



HAL
open science

2ème congrès international sur le traitement des effluents vinicoles

Y. Racault

► **To cite this version:**

Y. Racault. 2ème congrès international sur le traitement des effluents vinicoles. Cemagref Editions, pp.442, 1998, Coll. Actes de colloque, 2-85362-496-X. hal-02578433

HAL Id: hal-02578433

<https://hal.inrae.fr/hal-02578433>

Submitted on 13 Jun 2023

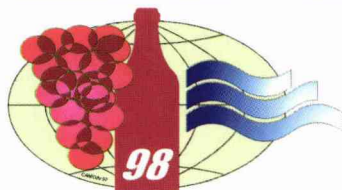
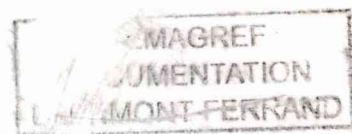
HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

PUB 00006891

ACTES DE
COLLOQUE

Bordeaux, France
5-7 mai 1998
Cemagref-INRA-ITV



2^e congrès international sur le traitement des effluents vinicoles

2nd international specialized
conference on
winery wastewaters

EMA 36

Cemagref
EDITIONS

CEMAGREF
DOCUMENTATION
CLERMONT-FERRAND

2^e CONGRÈS INTERNATIONAL SUR
LE TRAITEMENT
DES EFFLUENTS VINICOLES

2nd INTERNATIONAL SPECIALIZED
CONFERENCE ON
WINERY WASTEWATERS



2^e congrès international
sur le traitement
des effluents vinicoles

5 - 7 mai 1998

2nd international specialized
conference on
winery wastewaters

Coordinateur scientifique

YVAN RACAULT

Comité scientifique

DR. Y. RACAULT (France), *Chairman*

PR. J. MATA ALVAREZ (Espagne)

DR. R. MOLETTA (France)

M. D.H. MÜLLER (Allemagne)

M. J. ROCHARD (France)

PR. A. ROZZI (Italie)

Sous le patronage
du *Comité français de la recherche sur la pollution de l'eau*
et de l'*Office international de la vigne et du vin*

2^e congrès international sur le traitement des effluents vinicoles - *2nd international specialized conference on winery wastewaters* ; Bordeaux (france) 5 - 7 mai 1998.
©1998 Cemagref - DICOVA. ISBN : 2-85362-496-X. 442 pages - 370 FTTC.

SOMMAIRE

Introduction	11
SESSION 1 Caractéristiques des effluents - <i>Effluents characteristics</i>	
Méthode simplifiée d'évaluation de la charge polluante d'une cave vinicole en période de vendanges <i>Simplified method for pollution charge evaluation in a winery during grape-picking</i> P. GRENIER, Y. RACAULT, C. MEKIKDJIAN	15
OENO 2000 Caractérisation des effluents vinicoles champenois <i>Action Oeno 2000 Characterization of winery wastewater in Champagne</i> M.N. VIAUD, J. ROCHARD, F. DESAUTELS, F. BADIE, D. PLUCHART	25
Evaluation de la charge polluante des caves vinicoles du Nord Est de l'Italie <i>Estimate of polluting loads in effluents of Italian North East wineries</i> A. ROZZI, F. MALPEI, L. PADOANI	33
Bilan et analyse des flux polluants dans deux exploitations bourguignonnes au cours des vendanges <i>Balance and analysis of pollutants flow for two wine-producing farms in Burgundy during grape harvest time</i> J.P. LEMIERE, Z. CISSE, A. OLSSON, J.C. COQUILLE	41
SESSION 2 Stratégies de gestion des effluents - <i>Strategy of effluents management</i>	
Monitoring and control of environmental impacts associated with winery effluent in South Australia <i>Surveillance et contrôle de l'impact sur l'environnement des effluents de l'industrie vinicole en Australie Méridionale</i> PH. HAZELL	53
An integrated approach for assessing the environmental impacts of wineries in Portugal <i>Un essai intégré pour évaluer l'impact de l'industrie vinicole sur l'environnement au Portugal</i> E. A. DUARTE, M.B. MARTINS, E.C. CARBALHO, I. SPRANGER, S. COSTA	61
The management of wine industry effluent - A South African perspective. <i>La gestion des effluents de l'industrie vinicole - Une perspective Sud Africaine</i> E.M. GOLIATH	71
Adjuvant régénérable comme alternative à la filtration sur diatomées <i>A Regenerable filter aid as alternative to diatom earth filtration</i> D. SALAME, X. JACQUET, PH. COTTEREAU, J.L. BERGER	81
SESSION 3 Epandage - <i>Distribution of winery wastewater on land</i>	
Epandage des effluents viti-vinicoles ; l'expérience du bassin Rhône Méditerranée Corse <i>Spreading of winery effluent; the experience of the Rhone-Mediterranean-Corsica Basin</i> F. LE DORÉ	93

Use of winery effluent for irrigation of winegrapes <i>Utilisation des effluents de caves vinicoles pour l'irrigation des vignes</i> J. CHAPMAN	101
L'épandage des effluents vinicoles : impact et principaux critères technico - économiques et environnementaux d'évaluation des pratiques <i>Spreading wine effluents : impacts and main parameters for practices evaluation</i> F. JOURJON	107
Distribution of winery wastewater on land ; investigations on ecotoxicology <i>Épandage sur le sol des eaux usées vinicoles ; études sur l'éco-toxicologie</i> M. HEIL, D. MÜLLER	115

SESSION 4 Traitements physico-chimiques - *Physico-Chemical treatment*

Nouveau procédé de traitement d'effluents vinicoles par fractionnement des constituants et thermo-concentration A. BORIES, F. CONESA, A. BOUTOLLEAU, J.L. PEUREUX, P. THARRAULT	127
Potassium permanganate (KMnO ₄) application in the treatment of wastewaters from wine cellars <i>Utilisation du permanganate de potassium pour le traitement des effluents de caves vinicoles</i> J.M. MEDIALDEA, S. GARCIA, B. FERNANDEZ, M.C. ARNAIZ, S. ANTON, E. ESCOT, I. GARCIA, J. LEBRATO	137
Production directe d'acide tartrique pur à partir de solutions de détartrage chimique par un procédé de type électrodialyse <i>Direct production of pure tartaric acid from chemical cleaning solutions by using an electromembrane process</i> R. AUDINOS, CH. GERLAND, J.P. BERTHONNET	139
Traitement et valorisation des déchets de la cave de Monbazillac <i>Treatment and valorisation of wastes in Monbazillac winery</i> J.L. CHAUSSIER, G. BARTOSZEK, V. MILISIC	147

SESSION 5 Traitements biologiques aérobies - *Aerobic biological treatments*

Performance Evaluation of a Pilot Scale Constructed Wetland used for Treatment of Winery Process Wastewater <i>Evaluation des performances d'un lit planté de roseaux utilisé à l'échelle pilote pour traiter les effluents</i> H.L. SHEPHERD	159
Raccordement et traitement collectif mixte des effluents vinicoles <i>Connection to sewage system and treatment of winery wastewater in conjunction with domestic effluent</i> F. BADIE	169
Traitement des effluents de caves par stockage aéré : mise en oeuvre et optimisation <i>Treatment of winery wastewater by aerated storage : concept and optimisation</i> J. ROCHARD, F. DESAUTELS, M.N. VIAUD, D. PLUCHART	177
Traitement biologique aérobie par bassins en série des effluents vinicoles <i>Aerobic biological treatment of winery effluents using tanks in series</i> J.P. CANLER, J.M. PERRET, Y. RACAULT	185

Application du procédé SBR aux effluents viticoles : résultats de trois années de suivi <i>SBR technology applied to the treatment of winery wastewaters : results of the last three years</i> E. HOUBRON, M. TORRIJOS, R. MOLETTA	197
Application du traitement biologique aérobie double étage aux effluents vinicoles : évaluation de deux procédés lors des vendanges en Bordelais <i>Use of two stage biological aerobic systems for winery effluents : assessment of two processes during the peak pollution period in the Bordeaux area</i> Y. RACAULT, D. CORNET, J. VEDRENNE	205
Traitement de finition des effluents vinicoles par géoépuration sur massif siliceux <i>Wine-making effluents finishing treatment by geoepuration on silicious filter</i> D. ORDITZ, A. LAHEL, J.N. CRONIER	215
 SESSION 6 Traitements biologiques anaérobies - Anaerobic biological treatments	
Fermentation méthanique d'effluents vinicoles : utilisation d'un inoculum adapté <i>Methanogenic fermentation of winery wastewaters : use of an adapted inoculum</i> B. ROUX, M.L. FARDEAU, T. ARNAUD, J.L. GARCIA	227
Treatment of winery wastewater using an UASB process : capability and efficiency <i>Traitement des effluents vinicoles à l'aide d'un processus UASB : capacité et rentabilité</i> D. MÜLLER	235
Traitement des effluents vinicoles par un bassin de méthanisation à garnissage <i>The use of methane-producing lagoons for the depollution of winery effluents</i> M. TORRIJOS, R. MOLETTA	243
Demonstration plant experience of winery wastewater anaerobic treatment in a hybrid reactor <i>Expérience à l'échelle pilote du traitement anaérobie d'un effluent de cave vinicole dans un réacteur hybride</i> G. ANDREOTTOLA, P. NARDELLI, F. NARDIN	251
 SESSION 7 Conduite de procédés : aspects pratiques - Process monitoring : applications	
Impact de l'hypochlorite de sodium sur le fonctionnement d'une station de traitement des effluents vinicoles par boues activées en aération prolongée <i>Sodium hypochlorite impact on the operation of long-term activated sludge treatment of winery wastewaters</i> B. PICOT, Ch. GUGLIEMINI	263
Monitoring readily biodegradable COD load in winery wastewater and distillery slops by a titration biosenser <i>Contrôle de la DCO rapidement biodégradable d'effluents vinicoles et de vinassas de distillerie au moyen d'un biocapteur</i> A. ROZZI, P. BUFFIERE, J.-P. STEYER, A. MASSONE	271

Recherches de paramètres de suivi du traitement biologique des effluents vinicoles par stockage aéré <i>Study of follow-up parameters of biological treatment of winery wastewater by aerated storage</i> M.-N. VIAUD, D. BRIARD, A. WISSER, J. ROCHARD	279
Conditions de colonisation sur un support plastique lors du traitement aérobie des effluents vinicoles <i>Colonisation conditions in plastic support for aerobic winery wastewater treatment</i> E. BARTRA, M.-N. VIAUD, R. FERNANDEZ	287
 AFFICHES/POSTERS 	
Characterization and laboratory pre-treatment study of the effluent from a wine cooperative <i>Caractérisation et étude en laboratoire du prétraitement des effluents d'une cave coopérative vinicole</i> L. CAETANO, S. BERARDINO	299
Caractérisation des flux vinicoles - application aux caves angevines <i>Identifying flows of vineyards effluents applied to Anjou wine cellars</i> F. JOURJON	307
Caractéristiques des rejets vinicoles de la région de Cognac - filières d'épuration <i>Characteristics of wine and spirits effluent in Cognac region. Wastewater treatment processes</i> B. GALY, M. MENIER	315
Caractérisation des effluents vinicoles : évolution des charges polluantes de deux vinicoles du Sud de la France sur deux cycles annuels <i>Characterization of winery wastewater : evolution in the pollution load over two annual periods in two wineries in the South of France</i> B. PICOT, J.-C. CANABIS	321
From Science to clients : the Ökovin-project <i>De la Science aux utilisateurs : le projet Ökovin</i> E. MÜLLER	327
Conception et aménagement des caves <i>Design and water management in wineries</i> F. DESAUTELS, J. ROCHARD, M.-N. VIAUD	333
Viwa, a software for winery waste management <i>Viwa, un programme pour la gestion des eaux résiduaires des caves</i> P. BALSARI	339
Life cycle analysis for evaluating the impact of winery activities <i>L'analyse du cycle de vie pour évaluer l'impact des activités d'une cave vinicole</i> J. MATA-ALVAREZ, J. PALAU	347
Examples of wastewater minisation in a catalonian winery <i>Exemples de réduction des rejets dans une cave catalane</i> J. PALAU, J. MATA-ALVAREZ	355
L'étude préalable à l'épandage - cas de la Champagne <i>A study prior to land disposal, the Champagne example</i> N. DREVON	363

Ecotartres : collecte et valorisation des solutions alcalines de détartrage des cuves à vin <i>Ecotartre : collecting and valorisation of alkaline solutions of chemical discaling from vats</i> J.-P. FAURE, M. ROUX	369
Clarifloculation d'effluents vinicoles <i>Clarifloculation of winery effluents</i> J. COMA, S. EUMALEH, B. BUTEL, I. ROBIC	375
Traitement des effluents vinicoles par des techniques membranaires <i>Treatment of winery wastewaters using membranes processes</i> P. NOILET, M. SERRANO, M. MEITTON-PEUCHOT	381
Traitement des rejets vivicoles par évaporation naturelle accélérée : le procédé Nucleos, le module DH, équipé d'un ventilateur <i>Nucleos wastewater concentration system: the closed version equipped with a ventilator</i> Ph. STOCK, B. CAPELLE	387
Traitement des effluents de vendanges et de vinification par stockage aéré en bassin ouvert <i>Wineries wastewater treatment by aerated storage in open basin</i> D. PLUCHARD	393
Etude d'un procédé autonome de traitement des effluents vinicoles <i>Study of on-site process for winery wastawaters treatment</i> S. MAUNOIR, H. PHILIP, A. RAMBAUD, D. EUMONT, J. CARBALLAR, J. GONZALVEZ	399
Traitement des effluents vinicoles par boues activées multiétages. Bilan de fonctionnement dans deux caves du Sud de la France après 2 ans de fonctionnement <i>Multi-stage activated sludge treatment of winery wastewaters. Two years of full-scale operation in two wineries of the South of France</i> B. PICOT, J.-C. CANABIS, L. BOULET, M. FRANCIA	405
The treatment of winery wastes by Degrémont: example of two activated sludge plants <i>Le traitement des effluents vinicoles par Degrémont : exemple de deux traitements biologiques par boues activées</i> J.-C. FORGEAT, F. EHLINGER	411
Les levures, un vecteur potentiel d'intensification et de fiabilisation du traitement des effluents de vendange par boue activée <i>The yeasts, a potential vector for intensification and reliability of activated sludge process treating winery wastewater</i> X. LEFEBVRE	421
Characterization of the anaerobic consortia developed in an anaerobic filter applied to the treatment of winery effluents <i>Caractérisation des consortia anaérobies développés dans un filtre anaérobie employé dans le traitement d'effluents des caves vinicoles</i> P.-M. GONCALVES, M.-M. ALVES, M. MOTA, M.-O. MAIA	431
Elimination de l'azote compris dans les effluents domestiques à l'aide de boues provenant des effluents vinicoles <i>Elimination of nitrogen from domestic wastewater using bottoms from winery wastewaters</i> K. MALTHANER, D.-H. MÜLLER	437

Introduction

En juin 1994, le premier congrès international sur le traitement des effluents vinicoles a été organisé à Narbonne et Epernay par l'INRA, le Cemagref et le CIVC. A l'époque, il s'agissait de présenter la problématique du sujet et les techniques expérimentées, la plupart à l'échelle pilote, en France et à l'étranger.

Ce congrès intervenant au moment de la mise en place en France d'une réglementation plus sévère pour les rejets des établissements vinicoles a connu un grand succès. Il a rassemblé au total environ 250 personnes sur les deux sites et 22 pays étrangers étaient représentés. Ceci montre que la résolution de ce problème préoccupe l'ensemble des pays producteurs de vin. Le nombre de communications étrangères soumises montre à nouveau l'intérêt suscité par le sujet, à ce jour.

Depuis, un panel de techniques a été mis en oeuvre en vraie grandeur sur les caves coopératives et quelques chais. Une part importante de ces installations innovantes a été réalisée en Aquitaine, première région vinicole française, qui apparaît le lieu privilégié pour réaliser ce second congrès. La profession et l'Agence de l'Eau Adour Garonne ont d'ailleurs signé un contrat cadre pour la mise en conformité, avant l'an 2000, des établissements d'une capacité supérieure à 5 000 hl.

Les coorganisateur du 1er congrès ont jugé opportun de faire un nouveau bilan pour confronter les expériences de terrain et apporter une vision critique sur des bases scientifiques. Le problème des effluents doit être abordé non seulement sous l'angle du traitement des rejets mais aussi sous celui de la gestion de l'eau dans un process industriel.

Aujourd'hui, une meilleure prise en compte des aspects environnementaux par la profession vinicole ne peut être que bénéfique, à terme, tant pour la gestion de l'eau que pour l'image d'un vin de qualité.

Le comité d'organisation



SESSION 1

Caractéristiques des effluents
Effluents characteristics



Méthode simplifiée d'évaluation de la charge polluante d'une cave vinicole en période de vendanges

Simplified method for pollution charge evaluation in a winery during grape-picking

P. Grenier ¹, Y. Racault ², C. Mékikdjian ¹

(¹) Cemagref, Division Génie Instrumental pour la Qualité des produits Agro-Alimentaires
BP 5095, 34033 Montpellier Cedex 1, France,

tel: 04 67 04 63 00, fax: 04 67 04 63 06, e-mail: pierre.grenier@cemagref.fr

(²) Cemagref, Division Qualité des Eaux

50 avenue de Verdun, 33612 Cestas Cedex, France,

tel: 05 57 89 08 00, fax: 05 57 89 08 01, e.mail: yvan.racault@cemagref.fr

Résumé - Une méthode de validation est suggérée pour estimer les pics de charge polluante. Elle dépend de plusieurs types de données. Tout d'abord, des flux de pollution (DCO ou MES) résultant d'opérations types, collectés dans différentes régions productrices françaises. Ensuite, des séries de mesures journalières sur 5 sites pendant les vendanges (apports, eau consommée, charges organiques et en matières sèches); ces séries ont été analysées pour déterminer le meilleur moment et la durée optimale de prise d'échantillons. La méthode de validation comprend les étapes suivantes: 1) apports de raisins et consommations d'eau au cours des années précédentes, 2) mesure in-situ de charge polluante pendant 72 h, 3) calcul de charges *a priori* à partir de la base de données, 4) calcul de l'écart entre les charges polluantes respectivement estimées par la base de données et la mesure, 5) diagnostic de charge polluante.

Abstract - *The pollution charge in a winery varies very much on a daily basis and it is often difficult to make a reliable evaluation from a small number of uptakes. A fair evaluation of this charge is necessary for adapting the technical management of the winery as well as for setting up an adapted waste processing unit.*

In this paper, a validation method has been suggested for peak pollution charge estimation. It relies on several types of data. The first data deal with pollution fluxes (COD or SS) resulting from typical operations, collected in different French wine producing areas. The second type of data concerns the statistical treatment of measurement series over several wineries during grape-picking (Daily grape input weight, volume of water, organic charge and suspended solids); these series have been analyzed for determining the best moment and duration of waste water samples uptakes.

The validation method has the following steps: 1) collection of grapes inputs and water consumption profiles during previous years, 2) in-situ measurement of pollution charge during 72 h, 3) calculation of theoretical pollution charges resulting from the data base, 4) calculation of deviations between pollution charges respectively data based and measured, 5) validation of measurements.

This approach is quite rough but it can be improved with the addition of data from all specific wine producing areas.

Mots clés - cave vinicole, charge polluante, mesure

Keywords - winery, pollution load, measurement

Introduction

Comment ne pas se tromper sur le niveau de pollution réel d'une cave vinicole? C'est une question délicate, car l'enjeu est important (conception ou évolution d'un site de dépollution) et les causes d'erreur sont nombreuses.

Une recherche a été initiée par le Cemagref avec l'appui de l'Agence de l'Eau Rhône-Méditerranée-Corse (RMC, France) pour élaborer une méthode de diagnostic de charge polluante.

Méthodologie

Base de données

Une base de données a été constituée en faisant appel aux mesures de RMC et à celles du Groupe Technique National sur les effluents de cave (France). Les séries annuelles ont été moyennées avec un nombre d'observations variable de 1 à 53 jours. Elles concernent les pratiques viticoles, la consommation d'eau, les quantités et concentrations des rejets, et les charges polluantes spécifiques pour certaines opérations unitaires. Les tendances sont présentées par région, sachant que le contexte régional permet assez bien de regrouper des types d'activité viticole.

Prédiction de la charge polluante des vendanges à partir d'analyse d'échantillons

Cinq séries de mesures journalières ont été utilisées: volumes d'effluents (m^3/j), charge en DCO (kg/j) et charge en MES (kg/j), pendant les apports de raisins et les quelques semaines qui suivent. Les cinq séries correspondent à des sites de production de vin rouge en Gironde (Gironde): Tauriac 95, Saint-Emilion 95 et 96, Rauzan 94 et 95 (Cemagref Bordeaux). Un modèle de prédiction de la charge polluante journalière moyenne pendant les vendanges est proposé, à partir de l'analyse d'échantillons.

Simulation d'une journée-type

Un questionnaire d'enquête définit une journée typique d'activité de la cave et permet d'estimer la pollution journalière par la connaissance des charges spécifiques des opérations unitaires. Il s'agit d'une simulation des flux polluants. Du fait de l'imprécision trop importante des données recueillies par opération unitaire, la simulation n'est pas utilisée dans la méthode proposée ici pour les caves viticoles.

Diagnostic de charge polluante

Le diagnostic final est soit l'acceptation de la mesure de charge polluante réalisée, soit la demande de confirmation de cette mesure. Il utilise une base de données et un modèle de prédiction à partir d'analyse d'échantillons, ces données de natures diverses collaborant de manière robuste grâce à de la logique floue.

Résultats et discussion

Base de données

Des ordres de grandeur ont été établis, avec un écart-type chaque fois que le nombre d'observations le permet, pour les paramètres suivant: consommations d'eau en litre d'eau par litre de vin et par an hors refroidissement (Tableau 1), concentrations des effluents en période de vendanges (Tableau 2), et charges polluantes spécifiques en vinification en rouge et en blanc (GRENIER *et al.*, 1998a). Malgré le handicap de données trop peu nombreuses, une tendance se dessine sur l'ensemble du territoire: la consommation d'eau est d'environ 0,8 litre d'eau par litre de vin et par an hors refroidissement, les concentrations des effluents en période de vendanges sont en moyenne de 15 000 mg/l de DCO et 2 000 mg/l de MES.

Tableau 1. Consommations d'eau en litre d'eau par litre de vin et par an (hors refroidissement)

Eau l/l	Moyenne	Max	Min	Ecart-t	Nb obs*
Champagne	1.4				1
Midi	1.1				1
Côtes-du-Rhône	0.5				?
Alsace	0.7				1
Sud-Ouest	0.8	2.0	0.2	0.5	12
Loire	0.7	1.33	0.33	0.3	33
Total	0.8	2.0	0.2	0.3	49**

* Si plusieurs jours ont été observés sur un site, la valeur retenue est la moyenne journalière; si l'observation a été répétée plusieurs années, chaque année donne lieu à une observation

** L'ensemble Côtes du Rhône est compté ici comme un échantillon

Tableau 2. Concentrations des effluents en période de vendanges

Région	DCO g/l Moy	DCO g/l Ecart-t	MES g/l Moy	MES g/l Ecart-t	Nb obs
Midi	18	?	3	?	8
Côtes-du-Rhône	13.3	?	0.8	?	5
Alsace	7.5	?	1.2	?	3
Sud-Ouest	18	9	2.5	2	20
Loire	5.7	?	1	?	3
Beaujolais	13	?	1.7	?	4
Maconnais	23	?	2.7	?	3
Cognac	7.2	?	1.2	?	3
Total	15.1	9.8	2.1	1.9	49

Prédiction de charge polluante à l'aide de la base de données

Considérons le cas du Sud-Ouest. On fait l'hypothèse (à vérifier ou à adapter sur chaque site) que le volume d'effluents de la période vendanges est égal à 35 % de la consommation annuelle d'eau. Estimation de l'erreur de prédiction à l'aide de la base de données:

- total annuel = (0.8 ± 0.3) litre d'eau par litre de vin (Tableau 1, moyenne Sud-Ouest et écart-type France),
- 35 % \pm 5 % d'eau consommée pendant les vendanges (avis d'expert)
- concentration DCO = (18 ± 9) kg/m³ (Tableau 2, moyenne et écart-type Sud-Ouest),
- concentration MES = (2.5 ± 2) kg/m³ (Tableau 2, moyenne et écart-type Sud-Ouest).

La base de données permet de prédire, dans un contexte donné, les volumes d'effluents pendant les vendanges à 50 % près (m³/j), la charge DCO à 100 % près (kg/j), et la charge en MES à 150 % près (kg/j). L'incertitude du volume d'effluents peut être réduite à 25 % par des suivis de consommation d'eau. La base de données exagère l'incertitude des charges en DCO et MES par l'étalement des prélèvements pendant les vendanges. D'après les experts, si l'incertitude sur le volume d'effluents est réduite, des incertitudes de 50 % et 80 % sont réalistes pour des estimations des flux de DCO et MES (kg/j) resp.

Prédiction de la charge polluante des vendanges à partir d'analyse d'échantillons

Période d'étude des vendanges

Les cinq séries de mesures journalières communiquées par le Cemagref de Bordeaux montrent la pollution liée aux vendanges est, dans ce contexte, observable entièrement dans une période commençant le premier jour des apports de raisin et se terminant 10 jours après la fin des apports. Le temps des vendanges t_v peut être défini à partir du temps des apports t_{apports} par : $t_v = t_{\text{apports}} + 10$ jours.

Bien sûr, cette définition est à adapter à chaque contexte oenologique à l'aide de séries temporelles d'observation des flux caractérisant la charge polluante (volumes, DCO, MES).

Consommation d'eau

En l'absence de données supplémentaires suffisamment fiables, les 5 séries temporelles étudiées montrent qu'environ 35 % de l'eau annuelle est consommée pendant la période des vendanges. Cette estimation ne prend pas en compte les rejets d'eau propre (eaux de refroidissement non comptabilisées au rejet). Elle ne sera utilisée qu'en l'absence d'information sur un site, et il lui sera préféré une comptabilisation des eaux consommées.

Moment et durée de l'échantillonnage

Les courbes représentant les mesures journalières de charge polluante étant très irrégulières, elles ont été lissées suivant une démarche illustrée par les Figures 1, 2, 3 & 4.

L'objectif des courbes lissées n'est pas de modéliser finement les évolutions mais de décrire qualitativement la position des maximums.

Les courbes lissées sont obtenues par la démarche suivante :

- la durée de référence est le temps nécessaire pour obtenir 100 % des apports. Tous les temps sont ensuite rapportés à cette durée de référence ;
- les cumuls sont calculés pour chaque variable (Apports, Eau, DCO) et rapportés au cumul total de la période d'observation ;
- les courbes de ces cumuls relatifs sont assimilées à des fonctions de répartition de lois de Gompertz (SAS Institute Inc., 1989):

$$F(t) = 1 - \exp[-\exp(\beta_0 + \beta_1 \ln t)] \text{ avec } t \geq 0$$

Les courbes lissées des trois paramètres Apports, Volumes d'effluents, Charge de DCO, présentées ensemble en Figure 4, correspondent au cas de Rauzan 94 (cave B), l'une des 5 séries temporelles étudiées. Pour se rendre compte de l'effet lissage, les Figures 1, 2 et 3 présentent les points de mesure et les courbes lissées transformées dans les unités des points expérimentaux.

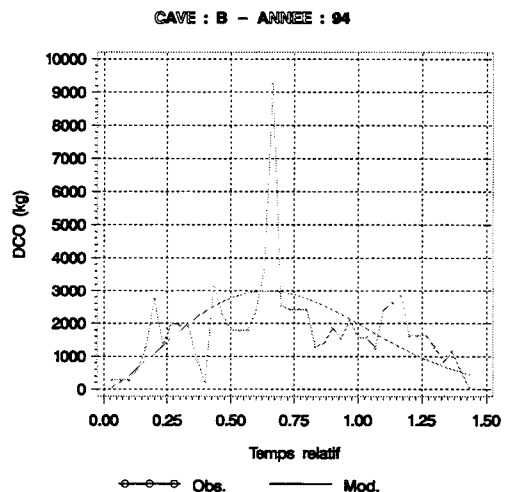
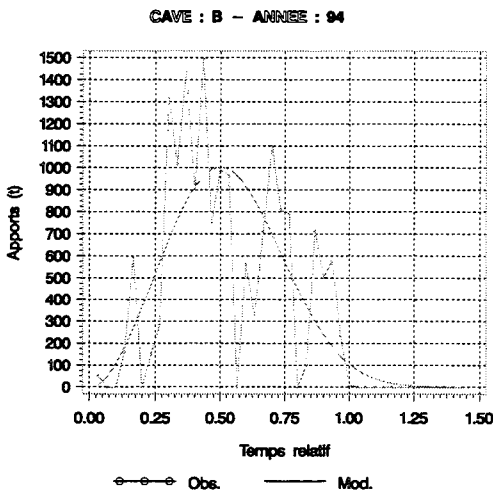


Fig.1 : Courbe des apports (Tonnes) avec lissage

Fig.2 : Courbe de DCO (kg/j) avec lissage

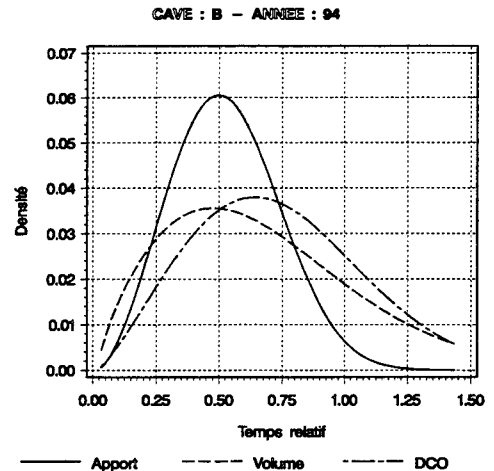
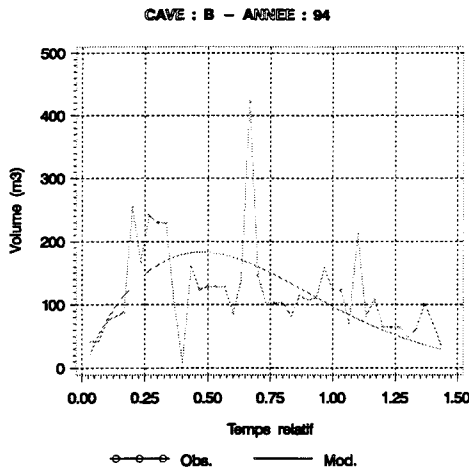


Fig. 3 : Courbe des volumes (m³/j) avec lissage

Fig.4 : Courbes lissées des apports de raisins, des volumes d'effluents et des charges de DCO

Le moment et la durée d'échantillonnage ont été étudiés en calculant les coefficients de corrélation entre les mesures moyennées sur une durée t_m d'échantillonnage, et les mesures moyennées sur toute la période t_v . Ces calculs ont été réalisés par tableur ExcelTM pour les 5 séries temporelles, successivement pour l'eau rejetée (m³/j), la charge polluante en DCO (kg/j) et la charge en MES (kg/j). Les durées d'échantillonnage t_m étudiées ont été 2, 3, 4, et 5 jours, et 5 moments ont été considérés en partant du maximum des apports défini par lissage des courbes, en glissant 5 fois de 1 jour.

L'analyse des tableaux de corrélation montre que le meilleur compromis pour eau, DCO et MES est de réaliser un échantillonnage sur 3 jours commençant à $(t_{\text{apports-max}} + 3)$ ¹ (GRENIER *et al*, 1998a).

Prédiction de la charge polluante des vendanges à partir d'analyse d'échantillons

On définit une période de mesure t_m de 3 jours, située 3 jours après $t_{\text{apports-max}}$.

Flux total pendant $t_m = F_m$ m³ ou kg

Flux moyen pendant $t_m = F_m / t_m = F_1$ (m³ ou kg)/j

Flux total pendant $t_v = F_v$ m³ ou kg

Flux moyen pendant $t_v = F_v / t_v = F_2$ (m³ ou kg)/j

F_1 est estimé par mesure de débit et analyse physico-chimique, et F_2 est prédit à partir de F_1 par régression linéaire simple. Avec un échantillonnage réalisé au moment et pour la durée recommandés au paragraphe précédent, pour les 5 séries étudiées, 5 couples de points (mesure moyenne sur t_m , mesure moyenne sur t_v), resp. pour Volumes, Charge DCO, Charge MES, ont été traités par régression linéaire simple avec ExcelTM. Les pentes des régressions sont respectivement de 1, 0.66 et 0.8, avec des ordonnées à l'origine proches de 0. En

¹ $t_{\text{apports-max}}$ = jour du pic d'apports de raisins

estimant F_2 à partir de F_1 par ces coefficients avec 0 pour ordonnée à l'origine, les erreurs relatives moyennes pour chaque paramètre sont respectivement de 15 %, 20 %, et 30 %.

Ainsi, dans le contexte décrit par les 5 séries étudiées, la charge polluante moyenne des vendanges peut être prédite à partir de prélèvements d'échantillons comme suit:

- $F_{2\text{eau}} = F_{1\text{eau}}$, erreur relative moyenne de 15 %,
- $F_{2\text{DCO}} = 0.66 \cdot F_{1\text{DCO}}$, erreur relative moyenne de 20 %,
- $F_{2\text{MES}} = 0.8 \cdot F_{1\text{MES}}$, erreur relative moyenne de 30 %.

A ces erreurs de modélisation se rajoute l'incertitude des mesures de débit et des analyses physico-chimiques. Dans de bonnes conditions, l'erreur de mesure du débit peut être maintenue inférieure à 10 %, et l'erreur des analyses peut être limitée à 10 %. L'erreur globale de prédiction de F_2 à partir de F_1 est donc de 25 %, 40 %, et 50 %, respectivement pour l'eau, la DCO, et la MES.

Diagnostic de charge polluante

Problématique théorique de coopération de modèles

Les variables Me et BD représentent respectivement la Mesure et la Base de Données. Ces 2 variables décrivent chacune des volumes d'eau (Eau/Me, Eau/BD), des charges de DCO (DCO/Me, DCO/BD) et des charges de MES (MES/Me, MES/BD).

Un raisonnement a été élaboré par interview d'experts pour modéliser le diagnostic (GRENIER *et al*, 1998b):

(a). "Je considère que la valeur de Me a un degré d'acceptabilité non nul vis-à-vis de BD quand $|Me-BD|$ est plus faible que σ_{BD} , et je suis entièrement satisfait de la comparaison entre Me et BD quand $|Me-BD|$ est plus faible que σ_{Me} ."

(b). Je n'accepte pas d'être moins qu'à moitié satisfait par la valeur de Me vis-à-vis de BD".

Ce raisonnement peut être traduit par des nombres flous.

Les notations suivantes sont précisées:

e_{Me} , e_{BD} = erreurs relatives moyennes de Me et BD respectivement;

σ_{Me} , σ_{BD} = incertitude associée à Me et BD respectivement;

$$\sigma_{Me} = e_{Me} * Me$$

$$\sigma_{BD} = e_{BD} * BD$$

Le degré d'acceptabilité d'une mesure Me par rapport à la base de données peut être vu comme le degré d'appartenance $\pi_{BD}(Me)$ de Me à l'ensemble flou Π_{BD} qui représente l'estimation fournie par la base de données; Π_{BD} est centré autour de BD.

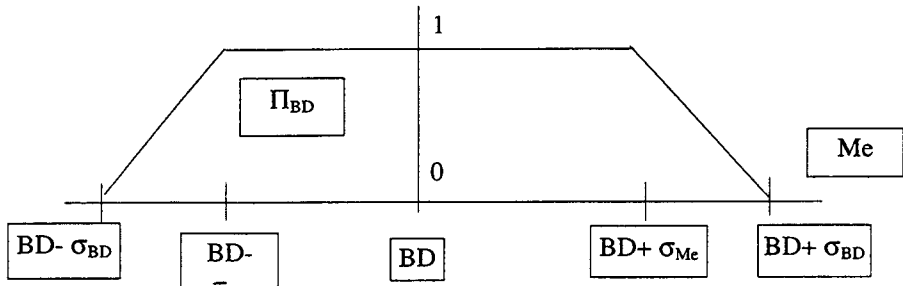


Figure 5. Ensemble flou P_{BD} décrivant l'acceptabilité de Me vis-à-vis de BD

NB: si $\sigma_{BD} < \sigma_{Me}$, alors le rôle de σ_{BD} est inversé avec celui de σ_{Me} dans la construction des nombres flous Π_{BD} .

Démarche pratique

Etape 1. Repérer les compteurs d'eau de la cave et les regards d'eaux usées. Vérifier que les forages éventuels sont munis de compteurs. S'assurer que tous les compteurs sont en bon état de fonctionnement par recoupement d'information entre la base de données et la facturation d'eau. Choisir à l'avance l'emplacement de la prise d'échantillons.

Etape 2. Choisir dans la base de données une consommation d'eau (hl/hl) et une concentration moyenne en DCO (g/l) et MES (g/l). Le facteur régional est un critère indirect du type de vinification (à utiliser avec précaution).

$$F_{\text{eau-BD}} (\text{m}^3/\text{j}) = (\text{Production de vin (hl)} \cdot \text{eau consommée (hl/hl)} \cdot 35\%) / (t_{\text{apports}} + 10)$$

$$F_{\text{DCO-BD}} (\text{kg/j}) = F_{\text{DCO-BD}} (\text{m}^3/\text{j}) \cdot [\text{DCO}] (\text{kg/m}^3)$$

$$F_{\text{MES-BD}} (\text{kg/j}) = F_{\text{MES-BD}} (\text{m}^3/\text{j}) \cdot [\text{DCO}] (\text{kg/m}^3)$$

Quand des suivis de consommation d'eau ont été réalisés, les utiliser à la place des 35 %.

Etape 3. Mesure de débit d'effluents $F_{1\text{eau}} (\text{m}^3/\text{j})$ et prélèvement d'échantillons sur un cycle de 72 h, au début de la phase descendante des apports de vendange, si possible 3 jours après le pic. Estimation de [DCO] et [MES] moyennes par analyse physico-chimique.

Pour $t_m = 72$ h, en moyenne:

$$- F_{1\text{DCO}} (\text{kg/j}) = F_{1\text{eau}} (\text{m}^3/\text{j}) \cdot [\text{DCO}] (\text{kg/m}^3),$$

$$- F_{1\text{MES}} (\text{kg/j}) = F_{1\text{eau}} (\text{m}^3/\text{j}) \cdot [\text{MES}] (\text{kg/m}^3).$$

Pour la période t_v , en moyenne:

$$- F_{2\text{eau}} = F_{1\text{eau}},$$

$$- F_{2\text{DCO}} = 0.66 \cdot F_{1\text{DCO}},$$

$$- F_{2\text{MES}} = 0.8 \cdot F_{1\text{MES}},$$

Etape 4. Calculer l'écart entre les consommations d'eau aux compteurs et le volume des effluents mesuré par débitmètre en sortie de cave pendant 72 h. Déduire éventuellement de l'eau consommée les eaux rejetées propres et non comptabilisées aux effluents. Si l'écart est supérieur à 20 % (somme erreurs compteur et débitmètre resp. de 10 %), retour à l'étape 1.

Etape 5. Construction des nombres flous Π_{BD} pour $Me = F_{2\text{eau}}, F_{2\text{DCO}}$, et $F_{2\text{MES}}$, et $BD = F_{\text{eau-BD}}, F_{\text{DCO-BD}}$, et $F_{\text{MES-BD}}$; $e_{Me} = 25 \%, 40 \%, \text{ et } 50 \%$ resp. pour Eau, DCO, et MES; $e_{BD} = 25 \%, 50 \%, \text{ et } 80 \%$ resp. pour Eau, DCO, et MES; $\sigma_{Me} = e_{Me} * Me$; $\sigma_{BD} = e_{BD} * BD$;
A-t-on $\pi_{BD}(Me) > 1/2$ pour au moins $Me = F_{2\text{eau}}$ et $Me = F_{2\text{DCO}}$? Si oui, validation de Me. Si non, retour en étape 1 pour une campagne de mesures supplémentaire.

Illustration de la démarche du diagnostic

Cas de Rauzan 94. Production de 126 000 hl; $t_{\text{apports}} = 30$ jours; $t_v = 40$ jours;
Consommation d'eau pendant $t_v = 40 \%$ de la consommation annuelle.

Base de données:

- $BD = F_{\text{eau-BD}} (\text{m}^3/\text{j}) = (126\ 000 \text{ hl} \cdot 0.8 \text{ hl/hl} \cdot 40 \%) / 40 = 100.8 \text{ m}^3/\text{j}$
- $BD = F_{\text{DCO-BD}} (\text{kg/j}) = F_{\text{eau-BD}} (\text{m}^3/\text{j}) \cdot [\text{DCO}] (\text{kg/m}^3) = 1814 \text{ kg/j}$
- $BD = F_{\text{MES-BD}} (\text{kg/j}) = F_{\text{eau-BD}} (\text{m}^3/\text{j}) \cdot [\text{MES}] (\text{kg/m}^3) = 252 \text{ kg/j}$

Mesures:

- Pour t_m : $Me = F_{1\text{eau}} = 122 \text{ m}^3/\text{j}$; $F_{1\text{DCO}} = 3232 \text{ kg/j}$; $F_{1\text{MES}} = 254 \text{ kg/j}$.
- Pour t_v : $Me = F_{2\text{eau}} = 122 \text{ m}^3/\text{j}$; $F_{2\text{DCO}} = 2133 \text{ kg/j}$; $F_{2\text{MES}} = 203 \text{ kg/j}$.

$\sigma_{Me} = e_{Me} (25\%, 40\%, 50\%) * Me$: $\sigma_{\text{eau-Me}} = 30 \text{ m}^3/\text{j}$; $\sigma_{\text{DCO-Me}} = 853 \text{ kg/j}$; $\sigma_{\text{MES-Me}} = 102 \text{ kg/j}$;
 $\sigma_{BD} = e_{BD} (25\%, 50\%, 80\%) * BD$: $\sigma_{\text{eau-BD}} = 25 \text{ m}^3/\text{j}$; $\sigma_{\text{DCO-BD}} = 907 \text{ kg/j}$; $\sigma_{\text{MES-BD}} = 202 \text{ kg/j}$;

Pour Eau, DCO et MES successivement, une comparaison est faite entre Me, BD, σ_{Me} , et σ_{BD} . La construction des nombres flous Π_{BD} montre que volumes d'effluents (m^3/j), charges de DCO et charge de MES (m^3/j), prédits sur la période des vendanges à partir de prises d'échantillons, sont validés par la base de données.

Conclusions

Un diagnostic de charge polluante est proposé pour la cave vinicole. Les conditions de la prise d'échantillons (moment, durée, contexte, ...) sont très importantes. Attention: les recommandations faites reposent sur cinq séries d'observations pour des vinifications en rouge en Gironde. Avant toute utilisation du diagnostic, la démarche doit être adaptée à l'aide de données obtenues sur un site comparable à celui étudié du point de vue des activités oenologiques.

Les conclusions de l'étude sont les suivantes:

- le diagnostic proposé est un progrès par rapport à l'absence de critère qui a prévalu jusqu'à ce jour pour valider des mesures de charge polluante en période de vendanges,

- des recommandations sont émises pour la prise d'échantillons, en insistant sur la nécessité de les adapter à chaque contexte oenologique,
- Ne pas confondre "mesure" (pendant t_m) et "interprétation de la mesure" (prédiction pour t_v)
- aujourd'hui, les estimations d'incertitude reposent largement sur les avis d'expert; à l'avenir, avec une meilleure base de données, l'analyse statistique devrait être davantage significative.

La méthode proposée est transposable à d'autres filières du secteur IAA. Pour gagner en finesse, les données de charge polluante par opération unitaire devront être estimées, de manière spécifique au site étudié. La simulation informatique des procédés pourra alors enrichir le diagnostic de charge polluante.

Remerciements

L'Agence de l'Eau RMC a financé cette étude.

Le groupe national « effluents de cave » est remercié pour sa participation à l'élaboration de la banque de données sur les mesures de charge polluante en cave vinicole: Agence de l'Eau Adour-Garonne, Agence de l'Eau Loire-Bretagne, Association des Viticulteurs d'Alsace, BNIC, Cemagref de Bordeaux, Cemagref de Lyon, Chambre d'Agriculture de la Gironde, Chambre d'Agriculture Loire-Atlantique, CIVC, INRA.

Sont également remerciés pour leurs suggestions: Jean-Michel ROGER, Michel CROCHON, Vincent STEINMETZ, Véronique BELLON-MAUREL (Cemagref Montpellier, Division Giquil), et Yves Le Gat (Cemagref Bordeaux, Division QEBX).

Références

- GRENIER P., RACAULT Y., MEKIKDJIAN C., 1998a. Diagnostic de charge polluante en cave vinicole. Rapport d'étude Cemagref/RMC.
- GRENIER P., RACAULT Y., ALVAREZ I., SABBADIN R., PRADE H., 1998b. Diagnostic de charge polluante en cave vinicole par coopération de modèles et contraintes flexibles. Accepté pour présentation à IPMU'98.
- SAS Institute Inc., SAS/STAT User's Guide, Version 6, 4th Edition, Volume 2, Cary, NC : SAS Institute Inc., 1989, 846 p.

CENO 2000

Caractérisation des effluents vinicoles champenois

Action Oeno 2000

Characterization of winery wastewater in Champagne

M. N. Viaud *, **J. Rochard**, **F. Desautels ****, **D. Pluchart*****, **F. Badie******

* Comité Interprofessionnel du Vin de Champagne, Mission Environnement
2, esplanade Roland Garros B.P. 237, F-51686 Reims Cedex 2
tél. : 33 (0)3 26 77 36 36, fax : 33 (0)3 26 77 36 23

** Centre Technique Interprofessionnel de la Vigne et du Vin - Reims

*** Organisme de Contrôle et d'Assistance pour l'Eau - Châlons en Champagne

**** Agence de l'Eau Seine Normandie - Nanterre

Résumé - Après identification des sources d'effluents, des campagnes de mesures dans le cadre de l'action CENO 2000 ont permis d'établir des ratios de consommation d'eau et de charge polluante par type d'opération. Les résultats démontrent une grande variabilité des consommations d'eau et de la charge polluante d'une cave à l'autre et au sein d'une même cave. Le facteur humain explique en partie ces différences, mais d'autres facteurs interviennent : tartre dans la cuve, compacité des lies, réutilisation immédiate ou non de la cuve, Cette variabilité de pollution souligne l'importance de la sensibilisation du personnel aux pertes d'eau et à la récupération des sous-produits et à la mise en œuvre au sein de la cave de techniques et de pratiques visant à maîtriser les effluents rejetés.

Abstract - One of the aims of CENO 2000 action was to assess the problem of winery wastewater produced during a particular type of wine production i.e. the champagne process. After identification of wastewater sources, measurements have been realised mainly in some cellars which represent the champagne activity: a farmer, a small co-operative, a medium-size co-operative and a co-operative which ensures only vinification. These measurements campaigns allowed to establish ratios of water consumption and of polluting charge for any type of operation. Measurements results showed a considerable variability of water consumption and of polluting charge produced by the cleaning of different vats and of the same cellar. Human factor partly explains these differences of consumption, but other factors are involved too: presence of tartar in the vat, lees density, immediate re-use or not of the vat, etc. These observations for water consumption are valid also for polluting materials hold into the waste water. In fact, according to the attention brought to by-products reclamation, pollution will be more or less important. In conclusion, this variability of pollution, observed in every cellars, emphasises the importance of making employees aware of the problem of water loss, of by-product recuperation and of implementation of techniques and practices in the cellars which limit the discharges.

Mots clés : effluents vinicoles, caves, charge polluante

Keywords : winery wastewater, wineries, polluting load

I - Introduction

L'action CENO 2000, développée par le Comité Interprofessionnel du Vin de Champagne, avait pour objectifs :

- d'évaluer l'impact des effluents vinicoles générés par un type de vinification particulière : la méthode champenoise ;
- de proposer des solutions techniques intégrant le concept " environnement " tout au long de la chaîne d'élaboration du Champagne ;
- d'optimiser le fonctionnement du traitement des effluents vinicoles par stockage aéré.

Cette action menée en partenariat avec l'Organisme Régional de Contrôle et d'Assistance Technique pour l'Eau et financée par l'Agence de l'Eau Seine-Normandie s'est déroulée sur une période de trois ans (1994-1997).

L'objet de cette communication se limitera aux aspects de caractérisation des effluents rejetés lors de l'élaboration du Champagne.

II - Méthodologie

II.1. - Objectifs de la caractérisation des effluents de cave

Le but de cette caractérisation des effluents vinicoles champenois était triple :

- déterminer les opérations d'élaboration génératrices d'effluents ;
- mesurer pour les différents postes de vinification la pollution engendrée ;
- identifier les pratiques polluantes.

L'étude se voulait plus détaillée qu'un simple bilan pollution en sortie de caves, afin d'établir des relations entre l'activité des caves et les effluents produits et de proposer des pratiques et des équipements permettant de maîtriser les rejets vinicoles.

II.2. - Choix des sites de mesures

La première étape de cette étude a consisté à sélectionner des caves où les mesures seraient effectuées. Le principal critère de choix était la représentativité des différentes structures champenoises : propriétaire-récoltants, coopératives, négociants. Un autre critère, d'importance, était la disponibilité du personnel pour l'adaptation de leur travail aux contraintes liées aux mesures et prélèvements.

Le propriétaire-récoltant

Il s'agit d'un propriétaire-récoltant (cave 1) effectuant toutes les opérations de vinification, du pressurage à la champagnisation. La production de cette cave est d'environ 700 hl.

Cave coopérative de petite taille

Cette cave coopérative (cave 2), légèrement plus importante que le propriétaire-récoltant, produit 1 200 hl. Ce site a été sélectionné pour sa variété d'équipements vinicoles due au fait qu'il s'agit d'une cave pédagogique d'un lycée viticole. De plus, il nous a semblé intéressant d'associer les élèves, futurs élaborateurs, aux mesures et par la même de les sensibiliser au problème des effluents vinicoles.

Cave coopérative de base

Nous avons également retenu une cave coopérative de base (cave 3), dont l'activité s'étend du pressurage à la bouteille habillée. La taille et les pratiques de vinification de cette cave (production d'environ 8 000 hl) sont représentatives de la moyenne des caves coopératives présentes dans le vignoble champenois.

Union de caves coopératives

En dernier lieu, nous avons sélectionné une union de caves coopératives (cave 4) qui n'effectue que la vinification, les moûts ayant été pressurés dans les caves coopératives de base. Ce type de structure s'apparente également aux négociants.

II.2. - Caractérisation des effluents de cave

Dans cette étude, les effluents de cave ont été caractérisés en terme de volume mais également en terme de charge polluante.

Caractérisation volumique des effluents de cave

Différents protocoles de mesures ont été mis en place, selon les conditions relatives à chaque cave. Ainsi, les consommations d'eau relatives à une opération particulière ont été déterminées de diverses manières :

- soit à partir de compteurs d'eau, lorsque le raccordement était aisé ou n'engendrait pas d'importants travaux de plomberie ;
- soit à partir de débits d'eau dans le cas où l'utilisation de compteur était trop complexe (grosse canalisation d'alimentation, installation fixe peu accessible) ;
- soit par mesure du volume des effluents rejetés (par exemple dans des récipients étalonnés).

Caractérisation de la charge polluante d'une opération déterminée

Pour chaque opération suivie, un échantillon homogène de l'effluent était prélevé. La détermination de la charge polluante s'effectuait à deux niveaux :

- pour chaque échantillon prélevé, un suivi analytique simple consistant en une mesure de pH et de DCO était réalisé.
- pour chaque opération de vinification étudiée, une analyse complète (DCO, DBO5, MES) était réalisée par un laboratoire agréé sur un échantillon représentatif de plusieurs mesures.

III - Résultats et discussion

III.1. - Origine des effluents vinicoles

Les effluents vinicoles proviennent principalement des opérations de nettoyage du matériel vinaire. L'eau utilisée pour ces opérations de maintien de l'hygiène entraîne des matières polluantes (Fig. 1), essentiellement organiques qui vont constituer la DCO des effluents de cave.

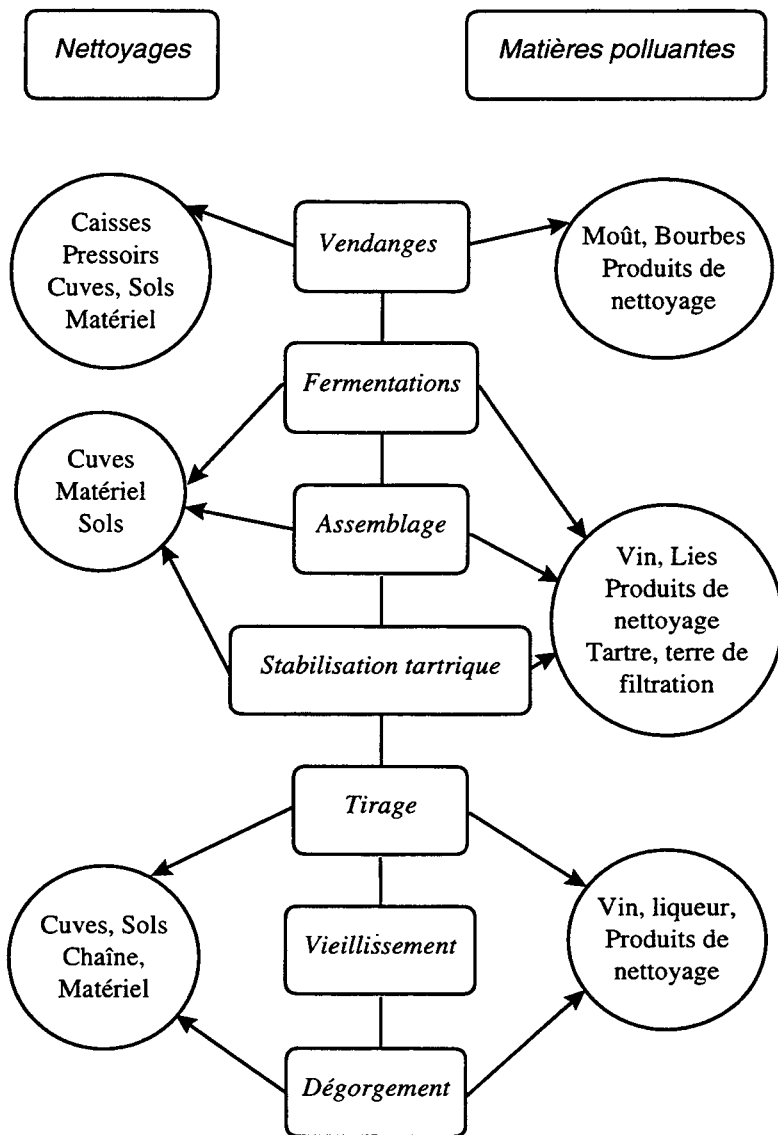


Figure 1 : Origines des effluents vinicoles champenois

Pendant les vendanges, les effluents proviennent des opérations de rinçage et de nettoyage des caisses à vendanges, des pressoirs, des cuves, des sols, des pompes, des tuyaux, des citernes de transport des moûts. Ces effluents vont contenir des résidus de produits (moût, bourbes). En fin de vendanges, les matières polluantes seront majoritairement des produits de nettoyage.

La période des vinifications génère des effluents chargés de pertes de vin et de lies, de cristaux de tartre, d'adjuvants de vinification (bentonite, crème de tartre), de produits de nettoyage et de détartrage, de terre de filtration.

Les effluents produits pendant les périodes de tirage et de dégorgeement contiennent des pertes de vins, de liqueur, des produits de lubrification et de nettoyage des chaînes de tirage et de dégorgeement, des pertes de saumure ou de glycol utilisées pour congeler le dépôt avant expulsion lors du dégorgeement.

Bien que toutes les pertes de produits ou de sous-produits soient limitées, il est inévitable que d'infimes quantités soient entraînées avec les eaux de nettoyage.

III.2. - Caractérisation des effluents vinicoles champenois

La caractérisation des effluents a été réalisée sur des rejets provenant des opérations suivantes :

- rinçage du matériel vinaire avant vendanges ;
- lavage des caisses à vendanges ;
- rinçage des pressoirs ;
- rinçage des citernes de transport de moût ;
- rinçage des cuves de débouillage ;
- centrifugation des moûts et des vins ;
- rinçage des cuves après fermentations alcoolique et malolactique ;
- rinçage des cuves après passage au froid des vins ;
- détartrage mécanique et chimique des cuves ;
- nettoyage de la chaîne de dégorgeement.

Nous ne détaillerons que quelques opérations significatives dont les mesures ont été répétées plusieurs fois et dans plusieurs caves (Tab. 1 et 2). Les opérations nous permettant d'avoir le plus de répétabilité sont les nettoyages de cuves.

Le *rinçage des cuves de vinification avant vendanges* consiste le plus souvent en un dépoussiérage des cuves qui normalement ont été nettoyées en fin de campagne précédente.

Après pressurage, le moût est laissé à décanter pendant une demi-journée afin d'éliminer les grosses particules, il s'agit du débouillage. Le moût clarifié est ensuite transvasé dans une cuve de vinification, les bourbes sont récupérées dans le fond de la cuve pour être valorisées en distillerie et *les cuves de débouillage sont rincées avant réutilisation*.

Dans certaines caves, le lieu de pressurage et le lieu de vinification sont distincts et nécessitent un acheminement des moûts par citerne sur leur lieu de vinification. Après vidange du moût, *les citernes de transport sont rincées*.

Après fermentations alcoolique et malolactique (FML), le vin est séparé des lies par soutirage à l'instar du débouillage et les lies recueillies sont valorisées par distillerie. *Les cuves de vinification sont rincées ou nettoyées* selon leur usage ultérieur.

Lors de la vinification et du stockage du vin, on observe sur les parois des cuves la formation de cristaux de tartre qu'il convient d'éliminer afin d'assurer le maintien d'une bonne hygiène. Des solutions à effet mécanique permettent d'éliminer en partie ces cristaux, mais pour un nettoyage complet des cuves, *un détartrage chimique des cuves*, à l'aide de soude, est nécessaire.

Caractérisation volumique (Tab. 1)

L'unité retenue pour exprimer la caractérisation volumique est la quantité d'eau utilisée pour le lavage par hectolitre de cuve et non de vin la cuve pouvant ne pas être complètement remplie.

Dans le cas du rinçage des cuves avant vendanges, la quantité d'eau est comparable dans les deux caves étudiées, bien que les pratiques soient différentes. En effet, la cave 2 a une consigne de rinçage de 100 litres pour une cuve de 53 hl, si on exclut les erreurs de manipulations ce volume prédéterminé est respecté. Par contre dans la cave 3, la variation par rapport à la moyenne est plus importante du fait que les cuves ne sont pas dans le même état de propreté et nécessitent donc plus ou moins d'eau pour leur préparation avant utilisation.

Opérations	Cave	Litres d'eau par hectolitres de cuve	Variation par rapport à la moyenne
Rinçage des cuves avant vendanges	2	1,9	20%
	3	1,6	44%
Rinçage cuves de débouillage	1	1,4	26%
	2	2,0	30%
	3	1,3	50%
Rinçage des citernes de transport de moût	1	1,0	9%
	4	1,8	38%
Lavage des cuves après soutirage en fin de FML	1	1,4	18%
	2	1,9	59%
	4	0,8	24%
Détartrage chimique des cuves	1	1,1	7%
	3	1,4	6%
	4	0,4	14%

Tableau 1 : Caractérisation volumique de quelques opérations de vinifications

La comparaison des moyennes de consommations d'eau pour rincer une cuve de débouillage démontre que plus les cuves sont petites plus le volume d'eau nécessaire au rinçage est important (cave 2), cette constatation est également valable pour les lavages de cuves après soutirage en fin de FML. La variabilité de mesures pour la cave 3 s'explique par le fait que les bourbes ont été mal récupérées dans certaines cuves et qu'il a fallu plus d'eau pour rincer correctement la cuve.

Le volume d'eau nécessaire, au rinçage des citernes de transport, varie d'un chauffeur à l'autre (cave 4), les variations sont moins importantes dans le cas où il s'agit de la même personne (cave 1) et ce quelle que soit la capacité de la citerne.

Les nettoyages de cuves après soutirage en fin de FML sont très variables selon l'utilisation future de la cuve. Si la cuve est remplie après nettoyage, le lavage est plus limité, par contre si la cuve est laissée à l'air pendant quelques jours, le nettoyage, plus minutieux, est souvent complété avec un détartrage mécanique à l'eau chaude (cave 2).

Le volume d'eau utilisée pour rincer les cuves après détartrage chimique est assez homogène pour des cuves de capacité comparable (caves 1 et 3), pour des cuves de taille plus importante une économie d'échelle est notable (cave 4).

Caractérisation de la charge polluante d'opérations de vinification (Tab. 2)

Pour les rinçages pré-vendanges, il convient de distinguer le matériel qui a été nettoyé après utilisation en fin de campagne et dans ce cas il s'agit d'un simple rinçage non polluant (cave 2) ; du matériel qui contenait encore du vin quelques jours avant le début de la récolte auquel cas un lavage plus conséquent souvent lié à un détartrage mécanique est réalisé et entraîne une pollution plus importante (cave 3).

Dans le cas des rinçages de cuves de débouillage, la variabilité sur la charge polluante provient essentiellement de la bonne ou mauvaise récupération des bourbes (cave 3). Comme pour les cuves de débouillage, la pollution générée par le rinçage des citernes est due aux résidus de bourbes.

Opérations	Cave	Kg DCO/hl de cuve	Variation par rapport à la moyenne
Rinçage des cuves avant vendanges	2	0,02	37%
	3	9,0	63%
Rinçage cuves de débouillage	1	29,6	51%
	2	50,0	43%
	3	34,1	116%
Rinçage des citernes de transport de moût	1	4,4	19%
	4	9,6	52%
Lavage des cuves après soutirage en fin de FML	1	12,2	49%
	2	68,7	64%
	4	7,8	17%
Détartrage chimique des cuves	1	1,0	131%
	3	9,4	75%
	4	0,02	71%

Tableau 2 : Charges polluantes de quelques opérations de vinifications

La variabilité de charges polluantes, lors du lavage des cuves après soutirage en fin de FML, s'explique par l'entraînement plus ou moins important des lies dans les eaux de lavages.

La charge polluante de l'opération de détartrage est très variable d'une cuve à l'autre, en effet plus la quantité de tartre à éliminer sera importante plus la charge polluante sera élevée. De plus, la récupération de la solution de soude intervient également dans la charge polluante consécutive à cette opération.

III.3. - Identifications des facteurs polluants

La grande variabilité des mesures d'une cave à l'autre et au sein d'une même cave nous a conduit à nous intéresser aux facteurs pouvant expliquer ce phénomène. Suite aux observations de terrain que nous avons pu réaliser en parallèle des mesures, il ressort que plusieurs facteurs interviennent dans la variation des charges polluantes et des consommations d'eau.

L'élément provoquant le plus de variations d'une mesure à l'autre est la personne qui réalise

le nettoyage. Pour illustrer l'importance de ce facteur, nous pouvons citer une série de mesures réalisées sur des nettoyages de cuves après soutirage en fin de fermentation alcoolique où pour des mêmes consignes le volume d'eau utilisée pouvait être multiplié par cinq d'un caviste à l'autre.

La récupération des sous-produits (bourbes, lies), des terres de filtration, des solutions de soude est primordiale pour diminuer et réguler la charge polluante engendrée par les opérations de vinifications.

Le matériel utilisé peut également avoir une influence sur les rejets. Des filtres à débatissage à sec, des cuves en inox recuit brillant, des fonds de cuves facilitant l'écoulement, ... sont autant de matériels favorisant la récupération des résidus et limitant la charge polluante des effluents de cave.

