernés à l'instant  $t$   
 $= [Ca^{2+}] \times [CO_3^{2-}]$

$Ks =$  Produit de solubilité ou constante de solubilité à l'équilibre

$$= [Ca^{2+}]_{eq} \times [CO_3^{2-}]_{eq}$$

```

PHREEQC Interactive - [Mauguio pH 6 fix avec CO2]
File Edit Insert View Options Window Help
Initial conditions
Forward and inverse modeling

-start
10 graph_x TC
20 graph_y SI ("Calcite")

-end

REACTION_TEMPERATURE 1
0 100 in 11 steps

SOLUTION 1
temp      25
pH        6
pe        4
redox     pe
units     mg/l
density   1
Al        0.02
Alkalinity 261
B         0.14
Ba        0.05
Br        0.18
Ca        133
Cd        0.005
Cl        171
Cu        0.02
F         0.5
Fe        0.08
K         18.1
Li        0.02
Mg        7
Mn        0.04
N(3)     0.05
N(5)     2.21
N(-3)    0.287
Na        119
Ntg      4.757
P         0.17
Pb        0.05
S(6)     36.4
Si        12
Sr        0.39
Zn        0.03
-water   1 # kg

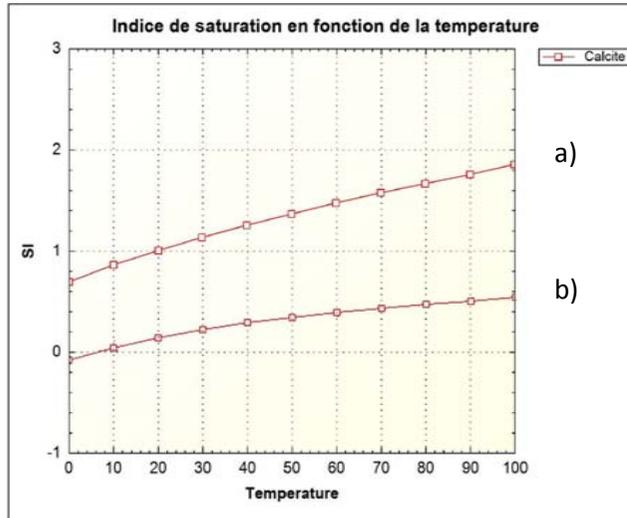
EQUILIBRIUM_phASES 1
Fix_H+   -6 HCl
CO2(g)   -3.5

end

END
Ready
  
```



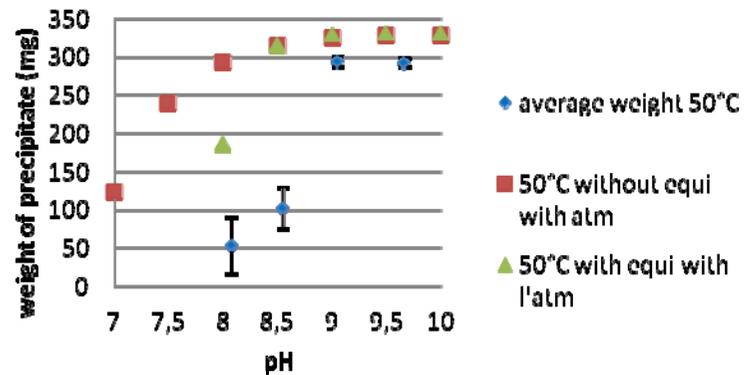
## Le gaz carbonique:



- a) Sans équilibre avec le  $\text{CO}_2$  atmosphérique  
 → même condition que les conduites et les goutteurs
- b) Avec équilibre avec le  $\text{CO}_2$  atmosphérique  
 → même condition que les béccher et les sorties des goutteurs

