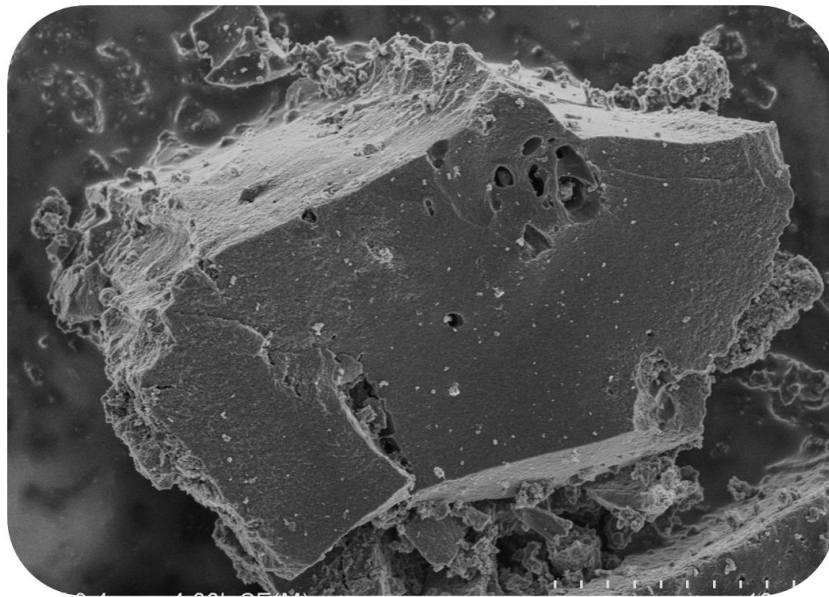


# INSTRUCTIONS

## Tests en laboratoire pour déterminer le taux d'épuration du charbon actif en poudre servant à éliminer les micropolluants dans les stations d'épuration



Éditeurs: Plateforme du VSA « Techniques de traitement des micropolluants »  
Eawag – Institut fédéral suisse des sciences et technologies de l'eau

Téléchargement: [www.micropoll.ch](http://www.micropoll.ch), version 1/ mai 2019

Contact: Aline Meier (aline.meier@vsa.ch), plateforme du VSA « Techniques de traitement des micropolluants », Dübendorf

Auteur: Marc Böhler (marc.boehler@eawag.ch), département « Technologie des procédés », Eawag, Dübendorf

*La publication a été élaborée avec le plus grand soin et en toute bonne foi. Cependant, nous ne pouvons offrir aucune garantie concernant l'intégralité, l'exactitude et l'actualité du contenu. Toute prétention en responsabilité envers le VSA ou l'Eawag pour dommages matériels ou immatériels consécutifs à l'utilisation de la présente publication est exclue.*

**Citation:** Böhler, M. (2019): Tests en laboratoire pour déterminer le taux d'épuration du charbon actif en poudre servant à éliminer les micropolluants dans les stations d'épuration – Instructions publiées par le VSA et l'Eawag, téléchargeables sur: [www.micropoll.ch](http://www.micropoll.ch)

**Photo de couverture:** image microscopique d'un grain de charbon actif en poudre, 1 cm correspond à env. 3  $\mu\text{m}$ , le grain a donc une taille d'env. 30  $\mu\text{m}$ . Photo: Dr Ralf Kägi, laboratoire des particules du département « Technologie des procédés », Eawag, 2008

## Sommaire:

<b>1</b>	<b>Introduction</b>	<b>5</b>
<b>2</b>	<b>Historique et motivation</b>	<b>5</b>
<b>3</b>	<b>Objectif et procédure générale</b>	<b>6</b>
<b>4</b>	<b>Pertinence et lien avec la pratique des essais en laboratoire</b>	<b>7</b>
<b>5</b>	<b>Matériel et méthodes</b>	<b>9</b>
<b>5.1</b>	<b>Choix et acquisition de CAP .....</b>	<b>9</b>
<b>5.2</b>	<b>Mise à disposition et prétraitement des eaux usées.....</b>	<b>10</b>
<b>5.3</b>	<b>Préparation et dosage d'une solution concentrée de CAP.....</b>	<b>11</b>
<b>5.4</b>	<b>Sélection de la dose de CAP pour l'essai .....</b>	<b>14</b>
<b>5.5</b>	<b>Sélection du temps de contact .....</b>	<b>15</b>
<b>5.6</b>	<b>Structure et procédure du test par agitation .....</b>	<b>16</b>
<b>5.7</b>	<b>Échantillonnage durant l'essai .....</b>	<b>18</b>
<b>5.8</b>	<b>Mesure du rendement d'épuration .....</b>	<b>19</b>
<b>6</b>	<b>Comparaison et évaluation des résultats</b>	<b>21</b>
	Références et ouvrages complémentaires: .....	23
	Contacts des fournisseurs de charbon actif .....	25
	Listes de matériel et de contrôle pour les tests .....	25
	Instructions relatives au photomètre.....	27

## Résumé:

Les présentes instructions doivent permettre aux milieux spécialisés et aux acteurs intéressés œuvrant dans le domaine du traitement des micropolluants de réaliser des tests par agitation afin de déterminer le rendement d'épuration du charbon actif en poudre (CAP). Dans le futur, l'utilisation de CAP pour éliminer les micropolluants va augmenter dans les stations d'épuration. Ces instructions s'adressent donc aux exploitants de STEP et autres prestataires, qui ont besoin d'évaluer les charbons actifs adaptés et de vérifier les livraisons de charbon actif. Le procédé présenté doit être réalisé par le personnel de la STEP dûment formé dans un laboratoire de station d'épuration courant servant à l'autocontrôle de la station d'épuration.

Le document donne des indications concrètes sur le processus permettant de sélectionner le CAP à tester, l'échantillonnage des eaux usées, la préparation et la réalisation des tests ainsi que sur l'analyse et l'évaluation des résultats. Il montre quelles problématiques peuvent être traitées par ce type de tests. Le document reflète les expériences actuelles qui ont été faites à l'Eawag et fournit des renseignements sur la procédure à appliquer, tout en évoquant d'autres méthodes et expériences. Il a été harmonisé par différents spécialistes. Les auteurs seront ravis de recevoir des observations ayant trait à d'autres expériences, des indications permettant d'améliorer la procédure ou d'être informés de toute nouveauté dans ce domaine. Le cas échéant, n'hésitez pas à contacter les auteurs du présent document ou le VSA.

**Les instructions ont été élaborées avec le soutien technique et rédactionnel des personnes suivantes:**

**Aline Meier** – plateforme du VSA « Techniques de traitement des micropolluants », Dübendorf Suisse

**Frederik Zietzschmann** - professeur assistant, Université technique de Delft, Pays-Bas, anciennement à l'Université technique de Berlin

**Steffen Metzger** – Weber Ingenieure GmbH, Pforzheim, Allemagne, anciennement responsable du centre de Compétences sur les composés traces du Bade-Wurtemberg

**Sylvia Richter** – Eawag, laborantine, laboratoire eaux/eaux usées, département « Technologie des procédés », Dübendorf, Suisse

**Lubomira Kovalova** – AWEL, office cantonal de l'eau, de l'énergie et de l'air, département protection des eaux, section stations d'épuration des eaux usées, Zurich, Suisse

# 1 Introduction

L'entrée en vigueur de la nouvelle ordonnance sur la protection des eaux début 2016 rend obligatoire l'élimination d'au moins 80% des micropolluants dans certaines stations d'épuration des eaux usées (STEP) suisses. Avec l'entrée en vigueur de ces dispositions légales, de nombreuses STEP suisses réaliseront une étape de traitement des micropolluants au cours des 25 prochaines années. Ainsi à la fin de la mise en œuvre, près de 70% des eaux usées communales produites seront soumises à un traitement des composés traces.

L'utilisation de charbon actif en poudre (CAP) pour éliminer les micropolluants dans les eaux usées communales est considérée aujourd'hui comme techniquement réalisable et raisonnable d'un point de vue économique dans les stations d'épuration (Metzger 2010, Böhler et al 2012, DWA 2019). Les procédés utilisant du CAP représenteront donc à l'avenir une part importante de la mise en œuvre technique de ces mesures.

L'objectif des présentes instructions est d'aider les exploitants d'installations au CAP à réaliser leurs propres tests en laboratoire avec du CAP, afin de connaître et pouvoir comparer le rendement d'épuration et les propriétés des produits proposés sur le marché. En suivant la procédure proposée ici les exploitants de STEP pourront effectuer un test simple afin de vérifier ou surveiller la qualité des livraisons de CAP.

Ces essais en laboratoire, appelés tests par agitation, sont effectués à l'Eawag depuis le début des travaux sur l'élimination des micropolluants. La méthode et la procédure décrites ci-après ont fait leurs preuves au cours des 10 dernières années dans le domaine du CAP et se basent sur les expériences acquises. D'autres moyens et méthodes étant possibles, des procédés alternatifs seront également exposés dans le présent document. Le document a été harmonisé par différents acteurs opérant dans ce domaine. Des ouvrages complémentaires sur ce thème sont disponibles dans la liste bibliographique à la fin du document.

## 2 Historique et motivation

Outre les investissements dans l'infrastructure, l'application de procédés au charbon actif en poudre engendre des charges opérationnelles plus élevées dans les stations d'épuration et donc des coûts d'exploitation accrus. Le charbon actif en poudre est une ressource qui contribue de manière importante aux coûts d'exploitation. Des analyses du cycle de vie (DWA 2016, Mutz et al. 2017, Jamhoury 2017) montrent par ailleurs que le charbon actif a une influence considérable sur les dépenses énergétiques et le potentiel de réchauffement global (empreinte CO<sub>2</sub>) du procédé. La fabrication et la réactivation du charbon actif demandent beaucoup de ressources et d'énergie. Outre l'aspect monétaire, il est donc approprié d'optimiser l'utilisation du CAP en minimisant sa consommation et en choisissant un produit ayant une performance élevée.