Les facteurs climatiques interviennent également dans le volume des rejets. Ainsi, les vendanges 97, caractérisées par l'absence de pluie en Champagne, ont permis, dans de nombreuses caves, de diminuer le volume des effluents de 30 à 50 % par rapport à l'année précédente.

IV - Conclusions

En conclusion, cette variabilité de pollution, observée dans toutes les caves, souligne l'importance de la sensibilisation du personnel et à la mise en œuvre au sein de la cave de techniques et de pratiques visant à maîtriser les rejets. Dans le cas de l'installation d'un dispositif d'épuration des effluents vinicoles, le dimensionnement devra être réalisé à partir de données recueillies dans la cave concernée, les valeurs moyennes obtenues dans d'autres caves ne servant que d'indicateurs pour déterminer si des économies d'eau et des récupérations de sous-produits sont nécessaires.

Estimate of polluting loads in effluents of Italian North East wineries

Evaluation de la charge polluante des caves vinicoles du Nord Est de l'Italie

A. Rozzi, F. Malpei & L. Padoani

Dept. of hydraulic, environmental and survey engineering (DIAR)
Politecnico di Milano
Piazza. L. da Vinci 32, 20133 Milano, Italy
tel. +39 2 2399 6407, fax +39 2 2399 6499
e-mail: alberto.rozzi@polimi.it

Résumé - La pollution organique générée dans plusieurs régions Italiennes par les établissements oenologiques, spécialement pendant la vendange et les soutirages, est très élevée, et dans certaines zones cette charge peut être trois fois ou encore plus haute par rapport à la pollution relative aux égouts urbains. Une campagne étendue d'échantillonnage a été conduite pendant la période Septembre - Décembre 1996 sur les eaux usées déversées par trois coopératives de la province de Pordenone (Région Veneto), nommées arbitrairement 1, 2 et 3, qui sont caractérisées par différentes tailles et procédés de vinification, et de décharge des lies.

La première cave presse 18.000 tonnes de raisins par an et achève toutes les phases de la vinification y compris l'embouteillage. Les lies sont séparées et séchées. Les caves 2 et 3 pressent 5.000 tonnes de raisins par an et ne font que le premier soutirage. Dans la cave 2 les lies sont aussi séparées et séchées tandis que dans l'établissement 3 elles sont déchargées dans les eaux usées.

Pour pouvoir évaluer la pollution générée par les procédés oenologiques, abstraction faite de la taille de la cave, on a utilisé comme paramètre la charge polluante spécifique en grammes de DCO déchargés par jour et par quintal de raisins pressés (g COD/(100 kg.d)) relatifs à toute la vendange.

La charge polluante produite par les trois caves italiennes a été estimée et comparée à celle générée par des établissements oenologiques Français et Allemands.

Abstract - *The organic pollution generated by oenological industries, especially during vintage and racking periods, is very high in many Italian regions where during the vintage campaign this load may be three times or higher if compared to the load generated by the domestic sewage.*

In order to evaluate the pollution of oenological processes irrespective of the size of the winery, the specific load as grams of COD discharged per day per 100 kilograms of processed raisin (gCOD/(100 kg d)) has been used.

Three Italian (North East) wineries in the Pordenone area have been selected because of different size and wine processing cycle. The polluting load of their effluents has been evaluated and compared to that discharged by French and German wineries.

Mots clés : effluents vinicoles, caves, charge polluante, Italie

Keywords : winery wastewater, wineries, polluting load, Italy

Introduction

Treatment and disposal of winery wastewater constitute a complex problem because of the short production period, the scattering of the wineries in the territory and, last but not least, because of the high concentration of organic pollutants in these effluents.

In several Italian regions, the polluting load of the wineries during the wine making season may be two or threefold the corresponding load originating from urban wastewater. Most of the pollution is released during the vintage (crushing) and racking periods, from September to November. The effluents, when directly discharged into the sewer, may easily overload the existing domestic wastewater treatment plants.

Most physico-chemical and biological wastewater treatment processes have been tested on oenological effluents. Among biological processes, the anaerobic ones seem to be more suitable because of the low production of excess sludge and the reduced energy requirements. In any case, the design and particularly the sizing of the wastewater treatment plant related to a winery require the accurate determination of the polluting load during the peak load periods. In the literature, available data are scarce. Existing information is often inconsistent as dissimilar polluting loads are reported for wineries of the same size which apparently should produce the same COD mass flow. In order to quantify more accurately oenological pollution, an investigation on various cooperatives has been carried out.

Selection of the wineries

Black raisin, and particularly merlot and cabernet cultivars, is traditionally grown in the lower Friuli plain. Most small and medium sized wineries in the Pordenone area are severely affected by the competition from larger cooperatives which may on one hand reduce production costs and on the other purify more efficiently and economically process wastewater.

Three cooperative wineries have been selected in the Pordenone Province (Veneto Region), and labelled as 1, 2 and 3 in the present investigation. Winery number 1 crushes 18,000 tons of raisins per year and carries out all the oenological operations, including bottling, to produce 150,000 hl of wine. Fermentation is still carried out in concrete vats which require high volumes of water for washing and rinsing operations. Lees are separated and dried. Wastewater is treated in an aerobic oxidation plant which is undersized. In order to cope with peak loads, two fibreglass tanks (500 m³ volume each) are used as equalisation basins and to neutralise the raw effluent with lime. This winery is located within a village and therefore had no space available to upgrade the existing treatment plant which was built before the company expanded. Wineries 2 and 3 crush 5,000 tons of raisins per year each, make the wine till the first racking and then sell the product to other companies for further processing, including bottling. In co-operative 2, lees are dry separated while in the winery 3 they are discharged into the effluents down to the sewer. The two latter wineries are located outside urban settlements and therefore could build a wastewater treatment plant (grit and oxidation basin) without major problems. The effluents from the three wineries are discharged into the sewer for further treatment in a centralised waterworks.

The three cooperatives use groundwater, which is quite abundant in the area. Therefore there is no major incentive to save process water.

The Survey

An extensive sampling campaign has been carried out during the period October - December 1996 on the wastewater streams discharged by the three cooperatives. Crushing lasted from the 2nd to the 11th of October and the first racking from the 4th to the 15th of November. Two samples were taken per day and blended prior to analysis.

The specific polluting loads (as gCOD/(100kg d)) and the specific flow rates (as dm³/100kg d) during vintage and racking are reported in Tables I and II respectively for the three wineries.

Table II. Specific polluting COD loads during vintage and racking in the three wineries.

		1	2	3
		Specific COD (gCOD/(100kg d))		
Vintage	Min.	1,10	0,12	11,37
	Avg.	5,16	3,23	13,50
	Max.	8,87	9,27	15,16
Racking	Min.	1,44	0,40	3,24
	Avg.	5,08	1,74	5,07
	Max.	11,93	2,92	8,61

I was expected to find the maximum polluting load in the three wineries during period related to crushing and first fermentation. This was not the case for winery 1, because of the tentative reasons explained below. The large difference between specific loads in wineries 1 and 2, on one hand, and winery 3, on the other, seems to be related to the different disposal method for the lees, as in the latter cooperative these highly polluting sediments were directly discharged into the wastewater.

Table II Specific effluent flow during vintage and racking in the three wineries.

		1	2	3
		Specific Flow (dm ³ /(100kg d))		
Vintage	Min.	0,78	0,28	1,27
	Avg.	2,08	0,98	1,27
	Max.	3,19	1,54	1,27
Racking	Min.	1,17	0,30	0,73
	Avg.	2,65	0,49	0,73
	Max.	4,56	0,80	0,73

From data calculated in Table I, it seems quite difficult to establish a ratio between the average and the maximum daily polluting load (either specific or total) released by a winery both during the vintage and the racking periods.

As a first approximation design rule, a peak factor of the order of 3 on the average load might be used. This factor is very important when biological and especially anaerobic reactors are designed because of the detrimental effect that organic overloads may exert on process stability and efficiency. It follows that a safe biological process design should include an equalisation tank which might hold the wastewater produced during one or two days at least. This tank may also be used for a faster start-up of the reactor at the beginning of the vintage campaign by keeping some concentrated waste from the previous year, if odour problems from the tank are easy to control.

From data reported in Table II, it seems that water consumptions in the three wineries may be correlated to the oenological processes used. In winery 1, a traditional filtration technique is used which requires large quantities of water. In the same cooperative, as the treatment plant is undersized, water saving is not encouraged because dilution helps to keep the concentration of the final effluent below the standard for sewer discharge.

Trends in wastewater COD concentration vs. time, referring to the same samples used to prepare Tables I and II, are reported in Fig. 1 for the three wineries.

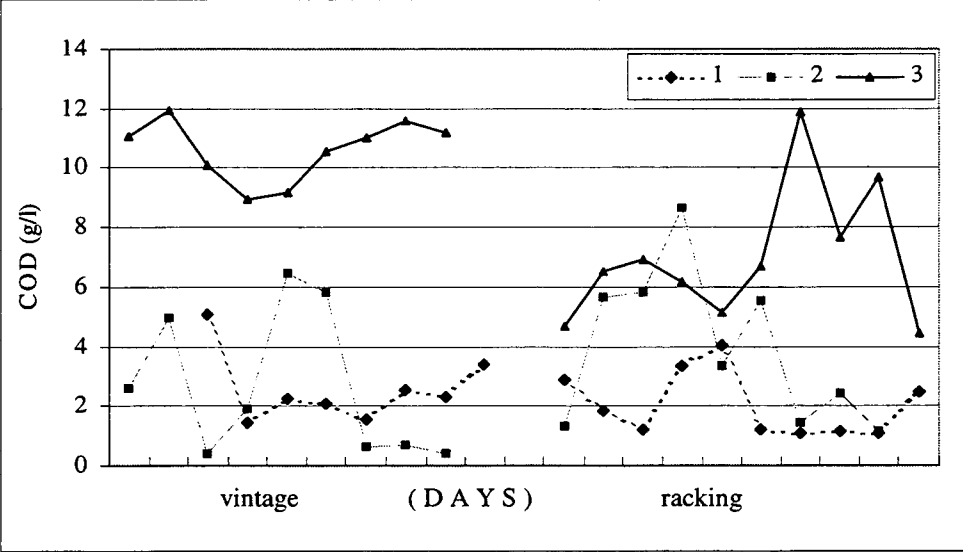


Fig. 1. Effluent COD concentration vs time for the three wineries vs time (days) during vintage and racking periods.

The higher COD concentrations observed in samples collected from winery 3 during both vintage and racking periods are due, as already mentioned, to the polluting load from the lees discharged into the effluents and this additional polluting load seems to give a more stable COD concentration to the effluent.

From the same Fig. 1 it may also be observed that variations in wastewater COD concentration seem to be higher during racking than during vintage for the three wineries. This finding may be expected taking into account the different operations carried out during the two periods and especially the more frequent washing and rinsing in the latter case.

In Fig. 2 the specific polluting loads are plotted for the same cooperatives and again it may be observed that during the vintage period the higher values refer to winery 3.

In the cases of wineries 1 and 2, as it has already observed for Table I, it seems very difficult to refer the average (daily) polluting load to the maximum one.

In the middle of the racking period, the highest specific polluting loads were related to winery 1 rather than to winery 3, probably because both concentration and flow rate of the effluents were quite high (data not reported). Unfortunately a proportional sampler (which allows to sample wastewater volumes proportional to the effluent flow rate) was not available and therefore no clear conclusion may be drawn from these experimental results.

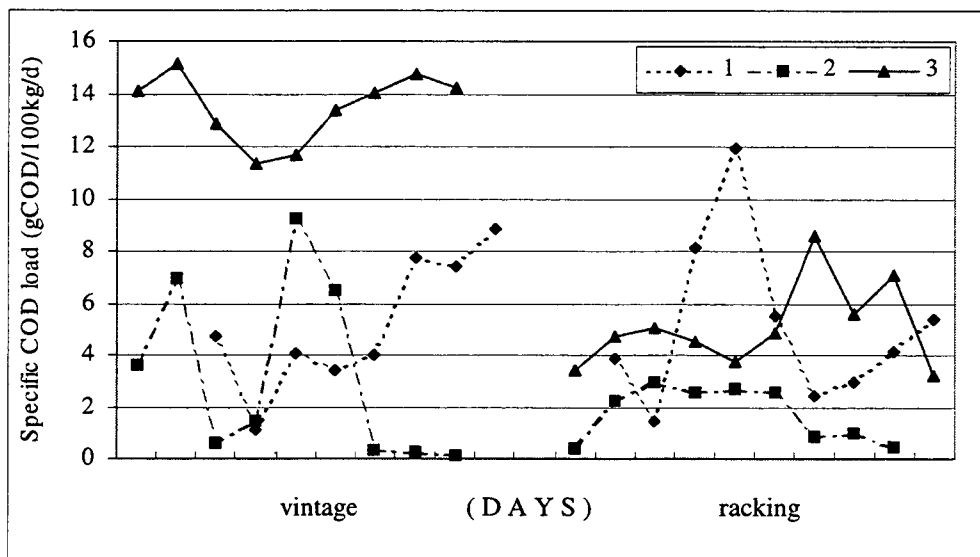


Fig. 2. Specific polluting loads vs time (days) for the three wineries during vintage and racking

Comparison with other European wineries

Specific polluting loads related to the above Italian wineries was compared for consistency to the ones evaluated on French and German factories during vintage. Data are reported in Table III.

According to the data presented by Jusiak (1994), specific polluting loads during the crushing period, related to some wineries in Aquitaine region, were of the order of 10-30 gCOD/(100kg d). Racault & Lenoir (1994) derived data for two wineries in South West France and found high specific loads, of the order of 11.7 and 27 gCOD/(100kg d), while Ehlinger et al. (1994) determined specific loads of the order of 8 and 12 gCOD/(100kg d) in two wineries in the Aquitaine region. Raynal et al. (1994) evaluated the pollution from an oenological cooperative in Sallèles d'Aude and the same author (Raynal, 1994) made an investigation on another winery in the same region (Ornaisons). Making simplifying assumptions on the water flow rates consumed during the vintage period i.e. 50 and 67 % of

the water being discharged during the vintage period (Padoani, 1997), the specific polluting loads were found to be of the order of 14 and 3.8 - 4.3 gCOD/(100 kg d) respectively. Cabanis & Picot (1996) carried out a survey on the wineries of Vendargues and Caromb during the 1994 vintage and polluting loads of the order of 3.8 and 4.7 gCOD/(100 kg d) were determined.

Two references were found related to the German wineries. Using data from Bauer & Hoffmann (1971) quoted by Sanna (1982), and assuming a COD/BOD₅ ratio of the order of 2, a specific load of the order of 4.8 gCOD/(100 kg d) was calculated. According to data presented by Müller (1994), the specific polluting load of the Gau-Bickelheim cooperative was of the order of 4.3 gCOD/(100 kg d).

The calculated data plus additional ones determined by Padoani (1997) have been plotted in Fig. 3 and are related to 17 European wineries, including the three monitored in the Pordenone area. Values in this figure may be grouped into two different areas or bands. The higher one, in the range 10 to 14 gCOD/(100kg d), refers to the factories where lees are mostly disposed of in the wastewater. The lower band, in the range 4 to 8 gCOD/(100kg d), refers to the wineries which filter and therefore keep the lees separate from the effluents

Table III Specific polluting loads for French and German wineries

winery	processed raisin (10 ² kg/year)	spec. load (gCOD/(100k g d))
Perissac	30.000	8
Rauzan	170.000	12
Ville sur Arce	50.000	6
Sallèles	56.120	14
Ornaisons	58.700	4,3
Vendargues	120.000	4,9
Caromb	60.000	6,9
Gau-Bickelheim	100.000	4,3
average	-	7,2

These results confirm the findings by other researchers (Rochard et Viaud, 1994) that lees separation and recovery makes possible to reduce the polluting load of a winery by 40-50 %. The evaluation of the polluting load of according to the working cycle of the oenological process and the disposal method for the lees makes possible to design more accurately the wastewater treatment plant of a winery.

A similar approach was followed by Balice et al. (1980) with reference to olive oil mill effluents (OME). The COD concentration of these wastes, as it occurs to winery effluents, may vary widely because of the different process used to extract oil from the must and/or the husks and because of different dilution by washing water. Design procedures based on concentration and flow rates easily fail because of the scattering of data from the literature and make possible gross underdesign errors while design based on polluting load per ton of

pressed olives is practically independent of extraction process and dilution and therefore is much more accurate. The same philosophy may be successfully applied to the design of wastewater treatment plants for wineries

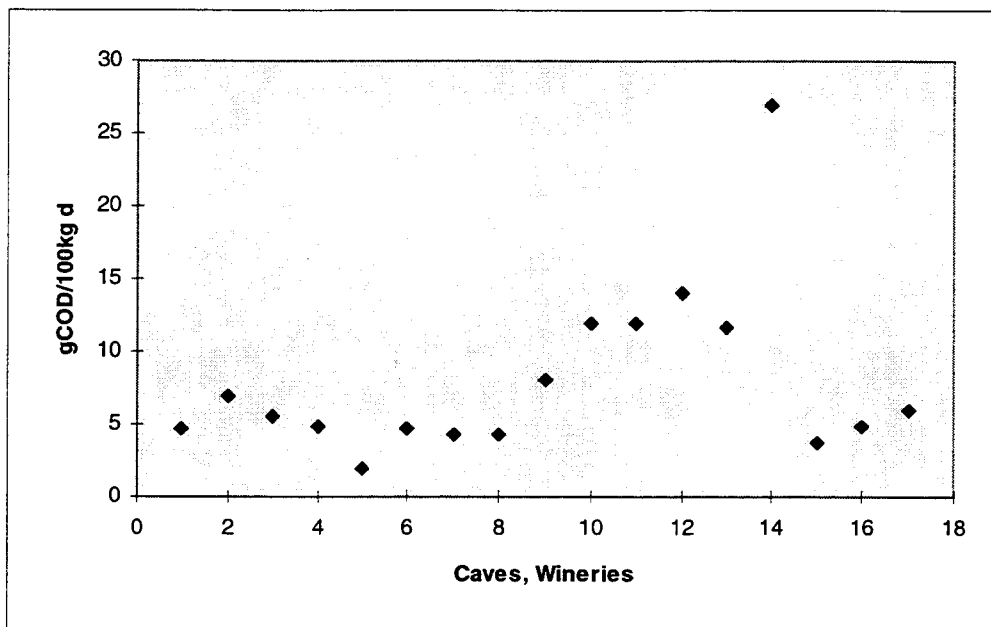


Fig. 3. Specific polluting loads for 17 European Wineries

Conclusions

A survey was carried out on the effluents produced by three wineries of the Pordenone province (North East Italy) during the vintage and racking periods, early Fall 1996.

From the obtained data it has been verified that the higher polluting loads is discharged by wineries during the vintage period and that the average polluting load and the quantity of grapes pressed during the vintage are closely correlated. On the other hand, there is no clear correlation between the average polluting load during the racking period and the quantity of grapes pressed by the winery.

A reliable evaluation of the daily polluting load of a winery during the vintage period may therefore be obtained multiplying tonnage of grapes pressed per year by the specific polluting load, which in turns depends on the oenological processes being used with special reference to disposal of lees.

Acknowledgement

This research has been partly funded by the Italian Ministry of University and Scientific Research (MURST Contract 40 % "Trattamento, utilizzazione e monitoraggio di reflui e residui di attività agro-alimentari").

Bibliography

- Balice, V., Boari, G., Cera, G. & Abaticchio, P. (1982) Indagine analitica sulle acque di vegetazione. Nota 1. Inquinamento, 6, 357-62
- Bauer, H. & Hoffmann. E. Kenngrößen und qualitative Untersuchungen der Mosttrub und Hefegeläufiltration mit dem Saugzellen-Drehfilter - Weinberg und Keller, 18, 535, 1971
- Cabanis, J.C. & Picot B. (1996) Un nuovo impianto per trattare i reflui- Vignevisini n. 4, Edagricole, Bologna
- Ehlinger, F., Durocq. L., Mossino. J. &, Holst. T. VINIPUR® (1994) Un nouveau procédé d'épuration des effluents vinicoles - Atti 'Congrès international sur le traitement des effluents vinicoles ; Narbonne, 20-22 June
- Jusiak P. (1994) Le traitement des effluents des caves vinicoles en Aquitaine et Midi-Pyrénées - Atti 'Congrès international sur le traitement des effluents vinicoles ; Narbonne, 20-22 giugno
- Mourges J., Maugenet J. (1969) Evaluation de la charge polluante des eaux résiduaires des distilleries vinicoles - Ann. Tech. Agric. ; Paris, 18, 129
- Müller, D.H. (1994) Cleaning wastewater by rotation system Proc. 'Congrès international sur le traitement des effluents vinicoles ; Narbonne, 20-22 June
- Padoani, L. (1997) Valutazione del carico inquinante dei reflui enologici. Master thesis, Politecnico di Milano, DIAR.
- Racault, Y. & Lenoir, A. (1994) Evolution des charges polluantes de deux caves vinicoles du Sud-Ouest de la France sur un cycle annuel - Proc. Congrès international sur le traitement des effluents vinicoles ; Narbonne, 20-22 June
- Raynal, J. Composition des effluents vinicoles (1994) Proc. 'Congrès international sur le traitement des effluents vinicoles ; Narbonne, 20-22 June
- Raynal J., Habouzit F. & Moletta R. (1994) Traitement des effluents de caves vinicoles par voie anaérobie Proc. 'Congrès international sur le traitement des effluents vinicoles ; Narbonne, 20-22 June
- Rochard J. & Viaud M.N. (1996) In cantina : agire sui punti critici. Vignevisini n. 4, Edagricole, Bologna
- Sanna M., (1982) Antiinquinamento nelle industrie alimentari, Scialpi Editore, Roma

Bilan et analyse des flux polluants dans deux exploitations bourguignonnes au cours des vendanges

Balance and analysis of pollutants flow for two wine-producing farms in Burgundy during grape harvest time

J.P. Lemiere, Z. Cisse, A. Olsson et J.C. Coquille

ENESAD, Département de Sciences pour l'Ingénieur, 26, Boulevard Docteur Petitjean, BP 1607, 21036 Dijon Cédex. e-mail : jp.lemiere@enesad.fr

Résumé - Un bilan des consommations d'eau et des flux polluants a été réalisé en collaboration avec deux exploitations viti-vinicoles (les lycées viticoles de Beaune et Mâcon-Davayé) sur trois années et à l'initiative du Conseil Régional de Bourgogne. Les résultats obtenus montrent que le problème des effluents viti-vinicoles en Bourgogne ne peut être étudié par extrapolation des données obtenues dans les autres régions viticoles. Ainsi, les consommations d'eau rapportées au litre de vin produit et les flux de DCO rejetés sont supérieurs aux valeurs nationales. De plus, ces valeurs dépendent de la structure de l'exploitation. Une analyse plus fine a permis de quantifier la part de chaque opération dans la consommation d'eau globale et la DCO rejetée.

Abstract - A balance of water consumption and pollution flows was realized during three years in collaboration with two wine-producing farms ("lycée viticole de Beaune" and "lycée viticole de Mâcon-Davayé") in Burgundy. The study was initiated by the Regional Council of Burgundy. Results showed that the problem of wine-producing wastewaters could not be solved using data from other wine-growing areas. The small size of farms, the complexity of farms organization and the great number of wine categories are not in favor of water savings. Values of water consumptions per liter of produced wine are greater than in other french regions and these values depend on the farm structure : more water is needed when there is a large number of wine categories. The part of each unit operation was determined in the whole consumption. For instance, most of water cost is linked to the cleaning of harvesting equipments. Global flow of COD discharge is not linked to water consumption but to the volume of wine. The average discharge was from 1 kg to 2 kg COD per hl of wine during grape harvest time and depended of the type of produced wine (red or white). It has been possible to calculate that during this period the production of 500 hl of wine generated the same pollution that 200 PE for Oxidizable Matter. The part of each operation was determined in the whole pollutants flow.

Mots clés : flux polluants, vendanges, modèle, Bourgogne

Keywords : pollutants flow, grape harvest time, model, Burgundy

INTRODUCTION

Un bilan des consommations d'eau et des flux polluants a été réalisé au niveau de deux exploitations viti-vinicoles (les lycées viticoles de Beaune et Mâcon-Davayé) sur trois années et à l'initiative du Conseil Régional de Bourgogne (LEMIERE *et al.*, 1996). L'objectif de ce travail était de quantifier les rejets "normaux" d'une exploitation dans le contexte bourguignon. Après la réalisation d'un premier bilan, une phase de l'étude a consisté à réduire les flux polluants par la mise en place de technologies plus propres au niveau des opérations les plus polluantes. Il a été ensuite possible de mesurer un niveau réduit de rejet d'effluents.

Ce travail permettra à d'autres viticulteurs de se situer par rapport à ces données. Cette étude permettra aussi en Bourgogne d'estimer les rejets des exploitations viticoles par extrapolation des résultats obtenus ici. Ces estimations peuvent être utiles, soit pour dimensionner une installation individuelle de traitement, soit pour concevoir une station urbaine recevant des effluents viti ou vinicoles.

PRESENTATION DES EXPLOITATIONS

Le lycée viticole de Beaune est situé en centre ville. Il exploite un domaine d'une superficie de 19 ha et produit en moyenne chaque année 1 000 hl de vin. La production est répartie entre deux tiers de rouge (cépage Pinot noir) et un tiers de blanc (cépage Chardonnay) pour environ 15 appellations différentes. Dès lors, les lavages du matériel sont très fréquents afin de ne pas mélanger les productions. La récolte est faite manuellement. Les effluents sont rejetés dans le réseau d'assainissement urbain. La ville de Beaune compte plus de 22 000 habitants et est traversée par la Bouzaise, un affluent de la Dheune qui se jette dans la Saône.

Le lycée viticole de Mâcon-Davayé est implanté dans le village de Davayé (700 habitants) à quelques kilomètres de la préfecture de la Saône-et-Loire. L'exploitation gère une surface d'environ 19 ha pour une production moyenne de 1150 hl. Les deux tiers de la surface produisent des vins blancs issus du cépage Chardonnay dont près de 13 ha dans l'appellation Saint-Véran et seulement 0,65 ha en Pouilly-Fuissé. Le reste de la surface est planté en Gamay qui donne du Mâcon rouge. La plupart des raisins blancs sont vendangés avec une machine à vendanger que possède le lycée. Les rouges sont récoltés manuellement par les élèves. Les effluents sont rejetés sans traitement en milieu naturel.

Ces deux lycées sont assez bien représentatifs des exploitations bourguignonnes, bien que leur superficie soit supérieure à la surface moyenne des exploitations bourguignonnes. En Côte-d'Or seules 10 % des exploitations dépassent les 10 ha. Les différences existant entre les deux exploitations (répartition entre rouge et blanc, modes de vendanges et d'élevage, rejet en milieu naturel ou en station) font qu'elles correspondent à différents cas rencontrés sur la région.

Les deux exploitations ont été équipées de compteurs d'eau supplémentaires afin d'isoler les

consommations d'eau des différents postes de travail. De plus, des préleveurs équipés de débitmètres ont été disposés en aval des installations.

CONSOMMATION D'EAU ET VOLUMES DE REJETS

Le tableau 1 présente les consommations d'eau et les volumes d'effluents mesurés au cours des trois campagnes d'expérimentation. Il est à noter que de l'eau de pluie et des effluents autres que vinicoles viennent se mélanger avec les effluents de la cuverie à Beaune ce qui explique que le volume des effluents dépasse sensiblement celui de l'eau consommée. En revanche à Davayé, les premières eaux de lavage des cuves sont récupérées puis épanchées. Ceci explique que le volume des effluents de la cuverie soit inférieur à celui de la consommation d'eau de la cuverie.

Tableau 1 : Consommation d'eau et volumes d'effluents au cours des vendanges
(Table 1 : Water consumption and wastes volumes during harvest time)

		BEAUNE			MACON-DAVAYE		
		1995	1996	1997	1995	1996	1997
Consommation (m ³)	totale	272,0	396,5	170,8	122,0	120,4	119,6
	cuverie	143,6	151,0	111,1	nd	83,0	82,9
	aire de lavage	128,4	245,5	59,7	nd	37,4	36,6
Consommation journalière (m ³)		17,5	19,7	8,5	6,8	6,0	5,7
Consommation (l par l de vin)	totale	3,60	3,20	2,06	1,30	1,10	0,98
	cuverie	1,90	1,22	1,34	nd	0,76	0,68
	aire de lavage	1,70	1,97	0,72	nd	0,34	0,30
Volume d'effluents cuverie (m ³)		nd	nd	185,8	nd	82,7	76,0

nd : non déterminé

Il est souvent considéré qu'un litre d'eau est nécessaire à la fabrication d'un litre de vin pour l'ensemble d'une année et qu'environ la moitié de cette quantité est utilisée pendant la période des vendanges. Dans notre cas, les consommations d'eau rapportées au litre de vin produit sont supérieures à ces valeurs puisque deux litres d'eau sont utilisés à Beaune au cours des vendanges pour produire un litre de vin et environ un litre d'eau à Davayé est nécessaire pour produire la même quantité de vin au cours de la même période. Cela s'explique avant tout par la petite taille des exploitations, le nombre élevé d'appellations (et donc de lots de fabrication) et la conception parfois complexe des locaux. En quelque sorte il s'agit d'un surcoût correspondant à la typologie même des exploitations en Bourgogne. En effet, les exploitations en Bourgogne sont caractérisées par leur petite taille puisque la moyenne est de 6,23 ha en Côte d'Or. Les appellations sont très nombreuses puisque pour 5 % des vignes d'AOC de France, la Bourgogne possède le quart des appellations AOC françaises. Enfin, les locaux sont souvent des bâtiments de village, parfois des monuments classés, et donc peu compatibles avec des normes industrielles.

Pour toutes ces raisons, il semble difficile d'imaginer atteindre les mêmes ratios de consommation d'eau que dans les autres régions françaises.

Toutefois, sur les deux exploitations étudiées, le volume d'eau utilisé par litre de vin a été presque divisé par deux en trois ans. En effet, une analyse plus fine avait permis de quantifier la part de chaque opération dans la consommation globale. Le poste le plus consommateur était, et reste, le lavage du matériel de récolte : 47,2 % à Beaune en 1995, puis 61,9 % en 1996. Bien qu'une sensibilisation des utilisateurs ait été entreprise, seule la mise en place de robinets auto stoppant et l'utilisation d'un surpresseur ont permis de ramener cette valeur à 34,9 % de la consommation d'eau totale en 1997. A Davayé, la part de l'aire de lavage du matériel de récolte était dès le départ plus réduite qu'à Beaune. Cela provient de l'utilisation majoritaire d'une machine à vendanger et de bennes de transport qui sont plus faciles à nettoyer que les caisses utilisées à Beaune pour le transport du raisin. En fait, il a été déterminé sur le terrain qu'il fallait 24 litres d'eau en 1996 pour laver une caisse de transport. Cette valeur est tombée à 6 litres en 1997 grâce à l'emploi du surpresseur. Par ailleurs, la consommation d'eau par litre de vin en cuverie s'est réduite sur les deux sites. Il s'agit en fait d'un effet de la sensibilisation progressive des opérateurs aux problèmes d'économies d'eau. On retrouve ce phénomène au niveau de l'aire de lavage à Davayé où aucune modification n'a été apportée au matériel en place.

En fait, les quantités d'eau consommées dépendent de la structure de l'exploitation. Si on considère la dernière campagne, 2,06 litres d'eau par litre de vin sont nécessaires pendant les vendanges à Beaune (nombreuses appellations, utilisation de caisses de transport) contre 0,98 litre d'eau par litre de vin à Davayé (peu d'appellations, récolte par machine à vendanger). Le tableau 1 montre que l'utilisation de caisses pour le transport du raisin multiplie par 2,4 la consommation d'eau au niveau de l'aire de lavage. De plus, la nécessité de nettoyer fréquemment de petites cuves en raison de l'existence de 15 appellations de vin différentes à Beaune (contre 5 à Mâcon-Davayé) multiplie par deux la consommation d'eau de la cuverie.

Enfin, les volumes d'effluents mesurés par les débitmètres montrent qu'il n'est réellement pas aberrant d'estimer les volumes rejetés par la consommation d'eau indiquée par des compteurs d'eau mis en place à l'exploitation.

COMPOSITION DES REJETS

Le tableau 2 présente les résultats moyens des analyses réalisées sur les effluents prélevés sur les deux sites expérimentaux. Pour les cuveries, il s'agit à chaque fois d'échantillons moyens journaliers dont la composition est représentative des quantités de liquide écoulé (prélèvement d'un volume unitaire pour 100 litres d'effluents détectés par le débitmètre). Pour les aires de lavage, il s'agit d'échantillons ponctuels prélevés tout au long des opérations de nettoyage.

Pour commenter ce tableau, il est nécessaire de distinguer les deux sites. Tout d'abord à Davayé les bourbes sont depuis le début systématiquement récupérées et épandues ainsi que les premières eaux de lavage des cuves les plus sales.

Tableau 2 : Composition moyenne des effluents rejetés au cours des vendanges
(Table 2 : Average composition of wastewaters during harvest time)

Site		BEAUNE			MACON-DAVAYE		
Année		1995	1996	1997	1995	1996	1997
DCO moyenne (mg/l)	Cuverie	5 202	6 101	3 556	4 868 (min)	17 000	8 428
	Aire de lavage	nd	nd	5 006	nd	nd	8045
DBO5 moyenne (mg/l)	Cuverie	2 740	3 536	2 024	1 850	8 777	4 340
	Aire de lavage	nd	nd	1 915	nd	nd	2934
DCO/DBO5	Cuverie	2,19	1,72	1,75	2,6	1,97	1,94
	Aire de lavage	nd	nd	2,61	nd	nd	2,74
MES moyenne (mg/l)	Cuverie	526	670	344	775	744	979
	Aire de lavage	nd	nd	127 (tamis)	nd	nd	1 066
Azote moyen (mg/l)	Cuverie	nd	nd	35,15	nd	nd	68,51
	Aire de lavage	nd	nd	14,30	nd	nd	33,29
Phosphore moyen (mg/l)	Cuverie	nd	nd	11,50	nd	nd	18,60
	Aire de lavage	nd	nd	9,84	nd	nd	8,25

(min) : valeur minorée nd : non déterminé.

Par conséquent, la concentration de 8,4 g/l de DCO mesurée à la sortie de la cuverie en 1997 peut être considérée comme bien représentative du rejet normal de l'exploitation. La valeur mesurée en 1995 était en fait minorée car une partie des opérations n'avait pas été prise en compte en raison d'un retard lié à la mise en place du matériel de prélèvement. La valeur présentée pour 1996 est exacte (17 g/l) mais rend compte de l'existence d'un accident de fabrication qui a entraîné le rejet à l'égout du contenu d'une cuve en fermentation. Il est important de noter que la concentration en DCO des effluents de l'aire de lavage est du même ordre de grandeur que celle des effluents de cuverie.

De même, il y avait 1,066 g/l de MES dans les effluents de l'aire de lavage et on retrouve une valeur à peine inférieure pour les effluents de cuverie (979 mg/l de MES). Il y a beaucoup de matières en suspension qui sont donc présentes dans ces rejets. L'observation sur le terrain montre qu'il s'agit de fragments de pépins, de fragments de baies et d'un peu de particules minérales. En revanche il y a une différence de composition nette pour l'azote et le phosphore entre l'aire de lavage et la cuverie à Davayé : il y a environ le double d'azote ou de phosphore dans les rejets de cuverie par rapport aux rejets de l'aire de lavage. Ces concentrations, sans être très élevées, ne sont pas négligeables pour l'environnement.

D'une façon générale la concentration élevée de ces rejets en DCO pose un problème. Actuellement, il n'y a pas de réseau d'assainissement dans le village et ces effluents sont rejetés directement dans le milieu naturel. Le rapide dimensionnement d'une unité de traitement individuel montre que le coût de réalisation d'une telle structure n'est pas supportable par un particulier. Si la solution consiste en la construction d'une station communale elle devra être conçue pour recevoir la pointe de pollution liée aux vendanges. Il s'agit alors de gérer une augmentation du volume d'effluents mais aussi une très forte augmentation de la concentration en DCO puisque le niveau maximal des rejets urbains en DCO n'est habituellement que de 2 g/l. Toutefois ces effluents vinicoles sont facilement biodégradables (rapport DCO/DBO5 proche de 2).

A Beaune, les bourbes ne sont pas récupérées. En 1996 il a pu être montré que les bourbes représentaient à elles seules 30 % de la DCO totale rejetée pour un volume d'effluent extrêmement faible (environ 300 l). En 1996, un accident de cuverie a aussi généré une pollution accidentelle supplémentaire. En 1997, une partie des bourbes a été récupérée et il n'y a pas eu de rejet accidentel. La concentration de 3,5 g/l en DCO peut donc être considérée comme normale pour la cuverie de cette exploitation. Comme plus d'eau est consommée à Beaune qu'à Davayé, il est normal de trouver un écart de concentration entre les deux sites. La DCO des effluents de l'aire de lavage est très élevée (plus de 5 g/l). Elle s'explique par le lavage des caisses qui contiennent encore des fragments de baies et du jus provenant de raisins écrasés. En revanche les MES sont faibles à Beaune. En effet, des paniers tamiseurs ont été mis en place notamment dans le regard d'évacuation de l'aire de lavage. Les concentrations en azote et en phosphore suivent les mêmes proportions qu'à Davayé. Les concentrations sont plus faibles qu'à Davayé en raison de la dilution des effluents. Les effluents sont rejetés dans le réseau urbain, la station urbaine de Beaune devant se charger du traitement des effluents vinicoles de l'agglomération. Toutefois ces effluents sont facilement biodégradables (rapport DCO/DBO5 proche de 2).

Afin de comparer les deux sites et d'extrapoler les résultats, le tableau 3 présente les quantités de polluants rejetés rapportées à l'hectolitre de vin produit. Ce tableau permet de bien montrer les améliorations apportées à Beaune en 1997 grâce à la récupération d'une partie des bourbes et grâce à la mise en place d'un panier tamiseur sur l'aire de lavage (contrairement à Davayé). Ce tableau montre aussi que, ramené au litre de vin produit, le flux de DCO est identique au niveau des aires de lavage. Les différences de pratiques entre les deux sites ne sont pas suffisantes pour créer une différence de flux de DCO à ce niveau. En revanche, il est normal d'observer une différence au niveau des cuveries. A Beaune, il est essentiellement produit du vin rouge alors qu'à Davayé il est essentiellement produit du vin blanc. Il est donc logique de rejeter plus de DCO par hectolitre de vin au niveau de la cuverie du lycée viticole de Beaune. Les flux d'azote et de phosphore semblent suivre les flux de DCO rejetés par hectolitre de vin produit.

Tableau 3 : Flux polluants spécifiques rejetés au cours des vendanges
(Table 3 : Pollutants flows per hl of wine during harvest time)

Site		BEAUNE			MACON-DAVAYE		
Année		1995	1996	1997	1995	1996	1997
DCO (kg /hl de vin produit)	Cuverie	1,93	1,79	0,92	0,43 (min)	1,04	0,59
	Aire de lavage	nd	nd	0,32	nd	nd	0,28
MES (kg/hl de vin produit)	Cuverie	0,19	0,18	0,09	0,10	0,04	0,07
	Aire de lavage	nd	nd	0,008 (avec tamis)	nd	nd	0,037
Azote (kg/hl de vin produit)	Cuverie	nd	nd	0,009	nd	nd	0,004
	Aire de lavage	nd	nd	0,002	nd	nd	0,001
Phosphore (kg/hl de vin produit)	Cuverie	nd	nd	0,003	nd	nd	0,001
	Aire de lavage	nd	nd	0,0007	nd	nd	0,0003

(min) : valeur minorée nd : non déterminé.

Par ailleurs, à partir de ces données, on s'aperçoit qu'au cours du mois des vendanges une exploitation de 500 hl de vin correspond à plus de 200 EH pour son rejet de Matières Oxydables. En fait, les valeurs de rejet semblent supérieures aux valeurs trouvées habituellement dans le reste de la France.

EXTRAPOLATION DES RESULTATS

En résumé, à partir du tableau 3, on peut montrer que, quelle que soit l'exploitation, les aires de lavage rejettent environ 0,3 kg de DCO par hl de vin. En revanche, le même raisonnement ne peut être tenu au niveau de la cuverie. On peut proposer la méthode d'estimation suivante :

$$M_{DCO} = V_p \cdot K$$

avec M_{DCO} : Masse de DCO produite pendant les vendanges (kg)

K : constante dépendant de l'exploitation (m³/hl)

V_p : volume de vin produit (hl)

K est définie comme l'indique le tableau 4 :

Tableau 4 : Estimation de K
(Table 4 : estimation of K)

Activités	Majorité de vin rouge	Majorité de vin blanc
Aire de lavage + Cuverie	1,2 kg/hl	0,9 kg/hl
Cuverie seule	0,9 kg/hl	0,6 kg/hl
Aire de lavage seule	0,3 kg/hl	0,3 kg/hl

De plus, que l'effluent soit issu des aires de lavage ou de la cuverie, il est possible d'établir un ratio qui reste constant entre la DCO produite et les autres polluants (cf. tableau 3). A partir des valeurs du tableau 3 on trouve qu'à 1 kg de DCO rejeté, correspond 0,1 kg de MES rejeté, 0,01 kg d'azote et 0,002 kg de phosphore. Ces polluants sont ensuite dilués dans un volume de liquide qui dépend des contraintes de l'exploitation en matière de consommation d'eau (cf. tableau 1).

Pour aller plus loin, il est nécessaire de connaître le volume d'effluent généré. A partir des données obtenues, il est possible de proposer une méthode d'estimation des flux générés. Même grossière, cette estimation peut être très utile dans la mesure où elle reste robuste. On peut supposer que sur la période des vendanges les flux suivent la loi suivante :

$$V_e = V_p \cdot K' + V_p \cdot K''$$

- avec K' : constante dépendant de l'exploitation pour la cuverie (m³/hl)
 K'' : constante dépendant de l'exploitation pour l'aire de lavage (m³/hl)
 V_e : volume d'effluent pendant les vendanges (m³)
 V_p : volume de vin produit (hl)

K' et K'' sont définis dans le tableau 5. Dans ce tableau on reprend l'hypothèse selon laquelle le volume d'effluents est lié au nombre d'appellations au niveau de la cuverie et au mode de récolte au niveau de l'aire de lavage.

Tableau 5 : Estimation de K' et de K''
(Table 5 : estimation of K' and K'')

K' (m ³ /hl)	Moins de 6 appellations : 0,7	De 6 à 9 appellations : 1,0	Plus de 10 appellations : 1,3
K'' (m ³ /hl)	Machine à vendanger : 0,3		Caisses : 0,7

A partir de ce modèle, il devient possible d'estimer les volumes et la composition des rejets d'une exploitation viticole. Ce modèle suppose de rester dans un cadre proche de celui des exploitations qui ont permis d'obtenir les données de base. Le modèle est donc applicable aux exploitations bourguignonnes dont la production est comprise entre 250 hl et 5000 hl.

CONCLUSIONS

Les résultats obtenus montrent que le problème des effluents viti-vinicoles en Bourgogne ne peut être résolu par extrapolation des données obtenues dans les autres régions viticoles. Par exemple, la petite taille des exploitations, la complexité de leurs structures et le nombre très élevé d'appellations différentes génèrent des contraintes peu compatibles avec les économies d'eau préconisées.

En fait il est possible d'améliorer la situation des deux exploitations étudiées par la mise en place de dispositifs d'économies d'eau et par la récupération systématique des bourbes. Les mesures réalisées au cours des vendanges 1997 ont pu montrer l'effet bénéfique de ces modifications.

L'étude se poursuit aussi par l'extension des bilans réalisés sur une année complète et par l'étude de solutions de pré-traitement des effluents sur le site même de l'exploitation. Ces solutions d'amont pourront être combinées avec le traitement des effluents urbains.

Remerciements : Les auteurs tiennent à remercier le personnel des lycées viticoles pour leur collaboration efficace ainsi que le SATESE de Saône-et-Loire pour son assistance.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

LEMIERE J.P., CISSE Z., OLSSON A. et COQUILLE J.C. (1997). Caractérisation des rejets des lycées viticoles de Mâcon-Davayé et de Beaune, étude de procédés de traitements. Rapport intermédiaire d'étude, 44 p.



SESSION 2

Stratégies de gestion des effluents
Strategy of effluents management



Monitoring and control of environmental impacts associated with winery effluent in South Australia

Surveillance et contrôle de l'impact sur l'environnement des effluents de l'industrie viticole en Australie Méridionale

P. Hazell

South Australian Environment Protection Authority, GPO Box 2607, Adelaide, SA 5001, Australia. e-mail: hazellp@denr.sa.gov.au

Résumé - L'industrie viticole en Australie Méridionale continue à se développer rapidement. Plus de la moitié des vins australiens y sont produits. Presque tous les établissements viticoles de cette région évacuent leurs effluents via l'irrigation des terres. Ce document décrit la situation actuelle de la gestion des effluents viticoles en Australie Méridionale, la stratégie de régulation imposée aux industries de ce secteur par les Autorités pour la Protection de l'Environnement (EPA) depuis 1995 et les changements dans la surveillance et la gestion des effluents qui résultent des nouvelles exigences légales. Le document met aussi l'accent sur le contenu d'un code pratique de l'environnement pour l'industrie viticole qui propose le remplacement du système actuel des licences pour l'environnement après 2001.

Abstract - *The wine industry in Australia is continuing to expand rapidly. More than half of Australia's wine is produced in South Australia. Almost all wineries in South Australia dispose of winery effluent via irrigation onto land. This paper describes the current status of winery effluent management in South Australia, the regulatory strategy which has been imposed upon wineries by the Environment Protection Authority (EPA) since 1995 and changes in effluent monitoring and management which have arisen in response to the new legal requirements. The paper also outlines the content of an environmental code of practice for wineries which is proposed as a replacement for the current environmental licensing system for wineries beyond 2001.*

Mots clés : code pratique, Autorité pour la Protection de l'Environnement, irrigation, licence, surveillance, effluent de l'industrie viticole

Keywords : *code of practice, EPA, irrigation, licensing, monitoring, winery effluent*

1. Introduction

Steadily increasing demands on scarce water resources and the implementation of catchment wide actions to deal with water pollution is leading to greater use of effluent and stormwater as substitutes for surface and groundwater resources in many parts of South Australia.

Wine production is a very important and growing part of the South Australian economy. Very little monitoring of winery effluent characteristics and impacts on the environment had occurred in South Australia until the Environment Protection Act came into effect in 1995. Monitoring of winery effluent and associated improvements in the management of winery effluent which is occurring in response to Environment Protection Act requirements is driving major changes within the wine industry. The regulatory approach taken by the Environment Protection Authority (EPA) and the benefits of the outcomes have been generally accepted by the wine industry as suitable and necessary to ensure that a 'clean and green' image is maintained by the industry in South Australia.

This paper firstly provides an outline of the winery operations and winery effluent management methods in South Australia, then describes the environmental regulatory measures which have been applied to wineries under the Environment Protection Act and the EPA's proposed strategy for introducing and applying an environmental code of practice for wineries by 2001, and concludes with a brief review of winery effluent management trends which have arisen in the last 3 years and are likely to continue in the future.

2. Wineries and winery effluent management in South Australia

South Australia is the fourth largest of the Australian States or Territories with a 984,000km² landmass. The southern settled areas of the State where wine grapes are grown has a 'Mediterranean' type climate with mild wet winters and hot dry summers. Rainfall in the wine grape growing regions varies from 250mm/yr in the Riverland region to more than 600mm/yr in some parts of the Adelaide Hills and South-East regions. Evaporation rates in the same regions vary from 2400mm/yr to 1600mm/yr respectively. Supplementary irrigation of wine grapes during the summer period is practiced in all regions. Wineries are located in all wine grape growing regions of the State. One distillery is located in each of the Barossa and Riverland regions. Figure 1 shows the location of the main winery regions of South Australia.

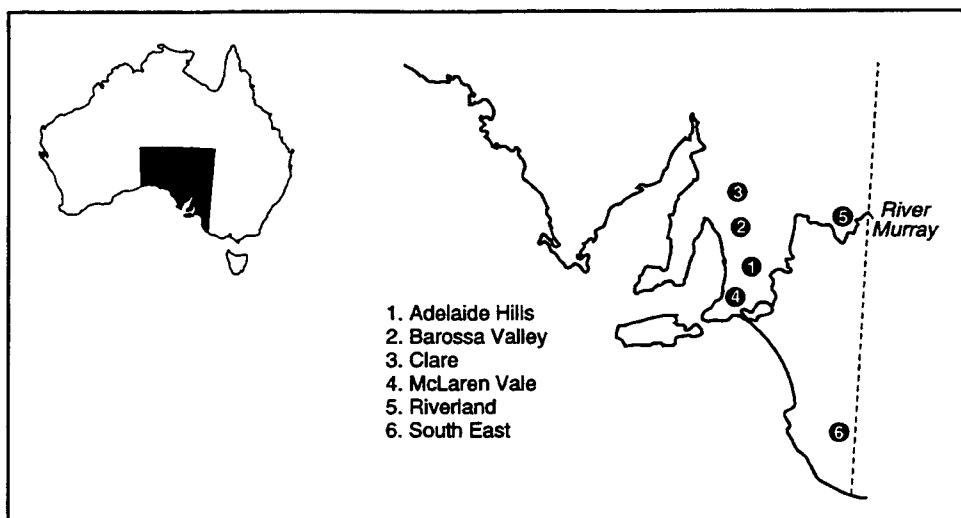


Figure 1 - Location of the main winery regions in South Australia

Wine production in Australia has tripled in the last 30 years with the most rapid expansion occurring in the last decade. Annual wine production in Australia has exceeded 600ML since 1996. More than half of Australia's wine is produced in South Australia (ABS 1997). Almost half of all wine grapes grown in South Australia are grown in the Riverland region. However, the Barossa Valley is the largest wine manufacturing region in the State. Within South Australia ten wineries process 500-1000 tonnes of grapes or grape product per year, 16 process 1,000-5,000 tonnes, 18 process 5,000-10,000 tonnes, five process 10,000-20,000 tonnes and nine process greater than 20,000 tonnes per year. Some of the largest wineries in the State process as much as 65,000 tonnes of grapes per year. While there are more than 200 wineries operating in South Australia greater than 60% of wine production is undertaken by less than ten companies which generally operate the largest scale wineries.

A wide variety of operating strategies exist amongst those wineries which process more than 500 tonnes of grapes or grape products per year in South Australia. Twenty two percent of these wineries conduct grape crushing through to bottling operations, 48% conduct crushing and fermentation operations but no bottling, while the remaining proportion is made up of wineries which crush grapes and send juice for processing elsewhere, receive juice/red grape must for fermentation and may or may not bottle wine. Of those wineries which conduct grape crushing through to wine bottling operations the reported annual volume of winery effluent generated ranges from 2,000 to 6,000 litres per tonne of grapes crushed.

Almost all winery effluent in South Australia is irrigated onto land. Of those wineries which process more than 500 tonnes of grapes or grape products per year 46% irrigate winery effluent onto grasses only or in combination with tree lots or vineyards, 20% irrigate onto tree lots only, 7% irrigate onto vineyards only, 15% evaporate all effluent in lagoons, 6% dispose to sewer and the remaining 6% are yet to install effluent management systems.

Most winery effluent is disposed/utilised directly without extended storage in lagoons. Prior to irrigation onto land 35% of wineries do not pre-treat effluent in any way, 17% utilise solids settlement basins, 9% screen or filter effluent, 5% utilise solids settlement basins and pH adjust effluent, and 5% pH adjust only. Of those wineries which store/treat effluent for extended periods prior to irrigation onto land 7% pH adjust and treat effluent in constructed wetlands and 21% store/treat effluent in lagoons without any pre-treatment.

3. Regulation of winery environmental management by the Environment Protection Authority

The South Australian Environment Protection Act came into effect on 1 May 1995 and in so doing replaced a range of media specific pollution and waste management legislation with an integrated comprehensive statute administered by the Environment Protection Authority (Brunton 1995). Prior to the Environment Protection Act coming into effect winery effluent disposal was only licensed under the Water Resources Act 1990 at a handful of wineries in the Barossa Valley region where large effluent storage lagoons were designed to discharge into the North Para River when it contained sufficient flow to allow for rapid dilution of effluent. At all other wineries throughout South Australia there was no clear or systematic discharge of winery effluent into surface water or groundwater bodies and hence no justifiable reason for licensing through the legislation in force at that time. This situation changed dramatically with the commencement of the Environment Protection Act as any winery or distillery which processed more than 500 tonnes of grapes or grape produce per year to make wine or spirits was required to be licensed under the Act regardless of how winery effluent was managed.

Due to significant lobbying and political influence which the South Australian Wine and Brandy Industry Association (SAWBIA), representing the interests of all major wine producing companies in the State, was able to apply to the State Government prior to the commencement of the Environment Protection Act, the wine industry has been provided with a unique arrangement which does not apply to any other industry which currently requires licensing under the Act. These arrangements include:

- set licence fees for wineries and distilleries which do not increase (unlike other activities) over the first five years following commencement of the Environment Protection Act (fees range from \$150 to \$1200 per year depending on the scale of operation);
- and a confirmation from the State Government that wineries and distilleries would be relieved of the need to be licensed under the Environment Protection Act by the end of 2001 if wineries and distilleries are found to be operating in accordance with an environmental code of practice for the industry in 2001.

Fifty five wineries and two distilleries are currently licensed under the Environment Protection Act. Licences can be issued for any length of time but have generally been issued for two to three year terms depending on the extent of known environmental problems at a site and the level of company cooperation and environmental management expertise which is evident. Most of the licences issued to wineries contain standard conditions which require:

- monitoring of effluent volumes, quality and impacts on soil and groundwater;
- an independent audit of monitoring programme results, procedures and strategies;
- the development of contingency plans for dealing with natural disasters, mechanical failures and other incidents that could impact adversely on the environment;
- the adoption of specified 'best practices' for effluent irrigation onto land, sludge storage disposal, containment of effluent without accidental spillage, stormwater management, and marc and lees reuse or disposal.

All licences specify monitoring programme objectives and require licensees to prepare their own detailed monitoring programme which must be confirmed as appropriate by the EPA prior to monitoring being undertaken. This strategy allows for the nature of winery operations, site conditions, financial and staff resources to be taken into account by a company in preparing its monitoring programme. An EPA technical bulletin (EPA 1996) has been prepared to provide technical guidance to companies and their consultants in preparing and undertaking winery effluent monitoring programmes.

A number of licences which have been issued to wineries also contain requirements for the development and implementation of environment improvement programmes to address site specific winery effluent management issues (eg. evaporative lagoons to be converted to direct irrigation systems to avoid malodours) over periods of up to three years.

The speed and nature of the responses made by companies to licence requirements has varied greatly. The larger companies have generally been faster and more diligent in their responses to licence requirements under the Environment Protection Act than smaller companies as they have been more able to allocate staff and capital to environmental management programmes. However, most companies have generally been slow to respond to their licence requirements for various reasons including the time involved in engaging consultants, setting up new internal operating procedures, involving or appointing appropriate staff to undertake and/or oversee compliance with licence conditions etc. In response to this general slowness by companies, the EPA has been prepared to make some modification to compliance dates for licence conditions when such requests are for legitimate reasons. Although wine companies could be prosecuted under the Environment Protection Act for not achieving required actions by the compliance dates contained in licences the EPA has chosen to adopt a cooperative rather than adversarial approach to achieving the desired environmental objectives. Due to the structure and good financial position of the wine industry at present this strategy appears to be appropriate and effective.

4. Assessment of effluent management at winery development approval stage

Regulations under the South Australian Development Act 1993 require all winery development proposals which involve the processing of more than 50 tonnes of grapes or grape product per year to be referred by local councils to the EPA for advice about whether the proposal should be allowed to proceed and, if so, what conditions should be attached to any approval given. If a winery development proposal, whether new or an expansion to an existing winery, involves the processing of more than 500 tonnes of grapes or grape product

per year then the recommendations provided by the EPA must be adopted by the local council in any decision which it makes on the proposal. If a winery processing greater than 500 tonnes per year is granted approval under the Development Act then the EPA is legally obliged to issue a licence under the Environment Protection Act allowing ongoing operation of the winery subject to certain conditions.

In order to assist proponents of new or expanding wineries in the preparation of development applications which contain all the necessary information upon which the likely environmental impacts of their proposal can be adequately assessed the EPA developed a standard list of items in 1995 which need to be included in such applications. The preparation of a winery effluent management plan which takes account of effluent quantity and quality, climate, and site characteristics (including soils, groundwater and the nature and proximity of surrounding landuses) and puts forward a preferred effluent treatment and utilisation/disposal strategy is a fundamental part of the information which the EPA has been requiring in applications for all types of winery developments. The EPA is currently working with other government Departments, local government and the SAWBIA to develop planning guidelines for wineries to provide a clear statement of objectives, standards, practices and legal requirements relating to the design, approval and development of wineries and distilleries in the State.

5. Environmental code of practice for wineries

In response to an agreement reached with the SAWBIA in 1995 and the State Government's deregulation policy, the EPA recently confirmed its intent to remove wineries by the end of 2001 from the list of activities which must be licensed under the Environment Protection Act on the proviso that wineries are required to comply with an environmental code of practice which will be introduced for the industry.

Preparation of an environmental code of practice for wineries by a working group of representatives from relevant State Government departments, local government and the SAWBIA commenced in December 1997. As drafted currently the code of practice contains the following effluent monitoring and reporting, and effluent management requirements:

- All operators of wineries which do not discharge their effluent to a sewer or sewage treatment works must continuously monitor the volume of effluent generated and keep records of such monitoring.
- Operators of any winery which does not discharge their effluent to a sewer or sewage treatment works and generates greater than 5 ML of effluent per year must monitor the quality of effluent applied to land, maintain records of the volume of effluent applied to each portion of land within the effluent irrigation area, monitor impacts on soil moisture, chemistry and structure, monitor impacts of effluent on groundwater, and every two years the monitoring programme must be independently audited and a report on the audit and the monitoring results supplied to the EPA.
- Effluent irrigation must not lead to surface runoff, cause structure loss, salinisation, waterlogging, chemical contamination or erosion of the soil, or increase the salinity, total organic carbon or nitrate concentrations in the groundwater above levels which will detrimentally affect use of the ground water.
- Effluent must not be discharged onto any land not owned by the owner of the winery

without prior written permission of the landowner or either directly or indirectly enter a watercourse, bore or sinkhole.

- Stormwater runoff which is contaminated from grape handling and crushing, and marc storage and composting must drain to the winery effluent management system. 'Clean' stormwater from other areas can only be drained into the effluent management system if the system can adequately deal with the additional hydraulic volume which arises from this strategy.

The draft environmental code of practice is yet to go through a formal public/industry consultation process. However, as most of the requirements contained in the draft code are drawn from the existing conditions in licences issued to wineries under the Environment Protection Act and, as there is no fundamental opposition to these type of conditions by winery operators, there is unlikely to be adverse reaction to the requirements of the code when it goes through the formal consultation process.

By finalising and promoting the environmental code of practice to all wineries from 1999 onwards the EPA expects a smooth transition from the current situation where wineries crushing greater than 500 tonnes of grapes per year are licensed under the Environment Protection Act and smaller scale wineries are not subject to any specific requirements, to a situation where all wineries will be subject to the requirements of the new code beyond 2001 and licensing discontinued.

Although the requirements of the environmental code of practice will not be applied to wineries as conditions of licence, the Environment Protection Act will provide for the requirements of the code to be enforced by the EPA where considered necessary through the issuing of environment protection orders recognising that non-compliance with such orders could lead to on-the-spot fines or more severe fines on winery operators imposed through the courts.

6. Winery effluent management trends

Since the Environment Protection Act came into effect in 1995 a number of pre-existing and new environmental consulting companies have focussed their work within the wine industry in South Australia. During the same period there has also been an injection of recent engineering and wine making graduates with environmental management expertise into the industry and the EPA funded a 'cleaner industries' programme which led to the publication and promotion a manual (Chapman 1996) focussed on assisting winery operators reduce the volume and improve the quality of winery effluent. These factors, together with the requirements imposed through the Environment Protection Act, are leading to:

- a reduction in the use of lagoons for extended storage of winery effluent without pre-treatment;
- more scientific approaches to irrigation of winery effluent onto land under varying seasonal and yearly climatic conditions (eg. greater use of soil moisture monitoring devices to determine irrigation scheduling and use of variety of vegetation types with varying water requirements and waterlogging/drought resistance capabilities in winery effluent irrigation areas);
- greater use of 'cleaner industries' practices within wineries to minimise the volume and

- improve the quality of winery effluent;
- greater use of constructed wetlands to provide treatment of winery effluent to enable storage of effluent without the generation of malodours or allow for off-site use of the effluent for irrigation onto golf courses, parks and other public places;
- and greater separation of clean stormwater from winery effluent management systems.

7. Conclusions

The licensing strategy for wineries which the EPA introduced in 1995 is planned to continue until the end of 2001 at which time all wineries will be required to comply with an environmental code of practice incorporating the need for effluent monitoring for all wineries and an independent audit of the monitoring programme to be conducted every two years for those wineries generating more than 5ML of effluent per year. Such an approach:

- will remove the command and control regulation associated with licensing but retain equivalent environmental monitoring and management requirements and provide discretionary powers for the EPA to apply where necessary;
- is supported by the wine industry;
- and is considered a regulatory model which could be extended to other industries and/or areas.

References

- ABS (1997) Australian Wine and Grape Industry. Australian Bureau of Statistics, Canberra, 64 p
- BRUNTON, N., (1995) The South Australian Environment Protection Act 1993. *Environmental and Planning Law Journal* Vol. 12 (1): p.3-10
- CHAPMAN, J (1996) Cleaner production for the wine industry. South Australian Wine and Brandy Industry Association, Adelaide, 31 p
- EPA (1996) Technical Bulletin Number 11, Winery and distillery wastewater monitoring programmes, South Australian Environment Protection Authority, November 1996, 8 p

An integrated approach for assessing the environmental impacts of wineries in Portugal

Un essai intégré pour évaluer l'impact de l'industrie vinicole sur l'environnement au Portugal

E.A. Duarte*, **M.B. Martins***, **J.P. Ghira***, **E.C. Carvalho****, **I. Spranger****,
S. Costa**, **M.C. Leandro****, **J.M. Duarte*****

* Instituto Superior de Agronomia, Departamento de Química Agrícola e Ambiental, Tapada da Ajuda, 1399 Lisboa Codex, Portugal. Tel. : (351 1) 360 20 25, Fax : (351 1) 363 79 70, e-mail: eduarte@isa.utl.pt

** Instituto Nacional de Investigação Agrária, Estação Vitivinícola Nacional, Quinta da Almoíña, 2560 Dois Portos, Portugal. Tel. : (351 61) 72 500, Fax : (351 61) 72 426

*** Instituto Nacional de Engenharia e Tecnologia Industrial, Departamento de Biotecnologia, Azinhaga dos Lameiros à Estrada do Paço Lumiar, 1699 Lisboa Codex, Portugal

Tel. : (351 1) 716 51 41, Fax : (351 1) 716 09 01

Résumé - Ce travail résume les aspects les plus importants concernant l'impact des eaux résiduaires des caves de vinification sur l'environnement, au Portugal. Pour évaluer la pollution issue de l'activité industrielle, . sera décrit un essai intégré sera effectué.

Des stratégies sélectionnées s'appuient sur le diagnostic de la cave de vinification de l'EVN (Dois Portos) y compris la séparation des flux d'effluents permettant un classement hiérarchique basé sur son niveau polluant. On a aussi étudié des cycles internes d'eau en considérant les variétés de vins rouges et blancs les plus représentatives de cette région.