## Comparatif entre l'expérimentation et la modélisation à 55°C:

### Comparaison entre l'expérimentale et la modélisation à T=55 °C



# Etude expérimentale du colmatage biologique



Banc Taylor-Couette

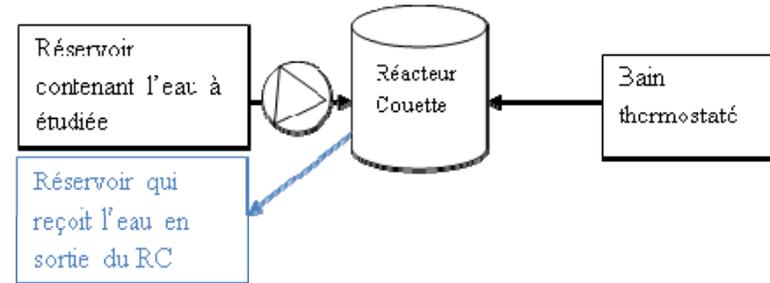
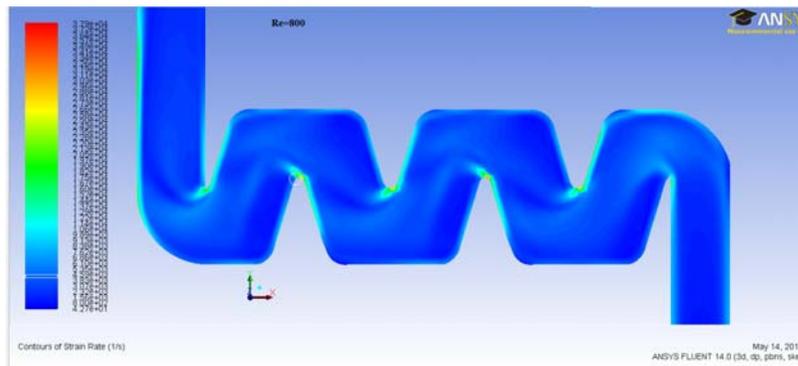


Schéma du banc

**But:** Reproduire des contraintes de cisaillements dans le RC correspondant à ceux des goutteurs utilisés dans les travaux de Al-Muhammad et al 2014 (goutteur en ligne type Gr).



| Paramètre                  | Lesquels             | Comment   |
|----------------------------|----------------------|---|
| Contrainte de cisaillement | 4.419 pa<br>2.206 pa | Variant la vitesse de rotation du cylindre interne → respectivement 190 et 129 tours/min. |



CFD montrant les gradients de vitesse dans les chicanes

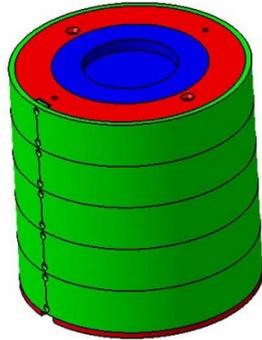
Gradient de vitesse \* viscosité dynamique = contrainte de cisaillement

Pour l'eau la viscosité dynamique est de  $1,00 \times 10^{-3}$  Pa.s

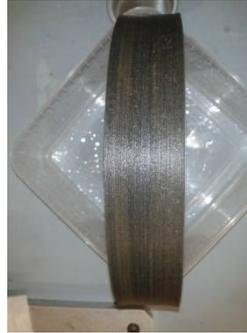


- Mesure MES/MVS

5 bandes de PE fixés sur le cylindre interne chacune ayant une surface de 1216 cm<sup>2</sup>.



Cylindre interne

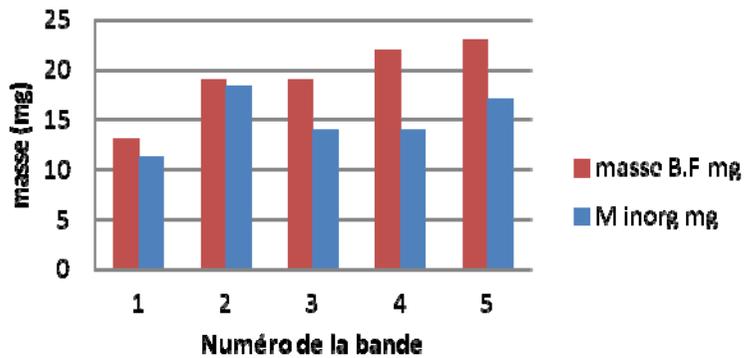


Bande en PE + biofilm



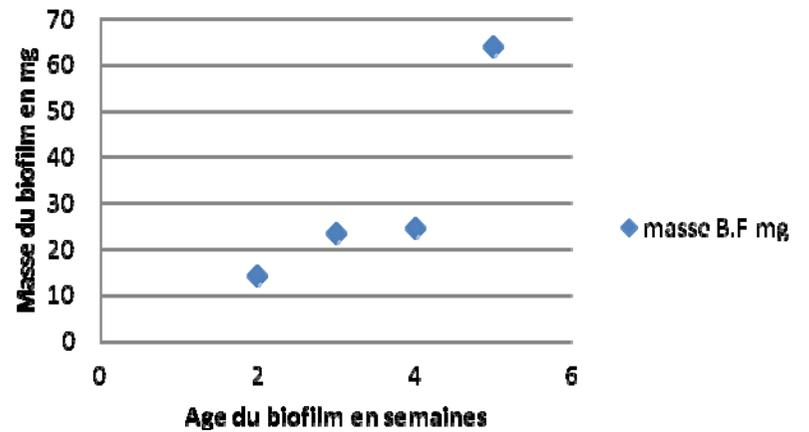
MS après passage à l'étuve (105°C 24h)  
MVS après passage au four (550°C 2h)