Le charbon actif est un produit basé sur des ressources naturelles. C'est pourquoi les propriétés peuvent varier entre les différents types de produits, mais aussi entre les différentes livraisons (qualité variable des matières premières selon les gisements de charbon, la provenance des écorces de noix de coco, etc.). Les producteurs et les fournisseurs font généralement de gros efforts pour respecter les spécifications du produit et maintenir constantes les qualités demandées.

L'objectif des exploitants de STEP utilisant du CAP est donc de trouver un CAP parfaitement adapté ayant un taux d'épuration élevé pour leur eau usée spécifique, de le doser de manière efficace et de pouvoir évaluer et comparer les produits lors d'une éventuelle demande d'offre ou d'un appel d'offres (voir à ce sujet également Meier et Böhler 2019 ([lien](#)) et Rößler et Meier 2019 ([lien](#))).

Les expériences faites par les chercheurs et les exploitants de STEP montrent que les tests réalisés par agitation avec du CAP permettent de répondre aux problématiques susmentionnées. Ces tests relativement simples permettent de comparer les propriétés des différents charbons actifs, car les grandeurs caractéristiques utilisées pour décrire le charbon actif ne permettent pas d'évaluer leur adéquation pour l'élimination des micropolluants (Haist-Gulde 2010, Zietzschmann 2014, Benstöm 2017). Le fait de connaître les propriétés des différents produits présente un autre avantage: les exploitants pourront plus facilement changer de produit et de fournisseur en cas d'éventuelles pénuries d'approvisionnement. Ils pourront également surveiller la qualité des différentes livraisons de CAP avec des moyens simples et économiques.

Les présentes instructions permettent à un personnel de station d'épuration dûment formé de réaliser ces tests. La structure et le mode opératoire des essais sont tests de sorte à pouvoir être réalisés dans un laboratoire de STEP bien équipé, servant également à l'autocontrôle.

### **3 Objectif et procédure générale**

Avant de planifier des tests par agitation détaillés, il convient de définir les objectifs devant être atteints par l'utilisation du charbon actif en poudre et le but dans lequel ces tests doivent être réalisés.

En règle générale, le principal objectif du traitement au CAP est une élimination efficace des composés traces. Si des substances individuelles spécifiques (industrie/artisanat) doivent être éliminées en plus des substances de référence connues, l'utilisation de produits de CAP spécifiques peut être avantageuse. D'autres objectifs, tels que la réduction du carbone organique dissous (COD) ou la décoloration, peuvent être associés à l'utilisation d'un procédé de traitement au CAP.

Une fois les objectifs connus, ces informations permettent une présélection optimale de CAP afin de minimiser la charge de travail et le nombre de tests par agitation (nombre des différents produits de CAP). Il est pertinent de se faire conseiller par plusieurs fournisseurs de charbon actif.

Si aucune expérience n'a été faite avec des charbons actifs et que les tests ont lieu avant la mise en service d'une étape CAP (phase de réalisation, cf. Figure 1), il faut partir du principe qu'un nombre plus élevé de tests sera nécessaire (présélection de produits de CAP appropriés, détermination de la dose de CAP spécifique).

Toutefois, si le test par agitation sert à l'assurance qualité ou la surveillance des livraisons de CAP (phase d'exploitation, cf. Figure 1), le nombre de tests sera limité et ceux-ci auront lieu dans un intervalle de temps défini et régulier. Dans ce contexte, il convient de veiller à réaliser des échantillons de contrôle correspondants. Des informations sur la procédure générale permettant de prélever des échantillons de contrôle sont disponibles dans Rößler et Meier 2019. Vous y trouverez également des expériences pratiques sur le contrôle qualité du charbon actif en poudre.

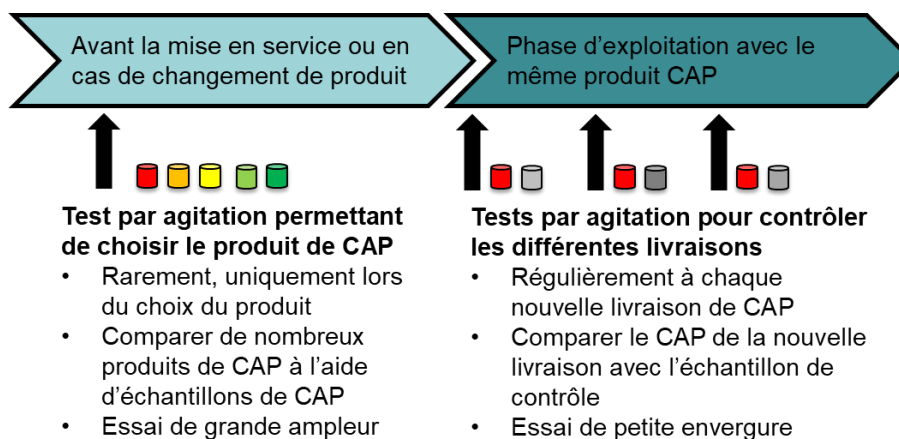


Figure 1 Fréquence et ampleur des tests par agitation. La charge de travail et le nombre de tests diffèrent selon les objectifs et la finalité des tests.

## 4 Pertinence et lien avec la pratique des essais en laboratoire

Le test par agitation est un test en batch simple. Il se distingue sur des points importants de l'utilisation de CAP à l'échelle industrielle (Tableau 1), c'est pourquoi les informations obtenues ne peuvent pas être transférées à 100% à l'échelle industrielle. Il fournit toutefois des informations très précieuses pour la surveillance et l'optimisation de l'exploitation et de la rentabilité des procédés visant à utiliser du CAP.

Dans le cas d'une application à l'échelle industrielle, comme dans le procédé Ulm, le temps de séjour du CAP (âge des boues de CAP) peut atteindre 24h ou plus grâce à un recyclage dans le réacteur de contact. Cela vaut plus particulièrement dans le cas d'un procédé à deux étapes avec recirculation du charbon chargé dans la biologie (utilisation du principe de contre-courant).

Cela permet d'obtenir des charges de CAP et des performances plus élevées, même si le temps de contact des eaux usées avec le charbon actif dans le réacteur de contact ou d'adsorption s'élève à environ 20 à 60 minutes. Dans une telle application, une quantité relativement importante de CAP, avec des âges différents car dosée sur plusieurs jours, est mise en contact avec une petite quantité d'eaux usées. Pour une même dose spécifique, le CAP se trouvant dans le système et présentant des charges très différentes a globalement une performance d'adsorption ou une charge plus élevée que dans les tests en laboratoire. Tout cela n'est pas pris en compte dans les tests par agitation. Outre le procédé mentionné, il existe d'autres procédés d'utilisation du CAP (DWA 2019).

Malgré ces différences dans l'utilisation du CAP, les tests par agitation fournissent de précieuses informations et permettent de choisir et d'évaluer les différents produits de CAP. Les résultats des tests fournissent des informations sur les éléments suivants:

- Efficience de l'utilisation du CAP concernant la diminution de COD et de composés traces (absolue et relative) par rapport à la dose de CAP spécifique en mg CAP/mg COD
- Efficience de la réduction de substances organiques spécifiques (p. ex. produits chimiques industriels) et de la décoloration des eaux usées
- Dose et quantité de dosage probable de CAP déduite ou calculée permettant d'atteindre les objectifs de qualité fixés en mg CAP/l ou kg CAP/jour

- Possibilité d'analyser la rentabilité et évaluation des appels d'offres
- Sélection d'un produit de CAP optimal compte tenu des objectifs de qualité (réduction des MP, décoloration, réduction du COD) et de la matrice spécifique des eaux usées
- Possibilité d'évaluer les produits proposés
- Possibilité de choisir un produit alternatif en cas de pénuries d'approvisionnement
- Surveillance et monitoring de la qualité du CAP livré (échantillons de contrôle)
- Modifications de la qualité des eaux usées ou de la matrice organique des eaux usées

**Tableau 1** Comparaison des différences entre le test en batch et le système technique

	Test par agitation	Réalisation à l'échelle industrielle
Contact et agencement	Test en batch en laboratoire (p. ex. dans des bouteilles d'un litre)	En fonction des procédés, parfois plusieurs bassins de contact, en option avec recirculation interne (réutilisation du CAP), en option avec recirculation dans le traitement biologique (contre-courant)
Temps de contact des eaux usées avec le CAP	Généralement 24h ou essais avec un temps de contact plus court	20 à 60 min (en fonction de l'affluent, plus élevé en cas de recirculation du CAP en excès dans la biologie (heures))
Temps de séjour du CAP dans l'eau	Généralement 24h ou essais avec un temps de contact plus court – âge de CAP identique	En cas de procédés avec réutilisation ou concentration et en cas d'utilisation du principe de contre-courant: plusieurs jours ou âge des boues de la biologie (différents âges du CAP), sinon temps de séjour hydraulique des eaux usées dans le réacteur de contact (heures/minutes)
Quantité de CAP utilisé – dose spécifique mg CAP/mg COD	Faible, dose définie en conséquence mg CAP/mg COD	Élevé en fonction du procédé (concentré), dose spécifique variable avec teneur en COD fluctuante
Charge	Tous les grains de CAP ont la même charge	Charge différente selon qu'il s'agisse de CAP frais ou « vieux » (ayant séjourné plus longtemps dans le système)

Comme évoqué précédemment, les résultats de tests par agitation ne peuvent être transférés à l'échelle industrielle que de façon limitée. L'exploitation courante des procédés au CAP fournira d'autres expériences et optimisations.