Le principal objectif des stratégies implantées était l'établissement du rapport entre le flux mensuel d'eaux résiduaires et la charge organique, et aussi du flux d'effluent par hectolitre de vin. Les paramètres suivants ont été déterminés: DCO, DBO₅, pH, NTK, P, MS, MES et polyphénols.

On espère que cette étude pourra contribuer à la motivation de la communauté de l'industrie vinicole pour le succès d'un programme de contrôle de pollution, afin d'ouvrir une voie réunissant à la fois les intérêts du secteur vinicole et la législation sur la qualité de l'eau.

Abstract - This paper summarises the relevant aspects concerning the environmental impact of wineries wastewater in Portugal. In order to evaluate the pollution issue from this industrial activity, an innovative integrated approach will be described.

The selected strategies were based on a diagnosis of the winery of EVN (Dois Portos) including wastewater stream segregation, in order to obtain a hierarchical classification based on its pollutant level. Internal water cycles were also studied considering the most representative red and white varieties of grapes of this region.

The main goals of the implementation strategies were to find a ratio between the wastewater monthly flow versus organic load and the ratio between wastewater production per hectolitre of wine manufactured. The following parameters have been monitored: COD, BOD₅, pH, TKN, K, P, TS, SS and polyphenols.

With this study we hope to contribute for the motivation of the global winery industry community for the success of a pollution control program, establishing a path to conciliate the importance of the wine sector, together with the requirements of the water quality standards legislation.

Mots clés : eaux résiduaires, caves de vinification, diagramme de flux, contrôle de pollution

Keywords : winery wastewater, flow diagram, pollution control

INTRODUCTION

The Portuguese "case-study" was developed by a "working group" formed by researchers from the High Institute of Agronomy (ISA), National Institute of Agrarian Research (INIA-EVN) and also from the National Institute of Industrial Technology (INETI) within the frame of a Life Project.

The activities concerning the wine production represent a very important sector in Portugal, since it has a significative role on the economy and culture of this country. As any industrial activity, besides the main production, in this case wine, there is also the wastewater production. Since this industry works seasonably, the most significant production of wastewater is concentrated in the grape harvest period, which lasts usually a few weeks. However, there are several unit operations all over the year concerning the wine manufacture, that are responsible for the production of wastewater and are usually neglected.

In order to evaluate the effluent flow rates and composition as function of the working period, we have considered two stages: the first one comprise the crushing and fermentation season and the second one the year-round washing activities related with the wine conservation period, such as racking, filtration and bottling.

Following the implemented strategies, the fundamental bases were established in order to implement the most adequate waste management system, through the selection of the appropriate technology for compliance with increasingly stringent discharge requirements, avoiding environmental damages. It is likely that discharge restrictions will become even tighter in the future, requiring more investment in effluent treatment plants by this type of industry, in order to obtain a "licence to operate". On the other hand, there is a lack of structures to receive pre-treated wastewater, once the major part of the municipal wastewater treatment plants are overloaded or inefficient. The situation turns the situation even worth during the grape harvest period due to the high organic load of the winery wastewater discharges (Chudoba and Pujol, 1996).

To be effective, the management approach selected must address the following issues: regulatory/legal considerations and trends; environmental management systems; sources reduction and waste minimisation; treatment trends and innovative treatment techniques and residual management, while the ultimate waste management goal should be pollution prevention (Bhamidimarri and Shilton, 1996).

PORTUGUESE WINEGROWING SCENERY AND MAIN GUIDE LINES TO EVALUATE THE ENVIRONMENTAL IMPACT

The wine sector always had a great importance in the Portuguese economy, as it represents 11,8 % of the VAD (Agriculture Value Added) in 1990. It has also a great importance in the external transactions representing a positive balance around 850000 hl, which corresponds to 76 billions PTE (\cong 380 millions XEU). The vineyards cover 8 % of the national A.A. (Agriculture Area) and the highest wine production takes place in Estremadura and Ribatejo regions, with 20 % of the total production estimated in 7-8 millions hl in 95/96. In this region we can find around thirty co-operative winery societies (22 % of the national total) and some hundred wine companies (private wine producers) (Instituto da Vinha e do Vinho, 1997).

Taking in account the national scenario and the region where the wineries are highly concentrated, the study was carried out in “Dois Portos” - Estremadura (figure 1) in a small winery, of a research centre. All this factors contributed for a more accurate evaluation of the winery activity.

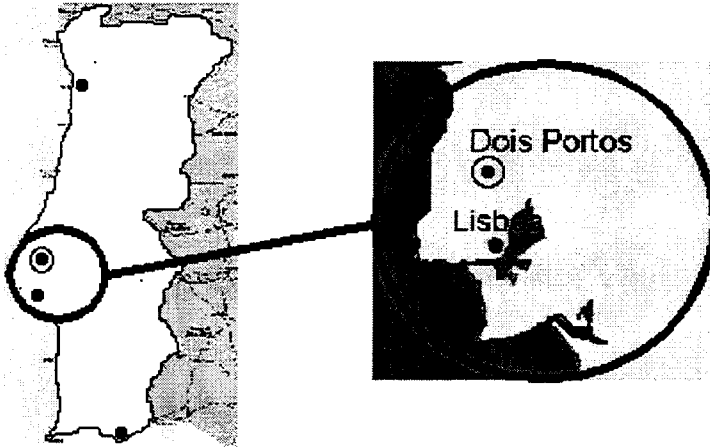


Figure 1 - Dois Portos winery location

PLAN AND ORGANIZATION

As any Agro-Industry the winery activity leads, unavoidably, to wastewater production. In spite of this industry working seasonably, there are several activities all over the year, that are responsible for wastewater production, although in minor volume and with a lower organic concentration, comparing with the grape harvest period.

Figure 2 summarises the several steps in wine production that are responsible for wastewater production from washing operations.

	JAN	FEB	MAR	APR	MAI	JUN	JUL	AUG	SEP	OCT	NOV	DEC
Harvest									■			
1ª Racking										■		
2ª Racking		■										
3ª Racking			■									
Filtration					■	■						
Bottling				■	■	■	■					

Figure 2 - Winery activities over the year

Knowing the periods that are responsible for wastewater production, a knowledge of the winemaking technology and the chemical and physical properties of all “inputs” and “outputs”, as well the flow characterisation of the system under study is required. Figure 3 succinctly describes the technological process in this winery, for red and for white wine.

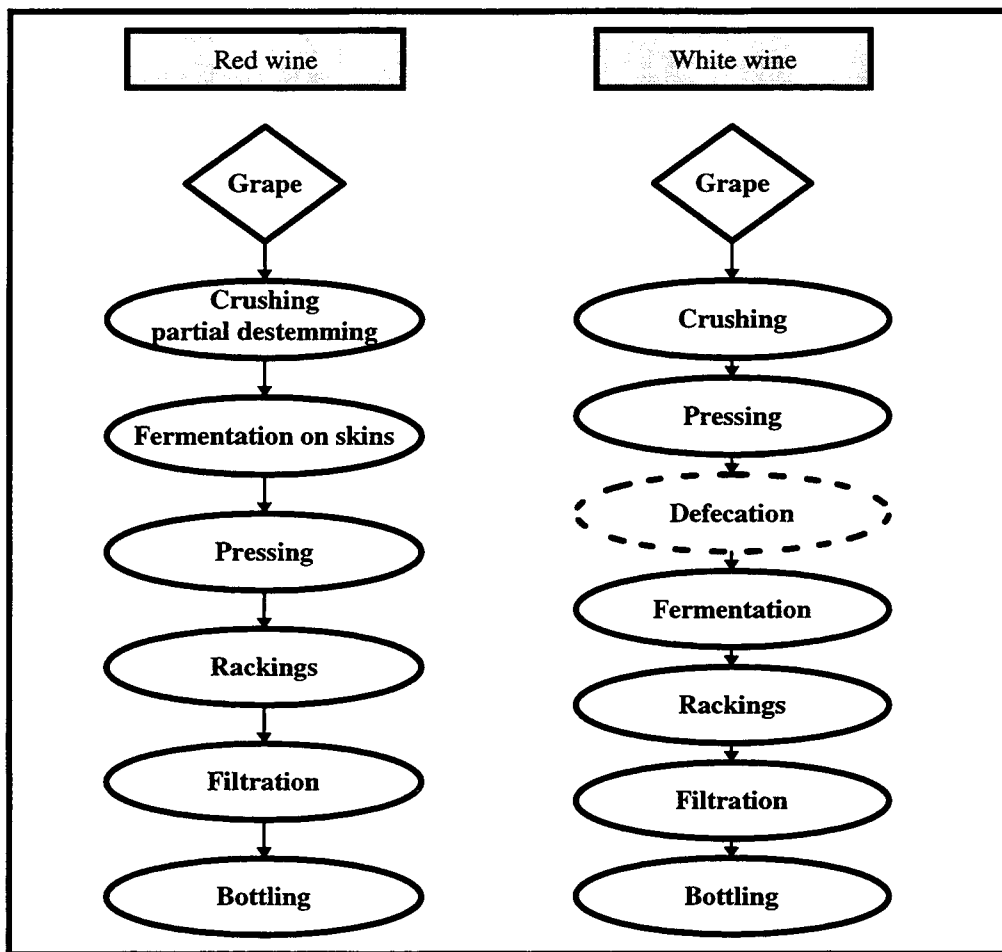


Figure 3 - Technology process

A summarised description of the selected winery is presented, in order to a better understanding of its size and production.

1. During the harvest period there are six workers in the winery and three workers to perform the year round activities;
2. The winery has an area around 720 m²;
3. The vineyard, where the grapes were collected, has an area of 6,8 ha;
4. In 1997, the net weight of grapes for red wine was about 47000 Kg and for white wine 35390 Kg;
5. For 1997, the production was around 305 hl of red wine and 226 hl of white wine, representing a vinification rate of about 64 %, this low value is due to the exceptional conditions (very high temperatures during February and March), usually this value reach 75 %.

The next stage of the planning was to identify, quantify and characterise the partial streams

that emerge from the winery activity.

The process flow diagram is the foundation for preparing material and energy balances. Such diagrams can be conveniently used to identify visually and to record where, how and when wastes are generated. A waste flow diagram can be used to record raw material usage, production rates, utility usage, waste stream flow rates and compositions, including effluents to treatment plants, to sewer, emissions to air, planned and fugitive; even temporal variations can be recorded (Byers *et al.*, 1995; Hills, 1995).

The methodologies and strategies described in this paper were already implemented in the winery of EVN. The first step of this research study, based on the strategy previously defined, was already started during the harvest period and first racking, with the aim of following the year round winery activities. In order to collect information and perform a technical evaluation of the obtained data, the process engineering involved in wine manufacturer was scrupulously studied. Flow meters were installed with the objective of quantify the water used during the harvest in cleaning operations. The several wastewater streams that manifold onto one discharge were segregated and quantified. The samples were collected on a daily basis during the harvest period, and a composite sample was collected during the first racking.

In order to better understand the wastewater composition in terms of phenolic compounds, a preliminary study was carried out isolating by Seppak C₁₈ cartridge the polyphenols and then identify them by RP-HPLC coupled a diode array detector.

RESULTS AND DISCUSSION

The strategy already described and implemented, it was possible to quantify the wastewater, as well as the solid wastes, originated by this industrial activity during this season.

Table 1 shows the “inputs” and “outputs” for the harvest period of 1997. It also displays the volume of wastewater production per litre of wine and per kg of grapes processed. Although this is a small winery, the values of this ratio are typical of big wineries. This fact is probably due to the high efficiency of water management implemented in this winery (Farolfi, 1995).

Table 1 - “Inputs” and “outputs” for the harvest period of 1997

	Red Wine	White Wine
Grapes (Kg)	47430	35390
Wine (l)	30420	22610
Pomaces (Kg)	6640	4780
Lees (Kg)	1420	1240
Vinification rate	0,64	
Water for cleaning operations (l)	37176	
Litres wastewater / litres wine	0,70	
Litres wastewater / Kg grapes	0,45	

Taking in account the results shown in table 1 and considering that the harvest period took around 12 day, figure 4 represents in a simplified way the main “inputs” and “outputs” that occur, in average, in one working day during this season.

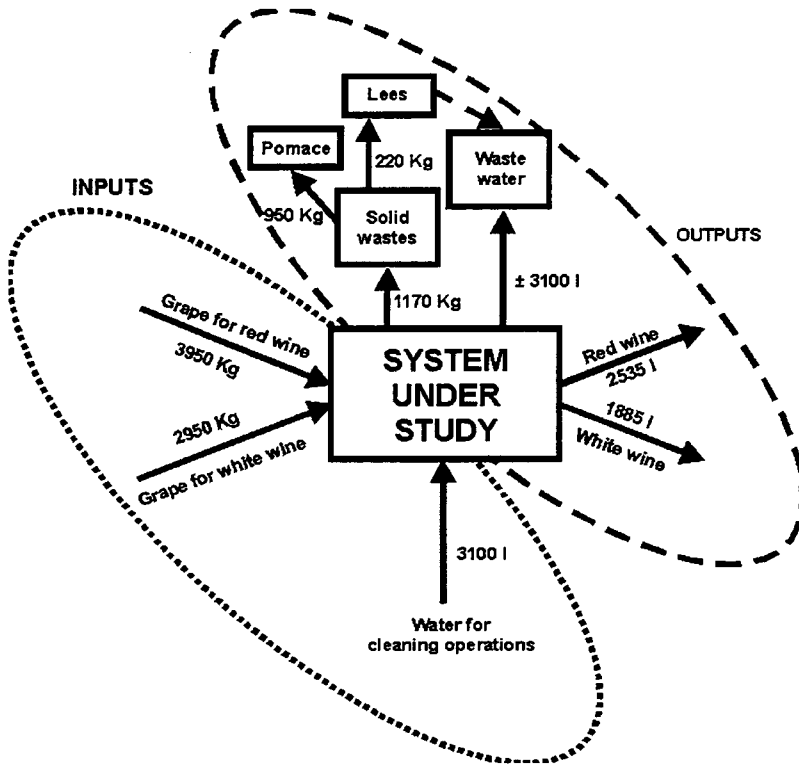


Figure 4 - Process flow diagram (daily average values)

After the quantification of the several flows, the analytical characterisation of partial effluents was performed. In order to execute this task, we have considered three stages during the harvest period (I, II, III) and one stage during the first racking (IV) from where effluents are originated.

- I. Crushing of white grapes;
- II. Pressing of white grapes;
- III. Pressing after fermentation on skins in red wine;
- IV. Racking of white and red wine.

Table 2 summarises the analytical characterisation of the several partial effluents collected in the winery under study. All analysis were performed according to the Standard Methods for Examination of Water and Wastewater.

Table 2 - Analytical characterisation of partial effluents

PARAMETER	HARVEST PERIOD			HARVEST AVERAGE	1° RACKING IV	
	I	II	III			
Aver. flow (l/day)	550	660	500	3100	865	
pH	4,0 - 4,5	5,0 - 5,5	4,5 - 5,0	4,0 - 5,0	4,0 - 4,5	
COD	Kg/day	3,0 - 4,0	1,0 - 2	9,0 - 10,0	3,0 - 4,0	
	mg/l	6500 - 7000	2000 - 2500	19000 - 20000	7000 - 8000	4000 - 4500
BOD ₅	Kg/day	2,0 - 3,0	0,5 - 1,5	5,5 - 6,5	1,0 - 2,0	
	mg/l	4000 - 4500	1250 - 1750	12000 - 13000	4000 - 5000	2000 - 2500
TS	Kg/day	1,5 - 2,0	1,0 - 1,5	2,0 - 2,5	7,0 - 8,0	
	mg/l	2500 - 3000	1500 - 2000	4500 - 5000	2000 - 3000	8500 - 9000
VS	Kg/day	1,5-2,0	0,25-0,75	1,0-1,5	4,5-5,0	
	mg/l	1500-2000	500-1000	2500-3000	1000-1500	5500-6000
SS	Kg/day	0,05 - 0,1	0,05 - 0,1	0,2 - 0,3	0,3 - 0,4	
	mg/l	150 - 200	50 - 100	450 - 500	150 - 200	350 - 400
TKN	Kg/day	9 - 10	11 - 12	30 - 35	25 - 30	
	mg/l	15 - 20	15 - 20	60 - 70	20 - 30	25 - 30
K	Kg/day	45 - 50	30 - 35	240 - 250	770 - 790	
	mg/l	80 - 90	45 - 55	450 - 500	150 - 170	850 - 1000
P	Kg/day	8 - 9	2 - 3	15 - 16	13 - 15	
	mg/l	12 - 17	3 - 5	60 - 70	20 - 25	15 - 18
BOD ₅ /COD		0.60 - 0.65	0.63 - 0.70	0.63 - 0.65	0.60 - 0.70	0.50-0.55
IE *		65 - 75	20 - 30	200 - 300		33 - 43
OM **		4800 - 5300	1500 - 2000	14300 - 15300		2650 - 3150

* IE - Habitant Equivalent

1 IE = 60 g BOD₅/day

** OM - Organic Matter

OM = (COD + 2 BOD₅) / 3

Analysing table 2, it is possible to conclude that the daily average flow during harvest period is two times the flow during the first racking period. This value is a very important "tool" to dimension any kind of wastewater treatment plant. It is important to refer that the low values of water consumption were achieved by the water plan management program implemented in this winery.

The BOD₅/COD ratio of the winery wastewater was between 0,5-0,7, which means that this effluent is easily biodegradable. Comparing with the concentration of BOD₅ and COD in domestic wastewater, these effluents have a pollution charge 15 to 50 times higher.

Although these effluents presents a high organic level of biodegradability, it is important to refer that the ratio BOD₅:TKN:P (200:1:1) reveals a lack of nutrients (nitrogen and phosphorus) comparing with the organic carbon content.

Concerning to the total solids content, we can conclude that about 90-95% are filterable. This means that, even with a pre-sedimentation, the decrease of the pollutant charge would be very low.

It's interesting to note that the main phenolic compounds present in effluents arising from racking are similar to the ones that appear in the wine (anthocyanin, (+)-catechin,

(-)-epicatechin, phenolic acids). However there are many other unknown phenolic compounds present in this kind of effluent, requiring further research to identify them in order to implement strategies for future studies of treatability. The presence of phenolic compounds, as well as high levels of potassium in this type of wastewater, is a good tool to select the key parameters for pollution monitoring.

CONCLUSIONS

The seasonal nature of winery activity, as well as the diversity of grape harvest conditions from one year to another, may overstress wastewater treatment plants to the point of design failure or regulatory non-compliance.

The following conclusion have been drawn from the experiments:

- Although this is a small winery, the ratio volume of wastewater / volume wine manufactured is typical of big wineries, mainly due to the rational water usage implemented in this winery.
- The composition of effluents from red and white wines production are different.
- When selecting a technology for wineries wastewater treatment the effluents produced during the year round activities can't be neglected.
- Besides controlling the usual parameters, high level of potassium and the presence of polyphenols are potential key elements to correlate the pollution with its source, allowing an easy way to implement a monitoring program of environmental quality control.

Further studies would be required in order to identify, segregate, quantify and characterise wineries wastewater to achieve the possibility of developing the concept of eco-compatibility between industry and environment. We hope that the work started in this case study, with the aim of evaluate the environmental impact emerge from wineries wastewater, would be helpful to choose the most adequate technology to the wine sector, attending to Portuguese edafo-climatic and agricultural conditions.

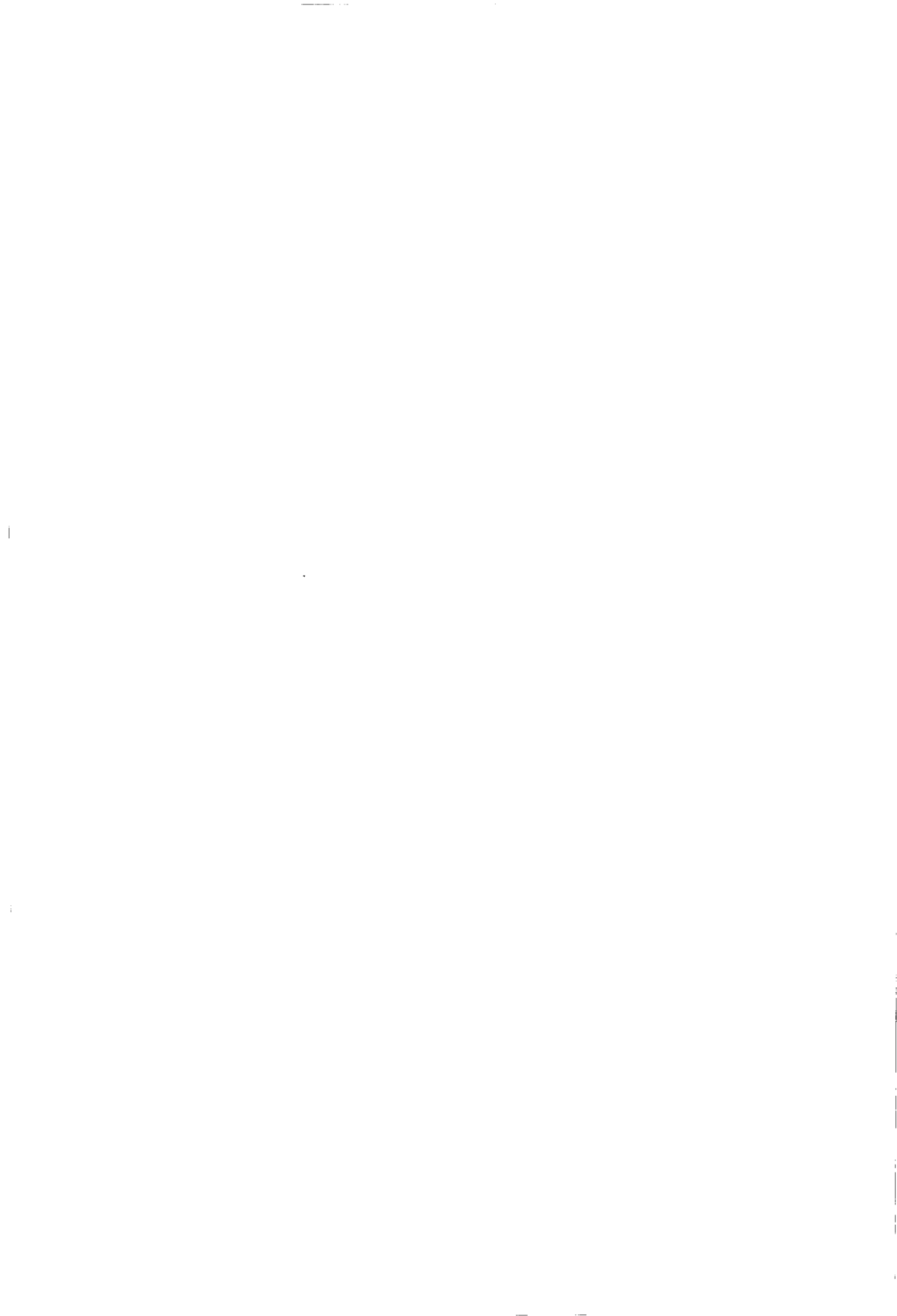
ACKNOWLEDGEMENT

This research has been conducted under the Project ENV/P/602 - Life Program of European Commission. The AGRO.GES as well as FENADEGAS are also acknowledged for letting the authors have access to national databases of the wine sector in Portugal.

REFERENCES

- BHAMIDIMARRI, R., SHILTON, A., (1996), How Appropriate are "Appropriate Waste Management Technologies"? - Defining the Future Challenge. *Water Science and Technology*, Vol. 34, n°11, p. 173-176
- BYERS, W., DOERR, W., KRISHNAN, R. AND PETERS, D, (1995), How to implement industrial water reuse: a systematic approach. Center for Waste Reduction Technologies, Institution of Chemical Engineers, New York
- CHUDOBA, P., PUJOL, R., (1996), Activated sludge plant facing grape harvest period - a case study, In: 18th IAWQ Biennial International Conference & Exhibition, Singapore, 23-28 June 1996, p. 328-335
- FAROLFI, S., (1995), Les choix de dépollution dans le secteur viti-vinicole de la Romagne: un essai de modélisation. *Revue française d'œnologie*, n°152, p. 56-58
- HILLS, JOHN S., (1995), Cutting water and effluent costs. Institution of Chemical Engineers, UK, 157 p.

- Instituto da Vinha e do Vinho, (1997), Vinhos e aguardentes de Portugal - Anuário 95/96. Portugal, 348 p.
- RACAULT, Y., (1992), Les effluents des caves vinicoles: Evaluation de la pollution, caractéristiques des rejets, In: Demi-journée d'Etude du CEMAGREF sur la Réduction des Pollutions en Sortie de Caves, 26 Novembre, p. 1-12
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, (1995). 19th edition., American Public Health Association / American Water Works Association / Water Environment Federation, Washington DC, USA



The management of wine industry effluent - A South African perspective

La gestion des effluents de l'industrie vinicole - Une perspective Sud Africaine

E. M. Goliath

KWV, PO Box 528, Suider-Paarl, 7624, South Africa,
Tel: 27-21-8073179, Fax: 27-21-8632933, E-mail: goliath@kwv.co.za

Résumé - Une estimation de la conscience et de l'efficacité de la gestion des effluents dans les caves a été réalisée. Une ligne directrice a été formulée qui, systématiquement, guide le viticulteur à travers divers aspects des impératifs de protection de l'environnement. Une brève introduction de la situation et l'importance de la législation de l'environnement sont stipulées. Un audit environnemental a été réalisé et les principes de base sont discutés en référence à la norme ISO 14000 et à son application dans l'industrie vinicole. Des recommandations pour inclure les préoccupations environnementales dans la conception des caves vinicoles sont fournies, l'attention étant donnée, tant aux établissements existants qu'aux nouveaux à concevoir. Le document se conclut avec les différentes méthodes applicables au traitement des effluents utilisant les techniques physiques, chimiques et biologiques. Le dossier d'avant-projet a été distribué pour être commenté. Le document final a été bien reçu et est actuellement utilisé pour améliorer la protection de l'environnement dans l'industrie vinicole d'Afrique du Sud.

Abstract - An assessment of the awareness and effectiveness of environmental management at wineries was performed. A guideline was compiled which systematically guides the winemaker through the various aspects of environmental management. A brief introduction is given into the assessment of the situation and the importance of environmental legislation is stipulated. An environmental auditing scheme was compiled and the basic principles of environmental management is discussed with reference to ISO 14000 and its applicability to the Wine Industry. Guidelines for the design of wineries to incorporate environmental issues are provided, with attention given to existing facilities as well as new designs. The guideline concludes with various treatment methods as applicable to winery effluent referring to physical, chemical and microbiological options. The draft document was distributed for comment. The final document was well received and is currently being used to improve environmental performance in the South African Wine Industry.

Mots clés : caves, effluent, protection de l'environnement

Keywords : wineries, effluent, environment, management

INTRODUCTION

The wine industry in South Africa comprises various industrial groups, which are mainly concerned with the processing of grapes to a variety of alcoholic and non-alcoholic products. These activities include spirits distillation, brandy distillation, grape juice concentration and wine-making.

The above mentioned activities will all at some stage in the life cycle of the final product have an impact on the environment. Since the availability of water in South Africa has been identified as one of the main factors to limit economic growth during the twenty first century, it is essential that every user knows his responsibility to ensure that this resource is applied in the optimum way.

The objective of this paper is to share the philosophy of compiling an environmental guideline to assist wineries in improving their environmental performance.

CHARACTERISATION OF WINERY PERFORMANCE

An environmental assessment was performed on thirty wineries from the various wine producing areas in South Africa. The assessment included the following:

- * interviewing cellar-masters and wine-makers
- * drawing and analysing effluent samples for a period of one year
- * identifying environmental impacts
- * evaluation of effluent disposal systems
- * assessment of conformance with legislation

The primary conclusion of the above assessment was that an urgent need for environmental performance improvement existed in the industry. The basic reasons for this includes a lack of sound technical knowledge and environmental awareness, as well as the exclusion of environmental issues from the winery management philosophy.

METHOD FOR AN ENVIRONMENTAL GUIDELINE FRAMEWORK

In compiling the environmental guideline it was imperative that the document made provision for the integration which exists between the winery, the environment, the government and the public domain.

Objectives

The guideline was compiled to achieve the following:

- * a comprehensive source of information
- * a user-friendly style of communication
- * flexibility to adapt to different problems
- * acceptable to relevant governmental institutions
- * a means of negotiating
- * establishment of a standardisation sense of environmental awareness
- * the implementation of the proposed guidelines

Procedures

In order to achieve the above objectives and make provision for an integrated approach, the following procedure was followed (Goliath, 1997).

Assessment - characterising the current situation pertaining to the environmental performance of wineries in the country.

Literature study - a detailed study was performed to determine the local and international trends of winery effluent management.

Legislation - the relevant legislation was used as foundation for the guideline.

Participation of authorities and experts - regular input was obtained from the Departments of Water Affairs, Agriculture, Health and Natural Conservation. Interaction with various experts including consulting engineers, research institutes and environmental technologists took place on a continuous basis.

Release of draft - a provisional version of the guideline was provided to all interested and affected parties.

Final document - the final compilation included comments and recommendations from the various parties.

GUIDELINE OVERVIEW

Due to the comprehensive nature of the document, only the most important aspects are briefly discussed.

South African Legal Requirements

The legal requirements for disposal of liquid waste into natural water resources are as follows (Henderson, 1996):

- a Colour, odour, taste: The waste-water or effluent shall not contain any substance in a concentration capable of producing any colour, odour or taste.
- b pH: Shall be between 5,5 and 9,5.
- c Dissolved Oxygen: Shall be at least 75% saturation.
- d Typical (faecal) coli: The water or effluent shall not contain any typical (faecal) coli per 100 ml.
- e Temperature: Shall be maximum of 35°C.

- f Chemical Oxygen Demand: Not to exceed 75 mg/ℓ after applying the chloride correction.
- g Oxygen absorbed: The oxygen absorbed from acid N/80 potassium permanganate in 4 hours at 27 °C shall not exceed 10 mg/ℓ.
- h Conductivity:
 - Not to be increased by more than 75 milli Siemens/meter (at 25° C) above that of the intake water.
 - The conductivity of any water, waste-water or effluent seeping or draining from any area shall not exceed 250 mS/meter (at 25° C).
- i Suspended solids: Not to exceed 25 mg/ℓ.
- j Sodium Contents: Not to be increased by more than 90 mg/ℓ above that of intake water.
- k Soap, oil or grease: Not to exceed 2,5 mg/ℓ.

l Other constituents.

	Max Conc. (mg/ℓ)
Residual chlorine	0,1
Free Saline ammonia (as N)	10,0
Arsenic (as As)	0,5
Boron (as B)	1,0
Hexavalent Chromium (as Cr)	0,05
Total chromium (as Cr)	0,5
Copper (as Cu)	1,0
Phenolic Compound (as phenol)	0,1
Lead (as Pb)	0,5
Cyanides	0,5
Sulphides (as S)	1,0
Fluoride (as F)	1,0
Zinc (as Zn)	5,0
Manganese (as Mn)	0,4
Cadmium (as Cd)	0,05
Mercury (as Hg)	0,02
Selenium (as Se)	0,05

The sum of the concentrations of the following metals shall not exceed 1 mg/ℓ: Cadmium, Chromium, Copper, Mercury, and Lead.

- m The waste-water or effluent shall contain no other constituents in concentrations which are poisonous or injurious to humans, animals, fish other than trout, or other forms of aquatic life, or which are deleterious to agricultural use.

Effluent Management Guidelines

The **main environmental objectives** should be that the operation of the winery should not lead to:

- * reduced environmental value of surface or ground waters
- * ecosystem disruption by increasing the organic load, salts or chemical contaminants
- * any degradation of soil through structure loss, salinisation, waterlogging, chemical contamination or erosion

To achieve these objectives, **winery operations should be managed to protect:**

- * surface waters
- * groundwaters
- * soils
- * vegetation
- * public amenity

The main principles of effective effluent management are (NWQMS, 1995):

- * avoidance of waste generation
- * waste minimisation
- * effective and feasible recycling and reuse
- * disposal in a manner that will not cause short or long term adverse environmental impacts.
- * monitoring: This should be an integral part of the Environmental Management Plan. The objective of this action is to ensure that winery effluent discharge meets statutory requirements and does not adversely affect the environment.

An **Environmental Management Plan** is a fundamental requirement for the management of winery effluent. The Plan should incorporate risk management principles as well as the principles of cleaner production involving the use of:

- * better housekeeping
- * improved management practices
- * state -of-the art in-plant production processes
- * life cycle assessment approach: from the raw material to the final disposal of the product and waste.

The implementation of an EMS such as ISO 14001 requires a substantial investment both in financial terms and in employee effort and time. Wineries should strive to derive the following benefits from the EMS (Möhr, 1996):

Legal compliance

The immediate benefit here is certainty with regards to legal requirements and actual level of compliance. A further benefit is that by having a system to track legal requirements and trends, wineries will position themselves to take pre-emptive action concerning the introduction of new environmental regulations.

Coping with external pressures

* **Pressures from customers**

Customers are starting to demand that suppliers be able to demonstrate environmental responsibility. Claims to this effect must be credible, and third party certification is an obvious way to achieve credibility.

* **Pressure from competitors**

Demonstrable environmental excellence will increasingly provide a competitive advantage for the front-runners.

* **Increasing cost of pollution**

The costs of compliance are increasing as regulators raise the standards. Product/process design to minimise pollution is invariably cheaper than retrofitting.

Risk reduction

Reduction of risk due to an environmental disaster will be a major benefit of an EMS.

Resource productivity

The greatest potential for wineries to benefit from environmental management lies in the area of improved resource productivity. The attitude of companies in the past has been that the management of environmental impacts is an internalisation of costs previously external to the business. A different perspective is to view pollution as a form of inefficiency. By adopting an innovative approach to pollution control, it is possible to improve or eliminate pollutants and reduce costs.

Design Considerations

Whether the winery or distillery is an existing facility or a new production system, it is good practice to consider the following design criteria (NWQMS, 1995):

a Minimising effluent and enhancing recycling

Efficient water use throughout the plant, including recycling, will minimise the volumes of effluent as well as the consumption of clean water. The key consideration is to ensure the plant is designed to optimise the overall operation.

b Separating the various streams

Waste stream components should be separated to improve effluent quality. The main components to be separated are:

- * solids and liquids
- * high and low salinity effluent

c Controlling spillages

Areas where accidental spillage of effluent could occur should be adequately banded or sloped to drains for treatment. Effective alarm triggering systems should be installed to enable immediate detection of accidental spillages.

d Effective effluent containment and storage

Storage and treatment lagoons should be designed to contain their maximum design load, which should include provision of sufficient freeboard.

e Separating stormwater from effluent

Separating stormwater from winery effluent will reduce effluent volume. Contaminated stormwater should be directed to effluent collection ponds. Best management practices will minimise, where practicable, the opportunity for stormwater contamination. This should be considered in the Environmental Management Plan for existing and new facilities.

f Buffer zones for odour control

Odours from winery or distillery operations can be detected up to several kilometres from the site. These odours arise from poor design and management principles. The effectiveness of buffer zones in protecting the community from odours depends on:

- * whether methods are used to minimise odours
- * whether effective buffer zones have been considered at all stages of the planning process, including:
 - the distance between sites and the surrounding areas
 - physical barriers, including topography and vegetation
 - climatic conditions, including wind direction, speed and turbulence.

Effluent Treatment Options

Various methods can be utilised to effectively treat waste-water. The following treatment options are briefly discussed.

a Physical treatment

Solids and suspended matter can be separated by using equipment such as coarse screening, centrifugation and micro-filtration.

b Chemical treatment

Chemicals can be used to enhance treatment characteristics such as settling of solids by pH correction, or to improve suitability for land application.

c Biological treatment

The most common form of biological treatment is aerobic or anaerobic lagoons. Aerobic systems are the simplest and most effective means of treating effluent without producing odour. In aerobic degradation of organic wastes, bacterial cells convert organic matter together with oxygen, phosphorous and nitrogen into carbon dioxide, water and more bacterial cells. Anaerobic digestion may be necessary to treat large volumes of effluent or effluent with a high BOD content.

It may be carried out in anaerobic lagoons or specialised systems, and should be followed by aerobic digestion.

d Treatment in the soil (Corbitt, 1990)

The disposal of water on an irrigation site is probably the most commonly used method of effluent treatment. Unfortunately, the principles of this treatment are usually misunderstood, and the method is abused. The treatment or purification of effluent by distribution over an area of land for irrigation or purification purposes can be successfully applied in certain cases. The process consists of the controlled application of waste-water to the ground surface, in order to create a specific level of purity through natural physical, chemical and biological processes in a plant-ground-water matrix.

Maintaining sufficient oxygen concentrations in the soil for adequate rates of breakdown, depends on the proportion of soil macropores remaining air filled after irrigation. Over-irrigation can lead to waterlogging and anaerobic conditions. It is therefore essential to allow sufficient time between irrigations, for the soil to become aerobic again and for excess water to drain.

CONCLUSIONS

- * The environmental guideline was well accepted and the success of its implementation will be reflected in the improvement of the environmental performance of the wineries
- * An Environmental Management Plan should be an integral part of the operation.
- * The primary objective of an Environmental Management Plan should be to reduce the impact that a winery or distillery's processes can have on the environment
- * Risk reduction is a major benefit of the Environmental Management Plan.
- * Choosing to manage his effluent, will assist the Cellar Master in complying with legal requirements as well as coping with external pressures.
- * Choosing not to manage his effluent will eventually lead to an unfeasible operation and cause the winery to shutdown.

REFERENCES

Chapman, Jeanette, (1995) Effluent Management at KWV. Waite Agricultural Research Institute, Department of Soil Science, South Australia

Corbitt R.A., (1990) Standard handbook of environmental engineering. McGraw Hill, New York

Department of Water Affairs and Forestry, (1996) Water and Effluent Management Self Auditing Document. Project n°. K 8/94

Goliath E.M., (1997) Riglyne ten opsigte van effektiewe afloopbestuur in die wynbedryf. KWV, Suid-Afrika

Government Gazette N° 9225 of 18th May 1984

Metcalf & Eddy, (1990) Wastewater Engineering : Treatment/Disposal/Reuse. McGraw Hill, New York

Möhr, Dave, (1996) Business Benefits of Environmental Management Systems. Specialists in Environmental Management and Audits

National Water Quality Management Strategy, (1995) Draft Effluent Management Guidelines for Wineries and Distilleries

Steffen, Robertson and Kirsten, (1993) Water and waste-water management in the wine industry. Prepared for the Water Research Commission, WRC Project N°. 145 TT 51/90

Waller, K. (1996) Waste-water utilisation system. Orlando-Wyndham

Adjuvant régénérable comme alternative à la filtration sur diatomées

A Regenerable filter aid as alternative to diatom earth filtration

D. Salame, X. Jacquet,*Ph. Cottreau

CSC-BOCCARD, département Recherche et Développement

158, avenue Roger Salengro BP: 6080, 69604 Villeurbanne Cedex-France

tel : 04 78 93 34 35 , fax : 04 78 89 27 29

*CTIVV-SICAREX Beaujolais BP: 320, 69661 Villefranche S/Saône Cedex-France

tel : 04 74 02 22 40 , fax : 04 74 02 22 49

Résumé - Dans un souci d'améliorer la qualité de filtration et de réduire la pollution, le concept de "filtration écologique" basé sur l'utilisation d'un adjuvant de filtration régénérable est développé. Des mélanges à porosité variable offrent la possibilité de remplacer les terres de diatomées dans les filtrations dégrossissantes et fines, permettant ainsi de réduire le volume en décharge. Le média présente des caractéristiques intéressantes en terme de filtration et de perte de charge, des essais en grande masse sont en cours afin d'évaluer sa durée de vie.

Abstract - In a real concern to improve the quality and to reduce the pollution, the concept of "ecological filtration" based on the use of a regenerable filter aid is developed. The objectives of the laboratory tests were to value the filtering capacity of the filter aid and his aptitude to be regenerated. Several mixture with variable porosity offers the possibility to replace diatom earth for filtration and clarification, so giving the opportunity to reduce rubbish dump volume. The filter aid presents an excellent quality of filtration and the evolution of the differential pressure is stable. Experiments are carried out, at many wineries, to test the ability of the new filter aid. The regenerative filter aid offers a new interesting perspective for wine clarification and a total environment respect.

Mots clés : filtration, média filtrant, régénération, microbilles, fibres

Keywords : filtration, filter aid, regeneration, microballs, fibres

La filtration est la dernière étape de l'élaboration du vin avant son conditionnement.

La filtration dégrossissante et la filtration fine consistent à éliminer la majorité des levures, une bonne partie des bactéries ainsi que le trouble colloïdal. Elles ramènent le vin à une turbidité voisine de 1NTU. La dernière clarification a lieu juste avant l'embouteillage, elle permet d'apporter une sécurité microbiologique et elle constitue la filtration stérilisante.

Les techniques de filtration sont classées en deux catégories selon le mode de rétention des particules (GAUTIER, 1984) :

- la filtration directe où les particules sont retenues par tamisage et/ou adsorption. On trouve dans ce groupe les filtres à plaques et à membranes. Les filtres à membranes sont utilisés pour la dernière clarification en frontal ou en tangentiel juste avant l'embouteillage.
- la filtration avec alluvionnage où il se forme sur le support un gâteau contenant l'adjuvant et les impuretés. Ces filtres sont classés en filtres presse, filtres à plateaux horizontaux ou verticaux, filtres à bougies et sont utilisés pour les filtrations dégrossissantes et fines.

Dans l'ensemble des filtres à alluvionnage, le rôle de l'adjuvant est d'une part d'assurer une bonne qualité de filtration, d'éviter le colmatage du support, et d'autre part de diminuer la résistance spécifique du gâteau.

Depuis l'interdiction de l'amiante, les adjuvants utilisés sont les terres de diatomées, la perlite et la cellulose. Les terres de diatomées sont des algues microscopiques qui captent la silice dissoute et s'en imprègnent. Après la destruction de la matière organique, il reste une carapace de silice hydratée.

On trouve les kieselguhrs naturels produits fortement déconseillés en œnologie, les kieselguhrs frittés ou terres blanches utilisées pour la filtration dégrossissante et les kieselguhrs calcinés ou terres roses utilisées pour la filtration fine.

La perlite est une roche vitreuse d'origine volcanique caractérisée par des fragments de sphères creuses. Elle possède un volume plus important que celui du kieselguhr, permettant une économie de 20 à 30 % de la quantité nécessaire par rapport à la terre. Elle est également moins dense que la terre et a donc une suspension plus légère et une répartition plus homogène, surtout pour les filtres à bougies. Elle est utilisée en précouche ainsi que pour la filtration des moûts et des bourbes, mais elle est très abrasive vis-à-vis des parties métalliques.

La cellulose est utilisée sous forme de poudre seule, ou mélangée avec des fibres de polyéthylène pour la préparation des précouches.

Tous ces adjuvants sont performants en terme de clarification, mais malheureusement l'adjuvant le plus employé "le kieselguhr" produit d'importants rejets solides estimés entre 100 à 200 g/hl de vin filtré et 1 à 2l de vin par kg de diatomées (BERGER, 1996).

En effet, les filtres à alluvionnage, bien que permettant une bonne filtration, produisent des déchets importants. Ces résidus pourraient être utilisés dans les engrais, les peintures et le béton.

Des régénérations ont été envisagées pour tenter de réduire les volumes en décharge, mais toutes ces applications ne sont pas développées. L'utilisateur est donc obligé, dans certains pays comme l'Allemagne et la Suisse, de payer une taxe assez importante pour les envoyer en décharge, ce qui double le prix des diatomées. A savoir qu'en France les diatomées seront interdites en décharge publique en 2002.

En raison de ces critères écologiques et économiques des solutions alternatives visant à supprimer l'utilisation des terres sont de plus en plus développées : la filtration tangentielle et les médias filtrants régénérables.

La Société BOCCARD et sa filiale CSC ont entrepris un programme de recherche visant à développer un adjuvant de filtration régénérable. L'intérêt de ce projet est de réduire le volume en décharge tout en utilisant les filtres à alluvionnage déjà existants.

1-L'adjuvant de filtration régénérable

L'adjuvant forme l'ossature d'un milieu poreux qui piège les impuretés lorsqu'elles se déposent à sa surface sans pour autant se colmater. Les impuretés se logent dans les espaces vides développés par l'adjuvant sans le déformer ni participer à la structure granulaire, toutefois elles doivent rester accessibles lors du nettoyage.

L'adjuvant doit présenter une perméabilité et une masse spécifique élevées. Or l'obtention d'une porosité élevée nécessite l'emploi d'adjuvant dont la forme favorise la formation de contact entre ces particules, et dont la distribution granulométrique est suffisamment serrée pour ne pas donner lieu à une microporosité.

Le média doit posséder une résistance mécanique suffisante pour ne pas se déformer sous l'effet de la pression, et être caractérisé par une porosité interne faible, afin que la surface spécifique des grains du média demeure basse limitant ainsi les phénomènes d'adsorption.

Parallèlement, la masse spécifique des particules doit demeurer voisine de celle des levures et du liquide filtré afin d'éviter les phénomènes de ségrégation, qui occasionnent un accroissement inadéquat de pression. Il doit être également de qualité alimentaire.

En effet pour obtenir un milieu granulaire de structure homogène ceci nécessite l'emploi des particules de forme isotrope et de distribution granulométrique serrée.

L'adjuvant utilisé est un milieu composite, constitué de microbilles de verre et de fibres synthétiques. Les microbilles ont un diamètre moyen de 65 μm , elles sont enrobées par un polymère améliorant les propriétés de surface, pour une rétention optimale des composés insolubles et une bonne résistance aux solutions de régénérations. Les fibres sont ajoutées lors de la fabrication, certaines fibres sont accrochées aux microbilles et d'autres sont libres, permettant une flexibilité de la porosité du gâteau et renforçant sa structure.

2-Essai de filtration avec le média régénérable

2-1 Matériels et méthodes

Les essais réalisés sur le pilote de laboratoire avaient comme objectif d'évaluer l'aptitude du média à être régénéré et de classer les adjuvants en fonction de leur pouvoir de clarification. Le filtre de laboratoire est équipé d'une bougie (30 μm) de 0.011m² de surface filtrante, placée dans un cylindre de Plexiglas, permettant ainsi la visualisation du gâteau.

L'élément filtrant est un profilé hexagonal préformé et perforé, sur lequel a été enroulé un fil en inox de 0.6 mm de diamètre. Le fil est maintenu aux deux extrémités par deux points de soudure. Le système est placé dans une atmosphère inerte à haute température ce qui élimine les tensions dans le matériau et crée des ponts au contact du fil et du support. Ce type de fabrication permet l'obtention d'une structure mécaniquement stable avec un seuil de passage précis. Il offre un choix de seuil de passage de 1 à 50 μm , caractéristique très intéressante permettant de tester les différents types d'adjuvants et fibres (courtes, moyennes et longues), sans risquer un relargage des fibres courtes, risque plus important si nous utilisons des supports de filtration dont les reps sont plus larges (60 μm). La régénération peut se faire également sur la bougie in-situ avec une bonne visualisation des différentes étapes du nettoyage.

L'encollage est déposé à raison de 2 kg/m² et 25 hl/h.m² et l'alluvionnage à 80 g/hl et 10 hl/h.m². L'évolution de la pression différentielle dP entrée/sortie ainsi que la turbidité sont mesurées tout au long du cycle (20 l). L'adjuvant est régénéré in-situ avec de la soude à chaud (2 %) puis rincé à l'eau, lavé par l'acide phosphorique (0.5 %) et de nouveau rincé.

2-2 Résultats et discussion

2-2-1 Etude du pouvoir de régénération

Le premier objectif est de pouvoir évaluer l'aptitude du média à être régénéré, l'adjuvant testé étant un mélange de microbilles, de fibres courtes et moyennes.

Les turbidités observées sont généralement inférieures à 2NTU (fig. 1).

Au cours de la filtration l'évolution de la perte de charge est lente et progressive (fig. 2).

Pendant les cycles successifs filtration/régénération, la variation de la pression différentielle est comparée à celle de l'échantillon neuf. Durant les cinq premiers cycles, on observe une augmentation de dP suivie par une stabilisation. En effet les valeurs de dP₀₁, dP₇₁ et dP₁₄₁ (différence de pression initiale, après 1/3 et 2/3 du cycle de filtration) augmentent respectivement de 0.1, 0.4 et 0.5 bars jusqu'à ce stade puis fluctuent légèrement de 0.2 bars pour les cycles suivants (fig. 3). La perte de charge tend donc à se stabiliser et le média a atteint un point optimal en terme de clarification. Toutefois on obtient des valeurs de dP identiques à celles de l'adjuvant neuf, quand la régénération est effectuée, soit in-situ avec la soude à 4 % (R14) soit dans une cuve en agitation/R16 (soude à 2 %). Ces résultats nous ont amenés à adopter la régénération dans une cuve en agitation pour les essais en grande masse.

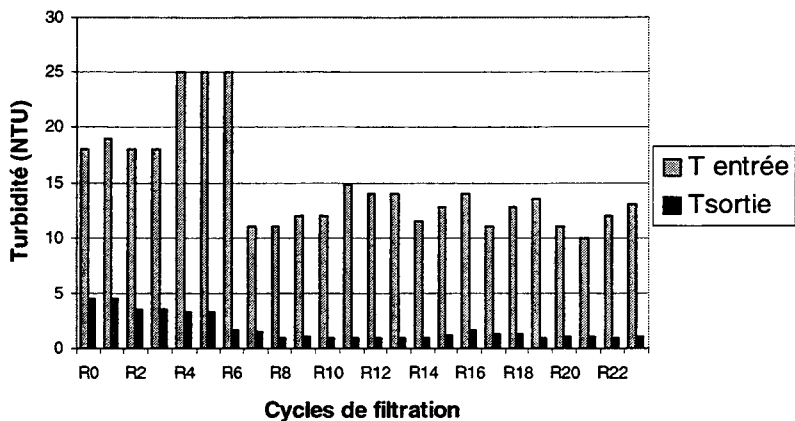


Figure 1: Chute de la turbidité pendant les cycles de filtration

R0 : correspond à l'échantillon neuf.

R1 : correspond à l'échantillon régénéré 1 fois.

R5 : correspond à l'échantillon régénéré 5 fois.

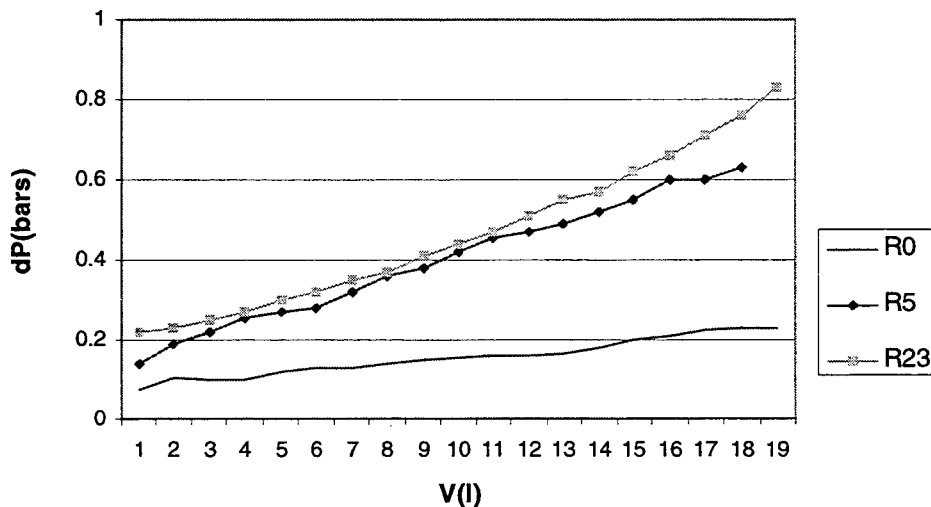


Figure 2: Evolution de dP en fonction des régénérations

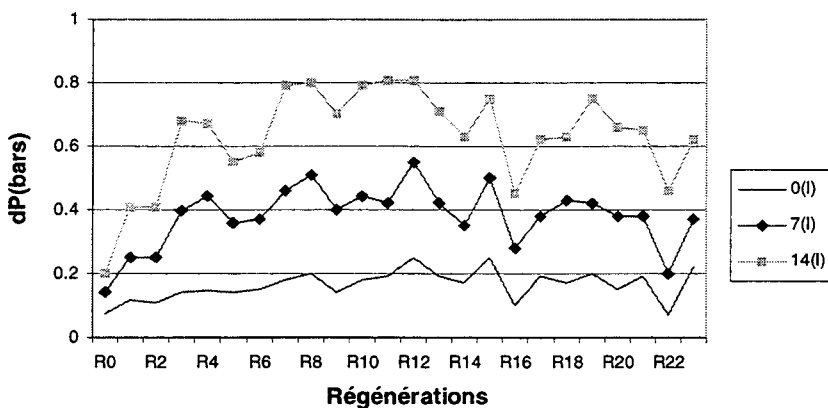


Figure 3: Evolution de dP en fonction des régénérations

0(l) : début du cycle de filtration.

7(l) : 1/3 du cycle de filtration.

14(l) : 2/3 du cycle de filtration.

Tableau 1 : Résultats de la filtration et de la perte de charge en fonction des échantillons

Echantillon	F (%)	dP18l (bars)
E4 neuf	92	0.46
E4 rég.	93	0.71
E5 neuf	93	0.43
E5 rég.	93	0.65
E7 neuf	73	0.07
E7 rég.	77	0.3
E8 neuf	62	0.05
E8 rég.	64	0.06
E71 neuf	54	0.02
E71 rég.	56	0.03
E81 neuf	56	0.04
E81 rég.	58	0.05

F: est le coefficient de clarification= dT/T entréx100

dP18l : est la perte de charge à la fin du cycle de filtration/18 l filtrés

La pression différentielle pour les 20 l filtrés n'a pas dépassé 1 bar pendant les 23 cycles, en rapportant cette valeur à l'unité de surface et en extrapolant celle-ci, on obtient pour des capacités de 18 hl/h.m² une perte de charge inférieure à 1 bar (valeur comparable à une filtration avec des terres de diatomées).

2-2-2 Etude des différents types d'adjuvant

Afin d'optimiser le choix du média selon le niveau de filtration dégrossissante/fine, nous avons testé plusieurs mélanges d'adjuvant (variation des tailles des billes, des fibres et du pourcentage billes/fibres). A titre d'exemple, nous citerons six mélanges, dénommés E4, E5, E7, E8, E71 et E81, qui permettent de confirmer l'importance de la distribution granulométrique du média et ses conséquences sur la qualité de filtration.

Nous avons étudié d'une part leur capacité de régénération, et d'autre part comparé l'évolution de la perte de charge avant et après régénération (tab. 1).

Tous les échantillons présentent une bonne efficacité en terme de clarification, cependant les niveaux de filtration varient entre les différents mélanges. En utilisant des fibres de plus en plus courtes, le coefficient de clarification varie de 55 % à 90 %.

Par contre l'évolution de dP est inversement proportionnelle à la filtration, quand l'adjuvant présente une très bonne qualité de filtration (E4) la perte de charge est élevée. En d'autres termes si le gâteau est serré, les impuretés seront mieux retenues et participeront à la formation du gâteau et donc plus activement à la filtration, ce qui provoquera un colmatage plus rapide.

Une amélioration du coefficient de clarification est notée après la première régénération et la perte de charge est plus élevée.

Les fibres permettent donc une flexibilité de la porosité du gâteau :

- les fibres courtes induisent la formation d'un gâteau très serré et donc une filtration très fine,
- les fibres moyennes rendent le gâteau plus lâche et par conséquent diminuent le coefficient de clarification,
- l'ajout des fibres longues augmente encore plus la porosité.

L'intérêt est de choisir le mélange qui possède un bon pouvoir de filtration avec le minimum de perte de charge. Un compromis est donc à trouver pour répondre à ces exigences contradictoires. L'adjuvant doit présenter une capacité de filtration mais ne doit en aucun cas se colmater complètement, car l'essentiel est de pouvoir le régénérer.

Toutefois pour des vins trop chargés, le gâteau de filtration doit être le plus lâche possible afin d'éviter un colmatage rapide. Les échantillons E71 et E81 répondent à ces critères et présentent de nombreux avantages pour une filtration dégrossissante. Les échantillons E7 et E8 peuvent être utilisés pour des vins moyennement chargés (collés, stabilisés par le froid etc.). Les échantillons E4 et E5 seront mieux adaptés pour la filtration fine. Mais un relargage de fibres courtes peut avoir lieu à travers les reps des plateaux de filtration (60-80 µm) ; surtout qu'avec ce type de filtration la formation d'une précouche avec un mélange différent n'est pas possible comme pour la filtration avec les diatomées.

En emprisonnant l'adjuvant dans un dispositif fixe, il est possible d'éviter ce relargage. Nous avons cherché à mettre au point un système type cartouche, en gardant l'une des plus importantes caractéristiques de la filtration sur terre qui est la filtration en profondeur.

Avec la collaboration de la Société ADF, Les Applications du Filtre, nous avons testé des cartouches pour la filtration fine ainsi que pour la filtration dégrossissante. La filtration dégrossissante semblerait envisageable si les membranes de la cartouche ne se colmatent pas rapidement, empêchant ainsi l'arrivée du vin vers le média (membranes testées 3 µm). L'adaptation des cartouches est en cours, ainsi que des essais de régénération.

Des essais de filtration dégrossissante en grande masse sont effectués sur un filtre à plateaux horizontaux. En comparant les résultats avec ceux des essais de laboratoire, nous retrouvons les mêmes caractéristiques du média en terme de pouvoir de filtration et de perte de charge. La mise en place d'une station de régénération, basée sur le principe de l'agitation, nous permet d'effectuer de nombreux cycles de filtration/régénérations. Nous pourrions ainsi estimer la durée de vie du média dans les conditions industrielles (encrassement, action de la soude et de l'acide, pompe, conservation etc.) sans négliger évidemment la qualité de la filtration et du vin filtré.

Conclusion

Le média filtrant régénérable proposé présente des caractéristiques intéressantes tant par son pouvoir de filtration que par son aptitude à être régénéré. L'optimisation des paramètres de filtration et de la station de régénération est en cours sur site industriel.

L'utilisation des cartouches de filtration semble être une alternative très intéressante, permettant de rendre le système pratique et très souple. Dans un souci d'améliorer la qualité de filtration et de réduire la pollution, l'utilisation du nouveau média constitue une voie d'avenir incontestable.

Bibliographie

BERGER J-L. , COTTEREAU Ph. et SALAME D., (1997). Possibilités offertes par les médias filtrants régénérables et la filtration tangentielle comme alternative à la filtration sur diatomées. Bulletin de l'O.I.V., Vol. 70 -799-800, p. 715-735

GAUTIER B., (1984). Aspects pratiques de la filtration des vins, 199 p.





SESSION 3

Épandage

Distribution of winery wastewater on land



Épandage des effluents viti-vinicoles

L'expérience du Bassin Rhône-Méditerranée-Corse

Spreading of winery effluent:

The experience of the Rhône-Mediterranean-Corsica basin

F. Le Doré

BRL-Exploitation

1105, Avenue Pierre Mendès France BP 4001

30001 NIMES Cedex 5

Tél. : 04.66.87.50.77 - Fax : 04.66.87.50.76.

Résumé - L'Agence de l'eau RMC a confié en 1994-1995 à BRL-E une étude visant à définir les paramètres de conception, d'exploitation et d'évaluation des épandages vitivinicoles, en s'appuyant sur le bilan d'une quinzaine d'installations déjà existantes. Les résultats comprennent l'estimation des volumes d'effluent, du flux polluant rejeté, des charges appliquées sur les terrains ; les contraintes d'exploitation rencontrées sont inventoriées. L'évolution physico-chimique des sols est décrite sur la base des analyses effectuées. Les périmètres étudiés apparaissent fréquemment sous dimensionnés. Ceci peut conduire à un enrichissement excessif des sols, à la dégradation de l'état des cultures et de l'aspect des terrains. Lorsqu'il est bien conduit, l'épandage constitue au contraire une solution bien adaptée. Les projets actuels prennent en compte ces résultats, et BRL-E a réalisé une quarantaine d'études de périmètre de ce type depuis 1995. Les principales caractéristiques de ces projets sont également présentées.

Abstract - In 1994-95, the RMC Water Agency entrusted BRL-E with a survey aiming to determine design, operating and evaluation parameters for winery effluent spreading, using the results of about fifteen facilities already in operation. The organizations surveyed cover a broad range of production volumes (from 15,000 to 180,000 hl/year), while their locations are representative of the basin's climatic and geographical diversity. Each spreading plot covers 1 to 5 ha using stationary equipment, or 3 to 45 ha using mobile equipment. The observations carried out focus in particular on effluent volumes and the estimation of the polluting flow; the content of prior surveys; the storage and pre-treatment of effluent; the hydraulic design and the on-site maintenance of spreading equipment; crop condition and physical-chemical soil changes. In the absence of detailed surveys of polluting flows for each winery, dimensioning proposals suggest annual spreading doses between 30 and 60mm for facilities discharging less than 20 l/hl of wine, and between 65 and 100mm/year for others. Only the area actually receiving the effluent should be taken into consideration and not - as is often the case - the plots' total cadastral area. Non-compliance with these provisions can cause, within a few years, excessive soil enrichment in potassium, sodium and copper, as well as a deterioration in crop condition and general ground appearance. However, when spreading is well-managed - with regular monitoring supported by the use of an appropriate spreading register - it becomes a treatment process that is particularly suitable for winery effluent.

Mots clés : caves vinicoles, effluents, épandage, agronomie

Keywords : winery effluent, spreading, agronomy

Introduction

L'évolution récente du contexte réglementaire des activités de vinification et la révision à la hausse des barèmes de redevance des Agences de l'eau, conduisent actuellement à une augmentation importante du nombre de projets d'installations de dépollution dans ce secteur, et notamment des périmètres d'épandage utilisant le couple sol-plante comme système épurateur. Dans ce contexte, l'Agence de l'eau RMC a confié en 1994-95 à BRL-E une étude visant à définir pour le bassin les paramètres de conception, d'exploitation et d'évaluation de ces systèmes, en s'appuyant sur le bilan d'une quinzaine d'épandages de caves déjà en fonctionnement. On exposera ici quelques-unes des conclusions de cette étude, dont le champ portait sur le volume d'effluent et l'estimation du flux polluant, le contenu des études préalables réalisées, le stockage et le prétraitement des effluents, la conception hydraulique et l'entretien des matériels d'épandage à la parcelle, l'état des cultures et l'évolution physico-chimique des sols. Une synthèse de ce travail a été diffusée par l'Agence aux Maîtres d'Ouvrages et à leurs conseillers. Pour sa part, BRL-E a réalisé, depuis cette date, une quarantaine d'études de périmètres sur la Région. Les caractéristiques de ces projets, le plus souvent à l'heure actuelle en cours de financement ou de mise en place, sont également présentées.

1 - Méthode

Les 15 caves objet de l'étude ont été sélectionnées par l'Agence de l'Eau, sur des critères de diversité du contexte climatique, de répartition géographique sur l'ensemble du bassin RMC, en couvrant une gamme étendue de taille d'installations, et en incluant les plus anciennes. Le Bassin RMC couvre approximativement le quart Sud Est de la France. Le climat est Méditerranéen au Sud, tempéré avec des nuances continentales et montagnardes au Nord. Les principales caractéristiques des installations étudiées figurent dans le tableau n° 1. L'étude a procédé par :

- études de dossiers : projets d'investissements, études préalables hydrogéologiques ou agropédologiques, relevés des consommations d'eau et des cahiers d'épandages.
- visites de terrain et entretiens avec les responsables des caves : 2 à 3 visites par cave ont été réparties sur une campagne.
- prélèvements et analyses de sol.