### MS et MVS



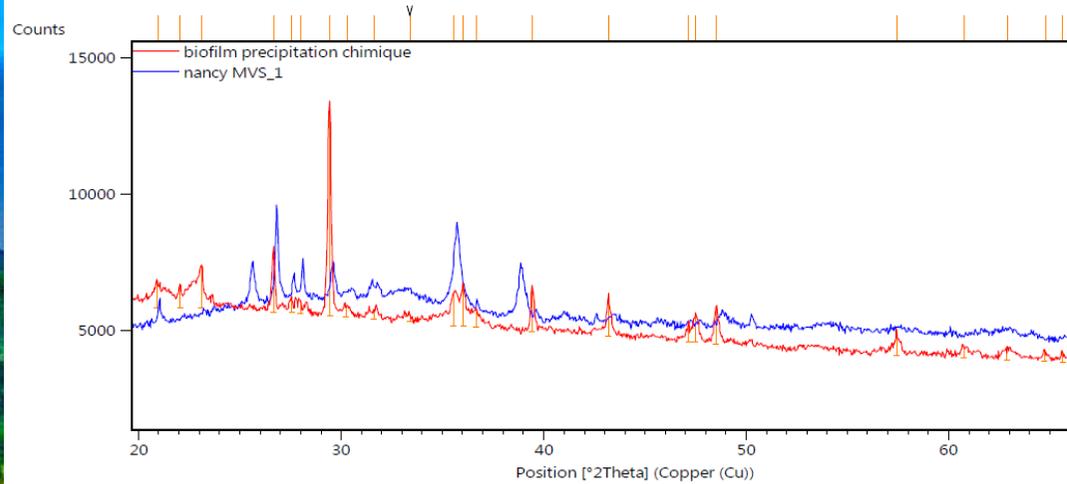
Durée 17 jours, 2.206 pa, pH 8, T°C 21

### Evolution de la masse de biofilm avec le temps





- DRX

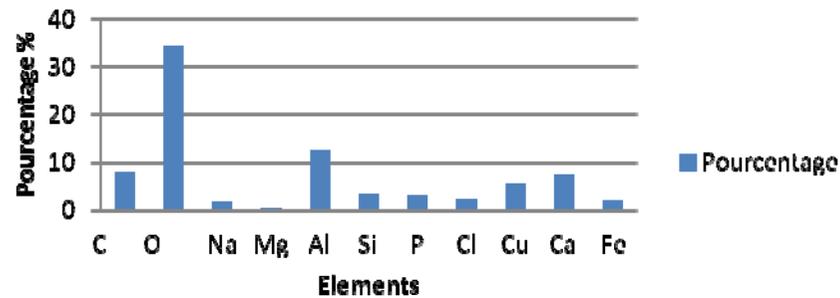


Pic principale de la calcite 29.5  
 Oxyde de silicium (SiO<sub>2</sub>) 26.5 (sable)  
 Hématite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 36 (roche sédimentaire)

Pic relatifs à la MS (en rouge) et celle de la matière inorganique (en bleu).

- Fluo X

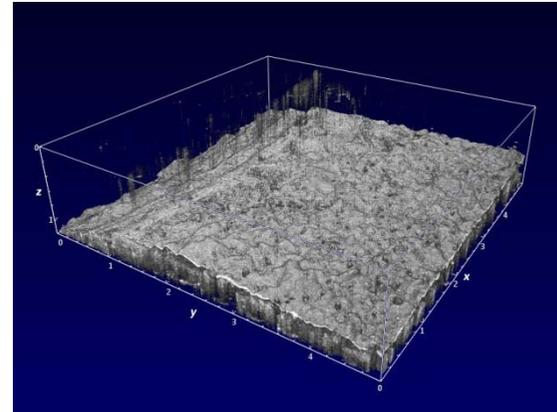
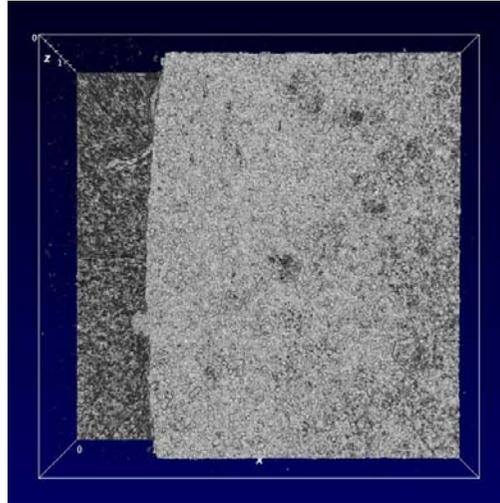
### Pourcentage élémentaires présent dans la MS