Les analyses de Zietzschmann (Zietzschmann 2019a) montrent toutefois que le rendement de l'installation à l'échelle industrielle peut être représentée en choisissant les quantités de dosage et les temps de contact adéquats lors du test en batch et donc que la performance du procédé peut être estimée à  $\pm 10 - 20\%$  dans le cadre du projet de planification ou avant la mise en service d'un traitement au CAP.

## 5 Matériel et méthodes

### 5.1 Choix et acquisition de CAP

#### **Demander un échantillon de CAP au fabricant**

Une multitude de produits de CAP sont disponibles sur le marché. Sur la base des nombreuses études pilotes et analyses individuelles réalisées dans le domaine de l'élimination des micropolluants, un nombre raisonnable de produits de CAP présentant de bons voire très bons taux d'élimination des composés traces sont connus aujourd'hui.

#### **Entretien avec le fabricant en cas d'objectifs supplémentaires**

Si vous suivez des objectifs supplémentaires lors de l'utilisation de CAP (voir paragraphe 3), il convient de s'entretenir avec divers fournisseurs de charbon actif qui pourraient émettre des recommandations. La brochure du centre de Compétences sur les micropolluants de Rhénanie-du-Nord-Westphalie (NRW 2018, téléchargement), qui comprend les principaux représentants de la branche du charbon actif, fournit un aperçu des fournisseurs potentiels de charbon actif. Le présent document contient une liste avec les coordonnées des représentants de fournisseurs pour la Suisse. Par ailleurs, la plateforme « Techniques de traitement des micropolluants » ou l'Eawag peuvent fournir sur demande des renseignements sur les produits de CAP actuels ou nouveaux, les évolutions prévalant sur le marché ainsi que sur les expériences réalisées dans le domaine.

#### **Environ 6-8 produits pour une première présélection, 2-4 produits pour des analyses plus précises**

Si une première présélection (screening) de différents produits doit être effectuée, le nombre de produits utilisés ne devrait pas dépasser 6-8. Après le screening, il est recommandé de favoriser 2-4 CAP et de tester différents dosages lors d'un autre test par agitation. Si vous étudiez simultanément différents dosages de produits différents lors d'un essai (nombre élevé de préparations), il est nécessaire de bien planifier et organiser l'essai et de respecter les différentes séquences de travail.

#### **100 g de CAP par produit suffisent pour les tests**

En règle générale, les échantillons de CAP sont fournis gratuitement. Une quantité de CAP de quelques grammes (env. 100 g) est suffisante pour pouvoir procéder à une multitude de tests individuels en batch. Généralement, seuls quelques milligrammes par litre d'eaux usées sont dosés (5 à 30 mg/l). Pour ce faire, des échantillons de contrôle peuvent également être générés en vue de contrôler ultérieurement la qualité des livraisons. Si de grandes quantités d'échantillons de CAP sont fournies (seaux de 5 litres ou sacs de plusieurs kilogrammes), il est important de prélever une quantité de CAP représentative pour les tests en batch (p. ex. 100 g). Il est recommandé de procéder à plusieurs prélèvements ponctuels individuels dans l'échantillon de CAP après l'avoir préalablement bien mélangé. Les prélèvements ponctuels doivent être effectués à plusieurs endroits puis mélangés. Les échantillons de CAP doivent être stockés dans des récipients hermétiques et fermés dans un endroit sec jusqu'à leur utilisation.

## **5.2 Mise à disposition et prétraitement des eaux usées**

### **1 litre d'eaux usées par préparation plus 20-30% donne la quantité d'eau nécessaire pour les tests**

La quantité totale d'eaux usées nécessaire doit être calculée en fonction du nombre de tests par agitation. Il faut compter au moins 500 ml par batch. Les expériences réalisées par l'Eawag ont montré qu'une préparation en batch avec 1 litre d'eaux usées était avantageuse et devait être privilégiée (notamment au regard de la précision du dosage). Cette quantité est utilisée dans les essais de l'Eawag.

Si plusieurs échantillons sont prélevés pendant un batch ou un essai, il est recommandé d'utiliser une quantité d'eaux usées d'autant plus importante (faible influence de la quantité d'eau prélevée sur l'essai). Si la quantité totale est définie par le nombre de batchs, 20-30% d'eaux usées supplémentaires doivent être fournies pour les essais (réserve en cas de dosages erronés, déversements, répétitions, échantillon de référence, etc.).

### **Les échantillons composites tout comme les prélèvements ponctuels sont appropriés**

Des échantillons composites ou des prélèvements ponctuels peuvent être utilisés. Les échantillons composites sur une période (de plusieurs jours) permettent de pouvoir identifier un large spectre de substances contenues dans les eaux usées du fait de rejets par l'artisanat et l'industrie limités dans le temps.

En règle générale, les échantillonneurs sont équipés de bouteilles pouvant contenir 10-15 litres. En cas de test portant sur plusieurs produits de CAP, de préparations à double ou de tests simultanés pour différents dosages spécifiques, une quantité supérieure à 10 litres d'eaux usées doit être mise à disposition. Ainsi, si des échantillons composites sont utilisés, il sera nécessaire de prélever plusieurs échantillons composites de 24h. Ils doivent par ailleurs être stockés au frais et à l'abri de la lumière et mélangés pour obtenir un échantillon suffisant d'eaux usées. Si vous souhaitez utiliser un échantillon proportionnel à l'affluent de la STEP, les différents échantillons des différents jours doivent être mélangés de manière proportionnelle aux différents débits journaliers d'entrée de STEP.

Une alternative simple est l'utilisation d'un échantillon ponctuel, qui peut être prélevé en quantité suffisante et doit être stocké moins longtemps. Ce prélèvement doit être effectué si possible au cours de la matinée. Un échantillonnage effectué au cours de la matinée est avantageux en raison des activités humaines et de l'apport d'une multitude de substances via l'urine matinale. Cela permet de garantir que l'échantillon d'eaux usées contient la plupart des substances de référence en concentration suffisante.

### **Prélever l'échantillon dans la STEP à l'endroit où le CAP sera dosé à l'avenir**

Le lieu d'échantillonnage est déterminé par le procédé de traitement choisi. Pour le test, il convient d'utiliser des eaux usées qui entreront également en contact avec le CAP frais dans l'installation à échelle industrielle. Les traitements de sortie sont avantageux (effluents de la décantation secondaire), car le niveau de COD concurrent y est le plus faible. Si le dosage est accompli ou planifié dans l'étape biologique, les eaux usées doivent être prélevées ici.

### **Prélever un échantillon d'eaux usées par temps sec**

Les eaux usées doivent toujours être prélevées par temps sec! Il convient d'éviter l'influence de la pluie

ou les arrivées d'eau pluviale, car ces échantillons ne sont pas représentatifs. Par temps de pluie, la matrice des eaux usées se modifie et la charge organique (COD) ainsi que les concentrations de composés traces sont diluées.

### **Filtrer l'échantillon d'eaux usées le plus rapidement possible**

Dans tous les cas, et plus particulièrement en cas de prélèvement dans la biologie, les boues activées ou MES (matières en suspension, en sortie du décanteur secondaire) doivent être éliminées rapidement, afin d'éviter d'éventuelles interactions entre le CAP et les floccs de boue activée, autrement dit l'activité biologique pendant le stockage des échantillons ou le test (dégradation biologique possible des composés organiques, fixation de particules de CAP sur les MES). Des analyses comparatives (Neef 2016) montrent qu'une élimination partielle par les boues activées peut avoir lieu lors du test par agitation en fonction des micropolluants organiques considérés et que l'efficacité des CAP utilisés ne peut donc pas être quantifiée de manière définitive.

L'utilisation d'un filtre en nylon doté d'un diamètre de pores de 50 ou 100 µm a fait ses preuves dans les essais de l'Eawag pour éliminer les matières solides grossières (MES). D'autres filtrations sont aussi appropriées tant que le média filtrant ne libère pas de substances dans les eaux usées (ou les élimine par adsorption sur les matériaux filtrants).

### **Stocker l'échantillon au frais et à l'abri de la lumière, minimiser le temps de stockage**

Le stockage des eaux usées devrait être aussi court que possible, car la concentration et la composition du COD peuvent varier au cours du temps, même si les eaux usées sont stockées au frais (pas plus de 2-4 jours). L'échantillon doit être stocké à l'abri de la lumière, car certaines substances isolées (p. ex. diclofénac) ne sont pas résistantes aux UV. L'échantillonnage doit être effectué idéalement un jour avant la réalisation de l'essai en laboratoire.

## **5.3 Préparation et dosage d'une solution concentrée de CAP**

### **Sécher le CAP avant utilisation**

Avant utilisation de l'échantillon de CAP, mais également pour contrôler les livraisons, l'échantillon doit être séché dans une armoire de séchage conventionnelle à une température de 150°C conformément à la norme DIN EN 12902 et pendant une durée d'environ 1 jour.

Le taux d'humidité du charbon actif peut augmenter lors du transport et pendant le stockage en raison de l'humidité de l'air ambiant. Les échantillons de CAP doivent donc toujours être stockés dans des récipients fermés. Lorsque de volumes importants sont conditionnés pour être livrés, le taux d'humidité est généralement inférieur à 5-10 % (cf. les fiches de données des fabricants). Le taux d'humidité du CAP conditionné ne doit pas dépasser 5% conformément à la norme DIN EN 12903 (2009). Cette norme s'applique toutefois uniquement pour le charbon actif destiné à la préparation d'eau à usage humain.