Les prélèvements de sol ont été effectués en constituant des couples d'échantillons susceptibles d'avoir reçu les plus fortes doses ("zones épandues") et les moins fortes ("zones témoins"). L'objectif étant d'évaluer une tendance à moyen terme, à partir d'installations récentes pour la plupart, la recherche des apports extrêmes sur le terrain nous a guidé dans le choix de nos prélèvements : les zones situées à proximité des asperseurs ont été privilégiées, ainsi qu'à l'inverse les angles morts des parcelles non couvertes par les cercles d'aspersion. Chaque échantillon a été constitué à partir de 15 prises élémentaires réparties autour du point de prélèvement. La profondeur de prélèvement est de 20 cm. Un deuxième échantillon à la profondeur de 20-40 cm a été réalisé sur les deux installations les plus anciennes. Les analyses ont été réalisées par un laboratoire agréé par le Ministère de l'Environnement.

Tableau n° 1 : Caractéristiques des installations

N°	Région	PRODUCTION			EPANDAGE			
		Volume (hl/an)	Production dominante	type de vinification dominante	Mode d'apport	Surface totale des terrains (ha)	Couvert végétal	Ancienneté
1	Bourgogne	17.000	AOC Blanc	Traditionnel	Tonne à lisier	25	Blé, maïs, prairie	10/92
2	Bourgogne	15.000	AOC Blanc	Traditionnel	Aspersion fixe	1,8	Prairie et maïs	01/91
3	Bourgogne	17.000	AOC Blanc et Rouge	Traditionnel	Aspersion fixe	2,2	Prairie	12/90
4	Beaujolais	38.000	AOC Rouge	Traditionnel	Tonne à lisier	3,0	Ray-grass + taillis	09/90
5	Côtes du Rhône Sud	95.000	AOC Rouge	Traditionnel	Aspersion fixe	2,5	Prairie de fétuque	10/90
6	Côtes du Rhône Sud	180.000	AOC Rouge	Traditionnel	Aspersion fixe	5,0	Luzerne	06/91
7	Côtes du Rhône Sud	150.000	AOC Rouge	Traditionnel	Aspersion fixe	1,5	Luzerne	02/91
8	Côtes du Rhône Sud	14.000	AOC Rouge	Traditionnel	Tonne à lisier	15	Verger, vigne, blé	10/89
9	Provence	39.000	Rosé	Traditionnel	Aspersion fixe	0,75	Prairie de fétuque	10/85
10	Provence	20.000	Rosé	Traditionnel	Tonne à lisier	45	Vigne, olivier, blé	10/90
11	Languedoc	32.000	Rouge	Traditionnel	Aspersion fixe	1,1	Luzerne	10/90
12	Languedoc	32.000	Rouge	Traditionnel	Aspersion fixe	0,8	Friche, tournesol	10/89
13	Languedoc	70.000	Rouge	Thermovinification	Aspersion fixe	2,3	Luzerne	10/90
14	Languedoc	45.000	Rouge + concentration de moût	Thermovinification	Aspersion fixe	1,5	Friche, cultures annuelles	10/89
15	Languedoc	180.000	Rouge	Thermovinification	Aspersion fixe	3,8	Prairie de fétuque	10/88

2 - Résultats

2.1. Les volumes d'effluents

Les volumes d'effluents ont été estimés à partir des consommations en eau, déduction faite éventuellement des volumes ne rejoignant pas les eaux usées. Dans 6 cas, des informations sur les volumes effectivement épandus ont permis de recouper cette estimation, de façon généralement satisfaisante.

Les ratios de consommation sont très variables, la distribution de fréquence est la suivante :
Tableau 2

Ratio de rejet (l/hl)	Nombre d'installations
7 à 20	4
20 à 40	4
40 à 60	2
60 à 80	0
80 à 100	0
100 à 161	5

Ils sont cependant tout à fait comparables à d'autres résultats disponibles en France sur le sujet :

Tableau 3

Source	Zone d'enquête	Nb de caves	Consommation en eau (l/hl)			
			Mini	Maxi	Moyenne	Médiane
CTGREF 1980	Aquitaine	58	10	242	77	
"	Midi-Pyrénées	29	37	113	73	
Présente étude	Bassin RMC	15	7	161	57	33

Des critères permettant de rendre compte des écarts observés ont été recherchés.

Cinq paraissent discriminants dans le cadre de cette étude : le type de production, la pratique de l'embouteillage, la destination des bourbes de centrifugeuse, l'intention affichée par les cavistes d'intensité du lavage ou d'économies d'eau, et des problèmes d'infiltration d'eaux parasites pour 3 installations. Certains de ces critères peuvent paraître surprenants, n'ayant pas de lien direct avec la production d'eaux usées. Ils peuvent par contre être révélateurs d'un comportement global vis-à-vis de la "propreté", de l'économie d'intrants ou de la gestion des déchets et sous produits.

2.2. Estimation du rejet

Six des quinze caves étudiées ont fait l'objet par l'Agence d'un bilan sur 24 h réalisé en période de pointe d'activité. Ces mesures ont été réalisées dans le cadre de la constitution d'un panel, intégrant au total une vingtaine de caves.

Tableau 4 : composition moyenne de l'effluent

N° installation	pH	EC ms.cm	DCOnd g/l	DCOad2 g/l	DBO ₅ nd g/l	MES g/l	Nkj g/l	Pt g/l	K2O g/l
3	4,0		33,1		14,3	2,1	0,08	0,02	0,41
5	5,0	2,1	19,2		8,5	1,2	0,05	0,01	
6			10		6,9	1,1	0,03	0,02	0,27
7	6,5	2,1	27,5		18,4	0,75	0,02	0,01	0,29
14			8,6		4,6	0,87	0,03	0,01	0,09
15			35		22,3	2,0	0,11	0,06	2,4
panel AERMC			21	18	12,5	3,5	0,08	0,02	0,3à0,49

Les amplitudes de variation sont fortes. Cependant la moyenne du panel est cohérente avec

celle d'autres études antérieures (RAYNAL 1994, CTGREF 1980, RACAULT 1993).

Le panel réalisé par l'Agence a contribué à établir un barème servant d'assiette de redevance.

Tableau 5

	MES	Moad ₂ *	MP	MA	K ₂₀
Barème Agence (en g/hl)	59	210	0,2	2	9,2

* MO = (2DBO5 + DCO)/3

Ce barème correspond à la composition de l'effluent résultant du panel, pour une consommation d'eau de 15 à 20 l/hl de vin. Selon qu'une installation a un ratio de rejet plus ou moins proche de cette valeur, les estimations de son flux polluant à partir d'une composition moyenne de l'effluent du panel, et à partir du barème, constituent une fourchette plus ou moins large.

2.3. Les charges appliquées sur les terrains

La connaissance de la surface des terrains et l'estimation du flux polluant permettent d'évaluer la charge polluante appliquée sur ces derniers. Il est cependant apparu au cours des visites, notamment sur les installations fixes, que la superficie recevant effectivement des effluents était souvent très inférieure à la surface cadastrale. Ceci peut être lié à l'exiguïté des parcelles, à des contraintes de bordures (routes ...), et à une optimisation imparfaite du projet hydraulique. Une notion de superficie utile a été introduite. Dans plus de la moitié des installations visitées, le rapport entre la "superficie utile" et la surface cadastrale est inférieur à 60 %. L'estimation moyenne de la charge appliquée, rapportée à la surface utile, ressort ainsi :

Tableau 6

	mm/an	kg/ha/an			
	Lame d'eau	DCO nd	Potasse	Azote	Phosphore
Mini	0,3	120	2,5	0,5	0,1
Quintile 1	49				
Médiane	167	28 000	575	108	22
Quintile 4	345				
Maxi	1 037	120 000	2 200	478	110

Les terrains étudiés paraissent le plus souvent sous dimensionnés, au vu de plusieurs critères :

- Hydraulique : la plupart des rejets de cave s'effectuant en période pluvieuse, un apport basé sur un bilan hydrique paraît inapproprié. Les recommandations habituelles se calent sur un apport mensuel de 20 mm, inférieur à la variabilité de la pluviométrie, et un apport annuel inférieur à 100 mm.
- DCO : la valeur de 25 t/ha/an sert de référence, un sol devant pouvoir épurer sans difficultés particulières une charge annuelle de l'ordre de 20 à 30 t DCO/ha (CATROUX et al, 1974).
- Potasse : les besoins moyens d'une culture varient de 150 à 300 kg/ha/an.

2.4. Les contraintes d'exploitation des terrains

La plupart des périmètres étudiés ont fait l'objet d'une étude de périmètre préalable, de nature le plus souvent hydrogéologique. Les contraintes de protection des nappes souterraines et du réseau hydrographique sont donc prises en compte. Il manque par contre, souvent, une analyse des contraintes agronomiques, et notamment en cultures annuelles, l'examen de l'articulation entre le calendrier cultural et les périodes d'épandage. Il peut en résulter des impossibilités concrètes d'épandage, avec les dysfonctionnements qui en résultent.

En ce qui concerne le matériel, les points sensibles les plus fréquemment recensés concernent :

- Le colmatage des dégrilleurs statiques.
- Les vidanges de fosses de stockage non prévues, ce qui génère des odeurs désagréables.
- L'insuffisance des moyens de comptage.
- Les défauts de conception et d'entretien des équipements d'aspersion.
- Les cahiers d'épandage pas toujours exploitables.
- Les durées de postes d'arrosage souvent trop longues.

L'état du couvert végétal a été considéré comme satisfaisant dans 9 cas sur 15, convenable dans 4 autres cas, et nettement déficient dans 2 cas. Aucune phytotoxicité n'a été observée, à condition d'éviter les stagnations prolongées d'effluent. Cependant un aspect visuel satisfaisant peut être la conséquence d'un entretien régulier, par girobroyage par exemple, mais sans exportation du produit hors de la parcelle. Une exportation est réalisée dans 7 cas sur 15.

2.5. L'évolution des sols

Les résultats des analyses des échantillons "terrain" et "épandage" ont fait l'objet d'une analyse statistique (cf tableau n° 7).

pH : Sur les sols naturellement acides, l'épandage augmente le pH d'une unité. Sur les sols naturellement calcaires, il n'est pas modifié. L'acidité organique de l'effluent ne conduit donc pas à une acidification du sol.

Conductivité - Chlorures - Sulfates : L'augmentation est significative, mais sans danger aux niveaux observés.

Matière organique : Evolution significative, et plutôt positive.

Phosphore : Même commentaire. Le résultat est surprenant, car les apports par l'effluent sont faibles. Une augmentation de l'activité biologique pourrait augmenter la fraction assimilable du phosphore.

Potassium : Forte augmentation, aboutissant à des valeurs excessives sur la quasi totalité des sites. Il faut réduire les apports.

Sodium : Augmentation très significative. Le rapport Na/CEC dépasse 5 % sur 3 sites. Une attention particulière doit donc être portée aux rejets de soude.

Cuivre : Augmentation de faible amplitude, mais significative. Vu les contraintes "métaux lourds" sur les épandages d'autres sous-produits organiques, notamment les boues d'épuration urbaines, une meilleure connaissance de la teneur de ce paramètre dans les effluents de cave serait nécessaire.

Tableau 7 : résultats des analyses de sol

				Test de Student	
		Témoin	Epandage	t	Test bilatéral (%)
pH eau		7,7	7,8	- 0,89	38 %
pH KCl		7,3	7,5	- 1,21	24 %
Matière organique	g/kg	26	32	- 2,7	1,4 %
CEC	me/kg	176	171	0,50	62 %
Calcaire total	g/kg	255	237	0,71	49 %
P Joret Hebert	mg/kg	85	147	- 2,78	0,67 %
P Truog	mg/kg	27	40	- 1,7	10,6 %
Ca ech	me/kg	387	387	0,02	97 %
Mg ech	"	10,5	12,4	- 1,71	10,3 %
K ech	"	9,0	19,5	- 4,56	0,04 %
Na ech	"	1,7	4,8	- 3,78	0,19 %
Cu acétique	mg/kg	3,6	4,7	- 3,45	0,35 %
Cu total	"	32	41	- 2,19	4,29 %
Conductivité 1/5	mS-cm	0,14	0,23	- 6,33	0,00 %
Cl extrait 1/5	mg/kg	24,9	49,1	- 4,51	0,05 %
SO4 " "	"	21	35	- 5,02	0,02 %
Mg/CEC	%	5,9	7,2		
K/CEC	%	5,1	11,4		
Na/CEC	%	0,98	2,80		

3 - Propositions

La première concerne le dimensionnement des terrains. De fortes incertitudes demeurent sur la concentration des rejets, mais les évolutions rapides constatées dans les sols dans les secteurs les plus sollicités des terrains, incitent à ne pas la sous-estimer. La dose maximale de 100 mm/an devrait se rapporter à la superficie utile, effectivement épandue, et pourrait être prudemment ramenée autour de 60 mm/an pour les caves rejetant plus de 20 l/hl de vin, et de 30 à 60 mm/an pour celles qui rejettent moins. Une meilleure connaissance de certains paramètres dans les effluents, tels que le sodium et le cuivre, s'avèrerait utile.

Les Maîtres d'ouvrages doivent pouvoir trouver dans les études préalables un dimensionnement et les contraintes d'urbanisme et de protection des eaux, mais également l'analyse de la compatibilité des périodes d'épandage prévisionnelles avec le calendrier cultural. La recherche d'un gestionnaire des terrains est également à effectuer le plus en amont possible.

Une exploitation de la récolte hors de la parcelle, et non un simple entretien par girobroyage, constitue un moyen d'éviter un enrichissement excessif du sol à moyen terme. Les risques d'erreurs de conception des installations sont souvent évitables, à condition d'avoir été intégrés suffisamment tôt.

On ne saurait trop insister par ailleurs sur la tenue régulière d'un cahier d'épandage. Son exploitation doit permettre de retracer, par parcelle ou poste d'arrosage, l'historique des volumes apportés, ainsi que les pratiques culturales associées.

C'est sur ces bases que sont actuellement réalisés les projets d'épandage sur le bassin RMC. BRL-E a pour sa part réalisé une quarantaine d'études de périmètre. Les apports prévisionnels sont inférieurs à 60 mm/an. S'agissant actuellement le plus souvent d'installations de moins de 25 000 hl, les épandages mobiles par tonne sont privilégiés. Les supports culturels sont variés : prairies, vignes, vergers. Lorsqu'elles sont présentes, les

cultures annuelles sont le plus souvent associées à une prairie ou une culture pérenne. Des surfaces non cultivées sont parfois présentées à l'épandage. Elles doivent, au préalable, faire l'objet d'une mise en culture. Les cas les plus fréquents d'exclusion de surface concernent des normes de proximité (habitations ..), la protection des ressources en eau, des sols inadaptés (pente, hydromorphie).

Conclusion

Pas plus qu'un autre procédé d'épuration, la mise en oeuvre d'un périmètre d'épandage ne s'improvise. Des défauts de conception et d'exploitation peuvent conduire à un échec se traduisant par une dégradation des sols, des cultures et de l'aspect des terrains, ainsi qu'à une mauvaise rentabilisation de l'investissement consenti.

Lorsqu'il est bien conduit, avec un suivi régulier matérialisé par un cahier des charges pertinent, l'épandage constitue au contraire une solution bien adaptée pour épurer ces effluents, aussi bien à court qu'à moyen terme.

Références

Agence de l'eau RMC (1990) Epuration des eaux résiduaires des caves vinicoles : Techniques d'épuration

CTGREF (1980) Les eaux résiduaires des caves vinicoles : caractéristiques et possibilités de traitement. *Etude technique n° 26*

CATROUX G., GERMON J.C., GRAFFIN Ph. (1974) L'utilisation du sol comme système épurateur. *Annales agronomiques*, Vol. 25 n° 2-3, p. 179-193

RACAULT Y., (1993) Les effluents des caves vinicoles : évaluation de la pollution ; caractéristiques des rejets *Informations techniques du CEMAGREF n° 92* note 4

RAYNAL J., (1994) Composition des effluents vinicoles. Résultats de mesures effectuées en région Languedoc-Roussillon. In : *Congrès International sur le traitement des effluents vinicoles, Narbonne, 20-22/06/94*, p. 215-218.

Use of winery effluent for irrigation of winegrapes

Utilisation des effluents de caves viticoles pour l'irrigation des vignes

J. Chapman

Cooperative Research Center for Soil and Land Management
Department of Soil Science, The University of Adelaide
PMB 2, Glen Osmond SA 5064.
Tel: +618 83036702; Fax: +618 83038591

Résumé - La gestion d'effluents viticoles est très importante si l'on veut minimiser les impacts environnementaux et maintenir une meilleure qualité du raisin. Dans le but d'appliquer une telle approche, un projet de recherche de 4 ans a été initié depuis 1996 sur des sites situés en Australie du Sud et de l'Ouest.

Les résultats obtenus sur le carbone sont pour l'instant parcelaires. En effet quand bien même le carbone organique constitue l'unique effluent dominant, la quantité apportée au cours d'une irrigation ne représente que 1 % du carbone inhérent.

Cependant, le niveau de sel et de la sodicité a augmenté de façon drastique au cours de la saison d'irrigation. Mais nous avons noté une diminution due sans nul doute au lessivage du sol par les eaux de pluie. La gestion des effluents viticoles (carbone organique soluble, sel et sodicité) est prometteuse et en cours de réalisation.

Abstract - A four year research project was established in 1996 involving field sites in South Australia (SA) and West Australia to provide information of how best to apply winery effluent to winegrapes to minimise environmental impacts and maintain fruit quality. Results, to date, on changes to soil organic carbon levels during the 1996-97 irrigation season, and on the buildup of salt and sodicity, at the site in SA are outlined.

Although organic carbon is the dominant single element in winery effluent, amounts added during a single irrigation season represent only 1% of inherent soil organic carbon levels. As a result, changes in soil organic carbon were small and inconclusive. Levels of salt and sodicity showed characteristic increases during the irrigation season, and decreases as the result of subsequent leaching by winter rainfall. Current management by wineries of the soluble organic carbon, salt and sodicity, and future research activities in relation to effluent management issues are outlined.

Mots clés : effluents viticoles, irrigation, carbone organique, salinité, sodicité

Keywords : winery effluent, irrigation, organic carbon, salinity, sodicity

Introduction

In Australia, about 3 to 5 megalitres of effluent are produced per tonne of grapes crushed, of which 40% is produced during the growing season. With the Australian wine industry crushing more than 800 000 tonnes of winegrapes, potentially enough wastewater is produced to irrigate about 1200 to 1600 hectares of vineyards nationally, which represents 3 to 7 per cent of the winegrape industry. About \$3000 to \$5000 extra gross income may be generated per hectare of winegrapes as a result of irrigation.

A major limitation to widespread use of winery effluent for irrigation of winegrapes is the lack of quantitative information on how organic substrates and other elements are removed from solution by soil processes, and hence how best to manage irrigation using winery effluent with varying levels of pretreatment. Chapman (1995 a,b) developed a model soil system for removing soluble organic carbon from winery wastewater (Figure 1) using information from laboratory experiments. The soil profile is divided into an upper treatment layer, limited to about 30 cm depth, in which most of the soluble organic carbon is removed by oxidative microbial metabolism and adsorption to clays. An underlying buffer layer further removes the soluble organic carbon by adsorption and anaerobic microbial metabolism. About 3 to 6 irrigations with winery wastewater were required to allow soil-dwelling micro-organisms to become adapted to the organic substrates in winery effluent - mainly simple sugars, alcohols and organic acids. These "acclimatised" soils could then remove greater than 95% of the soluble organic carbon within 3 to 6 hours after irrigation.

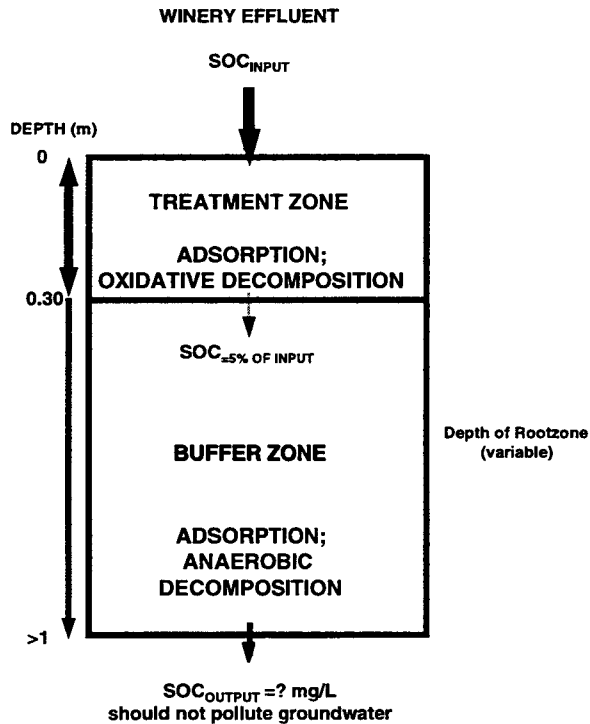


Figure 1. Model soil system for removal of soluble organic carbon from winery effluent. Adapted from Chapman (1995).

A further project was funded in 1996 to provide information on environmental impacts of winery effluent irrigated to winegrapes according to the model at a site in the Barossa Valley South Australia (SA). A second site in and Swan Valley, West Australia has subsequently been established. Results to date, on changes to soil organic carbon, salinity and sodicity at the site in SA will be outlined here.

Materials and Methods

Increased salinity of groundwater used to irrigate a vineyard containing 30 year-old, own-rooted Cabernet Sauvignon (Table 1) led to its substitution with winery effluent in 1994. Two litres per hour (L/h) drip spaced at 70 cm is the traditional method of application. For the field experiment, a 4 L/h spray system spaced at 1.5 m was also installed to provide even horizontal coverage. About 5 to 10 mm of winery effluent or groundwater were applied weekly from late December to June, about 4 weeks post-harvest. Single applications were limited to about 4 mm to keep the newly added water within the upper 30 cm of soil, monitored by tensiometers. Total amounts of nutrients and salts added to the site are shown in Table 2. Soil was sampled both immediately prior and following the irrigation season, and analysed for several parameters including total organic carbon, electrical conductivity and sodicity according to the methods outlined by Chapman 1995.

Table 1. Total nutrient and salt loads applied to land in winery effluent or groundwater during the irrigation season. All units are in kg/ha unless stated otherwise.

Parameter	Winery Effluent	Groundwater Bore
Total Organic Carbon	2955	1.157
Total Kjeldahl Nitrogen	41.11	0.218
Total Phosphorus	11.09	0.473
pH (pH units)	6-9 (range)	7.63
EC (dS/m)	1-3 (range)	2.45
Na	551.3	220.5
Ca	114.7	80.75
Mg	49.47	63.99
SAR ¹ (no units)	8.50	5.07

1. Sodicity measured by the sodium adsorption ratio (SAR) where

$$SAR = [Na] / \sqrt{([Ca] + [Mg])}$$
 where concentration [] is in mol/m³

Results

Soil Organic Carbon

Organic carbon levels (OC) within the upper 30 cm layer of soil showed little change during the 1996-97 irrigation season (Table 2). Although nearly 3 tonnes of OC were applied per hectare, this only represented about 1% of the soil OC contained in the 0-30 cm layer, approximately 570 tonnes/ha, and given that as little as 10% of the substrate organic carbon may be converted to microbial biomass and other forms of soil carbon, slight changes in soil organic carbon over short periods of time would be expected.

Table 2. Changes in soil organic carbon after irrigation with winery effluent or groundwater. Units are in g/100g soil.

1996/97 season	Before Irrigation		After irrigation	
	Spray	Drip	Spray	Drip
Winery Effluent	1.20	1.19	1.03	1.19
Groundwater Bore	1.17	1.00	1.14	1.38

Salinity and Sodicity

Both the total salt content, as measured by electrical conductivity, and the amount of sodium relative to those of calcium and magnesium, known as ‘sodicity’, increased in the upper 30 cm layer of soil during the irrigation season (Figure 2). This was expected as both water sources contained moderate levels of salts and sodicity. Leaching of the salts from the upper soil layers by winter rain is reflected by falls in both salinity and sodicity by the beginning of the 1997/98 irrigation season. Both parameters remained at higher values than at the beginning of the 1996/97 irrigation season, which was attributed to lower winter rainfall in 1997 compared with 1996.

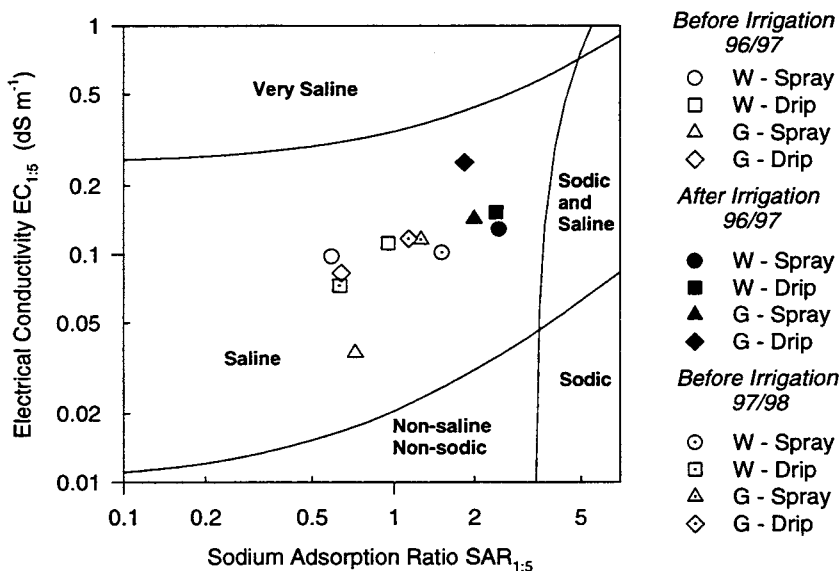


Figure 2. Effect of irrigation using winery effluent (W) and groundwater (G) on salinity (EC) and sodicity (SAR) of the 0-30 cm layer.

Discussion

Larger wineries in South Australia are required under the Environment Protection Act (1995) to be licensed for management of their effluent. The aim of environmental management is to prevent loss of potential use of discharge sites and of downgradient surface and groundwaters.

Management -soluble organic carbon

Many natural water sources in Australian contain less than 10 mg/L total organic carbon. Quality restrictions on the soluble organic carbon levels of winery effluent used for irrigation currently do not exist. Management is based on preventing direct runoff to surface waters, and to prevent significant increases in the levels of organic carbon in groundwater within 15m of the surface. Results from the completed project will be used to develop a more comprehensive management strategy of the soluble organic carbon.

Management -salinity and sodicity

Seasonal variations in salinity and sodicity are typically found in irrigated vineyards. Management is based on preventing the soil becoming either very saline, sodic or sodic and saline shown on Figure 2. This may not be possible in years of low rainfall. Loss of yield and fruit quality, particularly of own-rooted varieties, can be expected in very saline soils. High levels of sodicity can cause clay particles to swell, and in extreme cases repel each other resulting in complete breakdown of the soil structure. Loss of pore volume can result in poor root distribution and loss of yield. A good discussion of the effects of salinity and sodicity on soil quality and vine growth is given in Cass *et al.* (1996).

Minimising pollution load of winery effluent by Cleaner Production strategies

Wineries are encouraged to reduce the total pollution load of their effluent as the first stage of management. Termed cleaner production, waste management is based on a hierarchy of stages from avoidance, minimisation, reuse, reclamation, treatment and disposal. For example, organic carbon levels can be reduced by minimising product loss through separation and sequencing of white and red wine operations to avoid contamination, or by the use of "pigs" and foot valves in transfer lines. Avoiding use of saline groundwaters for cleaning, ion exchange, and minimising use of caustic soda for cleaning can significantly reduce salt and sodium levels. A handbook on cleaner production (Chapman 1996) was produced for the wine industry by a technical committee of industry, government and research representatives.

Conclusions

Further monitoring of the field sites is required to obtain more conclusive information on how to manage irrigation of winegrapes with winery effluent to maximise the removal of soluble organic carbon without causing excessive buildup of salinity and/or sodicity in the topsoil. Direct measurement of the soil solution will be conducted during 1998. Information from the field experiments will be discussed by a second committee of industry, government and research representatives from which recommendations will be incorporated into a manual on winery effluent management. Effects of effluent irrigation on the quality of juice and wine will also be reported.

Acknowledgements

S. Smith and Son Pty Ltd is acknowledged for its considerable in kind support of the field experiment, and the Grape and Wine Research and Development Corporation and the Cooperative Research Center for Soil and Land Management for providing the salary and additional operating funds. Adolphe Zeze is thanked for the French translations.

References

Cass, A., Walker, R.R., and Fitzpatrick, R.W. (1996) Vineyard soil degradation by salt accumulation and the effect on the performance of the vine. In : Proceedings of the Ninth Australian Wine Industry Technical Conference, Adelaide, South Australia, 16-19 July 1995. p. 153-160

Chapman, J.A. (1995) Land disposal of winery and distillery wastewaters. PhD Thesis. (University of Adelaide) 191 p.

Chapman, J.A. , Correll, R.L. and Ladd, J.N. (1995a) Removal of soluble organic carbon from winery and distillery wastewaters by application to soil. Aust. J. Grape Wine Res. Vol. 1. p. 39-47

Chapman, J.A. , Correll, R.L. and Ladd, J.N. (1995b) The removal of soluble organic carbon from synthetic winery wastewater by repeated application to soil. Aust. J. Grape Wine Res. Vol. 1 p.76-85.

Chapman, J.A. (1996) Cleaner Production for the Wine Industry. (SA Wine and Brandy)¹ 32 p.

¹ SA Wine and Brandy Industry Association: Facsimile +618 8331 0722

L'épandage des effluents vinicoles : impact et principaux critères technico - économiques et environnementaux d'évaluation des pratiques

Spreading wine effluents : impacts and main parameters for practices evaluation

F. Jourjon, M. Pidoux, S. Alonso

Laboratoire du GRAPPE
Ecole Supérieure d'Agriculture d'Angers
55, Rue Rabelais, B.P. 748 - 49007 ANGERS Cedex 01
Tel : 02.41.23.55.55, fax : 02.41.23.55.65

Résumé - L'impact de l'épandage des effluents vinicoles sur les cultures et le sol a été mesuré par des tests écotoxicologiques en laboratoire, des essais en conditions contrôlées, des expérimentations et des suivis au champ. Des doses et des délais d'application ont été établis afin d'éviter des phénomènes phytotoxiques sur le sol et les cultures. L'impact sur l'activité microbienne du sol a été observé.

L'ensemble des données a permis l'élaboration d'un code de bonnes pratiques de l'épandage. La réduction des quantités de rejet engendrées, le choix correct des terrains d'épandage, la maîtrise des techniques d'épandage sont des parties intégrantes du code.

Abstract - *The impact of spreading winery wastewaters on cultures and soil has been measured through ecotoxicological tests in laboratory, many testings under checked parameters, experimentations and follow up on fields.*

Doses and periods of application have been selected to avoid phytotoxic effects.

All together allowed the elaboration code of spreading winery wastewaters practices. The reductions in quantity winery wastewaters, the right choice of lands for spreading and the adequate techniques are the main elements of this code .

Mots clés : effluents vinicoles, impact d'épandage, biomasse microbienne du sol, tests d'inhibition de la germination et de croissance racinaire, levée et croissance de plantes

Keywords : *wine effluents, spreading impacts on crops, microbic mass of soils, inhibition tests on germination, root growth and growing*

Introduction

De la préparation des vendanges à la mise en bouteilles, l'élaboration du vin entraîne la production d'eaux résiduaires, appelées effluents vinicoles.

Face à des contraintes environnementales et réglementaires de plus en plus fortes (en Maine et Loire un arrêté préfectoral impose désormais la mise en place d'un traitement des effluents d'origine vinicole pour le 31 juillet 1998), les viticulteurs sont demandeurs de solutions, mais également les collectivités locales.

Parmi les différentes méthodes de traitement des effluents vinicoles, l'épandage, par la simplicité de son principe et son faible coût, est aujourd'hui une technique largement employée mais à propos de laquelle beaucoup de questions restent encore posées, questions qui peuvent engendrer la réticence de certains viticulteurs et agriculteurs. Parmi elles :

- Ø quel est l'impact de l'épandage des effluents vinicoles sur les cultures en fonction des volumes épandus, de leur charge et du stade de développement de la plante ?
- Ø l'épandage d'effluents vinicoles a-t-il un impact sur l'activité microbienne des sols ?
- Ø quels sont les critères technico-économiques à prendre en compte pour réaliser le choix entre plusieurs procédés d'épandage ?
- Ø Peut-on motiver les agriculteurs à réaliser l'épandage des effluents vinicoles comme dans le cas d'un lisier d'élevage ?

Autant de questions qui doivent avoir une réponse pour permettre de préconiser l'épandage comme une solution durable de traitement des effluents vinicoles.

La composition spécifique des effluents vinicoles (forte charge carbonée, pH acide habituellement, pauvreté en éléments minéraux et flore microbienne caractéristique) par rapport aux effluents d'élevage rend d'autant plus importante l'estimation de l'impact des rejets vinicoles sur les cultures et le sol.

Dans le cadre d'un programme d'aide à la décision pour la gestion des effluents vinicoles en Anjou, réalisé par le laboratoire du GRAPPE de l'E.S.A. d'Angers, le traitement par épandage a été particulièrement étudié. Les résultats et solutions qui vont être présentés sont l'aboutissement de la démarche expérimentale entreprise à la fois sous forme de tests en laboratoire, d'essais en conditions contrôlées, d'expérimentations et de suivis au champ.

Matériels et méthodes :

- Les différents tests d'impacts ont été réalisés avec trois effluents "type", représentatifs de la gamme de variation de la charge observés dans les rejets vinicoles. Les caractéristiques de ces rejets sont présentées dans le tableau n° 1. La demande chimique en oxygène a été retenue comme paramètre de caractérisation de la charge en matière organique des effluents car plus rapide à mettre en place et, plus fiable que la DBO5.
- La détermination de la demande chimique en oxygène a été réalisée par titrage du dichromate de potassium par une solution titrée de sulfate de fer ; la détermination de l'azote par la méthode Kjeldahl (NFT 90.100), le dosage du potassium et des phosphates par spectrophotométrie (NFT 90019 et NFT 90.023).
- Les tests d'inhibition de la germination (Norme AFNOR NF T31-201) et de croissance racinaire (Norme AFNOR NF T 11269-1) nous ont permis de déterminer, par une première approche de laboratoire, l'impact de l'épandage sur les cultures, et de cibler les doses maximales admissibles.

Ces tests ont été pratiqués sur trois espèces végétales : la lentille, citée par la norme comme espèce référence recommandée par sa sensibilité aux différents polluants, le maïs et le ray-

grass (deux cultures sur lesquelles l'épandage est couramment réalisé) et avec des dilutions successives de l'effluent (100 %, 75 %, 50 %, 25 %)

Les tests de croissance racinaire sont réalisés en pot sur un sol de texture sablonno-argileux et pH 6,7. Le sol témoin est ajusté à 70 % de sa capacité de rétention avec de l'eau distillée ; deux doses d'épandage de l'effluent n° 1 ont été testées, équivalentes à 50 m³ et 100 m³/ha sur la lentille et 100 m³/ha sur maïs. Les semences sont déposées germées (longueur moyenne de 2 mm) à 10 mm de profondeur. Les mesures de longueur racinaire ont été réalisées 7 jours après l'apport d'effluent et correspondent à un développement des racines atteignant 80 % de la profondeur des pots dans le témoin.

- Pour étudier l'impact des effluents sur la croissance et le développement des plantes, des essais sous conditions contrôlées de serre et en prairie naturelle ont été menés à des doses allant de 50 m³/ha à 400 m³/ha pour un effluent ayant une composition comprise dans la gamme moyenne des effluents (effluent n° 3). Le choix de la culture s'est porté sur une céréale d'hiver (Blé, variété Soisson).
- L'impact de l'épandage sur l'activité microbiologique du sol a été mesuré par des méthodes quantitatives (méthode de fumigation-extraction, Brookes et al., 1985) et qualitatives (par dénombrements). Les mesures ont été faites d'une part sur les essais en conditions contrôlées et d'autre part sur prairie de brome en cours d'épandage, comparée à une zone témoin n'ayant pas reçu d'effluents.
- Par ailleurs, des suivis au champ ont été réalisés auprès des agriculteurs et viticulteurs utilisant des systèmes de traitement individuels et collectifs par épandage.

Résultats

1. Impact des rejets vinicoles sur la germination et la croissance racinaire

Le test d'inhibition de la germination nous a permis de constater que les effluents vinicoles sont capables de provoquer l'inhibition de la germination de certaines espèces végétales. Leur fort caractère réducteur (demande chimique en oxygène élevée) et la présence d'une flore microbienne caractéristique se sont révélés les principaux facteurs à l'origine des phytotoxicités constatées.

L'impact est variable pour une même dose d'effluent, selon les différentes espèces. Il s'est avéré très important (inhibition de la germination, brûlures, nécroses et pourritures des graines) pour l'espèce référence (lentille) et pour le ray-grass pour des dilutions supérieures à 50 %. La germination des graines de maïs ayant reçu de l'effluent pur a atteint les mêmes valeurs que le lot témoin. Mais des retards de croissance temporaires inversement proportionnels aux dilutions ont pu être constatés pour cette espèce. (figure n° 1)

Les effets sont moins apparents dès que les semences sont placées en pot sur un sol de culture. Pour la lentille, les deux doses d'effluents ont provoqué une réduction significative de la croissance racinaire (de 30 à 40 %) par rapport aux plantules témoins (figure n° 2)

Pour le maïs, seule la dose de 100 m³/ha a provoqué une réduction significative de 30 à 40 % de la croissance racinaire. Aucun signe de phytotoxicité n'est observé sur les plantules quelle que soit l'espèce.

Dans le cadre de notre expérimentation, l'impact des effluents vinicoles dépend très nettement :

- de la charge en matières organiques et de la dilution de l'effluent,
- du niveau de sensibilité du végétal en fonction de la précocité du stade de développement :

le stade germination étant le plus sensible,

- du substrat : le sol joue clairement un effet tampon "épurateur" atténuant l'impact potentiel.

Ces résultats sont bien sûr à intégrer dans le cadre de la mise en oeuvre de l'épandage sur les cultures.

2. Impact des effluents sur la levée et la croissance des plantes

a) Essai en milieu contrôlé

En ce qui concerne le suivi de la levée, des retards de 2 à 3 jours sur la levée sont constatés pour les apports d'effluents correspondant à 30 et 40 % de la RU (effluent n° 3).

Un mois après l'épandage; tous les traitements présentent un retard significatif de croissance par rapport au témoin. Ces écarts ne sont plus significatifs au delà de cette date pour devenir nuls au bout de 75 jours (figure n° 3).

b) Essai sur prairie naturelle

En 1996, sur une prairie naturelle déjà implantée, 4 doses d'épandage de 50, 100, 200 et 400 m³/ha (effluent n° 3) ont été appliquées sur des micro-parcelles de 9 m², selon un dispositif à 4 blocs et comparées à un bloc témoin n'ayant pas reçu d'effluent. La croissance des plantes a été caractérisée par prélèvement de 0,5 m² de biomasse aérienne à 15, 30, 45 et 60 jours après apport de l'effluent et complétée par des observations visuelles.

L'ensemble des résultats permet d'affirmer que, dans le cadre de cet essai et pour l'effluent considéré, aucun impact négatif sur la croissance de la prairie n'a été observé, quelles que soient les doses appliquées (figure n° 4). Il est à noter cependant pour la dose de 100 m³/ha :

- l'apparition de brûlures sur feuilles 15 jours après l'épandage, qui ont disparu au-delà du 30^e jour,

- d'importants ruissellements, malgré une pente très faible de la parcelle.

Par contre, il est à noter que des expérimentations similaires, réalisées en 1995 avec un effluent à plus forte charge (DCO = 52200 mg/l, MES = 2650 mg/l), avaient permis d'observer :

- d'importantes brûlures 1 mois après l'épandage et une diminution de la croissance proportionnelle aux doses appliquées (figure n° 5). Après deux mois, alors que les brûlures avaient disparu, la reprise de croissance n'avait pas permis de rattraper les valeurs obtenues par le témoin. La valeur du seuil de tolérance se situe entre les 100 et 200 m³/ha.

3. Impact des effluents sur la biomasse microbienne du sol

Des accroissements de la masse microbienne proportionnels aux doses appliquées ont pu être constatés sur un sol ayant reçu des effluents vinicoles par rapport à un sol témoin, 3 mois après épandage (figure n° 6).

Des résultats similaires sont observés sur une prairie de Brome en cours d'épandage depuis 6 mois (figure n° 7).

Les dénombrements microbiens réalisés montrent une présence plus importante que dans un sol témoin, de moisissures, levures et bactéries dans un sol incubé ayant reçu des effluents.

Aucun développement de moisissures n'est apparu à la surface de la terre ayant reçu des rejets vinicoles.

Discussion

Le sol est le support de vie pour la faune et la flore. Une altération des organismes présents ou des caractéristiques chimiques du sol risque de provoquer de mauvais rendements épuratoires, ainsi que des nuisances sur les cultures par la modification des caractéristiques physico-chimiques et biologiques du sol.

Afin d'éviter tout impact des rejets sur le sol ou les cultures, il paraît intéressant de raisonner le calcul des doses d'épandage en terme de charge à épurer et non plus seulement en volume. Ainsi, pour les doses préconisées maximales de 100 m³/ha en un seul passage, il est déconseillé de dépasser une DCO de 10000 mg/l ou 2000 mg/l en MES. Le tamisage des effluents permet de réduire assez simplement la charge à épurer. L'emploi de bassins de stockages à volumes importants (supérieurs à 50 % du volume total de la production vinicole) permet l'homogénéisation des effluents, dans le cas d'éventuels effluents à haute charge.

Par ailleurs, il paraît important de respecter un délai d'un mois entre la date de semis et la réalisation de l'épandage.

Étant donné la faible teneur en éléments minéraux des rejets vinicoles par rapport aux effluents d'élevage, leur valorisation fait appel à l'emploi de leur fraction liquide en irrigation des cultures estivales comme le maïs, en période de déficit hydrique. Néanmoins, les volumes de stockage doivent être importants (supérieurs à 20000 m³) pour que l'on puisse parler d'irrigation et la période de stockage supérieure à 6 mois (effet tampon).

Quels sont les critères à retenir pour choisir des terrains aptes à l'épandage ?

Des critères économiques, techniques, environnementaux et sociologiques vont intervenir sur le choix des terrains d'épandage :

- des critères économiques, car les coûts, quelle que soit la méthode d'épandage retenue, deviennent très importants pour des distances supérieures à 2 km (entre le lieu de stockage et le terrain d'épandage) ;
- des critères techniques et de choix du matériel d'épandage, car les caractéristiques du terrain vont conditionner le rendement épuratoire mais aussi la régularité de la répartition de l'effluent sur le sol grâce à un matériel adapté ;
- des critères environnementaux, pour se préserver de tout risque de pollution des cours d'eau, des nappes phréatiques ou des nuisances par rapport aux lieux habités ;
- des critères sociologiques reposant sur une concertation et une entente entre les viticulteurs et les agriculteurs, propriétaires des terrains d'épandage.

Ainsi, certaines caractéristiques intrinsèques au sol et malheureusement très difficilement modifiables font que certains terrains doivent être exclus ; c'est le cas des terrains ayant une pente supérieure à 5 %, car le risque de ruissellement est élevé, ou ceux dont la réserve utile d'eau est inférieure à 50 mm ou présentant des phénomènes d'hydromorphie (fréquemment engorgés d'eau) temporaire ou permanente.

Afin d'éviter des nuisances possibles sur l'environnement, certaines distances minimales sont à respecter par rapport aux cours d'eau, routes et fossés (< 10 m) et par rapport aux lieux habitables (< 20 m). D'autres facteurs, non limitants, favorisent par contre la bonne aptitude d'un terrain à l'épandage, comme l'existence d'un horizon imperméable en profondeur ou la présence de haies ou de bandes enherbées en bordure.

Une méthode rapide et économe en moyen a été mise au point par le laboratoire faisant appel à un SIG, permettant l'élaboration de cartes conseil d'aptitude à l'épandage (JOURJON et al., 1997).

Bien que les solutions d'épandage collectives aient l'avantage d'être techniquement et économiquement plus aisées, des solutions d'épandage individuelles (comportant un traitement individuel) peuvent être intéressantes dans le cas de viticulteurs isolés du point de vue géographique (difficultés de collecte des effluents en particulier). L'épandage individuel nécessite une bonne maîtrise de la technique et du temps, car le traitement reste à l'entière responsabilité du viticulteur, en conformité avec la réglementation. Le bassin de stockage doit être de volume suffisamment important (au moins 50 % du volume total de la production vinicole).

Quelle que soit l'option retenue, il est conseillé, à la sortie du bassin de stockage, de procéder à un tamisage des effluents ; des abattements de charge compris entre 20 et 30 % de la charge à épurer peuvent ainsi être obtenus.

Conclusions

L'épandage est une méthode de traitement éprouvée où les investissements restent assez faibles, et les rendements épuratoires élevés, sous condition du respect des techniques, doses et charges évoquées et du choix de terrains aptes à l'épandage. La bonne efficacité et la pérennité de la méthode sont conditionnées par le respect de ces règles par l'exploitant.

L'ensemble des données a permis l'élaboration d'un code de bonnes pratiques de l'épandage. La réduction des quantités de rejets engendrées, le choix correct des terrains d'épandage, l'aide à la décision sur les techniques et l'épandage sont des parties intégrantes du code.

La tenue à jour du cahier d'épandage, des suivis analytiques des sols et des effluents (à la sortie du bassin de stockage), et des suivis agronomiques contrôlés par des organismes officiels seront nécessaires pour permettre la détection de toute anomalie ainsi que pour confirmer les bonnes capacités d'épuration de la méthode aux volumes et concentrations préconisées.

Des questions restent encore en suspens et doivent être poursuivies, notamment quel est l'impact de l'épandage des effluents sur vigne, solution souvent préconisée dans les régions où la vigne reste omniprésente...

Bibliographie

AFNOR., (1994). Qualité de l'eau-environnement (NFT 90), 859 p. Tests écotoxicologiques sur les organismes terrestres ; semences (NF X31)

BROOKES PC., LANDMAN A., PRUDEN G. and JENKINSON DS., (1985). Chloroform fumigation and the release of soil nitrogen : a rapid extraction method to measure microbial biomass nitrogen in soil. *Soil Biol. Biochem.*, 17, pp. 837 - 842.

JOURJON F., LEQUENNE P., PIDOUX M., PLANTE A., VIGUE P., WALCZAK L., AVELINE A., (1997). Traitement des effluents vinicoles. Expérience menée en Anjou. Quatrièmes Entretiens Techniques d'Angers. *Euroviti*. 13 p.

ROCHARD J., 1990. Traitement et épuration des rejets vinicoles. *Revue des Oenologues*, 58 : 9-13

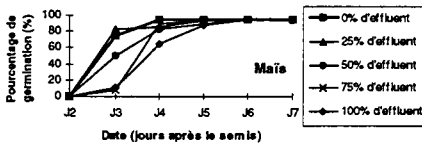
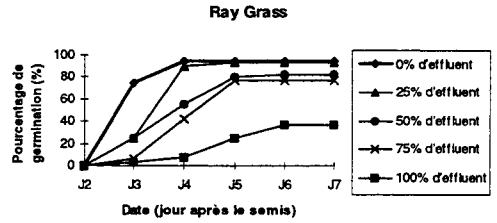
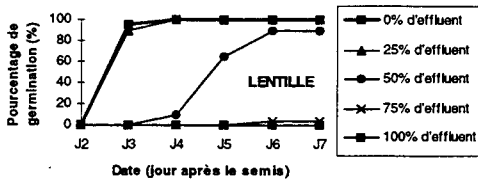


Figure n° 1 : Impact des effluents sur le taux de germination

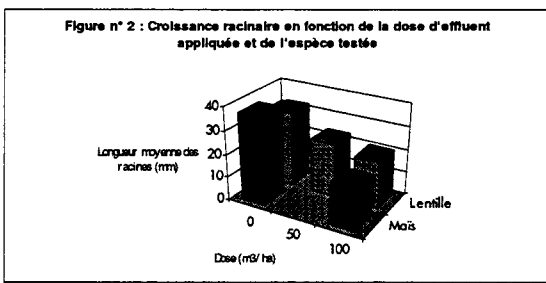


Figure n° 2 : Croissance racinaire en fonction de la dose d'effluent appliquée et de l'espèce testée

Paramètre	Moyenne des effluents (1)	Effluent Référence n°1	Effluent Référence n°2	Effluent Référence n°3
Type d'opération		Vin rouge lavage des cuves	Mélange blanc et rouge Détartrage cuves	Mélange blanc et rouge Vinification et soutirages
pH	4 à 6 8 à 12 (détartrage)	5,1	7,4	4,6
MES (mg/l)	800 à 3000	266	2735	2500
DCO (mg O2/l)	4000 à 20000	16700	6890	14640
Azote Kjeldahl (mg/l)	200 à 300	19	63	205
Phosphates (mg/l)	25 à 50	7	--	--
Potassium (mg/l)	250 à 400	656	335	430
Turbidité (NTU)		205	910	--
Conductivité (µs/cm)		1900	659	818

(1) Racault, (1992) ; Rochard, (1990), Raynal, (1994), Jourjon et al., (1997).
 (2)

Tableau n° : Caractérisation physico-chimique des effluents employés pour les tests

Figure n°3 : Evolution de la biomasse aérienne en fonction des doses.

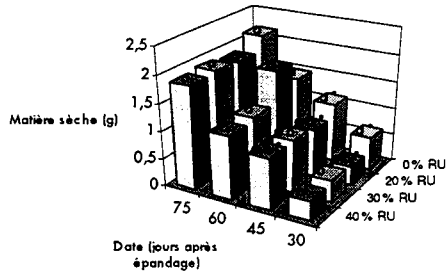


Figure n°4 : Evolution de la matière sèche aérienne en fonction des doses épandues. Essai sur prairie naturelle Année 1996

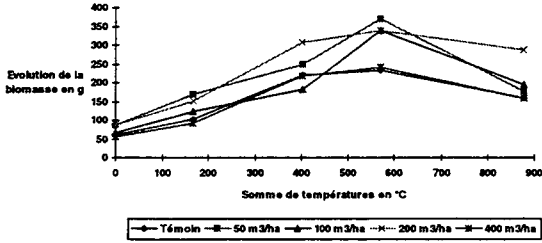


Figure n°5 : Evolution de la matière sèche aérienne en fonction des doses épandues. Essai sur prairie naturelle Année 1995

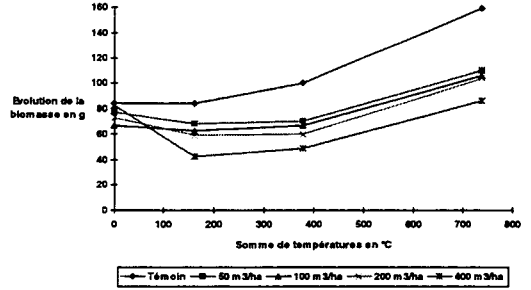
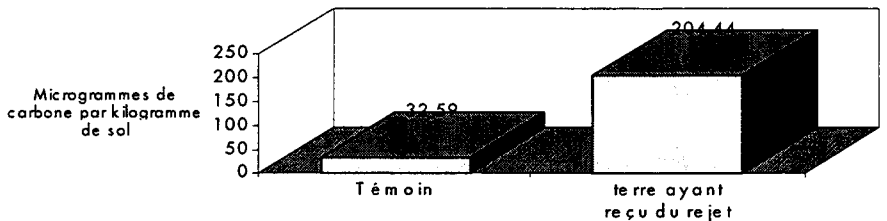
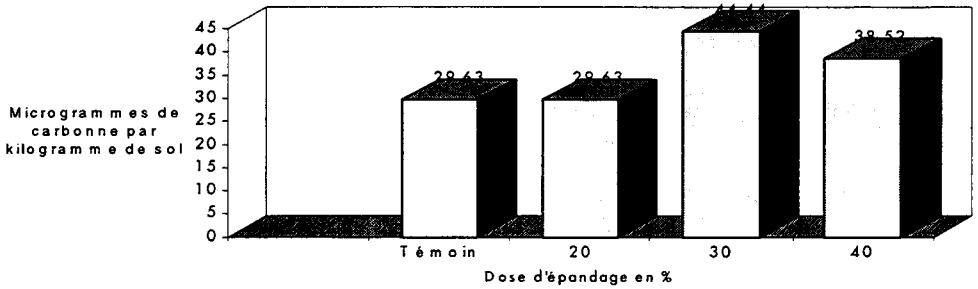


Figure n°6 : Biomasse microbienne prélevée trois mois après l'épandage sous conditions contrôlées de serre



Distribution of winery wastewater on land; investigations on ecotoxicology

Epandage sur le sol des eaux usées vinicoles ; études sur l'écotoxicologie

D. Müller und M. Heil

Staatliche Lehr- und Forschungsanstalt für Landwirtschaft, Weinbau, Gartenbau
Fachbereich Ökologie, Breitenweg 71, D - 67431 Neustadt/Wstr., Allemagne
Tel.: 0049-6321-671347, Fax: 0049-6321-671222, E-mail: slfa.heil@t-online.de

Résumé - Afin d'examiner quel était l'impact éventuel sur l'environnement dû à l'utilisation agricole d'eaux usées résultant de la vinification, la SLFA-Neustadt a réalisé les expériences suivantes :

détection du taux de substances nutritives et de substances nocives éventuellement contenues dans les eaux usées résultant de la vinification.

expériences portant sur la concentration et la mobilisation de métaux lourds dans le sol.

expériences au lysimètre portant sur l'infiltration potentielle de matières étrangères dans la nappe phréatique.

expériences relatives à l'impact éventuel sur la biologie des eaux voisines.

expériences portant sur la dégradation / la stabilité de détergents utilisés dans la viticulture ; effets sur les micro-organismes dans le sol.

définition d'une quantité maximale d'eaux usées vinicoles que l'on peut épandre sur des espaces agricoles.

Comme prévu, les eaux usées vinicoles examinées contiennent des charges organiques importantes, les teneurs en métaux lourds étant insignifiantes. Les teneurs en substances nutritives, à savoir en potassium, en phosphate et en azote, sont très différentes dans les eaux usées examinées, une mobilisation de métaux lourds dans le sol causée par les eaux usées n'a pas été enregistrée. Suite à l'épandage sur le sol des eaux usées résultant de la vinification, l'activité des micro-organismes a augmenté à court terme et une très légère augmentation de la teneur du sol en azote minéral peut être enregistrée. Dans les études au lysimètre portant sur des quantités d'eaux usées jusqu'à 600 hl/ha aucune matière entraînée par les eaux usées n'a pu être détectée dans le percolat. Des éventuels effets par dérive sur les eaux voisines ont été examinés par l'intermédiaire de l'organisme *daphnia magna*. Des effets toxiques n'ont été détectés qu'à partir d'une concentration des eaux usées (> 15 %) jamais atteinte dans la pratique lors d'un traitement correct des effluents dans les eaux.

Les résidus des détergents utilisés contenus dans les eaux usées représentent un risque difficilement quantifiable pour l'utilisation agricole, puisque l'on ne dispose pas encore de données relatives à la dégradabilité, voire au potentiel de réaction dans le sol. C'est pour cette raison qu'une "liste positive" a été élaborée comprenant les détergents n'ayant pas d'effets négatifs dans le sol lors d'utilisation agricole dans les quantités habituelles, étant donné qu'ils sont facilement biodégradables, qu'ils servent de substances nutritives pour les plantes, ou bien qu'ils sont neutralisés dans le sol. Uniquement ces détergents peuvent être utilisés par des exploitations agricoles.

Abstract - *The investigation on the ecotoxicology of winery wastewater distribution is subdivided into the following topics:*

*determination of nutrients and potential pollutants contained in the winery wastewater
investigation of the accumulation and mobilisation of heavy metals in soil*

investigation of possible groundwater contamination with foreign matter by "worst-case" lysimeter experiments

biological investigation of possible impairments of the quality of related waters

decomposition/persistence of detergents used in wineries; influence on soil micro-organisms

definition of maximum admissible quantity of winery wastewater to be applied to agricultural areas

Despite the huge organic pollution of winery wastewater there are no harmful concentrations of inorganic matter. So far, no ecotoxic effects have been detected if land disposal is practised responsibly. But there is still an unknown ecotoxic potential concerning the detergents used in wineries because of their complexity and unpredictable behaviour in soil. Wineries practising land disposal of their wastewater may only use detergents which can be clearly assessed in terms of reactions in soil and which can be classified as harmless. They are listed in a "positive list".

Mots clés : eaux usées, éco-toxicologie, sol, détergents

Keywords : wastewater, land disposal, ecotoxicology, soil, detergents

Introduction

Due to the huge seasonal fluctuations in amounts and the size of pollution caused by wastewater especially in traditional German winegrowing regions with many small, family owned wineries, the adequate design of local purification plants is often an insoluble problem in practice if economic aspects have to be considered. There are periods of extreme wastewater pollution as well as almost pollution free periods. To avoid short-time overloads and a lack of purification plants especially during the fall-winter-period, intensive research on ecological and economic alternatives for wastewater management is being conducted in Germany [Weinbauabwassersymposium ,1996; Mueller, 1997]. The distribution of winery wastewater on land as a quickly as easily practicable step may be an important measurement [Mueller, 1996]. The economy and practical accomplishment of the distribution of winery wastewater on land for small enterprises was investigated in a study conducted by the government of Rhineland-Palatinate in 1994 [Michel and Krienke, 1994; Mueller, 1994]. However, the application of production residues to land requires precise knowledge of their composition and decomposition to avoid ecotoxic effects.

So far, the data material has been fairly inadequate, and statements concerning the ecotoxic effects range between totally harmless and very harmful [Mueller and Schaum, 1986; Mueller and Heil 1997].

Methods

For the purpose of examining the ecological relevance of the distribution of winery wastewater on land the following investigations were carried out:

- analysis of winery wastewater during a time period of one year, determination of wastewater characteristics and nutrients and potential pollutants contained in winery wastewater. The characteristics include wastewater amounts ,pH-values, COD-, BOD₅-values, nutrients compose total nitrogen, phosphate and potassium, pollutants especially

include heavy metals.

- investigation of the accumulation and mobilisation of heavy metals in soil due to the acid wastewater by a soil analysis of the experimental areas (soil type: chalky clay soil). Analysis parameters include soil-pH, mobilizable elements/heavy metals of soil.
- investigation of the soil micro-organism activity and nitrogen mineralisation caused by wastewater.
- investigation of possible groundwater contamination with foreign matter by "worst-case" lysimeter experiments (sandy soil, no vegetation, little microbiological biomass), percolate analysis (pH, COD, TOC, elements, nitrate, nitrite).

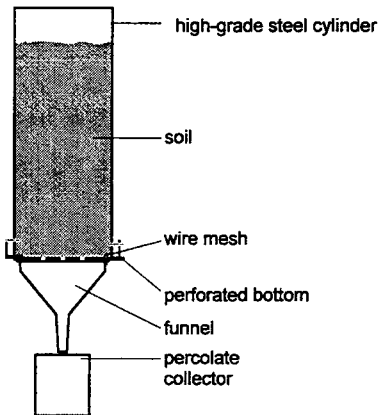


Fig. 1 Plan of a lysimeter

- biological investigation of possible impairments of the quality of related waters. In case of heavy rain, irrigated wastewater may run off into related waters. The species *Daphnia magna* lives in intact waters and is an important part of the aquatic food chain. It can be used as test organism to examine the quality of waters because of its sensitivity [DIN 38412].
- decomposition/persistence of detergents used in wineries; behaviour in soil.
definition of maximum admissible quantity of winery wastewater to be applied to agricultural areas by laboratory lysimeter experiments simulating a worst-case scenario.

Results and Discussion

Wastewater analysis

The results of the wastewater analysis of the test winery show the huge fluctuation in concentrations of the different ingredients. Depending on the different production steps and the techniques used, more or less concentrated (polluted) wastewater is produced.

Tab.1 Wastewater characteristics:

parameter	range (from - to)	mean
pH	3.8 - 6.7	5.3
COD [mg/l]	740 - 13600	5800
BOD ₅ [mg/l]	470 - 8510	3620
COD / BOD ₅	1.40 - 2.01	1.63
total N [mg/l]	11 - 311	82
P ₂ O ₅ [mg/l]	2.3 - 133.3	27.1
K ₂ O [mg/l]	380 - 2240	930
Cd [ug/l]	<0.2 - 7.1	1.8
Cr [mg/l]	0.01 - 0.06	0.03
Cu [mg/l]	0.06 - 1.48	0.50
Fe [mg/l]	1.05 - 2.12	1.41
Mn [mg/l]	0.13 - 0.39	0.20
Ni [mg/l]	0.05 - 0.12	0.07
Pb [mg/l]	0.02 - 0.34	0.12
Zn [mg/l]	0.28 - 1.56	1.15

The convenient relation of COD/BOD₅ (1.4-2) indicates a high likelihood of aerobic microbiologic decomposition of winery wastewater; i.e., under normal conditions, wastewater spread on land should be respired completely inside the aerobic soil area. However, fertilisation effects of winery wastewater are low, the NPK-demand of an agricultural area could be attained only by extremely high wastewater amounts (> 10000 hl/ha). To calculate fertilisation amounts, the wastewater has to be analysed each time because of the fluctuation in nutrients content.

The concentrations of heavy metals in the analysed wastewater are harmless for land disposal, an increase in heavy metals in soil by wastewater irrigation can be excluded.

Soil analysis

The investigation of soil from agricultural areas irrigated with wastewater in comparison to non-irrigated areas does not indicate an increase or mobilisation of heavy metals caused by acid wastewater. Soil-pH doesn't change, acid components are buffered in soil, element concentrations in calciumchloride extraction of the soil are not dependent on wastewater irrigation. The elements Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Zn are used as parameters for the analysis.

In the upper soil stratum (0-30 cm) a slight increase in mineral nitrogen is determined. This may be due to the direct input of nitrogen from the wastewater and on the other hand by the increase in micro-organism activity that may result in a stronger mineralisation of organic bound nitrogen. In comparison to climate-induced mineralisation processes or inorganic fertilising however, this effect can be neglected.

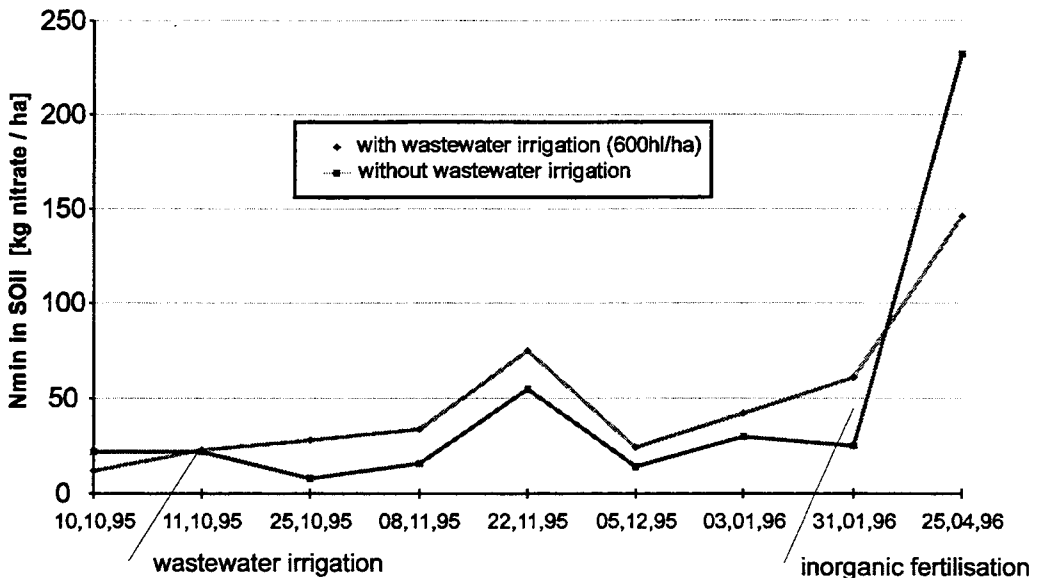


Fig. 2 mineralised nitrogen in soil, influence of wastewater irrigation and inorganic fertilisation (soil stratum 0-30 cm)

Lysimeter experiments

Lysimeter experiments with wastewater amounts up to 600 hl/ha show no effects in the percolate parameters analysed (pH, COD, TOC, nitrate, nitrite, Ca, Cd, Cu, Mn, Ni, Pb, Zn). This may be an indication of a complete decomposition or buffering of the winery wastewater. At the moment, experiments with wastewater amounts up to 3000 hl/ha are being conducted. Up to now, no percolate effects have been detected, however, the investigations have not yet been completed.