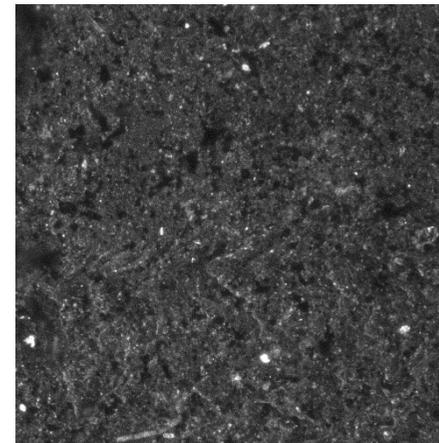
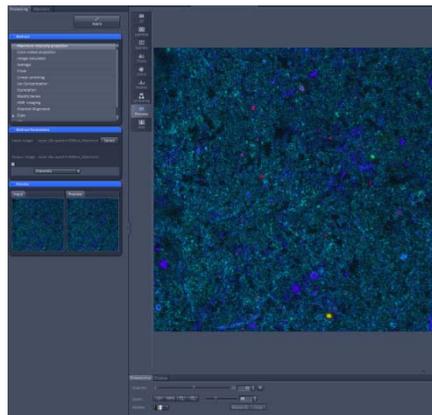
Les oxydes de Fe et d'Al interviennent dans la structure du biofilm et aussi dans les processus redox (Hiernaux, 2005).



- Caractérisation du biofilm (perspective):
  - Optical Coherence Tomography (OCT) → Etude des structures biofilm dans l'ordre du millimètre (visualise fraction organique et inorganique)



- Microscope confocal à balayage laser → réaliser des séries d'images à partir desquelles on peut obtenir une représentation tridimensionnelle de l'objet → épaisseur du biofilm et répartition



# Interaction colmatage chimique biologique



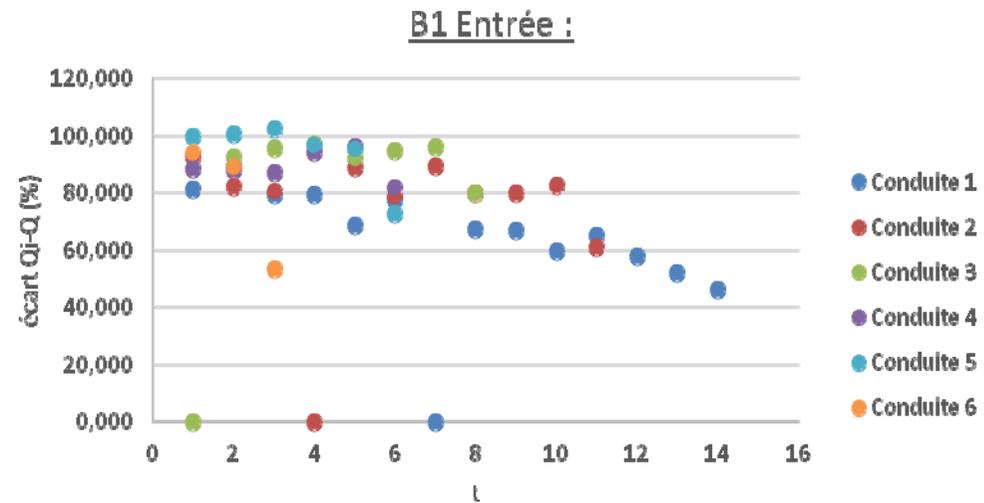
Banc analyses interaction colmatage biologique et colmatage chimique

- **But:** Etudier le développement du biofilm dans les conduites et goutteurs en présence et en absence de carbonate de calcium.

|                          | Cuves 1  | Cuves 2  |
|--------------------------|--|--|
| Eau                      | Eau distillée  |  |
| DCO                      | 200 mg/L obtenue à l'aide d'une solution à base de viandox, sucre, acide phosphorique et chlorure d'ammonium |  |
| Concentration en calcium | X  | 133 mg/L obtenue en ajoutant 22.1 g /L de chlorure de calcium et 27 g/L de bicarbonate de sodium |

# Résultats

Evolution du taux d'encrassement dans les goutteurs en fonction du temps



Observation du colmatage des goutteurs



a. B1, C2, S, emitter B.  
 $Q = 0,996 \text{ L/h.}$



b. B2, C5, S, emitter B.  
 $Q = 1,409 \text{ L/h.}$



Merci de votre attention