Il faut partir du principe que l'échantillon de CAP mis à disposition par les fournisseurs ne contient déjà presque plus d'eau et est sec, car sinon la quantité de CAP serait sous-estimée lors du pesage en raison de la fraction massique de l'eau et le rendement d'épuration de l'échantillon serait plus mauvais en

comparaison.

Lorsque du CAP non séché est utilisé, il en résulte une erreur de dosage lors de la pesée de CAP humide et ce, plus particulièrement lors de tests comparatifs avec différents produits de CAP présentant des taux d'humidité différents. De ce fait, il n'est pas possible de comparer les produits entre eux. Si le séchage du produit a lieu immédiatement avant le test en batch, il est nécessaire de refroidir le CAP pendant 1h dans le dessiccateur avant le pesage.

### **Utiliser une solution concentrée de CAP pour le dosage**

Du fait des propriétés du CAP, la pesée et le dosage de CAP sont généralement difficiles. Dans ce contexte, la pesée exacte permettant de fabriquer la solution concentrée de CAP et le dosage subséquent jouent un rôle primordial dans l'obtention de résultats pertinents lors des tests par agitation. Cela constitue la plus grande source d'erreur lorsque les résultats d'essai ne sont pas plausibles. Il convient donc de préparer et exécuter ces activités avec la plus grande minutie.

Les solutions concentrées de CAP ont fait leurs preuves pour le dosage de CAP dans le test par agitation. À partir de ces solutions concentrées, la quantité de CAP souhaitée peut être facilement versée dans le récipient agitateur à l'aide de pipettes à piston. Ce procédé doit être privilégié d'après les expériences de l'Eawag, car il permet d'obtenir des dosages spécifiques exacts lorsque le mode opératoire a été consciencieusement suivi. Cette méthode s'est largement imposée (Zietzschmann et al. 2019b).

### **D'autres méthodes de dosage de CAP sont possibles, mais sujettes à erreurs**

En principe, le CAP sec peut également être dosé directement dans le récipient agitateur. Le CAP peut également être versé dans une nacelle en verre/porcelaine ou une capsule en étain, ensuite placée dans le récipient agitateur. Pour ce faire, la quantité de CAP doit être pesée sèche pour chaque préparation en batch. Mais ce procédé est source d'erreur en raison de la très faible quantité de CAP par batch (quelques milligrammes). Le pesage doit être répété à chaque fois, selon le nombre de tests en batch. Un grand inconvénient est que le CAP dosé n'est pas encore mouillé. Or, seul un bon mouillage des pores intérieurs et extérieurs permet un transport optimal des substances vers les sites de sorption internes. Certains laboratoires commerciaux procèdent ainsi, car ils suppriment le temps passé à préparer la solution concentrée de base et n'ont pas ensuite à éliminer la solution concentrée de CAP restante.

Indépendamment de la manière de procéder, la balance utilisée doit être contrôlée avant usage à l'aide de poids étalons et éventuellement calibrée.

Généralement, la manipulation de CAP très fin est difficile et requiert du calme et de la concentration. De faibles mouvements d'air ou des mouvements rapides suffisent à disperser la fine poudre tout autour. La charge électrostatique des particules de CAP peut compliquer la pesée et être largement évitée à l'aide de pistolets antistatiques disponibles auprès des distributeurs de matériel de laboratoire (mais ils sont souvent moins chers chez les distributeurs de disques).

Dans les essais réalisés à l'Eawag, des solutions concentrées de CAP d'un certain volume et d'une certaine concentration sont préparées et utilisées. La fabrication, la gestion et le stockage de ces solutions concentrées sont relativement simples.

## **Une solution concentrée contenant 1 g de CAP par litre est avantageuse**

Les solutions concentrées de CAP ne doivent pas présenter une concentration trop faible ou trop élevée de CAP. Lorsque la solution concentrée présente des concentrations trop faibles, un volume élevé doit être dosé, afin de parvenir à la dose de CAP souhaitée dans le test par agitation. Le volume de solution concentrée doit ensuite être déduit avant l'ajout de l'échantillon dans le récipient agitateur afin de ne pas générer d'erreur. Selon la concentration souhaitée pour le test, de nombreuses répétitions de dosage avec une pipette sont ensuite nécessaires. Des erreurs peuvent donc parfois survenir. Si la solution concentrée de CAP a une concentration trop élevée, cela peut conduire à des difficultés lors du dosage avec des pipettes (obstruction, adhérence du CAP sur l'embout de la pipette).

La préparation d'une solution de CAP concentrée à 1 g CAP/l dans des bouteilles Schott de 500 ml pouvant être fermées a fait ses preuves. Cette concentration permet de pouvoir peser une quantité suffisamment grande de CAP (ici 0,5 gramme). Avec des volumes très faibles, une éventuelle erreur de pesage est plus significative. Un autre avantage est que 1 ml de solution concentrée correspond exactement à 1 mg de CAP lorsque la solution concentrée présente la concentration proposée. Lorsque l'on dose un volume de solution concentrée de 10 ml avec une quantité d'échantillon d'un litre, on obtient 10 mg de CAP/l dans l'essai. En règle générale, les dosages de CAP souhaités exprimés en volume sont compris entre 5 et 30 mg CAP/l et peuvent donc être facilement dosés avec des pipettes à piston. En raison de la concentration de solution de base choisie, le volume de pipetage n'a aucune influence notable sur le volume global dans le test.

Pour fabriquer la solution concentrée, il convient d'utiliser de l'eau déminéralisée ou de l'eau ultrapure. La quantité d'eau doit être mesurée. Une fois la solution concentrée fabriquée, on place un agitateur dans la bouteille en verre.

## **Agiter la solution concentrée pendant 15-20 min et laisser reposer pendant 1 journée**

Après la pesée du CAP, le récipient de stockage doit être fermé (évaporation) et bien mélangé pendant au moins 15 à 20 minutes sur un agitateur magnétique (mélange et mouillage du charbon actif). Il ne faut pas procéder à une agitation plus longue, car le bâton agitateur pourrait fragmenter les grains de charbon actif sur le fond de la bouteille. Laissez ensuite reposer la solution concentrée (1 jour) afin que le CAP ait suffisamment de temps pour un mouillage extérieur et intérieur complet. Le précédent séchage réalisé pour garantir l'exactitude de la pesée rend le système de pores interne anhydre et ne permet plus de transport des substances à l'intérieur du grain ou vers les sites de sorption disponibles. La solution concentrée de CAP devrait donc être préparée au moins un jour avant le début des essais.

## **Agiter la solution concentrée avant et pendant le dosage**

Lors du dosage de la solution concentrée de CAP, elle doit être bien mélangée sur un agitateur magnétique avant et surtout pendant le prélèvement de la solution concentrée. La vitesse d'agitation ou de rotation de l'agitateur magnétique doit être réglée de sorte à obtenir une suspension homogène. Une vitesse de rotation trop élevée entraîne une séparation de la phase liquide et solide (effet tasse de thé) et la solution concentrée est séparée par la force centrifuge. Il n'est donc pas garanti de pouvoir prélever une quantité de solution concentrée homogène. Un entonnoir devrait s'esquisser à la surface du récipient du fait de l'agitation. Un traitement de courte durée dans un bain à ultrason peut améliorer les propriétés de suspension de manière significative.

Les pipettes à piston ont fait leurs preuves pour le dosage. Des pipettes à piston de 1000, 2000 ou 10000 µl sont généralement utilisées. Le nombre d'opérations de pipetage peut être minimisé en sélectionnant les pipettes correspondantes, afin de réduire les erreurs dues à des pipetages imprécis. Par ailleurs, l'entretien et le calibrage soigné des pipettes avant leur utilisation constituent une bonne pratique de laboratoire.

### **Ne pas stocker la solution concentrée de base pendant plus d'une semaine**

La solution concentrée doit être conservée dans un récipient fermé et réfrigéré. En cas de réutilisation ou avant le dosage, la solution concentrée doit être ajustée à la température de l'échantillon d'eaux usées. Un stockage et une utilisation supérieures à une semaine ne sont pas recommandés, car la fine poudre de CAP dans la solution concentrée a tendance à flocculer/s'agglutiner en agrégats plus gros et cela peut être préjudiciable pour le dosage et le transport des substances durant le test.

## **5.4 Sélection de la dose de CAP pour l'essai**

Lorsque les CAP appropriés sont évalués à partir d'une multitude de types et de produits différents durant la phase de réalisation (Figure 1), il est important de pouvoir clairement différencier le taux d'épuration de chaque CAP. Si une dose trop élevée est choisie, les produits présentent un taux d'élimination (des 12 substances de référence de l'ordonnance du DETEC) de presque 100% après un temps de contact de 24 heures, en tenant compte de la limite de quantification (LOQ; Limit of Quantification). Cela ne permet pas de constater des différences majeures entre les charbons testés (cf. également Figure 6A et B).

Dans ce type de tests, la dose doit être comprise entre 0.5 et 1 mg CAP/mg COD. Il en résulte donc des dosages compris entre 5 et 10 mg CAP/l pour des teneurs en COD usuelles en sortie de décantation secondaire comprises entre 5 et 10 mg COD/l.

### **Choisir une dose faible pour comparer la performance des CAP**

En règle générale, la réduction du COD et de la valeur du CAS ne sont pas limitées avec des doses de CAP habituelles. En raison des fractions de COD non adsorbables dans la matrice des eaux usées communales, le COD n'est généralement pas éliminé à 100% et il reste toujours une absorbance résiduelle des eaux usées. Si des tests par agitation sont effectués pour vérifier la qualité d'échantillons de contrôle issus de différentes livraisons, le dosage doit être identique à celui choisi lors de la comparaison de performance effectuée dans le cadre de la présélection. Il convient également ici d'éviter des doses trop élevées qui empêcheraient toute comparabilité.