Biological impairments

The examined winery wastewater has a toxic effect on the test organism *Daphnia magna* in concentration ranges between 16 % and 100 %. A main reason for toxicity is the high amount of oxygen required for the aerobic decomposition of the organic components. In toxic concentrations, the oxygen concentration after 24 h testing time decreased to less than 1 mgO₂/l, which is not enough for Daphnids to survive. In comparison, wastewater with high organic pollution rate is more toxic (lower concentrations are toxic) than with lower organic pollution levels. Precipitation causing run off processes cannot produce any toxic concentrations of wastewater in related waters. If land disposal is done expertly, impairments of the quality of related waters can be excluded.

Laboratory research to the substrate-induced respiration of soil shows an increase in the soil micro-organism activity by wastewater application after an adaptation phase of some hours. One month after the wastewater application no correlation between micro-organism activity and wastewater amount is detectable.

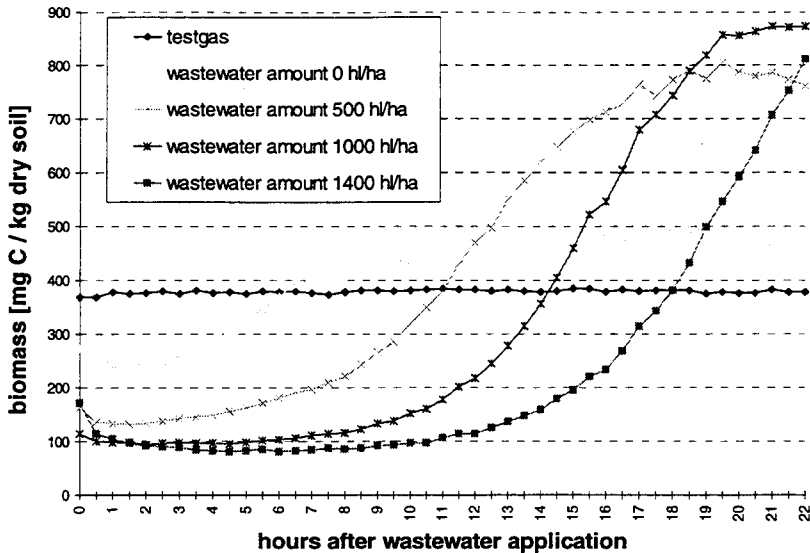


Fig. 3 microbiological biomass of soil, influence of wastewater application

Detergents

The assessment of the ecotoxicology of detergents used in wineries has so far been an unsolved problem. Substances of different classes are combined in commercially available preparations whose fate in soil is neither known as single substance nor as combination. Only a few substances can be regarded as harmless in soil without intensive research. These substances are summed up in a "positive list" of substances and preparations. Wineries practising distribution of their wastewater must exclusively use these detergents. The risks of substances such as complexing agents, chlorine and tenside containing agents cannot be assessed, therefore, they are not allowed for use in wastewater irrigating wineries.

Definition of maximum admissible quantity

In laboratory experiments with microlysimeters (sieved soil), the floor drain of winery wastewater is simulated under "worst-case" conditions. A sandy soil with lack of microbiotic biomass and without vegetation is treated with winery wastewater and permanently irrigated with water. In waste water amounts up to 500 hl/ha no effects in the percolate are measured. Higher amounts result in an increase in the percolate TOC because of the incomplete aerobic degradation of the organic components at the chosen conditions. In reality, such conditions are seldom reached (worst-case-scenario).

At least up to 500 hl/ha, distribution of pure winery wastewater on land is harmless from an ecotoxic point of view.

Tab .2 "Positive list of detergents"

substance	ecological relevance
I lyes: sodium hydroxide, potassium hydroxide, carbonates	Alkaline solutions reinforce the repulsion force between the pollutant and the cleaning object, resulting in a faster peeling off. The fruit acids of winery waste water lead to a neutralisation of the alkaline solution.
II acids: phosphoric acid, nitric acid, sulphuric acid, acetic acid, citric acid, formic acid	Acids are used in cleansing agents to remove mineral deposits such as tartar and chalk. During the cleaning reaction, the acids are neutralised. Excessive amounts of inorganic acids are used by plants as nutrients, organic acids are easily microbiologically decomposed to carbon dioxide and water.
III peroxides: peroxiacetic acid, hydrogenperoxide, sodium perborate	Peroxides are oxidants producing active oxygen. In wastewater, they decay completely into water, oxygen, acetic acid and borate (a plant nutrient).
IV alcohol: methanol, ethanol, propanol, isopropanol	Alcohols act as dissolving intermediaries between organic waste and water. Their aerobic decomposition to carbon dioxide and water is a fast, uncomplicated process.

Conclusions

In 1994, in a research program of the government of Rhineland-Palatinate the practicability and economic efficiency of the distribution of winery wastewater on land was examined and verified. Being a governments institution, the SLFA-Neustadt is currently in charge of the investigations on ecotoxicology.

The results obtained so far show no indications of ecological harm. Pollutants in winery wastewater as well as investigations on mobilisation of heavy metals and on potential ground water entries yield no negative results.

If land disposal of wastewater is done expertly, impairments of the quality of related waters can be excluded.

In laboratory experiments under "worst- case" conditions, the maximum admissible quantity of winery wastewater is defined as 500 hl/ha. No negative effects are recognised up to this wastewater amount.

Wineries practising land disposal of their wastewater may only use the detergents in the "positive list", which are harmless for distribution on land.

The fertilising capacity of winery wastewater is very low, nutrient demands of agricultural areas can only be satisfied to a few percent by winery waste water.

Distribution of winery waste water is an alternative disposal method considering the frequent overloads of communal purification plants in wine growing regions during the fall-winter-period. It can be a meaningful ecological alternative especially for small businesses and for wineries without bottling that don't generate huge amounts of wastewater while producing wastewater with high organic pollutant levels.

References

paper reference:

MUELLER D.H. (1994) Lohnt sich die landbauliche Verwertung? *Das Deutsche Weinmagazin*, Vol. 32, p. 11-14

MUELLER D.H., (1997) Le traitement des effluents vinicoles en Allemagne, en citant l'exemple de la Rhénanie-Palatinat. *Revue Française d'Oenologie*, N° 163, p. 33-36

MUELLER D.H., HEIL M. (1997) Weinbauabwasser Wohin damit? *Das Deutsche Weinmagazin*, Vol. 19, p. 22-26

MUELLER D.H., (1996) Verwerten statt Entsorgen! *Der Deutsche Weinbau* Vol. 21, p 22-25

book reference:

DIN 38412 L30 (1989) Deutsche Norm, Bestimmung der nicht akut giftigen Wirkung von Abwasser gegenüber Daphnien über Verdünnungsstufen L30

MICHEL H., KRIENKE C. (1995) Gutachten: Praxisversuche zur landbaulichen Verwertung von Weinbauabwässern im Herbst 1994; SLVA Oppenheim; 61 p.

MUELLER P. SCHAUM R. (1986) Gutachten: Umweltverträglichkeit von Weinbauabwässern; Institut für Biogeographie der Universität des Saarlandes 39 p.

conference reference:

WEINBAU-ABWASSER-SYMPOSIUM, (1996) Flonheim, 29-30 august 1996

SESSION 4

Traitements physico-chimiques
Physico-Chemical treatments



Nouveau procédé de traitement d'effluents vinicoles par fractionnement des constituants et thermo-concentration

New treatment of the winery wastewaters by a combined process of distillation-concentration

A. Bories¹, F. Conesa^{1,2}, A. Boutolleau², J.L. Peureux³, P. Tharrault³

¹ INRA, Biotransformation des Dérivés Agro-industriels
Pech rouge, F-11430 Gruissan
Tel : 04 68 49 44 06, fax : 04 68 49 44 02
e.mail : bories@ensam.inra.fr

² IMECA DELLA TOFFOLA
F-34800 Clermont l'Hérault

³ EDF, Direction des Etudes et Recherche
Les Renardières, F-77250 Moret sur Loing

Résumé – L'analyse détaillée des effluents vinicoles montre que la charge polluante organique dissoute est systématiquement due à l'éthanol, (ou momentanément au glucose et fructose) pour près de 90 % de la DCO. Cela souligne leur grande spécificité et conduit à proposer un traitement adapté. Le fractionnement par distillation combiné à la concentration thermique (procédé ECCF*) permet de séparer 3 fractions : eau, et co-produits valorisables : alcool, concentré. En un seul étage, les performances d'épuration sont remarquables : DCO résiduelle : 65–241 mgO₂/l, taux d'élimination en DCO : 98–99,6 %. Le procédé a été validé à échelle semi-industrielle (débit 150 l/h). Grâce à la CMV, technique énergétiquement très performante (15-20 kWh/m³), la compétitivité économique du procédé de fractionnement est mise en évidence par rapport aux procédés d'épuration biologique.

Abstract – *The fine analysis of the winery wastewaters reveals that the organic load is systematically imputed to the ethanol (or momentarily glucose and fructose) for about 90 % of the COD. These data emphasize the high specificity of this wastewaters and induce to suggest a new treatment and a more suitable approach. The distillation combined with thermal concentration ("process ECCF*"), allows to separate the winery wastewaters into 3 fractions : purified water, and by-products for recovery , alcohol, concentrate. With a single step, outstanding performances are obtained : very low residual COD (65-241 mgO₂/l), and high purification yield (98 –99,6%), which allow direct disposal or re-use. Scaling-up of the process has been carried out (flow 150 l/h). Thanks to an energetically efficient technology : the MCV (15-20 kWh/m³), the ECCF* process seems very competitive to the biological treatments.*

Mots clés : distillation, concentration, CMV, éthanol, épuration, valorisation , composition

Keywords : distillation, concentration, MCV, ethanol, purification, recovery, composition

Introduction

L'évaluation de la charge et du flux polluant des effluents vinicoles fait l'objet de travaux depuis de nombreuses années (MOURGUES et MAUGENET, 1972, MAUGENET 1978) et plus particulièrement dans ces dernières années (ROCHARD 1993, RACAULT et LENOIR 1994). Cependant, les critères habituels d'évaluation de la charge polluante : DCO, DBO, ..., ne permettent pas d'apprécier la nature même de la charge polluante. La méconnaissance de la composition des effluents et l'usage de paramètres globaux tendent à faire assimiler la charge polluante des effluents vinicoles à celle de tout effluent industriel voire domestique. De ce fait, les solutions de traitement proposées pour les effluents vinicoles sont inspirées des méthodes générales de traitement ou d'épuration des eaux résiduaires, avec parfois quelques adaptations liées au rythme de l'activité vinicole : épandage (TOURNIER 1992, LAURENS 1996), évaporation naturelle ou forcée, stockage aéré (PLUCHARD 1992, ROCHARD 1993), lagunage aéré, boues activées (FORGEAT et al. 1992, RACAULT 1998), méthanisation (BORIES 1992 a,b, BORIES et MOULON 1994, 95). L'adéquation entre les caractéristiques spécifiques des effluents vinicoles et les procédés proposés est difficile, d'où la multiplication de systèmes pour tenter de répondre à la problématique.

Les solutions traditionnelles d'épuration ayant été envisagées, il convenait d'aborder la problématique sous un nouvel angle en vue de proposer des solutions mieux adaptées.

En premier lieu, c'est vers la connaissance de la composition détaillée des effluents vinicoles que nos travaux ont été orientés. La prise en compte de la nature des matières mises en œuvre dans la filière (vins, moûts) indique que l'éthanol ou les sucres sont les constituants organiques majeurs. Ainsi, la DCO d'un vin à 12 % d'alcool est d'environ 210 g O₂/l et celle d'un moût correspondant (224 g/l en sucres) environ 240 g O₂/l. L'éthanol et les sucres représentent respectivement 93 et 98 % de la DCO du vin ou du moût. La présence majoritaire de l'éthanol et/ou des sucres dans la charge polluante des effluents vinicoles est donc attendue. Afin de confirmer cette hypothèse et de préciser la composition organique des effluents, une campagne de prélèvements et d'analyses détaillées des effluents a été menée auprès de plusieurs caves vinicoles du Languedoc-Roussillon, depuis les vendanges et jusqu'aux soutirages.

La présence d'éthanol comme responsable principal de la charge polluante nous a conduit à examiner les solutions les plus adaptées à son élimination, voire à sa récupération, par séparation/extraction. Parmi les différentes techniques de séparation de l'éthanol considérées, le fractionnement par distillation combiné à la concentration par évaporation a été retenu pour sa faisabilité technico-économique actuelle, compatible avec la problématique du traitement d'effluents. Les sucres éventuellement présents peuvent être préalablement convertis en éthanol par fermentation alcoolique.

L'expérimentation pilote et la validation semi-industrielle du procédé d'Evapo-Concentration à Condensation Fractionnée (ECCF*), ont été menées en vue d'établir les performances du traitement, son intégration dans la filière vinicole, et d'examiner les aspects économiques.

Matériels et méthodes

1- Matériel

■ Matériel pilote halle expérimentale (INRA) :

- **Fractionnement-Concentration** : Pilote de fractionnement sous vide partiel de 70 à 95 mbars, chauffé par micro-ondes (effluent chauffé à 40-45° C), de capacité utile 40 litres, et débit 9 l/h.
- **Fermentation alcoolique des effluents** : Fermenteurs 1 litre, à température ambiante (25° C), en condition anaérobie, pH non régulé (pHi = 4-4,5), levurage par LSA (0,20 g/l).

■ Matériel pilote semi-industriel :

- **Fractionnement-Concentration** : Prototype semi-industriel constitué d'une colonne de fractionnement et d'un évaporateur à flot descendant et à pression atmosphérique. Le débit d'effluent appliqué est de 150-200 l/h, l'énergie étant apportée par une partie électricité et une partie vapeur.
- **Fermentation alcoolique des effluents** : Fermentation sur des volumes de 5 à 25 hl, stockés en cuves, à température ambiante (25° C), pH non régulé, sans agitation, levurage LSA (5 à 15 g/hl), et complémentation en éléments nutritifs (N, P).

2- Méthodologie

■ Essais pilote halle expérimentale (INRA) :

Les essais de fermentation, puis de fractionnement-concentration ont été menés sur des effluents vinicoles prélevés dans différentes caves coopératives du Languedoc-Roussillon au cours de la campagne 1996/97 (début à fin de vendanges + périodes de soutirages), stockés à -20° C.

■ Essais semi-industriels :

Essais menés sur site industriel et sur différents effluents issus de l'activité du chai (lavages de filtres, cuveries).

3- Analyses

Les dosages de composés organiques (éthanol, glycérol, acides organiques, sucres,...) ont été réalisés par HPLC (colonne Aminex HPX 87H) sur chaîne Waters à détection réfractométrique, injecteur automatique et traitement des données par Millennium, et sont complétés par des dosages selon des méthodes officielles, notamment pour l'éthanol (méthode distillation et densimètre électronique, OIV). La DCO est mesurée selon la méthode normalisée AFNOR.

Résultats et discussion

1- Caractérisation des effluents

Les analyses détaillées des effluents de 5 importantes caves du Languedoc-Roussillon (Arzens, Coursan, Narbonne, Nissan les Ensérunes, Routier) montrent que l'éthanol et/ou les sucres sont systématiquement les constituants organiques principaux (tabl 1). L'éthanol

est présent depuis la vinification jusqu'au soutirage et atteint des concentrations élevées : 9,3 g/l, voire plus, soit plus de 1 % vol/vol (° d'alcool) dans les effluents. Le glucose et le fructose sont observés seulement pendant le traitement du raisin et du moût, à des teneurs identiques, atteignant 6 g/l et plus selon les effluents. A côté de l'éthanol ou des sucres, les constituants secondaires identifiés dans les effluents sont les acides tartrique (<1,7 g/l), malique et /ou lactique, le glycérol (< 0,7 g/l) et l'acide succinique (< 0,3g/l) selon le degré de fermentation, et l'acide acétique (48 à 387 mg/l).

Tableau 1: Composition des effluents vinicoles

Période de prélèvement	(1) Début vendanges	(2) Milieu vendanges	(3) Vinification 18-10	(4) Soutirage 11-02
pH	4,2	4,5	4,7	4,6
DCO (gO2/l)	10	32,75	6,67	18,01
Ethanol (g/l)	0,091	9,33	2,8	8,39
Glucose (g/l)	4,45	6,13	0,118	<0,030
Fructose (g/l)	4,46	6,4	0,208	0,045
Glycérol (mg/l)	32	603	180	713
Ac. acétique (mg/l)	48	170	49	387
Ac tartrique (mg/l)	942	561	246	1724
Ac. succinique (mg/l)	45	37	15	287

L'examen de la répartition de la DCO montre que l'éthanol et/ou les sucres sont dans tous les cas responsables de 93 à 98 % de la DCO des divers constituants identifiés, et que les autres composés ne constituent qu'une très faible proportion (1 à 7 %) (fig. 1). La quasi totalité de la charge polluante organique dissoute des effluents vinicoles peut donc être attribuée à moins de 10 composés, et un seul : l'éthanol (ou ponctuellement les sucres) en représente la majeure part (# 90 %).

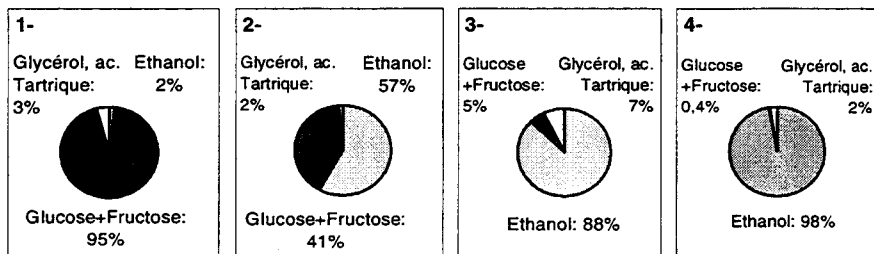


Figure 1: Part des constituants dans la charge polluante des effluents vinicoles

2- Fractionnement-concentration des effluents vinicoles

D'après leur composition, les effluents vinicoles sont schématiquement assimilables, au plan de la nature de la charge polluante, à une solution hydro-alcoolique contenant momentanément des sucres. Un procédé de traitement par fractionnement des constituants basé sur la séparation de l'éthanol et des produits secondaires par distillation combinée à une thermo-concentration a été expérimenté en pilote puis validé à échelle semi-industrielle. La transformation préalable en alcool des sucres éventuellement présents, est également examinée.

■ fermentation alcoolique des effluents vinicoles :

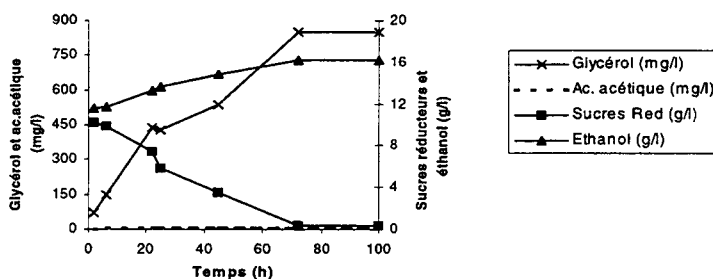


Figure 2 : Cinétique fermentaire d'un effluent vinicole

L'exemple d'une cinétique fermentaire d'un effluent contenant initialement 10,3 g/l de sucres réducteurs et 11,6 g/l d'éthanol montre que les sucres sont totalement fermentés en éthanol, avec un rendement de 0,4 g éthanol/g sucre (fig. 2). La production d'éthanol s'accompagne de la formation de glycérol (0,8 g/l). On n'observe pas de déviation fermentaire vers l'acide acétique par exemple.

La fermentation alcoolique des effluents vinicoles se caractérise par des conditions de fermentation différentes des conditions œnologiques : faibles teneurs en sucres et en éthanol, pH variable. Contrairement à la fermentation des moûts, celle des effluents n'est pas soumise aux effets inhibiteurs notamment de l'éthanol, et se déroule dans des conditions favorables.

■ fractionnement des effluents à échelle pilote (halle expérimentale) :

Tableau 2 : Répartition de l'éthanol et de la DCO dans les condensats au cours du fractionnement en discontinu d'un effluent vinicole

Fractions (N°)	Volumes (ml)	Ethanol (g/l)	DCO	
			(g/l)	(%)
1	263	561	1169	81,2
2	935	100	208	14,5
3	1083	21,9	38	2,7
4	1870	10,5	19	1,3
5	5000	1,2	2	0,2
6	5000	0,82	2	0,13
7	9350	< 0,0082	0,29	0,02
8	5000	< 0,0082	0,29	0,02
9	4800	< 0,0082	0,29	0,02

L'étude du fractionnement par distillation-concentration pilote en discontinu (35 l) d'un effluent contenant 9,4 g/l d'éthanol et de DCO : 24,7 g O₂/l, montre que l'éthanol est extrait en premier (96 % de l'éthanol recueillis dans les 3 premiers % du volume de condensat), et que les condensats ultérieurs, correspondant à la phase de concentration, sont totalement désalcoolisés (tabl 2). Les fractions désalcoolisées du condensat ont une DCO résiduelle très faible : 290 mg O₂/l, ce qui représente un taux d'élimination de 98,8 %. A ce stade, la DCO résiduelle des condensats est due aux autres composés volatils des effluents.

■ Performances et bilan du fractionnement à échelle semi-industrielle :

Le fractionnement en continu des effluents (débit 150-200 l/h, lots jusqu'à 3500 l) fournit des résultats représentatifs du procédé, encore plus favorables du fait de l'effet d'échelle (faible volume mort, stabilité du fonctionnement continu, régulation,...). Pour des effluents industriels de DCO : 10 à 55 g O₂/l, les condensats (rejet) présentent une DCO comprise entre 65 et 241 mg O₂/l, et le bilan massique indique un rendement d'élimination de 98,4 à 99,6 % (tabl 3).

Tableau 3 : Performances du fractionnement d'effluents traités à échelle semi-industrielle

	DCO initiale (mg/l)	DCO finale (mg/l)	Rendement massique (%)
Effluent 1	30 000	241	98,4
Effluent 2	12 000	90	98,5
Effluent 3	10 480	65	98,8
Effluent 4	55 200	120	99,6

Le bilan du fractionnement des effluents en volumes et matières est indiqué à la figure 4.

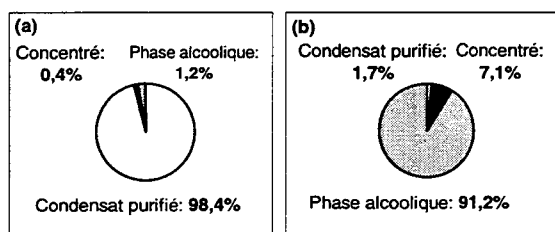


Figure 4 : Répartition en volume (a) (% du volume initial) et charge (b) (% de la DCO totale) des différentes fractions issues du traitement par ECCF*

La phase alcoolique, obtenue à une concentration de 35 % (vol/vol) ou plus selon les conditions de la distillation fixées, ne représente en volume qu'environ 1,2 % des effluents et contient 91 % de la DCO initiale.

La phase concentrée (0,4 % en volume de l'effluent pour une teneur en Matières Sèches de 30 à 40 %) est constituée par les composés non volatils des effluents ; elle est riche en acide tartrique (50-80 g/kg concentré humide), en glycérol (30-50 g/kg) et sa composition générale s'apparente à celle d'une vinasse concentrée.

Les condensats (rejet) représentent en volume la plus grande fraction : # 98 % (hors vapeur exogène utilisée pour le fractionnement). Leur composition est caractérisée par l'absence de matières minérales, de couleur, de germes microbiens, de matières en suspension, de matières azotées ou phosphorées, de matières organiques complexes, autant de facteurs qui témoignent de la très haute qualité de l'eau résiduelle issue du traitement par fractionnement.

■ **Aspects technico-économiques :**

La spécificité du traitement des effluents vinicoles par fractionnement est de conserver les constituants intacts et d'assurer leur séparation en trois fractions susceptibles de valorisations ultérieures, comme le montre la figure 5.

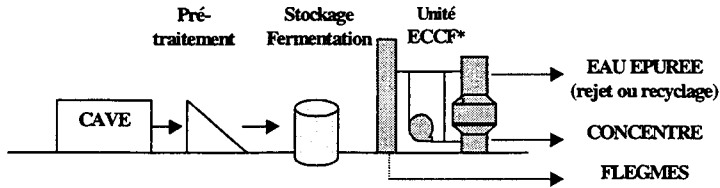


Figure 5 : Filière de traitement par fractionnement selon le procédé ECCF*

L'eau résiduelle (condensat), grâce à son degré de purification élevé, peut être soit réutilisée, soit rejetée directement en milieu récepteur puisqu'elle satisfait au seuil fixé par la réglementation: DCO < 300 mg/l (loi sur l'Eau, 1993). Compte tenu des volumes d'eau utilisés en milieu vinicole : 0,5-1 hl d'eau/hl vin, soit quelques milliers à une dizaine de milliers de m³/ an pour les établissements de grandes capacités, et de son prix de plus en plus élevé, la valorisation de l'eau devient un enjeu des prochaines années.

La quantité d'éthanol potentiellement récupérable dans les effluents vinicoles représente 1 à 1,5 % par rapport à la production en vin exprimée en alcool pur, soit par exemple, pour une cave produisant 70 000 hl vin, l'équivalent de 115 hl d'alcool pur. La phase alcoolique (flegmes) peut être valorisée en alcool.

La phase concentrée est un co-produit valorisable en distillerie par extraction de tartrate de calcium selon le processus utilisé pour les vinasses, ou utilisable en compostage en mélange avec des matières végétales et co-produits de distilleries (marcs, levures de lies, ...). Les faibles teneurs en métaux lourds dans le concentré : Cd : 1 mg/kg MS, Cu : 126, Hg : 1, Ni : 13, Pb : 6, Se : 1, Zn : 126, sont de 8 à 100 fois inférieures aux teneurs tolérées dans les boues d'épuration, et son épandage peut être envisagé dans les mêmes conditions que celles des vinasses de distilleries.

Les progrès considérables enregistrés sur les techniques de concentration grâce à la compression mécanique de vapeur (CMV) se traduisent par des consommations extrêmement réduites en énergie : 15-20 kWh/Tonne d'eau évaporée (GAUTHIER et PEUREUX, 1996). Cela positionne très favorablement les voies physiques (thermiques) de traitement des effluents, compétitivement à la voie biologique aérobie qui nécessite de 0,8 à 1,3 kWh/kg DCO selon le mode de conduite du procédé, soit 12 à 19,5 kWh/m³ pour un effluent à 15 g O₂/l. En épuration biologique d'effluent d'IAA en bioréacteur à membrane (DCO : 5 g/l) une consommation de 20 kWh/m³ est reportée (NOVELEC, 1997). Le besoin en vapeur pour le fractionnement de l'éthanol est de 60-80 kg vapeur/m³. Le coût prévisionnel de la consommation d'énergie (électricité et vapeur) pour le traitement par fractionnement est évalué entre 9-12 F/m³ d'effluent traité. L'énergie est le principal consommable du procédé qui ne nécessite que très peu de réactifs (nettoyage) et ne produit pas de boues. Les frais d'exploitation s'avèrent tout à fait concurrentiels des traitements biologiques, pour un niveau d'épuration supérieur. Du fait de ses performances, le procédé ne nécessite pas de traitement complémentaire ou de finition, ce qui le rend encore plus compétitif tant au niveau des coûts d'exploitation que de l'investissement. La valorisation des divers co-produits (fractions eau, alcool, concentré) peut contribuer en outre à diminuer notablement les coûts du traitement et c'est là encore une spécificité de ce procédé.

Conclusion

L'étude de la composition détaillée des effluents viticoles souligne leur grande spécificité par rapport aux effluents agro-alimentaires et industriels notamment par la nature et proportion des composés organiques, et éclaire sous un nouvel angle la problématique du traitement, ce que l'usage de critères globaux (DCO,...) n'a pas permis jusqu'ici.

Ainsi, il est montré, pour la première fois, que la charge polluante organique dissoute des effluents viticoles est systématiquement due, pour près de 90 % de la DCO, à un seul composé : l'éthanol, ou momentanément aux sucres. Ils ont une composition à l'image de celle des matières mises en œuvre (vin, moût).

La mise en évidence de la présence majoritaire d'éthanol et/ou de sucres dans les effluents a conduit à proposer une solution originale de traitement particulièrement adaptée à la nature de l'effluent mais aussi de l'activité viticole. Le fractionnement par distillation combinée à la concentration a montré tant à l'échelle pilote qu'au stade semi-industriel des performances de traitement remarquables et des perspectives de valorisation des co-produits.

La fermentation alcoolique préalable des sucres éventuellement présents dans les effluents s'effectue dans des conditions favorables dues à l'absence d'inhibition par l'éthanol, d'où sa faisabilité aisée au niveau de la réception et du stockage tampon des effluents.

En un seul étage de traitement, le rejet (condensat) présente une très faible DCO (65 – 241 mgO₂/l) pour un effluent initial très chargé (10 à 55 gO₂/l), soit un taux d'élimination particulièrement élevé (98 à 99 %), ce qui est compatible avec un rejet direct en milieu récepteur sans aucun autre traitement. Son haut niveau de purification (eau déminéralisée, incolore, stérile,...), permet d'envisager aussi sa réutilisation (valorisation de l'eau).

Le fractionnement des effluents viticoles par distillation-concentration conduit à deux co-produits : alcool, concentré, utilisables et valorisables dans la filière viticole (distilleries).

Le fractionnement des effluents par le procédé d'Evapo-Concentration à Condensation Fractionnée (procédé ECCF*) s'appuie sur des techniques performantes de séparation et de concentration, éprouvées et validées en industries depuis longtemps. Grâce à la très faible consommation d'énergie de la CMV, la compétitivité énergétique et économique du fractionnement est mise en évidence par rapport aux voies traditionnelles d'épuration biologique.

Outre les avantages liés aux performances de traitement et à sa compétitivité économique, le procédé physique de fractionnement par distillation-concentration, s'avère particulièrement adapté à l'activité saisonnière viticole : mise en route immédiate à pleine capacité (dès le premier jour d'activité), insensibilité aux variations de la charge de l'effluent, modularité du fonctionnement hors période d'activité maximale (arrêts et redémarrages instantanés en fonction de la production des effluents), fiabilité de conduite du processus, compacité de l'installation, technologie moderne propre (pas d'odeurs).

Le procédé de fractionnement s'inscrit comme une nouvelle génération de traitements alliant les très hautes performances d'épuration à la compétitivité économique, capables de répondre aux exigences des années à venir.

Références bibliographiques

BORIES A., (1992)-a- Epuration des effluents vinicoles par voies biologiques. In : *3èmes Entretiens d'Agropolis*, Montpellier, 7 Octobre, 6 p.

BORIES A., (1992)-b- Epuration biologique : l'héritage industriel. *Viti*, Mars, p. 55-56

BORIES A., MOULON F., (1994) Traitement des effluents vinicoles en filtre anaérobie à support lignocellulosique. In : *Congrès International Traitement des effluents vinicoles*, Narbonne-Epernay, 20-24 Juin, 9 p.

BORIES A., MOULON F., (1995) Traitement des effluents vinicoles en filtre anaérobie à support lignocellulosique (rafle de marc). *Revue Française d'œnologie*. n° 152, p. 35-37

FORGEAT J.C., JACQUART J.C, TROUSSEAU M., (1992) Analyse des techniques d'épuration applicables à la profession vinicole. *Revue des Œnologues*, n° 61, p. 45-48

GAUTHIER A., PEUREUX J.L., (1996) Concentration des liquides dans les unités de petites capacités. *Les cahiers de l'ingénierie*, EDF, n° 60, p. 14-22

MAUGENET J., (1978) Les eaux résiduaires dans les industries viti-vinicoles, leur origine et les possibilités de traitement. *Revue française d'œnologie*, n° 71, p. 23-29

LAURENS N., 1996 Traitement des effluents vinicoles par épandage ou évaporation. *Journée Technique : Les caves vinicoles*, Agence de l'eau RMC, Avignon, 14 Novembre, 2 p

MOURGUES J., MAUGENET J., (1972) Les eaux résiduaires des caves de vinification. *Ind. Alim. Agric.*, n° 3, p. 261-273

NOVELEC, (1997) Epuration des eaux par bioréacteur à membranes. *Les Cahiers de l'Innovation*, Juillet-Août, 2 p

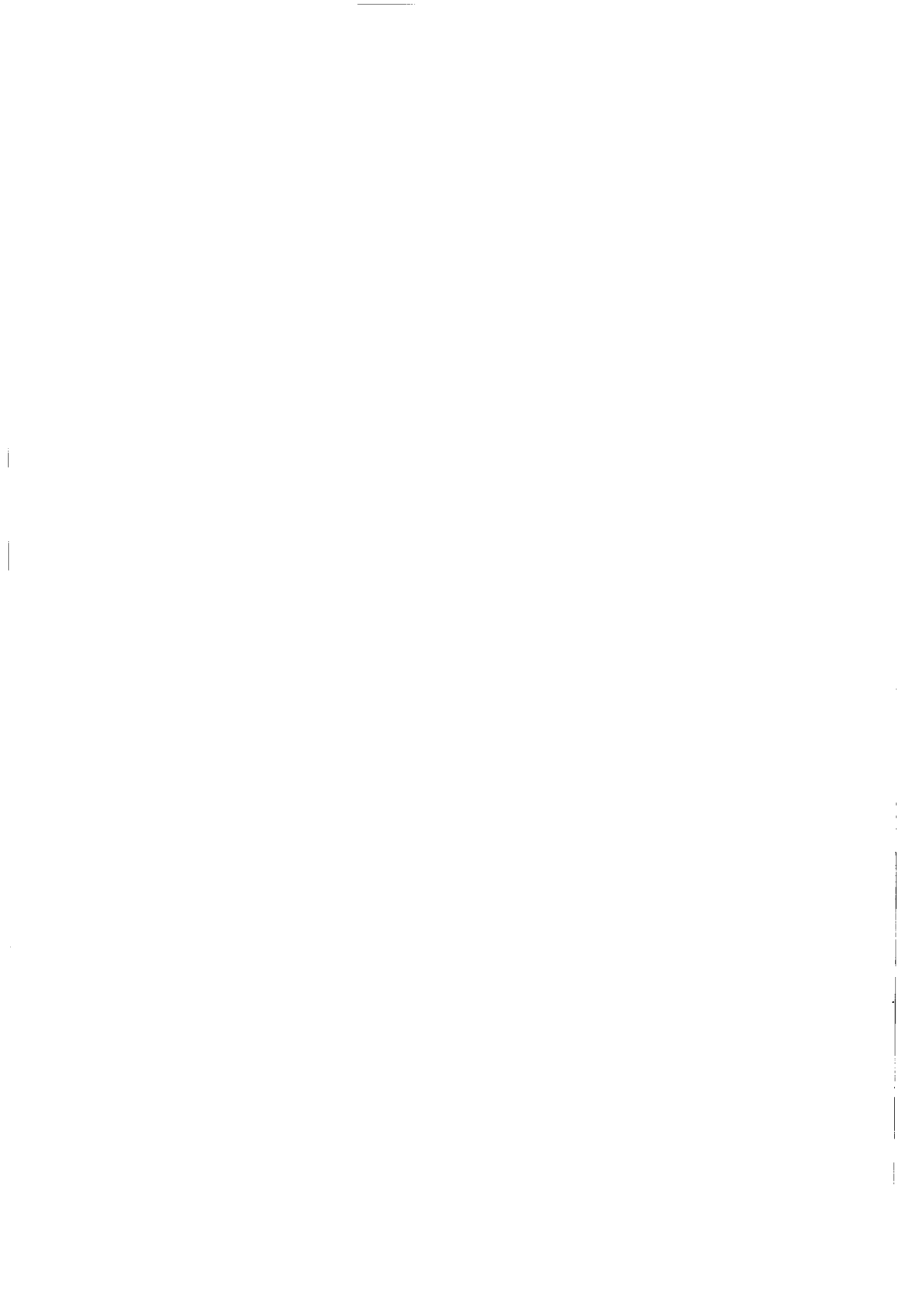
PLUCHARD D., (1992) Stockage Aéré : une percée en Champagne. *Viti.*, Mars, p. 53-54

RACAULT Y., LENOIR A., (1994) Evolution des charges polluantes de deux caves vinicoles du Sud-Ouest de la France sur un cycle annuel. In : *Congrès International Traitement des effluents vinicoles*, Narbonne - Epernay, 20-24 Juin, p. 37-43

RACAULT Y., (1998) Les procédés de traitement biologiques aérobies applicables aux effluents vinicoles. In : *Journée Technique Traitement des Effluents vinicoles*, Agence de l'Eau Adour Garonne, Senouillac, 15 janvier, 7 p

ROCHARD J., (1993) Prise en compte des aspects liés à l'environnement au cours de l'élaboration des vins. In : *La gestion des effluents vinicoles*. Association Française de Génie Rural, Montpellier, 25 Novembre, 9 p

TOURNIER R., (1992) Cave de Razès : le succès de l'épandage. *Viti*, Mars, p. 49-50



Utilisation du permanganate de potassium pour le traitement des effluents de caves vinicoles

Potassium permanganate (KMnO₄) - Application in the treatment of wastewaters from wine cellars

J.M. Medialdea, S. Garcia, B. Fernandez, M.C. Arnaiz, S. Anton, E. Escot, I. Garcia, J. Lebrato (Espagne)

Wastewater Treatment Research Group, Technical College, The University of Sevilla
c/Virgen de Africa 7, Sevilla 41011 (Spain)

Résumé - Un des effluents le plus polluant de l'industrie agroalimentaire est celui constitué des rejets liquides provenant de l'industrie vinicole. L'application du KMnO₄ dans le traitement de ces rejets constitue une première tentative d'utilisation de cet oxydant dans l'industrie, afin de réduire la charge polluante des effluents difficiles à épurer.

Cette étude montre les résultats de l'application du KMnO₄ dans le traitement des eaux résiduaires provenant des installations de mise en bouteilles des Caves Domecq (Jerez de la Frontera, Cadiz).

Les eaux rejetées dans le réseau d'assainissement de la zone de mise en bouteilles, ont une valeur initiale en DCO (Demande Chimique en Oxygène) d'environ 1.900 ppm et des valeurs de pH comprises entre 4 et 7. Le KMnO₄ est mélangé avec le rejet dans un bassin d'homogénéisation situé dans la zone de récupération d'eau froide, et le dosage d'oxydant est contrôlé à l'aide d'une sonde de potentiel redox installée à l'intérieur du bassin. Etant donné que le KMnO₄ est un oxydant très puissant, il provoque une augmentation de l'état d'oxydation de l'eau et donc, une variation du potentiel redox (E_o). Cette variation est directement liée à l'état d'oxydation de la matière organique de l'eau résiduaire : l'amélioration de la qualité du rejet se traduit par une augmentation de l'état d'oxydation.

Ainsi, pendant le remplissage, l'addition de l'oxydant est contrôlée avec la valeur de potentiel dans le bassin. Une fois atteinte une valeur donnée, inférieure à 1.000 ppm en DCO, on considère que l'eau est épurée et qu'elle peut être rejetée dans le réseau d'assainissement.

Le traitement de l'eau résiduaire de la zone de mise en bouteilles, effectué avec une dose de 202 kg KMnO₄ par tonne de matière organique, donne lieu à 68 % de réduction de matière organique (exprimée en DCO). Ainsi, l'effluent de sortie présente une valeur en DCO inférieure à 1.000 ppm (limite admise par les normes en vigueur).

L'application du KMnO₄ dans le traitement des eaux résiduaires provenant de la mise en bouteilles du vin, constitue une méthode d'épuration efficace et économique. Le contrôle rapide et précis du dosage de l'oxydant avec une sonde de potentiel redox, représente un instrument technologique facile à utiliser pour le dimensionnement et fonctionnement des équipements nécessaires pour l'application industrielle de cet oxydant.

Enfin, grâce aux résultats obtenus, il est prévu l'application du KMnO₄ dans le traitement des effluents vinicoles dérivés des processus de fermentation, déliement, classification, bonification et clarification des vins des Caves Domecq.

Abstract - One of the most pollutant residues from the food processing industry is that constituted by the wine cellar wastewaters. The option of controlling its toxicity with potassium permanganate (KMnO₄) means a first attempt of using this oxidizing agent in the treatment of highly pollutant industrial wastewaters.

This study shows the results of potassium permanganate application in the treatment of wastewaters from the Domecq Wine Cellars bottling facilities (Jerez de la Frontera, Cadiz). Initial value of COD (Chemical Oxygen Demand) in wastewaters from wine bottling labour is about 1.900 ppm.. The pH of this medium varies between 4,0 and 7,0 Potassium permanganate is added into a mixing tank, and its dosage is controlled with the help of a ORP (oxidation-reduction-potential or redox potential) sensor installed inside the tank. Potassium permanganate is a strong oxidizing agent, and its addition promotes a marked increase in the wastewater oxidation statc. The redox potential (E_{orp}) of the redue tends to reach a higher value. This variation is directly related to the oxidation state of the organic matter present in the wastewater. When the $KMnO_4$ is added to the medium, the organic matter moves towards a higher oxidation state, its quality being substantially improved. Thus, the oxidizing agent addition is easily controlled through the value of the redox potential exhibited by the wastewater.

The treatment of wine bottling wastewaters with a chemical solution of $KMnO_4$ at a dosage of 202 kg of oxidizing agent per metric ton of organic matter, contributes significantly (68 % reduction) to lowering COD under 1.000 ppm (maximum value allowed by prevailing law). Potassium permanganate can be used successfully for the treatment of wine bottling wastewaters, its application being efficient and cost-effective. Moreover, the $KMnO_4$ dosage control by means of a ORP (redox) sensor is relatively straightforward, and might be an extremely useful tool in the design and performance of the required equipment for the potassium permanganate industrial applications. Finally, and thanks to the described preliminary results, it is expected to apply, in a short term future, this oxidizing agent in the treatment of more highly pollutant wastewaters produced in the Domecq Wine Cellars.

Mots clés : effluents vinicoles, traitement physico-chimique, permanganate de potassium, potentiel redox

Keywords : winery wastewater, physico-chemical treatment, potassium permanganate, redox potential

Production directe d'acide tartrique pur à partir de solutions de détartrage chimique par un procédé de type électrodialyse

Direct production of pure tartaric acid from chemical cleaning solutions by using an electromembrane process

R. Audinos*, Ch. Gerland, J.P. Berthonnet****

* APTM 72, chemin Basso Cambo 31100 TOULOUSE

** Martin Vialatte - 79, avenue Thévenet MAGENTA
BP 1031 51319 EPERNAY Cedex France

Résumé - La généralisation du détartrage chimique pour l'asepsie aisée des cuves de vinification peut conduire à jeter à la rivière une grande partie de la ressource tartrique. Il en résulte, d'une part une perte de matière première grevant le budget du producteur et pénalisant l'utilisateur de produits tartrés, et d'autre part une pollution certaine.

Le procédé électro-membranaire décrit ici pour traiter les solutions obtenues après le détartrage chimique permet de bénéficier des progrès actuels des techniques et de répondre aux contraintes réglementaires. Dans ce procédé, la solution aqueuse basique ayant dissous le dépôt tartrique des cuves de vinification est traitée dans un empilement de type filtre-pressé et d'usage courant dans certains secteurs de l'industrie agro-alimentaire, comportant des membranes échangeuses d'ions et des membranes bipolaires. Sous l'action d'un champ électrique continu a lieu la métathèse (ou réaction de double décomposition) qui permet d'obtenir directement dans des circuits hydrauliques distincts d'une part une solution concentrée d'acide tartrique pur, et d'autre part une solution basique. L'acide tartrique peut être ensuite cristallisé tandis que la solution basique peut être réutilisée.

Ainsi, du point de vue de la pollution le *rejet zéro* est réalisé, alors que du point de vue économique, la rentabilité du procédé est obtenue en conjuguant la production d'acide tartrique pur en solution et la réutilisation de la solution basique.

Abstract - *Chemical cleaning of wine tanks is now more widely used. Then a great part of tartaric acid is wasted. This loss of raw material burden the economic balance of the wine producer, rises the price of tartaric compounds for the user and gives a real pollution.*

The electromembrane process described here for the treatment of solutions issued from the chemical cleaning of tanks uses recent progress in membrane techniques and allows to be in accordance with the regulations. In this process, the aqueous solution obtained by dissolving the tartaric deposits in wine production tanks passes through a stack, of the filter-press type in current use for the agro-food industry, fitted with ion-exchange membranes and bipolar membranes. Under the effect of a continuous direct (low) electric current the metathesis - or double decomposition - occurs. So a concentrated solution of pure tartaric acid and a basic solution are produced in two separate flows.

Then, tartaric acid can be crystallized and the basic solution reprocessed.

From the pollution point of view the zero discharge is a reality.

From an economic point of view, the profit of the process results from both the production of the dissolved pure tartaric acid and the reuse of the basic solution.

Mots clés : acide tartrique, détartrage chimique, procédé électromembranaire

Keywords : tartaric acid, chemical cleaning, electromembrane process

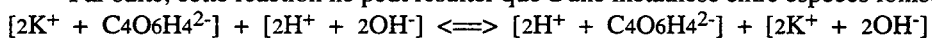
1 - INTRODUCTION : Les procédés traditionnels en usage pour récupérer l'acide tartrique à partir des matières tartreuses sont tous basés sur le principe éprouvé associant les opérations de précipitation et de filtration et reposant sur la chimie plus que centenaire de l'acide tartrique.

Mais la ressource en acide tartrique étant en train de changer par suite de la généralisation du détartrage chimique des cuves, il convient d'utiliser des procédés mieux adaptés, bénéficiant des progrès actuels des techniques et répondant aux réglementations en vigueur ou prévues, notamment dans le domaine de l'environnement.

C'est ce que permettent généralement les techniques à membranes, et dans le cas particulier des effluents tartriques, le procédé électro-membranaire décrit ici.

2 - LES PROCEDES ELECTROMEMBRANAIRES : Par souci de simplification, nous supposerons que la dissolution des sels de l'acide tartrique des cuves par une solution basique conduit à la formation du seul sel potassique, le tartrate neutre de potassium, sel de l'acide 2,3 dihydroxybutanoïque ou acide 2,3 dihydroxysuccinique, dont la formule brute est $K_2C_4O_6H_4$ que nous noterons TK2. A l'heure actuelle, pour effectuer la régénération de l'acide tartrique à partir de son sel, l'électroconversion est la voie qui semble la plus intéressante, car elle permet de réaliser la réaction de double décomposition : $K_2C_4O_6H_4(\text{cristal}) + H_2O(\text{liquide, aqueux, } m = 1) \Rightarrow C_4O_6H_6 + 2KOH(\text{aqueux, } m = 1)$. Mais à la température normalisée de 25° C l'avancement de cette réaction est très faible, et il est patent qu'on ne produit pas la potasse en dissolvant des cristaux de tartrate de potassium.

Par suite, cette réaction ne peut résulter que d'une métathèse entre espèces ionisées



Il s'agit alors d'un équilibre entre ions, dont une répartition différente de l'état initial nécessite la présence d'au moins une membrane perméable à une seule espèce d'ions pour assurer la séparation matérielle des solutions. C'est ce qu'effectuent couramment à la température ambiante les membranes échangeuses d'ions en usage dans divers secteurs industriels, et en particulier dans les industries agro-alimentaires.

Le tartrate de potassium peut être ionisé en le dissolvant dans l'eau.

Dans le cas de l'eau, l'état physique le plus abondant à la température ambiante étant la forme moléculaire, la teneur en ions hydroxyles et en protons n'est que de 10^{-7} mol/l. Il faut donc favoriser l'ionolyse de l'eau. A l'heure actuelle deux possibilités existent pour générer de façon commode les ions à partir de l'eau :

- soit l'électrolyse sur des électrodes, au cours de laquelle les ions sont créés par passage d'un courant électrique ;

- soit l'ionolyse avec des membranes bipolaires, opération où les ions pré-existants sont déplacés par l'action d'un champ électrique constant.

A la différence de ces 2 méthodes physiques, les méthodes chimiques ne fournissent qu'une seule catégorie d'ions, par exemple les protons à partir d'un acide fort.

2 - 1 L'ELECTRO-METATHÈSE : Cette méthode a été proposée pour réaliser à la température ambiante une réaction de double décomposition avec des protons provenant d'un acide fort pour former de l'acide tartrique, comme dans les procédés traditionnels, mais les produits de la réaction se trouvent séparés par des membranes. L'empilement (figure 1) est constitué par l'assemblage de plusieurs motifs élémentaires semblables comportant 2 membranes échangeuses d'anions, mea 1 et mea 2, et deux membranes perméables aux seuls cations, mec 1 et mec 2, définissant 4 compartiments : deux, d1 et d2, cédant les ions, et deux, b1 et b2, recevant les ions répartis de façon différente par rapport à l'état initial.

Le champ électrique est créé par deux électrodes soumises à une différence de potentiel continue et constante. Pratiquement, ce montage ne réalise que la moitié de l'objectif et fournit du sulfate de potassium comme co-produit.

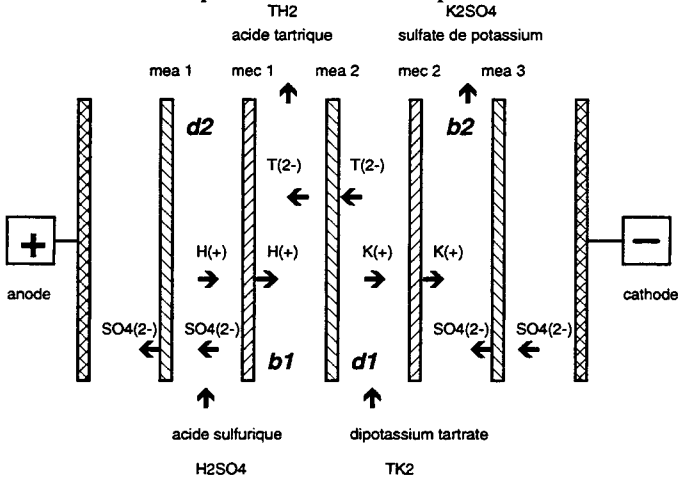


Figure 1

2 - 2 L'ELECTRO-ELECTRODIALYSE (ou ELECTROLYSE A MEMBRANES) : Cette méthode utilise l'électrolyse de l'eau sur des électrodes pour produire les protons et les ions hydroxydes nécessaires à la double décomposition. Elle permet de réaliser l'hydrolyse à la température ambiante du tartrate dans un module à 2 ou 3 compartiments.

Avec le module à 2 compartiments il est possible d'obtenir l'acide pur si la membrane utilisée est une membrane échangeuse d'anions, mea, (figure 2), de la potasse pure si la membrane utilisée est une membrane échangeuse de cations, mec, (figure 3), tandis qu'avec un module à 3 compartiments, comportant une membrane échangeuse d'anions, mea, et une membrane échangeuse de cations, mec, il est possible d'obtenir l'acide tartrique et la potasse purs (figure 4).

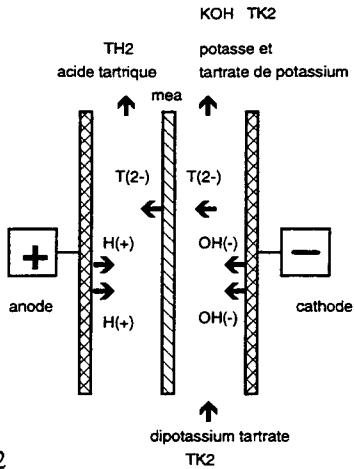


Figure 2

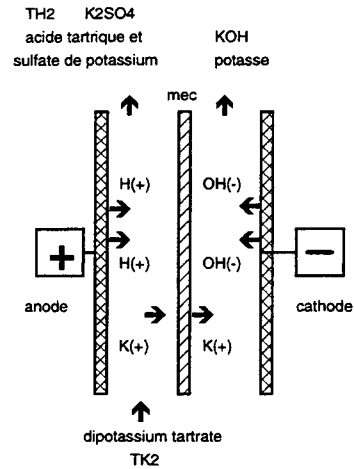


Figure 3

Cette façon d'opérer est intéressante car elle ne fait que transposer les connaissances acquises dans le domaine de l'électrolyse des solutions aqueuses. Cependant, elle nécessite un couple d'électrodes pour chaque motif élémentaire (ou cellule).

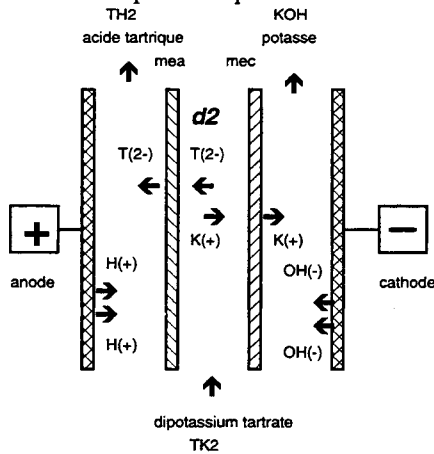


Figure 4

2 - 3 L'ELECTRO-ELECTROMETATHÈSE : Les deux conceptions précédentes peuvent être associées dans un montage où existent des circuits différents pour les solutions au contact des électrodes (figure 5). Cette méthode permet d'une part de conserver les solutions au contact des électrodes et d'autre part de produire effectivement la base et l'acide tartrique par hydrolyse à la température ambiante du tartrate de potassium avec les ions hydroxyles et les protons produits aux électrodes.

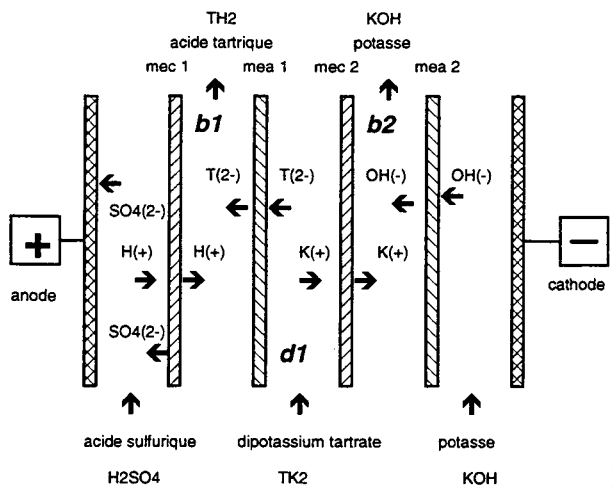


Figure 5

2 - 4 L'ELECTROHYDROLYSE A MEMBRANES BIPOLAIRES : Cette méthode repose sur l'hydrolyse à la température ambiante du tartrate de potassium dans un module à 2 ou 3 compartiments par des ions provenant d'une membrane bipolaire, mbp, celle-ci remplaçant, en quelque sorte, les électrodes qui fournissaient les protons ou les ions hydroxyles dans les cas précédents. Avec un module à deux compartiments, il est possible d'obtenir l'acide pur si la membrane utilisée est une membrane échangeuse d'anions, mea, (figure 6) ou de la potasse pure si la membrane utilisée est une membrane échangeuse de cations, mec, (figure 7),

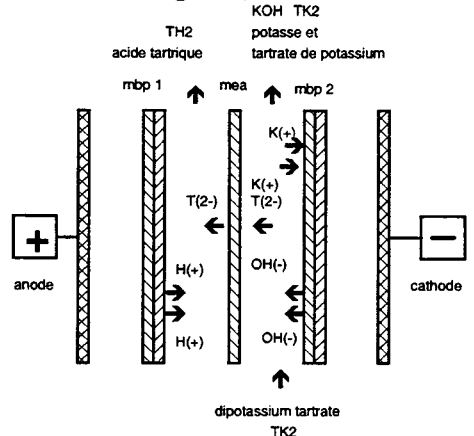


Figure 6

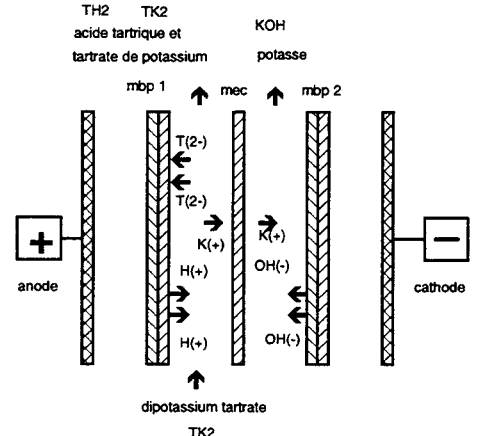


Figure 7

tandis qu'avec un module ayant 3 compartiments, comportant une membrane échangeuse d'anions, mea, et une membrane échangeuse de cations, mec, il est possible d'obtenir l'acide tartrique et la potasse purs (figure 8).

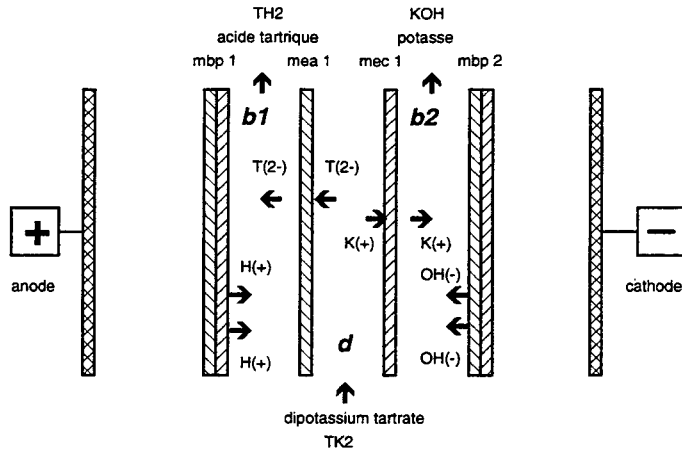


Figure 8

Cette façon d'opérer est intéressante, car elle permet de réaliser un empilement comportant plusieurs motifs élémentaires (mbp, mea, mec, d, b1, b2) entre 2 électrodes.

3 LE MONTAGE : Les procédés électromembranaires décrits au paragraphe précédent sont basés sur le transfert à la température ambiante des seuls ions au travers des membranes échangeuses d'ions sous l'action du champ électrique continu constant. La maîtrise du procédé impose que les solutions provenant du nettoyage chimique des cuves soient traitées en discontinu, avec recyclage, de façon à réduire leur teneur en ions tartriques jusqu'à une valeur optimale du point de vue économique, mais en accord avec les règlements antipollution.

De même, les solutions recueillant les ions doivent être recyclées de façon à pouvoir accroître la concentration au cours du temps (figure 9). Ceci permet donc d'utiliser l'installation toute l'année et pas seulement pendant la seule période du nettoyage.

Dans la mesure où les volumes qui recueillent les ions sont faibles par rapport au volume traité (*d*), il est possible d'obtenir des concentrations élevées pour l'acide tartrique et pour la base dans les compartiments des concentrats (*b1*) et (*b2*). Toutefois, la migration des ions au travers des membranes échangeuses d'ions s'accompagne toujours d'un transfert d'eau, ce qui limite la concentration finale (AUDINOS *et al.*, 1987; AUDINOS *et al.*, 1993).

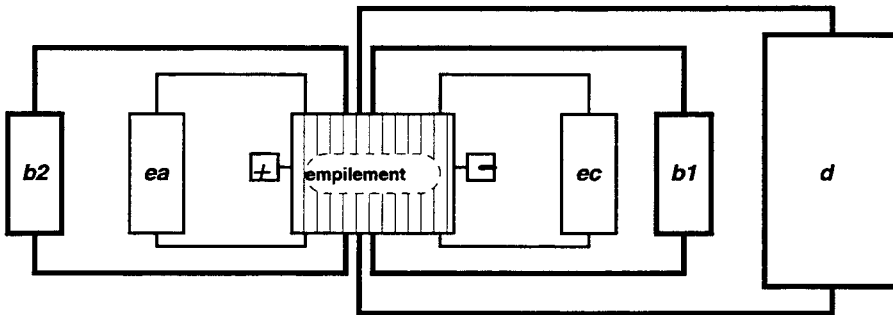


Figure 9

Cependant, pour adapter le temps de traitement, l'empilement utilisé doit comporter plusieurs motifs élémentaires. Pour réduire le coût des investissements, avec un empilement donné, il convient d'effectuer le transfert du maximum de matière dans un temps minimum.

Ceci est obtenu en augmentant le plus possible la densité du courant électrique continu qui traverse l'empilement, sans atteindre le "courant critique" pour lequel a lieu la dissociation ionique de l'eau dans le compartiment de dilution (d). Cette valeur du courant critique peut être augmentée en réduisant la longueur du canal entre les membranes ou en augmentant la vitesse de circulation dans le compartiment. Dans le cas d'un empilement comportant plusieurs motifs élémentaires, à surface égale, il est alors plus avantageux d'utiliser une vitesse élevée avec des motifs alimentés en parallèle (AUDINOS *et al.*, 1992).

4 - LES ESSAIS : Les solutions utilisées pour le nettoyage chimique des cuves de vinification sont formées à partir de soude tandis que les dépôts tartriques sont constitués des sels potassiques. Par suite, la solution récupérée après le nettoyage contient un mélange de tartrate de potassium et de sodium.

Des essais de laboratoire ont été effectués avec une solution contenant initialement 20 g de tartrate mixte de sodium et de potassium par litre avec les divers types d'empilement décrits au paragraphe 2. Ils ont montré la possibilité de produire à la fois l'acide tartrique pur en solution et une solution basique (PACI, 1989 ; NASR-ALLAH, 1995).

Les essais effectués sur site avec une installation pilote d'électrohydrolyse à membrane bipolaire (figure 8) en utilisant des solutions réelles ont montré l'influence des volumes respectifs de la solution traitée et des solutions concentrées, de la densité du courant et de la durée de traitement, cette dernière contribuant à déterminer le taux d'extraction des ions tartriques. Ces essais ont aussi confirmé que pour un taux d'extraction donné des ions tartriques, la concentration initiale de la solution traitée est un facteur important pour la valeur de la concentration finale en acide tartrique.

Cependant le rendement électrique ne dépasse pas 25 % par suite d'une "fuite en protons" importante entre les compartiments de l'empilement au travers des membranes échangeuses d'anions actuellement en service. Ce passage des protons a comme effet secondaire de provoquer une diminution de la concentration des ions tartriques dans le concentrat *d* par suite de la formation d'eau. Il convient alors d'ajuster le temps de traitement à l'optimum de concentration. Les concentrations en acide tartrique pur obtenues sont alors de l'ordre de 200 g/l, compatibles avec un procédé de cristallisation.

5 - ECONOMIE du PROCÉDE : A partir des résultats fournis par l'installation pilote, il est loisible de déterminer le prix de revient du kilogramme d'acide tartrique pur en solution concentrée. Etant donné le faible rendement électrique, le traitement annuel de 500 hl de solution obtenue après détartrage chimique des cuves de vinification nécessite un modeste empilement ayant une surface de transfert de 2,5 m² environ. Par suite, le prix de revient du kilogramme d'acide tartrique pur en solution concentrée est d'environ 25 francs.

6 - CONCLUSION : Les essais effectués au laboratoire, suivis d'une expérimentation sur site, ont montré la parfaite faisabilité du procédé de production concomitante à la température ambiante d'une solution d'acide tartrique pur et d'une solution de soude dans des circuits distincts à partir des solutions obtenues après le détartrage chimique des cuves de vinification. L'étude de divers types d'empilements montre que le taux de récupération des ions tartriques dépasse 80 %.

Compte tenu des membranes utilisées, la solution d'acide tartrique pur a une concentration proche de 200 g/l mais le rendement électrique ne dépasse pas 25 % par suite d'une importante "fuite en protons" au travers des membranes échangeuses d'anions actuellement en service.

Enfin, le calcul montre qu'avec les empilements proposés actuellement le seuil de rentabilité du procédé se situe aux alentours de 25±2 francs par kilogramme d'acide tartrique.

Néanmoins ce chiffre devrait baisser rapidement, d'une part par suite de la mise sur le marché de membranes à faible fuite en proton, et d'autre part grâce à une réduction du coût de l'investissement par la mise en œuvre de nouveaux empilements.

Par ailleurs, la souplesse des procédés électro-membranaires permet d'envisager soit la production de composés tartriques autres que l'acide lui-même, certains ayant un prix élevé, soit un usage diversifié.

7 - BIBLIOGRAPHIE

AUDINOS R., PACI S., (1987) Water transport during the concentration of waste zinc sulfate solutions by electro dialysis. *Desalination*, Vol 67, p. 523-545

AUDINOS R., PACI S., (1992) Direct production of pure concentrated tartaric acid from its salts by electromembrane processes. *Indian Journal of Chemistry*, Vol. 31A, p. 355-360

AUDINOS R., NASR-ALLAH A., ALVAREZ J.R., ANDRES J.L., ALVAREZ R., (1993) Electro dialysis in the separation of dilute aqueous solutions of sulfuric and nitric acids. *Journal of Membrane Science*, Vol 76, p. 147-159

PACI S., (1989) Etude d'un procédé électromembranaire pour la production d'acide tartrique. *Thèse*, Université Paul Sabatier, Toulouse

NASR-ALLAH A., (1995) Application de techniques électromembranaires pour valoriser des solutions de détartrage chimique des cuves de vinification. *Thèse*, Institut National Polytechnique, Toulouse

Traitement et valorisation des déchets de la Cave de Monbazillac

Treatment and valorisation of wastes in Monbazillac Winery

J.-L. Chaussier* , G. Bartoszek** et V. Milisic***

* ISTAB : Institut des Sciences et Techniques des Aliments de Bordeaux,
Av. des Facultés, 33402 Talence,

** Cave Coopérative de Monbazillac, Rt. de Mont de Marsan, 24240 Monbazillac

*** MASTER - ENSCPB : Laboratoire de Modélisation Avancée des Systèmes Thermiques et Ecoulements Réels de l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie et Physique de Bordeaux, Av. Pey Berland, 33402 Talence

Résumé - Les flux polluants générés par la Cave de Monbazillac ont été mesurés et analysés sur la période couvrant les opérations de soutirage et filtration du vin.

Parallèlement, des essais de séparation par filtration membranaire des fractions colloïdales et polyphénoliques du vin rouge présent dans les lies ont été menés. Après centrifugation et filtration à 0.7 µm de la lie, la fraction colloïdale est séparée par ultrafiltration à 1-15 kD. Les taux de rétention des composés phénoliques observés sur les membranes d'ultrafiltration varient entre 20 et 60 %, en fonction de leur caractéristiques. La fraction polyphénolique est extraite à son tour par nanofiltration à 600 D du perméat d'ultrafiltration. Les taux de matières tanniques approchent les 40 % en masse. On peut ainsi évaluer entre 40 et 170 kg la quantité de colloïdes et entre 200 et 700 kg la quantité de polyphénols extractibles des lies de vin rouge d'un chai de 20 000 hl par an. Ce procédé de séparation, non dénaturant, offre des perspectives intéressantes de valorisation des fractions nobles des vins destinés à la distillation, excédentaires ou vins de lie.

Abstract - The article concerns the valorization aspect of a large study on liquid wastes management carried out in the Winery of Monbazillac that also involved optimization of water consuming, pollution reduction, effluent characterization and ISO certification. The measurements and analysis of the effluents have been done during the period of drawing off and filtration of wine. They emphasized the important daily variability of pollution charge that depend mainly on the number of the 2nd draw off. In parallel with water and effluents management and optimization, the tests of membrane separation were conducted with the aim to extract colloidal and polyphenolic fractions from red wine lees. Once the lees centrifuged and filtered by using 0.7 µm membrane, the colloidal fraction was treated by different ultrafiltration membranes (1kD to 15 kD). The retention rate of phenolic components varied between 20% and 60%, depending on the membranes characteristics. Then, the polyphenolic fraction was extracted from the filtrate by using nanofiltration membrane with nominal pore size 600 D. The tannic matters represent about 40% of total dry extract. Thus, for a wine production of 20 000 hl per year, the quantity of extractable colloidal matters is evaluated, at about 40 - 170 kg and that of polyphenols, at 200 - 700 kg/year. So, the membrane separation, as a non-destructive process, offers the interesting perspectives in valorization of noble fractions from the wines destined to the distillation, excess wine, or the lees.

Mots clés : colloïdes du vin, composés phénoliques du vin, effluents vinicoles, techniques de séparation membranaire, valorisation des déchets vinicoles

Key words : colloidal fraction, phenolic compounds, membrane processes, valorization

I. Introduction

La prise en compte de son impact sur l'environnement est une réalité à laquelle n'échappe pas la filière viti-vinicole. Les contraintes réglementaires, principalement regroupées dans le cadre de la législation relative aux Installations Classées pour la Protection de l'Environnement (loi n° 76-663 du 19 juillet 1976), s'appliquent désormais à l'ensemble des chais vinifiant plus de 500 hectolitres par an.

Derrière les noms des grands crus de nos vignobles, ce sont bien souvent de petites structures de la taille d'une PME que nous trouvons.

Ces structures doivent relever un défi de taille. Les investissements à consentir pour s'équiper d'un outil d'épuration sont lourds ; les sites sont souvent anciens et leur adaptation aux nouvelles législations en matière de sécurité et d'environnement est difficile. L'activité est principalement localisée en milieu rural, sans possibilité de raccordement à une station d'épuration communale et les normes de rejet dans le petit ruisseau qui serpente le long des vignes sont souvent les plus dures. Ajoutons à ce tableau déjà noir, l'extrême saisonnalité de l'activité vinicole qui génère sur la courte période des vendanges, pratiquement autant de pollution que sur le reste de l'année (Picot, 1992).

Cette situation difficile impose d'elle même la recherche de solutions adaptées aux caves vinicoles.

Une phase de réflexion préliminaire à la définition d'une station d'épuration est indispensable pour permettre une réduction notable des flux polluants (Rochard, 1992). Elle doit permettre également la sensibilisation du personnel sans lequel aucune amélioration durable ne peut être envisagée.

Parallèlement à ces efforts d'organisation, la recherche de voies de valorisation des sous-produits de la vigne et du vin est indispensable à une gestion efficace des déchets.

Le secteur vinicole est organisé pour assurer la collecte par les distilleries de ses principaux déchets, les marcs et lies dont sont extraits l'alcool et l'acide tartrique.

Cette filière peut-elle être encore optimisée quand on sait, par exemple, que ce sont plus de 3000 tonnes de colorants polyphénoliques valorisables à partir des marcs et lies de vins qui sont perdus chaque année en France (Saquet, 1974).

Les nombreuses propriétés thérapeutiques prêtées au vin (Masquelier, 1992), ses propriétés colorantes (Combe, 1995), sa richesse en acide tartrique, sont autant de voies de valorisation envisageables pour ses sous-produits (Mourgues et coll., 1996). De nombreux chercheurs se sont intéressés à la valorisation de fractions ou de molécules spécifiques du vin ou du raisin et les résultats de leurs travaux confirment les nombreuses ressources exploitables de la vigne et de ses produits (Mourgues, 1995; Escudier, 1993).

Cet article présente la démarche adoptée à la cave de Monbazillac pour aborder le problème de la gestion des déchets.

La cave de Monbazillac est une société coopérative agricole. Les adhérents sont au nombre de 90 et gèrent une surface de vignoble de 700 hectares, localisée sur le bergeracois.

La production annuelle varie de 20 000 à 30 000 hl. La cave produit uniquement des vins d'appellation contrôlée, dont 75 % de vins blancs moelleux et liquoreux (appellation Monbazillac), 5 % de vins blancs secs et 20 % de vins rouges (appellation Bergerac et Pécharmant).

Construite en 1940, la cave est un site ancien, privé de réseau d'égout séparatif. Sa cuverie est constituée principalement de cuves en béton revêtues de résines époxy.

Le matériel de filtration est composé de deux filtres à terres, dont une unité de 10 m² à débatissage à sec. Le débouillage est réalisé sur un filtre rotatif sous vide.

Le plan pour une optimisation de la gestion de l'eau et des déchets de la cave que nous avons élaboré, s'articule autour de 4 étapes fondamentales :

- une analyse des solutions envisageables pour une optimisation de la consommation d'eau et une réduction des flux polluants, est le préalable indispensable pour supporter une réflexion interne adaptée au site ;
- la formation du personnel du chai a été axée sur :
 - les données techniques fondamentales nécessaires à la compréhension des problèmes de pollution. Un livret sur la pollution est remis à chaque participant en fin de formation,
 - la méthode de travail utilisée pour la recherche des problèmes et solutions spécifiques du site (AMDEC : Analyse des Modes de Défaillances, de leurs Effets et de leurs Criticités). Un groupe de travail " pollution " est constitué par le personnel du chai. L'objectif est la recherche des sources de pollution et gaspillages d'eau au chai. Cette recherche est optimisée par l'utilisation d'une Analyse des Modes de Défaillances, de leurs Effets et de leurs Criticités (méthode AMDEC). Elle porte sur l'ensemble du processus de vinification, décomposé au préalable en opérations unitaires ;
- la synthèse des résultats du groupe de travail " pollution " permet d'établir les actions prioritaires à mettre en oeuvre sous la forme d'un plan ;
- une étude de séparation des fractions polyphénoliques de la lie du vin rouge, en vue de leur valorisation.

Les résultats de la dernière action font l'objet de cet article.

II. Protocole d'essais de séparation

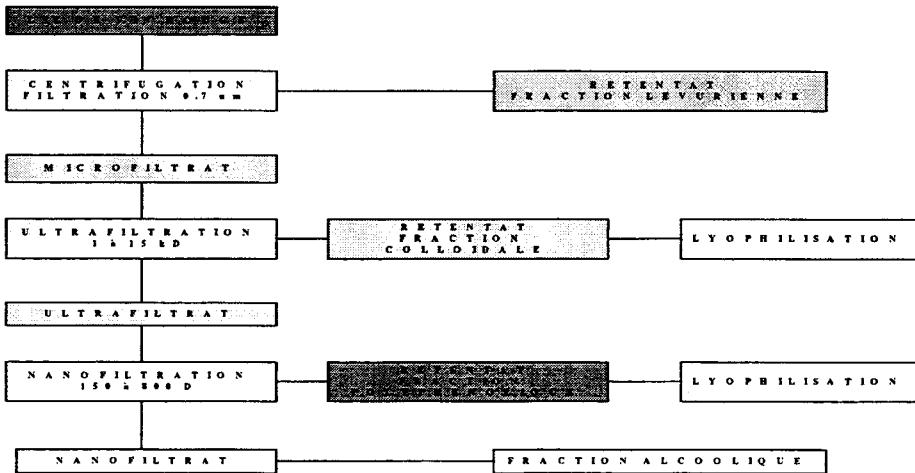


Figure 1 : Protocole général d'essai.

Appareils

Les essais de filtration membranaire ont été réalisés sur une cellule de filtration OSMONICS SEPA ST (surface de filtration : 16.9 cm²).

Tableau 1: Liste des membranes testées pour l'extraction des fractions colloïdales et polyphénoliques de la lie

Type de polymère	Fabricant	Type	Seuil de coupure en Dalton
Cellulose	Millipore	UF	10 000
Cellulose	Millipore	UF	5000
Cellulose	Osmonics	UF	1000 à 5000
Cellulose	Osmonics	NF	600 à 800
Cellulose	Osmonics	NF	150 à 200
Fluoropolymère	Osmonics	UF	10 000 à 15 000
Polysulfone	Osmonics	UF	1000 à 5000

Nous avons utilisé les lies de vin rouge, appellation Pécharmant (cépages Merlot/Cabernet-Sauvignon/Malbec).

Analyses oenologiques

Les analyses suivantes ont été effectuées afin de caractériser les lies :

- degré alcoolique des lies et vins, déterminé suivant la méthode normalisée de dosage de l'éthanol NF-V-05-107
- dosage de l'acide tartrique (méthode Rebelein)
- mesure de l'extrait sec du vin,
- dosages des composés phénoliques :
 - dosages des composés phénoliques totaux :
 - Mesure de l'absorption dans l'ultra-violet (DO280)
 - Indice de Folin-Ciocalteu
 - dosage des anthocyanes
 - dosage des tanins
 - caractéristiques chromatiques des vins
 - Intensité colorante
 - Indice d'ionisation
 - indices caractéristiques de la structure des composés phénoliques
 - Indice d'éthanol
 - Indice HCl
 - Indice DMACH / LA
- dosage des polysaccharides totaux du vin.

III. Caractéristiques des lies de vin rouge

Le tableau 2 présente les caractéristiques moyennes de 7 échantillons de lies de vin rouge, appellation Pécharmant et Bergerac, millésime 1996.

Tableau 2 : Caractéristiques moyennes des lies de vin rouge

PH	3.8 +/- 0.1	Turbidité * NTU	342 +/- 84
Degré alcoolique	11.1 +/- 1.4	DCO g/l	280 +/- 32
DO 280 *	50 +/- 14	DCO soluble g/l	170 +/- 25
Indice de Folin-Ciocalteu*	53 +/- 13	MES g/l	46 +/- 30

* : analyse réalisée sur le surnageant après centrifugation (5000 tours/min, 20 min)

Les essais de séparation ont été réalisés sur une lie de vin rouge appellation Pécharmant 1996. Son extrait sec sous vide à 70° C est de 105.1 mg/g. Le taux de matières solides humides extraites par centrifugation (5000 tours/min) est de 7.7 % +/- 1.5 en masse. Le tableau 3 présente les caractéristiques du vin extrait de sa lie (par centrifugation à 5000 tours/min et filtration à 0.7 µm) :

	Vin extrait		Vin extrait
DO 280	64	pH	3.73
Indice de Folin-Ciocalteu	70	Extrait sec g/l	28
Tanins totaux g/l	3.0	DCO g/l	212
Anthocyanes totales mg/l	295	Turbidité NTU	195
Polysaccharides totaux g éq.glucose/l	0.47	IC	0.83
Indice HCl	25	IC'	0.96
DMACH/LA	57	Teinte	0.72
Indice d'éthanol	13	Degré alcoolique	10.4
Indice d'ionisation	30	Acide tartrique g/l	0.75

IV. Résultats

Débits de filtration

La figure 2 présente les débits nominaux mesurés sur l'ensemble des membranes testées (ultrafiltration et nanofiltration).

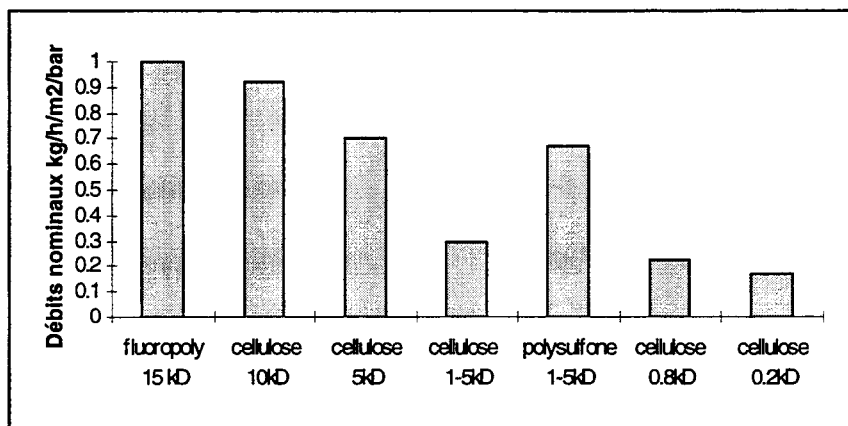


Figure 2 : Débits nominaux mesurés sur l'ensemble des membranes testées

Séparation de la fraction polyphénolique

Les composés phénoliques présentent des masses moléculaires extrêmement variables qui s'étalent entre 200 et 5000 D.

La figure 3 présente les taux de rétention des membranes d'ultrafiltration, observés sur les tanins et anthocyanes.

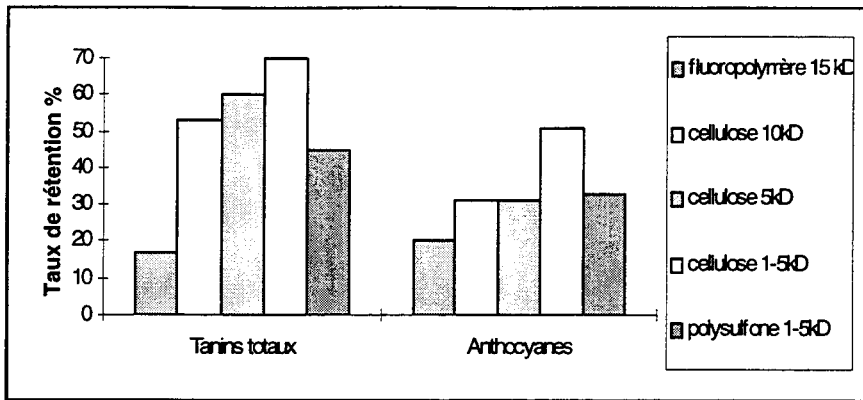


Figure 3 : Taux de rétention des tanins et anthocyanes sur membranes d'ultrafiltration

Les taux de rétention des tanins sur membranes cellulose sont très élevés, supérieurs à 50 % pour un seuil de coupure de 10 kD. Ils sont plus faibles pour les anthocyanes et voisins de 30 % entre 5 et 10 kD. On remarque en particulier les taux de rejet obtenus sur membrane polysulfone 1-5 kD, bien plus faibles que ceux obtenus sur membrane cellulose de même seuil de coupure.

Les filtrats obtenus après ultrafiltration sont ensuite filtrés entre 150 et 800 D pour séparer la fraction polyphénolique de la solution hydroalcoolique du vin. Deux essais sont présentés dans ce rapport (Tableau 4).

	Essai 3 cellulose 150-200 D	Essai 4 cellulose 600-800 D
DO 280	17	51
Tanins totaux g/l	0.5	4.1
Anthocyanes totales mg/l	101	236
DMACH/LA	86	46
Indice d'éthanol	2	6
IC (DO420+DO520)	0.23	0.87
IC' (IC+DO620)	0.25	0.93
Teinte (DO420/DO520)	0.72	0.56

Tableau 4 : Caractérisation du rétentat après nanofiltration

Les taux de rétention observés sur membrane 200 D sont très élevés. L'acide tartrique est retenu à 87 %. L'extrait sec chute de 59 %. Les taux de rétention de la fraction polyphénolique sont importants sur les deux membranes, 86 % à 200 D et 69 % à 800 D.

Un seuil de coupure de 800 D présente néanmoins l'avantage de ne pas retenir les molécules de faibles masses moléculaires comme les acides du vin. Le taux de rejet de l'acide tartrique est inférieur à 20 %. L'extrait sec chute de 18 %.

On note une chute de 30 à 40 % du degré alcoolique pendant les essais de filtration, imputable en particulier aux phénomènes d'évaporation.

Le taux de matières tanniques du lyophilisat est voisin de 5 % en masse pour un seuil de coupure de 200 D qui ne permet pas une séparation efficace des tanins et petites molécules du vin (acides en particulier).

Une filtration à 800 D permet une séparation plus efficace de la fraction polyphénolique. Le taux de matières tanniques du lyophilisat atteint 40 %.

Discussion

Les taux de rétention des composés phénoliques sont importants en ultrafiltration. On a pu observer des taux voisins de 20 % sur membrane fluoropolymère 10-15 kD. Ces taux sont très élevés sur membrane cellulose (50 % à 10 kD). La rétention importante des polyphénols ne permet pas une séparation efficace des fractions colloïdales et polyphénoliques et les taux de matières tanniques du rétentat lyophilisé atteignent des valeurs de 30 % sur membrane fluoropolymère 10-15 kD et plus de 60 % sur membrane cellulose 1-5 kD.

La caractérisation des perméats après ultrafiltration montre que ce sont logiquement les tanins de hautes masses moléculaires (tanins liés aux sels et polysaccharides) qui sont retenus sur les membranes de seuils de coupure inférieurs à 15 kD.

Le comportement des membranes polysulfone 1-5 kD est remarquable. Elles réagissent comme les membranes cellulose de seuils plus élevés (10 kD), soit un taux de rétention des tanins inférieur à 50 % et une évolution du degré de polymérisation faible. Des phénomènes similaires ont été observés (Quéméneur, 1994).

Des phénomènes de colmatage ont été observés sur les membranes polysulfone et fluoropolymère avec comme conséquence directe une chute importante des débits de filtration.

La séparation de la fraction polyphénolique par nanofiltration, réalisée sur le perméat de l'ultrafiltration présente des résultats très intéressants.

Le rétentat présente un taux de matières tanniques voisin de 40 % après filtration à 600-800 D. Les taux d'extraction calculés par rapport à la masse de vin atteignent 0.47 %.

Ce même taux calculé par rapport à l'extrait sec du vin est voisin de 20 %. La valorisation comme colorant de ces fractions est envisageable.

V. Conclusions

Les résultats de ces essais de séparation des polyphénols du vin rouge présents dans les lies ouvrent de nombreuses perspectives.

Outre le fait que cette technique de séparation ne dénature pas le produit, les rendements de séparation sont intéressants, voisins de 70-80 % pour la fraction polyphénolique (sur membrane 600 D).

On peut envisager, après centrifugation, une filtration à 2 étages, une ultrafiltration à 10-15 kD pour extraire les polysaccharides et une nanofiltration à 800 D pour récupérer les composés phénoliques. Une deuxième option n'appliquant qu'un étage de filtration entre 600 et 5000 D permettrait l'extraction d'une phase unique polysaccharidique et phénolique.

On peut également envisager le fractionnement des composés phénoliques en fonction de leur masse moléculaire, les résultats montrant les possibilités de séparer les tanins liés aux polysaccharides ou les tanins très condensés en fonction des seuils de coupure sur membranes cellulose.

Dans cette perspective, une étude plus poussée pour déterminer le type de membrane la plus efficace et adaptée est nécessaire. Le large éventail de membranes et seuils de coupure proposé permettra d'optimiser la séparation.

Ces techniques sont également applicables au fractionnement d'un extrait de vin. Un essai d'ultrafiltration à 10 kD sur membrane cellulose d'un vin rouge, millésime 1996,

appellation Pecharmant, a été réalisé au cours de ces travaux. Les résultats sont totalement comparables à ceux obtenus sur le vin extrait de la lie.

Il serait intéressant également d'appliquer cette technique de séparation aux eaux de lavage concentrées issues des opérations de vinification, avec un double objectif de valorisation et dépollution.

Ce travail ne constitue qu'une première étape, démontrant la faisabilité technique. Des étapes futures d'optimisation et définition d'une installation-type de filtration, d'étude socio-économique du projet sont nécessaires à la complète caractérisation de cette voie de valorisation des fractions colloïdales et colorantes des vins destinés à la distillation.

Références bibliographiques :

Combe P. (1995) Obtention d'extraits anthocyanidoliques. " Vigne, Raisin, Vin et Santé ", compte-rendu des III^{èmes} Rencontres Internationales de Coursan, 11-12 mai 1993. Edition ville de Coursan, 94-101

Escudier JL. (1993) Les nouveaux produits de la vigne. Intérêts et perspectives. Bulletin de l'OIV, 747-748, 405-420

Masquelier J. (1992) La vigne, plante médicinale. Naissance et essor d'une thérapeutique. Bulletin de l'OIV, 733-734, 177-196

Mourgues J., Robert L., Hanine H., Faure JP. (1996) Récupération de molécules utiles dans les effluents de l'industrie vinicole. Progrès Agricole et Viticole, 113, n° 9, 206-213

Mourgues J. (1995) Utilisation des raisins pour l'élaboration de produits autres que les boissons. Revue Française d'Oenologie n° 155, 23-29

Picot B. (1992) Pollution engendrée par les établissements vinicoles : nature, critères d'évaluation et caractéristiques. Revue Française d'Oenologie n° 134, 5-10

Quemeneur F., Jaouen P., Lamer T. (1994) Traitement des effluents des industries de transformation des produits de la mer : Ultrafiltration de protéines (concentration, fractionnement). Utilisation et potentialités des membranes denses (dessalement de solutions, valorisation de petites molécules). Laboratoire de génie des procédés, IUT-CRTT, BP 406 44602 Saint-Nazaire

Rochard J. (1992) Réduction de la charge polluante et du volume des rejets dans les caves vinicoles. Revue Française d'Oenologie n° 134, 11-20

Saquet H. (1978) Récupération des anthocyanes des sous-produits de la vinification par adsorption. Mise en place d'une unité de production semi-industrielle. Thèse de Docteur Ingénieur, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Montpellier





SESSION 5

Traitements biologiques aérobie
Aerobic biological treatments



Performance evaluation of a pilot scale constructed wetland used for treatment of winery process wastewater

Evaluation des performances d'un lit planté de roseaux à l'échelle pilote pour traiter les effluents vinicoles.

H. L. Shepherd

Hydrology Section of the Department of Land, Air and Water Resources University of California, Davis, California, USA

Résumé - L'intérêt des lits plantés de roseaux pour le traitement des eaux usées a conduit à leur utilisation dans l'industrie vinicole. Les lits plantés de roseaux éliminent les matières en suspension, les constituants organiques et les nutriments. Les inconnues concernant les lits utilisés pour traiter les effluents vinicoles comprennent : 1) les performances avec des charges organiques élevées et variables, et 2) leur capacité à éliminer la demande chimique en oxygène (DCO).

En 1995, un système pilote de lit planté de roseaux a été construit pour évaluer son potentiel de traitement sous des conditions anaérobies. Les conditions d'écoulement dans le matériau réduisent la demande en énergie, assurent la neutralisation et le contrôle des odeurs. Il a été montré que le traitement n'était pas compromis jusqu'à des charges de 1600 kg DCO/ha.jour.

La DCO des eaux usées de caves vinicoles est constituée d'acides organiques, d'alcool et de phénols, dont le taux de dégradation par les micro-organismes est variable. Le taux d'élimination de la DCO décroît avec le temps de séjour. Un coefficient de retard de la forme $k=k_0/(1+bx)$ doit alors être pris en compte.

Abstract - Interest in constructed wetlands used for wastewater treatment has lead to investigations of their use in the wine industry. Constructed wetlands effectively remove suspended solids, organic constituents and nutrients. Unknowns concerning their use for winery wastewater include 1) performance under high and variable organic loading rates, and 2) assignment of a rate constant for removal of chemical oxygen demand (COD).

In 1995 a pilot wetland system was constructed to evaluate its potential for winery wastewater treatment under anaerobic conditions. Subsurface flow conditions reduced energy requirements, ensured pH neutralization and controlled odors. It was found that treatment was not compromised at organic loading rates up to 1600kg(COD)/ha*day.

The COD in winery wastewater primarily consists of organic acids, alcohol, and phenols, which vary in degradation rate by micro-organisms. The rate constant for COD removal decreases with retention time. A retardation coefficient of the form $k=k_0/(1+bx)$ is therefore considered.

Mots clés : lit planté de roseaux, coefficient retard, traitement des eaux usées de cave vinicole

Keywords : constructed wetland, retardation coefficient, winery wastewater treatment

Introduction

The wine industry produces wastewater during washing, racking and filtration following grape harvest, pressing and first fermentation phases of wine processing. Wastewater management has been part of winery management for years. The 1947 Wine Institute Winery Residues Research Fund report, Grape Stillage Disposal by Intermittent Irrigation, tells "How To: Get Rid of Stillage with no Odors or Mosquitoes, Have a Disposal System That's Cheap and Neat, and Avoid Deep Ponds of Standing Liquid". While much has occurred to improve wastewater treatment in the last 50 years, the problem - and the goal - remain the same: How can we best handle the large quantity and variability of process wastewater while avoiding the high costs associated with discharge to a treatment facility, or with installation of onsite treatment? Our investigation indicates a possible alternative to the standard use of aerated ponds or lagoons coupled with land disposal of wastewater. Constructed wetlands combined with upward flowing vertical pre-filtration have proven to be effective at removing solids, COD, neutralizing pH, and rendering wastewater of quality sufficient for irrigation reuse.

Overview of Constructed Wetlands

Constructed wetlands have been investigated extensively in the last twenty-five years for use in treating wastewater, primarily municipal wastewater. The rationale for using wetlands, or constructed wetlands, for treating wastewater is that wetlands are amongst the most biologically active terrestrial ecosystems. Since high biological activity enhances the potential for efficient wastewater treatment, wetlands may be thought of as natural bioreactors. Constructed wetlands are created for a specific purpose, in this case wastewater treatment. This reduces environmental damage to existing wetlands while allowing for greater system control to achieve effective treatment. Constructed wetlands are thus one of the least expensive treatment systems to operate and maintenance is low, with little energy input (that associated only with pumping wastewater to the wetland). The treatment, based on microbial and chemical oxidation-reduction reactions, occurs within the matrix of the wetland.

Problem Summary

Until now, there had never been any investigations on the potential for constructed wetlands to treat winery wastewater. Because of high COD, low pH and relatively low nitrogen content of the wastewater, the potential for constructed wetlands to treat this wastewater was unclear. Design parameters were unknown, as was the ability of constructed wetland systems to tolerate high organic loads. Constructed wetlands are not typically loaded at more than 110 kg BOD₅/ha*d (200 kg COD/ha*d). At this loading rate, a winery crushing 26,000 tons annually would require approximately 10 hectares of wetland area. At an average annual value of about \$60,000/ha for planted vineyards, removing 10 ha from production is not economically viable. It was therefore necessary to investigate the effects of higher loading rates on the wetland. Furthermore, the extreme variability of winery wastewater quality provoked investigations into the ability of constructed wetlands to tolerate fluctuating input water quality.

Secondly, standard design equations for constructed wetlands (e.g. the 1993 EPA guidelines for design of constructed wetland systems) are inappropriate for winery wastewater. The standard equations have been developed based on treatment of municipal wastewater, which is fundamentally different than winery wastewater. Seasonally produced winery wastewater may contain up to 500 times the organic content of municipal wastewater. However, the

specific constituents of winery process wastewater are relatively well defined and consist primarily of organic acids, alcohols and phenolic compounds, which vary in degradation rates. A variable rate coefficient, rather than a single rate constant used in municipal design, is thus desirable.

Materials and Methods

Pilot system construction

A pilot wetland system was constructed in the summer of 1995. The tank is 6 meters long, 2.4 meters wide and 1.2 meters deep, is filled to .95 meter depth with pea-gravel (.5cm -2 cm fraction), and planted with bulrush (*scirpus acutus*) and cattails (*typha dominica*). The walls of the tank are constructed from 16 gage corrugated steel, and the tank is lined with polyethylene (60 mils) to prevent leakage. The tank is supported by 3 cross members to prevent collapse.

The constructed wetland tank is equipped with 33 sampling ports constructed from ½ -inch (1.27 cm) PVC pipe that is threaded into the sides of the tank. Rubber gaskets pressed against the liner and sealed with silicone are used to prevent leakage. Each sampling port extends 30 cm into the tank and is fitted with a screen on the inside to prevent gravel from entering the port, and to ensure free flow. Ball-valves on the outside of the ports are used to allow easy collection of samples. Ports are numbered 1 to 11 in reference to their distance from the inlet, and a,b,c in reference to their height.

Wastewater is introduced to the pilot system via a 880 liter stainless steel storage tank that is plumbed with 1 inch (2.54 cm) PVC pipe to allow gravity flow from the bottom of the holding tank. Flow rates are controlled by a ball valve to insure continuous flow to the system.

An upward flowing vertical prefilter is located between the holding tank and the constructed wetland tank. The prefilter is 1 m by .6 m and is .75 m deep. It is filled to a 25 cm depth with coarse sand (1-2 mm fraction). Wastewater enters the prefilter from the bottom via a manifold having three distribution pipes to prevent short-circuiting of the water flow. An overflow pipe on the top of the prefilter is used to maintain a constant water level, and to deliver the wastewater to the constructed wetland tank. The purpose of the prefilter is to remove the solid fraction from the wastewater, the presence of which decreases the efficiency of the wetland.

Wastewater enters the constructed wetland tank via a single diffuser-type pipe constructed from 1 inch (2.54 cm) PVC. This prevents high single-point loading on the system, and facilitates uniform hydraulic distribution of the wastewater. The (treated) wastewater leaves the tank at the far end via a similarly perforated PVC pipe, located along the bottom of the tank, that is connected to a vertical overflow pipe set to maintain water level in the tank.

Pilot system operation

Roughly monthly, wastewater was collected from a winery and trucked to the pilot system. The wastewater was initially analyzed for water quality constituents (pH, COD, suspended solids, dissolved solids, nitrate and ammonia), then stored in above ground tanks until needed. Prior to use, the wastewater was re-analyzed, then diluted with groundwater to the desired strength (in terms of COD). Initial wastewater quality constituents are given in Table 1.

Wastewater was diluted to desired levels in the system holding tank, and applied to the system at 500 L/day. Subsurface water flow conditions were maintained. Samples were

taken at the inlet, after the prefilter, from the sampling ports and at the outlet three times weekly and were analyzed for COD, nitrogen species, pH, suspended solids and dissolved solids following standards methods (APHA, 18th ed., 1992), using a Hach 2000 spectrophotometer.

Experiments

Four experiments are included in this study. The first experiment was conducted from Aug 1-Sept 26, 1996. Inlet wastewater COD concentrations were maintained at about 2000 mg/L. Actual measured values averaged 2039 mg/L. This resulted in an average of 993 mg/L COD entering the wetland tank after the prefilter, equivalent to an organic loading rate (OLR) of 345kg COD/ha*d, 1½ times the recommended OLR of 200 kg COD/ha*d.

The second, third, and fourth experiments were conducted during 1997. Experiment #2 took place from July 2-Sept 2, and was intended to replicate Experiment 1. However, the prefilter clogged during this experiment, resulting in a higher than intended OLR to the wetland tank. Instead of approximately 1000 mg/L COD entering the wetland tank, an average of 2013 mg/L COD resulted from the prefilter. The OLR of 720kg COD/ha*d was about 3½ times the recommended OLR provided an additional loading level for analysis.

The prefilter remained clogged throughout the third experiment, and the input wastewater COD was maintained at about 5000 mg/L, with actual measured averages of 4851 mg/L applied to the system, and 4723 mg/L entering the constructed wetland tank after the prefilter. This is equivalent to 1640 kg COD/ha*day, or 8 times the recommended OLR.

In the final experiment, the prefilter was thoroughly cleaned by back washing with three complete pore volumes of ground water. In this experiment, the input wastewater was maintained at about 2500 mg/L, with an actual measured average of 2221 mg/L. This resulted in an input COD concentration of 1653 mg/L applied to the constructed wetland after the prefilter, equivalent to 574 kg COD/ha*day, or about 2½ times the recommended organic loading rate. Thus, four levels of COD input to the wetland tank were available for analysis of COD removal kinetics. The experimental conditions are summarized in Table 2.

Table 1: Water Quality at a Large (2 million case per year) Winery

Constituent	Peak Season *Range (avg)	Off-Season* Range(avg)
Flow Rate (gpd)	30,000-45,500	12,000-26,500
pH	3.8-7.8	same
COD (mg/L)	7500-44,000(12,400)	750-13,000 (2500)
Settleable Solids (mg/L)	0-2	0-1
Total Suspended Solids (mg/L)	57-3952 (350)	12-400(200)
Total Dissolved Solids (mg/L)	315-1240	214-720
Nitrate(mg/L)	.63-362	.23-53
Ammonia(mg/L)	2.25	?

*Peak season is taken as Sept-March and the off-season is April-August.

Table 2: Summary of Experimental Conditions

Exp #	Dates	Flow rate	COD to wetland	OLR (kg/ha*day)
1	8/1/96-9/23/96	500L/day	993 mg/L	345
2	7/2/97-9/1/97	500L/day	2013 mg/L	720
3	9/3/97-10/8/97	500L/day	4723 mg/L	1640
4	10/10/97-11/25/97	500L/day	1653 mg/L	574

Tracer Study

During the course experiments #3 and #4, a bromide tracer study was conducted to determine the actual residence times in the whole tank, and at each port. Potassium bromide was introduced at the inlet of the wetland tank, and bromide concentrations were measured twice daily at the outlet and at every sampling port until bromide concentrations no longer exceeded background levels at the tank outlet. The experiment is discussed by Tausendschoen (1997). The results of the tracer study are used here for analysis of COD removal kinetics.

Results and Discussion

Treatment efficiency at variable organic loading rates

The constructed wetland tanks proved to be effective in removing COD, TSS and nitrogen and neutralizing pH. The total dissolved solid concentration, in contrast, increased during the treatment. Water quality results are shown in Tables 3a-d and indicate that at least 97% removal of COD can be expected from this constructed wetland system when input wastewater COD concentrations are below 5000 mg/L. Of particular interest is that loading at 8 times the recommended OLR (experiment #3) did not interfere with effective treatment of this wastewater, indicating that the design guidelines for sizing of constructed wetlands for wastewater treatment in current practice are not suitable for winery wastewater.

The variation in inlet, after filter and outlet COD concentrations for experiment #1 is shown in Figure 1, and for experiments #2, #3, and #4 in Figure 2. Despite extremely variable input COD concentrations, the output COD concentrations were constant, and always less than 100 mg/L. Thus a constructed wetland system can be expected to manage the variable wastewater strengths typically produced by the wine industry during the crush period.

Tracer Study

The tracer study indicates a hydraulic residence time of 9.4 days in the wetland tank, which is used to determine average water velocities for analysis of COD removal in the next section.

Table 3a: Water quality: experiment #1

Constituent	Input	post Filter	Output
COD (mg/L)	2039	993	21
pH	5.04		6.85
S.S. (mg/L)	370		32
TDS (mg/L)	811		867

Table 3b: Water quality: experiment #2

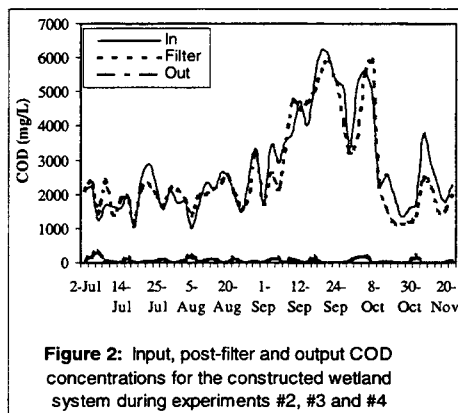
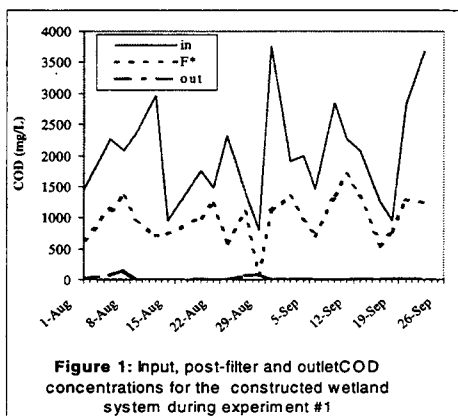
Constituent	Input	post Filter	Output
COD (mg/L)	2074	2013	57
pH	6.73	7.00	7.06
S.S. (mg/L)	312	215	23
TDS (mg/L)	934	932	1290

Table 3c: Water quality: experiment #3

Constituent	Input	post Filter	Output
COD (mg/L)	4851	4723	51
pH	5.41	5.36	7.50
S.S. (mg/L)	622	316	15
TDS (mg/L)	920	911	1483

Table 3d: Water quality: experiment #4

Constituent	Input	post Filter	Output
COD (mg/L)	2074	2013	57
pH	6.62	6.34	7.75
S.S. (mg/L)	579	273	12
TDS (mg/L)	973	957	1319



Degradation curves

Water quality parameters were determined for water taken from 6 of the 11 port locations along the tank, because these were sampled consistently across all four experiments. Thus, data taken from .2m, .4m, .8m, 2.5 m, 4m and 5.75m are used in the analysis of COD removal kinetics. The retention times corresponding to these distances are .31 days, .63 days, 1.26 days, 3.93 days, 6.28 days and 9.03 days, respectively. Average values of the water quality parameters were determined across the time period of each experiment to assess the removal kinetics. Data collected during the transition period between experiments was eliminated. The average COD removal as a function of time for all experiments is shown in Figure 3.

Several models have been presented to describe COD removal kinetics in subsurface constructed wetlands (Reed et al, 1995). The simplest and most discussed in the U.S. Environmental Protection Agency's design manual, Subsurface Flow Constructed Wetlands for Wastewater Treatment, (USEPA, 1993), is a first-order plug-flow model :

$$C/C_0 = e^{-kt} \quad (1)$$

where

C = COD conc. (mg/L)

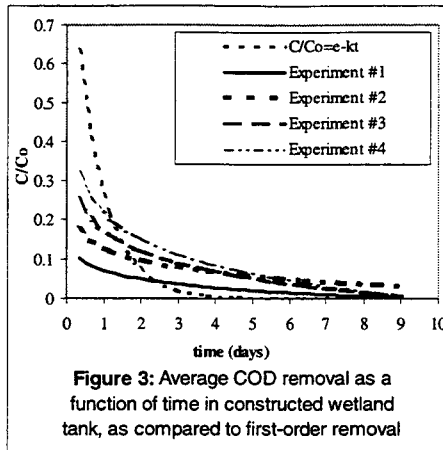
C₀ = initial COD conc. (mg/L)

t = residence time (d), and

k = time dependent rate constant for COD removal, given as $K = k_0(1.06)^{T-20}$
 where $k_0 = 1.104d^{-1}$ at 20°C and

T = measured water temperature (°C)

This first-order degradation model, with an average water temperature of 23°C, is also shown in Figure 3. As is evident from the figures, simple first-order kinetics poorly describe the COD removal for this wastewater.



Instead, the COD removal curves for these experiments indicate that the bulk of the COD is removed very early in the wetland tanks, but that some residual, more recalcitrant compounds remain in the wastewater. This is consistent with the nature of winery wastewater, which tends to be dominated by organic acids, alcohol and phenolic compounds. While all of these compounds are readily degradable, phenolic compounds are slower to degrade. Thus it seems likely that a retardation function may be applied to the degradation rate constant to better describe these data.

One possible approach to incorporation of a retardation function is to model:

$$k = K_0 / (bt + 1)$$

where K_0 = initial degradation constant (d^{-1})

b = retardation coefficient (d^{-1}).

By calculating a first order rate constant (k) for each time segment measured, it is possible to determine the rate at which the rate constant declines with increased residence time. By normalizing these results, and then linearizing the equation, the slope, b , can be determined. The resulting coefficients are summarized in Table 4. While the K_0 values vary somewhat for each experiment, they are of the same magnitude, ranging from $3.202d^{-1}$ to $6.209 d^{-1}$. The determined retardation coefficients are likewise similar, and range from $1.015d^{-1}$ to $1.644d^{-1}$. An averaged K_0 and b are used in the modified first-order plug flow model to obtain the relationship:

$$C/C_0 = e^{-(K_0/(bt+1))t} \tag{2}$$

This model is plotted and compared to the experimental data in Figure 4. Visual inspection reveals that the coefficients determined by this approach better describe the data than does the simple first-order decay model.

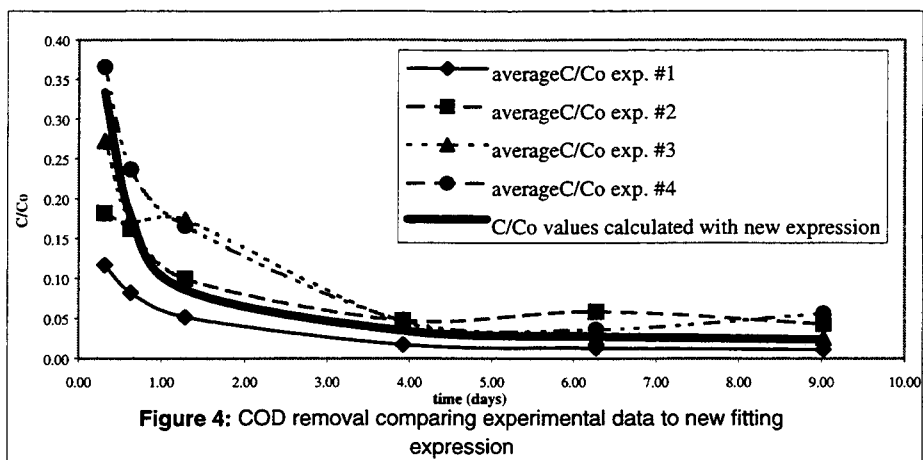


Table 4: Final kinetic coefficients for use in equation (2).

Exp. #	Co(mg/L)	b(d ⁻¹)	K _o (d ⁻¹)
1	993	6.209	1.303
2	2013	3.834	1.644
3	4723	4.142	1.015
4	1653	3.202	1.443

Conclusion

Constructed wetland systems are well suited to treat process wastewater from the wine industry. These systems are capable of treatment to irrigation standards, or better, without high energy inputs or the need for chemical pH neutralization. Even when wastewater was applied at eight times the recommended maximum organic loading rate, 98% COD removal was achieved. Frequent variations in the input COD concentration did not impair treatment, indicating the ability of constructed wetlands to tolerate the fluctuating waste stream produced by wineries during the crush season.

Initial kinetic analysis reveals that simple first-order plug flow models do not adequately describe COD removal from winery wastewater within this constructed wetland system. Instead, a first-order degradation model that includes a retention-time dependent rate constant better describes these data. This analysis indicates an initial rate constant between 3-6 d⁻¹, and a retardation coefficient ranging between 1.01-1.64d⁻¹ is appropriate for subsurface wetlands used for treating winery wastewater.

References

- APHA, AWWA, WEF. 1992. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater Treatment. 17th ed.
- REED, S.C., CRITES, R.W., MIDDLEBROOKS, E.J. (1995) Natural Systems for Waste Management and Treatment. 2nd ed. McGraw-Hill, New York 433 p.
- TAUSENDSCHOEN, M. (1997). Evaluation of Subsurface Flow Hydraulic Characteristics of a Constructed Wetland for Treatment of Winery Effluent. Master's Degree Thesis. Univ. Cal-Davis. 130 p.
- U.S.EPA. (1993) Subsurface Flow Constructed Wetlands for Wastewater Treatment: A Technology Assessment. Report # EPA 832-R-93-008. Cincinnati, Ohio. 85 p.
- U.S.EPA. (1988). Constructed Wetlands and Aquatic Plant Systems for Municipal Wastewater Treatment: A design Manual. Report # EPA 625-1-88-022. Cincinnati, Ohio. 83p.



Raccordement et traitement collectif mixte des effluents vinicoles

Connection to sewage system and treatment of winery wastewater in conjunction with domestic effluent.

F. Badie

Agence de l'Eau Seine-Normandie
51, rue Salvador Allende, F-92027 Nanterre Cedex
tél : 01 41 20 16 23 ; fax : 01 41 20 16 24 ; e.mail : dai @ aesn.fr

Résumé - Pour résoudre les problèmes de pollution liés aux effluents vinicoles, un certain nombre de communes viticoles champenoises ont choisi de mettre en place des dispositifs d'épuration capables de traiter simultanément les effluents vinicoles et domestiques. Ces dispositifs comprennent généralement un réseau de collecte séparatif eaux usées/eaux pluviales, un ou plusieurs bassins de stockage étanches de grande capacité et une station d'épuration biologique en aération prolongée raisonnablement surdimensionnée. Les effluents vinicoles et domestiques de la période des vendanges, riches en matières organiques, sont stockés dans les bassins avant d'être envoyés, en différé, à petit débit, pendant plusieurs mois (un à six mois), sur la station d'épuration collective (principe de l'étalement des rejets). Des conventions établies entre établissements vinicoles et collectivité précisent les conditions techniques et financières du raccordement.

Abstract - *Wine-making generates significant pollutant discharge. This discharge of a very seasonal type, is the origin of malfunctions at purification plants in wine growing communes and disturbs the biological balance of water courses, especially when the latter are at low levels. A certain number of wine growing communities in Champagne chose to set up purification plants capable of treating wine-making and domestic effluent at the same time to solve the pollution problems linked with wine-making effluent. These plants generally consist of a sewage/stormwater separating collection system, one or more large capacity watertight storage basins (several thousands of cubic metres) and a reasonably oversized biological purification plant. Wine-making and domestic effluent for the harvesting period, rich in organic matter, is stored in the basins before being sent, later on, slowly over several months to the general purification plant. Such a solution, however, is only conceivable if the wine-making companies share financially in the additional investment and operating expenditure resulting from treating their effluent. The financial burden linked to wine-making effluent should not, in fact, be borne by domestic users. Connecting a wine-making company to the community sewage system should at any rate be covered by explicit authorization from the community. It should really be considered only when the community purification plant has been designed or made suitable for treating the effluent under good conditions. For wine-making companies subject to the regulations for plants classified for environmental protection, the connection should of necessity be covered by an agreement signed with the sewage infrastructure administrator.*

Mots clés : raccordement, réseau d'assainissement, convention, stockage, traitement biologique

Keywords : connection to sewage system, domestic effluent, storage basin, biological purification plant

Introduction

Les activités liées à l'élaboration du vin, génèrent des rejets polluants importants. Ces rejets, à caractère très saisonniers, sont souvent à l'origine des dysfonctionnements des stations d'épuration des communes viticoles et perturbent l'équilibre biologique des cours d'eau, en particulier lorsque ces derniers sont en étiage.

Pour autant, le raccordement des établissements vinicoles au réseau d'assainissement ne doit pas être systématiquement écarté, car il peut, dans certains cas, constituer la meilleure solution pour résoudre les problèmes posés par ces effluents.

1) Caractéristiques des rejets vinicoles champenois - rappels

Les effluents vinicoles, très riches en matières organiques (sucres, acides organiques, alcool, polyphénols) sont rejetés pour l'essentiel pendant la période des vendanges (activité pressurage) et pendant les opérations de soutirage et de clarification du vin. Ces périodes correspondent, en effet, à de nombreux lavages de matériel (pressoirs, cuves, filtres, ...) et au rejet éventuel de sous produits tels que bourbes et lies, jus de marcs, solutions de détartrage, terres de filtration.

Facilement biodégradables, ils peuvent être jusqu'à deux cents fois plus concentrés en matières organiques (DCO, DBO) que les effluents domestiques (tableau 1).

Tableau 1 : comparaison de différents effluents (concentration en mg/l)

	<i>MES</i>	<i>DCO</i>	<i>DBO5</i>	<i>pH</i>
<i>EAUX DE LAVAGE (PRESSURAGE)</i>	1 000	10 000	5 000	4
<i>EAUX DE LAVAGE (SOUTIRAGE)</i>	1 300	5 300	2 700	4
<i>BOURBES</i>	30 000	200 000	100 000	3
<i>JUS DE DETARTRAGE</i>	15 000	120 000	50 000	12
<i>EFFLUENTS DOMESTIQUES</i>	600	800	400	7

La période critique est, sans aucun doute, la période des vendanges : les effluents vinicoles, peuvent alors contribuer à multiplier par dix, voire par trente, la quantité de pollution à traiter au niveau d'une commune viticole (figure 1). En Champagne, cette période ne dure qu'une quinzaine de jours, tout au plus.

L'impact, en terme de rejets, des opérations postérieures au pressurage reste souvent limité dans la mesure où la plus grosse partie des volumes de moût produits n'est pas vinifiée sur place, mais expédiée aux Maisons de Champagne.

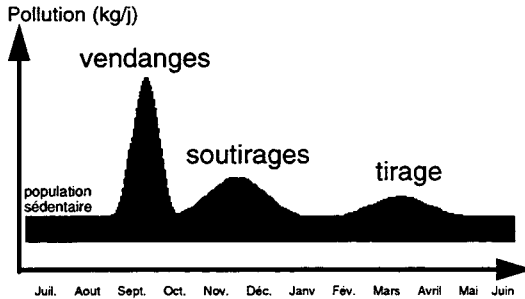


Figure 1 : pollution globale rejetée par une commune viticole

2) Raccordement au réseau d'assainissement collectif

a) cadre réglementaire

Le raccordement d'un établissement vinicole au réseau d'assainissement collectif doit, dans tous les cas, faire l'objet d'une autorisation explicite de la collectivité.

Il ne doit réellement s'envisager que lorsque le dispositif d'épuration collectif a été conçu ou adapté pour traiter l'effluent dans de bonnes conditions.

Pour les établissements vinicoles soumis à la réglementation des installations classées pour la protection de l'environnement au titre de la déclaration ou de l'autorisation (capacité de production supérieure à 500 hl), le raccordement doit obligatoirement faire l'objet d'une convention passée avec le gestionnaire de l'infrastructure d'assainissement, fixant notamment les caractéristiques de l'effluent déversé (cf arrêtés ministériels à paraître).

Les valeurs limites de rejet (tableau 2) imposées par la réglementation à la sortie de l'établissement raccordé peuvent être dépassées dès lors que l'aptitude de l'infrastructure d'assainissement à acheminer et à traiter les effluents est clairement démontrée.

Tableau 2 : valeurs limites de rejet dans le cadre d'un raccordement au réseau d'assainissement collectif (concentrations en mg/l)

MEST	DCO	DBO5	Azote global	Phosphore total
600	2 000	800	150	50
<i>lorsque le flux maximal apporté par l'effluent est susceptible de dépasser 15 kg/j de MEST ou 15kg/j de DBO5 ou 45 kg/j de DCO</i>				

Il va sans dire que le strict respect de ces valeurs limites interdirait le rejet direct des effluents vinicoles dans le réseau et imposerait la mise en place systématique de dispositifs de prétraitement poussé, solution guère envisageable pour les petites et moyennes unités.

b) convention de raccordement

La convention de raccordement établie entre la collectivité et l'établissement vinicole raccordé au dispositif d'épuration permet de définir les droits et devoirs de chacun.

Elle précise d'abord les conditions d'acceptation des rejets dans le réseau collectif. Elle doit ensuite définir les modalités de participation de l'établissement considéré aux charges d'investissement et de fonctionnement du dispositif d'épuration. En contrepartie, la collectivité garantit un traitement optimal des effluents ainsi que le respect des normes de rejet.

c) participation financière des établissements raccordés

L'adaptation des dispositifs d'épuration au traitement des effluents vinicoles de vendange peut entraîner des surinvestissements importants (création de bassins de stockage, surdimensionnement des ouvrages).

Or, la charge financière liée au traitement des effluents vinicoles ne doit pas être supportée par les usagers domestiques.

Deux possibilités s'offrent à la collectivité pour répercuter aux établissements raccordés le coût du traitement de leurs effluents (investissement et fonctionnement).

La redevance d'assainissement classique, dont le mode de calcul s'appuie sur les dispositions réglementaires du Code des communes, permet déjà de tenir compte de l'impact réel des rejets sur le service d'assainissement. L'assiette de cette redevance, qui correspond au volume d'eau prélevé, peut être corrigée à la hausse par un coefficient de correction.

Par ailleurs, le service d'assainissement peut demander aux établissements vinicoles raccordés une participation financière spéciale.

La notion de participation financière trouve son fondement juridique dans l'article L35-8 du code de la santé publique qui prévoit que l'autorisation de déversement dans le réseau public d'eaux usées autres que domestiques, peut être subordonnée à la participation de l'auteur du déversement aux dépenses de premier établissement, d'entretien et d'exploitation.

Les modalités particulières de calcul de cette participation doivent être clairement définies dans la convention de raccordement liant la collectivité et l'établissement vinicole. Dans le cas des traitements collectifs mixtes, les indicateurs retenus pour le calcul de la redevance sont, le plus souvent, les poids de raisins écrasés ou les volumes de moût produits.

La répercussion des surcoûts par le biais d'une participation financière spéciale doit être privilégiée dans le cas des traitements mixtes.

d) redevance pollution et prime pour épuration

L'établissement vinicole raccordé au réseau d'assainissement communal continue, bien évidemment, à payer la redevance pollution prélevée directement par l'Agence de l'Eau, dès lors que son activité est supérieure au seuil de redevabilité directe.

Il ne peut, en effet, bénéficier d'une prime pour épuration dans la mesure où il n'assure pas, par lui-même, le traitement de ses effluents. Par contre, la collectivité, maître d'ouvrage de l'épuration, perçoit une prime pour épuration fonction de la pollution globalement éliminée par le dispositif d'épuration (pollution domestique et vinicole).

Cette prime, apparaissant comme une recette dans le budget eau et assainissement, contribue à diminuer la participation de chacun des usagers du système d'assainissement.

La collectivité peut reverser une partie de cette prime aux établissements vinicoles conformément aux dispositions retenues par la convention de raccordement.

e) aménagements préalables au raccordement

En préalable au raccordement, un certain nombre d'aménagements internes s'imposent. Ces aménagements visent à diminuer le volume des effluents à traiter (séparation des réseaux, économies d'eau) et à réduire les rejets à la source (récupération optimale des sous-produits, prétraitement).

3) Principe du traitement mixte

Tout le principe du traitement mixte réside dans la mise en place, en amont d'une station d'épuration traditionnelle, de grandes capacités de stockage permettant d'envisager un traitement étalé dans le temps de la pollution produite pendant les vendanges.

Ainsi, les dispositifs mis en place comprennent généralement un réseau de collecte séparatif eaux usées/eaux pluviales, un ou plusieurs bassins de stockage étanches de grande capacité (plusieurs milliers de mètres cubes) et une station d'épuration biologique en aération prolongée raisonnablement surdimensionnée (figure 2).

Les effluents vinicoles (à l'exclusion de sous-produits) et domestiques de la période des vendanges, riches en matières organiques sont, après prétraitement (dégrillage fin, dégraissage-dessablage), stockés dans les bassins avant d'être envoyés, en différé, à petit débit, pendant plusieurs mois (un à six mois), sur la station d'épuration collective (principe de l'étalement des rejets).

En dehors des périodes d'activités viticoles, les effluents sont dirigés directement sur la station dépuration.

Il faut noter que les émissions d'odeurs du fait du stockage des effluents pendant plusieurs mois sont quasi inexistantes et, en général, non perceptibles par le voisinage. Cela s'explique, d'une part par l'absence de brassage au niveau des bassins de stockage et d'autre part, du fait de l'acidité naturelle des effluents (tableau 3) associée à des températures basses qui bloquent l'essentiel des fermentations.

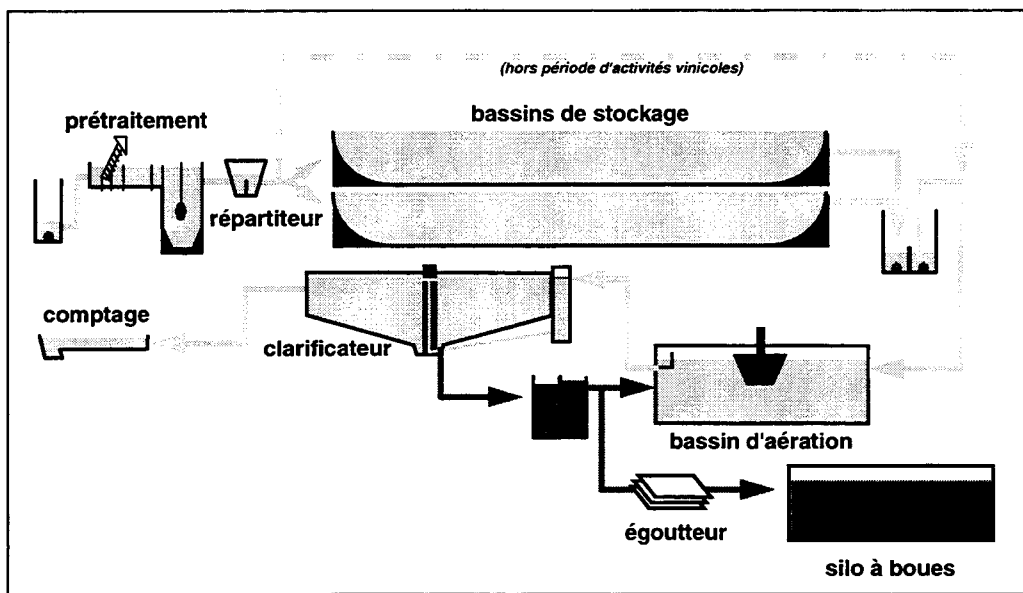


Figure 2 : schéma de principe du traitement collectif mixte

Tableau 3 : caractéristiques des effluents stockés (concentration en mg/l)
prélèvements réalisés en octobre 1997 sur 5 dispositifs de l'Aube

dispositif d'épuration	MES	DCO	DBO5	Ntk	Pt	pH
A	1 796	9 077	4 000	173	38	3,6
B	806	3 979	1 400	85	18	5,7
C	1 250	4 410	1 800	126	25	4,5
D	600	1 900	1 200	104	22	5,8
E	1 715	3 759	1 630	156	33	5,6
F	373	2 705	1 350	96	21	5,25

Actuellement, en Champagne, une dizaine de dispositifs mettant en oeuvre le principe du traitement collectif mixte sont d'ores et déjà opérationnels dans les départements de l'Aube et de la Marne (tableau 4).

Ces dispositifs ont tous bénéficié du soutien technique et financier de l'Agence de l'Eau. De nombreux projets à l'étude, devraient voir le jour dans les années à venir.

Tableau 4 : principaux dispositifs de traitement collectif mixte en Champagne

<i>Communes</i>	<i>départ.</i>	<i>capacité nominale (heq)</i>	<i>volume de stockage (m3)</i>	<i>population sédentaire (hab.)</i>	<i>nombre de pressoirs</i>	<i>volume de moût produit (hl)</i>
<i>Ville sur Arce</i>	10	1 700	2 500	260	9	31 300
<i>Les Riceys</i>	10	3 400	6 000	2 000	43	52 800
<i>Gye-Neuville-Buxeuil-Courteron</i>	10	3 000	4 000	1 250	34	43 600
<i>Rilly la Montagne- Villers Allerand</i>	51	4 300	6 000	2 000	30	20 700
<i>Loches-Essoyes-Landreville</i>	10	3 000	4 000	1 700	19	43 700
<i>Champagnol lez Mondeville</i>	10	800	1 100	320	3	3 900
<i>Fleury la Rivière-Romery</i>	51	1 400	4 000	600	36	19 600
<i>Arrentières</i>	10	500	2 000	400	8	9 200

Conclusion

Le traitement collectif des effluents vinicoles, en mélange avec les effluents domestiques, est une solution intéressante, particulièrement adaptée dans le cas de communes ayant un grand nombre de petits centres de pressurage et situées dans des zones où les possibilités d'épandage agricole sont réduites et où le milieu récepteur est sensible.