### **Pour déterminer la dose optimale: doser 1 – 3 mg CAP/mg COD**

Si la dose optimale de charbon actif pour la réalisation à l'échelle industrielle doit être évaluée à l'aide de tests par agitation, il convient d'appliquer durant l'essai la dose spécifique attendue dans la pratique (1 à 3 mg CAP/mg COD, DWA 2019), donc entre 10 et 20 mg CAP/l avec des teneurs en COD comprises entre 5 et 10 mg COD/l. À l'échelle industrielle, la quantité spécifique de charbon actif en poudre utilisée est généralement plus efficace, car elle se trouve dans un système à utilisation multiple ou augmentation de la concentration de CAP.

Selon Zietzschmann et al. (2019a), il est toutefois possible d'évaluer le rendement d'élimination attendu de l'installation à l'échelle industrielle avec des tests en batch (cf. paragraphe 4).

Il convient de préparer au moins une référence (blanc ou échantillon zéro), à savoir un échantillon sans ajout de CAP, indépendamment de l'objectif des analyses. Cette préparation est également agitée, prélevée et mesurée.

## **5.5 Sélection du temps de contact**

Dans les applications actuellement connues de charbon actif en poudre, le temps de séjour du CAP dans le système est généralement de plusieurs heures ou même plusieurs jours. Cela est plus particulièrement vrai dans les systèmes avec recirculation du CAP dans la zone d'adsorption ou le réacteur de contact (exploitation d'un âge de boues de CAP défini), en cas d'utilisation multiple de CAP et/ou en cas de recirculation du CAP dosé dans l'étape biologique pour une exploitation optimale de la capacité d'adsorption du charbon actif (principe de contre-courant). Ce procédé peut être dimensionné et exploité à l'échelle industrielle de manière efficace avec un temps de contact relativement court entre les eaux usées épurées biologiquement et le CAP dans le réacteur de contact. Des temps de contact de 15-30 minutes sont par exemple suffisants avec le procédé Ulm (Böhler et al. 2012).

### **Mesurer l'élimination après un temps de contact de 24 heures**

L'adsorption de composés organiques issus de la matrice des eaux usées est un processus très rapide. Des analyses sur le rendement d'élimination de différents produits de charbon actif en poudre (Böhler 2010) montrent qu'environ 50 à 70% des micropolluants issus de la phase aqueuse sont déjà éliminés par adsorption après une heure. Néanmoins, la charge en micropolluants sur le charbon actif augmente considérablement après un temps de contact de 24 heures (Figure 2). La réduction du COD double pratiquement dans le cas des produits analysés durant l'essai. Après ce temps de contact, l'équilibre d'adsorption entre le charbon chargé et les eaux usées épurées biologiquement est pratiquement atteint selon Fink et Ternes (dans Sterkele et Gujer (2008), voir également Sperlich 2014).

Il est donc pertinent d'effectuer des tests par agitation avec un temps de contact de 24 heures pour se rapprocher du système à l'échelle industrielle et identifier une charge élevée du charbon.

Si des procédés sans utilisation multiple de CAP ou avec des temps de séjour très courts du CAP dans la zone d'adsorption sont visés, il peut être utile de connaître la cinétique ou la vitesse d'adsorption des différents charbons actifs. Dans ce cas, une charge aussi élevée que possible du CAP avec un temps de contact court est souhaitée. Il peut exister ici de grandes différences entre les charbons, car chaque charbon et répartition granulométrique peut présenter des variations au niveau de la cinétique et de la vitesse d'adsorption.

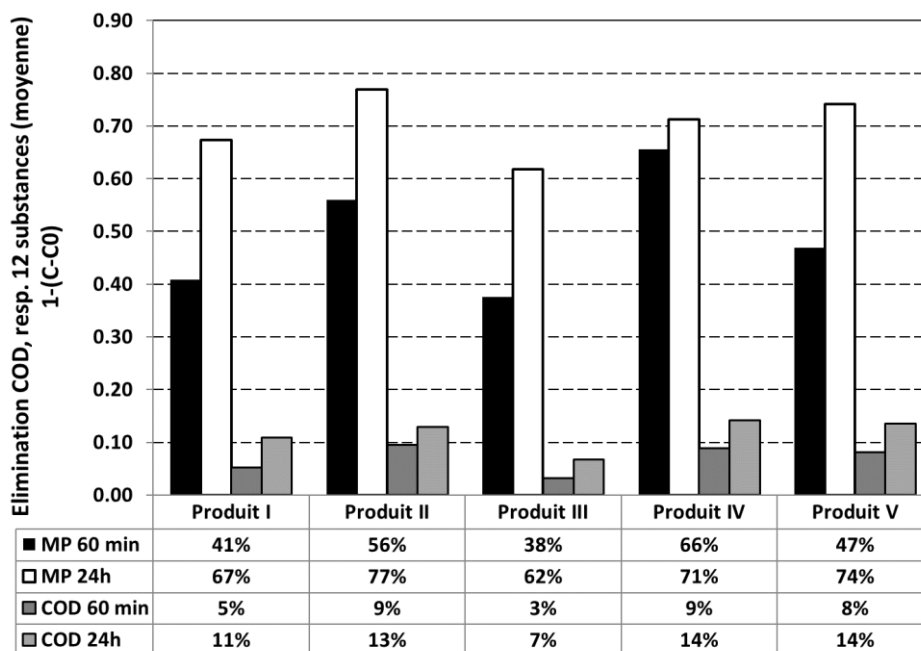


Figure 2 Réduction de 12 composés traces choisis (moyenne) et du COD dans le test par agitation avec cinq types de CAP différents et un dosage spécifique de 1.4 mg CAP/mg COD après un temps de contact de 1 heure, respectivement 24 heures (données tirées de Böhler 2010).

### Des temps de contact courts constituent un défi lors de test en batch

Des temps de contact courts inférieurs à 1 heure constituent un défi lors de la réalisation des tests par agitation, car l'ordre chronologique des tests doit être bien organisé afin de garantir les mêmes temps de contact pour comparer les différents charbons. Ainsi, l'échantillonnage doit avoir lieu dans le même ordre que la préparation des essais, sinon la durée entre la préparation et l'échantillonnage varie.

Si plusieurs échantillons sont prélevés à partir d'un batch à brefs intervalles (par exemple toutes les cinq minutes), il convient de veiller à prélever avec l'échantillon la quantité de CAP correspondant à la dose de CAP spécifique. Si cela n'est pas fait, le batch contiendra alors une dose plus élevée. Cela est difficile, car le CAP très facilement décantable sédimente à l'arrêt de l'agitateur et il se forme rapidement un surnageant. Il convient donc de ne pas arrêter l'agitateur lors de l'échantillonnage et de mener l'essai en continu. Ce procédé n'est pas possible avec des agitateurs rotatifs. Un agitateur en série avec des bécards doit être privilégié.

Après le prélèvement de l'échantillon, le CAP doit être immédiatement séparé de l'échantillon afin d'éviter une adsorption supplémentaire de composés organiques.

### 5.6 Structure et procédure du test par agitation

L'élément central des essais est l'appareillage qui permet de produire le contact continu et homogène entre les eaux usées et le charbon actif en poudre. Un très bon mélange permet de minimiser la résistance extérieure du transport de substances et les substances contenues dans les eaux usées peuvent être acheminées en permanence vers les mésopores et les macropores. Il s'agit là d'une condition nécessaire pour que les composés organiques puissent parvenir à l'intérieur du grain et accéder aux surfaces d'adsorption dans les micropores afin de pouvoir s'y adsorber. Cela est d'autant plus important en cas de tests en batch avec des temps de contact courts.

## Il est important de bien mélanger le CAP avec les eaux usées

L'Eawag utilise généralement de grands agitateurs rotatifs avec des temps de contact de 24 heures, qui permettent d'utiliser jusqu'à 22 bouteilles en verre simultanément avec un appareil. Comme nous l'avons déjà mentionné, une grande quantité d'échantillon permet une meilleure précision du dosage. D'autres agitateurs ne permettent que partiellement l'intégration de grandes quantités de préparations en batch à cause du poids des bouteilles. Les agitateurs rotatifs requièrent toutefois un espace important en raison de leur capacité de contenance de préparations en batch. Par ailleurs, des agitateurs rotatifs de ce type doivent être posés de manière stable sur une surface plane et solide. Il convient de prendre en compte le poids total de l'appareillage lors d'une utilisation de tous les espaces disponibles. Les bouteilles doivent être systématiquement placées dans l'agitateur rotatif en étant réparties de manière régulière, afin d'éviter une charge de poids unilatérale entraînant un déséquilibre lors de la rotation. Ce type d'agencement d'agitateurs a fait ses preuves.



Figure 3 Agitateur rotatif de l'Eawag (à gauche). Ils permettent d'enserrer jusqu'à 22 bouteilles en verre d'un litre et de les faire tourner simultanément. Dans l'exemple (de droite), 12 bouteilles (6 par côté) sont placées dans l'agitateur. En raison du poids, il convient de veiller à placer les bouteilles de manière symétrique et identique de chaque côté. Des bouteilles de plus petite taille peuvent être utilisées en réglant le dispositif de serrage.



Figure 4 Agitateur horizontal de l'Eawag (petit modèle à gauche, grand modèle à droite). Ils permettent de projeter à brefs intervalles l'échantillon d'eaux usées de manière saccadée contre les parois des bouteilles de test de sorte à garantir un bon mélange et transport de substances. Chaque batch possède sa propre seringue pour le prélèvement de l'échantillon.