Une telle solution permet d'aboutir à un schéma global d'assainissement cohérent, assurant un traitement optimal et maîtrisé de l'ensemble de la pollution produite et garantissant au mieux le respect des objectifs de qualité du milieu récepteur. Par ailleurs les investissements collectifs et individuels à réaliser bénéficient, le plus souvent, d'une économie d'échelle intéressante.

Ainsi, le raccordement des établissements vinicoles au réseau d'assainissement peut, dès lors que le dispositif d'épuration collectif est adapté, constituer la meilleure solution pour résoudre les problèmes posés par les effluents vinicoles.



Traitement des effluents de caves par stockage aéré : mise en oeuvre et optimisation

*Treatment of winery wastewater by aerated storage :
concept and optimisation*

J. Rochard*, F. Desautels*, M. N. Viaud, D. Pluchart*****

* Comité Interprofessionnel du Vin de Champagne
5, rue Henri Martin - B.P. 135 - 51204 EPERNAY - FRANCE
Tél. 33. 03. 26. 51. 19. 30 - Fax 33. 03. 26. 55. 19. 79

** ITV Station Régionale Champagne
2, esplanade Roland Garros - BP235 - 51686 REIMS cedex 2
Tel. 03 26 77 36 31 - Fax 03 26 77 36 30

*** ORCATE
1, rue Eustache de Confians - 51035 Châlons en Champagne - FRANCE
Tél. 33. 03. 26. 66. 25. 75 - Fax 33. 03. 26. 65. 59. 79

Abstract - *The aerated storage is an extensive aerobic treatment by batch. About ten installations have been followed in Champagne during several years. These studies show that the time necessary for purification varies, according to the standard of the receiving environment, from three till eight weeks. The microbiological follows-up underlined the biomass progressive evolution : yeast at the beginning of treatment, then bacteria and Protozoa at the end. Taken as a whole, the aerated storage is well adapted to wineries that have an emphasised activity. The quantity of storage volume contribute towards a buffer effect that limit the consequences of a too heavy organic load or of a chemical rejection relied to the hygiene products. His extensive operation way contribute towards his easier follow-up too.*

Résumé - Le stockage aéré est un traitement aérobie extensif par batch. Une dizaine d'installations ont été suivies en Champagne pendant plusieurs années. Ces études montrent que le temps nécessaire à l'épuration varie, selon les normes du milieu récepteur, de 3 à 8 semaines. Les suivis microbiologiques soulignent l'évolution progressive de la biomasse : levures au début du cycle, puis bactéries, et enfin protozoaires. Globalement, le stockage aéré est bien adapté aux caves qui présentent une pointe d'activité marquée. L'importance du volume de stockage contribue à un effet tampon qui limite les conséquences d'une surcharge organique d'un rejet chimique lié au produit de nettoyage. Son mode de fonctionnement extensif contribue également à en faciliter le suivi.

Mots clés : effluents vinicoles, stockage aéré, micro-organismes, levures, bactéries, traitement

Keywords : winery wastewater, aerated storage, micro-organisms, yeast, bacteria, treatment

I. INTRODUCTION

Les activités liées à l'élaboration des vins sont à l'origine, comme tout processus de transformation de produits agricoles de rejets organiques, souvent préjudiciables pour l'environnement.

Par rapport aux autres secteurs agro-alimentaires, les caves présentent de nombreuses spécificités qui ne permettent pas d'envisager l'application directe des techniques classiques de dépollution. Parmi la typicité des caves, on peut retenir le caractère saisonnier des rejets avec une pointe souvent importante au moment des vendanges, une implantation urbaine fréquente limitant ainsi la place disponible et une grande variabilité liée à la production vinicole (processus d'élaboration, taille, mode d'organisation,...). Dans ce cadre, un procédé aérobic extensif dénommé « stockage aéré » a été développé en Champagne. Cette communication a pour objectif de présenter une synthèse des suivis réalisés pendant plusieurs années sur une dizaine d'installations champenoises.

II. PRINCIPE

A l'image d'une fermentation alcoolique classique, l'effluent est stocké dans une ou plusieurs cuves correspondant au volume rejeté pendant le pressurage, les vinifications et éventuellement la période d'embouteillage.

Ce procédé est assimilable à un traitement par boues activées (culture libre) en batch, pour lequel les opérations suivantes sont réalisées dans une même cuve :

- stockage de l'ensemble des effluents de la vendange,
- aération et brassage permettant le développement de micro-organismes aérobies ; ceux-ci assurant la dégradation de la matière organique très concentrée,
- décantation des boues ainsi formées.

Le rejet à petit débit de l'eau traitée peut ensuite s'effectuer sur une période compatible avec l'exutoire (réseau d'assainissement ou milieu naturel).

III. CARACTERISATION D'UN CYCLE DE DEPOLLUTION

3.1 CINETIQUE D'EPURATION

Au cours d'un cycle de traitement la DBO_5 et la DCO diminuent assez rapidement dans la phase initiale, puis la vitesse de dégradation diminue progressivement (Fig. 1). On peut supposer que la première phase correspond à la dégradation des composés facilement biodégradables (sucres, acides, alcool) tandis que la phase finale fait intervenir la transformation de composés moins biodégradables (macromolécules). Des études sont actuellement menées pour caractériser cette fraction difficilement biodégradée appelée « DCO dure ».

Le pH de l'ordre de 4 dans la phase initiale du traitement augmente peu à peu pour atteindre une valeur de 8-9 en fin de traitement. Cette évolution semble liée à la dégradation progressive des acides organiques.

Au cours du cycle, les matières en suspension (MES) augmentent régulièrement, en raison de la multiplication de la biomasse, puis diminuent, le substrat nécessaire au développement de cette biomasse se raréfiant.

En fait, après décantation, les boues représentent généralement 3 à 5 % du volume initial.

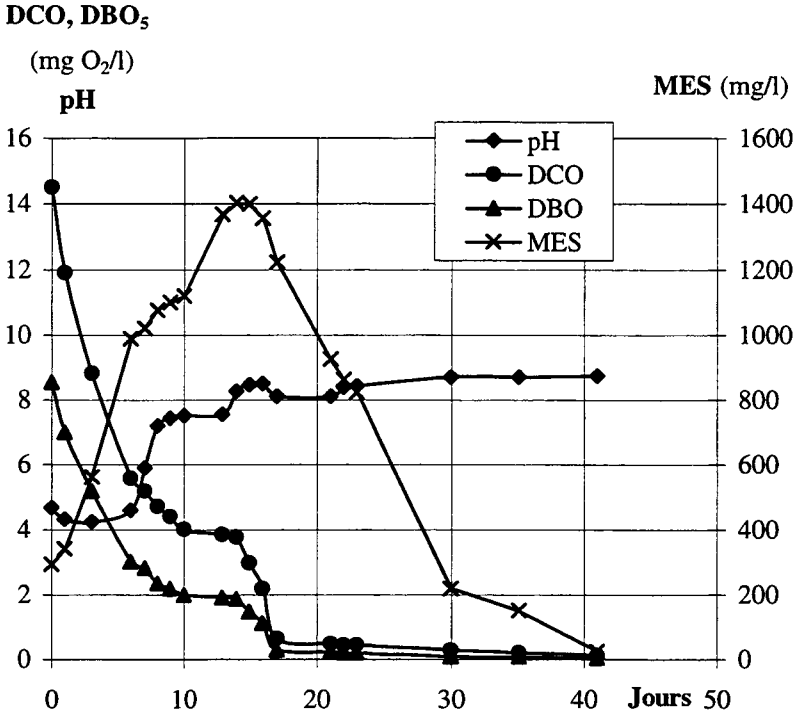


Figure 1 : Evolution de la DCO, de la DBO₅, des MES et du pH lors d'un stockage aéré

3.2 BIOMASSE

Un cycle d'épuration peut être décomposé schématiquement en quatre phases en fonction de l'évolution des caractéristiques physico-chimiques de l'effluent en traitement (Fig. 2).

① Phase de démarrage

Cette phase est caractérisée par une prépondérance des levures en raison d'une part de l'effet d'ensemencement des moûts et des conditions de développement favorables (pH, sucres, facteurs nutritifs).

Le développement levurien conduit à un abaissement de la DCO rapide avec pour conséquence une demande en oxygène très importante, et une élévation de température significative.

A ce stade, la séparation de la biomasse par décantation est difficile.

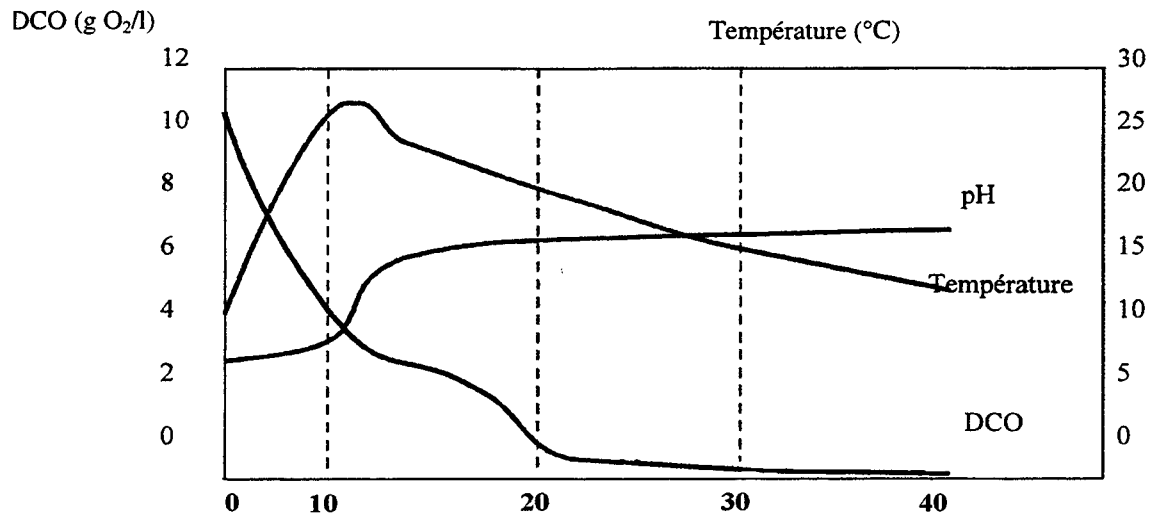


Figure 2 : Evolutions schématiques des caractéristiques des effluents traités par stockage aéré et de la biomasse épuratrice

② *Phase de croissance bactérienne*

Progressivement, l'activité des levures diminue au profit de celle des bactéries. Cette évolution sensible est liée d'une part à l'augmentation du pH (oxydation des acides organiques) et d'autre part à l'élévation de température au cours de la phase de démarrage. A ce stade de l'épuration, la biomasse se développe sous forme libre dans le liquide et de ce fait la décantation est très difficile.

③ *Phase stationnaire*

Cette phase correspond à une stabilisation voire une diminution de la population bactérienne et à la formation des premiers floes en raison notamment de l'épuisement du milieu en substrat facilement biodégradable et la baisse de température liée à l'atténuation de l'activité biologique.

L'apparition de protozoaires généralement bactérivores correspond aux successions d'espèces de la chaîne écologique classiquement rencontrées dans l'épuration des effluents domestiques. On note toutefois une prédominance des paramécies qui est caractéristique des milieux carencés en azote, ce qui est le cas des effluents vinicoles.

A ce stade, la sédimentation des boues devient plus effective.

Le niveau de la DCO atteint à la fin de cette phase, permet généralement d'envisager un rejet en réseau, mais le niveau d'épuration est généralement insuffisant lorsque l'exutoire est un milieu naturel (fossé, rivière).

④ *Phase de dépérissement*

La population bactérienne continue de diminuer en raison du faible niveau de substrat carboné biodégradable et d'une consommation par les espèces supérieures. A ce stade, les bactéries sont principalement sous forme de floccs facilement décantables.

L'évolution des espèces supérieures est caractérisée au niveau des protozoaires par une prolifération des paramécies et l'apparition plus occasionnelle de vorticelles, d'amibes, On observe ensuite, dans certains cas, la présence de métazoaires : rotifères, nématodes.

Ce stade correspond également à une dégradation très progressive de la fraction classiquement dénommée « DCO dure ». Bien que peu d'études aient été réalisées sur cette fraction des effluents de cave, on peut supposer qu'elle correspond à des composés à poids moléculaire élevé pour lesquels des phases d'hydrolyse complexes sont nécessaires avant leur assimilation microbienne.

Cette phase termine le traitement des effluents qui peuvent généralement être rejetés au milieu naturel après une simple décantation.

C'est également à la fin de cette phase qu'apparaissent les microphytes dans les bassins ouverts (PLUCHART, 1997) leur développement et l'apport d'oxygène pur qu'elles produisent permettent souvent de dépasser la saturation et sans doute d'accélérer le processus de dégradation de la DCO dure. Par contre, elles présentent l'inconvénient d'augmenter la concentration en MES aux rejets.

3.3 MISE EN ŒUVRE

Les installations sont dimensionnées afin de pouvoir stocker l'ensemble des effluents de vendange. Le volume du bassin est calculé à partir d'un ratio variant généralement entre 50 et 100 litres d'eau par hectolitre produit.

Le stockage aéré est le plus souvent réalisé en béton sous forme d'un bassin enterré. Cette solution permet de s'affranchir du problème de gel, d'obtenir un traitement plus rapide lié à l'augmentation de la température interne, et de pouvoir utiliser la zone supérieure du bassin, lorsque celui-ci comporte une dalle, ce qui contribue à son intégration dans le site. Quelques caves, pour des raisons économiques ou de difficultés d'implantation, ont choisi des options différentes : stockage dans des citernes métalliques ou création de bassins ouverts de type lagune, munis de bâche d'étanchéité (Tab. 1).

D'un point de vue pratique, on peut signaler que les bassins béton sensibles à l'attaque acide des effluents doivent faire l'objet d'un traitement spécifique. De même, les bassins métalliques, susceptibles de conduire à une augmentation de la teneur en fer des effluents doivent être enduits d'un revêtement adapté.

La technique d'aération - brassage retenue jusqu'à présent se compose d'une pompe immergée munie d'un hydro - éjecteur à effet Venturi. Les bassins ouverts sont généralement équipés d'aérateur de surface qui assurent l'oxygénation du milieu par effet de brassage. Des études sont actuellement menées sur d'autres dispositifs dissociant l'aération de l'agitation en prenant en compte les aspects fiabilité, nuisance, performance.

Tableau 1 : Exemples de réalisations de stockage aéré

Modalités	Coopérative de Romeny	Coopérative de Serzy et Prin	Coopérative de Vincelles	Vendangeoir Veuve Clicquot Avenay Val d'Or
Type de stockage aéré	Cuve enterrée	Bassin ouvert	Cuve aérienne isolée	Bassin ouvert
Matériau du stockage aéré	Béton résistant aux pH acides	PEHD géomembrane	Métal revêtu d'une résine époxydique	Géomembrane PVC
Capacité du stockage aéré	120 m ³	1 300 m ³	Réacteur 70 m ³ Stockage 250 m ³	400 m ³
Aération	Hydro-éjecteurs (2)	Aérateur de surface	Hydro-éjecteurs (2)	Hydro-éjecteurs et agitation
Effluents traités	Pressurage	Pressurage, vinification	Pressurage	Pressurage
Temps de traitement	30 jours	8 mois	4 fois 30 jours	70 jours
Destination des eaux traitées	Milieu naturel	Milieu naturel	Milieu naturel	Milieu naturel

CONCLUSION

Dans le domaine vinicole, il n'existe pas de solution universelle de traitement, chaque cave est un cas particulier ce qui justifie une diversité des processus d'épuration à mettre en œuvre.

L'homogénéité ou l'hétérogénéité des rejets tout au long de l'année, le charge organique des effluents, les contraintes liées à l'implantation sont autant de critères qui doivent intervenir dans le choix du système.

Le stockage aéré est bien adapté aux caves qui présentent une pointe d'activité marquée. L'importance du volume de stockage contribue à un effet tampon qui limite les conséquences d'une surcharge organique ou d'un rejet chimique lié au produit de nettoyage. Le suivi du traitement extensif est limité, par contre, l'importance du volume de stockage peut conduire à des difficultés d'implantation, notamment en site urbain.

Ce type de traitement justifie également une grande vigilance vis-à-vis des risques de nuisances olfactives.

Cependant, l'expérience montre que cet inconvénient peut être surmonté par un dispositif d'aération bien adapté.

BIBLIOGRAPHIE

- EDELIN F., (1993)** Le métabolisme microbien. *In L'épuration biologique des eaux, 4ème édition, 9-77*
- GERLAND C., ROCHARD J., VIAUD M.-N., (1992)** Optimisation de l'épuration des effluents vinicoles par traitement biologique aérobie. *Compte-rendu d'essai CIVC n° 92614, 18 p.*
- PLUCHART D., ROCHARD J., VIAUD M.-N., (1994)** Fonctionnement et optimisation du stockage aéré. *Actes du congrès international sur le traitement des effluents vinicoles 20-24 Juin 1994, 285-290*
- ROCHARD J., (1981)** Essais d'épuration des effluents des établissements vinicoles champenois. *Compte-rendu d'essais CIVC, 32 p.*
- ROCHARD J., VIAUD M.N., MONCOMBLE D., PLUCHART D., DESAUTELS F., (1996)** Traitement des effluents de caves par stockage aéré. Mise en œuvre et optimisation. *Actes de la 76^{ème} assemblée générale de l'OIV Cape Town 10-18 novembre 1996*
- ROCHARD J., VIAUD M.N., DESAUTELS F., PLUCHART D. (1997)** Aspects microbiologiques du traitement aérobie des effluents de cave. *Actes de la 77^{ème} assemblée générale de l'OIV, Buenos Aires*
- SCHLEGEL H.G. (1976)** Allgemeine Mikrobiologie Thieme verlag, Stuttgart. *In technologie des eaux résiduaires. 1990, Edition Springer-Verlag - Paris France, p. 582-584*
- VEDRY B., (1994)** Suivi d'une expérience d'épuration d'effluents vinicoles. *Etude CIVC, Epernay, 23 p.*
- VIAUD M.N., ROCHARD J., GERLAND C., DESAUTELS F., PLUCHART D., (1994)** Optimisation du traitement biologique aérobie des effluents vinicoles, *Actes du congrès international sur le traitement des effluents vinicoles, publication CEMAGREF, Paris, 87-92*
- WISSER A., (1997).** L'acidité volatile, un paramètre d'avenir dans le traitement des effluents par stockage aéré. *Mémoire Diplôme National d'Oenologie, UFR des sciences exactes et naturelles de Reims, 60 p.*



Traitement biologique aérobie par bassins en série des effluents vinicoles

Aerobic biological treatment of winery effluents using tanks in series

J.P. Canler*, G. Alary*, J.M. Perret*, Y. Racault**

* Cemagref, Groupement de Lyon, Division Qualité des Eaux et Prévention des Pollutions, 3 bis, Quai Chauveau, CP 220, F-69336 Lyon Cedex 09
e-mail : jean-pierre.canler@Cemagref.fr

** Cemagref, Groupement de Bordeaux, Division Qualité des Eaux, 50, avenue de Verdun, BP3, F-33612 CESTAS Cedex, e-mail : yvan.racault@cemagref.fr

Résumé - L'évaluation du procédé apporte un certain nombre d'enseignements sur l'intérêt de cette configuration, ses bases de dimensionnement (en particulier le nombre de bassins, leur capacité de traitement et d'aération), et sur les performances escomptées. Les mesures réalisées (suivis lourds) ont également permis une meilleure connaissance des charges hydrauliques et organiques à traiter. L'analyse fine de la filière biologique dégage les principaux paramètres à utiliser lors du dimensionnement. On retiendra, pour ce type de configuration, une charge massive sur l'ensemble des ouvrages de 0,12 kg de DBO₅ / kg de MVS.jour. Le traitement dit "bassins en série" s'avère être une technique intéressante en raison des performances obtenues, des contraintes d'exploitation limitées, et de la faible quantité de boues produites. Les informations recueillies apporteront des réponses aux décideurs sur le choix de la filière de traitement, sur ses conséquences financières et sur l'ensemble de ses contraintes.

Abstract - The assessment of the this process was aimed at providing a number of answers : (i) on the pertinence of this configuration, (ii) on the design guidelines (in particular the number of tanks, their treatment and aeration capacity), (iii) on the expected efficiency. The measurements permitted to acquire knowledge of the hydraulic and organic loads to be treated as a function of the winery capacity ; and of their variations in time. Specific ratios were established (litres of discharged wastewater per hl of produced wine, kg of unfiltered COD per hl of produced wine during the vintage season). This kind of results bring important pieces of information concerning the management of the wastewater in the winery, and can help to decide which strategy should be adopted to minimise the pollution flux at the treatment plant. The treatment ability of the "tanks in series" process can be improved by providing upstream effluent storage, which main benefit relies in its hydraulic and organic buffer function. Moreover, a preliminary biological treatment could be considered in order to remove the readily degradable fraction of the effluent. A detailed analysis of the biological system permitted to select the pertinent design parameters. For this kind of configuration, a total organic loading on the whole set of tanks of 0,12 kg BOD₅ per kg VSS per day is satisfying. Details are given about the hydraulic retention time, F/M ratio, distribution of the aeration capacity on each tanks and the knowledge of the processes which avoid the addition of nutrients and the pH control. The "tanks in series" process is found to be a convenient technique, since it showed appropriate treatment efficiency, it has low constraints upon operating, and produces a small amount of sludge. The obtained data will be of interest for the decision-makers, and will help to select the treatment process, evaluate the financial implications and assess the other features.

Mots clés : boues activées, effluents vinicoles, bassins en série, pollution organique
Keywords : activated sludge, winery effluents, tanks in series, organic pollution

1. Introduction

Dans le cadre de la protection de l'environnement, la législation oblige désormais la plupart des caves vinicoles à traiter leurs effluents. Dans ce contexte, un groupe technique composé en partie de spécialistes du traitement des eaux a été constitué, avec pour principale mission l'évaluation des filières de traitement les mieux adaptées à ce type d'effluent.

Différents procédés ont été évalués dont le "traitement biologique par bassins en série". Ce procédé semble bien adapté au traitement des effluents de cave vinicole compte tenu de la gestion modulable des bassins de traitement en fonction de la charge à traiter.

Les résultats présentés ont été obtenus à partir d'études sur trois installations et un suivi sur pilote. Le dimensionnement et le mode d'exploitation se sont avérés très différents d'un site à l'autre et explique la diversité des données et des performances mesurées.

Le présent article résume dans une première partie les principaux résultats obtenus et dégage ensuite, dans le paragraphe discussion, les points essentiels sur les règles de conception, de dimensionnement et d'exploitation issus de la synthèse des données collectées (sites, pilote et calculs théoriques).

2. Méthodologie du suivi des installations

Une méthodologie spécifique de suivi sur site a été retenue compte tenu de l'activité saisonnière des caves vinicoles.

Le suivi proprement dit correspondait à des mesures sur une très longue période, du début des vendanges aux premiers soutirages (à l'exception du site C). Le protocole retenu est un suivi continu des charges entrantes et rejetées avec deux types d'échantillonnage, un prélèvement de "type cumul", d'une durée moyenne de cinq à sept jours, suivi d'une mesure plus approfondie sur les différents étages de traitement (bilan 24 heures).

3. Résultats

3.1. Présentation des caves et caractéristiques des rejets

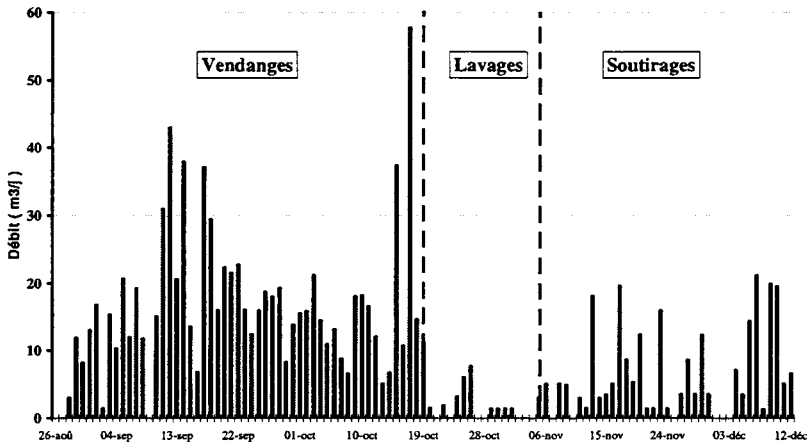
Les caves équipées d'un traitement biologique par bassins en série, ayant fait l'objet d'une étude approfondie sur site, sont les suivantes :

	A	B	C
Capacité de l'installation (hl de vin produit/an)	35 000 hl	100 000 hl	3 200 hl
Caractéristiques qualitatives et quantitatives de l'effluent à traiter pendant la période de vendanges			
Volume moyen d'effluent en sortie cave (m^3/j) [Coefficient de pointe]	19 [3.4]	16 [2.7]	-
<u>Concentrations</u> DCO brute (mg d'O ₂ /l) [extrêmes]	26 300 [10 000 - 41 000]	32 586 [1 255 - 58 500]	10 000 [7 000 - 11 000]
DCO soluble (mg d'O ₂ /l)	21 450	27 370	8 500
Ratio DBO ₅ / NTK / PT	100 / 0.9 / 0.3	100 / 1.08 / 0.36	100 / 0.5 / 0.1

Les rejets issus des caves sont saisonniers et peuvent varier très fortement d'un site à un autre en fonction du type de vinification, des actions menées au sein de l'établissement (économie d'eau) et de l'activité même de la cave.

◇ Sur le plan hydraulique

A titre d'exemple, le volume d'effluent rejeté varie selon l'activité de la cave (site B), comme le montre le graphique suivant :



Graphique 1 : Evolution des débits d'eaux usées en sortie cave (site B)

Il faut préciser que certaines activités peuvent se superposer et que la durée de chaque période diffère d'une cave à l'autre (surtout les soutirages ; pour les vendanges, la durée dépend principalement des conditions météorologiques et de la région de production).

Les suivis effectués ont aussi révélé, à certaines périodes, une absence totale de rejet pendant plusieurs jours consécutifs. De plus, à l'échelle de la journée, on n'observe aucune relation entre les quantités de raisin récoltées et les volumes d'eau usée rejetée.

Ainsi, les charges hydrauliques maximales d'une installation concernent la période des vendanges (sans épisode pluvieux) et le coefficient de pointe hydraulique fréquemment observé, sans événement exceptionnel, est de l'ordre de 3.

On observe que les quantités annuelles d'effluent produites par une cave se situent entre 50 et 100 l d'eau usée par hl de vin produit. La période de rejet la plus importante se situe pendant les vendanges et correspond en moyenne à 40 % des rejets annuels. La période "vendanges plus soutirages" peut atteindre 60 % des rejets de l'année.

◇ Sur le plan qualitatif

La concentration des effluents rejetés est très élevée et très variable dans le temps. On note que les pics les plus importants, hors incident, sont également obtenus durant la période des vendanges. Pendant celle-ci, la concentration moyenne en DCO brute est de l'ordre de 20 000 mg d'O₂/l (écart-type : 10 000 mg d'O₂/l), avec un ratio DCO / DBO₅ de 1,8 à 1,9. La fraction soluble est élevée, de l'ordre de 80 %.

Ces effluents révèlent également des carences marquées en azote et phosphore avec un ratio moyen DBO₅ / NTK / PT de 100 / 1 / 0,25. De plus, le pH moyen est acide (de l'ordre de 5) avec des variations importantes en fonction de l'activité de la cave (de 3,5 à 12).

3.2. Les filières de traitement

Les principales caractéristiques et les résultats obtenus sur les filières étudiées pendant la

période de vendanges sont les suivantes:

	A	B	C
Volume total de bassins d'aération	535 m ³	280 m ³	70 m ³ (prototype)
Nombre de bassins en série [% du total]	3 [26 / 26 / 48]	3 [50 / 25 / 25]	3 [14 / 43 / 43]
Présence de stockage	non	210 m ³	non
Limiteur de débit	oui	non	oui
Régulation de pH	oui	non	non
Apport de Nutrients	non	non	non
Débit moyen traité (m ³ /j)	16	8	1.8
Temps de séjour (jours)	33	35	38
Effluent traité			
DCO brute (mg d'O ₂ /l) [extrêmes]	850 [700 - 1 000]	310 [50 - 850]	4 072 * [1 550 - 7 850]*
DCO soluble (mg d'O ₂ /l)	430	220	-
Rendement global en DCO brute [rendement sur le 1 ^{er} ouvrage]	97 % [60 %]	98 % [90 %]	59 %* -
Données sur le fonctionnement des ouvrages pendant la période de vendanges			
Indice de boue (ml / g MES)	70	100	150
pH du 1 ^{er} bassin	5	7.8	4.5
Charge massique moyenne (kg DBO ₅ / kg MVS.j) [1 ^{er} bassin]	< 0.1 [0.20]	0.09 [0.19]	importante [1.80]
O ₂ dans le 1 ^{er} bassin	≥ 0 mg d'O ₂ /l	0.3 mg d'O ₂ /l	≥ 0 mg d'O ₂ /l

* Résultats des premières semaines après le démarrage avec un fonctionnement non optimisé.

Ce tableau appelle les commentaires suivants :

- En l'absence de stockage aéré ou non, le volume de réacteur biologique est beaucoup plus important comparé à la taille de la cave.
- Sur des effluents très déséquilibrés et en l'absence d'apport de nutriment, aucun dysfonctionnement biologique marqué n'est observé.
- L'absence de régulation de pH sur deux installations révèle : pour le site B, un pH de la boue du premier bassin proche de la neutralité, facteur favorable à un bon traitement, d'où une valeur correcte de la DCO de sortie. Cette valeur correcte de pH est due à la capacité tampon du système, donc à la charge massique appliquée. Pour le site C, un pH de 4.5 sur le premier bassin est observé, valeur pénalisant l'activité biologique du système. Une régulation du pH aurait été préférable pour favoriser une bonne activité biologique et éviter une qualité de l'eau de sortie aussi médiocre.
- Une sous aération marquée sur deux installations (A et C) accompagnée d'une mauvaise répartition entre les bassins.
- Le premier bassin joue un rôle fondamental dans l'abattement de la pollution avec un rendement pouvant atteindre 90 % sur la DCO en absence de sous aération.
- Les concentrations en DCO de l'effluent traité sont encore élevées et dues essentiellement à une aération insuffisante et au pH.

Rappelons qu'il est difficile de rechercher un niveau de sortie proche des données issues du domestique (soit un rejet de concentration inférieure à 125 mg d'O₂/l de DCO_b) pour des effluents d'entrée dont les caractéristiques sont difficilement comparables :

- DCO brute domestique : environ 700 mg d'O₂/l,
- DCO brute cave : de l'ordre de 20 000 mg d'O₂/l, soit une concentration 25 fois plus élevée.

Compte tenu des débits traités très faibles, une approche des charges rejetées vers le milieu

récepteur devrait être prise en compte plutôt qu'une concentration de sortie.

Au vu des résultats, la configuration optimale pour l'obtention d'un effluent traité de bonne qualité est une succession de trois bassins communiquant par surverse suivie d'un clarificateur secondaire, la recirculation des boues du clarificateur étant envoyée en tête du premier bassin d'aération.

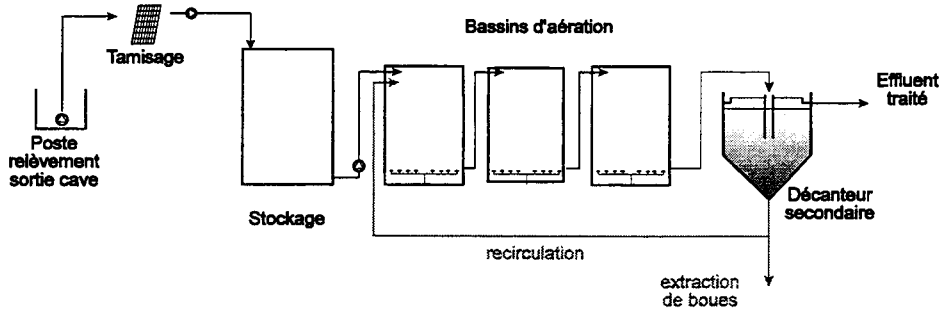


Schéma 1 : Filière de traitement par bassins en série

Ce nombre de bassin est un compromis entre les performances escomptées et les coûts d'investissement. Ces derniers seront développés dans la partie discussion.

4. Discussion

Les principales observations effectuées lors de nos suivis permettent d'élaborer un certain nombre de recommandations sur la conception, le dimensionnement et l'exploitation de la filière "bassins en série". Ces commentaires sont issus de l'analyse et de la synthèse de l'ensemble des données collectées, consolidées par un suivi sur pilote et des calculs théoriques.

4.1. Dégrillage

Cet équipement est indispensable sur la filière de traitement et doit toujours se situer à l'amont du stockage. Son fonctionnement doit être entièrement automatisé, y compris le décolmatage et l'évacuation des refus.

La taille des mailles doit se situer aux environs de 1 mm. Il conviendra d'être très vigilant sur ce point, la recherche d'une maille plus faible augmentant trop les contraintes d'exploitation par rapport à l'abattement en pollution obtenu.

4.2. Décantation primaire

Sa mise en place est rarement justifiée compte tenu des contraintes d'exploitation liées à la gestion des boues primaires. De plus, les performances obtenues sont relativement limitées étant donné le faible taux de pollution particulière de l'effluent à traiter. Par contre, sa présence est souvent motivée comme rôle sécuritaire en cas d'anomalies dans la cave (perte de terre de filtration).

Il serait donc préférable de remplacer cet ouvrage par un équipement plus rustique en tête de station, de type canal de dessablage, ou par un poste de relèvement équipé d'une zone de rétention des dépôts avec possibilité de reprise de ceux-ci ; dans tous les cas, une exploitation régulière reste indispensable.

4.3. Rôle du stockage

Les variations observées au cours des suivis révèlent des fluctuations importantes des rejets d'un point de vue quantitatif et qualitatif. Le stockage des effluents pour des caves vinicoles est donc primordial pour :

- une alimentation continue de la filière biologique située à l'aval,
- un rôle tampon sur l'hydraulique et sur les concentrations, en particulier la DCO, les nutriments (azote et phosphore) et le pH.

Le dimensionnement des stockeurs est basé sur la période de pointe hydraulique (vendanges) et doit correspondre à la différence entre le volume rejeté et le volume traitable par la station d'épuration durant cette période. Un bon compromis (financier / contraintes d'exploitation) doit être retenu entre le volume des stockeurs et les capacités de traitement de la filière biologique. Dans la plupart des cas, le dimensionnement du stockage dépend en fait des volumes de bassin disponibles sur la cave.

Cet ouvrage doit être équipé :

- **d'un brassage**, indispensable pour l'homogénéisation du milieu et la reprise d'éventuels dépôts et / ou,
- **d'un système d'aération** dont le dimensionnement dépendra des objectifs recherchés :
 - * éviter l'anaérobiose, en raison des risques d'odeurs et de formation de composés réduits, en particulier soufrés, pouvant engendrer des anomalies biologiques sur le procédé,
 - * obtenir un premier abattement sur la pollution organique plus ou moins contrôlé, pouvant atteindre 20 à 40 %. Ce dernier point est à prendre en compte car il permet de traiter des volumes journaliers plus importants sur la filière biologique.

On peut donner, pour les puissances spécifiques à installer, les ordres de grandeur suivants :
Brassage seul : Puissance inférieure à 5 W par m³ de bassin (mais attention à la configuration de l'ouvrage)

Début de traitement biologique : L'installation d'une puissance plus élevée (10 à 13 W par m³ de bassin) permet un début d'abattement de la pollution facilement assimilable.

4.4. Bassins en série

4.4.1. Intérêt des bassins en série et nombre d'ouvrages

Afin de valider les résultats obtenus sur sites, différents scénarios théoriques ont été effectués pour montrer l'intérêt du nombre d'étage de traitement et la répartition des volumes de bassin en relation avec les performances de traitement.

Ces scénarios comparent les performances des deux filières : "bassin unique" et "bassins en série". Ainsi nous avons calculé les rendements envisageables pour une même qualité d'effluent à traiter et une charge massique identique dans trois configurations possibles : en bassin unique (n° 1), avec deux bassins en série (n° 2) et avec trois bassins en série (n° 3).

Hypothèses de calculs :

Effluent à traiter : DCO brute : 18 000 mg d'O₂/l - DBO₅ : 9 000 mg d'O₂/l
Débit d'alimentation : 24 m³/j

Temps de séjour minimum : 20 jours

Charge massique moyenne : 0.12 kg DBO₅ / kg MVS.j

Caractéristiques des boues: MES: 4 g/l - 75 % MVS (concentration équivalente sur les différents bassins due à la recirculation importante)

La charge massique retenue tient compte du gradient de charge sur chaque ouvrage afin de

conserver une charge non négligeable dans le dernier ouvrage, du rendement recherché et du maintien d'un pH correct sans ajout de nutriment pour le traitement biologique.

Configuration s	Volume de bassins (m ³)	Nombre d'étages de traitement et volume	Charge massique (kg DBO ₅ / kg MVS.j)	DCO sortie (mg d'O ₂ /l)	Temps de séjour (jours)
n°1	480	1 480 m ³	0,12	630	20
n°2	480	2 240 m ³ + 240 m ³	0,12 0,23 ⁽¹⁾ 0,02 ⁽²⁾	140	20
n°3	480	3 240 m ³ + 2*120 m ³	0,12 0,23 ⁽¹⁾ 0,05 ⁽²⁾ 0,01 ⁽³⁾	< 100	20

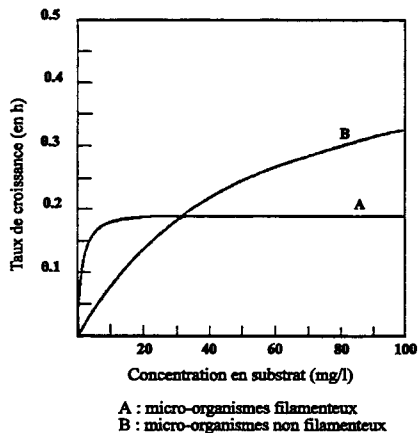
(1), (2), (3) : répartition au sein des différents ouvrages

Ce tableau permet d'établir les constats suivants :

- à volume égal, les performances sont plus importantes avec plusieurs étages de traitement et peuvent atteindre une amélioration d'un facteur 6 entre la configuration "bassin unique" et celle "bassins en série" à 3 étages.
- un compromis est à rechercher entre le nombre de bassin, leurs volumes et les performances attendues.

Sur ces installations, le risque de développement de bactéries filamenteuses (Indice de Boue élevé) aurait pu être important en raison des effluents fortement déséquilibrés associés à une charge massique faible. Mais le traitement en plusieurs bassins favorise la bonne aptitude de la boue à la décantation. Celle-ci peut s'expliquer par :

- un gradient de charge favorisant des charges massiques élevées en tête d'installation,
- une alimentation discontinue à l'échelle de la journée favorisant le développement de germes floculés aux vitesses de capture plus importantes,
- un fonctionnement des ouvrages en flux piston dont l'incidence est expliquée par les travaux de CHUDOBA



Graphique 2 : Différenciation des taux de croissance (d'après CHUDOBA et Coll., 1973 II)

4.4.2. Bases de dimensionnement

Elle sont obtenues à partir de la synthèse des études menées sur trois installations existantes. Les principaux paramètres de dimensionnement à prendre en compte sont la charge massique, le temps de séjour et les capacités d'aération.

4.4.2.1. Charge massique

Elle est obtenue à partir des charges entrantes sur le réacteur biologique ramenées à la quantité totale de biomasse dans le réacteur biologique.

Le suivi des installations existantes a montré la répartition suivante de la charge massique en fonction des étages de traitement :

	1 ^{er} étage	2 ^{ème} étage	3 ^{ème} étage	Sur la filière
Charge massique (kg DBO ₅ / kg de MVS . jour)	0.23	0.05	0.01	0.12

La charge massique se situe ainsi aux environs de 0,12 kg DBO₅ / kg de MVS. jour sur l'ensemble des ouvrages. Il s'agit d'une valeur moyenne, les charges étant différentes selon les étages (surcharges sur le 1^{er} étage et sous charge sur le dernier) et du pouvoir tampon du système par rapport à l'acidité des effluents d'entrée (TAC).

Avec cette valeur de charge massique (performances élevées : DCO sortie < 125 mg d'O₂/l), l'absence de régulation de pH est envisageable. Des valeurs plus importantes peuvent entraîner sur le premier bassin un risque d'acidification du milieu pénalisant la biomasse du système. Inversement, des charges massiques plus faibles sur le dernier ouvrage occasionnent un risque important de carences nutritionnelles donc d'une dégradation de l'indice de boue.

4.4.2.2. Temps de séjour

Les concentrations élevées des effluents à traiter accompagnées d'une charge volumique compatible avec le traitement entraînent des temps de séjour moyens de l'ordre de 20 jours avec une répartition entre les étages suivante :

	1 ^{er} étage	2 ^{ème} étage	3 ^{ème} étage
Temps de séjour (en jours)	10	5	5

4.4.2.3. Aération

La capacité d'aération totale du système doit tenir compte de la charge à traiter (très élevée sur le premier étage) et de la quantité de biomasse présente dans les différents ouvrages. Le choix des aérateurs dépend de nombreux facteurs dont la configuration du bassin, la hauteur d'eau de fonctionnement ainsi que de leur propre efficacité en terme de brassage.

La répartition des capacités d'aération, non homogène entre les bassins de traitement, serait de l'ordre de :

	1 ^{er} étage	2 ^{ème} étage	3 ^{ème} étage
% des capacités d'aération / totale	75	15	10

Une des principales difficultés d'exploitation est le maintien d'un niveau d'oxygénation

suffisant sur la filière. En dehors des problèmes de dimensionnement, les faibles taux d'oxygène dissous fréquemment observés, et pénalisant le process, sont majoritairement liés à la quantité trop importante de substrat organique entrant sur le premier bassin (gestion de l'alimentation et des boues en excès mal maîtrisée). Ainsi, compte tenu des fluctuations importantes de concentrations en entrée, l'asservissement de l'alimentation en fonction de la teneur en oxygène dissous dans le premier réacteur est souhaitable, voire indispensable.

4.4.3. Rendements

Les rendements escomptés sur des installations équipées de trois bassins en série correctement dimensionnés et exploités peuvent atteindre :

	sur le stockage	sur la filière biologique	1er étage	2ème étage	3ème étage	sur l'ensemble de la filière
DBO ₅	de 10 à 40 % *	> 99 %	90 %	80 %	65 %	> 99 %

* dépend du degré de traitement recherché sur le stockeur

4.4.4. Production de boue

La production de boue est très faible sur ces installations et estimée à 0,3 kg de MES par kg de DBO₅ éliminée.

Cette faible valeur, comparée à celles obtenues sur des effluents domestiques, s'explique par un âge de boue très important dans le système et un apport de pollution très majoritairement sous forme dissoute (ratio MES / DBO₅ très faible de l'ordre de 0,06).

Rappelons qu'un effluent domestique traité par une boue activée type faible charge donne les productions de boues suivantes :

	MES / DBO ₅	Production de boue (kg MES / kg DBO ₅ éliminée)
Effluent domestique	1.10	0.75
Effluent vinicole		
bassins en série	0.06	0.30
double étage *	0.06	0.45

* : gestion maîtrisée des charges massiques par la présence d'un décanteur intermédiaire

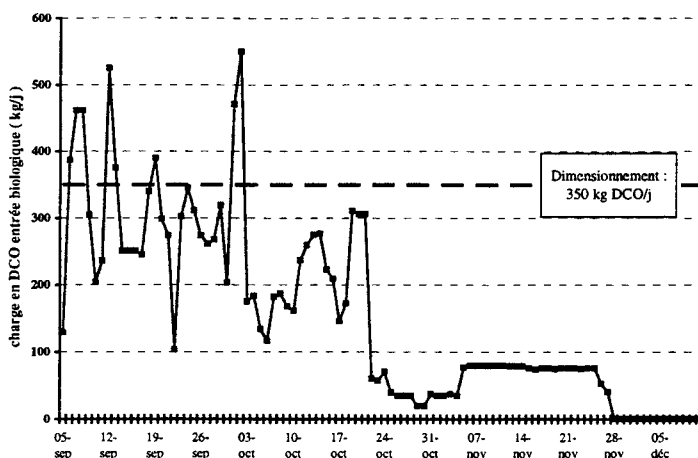
4.5. Principales difficultés d'exploitation rencontrées

La diminution des contraintes d'exploitation nécessite une fiabilité totale du système de traitement mais n'empêche pas un minimum de suivi pour le bon fonctionnement des ouvrages (deux heures journalières). Le personnel chargé de ce suivi devra, de plus, avoir un minimum de formation sur le traitement biologique.

Les principales et fréquentes difficultés rencontrées se situent au niveau :

- de la fiabilité du poste dégrillage (évacuation, décolmatage, nettoyage)
- de l'obtention d'une alimentation de l'installation continue et constante en charge organique.

Le graphique suivant illustre les difficultés d'alimentation pouvant être rencontrées :



Graphique 3 : Evolution de la charge en DCO brute en entrée de la filière biologique (ex. du site B)

4.6. Aspects économiques

Le coût d'investissement dépend de nombreux facteurs (charges à traiter, surface disponible, réseau existant, ...) mais les ordres de grandeur se situent aux environs de :

30 francs H.T. par hl de vin produit.

Les coûts d'exploitation de la filière de traitement se répartissent de la façon suivante :

Postes	Pourcentage
Frais de personnel (exploitation et analyses)	25 %
Coût énergétique (électricité)	40 %
Achat des réactifs (optionnel)	3 %
Renouvellement (entretien, réparation)	13 %

D'une façon plus détaillée, la consommation énergétique de l'installation est de l'ordre de 3 à 4 kW par kg DBO₅ éliminée et le temps journalier nécessaire au suivi de la station se situe en moyenne à deux heures par jour. On peut estimer ainsi le coût global du traitement entre :

1,50 et 3 francs H.T. par hl de vin produit.

5. Conclusion

Le traitement des effluents de cave vinicole par le procédé boue activée de type "bassins en série" s'est avéré être une technique intéressante en raison :

- des rendements élevés d'élimination de la pollution organique et donc des possibilités de rejet directement vers un milieu récepteur,
- d'une faible emprise au sol dans le cas de l'utilisation de bassins profonds,

- de contraintes d'exploitation pouvant être limitées, point très intéressant compte tenu de la très faible disponibilité du personnel des caves au moment des pointes de charge à traiter,
- d'une faible production de boue.

De plus, cette configuration permet :

- une gestion du nombre de bassins en fonction des périodes de charge à traiter,
- un redémarrage de la station par étapes avant la saison d'activité (vendanges), ce qui favorise la formation progressive du floc bactérien,
- la possibilité d'utiliser certains bassins pour stabiliser les boues par voie aérobie en fin de saison d'activité,
- l'optimisation des coûts de fonctionnement et plus particulièrement des coûts énergétiques.

Le suivi de trois sites sur une longue période a montré que ces équipements nécessitaient un minimum d'exploitation indispensable au bon fonctionnement, la formation du personnel étant de toute façon indispensable pour ces processus d'épuration dits automatisés.

6. Bibliographie

ALARY G. (1997). Efficacité du traitement par boues activées : double étage et bassins en série sur les effluents vinicoles. Etude des performances des stations d'épuration de Beaucaire et Vendargues. Mémoire de fin d'études, Juin 1997, 2 tomes, 110 p. + A.

ALARY G., CANLER J.P. (1997). Etude du fonctionnement de la station d'épuration de la cave coopérative « les Grès » à Vendargues (34). L.197, 44 p.

ALARY G., CANLER J.P. (1997). Etude du fonctionnement de la station d'épuration « les Vignerons Beaucairois » à Beaucaire (30). L.198, 44 p.

CEMAGREF QEPP, AGENCE DE L'EAU ADOUR-GARONNE, (1994). Caractérisation des rejets des caves vinicoles. Mesure de la charge polluante de la cave coopérative d'Espiet (33). Campagne de mesure du 4 au 6 oct. 1994, fév. 1995, 13 p. + A.

CHUDOBA J., GRAU P., et OTTAWA V. (1973.II). Control of activated sludge bulking : IV : Effect of sludge regeneration - Water Sci. Techn., Vol. 14, p. 73 - 93.

GROUPE TECHNIQUE « EFFLUENTS VINICOLES » (1995). Fiches techniques des filières d'épuration des effluents vinicoles. 15 fiches.

HELIAS L. (1996). Suivi d'un pilote de démarrage de station boue activée traitant des effluents vinicoles. Mémoire de troisième année ENESAD, 77 p.

PERRET J.M., CANLER J.P. (1995). Etude de la station d'épuration de la cave vinicole d'Espiet (33). L.167, 29 p.+ annexes.

RACAULT Y., CORNET D. (1997). Traitement des effluents vinicoles. Evaluation de la filière boues activées. Suivi de l'installation de Tauriac (33). Etude Cemagref, groupement de Bordeaux, n°12, tome 3, 26 p.

RACAULT Y., VEDRENNE J. (1996). Traitement des effluents vinicoles de Chais. Première évaluation du système boues activées avec bassin en série. Suivi de la station pilote de château Cablanc (33). Novembre 1996, 34 p. + A.



Application du procédé SBR aux effluents vinicoles : Résultats de trois années de suivi

*SBR Technology applied to the treatment of winery wastewaters :
Results of the last three years*

E. Houbron*, M. Torrijos, R. Moletta****

* IDE. Ingénierie, Laboratoire de Biotechnologie de l'Environnement, Avenue des étangs
11100 Narbonne,

** INRA, Laboratoire de Biotechnologie de l'Environnement, avenue des étangs
11100 Narbonne.

Résumé - Un procédé de dépollution par voie biologique, fonctionnant en mode séquentiel discontinu ou SBR, a été appliqué au traitement des effluents de caves vinicoles.

Une unité de traitement SBR a été mise en place en 1994 au Domaine du Mouton (Narbonne 11) pour traiter la totalité des eaux usées rejetées. Ce Domaine produit entre 6 000 et 7 500 hl de vin par an avec une prévision d'évolution à 10 000 hl.

Cette publication présente la synthèse des résultats obtenus lors du suivi du fonctionnement de la station SBR de traitement durant les trois dernières années (vendanges 1994, 1995, 1996). Les rendements d'épuration obtenus sont de 97,5 % sur la DBO₅, de 93 à 96,3 % sur la DCO totale, 50 % sur le NTK et 88 % sur le Ptotal.

De par son fonctionnement simple, son automatisation simple, ses coûts d'investissement et de fonctionnement modéré, ce procédé est particulièrement bien adapté à la dépollution autonome des eaux usées viticoles.

Abstract - Among the agro-food industry, the winery one is particular since it produces a very polluted effluent at very irregular intervals with the major hint of production during 30 to 60 days, from september till november. The maximum COD concentration could be higher than 30 g COD/l. Winery effluent present a ratio BOD₅/N/P near of 100/1/0.3, with a ratio COD/BOD₅ of 2.

The technologie used is a Sequencing Batch Reactor (SBR) adapted to winery wastewater. A treatment plant were carried out in the winery of the "domaine du Mouton" from Narbonne (southern France). The annual wine production at the "Domaine du Mouton" is between 6 000 and 7 500 hectoliters.

This publication deals with the last 3 years results with this SBR treating winery effluent, obtained during the grape-picking of 1994,1995,1996. The average composition of the effluent after biological treatment was respectively for 1994, 1995, 1996 : 0.28g COD/l, 0.241 g COD/l, and 0.280 g COD/l. These results showed that the purification efficiency was 97.5 % for BOD₅, 93 to 96.3 % for total COD, 50 % for NTK, and 88 % for total phosphorus.

For instance, with a simplified handling and automation, low capital cost and moderate operating cost, the SBR process is suited for winery industry.

Mots clés : boues activées, aération séquentielle, dépollution, effluent viticole

Keywords : activated sludge, depollution, winery wastewater, sequencing batch reactor

INTRODUCTION

Le Laboratoire de Biotechnologie de l'Environnement de l'INRA de Narbonne a développé depuis 1994 un procédé biologique de traitement des effluents de caves viticoles. Partant d'une analyse technico-économique du problème, les critères d'objectifs fixés pour le développement d'un procédé sont :

- ➔ une bonne efficacité d'épuration,
- ➔ une gestion simple de la station pour la cave,
- ➔ un système rustique avec un fonctionnement fiable,
- ➔ un système aux nuisances olfactives et sonores limitées,
- ➔ une technologie adaptée techniquement et économiquement aux caves viticoles.

Le laboratoire s'est orienté vers un procédé simple de type boues activées selon un mode de fonctionnement séquentiel discontinu plus connu sous le nom de Sequencing Batch Reactor (ou SBR).

Le procédé développé comprend deux parties principales :

- **un volume tampon en tête** pour stocker momentanément les effluents produits par la cave,
- **un réacteur biologique** qui assure le traitement différé des eaux usées stockées.

Les caractéristiques des rejets d'eaux usées viticoles présentent une très forte production pendant les deux ou trois mois suivant le début des vendanges puis une production beaucoup plus faible le reste de l'année. Le stockage permet "d'amortir" la pointe de production d'effluents et ainsi de ne pas surdimensionner la partie biologique. En effet, il est alors possible de traiter une partie des rejets émis en période de forte production pendant la période où la production d'effluents est fortement ralentie.

Dans le procédé SBR, le fonctionnement du traitement biologique est basé sur le temps et toutes les étapes de la dépollution sont réalisées dans le même réacteur aérobie selon les séquences suivantes :

- 1 - *alimentation* : un volume déterminé d'effluent stocké est introduit dans le réacteur aérobie,
- 2 - *aération* : le mélange effluents à traiter et boues activées est aéré jusqu'à élimination de la pollution soluble,
- 3 - *décantation* : arrêt de l'aération-agitation, et séparation de l'effluent épuré et des boues en suspension,
- 4 - *vidange* : à la fin du cycle de décantation, une fraction du surnageant épuré est évacuée.

Par rapport aux procédés à boues activées fonctionnant en continu, le SBR permet l'économie du décanteur secondaire et du système de recirculation des boues. En outre, en éliminant au fur et à mesure le volume traité, le fonctionnement en SBR permet d'épurer une quantité de pollution importante.

DESCRIPTION DE L'INSTALLATION DE DEPOLLUTION

Une installation à l'échelle industrielle a été mise en place en 1994 sur le Domaine du Mouton à Narbonne (voir la figure 1). Cette unité, qui assure le traitement de la totalité des effluents produits par la cave, comprend :

- un décanteur primaire de 1 m³,
- une fosse de relèvement de 3 m³ : une pompe immergée placée au fond de cette fosse envoie les eaux usées dans les cuves de stockage,
- deux cuves de stockage de 65 m³ chacune soit une capacité totale de 130 m³,
- une cuve de traitement aérobie de 40 m³ équipée d'aérateurs fines bulles qui assurent à la fois le brassage et l'aération de l'effluent.

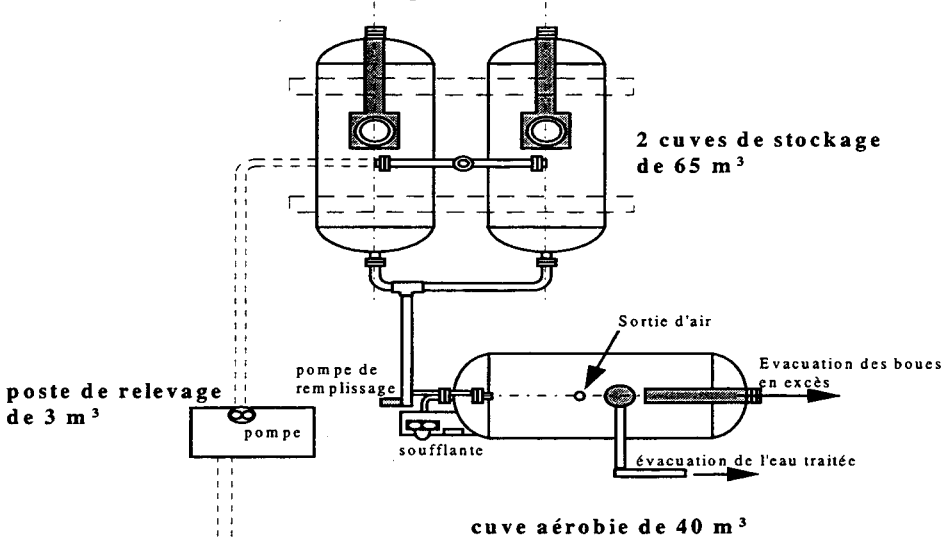


Figure 1 : Schéma de l'unité de traitement des eaux de la cave du Domaine du Mouton.

Le traitement se fait pendant deux périodes de l'année. La première période de traitement dure du début des vendanges à la fin du mois de novembre, moment où les cuves de stockage sont vides. A partir de ce moment là, les rejets d'eaux usées par la cave sont beaucoup plus faibles et le réacteur est arrêté. Les effluents produits sont stockés dans les deux cuves de 65 m³ jusqu'au mois de juin de l'année suivante et traités au cours de la seconde période de traitement. Pendant la période hivernale, cette stratégie permet de faire des économies importantes sur le coût de l'électricité pour l'aération.

Lors de la première année de fonctionnement, la formation d'un technicien de la cave a été assurée et un suivi analytique intensif a été réalisé afin de déterminer avec précision les performances du procédé et de mesurer sa capacité épuratoire. Depuis, le Domaine du Mouton exploite de façon autonome sa station de traitement SBR, et un suivi analytique de routine est réalisé.

DESCRIPTION ET ACTIVITE DE LA CAVE

Le matériel de production est composé pour l'essentiel d'un conquet de réception, d'un pressoir continu, d'un pressoir horizontal à plateaux, d'une cuve d'égouttage, d'un filtre sous vide, d'un éraflor et de cuves. La capacité totale de la cuverie est de 10 076 hl dont 4630 hl de cuves béton, 5 196 hl de cuves inox et 250 hl de cuves en fibre de verre. Le refroidissement des cuves est effectué au moyen de drapeaux et d'un groupe froid. La cave est équipée d'un réseau séparatif pour les eaux propres et les eaux usées.

La production de vin de ces trois dernières années a été de 7 282 hl en 1994, 5 802 hl en 1995 et 7 500 hl en 1996, dont près de 70 % de vin rouge.

PRODUCTION D'EAUX USEES

1 - Volumes rejetés

Les volumes totaux d'effluents produits pour les trois campagnes de suivi sont présentés dans le tableau 1 ci-après. A partir de 1995, les volumes d'eau utilisés sont nettement plus faibles car, suite à la mesure journalière de la consommation d'eau lors de la première campagne, le personnel de la cave a été sensibilisé à la gestion de l'eau utilisée pour les opérations de lavage/nettoyage.

	1 ^{ère} période	2 ^{ème} période
1994 - 1995	513 m ³	192 m ³
1995 - 1996	242 m ³	147 m ³
1996 - 1997	249 m ³	67 m ³ (*)

(*) Ce volume est inférieur au volume mesuré les autres années car suite à des inondations très importantes dans le Narbonnais au début de l'hiver, le poste de relevage n'a pas été opérationnel pendant plusieurs semaines.

Tableau 1 : Volume d'effluents rejetés par la cave du Domaine du Mouton pendant les trois campagnes de suivi

2- Composition des eaux usées

Les concentrations moyennes en Demande Chimique en Oxygène totale (DCO_{totale}) sont relativement basses la première année compte-tenu du volume important d'eau utilisé. Suite aux économies d'eau réalisées par la suite, ces concentrations sont devenues plus importantes (voir le tableau 2).

	1 ^{ère} période	2 ^{ème} période
1994 - 1995	4 à 9 g DCO _{totale} /l	5,2 g DCO _{totale} /l
1995 - 1996	6 à 11 g DCO _{totale} /l	4,7 g DCO _{totale} /l
1996 - 1997	8,5 à 10 g DCO _{totale} /l	2,4 g DCO _{totale} /l

Tableau 2 : Concentration en DCO_{totale} des effluents rejetés par la cave du Domaine du Mouton pendant les trois campagnes de suivi

Les matières en suspension, dont la concentration en sortie de cave est généralement de plusieurs grammes par litre, sont piégées dans le décanteur puis dans les cuves de stockage et la concentration de l'effluent servant à alimenter le réacteur aérobique est d'environ 0,5 g/l. Les concentrations en DCO_{totale} et en DCO_{soluble} sont très proches ce qui confirme la faible teneur en Matière En Suspension (MES) de l'effluent et donc l'efficacité de la décantation primaire.

Le rapport DCO/DBO₅ est en moyenne de 1,3 pour l'effluent brut servant à alimenter la cuve de 40 m³ ce qui révèle une bonne aptitude à la biodégradabilité des effluents vinicoles. Enfin, les analyses effectuées révèlent que l'effluent en sortie de cave est fortement carencé en azote et en phosphore car le rapport DBO₅/N/P n'est en moyenne que de : 100/1/0,3.

SUIVI DU FONCTIONNEMENT DE L'INSTALLATION DE TRAITEMENT DES EAUX USEES

Le réacteur estensemencé à 10 % avec des boues activées d'une station d'épuration urbaine. Après la première culture en mode discontinu qui sert à l'acclimatation des micro-organismes, le réacteur fonctionne selon un mode séquentiel discontinu (SBR).

1- Suivi d'un cycle de fonctionnement SBR

La figure 2 présente l'évolution comparée de la concentration en oxygène dissous et de la consommation en DCO soluble au cours d'un cycle de fonctionnement SBR.

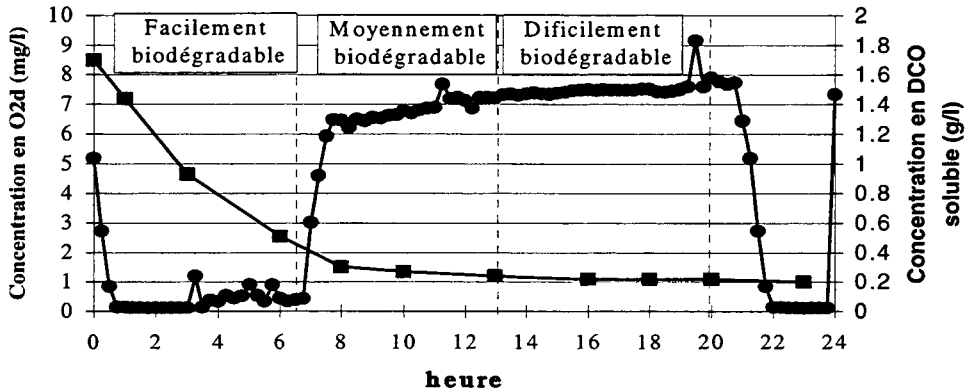


Figure 2 : Profil de la concentration en oxygène dissous au cours d'un cycle

Le profil de cette courbe est caractéristique d'un cycle complet et correct de fonctionnement. Trois zones distinctes sont clairement visibles.

Au début du cycle, l'effluent brut est introduit dans le réacteur, et la soufflante se met en marche, faisant remonter la concentration en oxygène dissous. Quasi immédiatement les micro-organismes consomment tout l'oxygène disponible pour oxyder le carbone. La concentration en oxygène dissous est voisine de zéro, et cette zone correspond à la consommation du carbone facilement biodégradable.

Au bout de 6 heures environ, lorsque tout le carbone facilement biodégradable est oxydé, les micro-organismes commencent à utiliser le carbone moyennement biodégradable. A ce moment là, les besoins en oxygène sont moins importants et la concentration en oxygène dissous remonte donc, et ceci jusqu'à la treizième heure.