D'autres appareils, tels que des agitateurs horizontaux unidimensionnels, des agitateurs à rotation bidimensionnels, des agitateurs horizontaux, des agitateurs en série ou de simples agitateurs magnétiques de laboratoire permettant de réaliser des tests en béccher peuvent également être utilisés pour les essais. Les agitateurs magnétiques simples (tests en béccher) ne doivent pas être privilégiés, car l'échantillon d'eaux usées est agité avec des turbulences et le charbon actif utilisé peut subir des contraintes mécaniques sur la surface de contact avec le fond de la bouteille ou l'agitateur (et éventuellement donner lieu à une fragmentation). La rotation unilatérale dans le sens de rotation de la solution concentrée peut générer l'adhérence d'une partie du CAP contre la paroi de verre du récipient. Par ailleurs, une multitude d'agitateurs magnétiques différents sont nécessaires pour pouvoir effectuer une série de tests (cf. Zietzschmann 2019b).

Les agitateurs horizontaux conviennent également très bien (Figure 4), car ils sont simples à manipuler (il suffit de poser les bouteilles sur la table d'agitation). Le mouvement d'agitation brusque garantit un très bon maintien du contact de la particule de charbon avec les eaux usées. L'inconvénient est ici aussi la capacité limitée, notamment en cas d'utilisation de bouteilles Schott d'un litre. De très bonnes expériences ont été faites avec ces appareils par Zietzschmann et al. 2019b. L'appareil convient très bien pour des essais réalisés avec des temps de contact courts.

Si de nombreuses préparations en batch sont réalisées lors d'un essai, il faut prévoir suffisamment de temps du premier au dernier dosage. Il faut ajouter à cela le temps de serrage et de placement des bouteilles dans l'agitateur. Le charbon actif dosé adsorbe déjà durant ce laps de temps de sorte que cela doit être pris en compte lors de la planification du temps de contact ou de l'échantillonnage. Cela peut être compensé en procédant à l'échantillonnage dans le même ordre que le dosage.

Si des temps de contact très courts sont choisis, le nombre de préparations en batch doit être réduit ou les essais doivent être réalisés par plusieurs personnes.

## **5.7 Échantillonnage durant l'essai**

### **Bien préparer l'échantillonnage dans les récipients agitateurs**

L'échantillonnage réalisé à partir des préparations en batch doit être bien pensé et le déroulement des opérations planifié. Comme mentionné dans le paragraphe sur les temps de contact, il est très important de procéder à un échantillonnage systématique et bien organisé. Il convient de préparer des récipients propres et étiquetés pour les échantillons. Le volume nécessaire en fonction du type d'analyse doit être prélevé. Les échantillons doivent être filtrés directement après le prélèvement. Les filtres membranaires utilisés doivent toujours être bien rincés (diamètre de pores 0.45 µm, idéalement composés de cellulose régénérée). Le rinçage doit être effectué avec env. 50 ml d'eau ultrapure, car certains types de filtres peuvent émettre du COD et d'autres composés. Il est également possible de procéder au rinçage avec l'échantillon d'eaux usées, qui sera ensuite jeté.

### **Utiliser des seringues filtrantes pourvues d'un embout de tuyau**

Des seringues filtrantes pourvues d'un embout de tuyau permettant de prélever aisément l'échantillon dans des bouteilles ont fait leurs preuves (voir Figure 5). Elles peuvent être utilisées en combinaison avec des filtres jetables à visser pour la filtration. Si un échantillon de plus de 100 ml est nécessaire (par exemple pour analyser les composés traces), il convient d'utiliser le système de filtration usuel : à l'aide d'une pompe à vide à membrane, les eaux usées sont filtrées à travers de grands filtres en fibre de verre de type GF/F (diamètre 10 ou 12 cm). Ces filtres doivent aussi être suffisamment rincés au préa-

lable avec de l'eau ultrapure. Avant l'échantillonnage ou le remplissage des échantillons dans des bouteilles et des tubes en plastique, ces derniers sont déjà étiquetés (préalablement rincés, nettoyés et séchés). Les tubes peuvent être utilisés plusieurs fois après un bon nettoyage.

### Quantité d'échantillon nécessaire pour procéder aux analyses

Pour analyser les paramètres mentionnés, les quantités suivantes d'échantillon filtré sont généralement nécessaires:

- Analyse COD: environ 50 ml
- Mesure CAS: environ 50 ml
- Analyse des composés traces: au moins 100 ml, au mieux 250 ml  
(répétition/échantillon de contrôle)

La quantité doit être définie avec le laboratoire d'analyses.

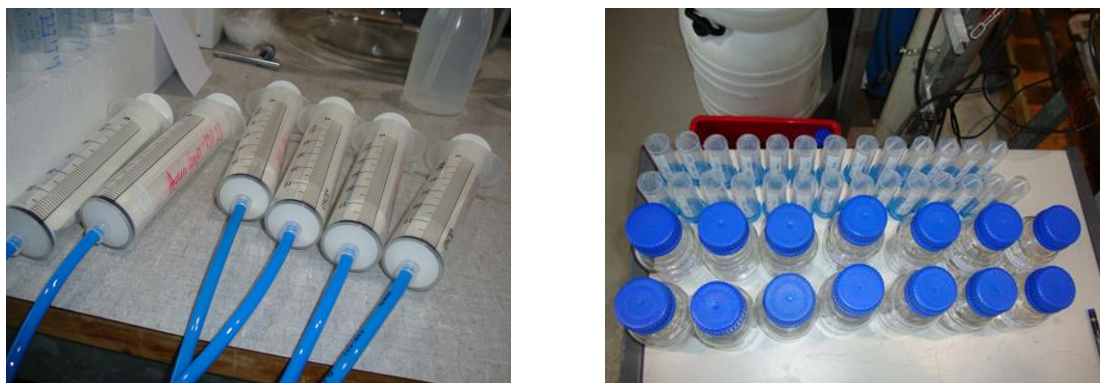


Figure 5 Seringues pour l'échantillonnage (à gauche) avec des embouts de tuyau et des tubes (petites bouteilles en plastique), ainsi que des bouteilles Schott pour les échantillons (à droite)

## 5.8 Mesure du rendement d'épuration

Différents paramètres peuvent être utilisés pour évaluer l'efficacité des charbons actifs utilisés. Le coefficient d'absorption spectrale (valeur CAS) avec une longueur d'onde de 254 et 366 nm (Wittmer et al. 2013, Zietzschmann 2014, Fleiner et al. 2015) et le COD peuvent fournir une première évaluation du rendement d'élimination des composés traces.

Ces deux paramètres peuvent être qualifiés de paramètres de substitution pour l'élimination des douze micropolluants de référence. Si ces corrélations sont connues, la performance d'épuration des micropolluants dans les eaux usées peut être déduite ou estimée grâce à ces mesures de substitution.

### COD et coefficient d'absorption spectrale (CAS) comme paramètre de remplacement

La diminution de l'absorbance corrèle généralement très bien avec l'élimination des micropolluants, respectivement des douze substances de référence (Figure 6A). Elle s'applique à une multitude de micropolluants différents et est quasiment indépendante du CAP utilisé. Plus la diminution de l'absorbance est élevée, plus la réduction des composés traces dans les eaux usées est élevée. Cette corrélation vaut pour différentes qualités d'effluents de stations d'épuration (COD). Une réduction du CAS<sub>254nm</sub> de 40% dans les eaux usées communales par rapport à l'échantillon non traité correspond généralement à une réduction de 80% des 12 substances de référence (moyenne).

La longueur d'onde à 254 nm s'est imposée (VSA 2018) lors des analyses de l'absorbance par un photomètre de laboratoire ou des sondes en ligne.

La diminution du COD corrèle également avec la diminution des composés traces (Figure 6B). La charge organique des eaux usées et sa composition peuvent toutefois varier d'un site à l'autre et d'un échantillon à l'autre. La matrice organique d'une eau usée peut donc être très inhomogène. Lors du processus d'adsorption, les composés organiques de la matrice peuvent entrer en concurrence avec les substances de référence de façon variable, de sorte que les résultats ne sont transférables à d'autres eaux usées que de manière limitée.

Les diminutions de l'absorbance et du COD par le dosage de CAP corrélient également pour une eau usée spécifique (Figure 6C). Cette corrélation varie en fonction du rapport différent de COD et de CAS. Dans les eaux usées communales, le rapport entre COD et CAS<sub>254nm</sub> est généralement de 0.5. Des analyses de COD peuvent être effectuées à l'aide de tests rapides en cuvettes réalisés avec exactitude, mais les analyseurs de COT en laboratoire sont généralement plus précis.

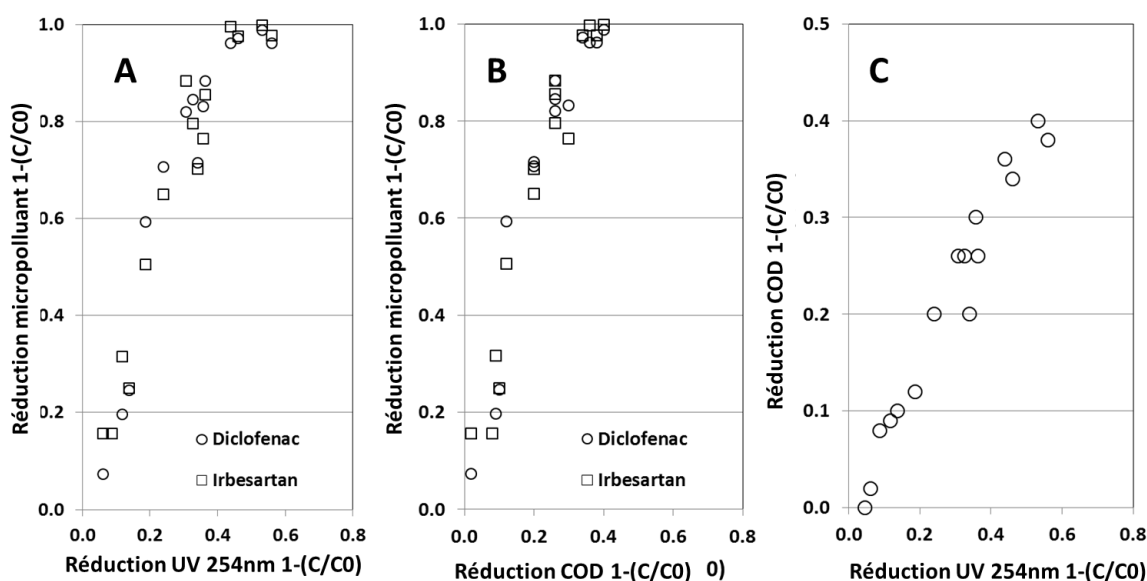


Figure 6 Corrélations entre la réduction de l'absorbance UV à 254 nm et la réduction de deux micropolluants (A) et la réduction du COD (B) et corrélation entre la diminution du COD et l'absorbance à 254nm (C) en utilisant 6 CAP différents à des doses spécifiques différentes (en g CAP/g COD) pour une eau usée (données tirées de Böhler 2018a)

### Les analyses de composés traces sont nécessaires pour connaître le rendement d'élimination réel du CAP

Les analyses de composés traces sont toutefois indispensables pour obtenir des indications précises et correctes sur la réduction des micropolluants par le CAP, sachant que des composés organiques issus de rejets industriels peuvent influencer la matrice des eaux usées et donc l'absorbance des eaux usées de manière significative ou entrer en concurrence avec les micropolluants. Jusqu'à présent, seuls des laboratoires spécialisés peuvent effectuer des analyses de composés traces.

S'il n'y a pas de photomètre de laboratoire à disposition pour déterminer le CAS, le photomètre utilisé pour faire des tests rapides en cuvettes dans le cadre de l'autocontrôle de la station d'épuration peut également être utilisé. Selon le modèle et le type d'appareil ou de fabricant, une cuvette en quartz séparée peut être utilisée et une longueur d'onde définie peut être programmée. Certains appareils ne mesurent toutefois pas dans la plage de 254 nm. Alternativement, la longueur d'onde 366 nm peut alors être utilisée. En ce qui concerne la manipulation des photomètres à cuvettes destinés à mesurer le CAS, vous trouverez des explications sur la marche à suivre dans le paragraphe « Instructions relatives au

photomètre ».

L'absorbance de la cuvette y compris le remplissage d'eau ultrapure doivent être déduits (aussi bien pour l'échantillon d'eau de départ que pour l'échantillon d'eaux usées après le traitement) afin de déterminer la diminution relative de l'absorbance.

## 6 Comparaison et évaluation des résultats

Une comparaison entre la diminution du COD et la diminution du CAS (Figure 7) convient parfaitement pour contrôler la qualité de la réalisation des tests et des mesures. En règle générale, les quantités dosées habituellement dans des eaux usées communales spécifiques présentent un rapport linéaire élevé ou une corrélation des diminutions. Si certaines paires de valeurs s'écartent significativement de la tendance, il faut partir du principe qu'une erreur a été commise lors de la réalisation du test ou lors de la mesure.

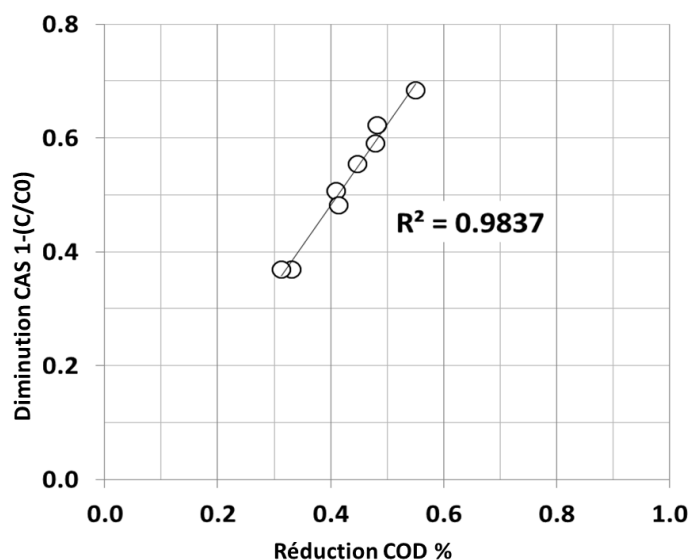


Figure 7 Corrélation entre la diminution du COD et du CAS d'une eau usée communale avec utilisation de 3 CAP différents et différentes doses de CAP spécifiques (données tirées de Böhler 2017).

De simples histogrammes sont très pratiques pour comparer le rendement d'épuration de différents CAP, car ils permettent de comparer la grandeur de la diminution (cf. Figure 8).

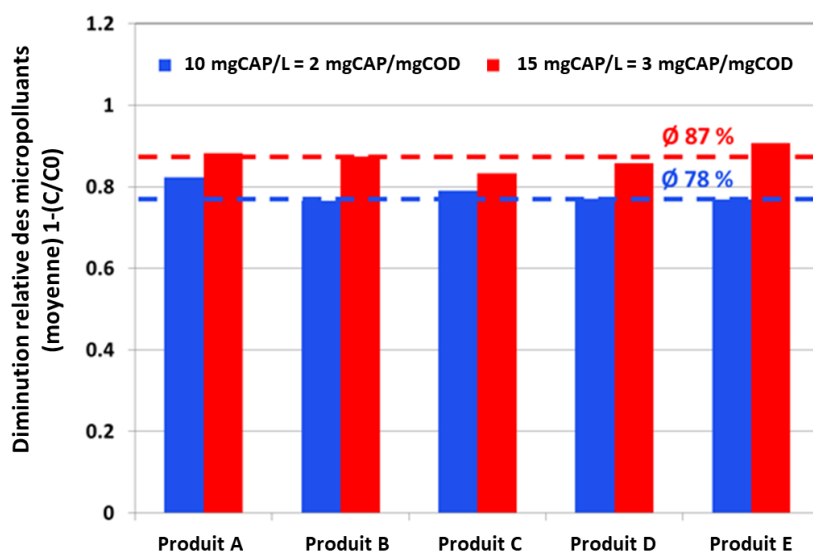


Figure 8 Diminution moyenne des composés traces avec deux doses de CAP (données tirées de Böhler 2018a)

Ce type de représentation et de comparaison peut être élaboré pour la diminution de substances individuelles, la moyenne de la somme de différentes substances (p. ex. moyenne des substances difficilement adsorbables), le CAS ou le COD.

Comme nous l'avons indiqué précédemment, il ne faut pas choisir des doses spécifiques de CAP trop élevées lors de tests en batch destinés à la présélection des produits, afin d'obtenir différents résultats pour différents types de charbon. Dans l'exemple (Figure 9), la dose choisie de 3.9 mg CAP/mg COD était trop élevée car certains produits adsorbent presque 100% des composés traces considérés.

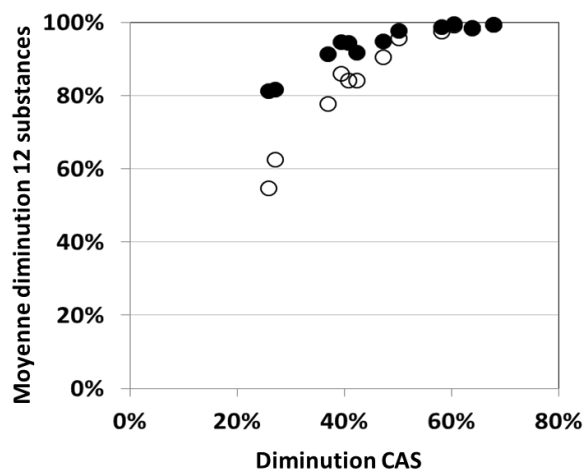


Figure 9 Diminution des substances de référence en fonction de la diminution du CAS avec des doses de 1.9 et 3.9 mg CAP/mg COD. 6 CAP différents disponibles dans le commerce ont été utilisés (12 tests en batch au total). (●) Moyenne des 12 substances de référence et (○) moyenne des substances moins facilement adsorbables (diclofenac, irbésartan et candésartan) après 24 heures (données tirées de Böhler et al. 2018b).

## Références et ouvrages complémentaires

- Benstöm, F. (2017): Granulierte Aktivkohle zur Elimination organischer Spurenstoffe aus kommunalem Abwasser – Dissertation, Fakultät für Bauingenieurwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen, Aachen.
- Böhler, M. (2010): Vergleichender Test von verschiedenen Pulveraktivkohlen zur Elimination von Spurenstoffen aus kommunalem Abwasser, Kurzbericht, Eawag, unveröffentlicht, Dübendorf.
- Boehler, M.; Zwickenpflug, B.; Hollender, J.; Ternes, J.; Joss, A. and Siegrist, H. (2012): Removal of micropollutants in municipal wastewater treatment plants by powder-activated carbon. *Water Science and Technology*, Vol. 66 Issue: 10, pp. 2115-21.
- Böhler, M. (2017): PAK-Schüttelversuche mit Abwasser der ARA Gossau-Grüningen zur Ermittlung der Reduktion von DOC und Absorbanz, Kurzbericht, Eawag, unveröffentlicht, Dübendorf.
- Böhler, M. (2018a): PAK-Schüttelversuche mit Abwasser der ARA Egg-Oetwil am See zur Ermittlung der Reduktion von DOC, Absorbanz und Mikroverunreinigungen, Kurzbericht, Eawag, unveröffentlicht, Dübendorf.
- Böhler, M. und McArdell, C.S. (2018b): Pilotversuche zur erweiterten Abwasserbehandlung mit granulierter Aktivkohle (GAK) und kombiniert mit Teilozonung (O3/GAK) auf der ARA Glarnerland (AVG), 1. Zwischenbericht der Eawag an den AVG, Februar 2018, Dübendorf
- DIN EN 12903 (2009): Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch – Pulveraktivkohle.
- DWA-Arbeitsgruppe KA 8.6 (2016): Aktivkohleeinsatz auf kommunalen Kläranlagen zur Spurenstoffentfernung – Arbeitsbericht, Korrespondenz Abwasser, Abfall, pp. 1062–1067, 12/2016.
- DWA-Arbeitsgruppe KA 8.6 (2019): Aktivkohleeinsatz auf kommunalen Kläranlagen zur Spurenstoffelimination – Verfahrensvarianten, Reinigungsleistung und betriebliche Aspekte, Hersg. DWA, Themenband Mai 2019, T1/2019, 978-3-88721 – 797 - 6.
- Fleiner, J., Wittmer A., Böhler M., McArdell C.S., Teichler R, Bourgin M., Schachtler M. und Siegrist H. (2015): „Ozonung ARA Neugut, Dübendorf – Grosstechnische Optimierung der Ozondosierung“, Schlussbericht an das BAFU, Eawag
- Haist-Gulde, G. (2010): Pulveraktivkohlesorten – Qualitätskriterien und Produktauswahl, Tagungsband Aktivkohle in der Abwasserreinigung – Vom Versuch zum technischen Massstab, 23. Und 24. Juni 2010, Mannheim
- Sperlich, A., Altmann, J., Zietzschmann, F., Meinel, F., Ruhl, A., Gnierss, R. und Jeckel, M. (2014). Schnelle und kostengünstige Testverfahren zur Kontrolle der Spurenstoffelimination in der Praxis, Korrespondenz Abwasser, Abfall 61, pp. 989-997, 11/2014.
- Sterkele B. und Gujer, W. (2008): Einsatz von Pulveraktivkohle zur Elimination von Mikroverunreinigungen aus dem Abwasser, mündliche Mitteilung Fink, G., und Ternes T. unveröffentlichte Versuche, 1. Zwischenbericht an das Bafu, Bericht Eawag (2008).
- Jamhoury, H. (2017): Life cycle assessment of micropollutants removal in wastewater treatment plants. Master thesis, ETH Zürich.
- Metzger, S. (2010): Einsatz von Pulveraktivkohle zur weitergehenden Reinigung von kommunalem Abwasser. Dissertation an der TU Berlin, Oldenbourg Industrieverlag, München.
- Meier, A., et Böhler, M. (2019). Choix, acquisition et contrôle qualité du CAP pour éliminer les micropolluants dans les STEP, article spécialisé, AQUA & GAS, n°1
- Mutz D., Remy C., Mieke U. und Sperlich A. (2017): Einfluss von Ozonung oder Aktivkohleadsorption zur weitergehenden Entfernung organischer Spurenstoffe auf den Energieaufwand und CO<sub>2</sub>-Fußabdruck einer Kläranlage. Korrespondenz Abwasser, Abfall 64, pp. 310-20, 4/2016.

- Neef, J. (2016): Untersuchungen zur simultanen Anwendung von Pulveraktivkohle, Tagungsband 7. KomS-Technologieforum Spurenstoffe, 6.10.2016, Eventhaus, Lahr
- NRW, Kompetenzzentrum Mikroschadstoffe, «Einsatz von Aktivkohle zur Wasser-/Abwasserbehandlung - Übersicht der Aktivkohlehersteller und Lieferanten sowie Anlagenbauer von Dosiertechnik,»  
Download: <https://www.masterplan-wasser.nrw.de/downloads/broschuere-aktivkohle/>, Stand Mai 2018.
- Rößler, A. und Meier, A. (2019): Praxiserfahrungen zum Einkauf und zur Qualitätssicherung von Pulveraktivkohle bei der kommunalen Abwasserbehandlung, Korrespondenz Abwasser, Abfall, 2/2019.
- VSA (2018): Expériences faites avec les sondes UV/VIS pour surveiller l'élimination des composés traces dans les stations d'épuration, plateforme «Techniques de traitement des micropolluants», téléchargement sur [www.micropoll.ch](http://www.micropoll.ch)
- Zietzschmann, F. et al. (2014): Estimating organic micro-pollutant removal potential of activated carbons using UV absorption and carbon characteristics, *Water Research* 56, pp. 48–55
- Zietzschmann, F., Dittmar, S. Splettstößer, L., Hunsicker, J., Dittmann, D., Meinel, F., Rößler, A., Metzger, S., Jekel, M. and Ruhl, A. S. (2019a): Fast empirical lab method for performance projections of large-scale powdered activated carbon re-circulation plants, *Chemosphere* 215, 563e573, <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.10.055>
- Zietzschmann, F., Stapf, M. Sperlich, A., Ruhl, A. S., Miehe, U. Gniers, R. und Jekel, M (2019b): Test-Tools – Entwicklung und valisierung von schnellen Testmethoden zum Spurenstoffverhalten in technischen und natürlichen Barrieren des urbanen Wasserkreislaufes, Hrsg. Jekel, M. und Zietzschmann, F., Universitätsverlag der TU Berlin, download: <https://doi.org/10.14279/depositonce-7524>

## Contacts des fournisseurs de charbon actif

Il existe une multitude de fournisseurs de charbon actif. Vous trouverez sous le [LIEN](#) suivant une liste d'entreprises et des fournisseurs de produits expérimentés et établis dans ce domaine. La liste n'est pas définitive et sera complétée le cas échéant. Vous y trouverez également les coordonnées de partenaires contractuels suisses pour l'acquisition des produits, ainsi que des représentants en Allemagne.

## Listes de matériel et de contrôle pour les tests

### Liste de matériel pour la collecte d'eaux usées

- Appareil d'échantillonnage (pour les échantillons composites, le programmer de manière spécifique)
- Echantillonneur pour le prélèvement des eaux usées lors des prélèvements ponctuels
- Récipient de transport et de stockage propre pour les eaux usées (de 30 litres par exemple). Si de nouveaux récipients en plastique sont utilisés, ils doivent être remplis d'eaux usées et stockés pendant une période prolongée (les plastiques neufs peuvent émettre des substances ou adsorber des composés organiques ou du COD).
- Sacs ou tissus filtrants en nylon dotés d'un diamètre de pores de 50 ou 100  $\mu\text{m}$  pour séparer les matières solides grossières et les floccs de boue activée (MES)
- Stockage au frais et à l'abri de la lumière
- Étiquetage qualité des eaux usées / date / heure / station d'épuration / échantillon ponctuel ou composite

### Liste de matériel pour la préparation de la solution concentrée de CAP

- Organiser les échantillons de CAP
- Sécher ou stocker l'échantillon de CAP au sec
- Préparer des récipients propres et refermables (p. ex. 0.5 ou 1 litre par produit de CAP)
- Contrôler la balance
- Peser la quantité nécessaire d'eau ultrapure ou déminéralisée
- Peser le CAP
- Agitateurs magnétiques ou non pour chaque bouteille

### Liste de matériel pour le test en laboratoire

- Agitateurs et bouteilles en verre adaptées (Figure 3, Figure 4)
- Seringues pour l'échantillonnage (Figure 5), éventuellement avec un embout de tuyau pour le prolonger
- Filtre à membrane (diamètre de pores  $\varnothing$  0.45  $\mu\text{m}$ , p. ex. Macherey Nagel, Chromafil NANO-LOR), le rincer avant utilisation

- Agitateur magnétique pour la solution concentrée de CAP
- Pipettes à piston (1/5/10 ml) (remarque: couper l'extrémité (un tout petit peu) pour éviter son colmatage, cela n'a pas d'influence sur le volume du piston)
- Récipients pour l'échantillonnage du COD (tube en plastique de 50 ml), du CAS (tube en plastique de 50 ml), des composés traces (bouteilles en verre de min. 100 ml) (Figure 5)
- Éprouvette graduée (1000 ml) ou balance pour remplir les eaux usées dans les récipients agitateurs
- Sac filtrant pour une filtration grossière (50  $\mu\text{m}$  ou 100 $\mu\text{m}$ ) visant à séparer les matières en suspension
- Photomètre pouvant mesurer dans le spectre UV (à 254 ou 366 nm)
- Cuvettes en quartz pour réaliser une mesure UV (50 mm, propres et sans détergent), mesure à blanc avec de l'eau ultrapure ou de l'eau déminéralisée
- Tests en cuvette pour mesurer le COD ou analyseur de COT
- Étiquettes pour l'étiquetage
- Gant
- Montre
- Appareil photo

# Instructions relatives au photomètre - mesure de l'extinction via la fonction longueur d'onde individuelle

Photomètre: p. ex. Hach DR3900

Cuvettes: cuvettes à usage unique, p. ex. article VWR n° 634-0000  
cuvettes en quartz de 50 mm, par. ex. article Hach n° 2624450

## Utiliser l'adaptateur A



### 1. Sélectionner la longueur d'onde individuelle



### 2. Touche Options



### 3. Symbole longueur d'onde



### 4. Saisie de la longueur d'onde



5. **Mesure de l'extinction, d'abord réglage zéro avec eau ultrapure -> touche 0 (« Null »)**



6. **Mesurer l'échantillon -> touche Mesurer**