Au-delà de cette période, tout le carbone facilement et moyennement biodégradable est consommé. Dans le milieu, il ne reste que du carbone difficilement biodégradable (DCO dure). Jusqu'à la vingtième heure, l'oxygène consommé est utilisé en grande partie pour la respiration endogène des micro-organismes et pour l'oxydation du talon dur de DCO. Cette consommation est faible et constante. Les valeurs de la concentration en oxygène dissous sont constantes et proches des valeurs de la saturation.

Au-delà de la vingtième heure, la soufflante s'arrête et la décantation commence. Les bactéries continuent à consommer l'oxygène du milieu, ce qui explique la chute des valeurs.

2- Résultats

⇒ Température dans le réacteur

La température dans le réacteur biologique n'est pas régulée. Elle est toujours comprise entre 22 et 26° C, ce qui permet un bon fonctionnement du système.

⇒ Production de boues moyennes

La production moyenne de boues est de 0,22 kg MES / kg DCO_{totale} appliquée.

⇒ Concentrations moyennes résiduelles après traitement

Les concentrations moyennes mesurées après le traitement biologique pendant les premières périodes de traitement sont rapportées dans le tableau 3.

	Concentration moyenne en DCO _{soluble} et écart type (σ_n)	Concentration moyenne en DCO _{totale} et écart type (σ_n)	Concentration moyenne en DBO ₅ et écart type (σ_n)
1994 - 1995	0,174 g/l $\sigma_n = 0,095$ g/l	0,281 g/l $\sigma_n = 0,093$ g/l	0,077 g/l $\sigma_n = 0,040$ g/l
1995 - 1996	0,149 g/l $\sigma_n = 0,074$ g/l	0,241 g/l $\sigma_n = 0,098$ g/l	(*)
1996 - 1997	0,220 g/l $\sigma_n = 0,039$ g/l	0,280 g/l $\sigma_n = 0,074$ g/l	(*)

(*) valeurs non mesurées

Tableau 3 : Concentration de l'effluent après traitement biologique pour les trois campagnes de suivi à la cave du Domaine du Mouton

Il apparaît sur ce tableau que la capacité épuratoire du procédé est excellente avec des concentrations moyennes inférieures à 300 mg/l. A l'issue du traitement biologique, le rapport DCO/DBO₅ augmente fortement jusqu'à des valeurs supérieures à 3,5 caractéristiques d'un effluent difficilement biodégradable, ce qui réduit très fortement l'impact sur le milieu récepteur, et améliore la qualité de nos cours d'eau.

Les résultats obtenus lors des deuxièmes périodes de traitement au début de l'été sont tout à fait similaires, avec des concentrations après traitement comprises entre 0,175 et 0,255 g de DCO_{totale}/l.

⇒ *Rendement de dépollution*

A titre d'exemple, les rendements de dépollution mesurés au cours de la première période de ces 3 années sont présentés dans le tableau 4 ci-dessous.

	Rendement de dépollution pour la DCO _{soluble}	Rendement de dépollution pour la DCO _{totale}	Rendement de dépollution pour la DBO ₅
1994 - 1995	95 %	93 %	97,5 %
1995 - 1996	-	96,3 %	(*)
1996 - 1997	96,4 %	96 %	(*)

(*) valeurs non mesurées

Tableau 4 : Rendement d'élimination de la matière organique pour les trois campagnes de suivi à la cave du Domaine du Mouton

⇒ *Traitement de l'azote et du phosphore*

Lors du suivi intensif en 1994, les concentrations moyennes en azote et en phosphore sont respectivement de 31,4 mg d'azote Kjeldhal/l et 9,5 mg de P/l avant traitement biologique et de 15,7 mg d'azote Kjeldhal/l et 1,14 mg de P/l après traitement biologique ce qui correspond à un taux d'élimination de 50 % pour l'azote et de 88 % pour le phosphore.

CONCLUSION

Le suivi des performances de l'unité de dépollution installée sur le Domaine du Mouton a montré que les eaux usées produites par la cave pouvaient être entièrement traitées avec une installation comprenant deux cuves de stockage de 65 m³ chacune et une cuve aérée de 40 m³.

Les eaux usées rejetées par la cave ont été dépolluées dans une cuve aérobie de 40 m³ fonctionnant avec une alimentation discontinue séquentielle (mode S.B.R.), selon des cycles de fonctionnement aération/décantation/vidange/remplissage de 24 heures.

Les pourcentages épuratoires moyens mesurés au cours des trois années de suivi sont de :

- 93 à 96,3 % pour la DCO totale,
- 95 à 96,4 % pour la DCO soluble,
- 97,5 % pour la DBO₅ totale.

ce qui montre que le procédé SBR permet une élimination tout à fait efficace de la pollution

contenue dans les effluents vinicoles. Enfin, par son automatisation simple, son faible coût d'investissement et ses coûts de fonctionnement modérés, ce procédé est particulièrement bien adapté à la dépollution des eaux usées des caves vinicoles.

Remerciements : nous remercions les sociétés Ateliers d'Occitanie et le Domaine du Mouton pour leur contribution technique.

BIBLIOGRAPHIE

- Andreoni, V., Daffonchio, D., Fumi, M.R., Marchetti, R., Rozzi, A., Silva, A. (1995). Anaerobic and aerobic treatment of winery wastewater : Results of an interuniversity research. *Revue française d'oenologie*, n° 152, Mai/juin, pp. 41-43
- Fiches techniques des filières d'épuration des effluents vinicoles (1995). Fiches rédigées par le "groupe technique effluents vinicoles" et disponibles auprès de l'Institut Technique du Vin, Paris.
- Massette, M. (1995). Les caves vinicoles face à la réglementation. *Revue française d'oenologie*, n° 152, Mai/juin, pp. 13-15
- Moletta, R., Raynal, J. (1992). Procédés de dépollution innovants et recherches actuelles dans le domaine vinicole. *Revue française d'oenologie*, N° 134, janvier
- Racault, Y., Lenoir, A. (1994). Evolution des charges polluantes de deux caves vinicoles du Sud-Ouest de la France sur un cycle annuel. *Revue française d'oenologie*, n° 152, Mai/juin, pp. 16-18

Application du traitement biologique aérobie double étage aux effluents vinicoles : évaluation de deux procédés lors des vendanges en Bordelais

Use of two stage biological aerobic systems for winery effluents : assessment of two processes during the peak pollution period in the Bordeaux area.

Y. Racault, D. Cornet, J. Vedrenne

Cemagref, Groupement de Bordeaux, Division Qualité des Eaux, 50, avenue de Verdun, BP3, F-33612 CESTAS Cedex, e-mail : yvan.racault@cemagref.fr

Résumé - Deux procédés biologiques double étage ont été évalués et sont comparés. L'un est constitué d'un premier étage avec des boues activées à forte charge volumique, l'autre utilise une biomasse à dominante levures comme première étape. Le second étage de traitement est constitué dans les deux cas par une boue activée faible charge.

Deux installations représentatives de chacun de ces procédés et implantées dans le Bordelais ont fait l'objet de suivis approfondis durant deux cycles de vinification. Elles traitent respectivement les effluents d'une cave de 140 000 hl et de 60 000 hl. L'étude a porté principalement sur le comportement des systèmes d'épuration lors des 5 à 6 premières semaines suivant le début des vendanges, période la plus critique lorsqu'un établissement doit traiter ses rejets sans stockage. Ces deux procédés fonctionnant avec un volume tampon très réduit conduisent à des rendements élevés. Ils demandent cependant une exploitation attentive en période de pointe pour garantir les niveaux de rejet requis.

Abstract - *In this paper, two aerobic first stage treatment processes are investigated. The first one is a high rate activated sludge, while the other is a recent process in which yeasts are predominant in biomass. The secondary treatment stage is a conventional low rate activated sludge. One key point in the operating of these processes is the biomass control in the first stage, in terms of quality (action on pH) and quantity (sludge concentration).*

Two plants, representative of each process and located in the Bordeaux area, were monitored in depth during two vintage periods. These plants are treating the wastewater of two wineries with a capacity of 140 000 hl and 60 000 hl respectively. The study was mainly focused on the behaviour of the processes during the 5 to 6 weeks after the beginning of vintage season, a critical period when no buffer storage of effluent is provided in the winery. Measurements were performed during all the period of increasing organic loading, and permitted to set up a detailed analysis of the process efficiency (variations in the removal rate at the different treatment phases; recording of the pH, aeration rate, sludge concentration; microscopic observation of the biomass, ...).

The « high rate + conventional activated sludge » process had a total hydraulic residence time in the range of 10 to 15 days. It was able to reach a 97-98% COD removal rate during the peak organic loading period, with 80 to 90% attributed to the first step alone, in which the sludge concentration was kept within the range of 7 to 10 g/l. In order to comply with the discharge standards, the high rate activated sludge required careful operation and an appropriate strategy to prepare the tank before the beginning of vintage season. Sludge production during the peak period was in the range 0,32 - 0,43 kg SS/kg COD_{removed}.

The « yeast + activated sludge » process is very compact, and showed a good ability to start quickly at the beginning of the season, owing to the rapid yeast growth. The first step was able to remove 75 to 85% of COD in one tank where loading rates were up to 10 kg COD/m³.d. The total COD removal reached 98%. This process, involving yeast centrifugal separation after the first stage, is rather complex. In spite of the automation, it needs a careful operation during vintage period to be reliable. The energetic cost is above those observed in the other aerobic processes, principally because of the high yeast oxygen requirements.

Mots clés : effluents vinicoles, boues activées, double étage de traitement,
Keywords : winery effluent, activated sludge, yeast, two stage treatment,

1. Introduction

La concentration élevée des effluents vinicoles et leur grande variabilité dans le temps impose pour leur traitement soit des solutions discontinues (ex : stockage aéré) soit de grands volumes tampons pour réaliser une épuration différée à faible débit. Lorsque le volume à traiter est trop important, que le stockage des effluents est impossible ou qu'une installation compacte est recherchée, un traitement au fil de l'eau s'impose. Pour parvenir, dans ces conditions, aux normes de rejet exigées, un traitement biologique multi-étage est nécessaire. Le premier stade de traitement peut être anaérobie ou aérobie. Nous présentons ici le cas de deux procédés où le premier étage est aérobie et constitué soit de boues activées conventionnelles à forte charge volumique, soit de réacteurs utilisant une biomasse à dominante levures. Le deuxième étage est constitué d'une boue activée faible charge. Ces systèmes se distinguent des bassins en série par la maîtrise des conditions de fonctionnement du premier étage (maîtrise du taux de MES par recyclage des boues et/ou maîtrise des conditions de pH pour favoriser ou non le développement des levures).

Deux installations du Bordelais, utilisant chacune un de ces procédés, ont fait l'objet d'un suivi approfondi pendant la période des vendanges (5 semaines à partir des premiers apports). Cette période de pointe est la plus critique pour le fonctionnement d'un système fonctionnant avec un faible volume tampon. La pointe de charge organique intervient seulement quelques jours après le redémarrage de l'installation et une bonne stratégie doit être adoptée pour garantir la qualité requise en sortie.

Bien que les deux installations suivies soient sensiblement différentes en taille, nous tenterons de dégager des paramètres de fonctionnement simples permettant d'établir un parallèle dans le comportement des deux procédés. Nous décrirons essentiellement le fonctionnement du 1^{er} étage qui, à lui seul, assure 80 à 90 % de la DCO des effluents bruts.

2. Méthodologie

2.1. Type de suivi

Le suivi a été réalisé sur cinq semaines en suivant un protocole de mesures bâti en concertation avec l'exploitant. Il a été conçu pour disposer d'une information la plus précise possible sur le comportement des installations, notamment en période de pointe.

Les mesures prises en compte sont les suivantes :

- Exploitant : en plus du recueil sur le carnet de bord de tous les paramètres du fonctionnement, des échantillons moyens journaliers représentatifs entrée-sortie sont prélevés à l'aide d'échantillonneurs réfrigérés, et analysés sur place. Les boues produites sont comptabilisées et leur siccité est régulièrement mesurée.

- **Cemagref** : le suivi comprend un bilan détaillé du fonctionnement pendant 72 heures en période de vendanges et des visites hebdomadaires couvrant la période de suivi. Chaque visite comprend un ensemble de mesures permettant de caractériser le fonctionnement. Les échantillons moyens 24 h du jour de la visite sont analysés au laboratoire et les résultats confrontés avec ceux de l'exploitant.

Les résultats de l'exploitant ont été pris en compte en partant des données brutes de façon totalement indépendante.

2.2. Paramètres utilisés

Dans le cadre de cet article, nous présenterons essentiellement les résultats du premier étage de traitement. Pour caractériser valablement les abattements de matière organique sur cet étage nous utiliserons la DCO soluble déterminée sur un échantillon centrifugé (DCOc) ou centrifugé et filtré (DCOf). L'essentiel de la charge polluante en période de vendange étant sous forme soluble, cette approche traduit de façon représentative le fonctionnement du 1^{er} étage.

A l'occasion de chaque visite, des prélèvements de boues ont été réalisés dans les bassins et leur caractérisation a été effectuée par observation macroscopique et microscopique. Ces observations microscopiques ont permis de décrire l'aspect de l'eau interstitielle et de la microfaune présente (levures, bactéries, organismes protozoaires, métazoaires, ...). Les éléments relevés constituent un bon indicateur des phénomènes s'étant déroulés dans les bassins d'aération les jours précédents.

2.3. Présentation des deux filières

2.3.1. Station d'épuration du GIE Chantemerle à Rauzan (33)

La station d'épuration de Rauzan traite les effluents de deux structures viti-vinicoles, le centre d'embouteillage de l'Union St-Vincent et la cave coopérative de Rauzan (140 000 hl) qui fournit à elle seule environ 80% de la charge admise sur l'installation (85% en période de vendanges). La charge polluante à traiter en pointe est de l'ordre de 15 000 à 20 000 équivalents- habitants.

La station de Rauzan, construite par la société Degrémont, est une filière de traitement de type boue activée double étage, le premier étage ne servant que durant la période de pointe (septembre - octobre).

Les éléments successifs de la filière de traitement sont les suivants (figure 1):

- Dégrillage grossier à l'amont du relèvement et tamisage (0,6 mm) des effluents à l'aval du relèvement.
- Ecrêtement des pointes de débit et de pollution par un bassin tampon (temps de séjour > 1 jour au débit maximum).
- Premier étage biologique à forte charge volumique avec séparation des boues par flottation.
- Second étage biologique en aération prolongée.
- Clarification et rejet dans le milieu naturel.
- Déshydratation des boues par presse à bande.

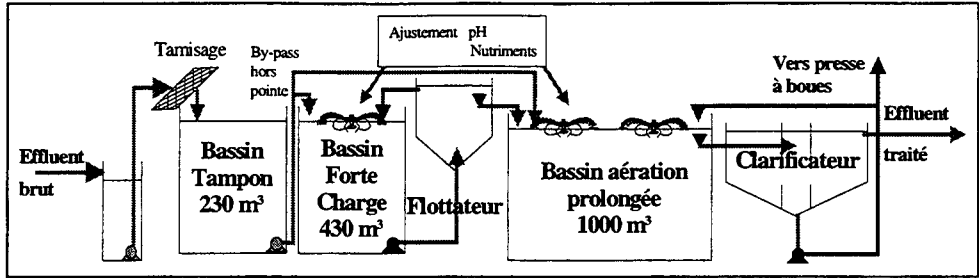


Figure 1 : schéma de principe de l'installation de Rauzan.

2.3.2. Installation de l'Union des Producteurs de St Emilion

La cave de St-Emilion produit 60 000 hl de vin rouge par an. L'ensemble des effluents, collectés par un réseau strictement séparatif, est stocké dans une bache à l'intérieur de la cave puis pompé vers le bassin tampon de la station d'épuration.

Cette solution proposée par la société Degrémont a été choisie en particulier pour sa compacité (possibilité d'inclure la totalité du dispositif de traitement dans un local souterrain) et pour son degré élevé d'automatisation. La station d'épuration de la cave de Saint-Emilion constitue la première installation de taille industrielle utilisant le procédé Vinipur + boues activées.

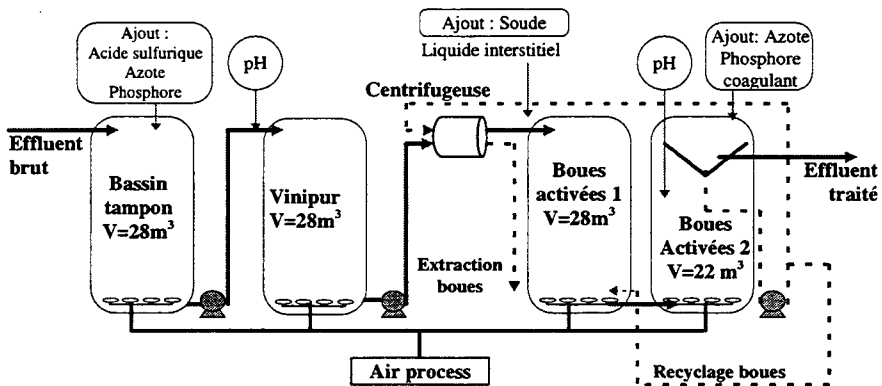


Figure 2 : schéma de principe de la station de St Emilion

La filière de traitement a été légèrement modifiée lors de la 2^{ème} campagne. L'installation est constituée d'une série de cuves inox dont les éléments successifs sont les suivants (figure 2):

- un bassin tampon (BT) permettant d'écarter les pointes de débit mais aussi utilisé comme premier stade de traitement,
- un bassin Vinipur suivi d'une centrifugeuse. Bassin tampon + Vinipur constituent le premier étage de traitement. En fonctionnement de routine, les levures sont extraites par la centrifugeuse au fur et à mesure de leur production et partiellement recyclées en tête de station.

un étage boue activée constitué de deux cuves séparées (BA₁ + BA₂) dont le but est d'assurer une épuration complémentaire nécessaire pour le rejet en milieu naturel.

3. Résultats

3.1. Station de Rauzan

3.1.1. Débits et charges à traiter

Pour les deux années 1994 et 1995, l'évolution des débits journaliers, montre que les volumes maximums en entrée station sont observés pendant la période des vendanges (du 15 sept. au 15 oct.). Ils peuvent atteindre ou dépasser exceptionnellement 200 m³/j.

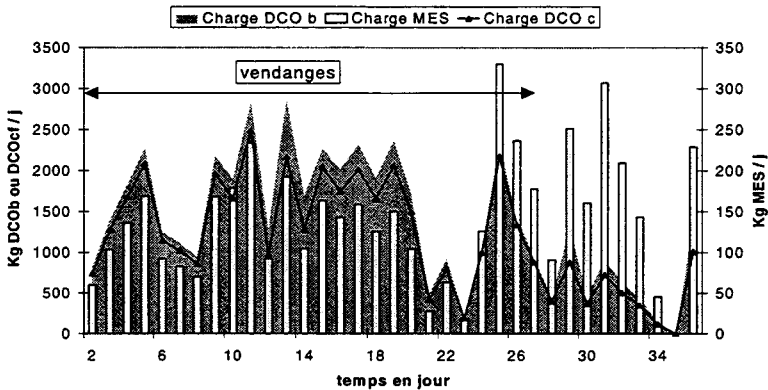


Figure 3 : Evolution des charges lors des 5 semaines après le début des vendanges

La charge organique admise sur la station en période de vendanges s'élève à environ 15 000 eq. hab/j et correspond en valeur cumulée à 40 % de la charge globale annuelle (calcul effectué sur la campagne de vinification 1994). L'essentiel de la charge organique est sous forme soluble, la charge en MES augmentant après les vendanges (figure 3).

Tableau 1 : concentrations et charges en entrée station.

			Résultats sur les 5 semaines de pointe		Dimensionnement
			1994	1995	
Débit moyen		m ³ /j	146	93	140
Concentrations	DCOb	mg/l	15800	15150	15000
	MES	mg/l	1630	1200	1210
Charges	DCOb	kg/j	2300	1410	2120
	MES	kg/j	240	110	120

3.1.2. Fonctionnement du premier étage

La station de Rauzan est une station de boues activées double étage, ce qui a pour conséquence de créer un gradient de charge sur l'installation. La présence du flottateur entre les deux bassins permet cependant de concentrer les boues dans le premier étage (figure 4) qui fonctionne ainsi en forte charge volumique mais en moyenne charge massique. Une réduction progressive de ce dernier paramètre est obtenue en relation avec l'accroissement

du taux de boue dans le bassin 1 (figures 4 et 5) .

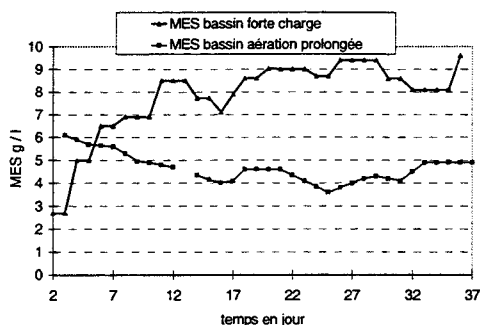


Figure 4 : Evolution des taux de boue dans les bassins (1995)

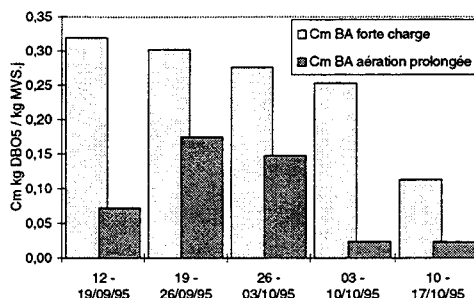


Figure 5 : Evolution des charges massiques dans les bassins d'aération (moyenne par semaine, 1995)

En 1995, l'acidification trop importante du bassin forte charge, lorsque la charge polluante était maximale, a contraint l'exploitant à by-passer une partie des flux directement sur le bassin 2. Ainsi pendant les trois premières semaines du suivi, environ 35% de la charge alimentant la station a été dirigée directement du bassin tampon vers le bassin 2 (figure 6). Ceci explique le report partiel en 1995 de la charge volumique (et massique) du bassin 1 sur le bassin 2.

Les principaux paramètres de fonctionnement sont rassemblés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 2 : fonctionnement global des bassins d'aération sur les cinq semaines de pointe.

		Bassin 1		Bassin 2	
		1994	1995	1994	1995
Temps de séjour	jour	3	5	7	11
Taux de boues	MES (g/l)	7-12	7-9	5-8	4-7
Minéralisation	MVS (% MES)	≈ 80	55-85	≈ 75	54-80
Charge massique	kg DBO ₅ / kg MVS.j	0,35	0,25	<0,05*	0,05 - 0,2
Charge volumique	kg DBO ₅ / m ³ .j	2	1,65	< 0,2*	0,6 - 0,1
Décantation	IB (ml/g)	≈ 100	< 100	< 100	60 - 140

* Sur la base d'un abattement moyen de DBO₅ de 90% sur le 1^{er} étage

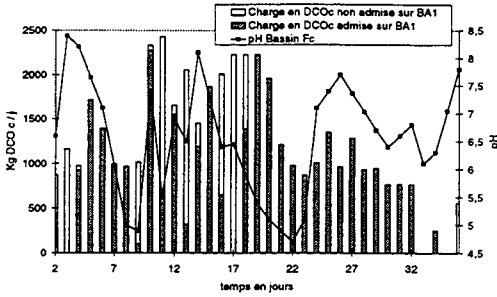


Figure 6 : Charges en DCOc admises et évolution du pH sur BA1

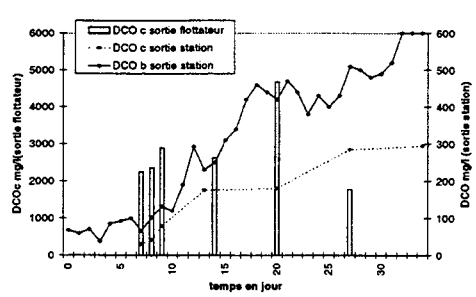


Figure 7 : Evolution de la qualité de l'eau traitée en période de vendange (1995)

3.1.3. Rendement du premier étage, qualité des effluents traités

Les rendements globaux de la station sont relativement stables sur les deux années. Le fonctionnement du bassin forte charge a par contre été nettement handicapé en 1995 en raison des problèmes de neutralisation. La DCO soluble éliminée sur le « forte charge » BA1 est en moyenne de 77 % (tableau 3).

Tableau 3 : Rendements de la station de Rauzan

	Forte charge	Aération prolongée	Global station		
	DCOs	DCOs	DCOb	DCOs	MES
Rendements 1994 (%)	90 (*)	(**)	96,9		91,9
Rendements 1995(%)	77 (71 à 83)	98	98,2	98,9	92,0

(*) peu de valeurs pour l'année 1994. (**) pas assez de données en sortie forte charge pour le calculer.

Au vu des résultats de 1995, la qualité de l'effluent a tendance à se dégrader progressivement avec la pointe de charge en entrée station pour atteindre un maximum en fin de période de vendanges ; ainsi les concentrations maximales en sortie station s'élèvent à 500 mg/l de DCOB et 100 mg/l en DBO₅ vers la mi-octobre. La fraction soluble (DCOs) augmente progressivement pour atteindre un maximum de 300 mg/l à la fin des vendanges (figure 7). Cette observation s'est confirmée l'année suivante.

3.2. Station de St Emilion

3.2.1. Débits et charges à traiter

Les durée des vendanges est courte à la cave de St-Emilion, et l'ensemble des apports est effectué généralement sur deux semaines. La plus grande partie de la charge polluante se trouve donc concentrée sur une période très courte (figure 8) sans possibilité de stockage.

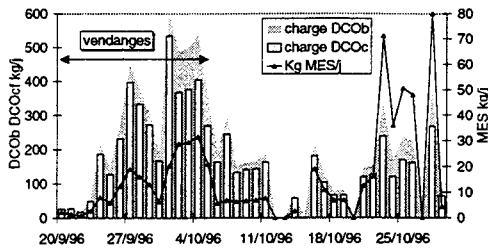


Figure 8 : Evolution des charges lors des 5 semaines après le début des vendanges

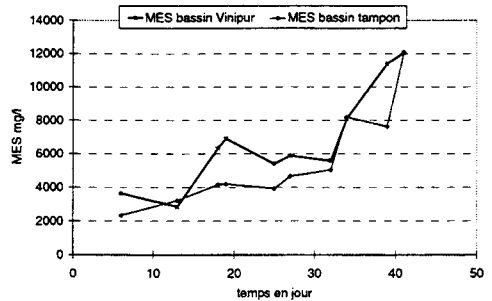


Figure 9 : Evolution des concentration de boue dans le BT et le bassin Vinipur

Tableau 4 : concentrations et charges en entrée station sur les cinq semaines de pointe.

			Résultats sur l'ensemble des 5 semaines		Dimensionnement (*)
			moyenne	maximum	
Débit moyen		m ³ /j	16,3	38,4	30
Concentrations	DCOb	mg/l	11850	47000	30000
	MES	mg/l	757	3260	4000
Charges	DCOb	kg/j	223	534	900
	MES	kg/j	13	80	120

(*) Dimensionnement prévu lorsque l'ensemble des réacteurs fonctionnent en période de vendanges.

La station a globalement fonctionné très nettement en dessous des valeurs de charges nominales.

3.2.2. Fonctionnement du premier étage (Bassin tampon + Vinipur)

En fait, depuis la campagne 1996, la capacité d'aération du bassin tampon a été renforcée et cet ouvrage se comporte comme une première phase de traitement à dominante levures. Nous pouvons donc considérer que le volume du bassin tampon fait partie intégrante du 1^{er} étage de traitement. Les deux premiers réacteurs « Vinipur » ayant des niveaux variables et le temps de séjour des effluents y étant aussi très variable, des bilans rigoureux sont difficilement réalisables. On ne peut donc présenter que des résultats globaux avec cumul sur 5 semaines (tableau 5). L'abattement en DCO soluble du bassin tampon peut être évalué à 40 % en se référant aux bilans 24h hebdomadaires et aux échantillons ponctuels prélevés en sortie de bassin tampon. Le bilan global d'abattement en DCO de l'ensemble bassin tampon + Vinipur s'établit quant à lui à 85 % d'où on peut déduire un rendement de 75 % pour le seul bassin Vinipur. Cette valeur est très proche de celle obtenue l'année précédente sur le bassin Vinipur 2.

Le bassin tampon se comporte comme un premier étage Vinipur et on y observe une croissance très rapide des levures et une augmentation du taux de boue analogue à celui du réacteur Vinipur (figure 9). Il est à noter, du fait de l'activité des levures et du confinement du local, une augmentation importante de la température, avec une pointe à 40°C environ

15 jours après le début des vendanges. Ce dernier élément peut avoir des conséquences sur le fonctionnement des boues activées en aval.

Tableau 5 : fonctionnement des différents bassins en moyenne sur 5 semaines (1996)

		Bassin Tampon	Vinipur	Boue activée
Temps de séjour	jour	1,7	1,6	3,6
Taux de boues	MES (g/l)	2,3 - 8,2	2,8 - 11,4	5,3 - 9,5*
Minéralisation	MVS (% MES)	88 - 94	82 - 93	76 - 84*
Charge massique	kg DCOs/ kg MVS.j	1,9	0,74	0,12 (max = 0,36 sur BA1)
Charge volumique	kg DCOs/ m ³ .j	8,4 (max = 25)	4,1 (max = 9)	0,9 (max = 6,4)
Décantation	IB (ml/g)	//	//	60 - 110

*cuve BA2

Les concentrations en sortie finale d'installation sont en moyenne de 400 mg/l en DCO. La fraction soluble reste inférieure à 350mg/l en DCO et 30mg/l en DBO₅.

4. Discussion conclusion

L'analyse du fonctionnement de ces procédés montre qu'il est possible de traiter les effluents vinicoles concentrés avec des rendements élevés en utilisant des traitement biologiques aérobies double étage. Cependant ces techniques où le volume tampon amont est très réduit demandent une très bonne qualité d'exploitation et une stratégie de démarrage bien adaptée. En effet, le bon comportement du 1^{er} étage est fondamental pour assurer la fiabilité du fonctionnement de l'ensemble de la filière lors de la pointe. La période de vendanges s'avère toujours délicate, chaque année est différente et il est nécessaire d'éviter des surcharges accidentelles provenant de la cave par la poursuite de mesures internes et le maintien d'une sensibilisation du personnel.

Concernant le système boues activées double étage, après plusieurs années de fonctionnement, les consignes d'exploitation du bassin forte charge ont été précisées. Nous pouvons les résumer ainsi:

- bassin forte charge opérationnel dès l'arrivée des vendanges. Ceci est facilité lorsqu'une charge organique permanente est admise (centre d'embouteillage)
- faire passer toute la charge à traiter dans le forte charge en période de préparation
- maintenir le fonctionnement du forte charge plusieurs semaines au delà des vendanges pour limiter la charge massique appliquée sur le second bassin, permettre une amélioration de la qualité des boues et obtenir un surnageant de meilleure qualité.
- utiliser le bassin forte charge pour minéraliser les boues après la pointe et faciliter leur déshydratation

Le maintien de bonnes conditions de pH sur le 1^{er} étage suppose aussi des capacités d'aération largement calculées. A la station de Rauzan avec une puissance spécifique de 85W/m³ une surcharge accidentelle peut entraîner des carences en oxygène sur le premier bassin très défavorables au maintien du pH. Le facteur sécurisant est cependant la possibilité d'utiliser ponctuellement la capacité de traitement du bassin 2.

Concernant le système Vinipur + boues activées, on retiendra que globalement l'étage Vinipur a apporté les rendements escomptés (environ 85% d'abattement de la DCO soluble) avec une aptitude au démarrage très rapide et une facilité à l'absorption de pointes de charges exceptionnelles. Par le pH acide imposé et les fortes capacités d'oxygénation (400 W/m³) le maintien de la culture levurienne ne pose pas de problème.

Il convient cependant de signaler quelques facteurs pénalisants du procédé :

- il s'agit d'un système complexe qui requiert un exploitant très qualifié et une bonne fiabilité des capteurs
- il est très consommateur en énergie (2,9 KWh/kg DCO_{éliminée} sur les 5 semaines de pointe en 1996)
- la boue activée en 2^{ème} étage ne peut servir de sécurité et il convient d'éviter en période de pointe toute erreur d'exploitation pour maintenir la qualité des effluents traités.

Bibliographie

EHLINGER F., DUROCQ L., MOSSINO J., HOLST T.(1994) VINIPUR : un nouveau procédé d'épuration des effluents vinicoles, Congrès international sur le traitement des effluents vinicoles, 20-22 juin 1994 Narbonne, 23-24 juin 1994 Epernay, CEMAGREF Ed., p 111-118.

RACAULT Y., CORNET D., VEDRENNE J., CANLER J.P.(1996) Evaluation des performances de plusieurs procédés de traitement des effluents vinicoles au cours des quatre mois de pointe d'activité, Etude CEMAGREF-Groupement de Bordeaux, n° 16, 4 tomes - Tome1: cas des boues activées double étage à la cave de Rauzan (33) 40p. + annexes, Tome 2: cas des boues activées avec bassins en série à la cave d'Espiet (33), 33 p. + annexes, Tome 3: cas de la méthanisation à la cave de Marcillac (33) 13 p. + annexes, Tome 4 : cas du bassin de stockage de la cave de Geaune (40), 10p. + annexes.

RACAULT Y., VEDRENNE J.(1997) Evaluation de la filière boues activées double étage. Suivi de l'installation de Rauzan (33) en 1995, Etude CEMAGREF-Groupement de Bordeaux, n° 12, Tome 1, 64 p.+ annexes

RACAULT Y., VEDRENNE J.(1997) Evaluation de la filière Vinipur + Boues activées. Suivi de l'installation de St Emilion (33) en 1995, Etude CEMAGREF-Groupement de Bordeaux, n° 12, Tome 2, 63 p.+ annexes

Traitement de finition des effluents vinicoles par géo-épuration sur massif siliceux

Wine-making effluents finishing treatment by geo-epuration on silicious filter

D. Orditz ¹, A. Lakel ¹, J.N. Cronier²

1 - C.S.T.B. : Rue Ordronneau 44406 REZE, FRANCE

2 - VASLIN BUCHER BP 28 49290 CHALONNES-SUR-LOIRE, FRANCE

Résumé - Les effluents d'origine vinicole présentent des concentrations en pollution carbonée très élevées. Un prétraitement de type stockage aéré permet de pallier les difficultés liées à la variabilité des débits et concentrations, et d'obtenir aisément des teneurs finales comprises entre 500 et 2000 mgO₂/l de DCO.

Lorsque le rejet dans le milieu naturel s'impose, un traitement de finition s'avère indispensable pour atteindre et fiabiliser des niveaux de performances plus élevés et exigés.

Les travaux de recherche menés dans le cadre du projet "Clean Oenology" FAIR-CT95-9504 nous ont permis de suivre l'évolution des caractéristiques d'un stockage aéré sur une durée de 1 an intégrant deux périodes de vendange (1996 et 1997) puis de mesurer les performances atteintes par un filtre à sable de 8 m² alimenté en effluent prétraité.

Abstract - *Wine-making effluent produce high concentrations in carbon effluent. A preliminary treatment of aerated storage type enables to overcome the difficulties due to flows and concentrations variability and to obtain easily final contents between 500 and 1000 mg O₂/l of COD.*

When the discharge in natural environment is imperative, a polishing treatment proves to be essential to achieve and to make reliable the required performances level.

The research works carried out within the context of the European Clean oenology FAIR CRAFT-CT9504 project has enable us to follow the final features evolution of an aerated storing over one year including two vintage periods (1996-1997) and then to measure the performances achieved by a 8 m² sand filters supplied with pretreated effluent.

The residual pollution at the exit of the storing basin fluctuates between 500 and 2000 mgO₂/l according to the nature of the discharge from the winery. The features of this effluent show that the residual pollution can be easily biodegradable.

The hydraulic load applied to the siliceous filter is of 50 mm/day.

The concentrations observed at the exit of the filter correspond to a quality level compatible with most of imposed restraints.

Mots clés : *effluents vinicoles, traitement biologique, stockage aéré, infiltration sur sable, temps de séjour*

Keywords : *winery effluents, biological treatment, aerated storage, silicious filter, retention time*

1. INTRODUCTION

Les activités viticoles engendrent des rejets polluants plus ou moins saisonniers constitués essentiellement (ROCHARD, 1984 ; PICOT, 1992, GRASMICK, 1994):

- d'une pollution particulaire composée d'éléments grossiers type raffles, pulpes, pépins provenant des lavages en période de vinification, des lies provenant des lavages au moment des soutirages et des matières minérales du lavage des filtres.
- d'une pollution organique composée essentiellement d'alcools, de sucres, d'esters... provenant des pertes de matières premières (moût) ou de produit fini (vin). Ces constituants sont présents sous forme soluble, en général biodégradable.

A l'heure actuelle, une partie non négligeable de ces rejets est évacuée dans le milieu naturel dans lequel des nuisances sérieuses peuvent apparaître.

L'objectif de l'étude est d'étudier la faisabilité d'une filière extensive permettant le rejet en milieu hydraulique superficiel. Elle consiste à opérer une réduction significative de la majeure partie de la pollution dans un dispositif assurant le stockage. Dès le début des vendanges, le dispositif est couplé en boucle fermée avec un réacteur permettant l'aération de l'installation. Lorsque la charge organique devient suffisamment faible, une filtration sur massif siliceux est alors opérée pour réaliser un traitement de finition. Cette filière de traitement est mise en place au niveau des Etablissements ROLANDEAU à Tillières (44).

2. METHODOLOGIE EXPERIMENTALE

2.1 DESCRIPTION DU SITE EXPERIMENTAL

La cave étudiée est représentative du vignoble du Muscadet. Elle produit uniquement du vin blanc. La période des vendanges étudiée est répartie sur 5 semaines entre le 8 septembre et le 17 octobre 1996. La semaine du 30 septembre au 4 octobre est consacrée au nettoyage des cuves et des différentes machines.

Les entrées de raisins et de moût s'élèvent respectivement à 3022 tonnes et 28496 hectolitres, chiffres en nette évolution par rapport à l'année précédente. La production d'effluent d'origine viticole (vendanges, filtration) a été de l'ordre de 3000 m³ en 1996 pour 30 000 hl de vin produit.

2.2. DESCRIPTION DE LA FILIERE DE TRAITEMENT (cf. figure 1)

La filière de traitement comprend : un débourbeur-dessableur de 6 m³, une lagune étanche de volume 3000 m³ de 3 m de profondeur. Le réacteur extérieur assurant l'oxygénation de l'effluent stocké, fonctionne en boucle fermée jusqu'à obtention d'une hauteur suffisante pour permettre la mise en route d'un aérateur immergé dans la lagune. Lorsque la qualité de l'effluent le permet, celui-ci est distribué à la surface du massif. Le dispositif expérimental utilisé comprend un filtre de surface 8 m² et de hauteur 0.65 m. Les caractéristiques granulométriques du sable utilisé dans le massif filtrant sont conformes à celles utilisées dans le domaine du traitement des effluents urbains (DTU 64.1)

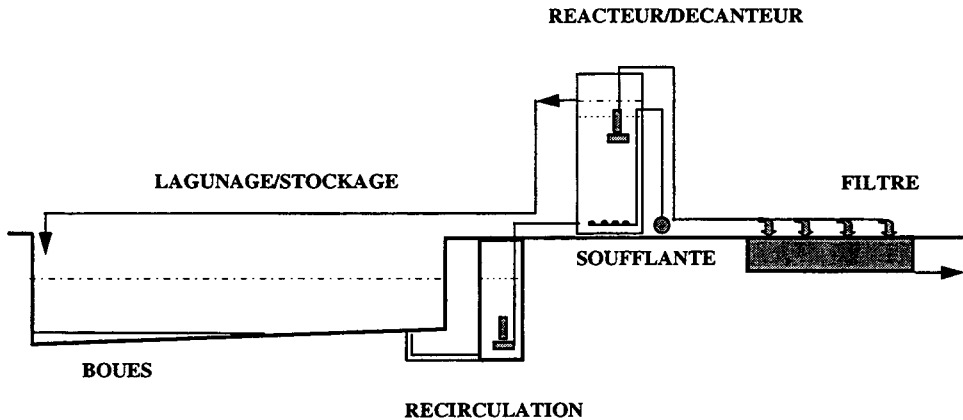


Figure 1 : Dispositif expérimental de Tillières

2.3. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

2.3.1 Caractérisation de l'effluent pendant les vendanges

Quatre bilans de 24 heures répartis pendant la période des vendanges permettent de caractériser les effluents, évaluer les flux polluants sur la base d'un échantillonnage proportionnel au débit et du suivi des volumes accumulés dans la lagune. La conductivité ainsi que le pH sont mesurés en continu.

2.3.2. Caractérisation de l'effluent après les vendanges

Après la période des vendanges les effluents stockés ont fait l'objet d'un suivi sur une durée de plus d'un an (intégrant les vendanges 1997). Pendant cette période les conditions de fonctionnement étaient les suivantes :

- du 15/09/96 au 07/02/97 l'aération a été réalisée au moyen de disques poreux mis en oeuvre dans le réacteur aéré. La quantité d'oxygène transférée par ce moyen était de l'ordre de 9 kg O₂/j.

- du 07/02/97 au 15/05/97 un aérateur supplémentaire de puissance 13.5 kW a été mis en place dans la lagune.

2.3.3. Caractérisation hydrodynamique du massif filtrant

Un traçage est réalisé en régime établi. La technique de l'injection-impulsion présentée par BISCHOFF (1966) est utilisée pour caractériser le comportement hydrodynamique du filtre. Le chlorure de lithium est utilisé comme traceur, la détection est réalisée par spectroscopie d'absorption atomique. Les réponses impulsionnelles $E(t)$ sont obtenues grâce à l'équation 1. $C(t)$ est la concentration du traceur à l'instant t en sortie du dispositif. Le moment statistique d'ordre 1 autour de l'origine fournit le temps de séjour. Cette valeur peut être alors comparée au temps de passage t_p donné par l'équation 2.

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^{\infty} C(t)dt} \quad (1)$$

$$t_p = \frac{\varepsilon V}{Q_0} \quad (2)$$

2.3.4. Alimentation du massif filtrant

Le filtre est alimenté en eau prétraitée à partir du 04/04/1997 à une charge hydraulique de 50 mm/j. Les performances de ce filtre sont mesurées à six reprises entre mai et juillet 1997.

3. RESULTATS

3.1. CARACTERISATION DE L'EFFLUENT PENDANT LES VENDANGES

Les volumes journaliers varient dans une large proportion : de quelques m³/j à 150 m³/j (fig. 2). Les écarts sont en liaison, d'une part avec l'avancement des vendanges (fonction du degré de maturité du raisin), d'autre part avec la nature des activités (nettoyage, rinçage, filtration ...)

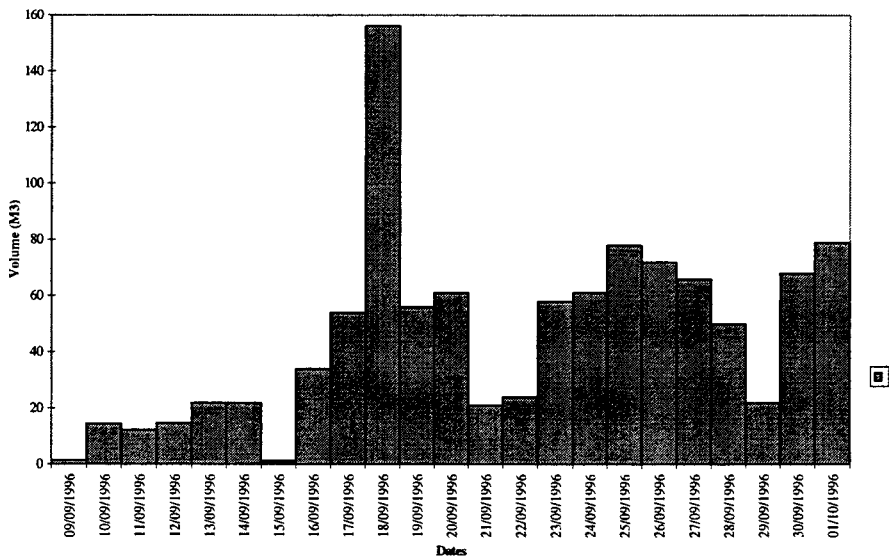


Figure 2 : Volumes journaliers rejetés pendant la période des vendanges (1996)

Les caractéristiques des effluents bruts figurent tableau 1

Tableau 1 : Caractéristiques des effluents (vendanges 1996)

Caractéristiques	16/09/96	17/09/96	18/09/96	24/09/96	Moyenne
pH	4.18	4.13	4.07	3.87	4.06
Conductivité (µS/cm)	1073	1098	1040	1180	1098
NTK (mg N/l)	44	50	190	84	92
Pt (mg P/l)	17.6	12.0	16.9	16.9	15.8
DCO (mg O ₂ /l)	9235	16130	12250	19840	14360
DCO dissous(mg O ₂ /l)	8000	13890	8910	10800	10400
DBO ₅ (mg O ₂ /l)	5000	8900	6400	3046	5836
DCO/DBO ₅	1.6	1.8	1.9	1.8	1.8
MES (mg/l)	2196	2340	4510	3046	3020

Le pH de l'effluent brut est acide. Toutefois l'enregistrement donne des valeurs instantanées comprises entre 3 et 13 en raison de l'usage de soude utilisée ponctuellement.

Les teneurs en azote et phosphore sont faibles, classiques pour ce type d'effluent. Le rapport DCO/N/P est de l'ordre de 100/1/0.1.

La DCO est comprise entre 9 et 16 000 mgO₂/l. La fraction dissoute représente environ 80 % de la DCO totale. Le rapport DCO/DBO₅ est compris entre 1.6 et 1.9 : l'effluent est donc facilement biodégradable.

Les teneurs en MES sont élevées : de 2 à 5 g/l. De plus on note visuellement la présence d'une quantité importante de pépins, grains et sable.

Les MES sont facilement décantables : une diminution des teneurs de l'ordre de 70 à 80 % est observée après décantation 2 heures.

L'analyse du Carbone Organique Dissous sur chacun des flacons de l'échantillonneur lors d'une journée représentative montre des valeurs extrêmement variables (de 4000 à 25000 mg C/l). Les valeurs les plus élevées sont observées lors du nettoyage du filtre rotatif ou lors de rejets liés au traitement des bourbes.

La charge polluante rejetée pendant la période des vendanges est estimée à partir des valeurs moyennes observées et du volume accumulé dans la lagune.

Tableau 2 : Charges polluantes rejetées pendant les vendanges

CARACTERISTIQUES	09/09/96 au 01/10/96
VOLUME (m ³)	948
NTK (kg N)	87
Pt (kg P)	15
DCO (kg O ₂)	13610
DCO dissous (kg O ₂)	9860
DBO ₅ (kg O ₂)	5530
MES (kg)	2862

3.2. CARACTERISTIQUES DES EFFLUENTS ISSUS DU STOCKAGE

Au cours de cette période le pH de l'effluent tend progressivement vers la neutralité et les valeurs de potentiel d'oxydo-réduction varie entre -50 et + 50 mV.

180 jours après le début des vendanges, avec un faible apport d'oxygène la DCO résiduelle en sortie du bassin de stockage fluctue entre 500 et 2000 mgO₂/l

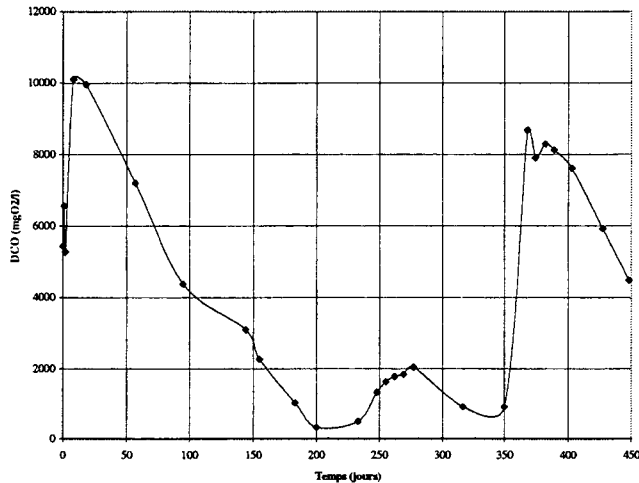


Figure 3 : DCO de l'effluent stocké dans la lagune après les vendanges.

On note une élévation de la concentration au-delà de 225 jours (été) liée à des rejets provenant de la cave (soutirage, filtration) et à l'arrêt du dispositif d'aération. Une production algale importante est observée pendant l'été.

Le rapport DCO/DBO₅ est de 1.75 entre mai et juillet 1997, il traduit le maintien d'une bonne biodégradabilité.

Les nuisances (odeurs) ne sont pas totalement éliminées compte tenu du faible apport d'oxygène. Cet apport est néanmoins suffisant pour éviter les fermentations anaérobies, notamment pendant la période des vendanges ; lorsque le niveau d'effluent dans la lagune de stockage est insuffisant pour permettre le fonctionnement de tout autre dispositif d'aération.

3.3. CARACTERISATION HYDRODYNAMIQUE DU MASSIF FILTRANT

L'allure de la DTS expérimentale (cf. figure 4), montre que l'écoulement ruisselant mis en jeu dans ce filtre présente une phase en écoulement en contact avec une phase immobile d'eau "piégée" dans ce matériau.

Le système est représenté comme un écoulement ruisselant sur le matériau et interférant. Le bilan de masse est établi pour un écoulement de type piston dispersif dans la phase mobile et échange de matière avec une zone stagnante du fluide.

Le modèle à flux piston à dispersion axiale avec échange de matière ou modèle DEM élaboré par LAKEL dans les conditions d'un réacteur fermé - fermé permet de représenter ce type d'écoulement (LAKEL, 1997).

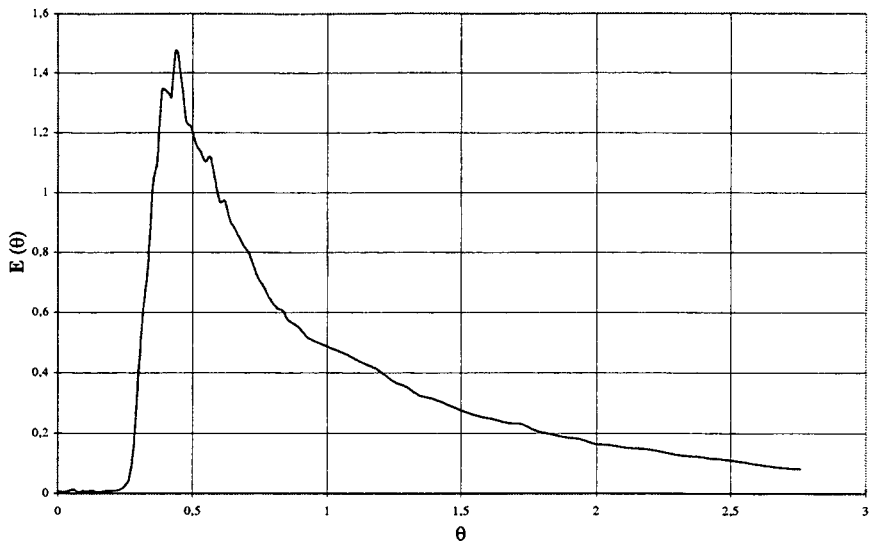


Figure 4 : Distribution des temps de séjours. Charge 50 mm/j. temps de séjour de 55 heures

3.4. TRAITEMENT DE FINITION SUR MASSIF SILICEUX

Le stockage aéré permet d'atteindre aisément un taux d'abattement supérieur à 80 % en un laps de temps lié à la quantité d'oxygène transférée.

Lorsque la concentration en DCO est inférieure à 2000 mg O₂/l, l'effluent est injecté séquentiellement, après décantation, à la surface d'un massif filtrant, l'objectif étant de dégrader la pollution résiduelle, diminuer le teneur en MES et permettre un rejet dans le milieu superficiel.

Les caractéristiques des effluents et rendements moyens du filtre observés sur cette période sont les suivantes.

Tableau 3 : Caractéristiques physico-chimiques de l'effluent et rendements moyens du filtre

	pH	DCO mgO ₂ /l	DBO ₅ mgO ₂ /l	MES mg/l	NH ₄ mgN/l	NK mgN/l	Pt (mg P/l)
Entrée massif	7.4	1493	939	190	11.6	35.6	18.0
Sortie massif	7.7	50	6	11	0.5	2.3	8.8
Abattement %		95 %	99 %	93 %	95 %	93 %	50 %

4. CONCLUSION

L'étude réalisée dans le cadre du projet "Clean Oenology" sur le site de TILLIERES a permis de montrer l'intérêt d'une filière extensive comprenant un stockage aéré suivi d'un traitement de finition par filtre à sable :

- les difficultés engendrées par la variabilité des débits, concentrations et caractéristiques physico-chimique des effluents sont très atténuées,
- les contraintes de suivi pour le viticulteurs (notamment pendant la période des vendanges où sa disponibilité est très faible) sont réduites au strict minimum,
- les productions de boues liquides sont estimées à 3 - 10 % du volume traité,
- l'utilisation d'un filtre en traitement de finition permet d'atteindre une qualité de rejet compatible avec la plupart des contraintes locales,
- les effluents traités sont rejetés dans le milieu naturel à des débits faibles et en dehors des périodes d'étiage.

A titre d'exemple : une charge hydraulique de 50 mm/j appliquée sur le massif, une surface de filtre de 300 m² et une alimentation du filtre 200 jours par an permettent de traiter une production d'effluent de 3000 m³/an.

Le procédé "CASCADE" développé par la société VASLIN BUCHER résulte des travaux menés dans le cadre de cette étude.

REFERENCES

Bishoff K. B., Mc Cracken E. A., Tracer tests in flow systems, Ind. Eng. Chem., 58, chap.7, 18-31, 1966

Grasmick, A., Congrès International sur le traitement des effluents vinicoles. 20 -22 juin 1994. Narbonne, France

Lakel A., Baudu M., Dagot C. Etude de l'hydrodynamique et de la nitrification d'un effluent septique sur un système de biofiltration en écoulement insaturé. Water Research (acceptée en décembre 1997, n° 646)

Picot B., Pollution engendrée par les établissements vinicoles, R.F.OE., n° 134, janvier 1994

Rochard J., La Pollution vinicole. Vititechnique, n° 76, mars 1984

DTU 64.1 , Norme XP 16603 : mise en oeuvre des systèmes d'assainissement autonome





SESSION 6

Traitements biologiques anaérobies
Anaerobic biological treatments



Fermentation méthanique d'effluents vinicoles : utilisation d'un inoculum adapté

Methanogenic fermentation of winery wastewaters: use of an adapted inoculum

B. Roux^{1,2}, M. L. Fardeau², Th. Arnaud¹, J. L. Garcia²

¹ARM Biotechnology, BP 147, 84804 L'Isle sur la Sorgue cedex

²Laboratoire ORSTOM de Microbiologie des Anaérobies, Université de Provence, CESB-ESIL, case 925, 163 Avenue de Luminy, 13288 Marseille cedex 9
tél: 04 91 82 85 72, fax: 04 91 82 85 70, e.mail: garcia@esil.univ-mrs.fr

Résumé - La faisabilité du traitement anaérobie d'effluents vinicoles a été étudiée en laboratoire, en fermenteur infiniment mélangé avec une alimentation séquentielle et réintroduction de la biomasse effluente. Une production en culture continue de bactéries méthanogènes hydrogénéotrophes sélectionnées du fermenteur (*Methanobacterium* spp.) a été réalisée. ARM Biotechnology a expérimenté à la cave coopérative de Goult-Lumière (Vaucluse), un digesteur pilote de 5 m³ à séparation de phases: acidogénèse en infiniment mélangé et méthanogénèse en filtre anaérobie avec support en verre poreux. Une inoculation massive de la cuve de méthanogénèse du pilote a été réalisée avec les bactéries méthanogènes hydrogénéotrophes et l'inoculum mixte préparés au laboratoire. Une station d'épuration biologique anaérobie a été ensuite mise en place pour la campagne 1996 avec un biofiltre aérobie constitué d'un lit bactérien immergé et aéré par diffuseur microbulles, et un clarificateur pour récupérer les boues. Elle a confirmé les résultats obtenus avec le pilote de 5 m³.

Abstract - The feasibility of the anaerobic treatment of winery wastewaters was studied at the laboratory level in an infinitely mixed fermentor with sequential feeding and the bacteria of the effluent reinjected into the fermentor. With stabilized loading and a volumic load of 31 kg/m³/d, an epuratory yield of 91% and a biogas productivity of 0,4 l COD/g were obtained for an hydraulic retention time of 1 day. An inoculum of hydrogenotrophic methanogenic bacteria isolated from the fermentor (*Methanobacterium* spp.) was produced in continuous culture. ARM Biotechnology tested during the 1995 harvest at the Goult-Lumière's Winery Cooperative (Vaucluse), a 5 m³ pilot digester with separated stages: infinitely mixed acidogenesis and anaerobic filter for methanogenesis with porous glass as support. The methanogenic fermentor was inoculated with the hydrogenotrophic methanogenic bacteria and the mixed inoculum prepared in the laboratory. The average results obtained demonstrated an epuratory yield of 80% of COD for an average loading of 20,000 mg COD/l. A full size plant was built at the same winery for the 1996 harvest with an aerobic filter constituted with a bacterial immersed blanket and aerated by a microbubble diffuser, and a clarificator for sludge recuperation. The results were similar to those obtained with the 5 m³ pilot. An epuratory yield of 96.8% of COD was obtained for the aerobic biofilter, for an average loading of 4,000 mg COD/l.

Mots clés : fermentation méthanique, effluents vinicoles, inoculum, installation pilote

Keywords : methanogenic fermentation, winery wastewaters, inoculum, pilot

Introduction

Le procédé de fermentation méthanique de troisième génération avec séparation des phases d'acidification et de méthanogénèse offre d'intéressantes perspectives pour le traitement des effluents vinicoles. Le procédé du filtre anaérobie est généralement utilisé pour la deuxième phase; la fixation des bactéries sur un support assure leur rétention dans le digesteur. Les rendements épuratoires s'en trouvent améliorés. Ainsi les charges volumiques appliquées peuvent être plus importantes et les temps de séjour de l'effluent à traiter plus courts. Par ailleurs, la fixation des bactéries leur permet de mieux tolérer les variations de charge et de débit, de faciliter le redémarrage des digesteurs et d'avoir des installations plus compactes (ANDREONI *et al.*, 1994). Plusieurs types de supports sont utilisés comme les filtres minéraux (BORIES et MOULON, 1994), les filtres plastiques (ANDREONI *et al.*, 1994), les rafles de raisin ou support lignocellulosique (BORIES et MOULON, 1994) et le verre poreux (BREITENBÜCHER *et al.*, 1990).

La faisabilité du traitement anaérobie des effluents vinicoles a été étudiée, dans un premier temps au laboratoire ORSTOM de microbiologie des anaérobies de Marseille. Une production en culture continue de bactéries méthanogènes et d'un inoculum mixte adapté, a été entreprise dans le but de procéder à des essais de biodégradabilité des effluents dans le digesteur pilote d'ARM Biotechnology, et notamment d'observer l'effet d'une inoculation massive de bactéries méthanogènes hydrogéntrophes sur la dégradation de la matière organique présente.

Matériels et méthodes

1. Cultures discontinues. L'effluent vinicole provient de la cave coopérative de Goul-Lumière dans le Vaucluse. Il a été stocké dans une cuve de 60 m³ placée à température ambiante plusieurs mois. Pendant les essais au laboratoire, il a été gardé en chambre froide à 4° C. Le fermenteur utilisé est inoculé au départ avec 2 l de boues de station dépuration. L'alimentation en effluent vinicole est séquentielle et réalisée de la façon suivante: prélèvement dans le fermenteur à l'aide d'une seringue sous atmosphère d'azote, d'un volume x de liquide. Centrifugation à 450 tr/min pendant 35 min. Elimination du surnageant et resuspension des bactéries dans un même volume x d'effluent vinicole, préalablement ramené à température ambiante sous agitation lente et sous atmosphère d'azote. Réinjection avec une seringue dans le fermenteur.

Des Cultures discontinues ont été également réalisées avec des récipients en acier inoxydable de 20 l de la façon suivante: les 2 l de culture mixte obtenue dans le fermenteur infiniment mélangé sont transvasés sous azote dans un récipient de 20 l. On ajoute sous azote un volume v d'effluent vinicole préalablement ramené à température ambiante et à pH 7, dont la concentration en DCO finale dans le récipient est inférieure à la charge volumique maximale appliquée. Lorsque tous les AGV sont dégradés, on augmente le volume de la culture avec l'effluent vinicole apporté dans les mêmes conditions que précédemment. On recommence l'opération jusqu'à ce que l'on remplisse le récipient. Pour obtenir un volume d'inoculum plus important, on prélève 10 l de culture du récipient précédent que l'on transvase dans un autre récipient de 20 l sous azote. On complète ensuite chaque récipient comme précédemment.

2. Cultures d'enrichissement. Pour l'isolement des bactéries méthanogènes du fermenteur, le milieu de culture comprend par litre, 0,3 g de K₂HPO₄, 0,3 g de KH₂PO₄, 1 g de NH₄Cl, 0,4 g de MgCl₂, 0,5 g de NaCl, 0,06 g de CaCl₂, 10 ml d'une solution d'oligo-éléments (BALCH *et al.*, 1979), 1 mg de résazurine. Il est préparé selon les techniques classiques de

l'anaérobiose (HUNGATE, 1969; MILLER et WOLIN, 1974). Après homogénéisation des différents constituants, le milieu est ajusté à pH 7 avec une solution de KOH 10N. Il est porté à ébullition sous azote. Après décoloration de la résazurine qui sert d'indicateur de potentiel d'oxydo-réduction, le milieu est refroidi sous azote à température ambiante puis réparti dans des tubes de Hungate de 18 ml ou dans des flacons de 120 ml sous azote à raison respectivement de 5 et 50 ml. Les tubes et flacons sont autoclavés pendant 45 min à 110° C. Avant inoculation, on ajoute stérilement pour 5 ml de milieu, 0,25 ml de NaHCO₃ 10 % (tampon), 0,1ml de Na₂S.9H₂O 2 % (réducteur) et 0,1 ml de CH₃COONa 10 %. Ces solutions mères ont été préalablement préparées sous azote et autoclavées 45 min à 110° C. La phase gazeuse est remplacée stérilement par le mélange H₂/CO₂ (80/20 %) à 2 bars. L'enrichissement en bactéries méthanogènes est réalisé selon la technique de BRYANT (1972), dans des tubes de Hungate de 5 ml puis par plusieurs repiquages successifs dans des flacons de 120 ml.

3. Culture continue. Le fermenteur utilisé a un volume de 5 l. La préparation du milieu de culture, réalisée en flacons de 20 l, est différente de la précédente. On homogénéise tous les constituants dans le flacon, exceptés les réducteurs (cystéine, Na₂S), le tampon (NaHCO₃) et la résazurine qui sont préparés dans 0,5 l d'eau distillée dans un ballon de 2 l sous vide et stérilisés 45 min à 110° C. La stérilisation du milieu est réalisée en aérobiose pendant 1 h à 110° C. Pour obtenir l'anaérobiose, on ajoute le contenu du ballon de 2 l et on remplace l'atmosphère par le mélange N₂/CO₂ (80/20 %) jusqu'à décoloration du milieu. Le formate (100 mM) remplace le mélange H₂/CO₂; ce substrat est en effet, plus facile à manipuler en grande quantité et moins dangereux que le mélange H₂/CO₂. Le fermenteur stérilisé avec 4,5 l de milieu est ensemencé avec 500 ml d'une culture issue de la culture d'enrichissement en méthanogènes.

La croissance est réalisée sous un flux de N₂/CO₂ (80/20 %) pour maintenir les conditions anaérobies et tamponner le milieu. L'alimentation en milieu neuf est réalisée à partir des flacons de 20 l avec une pompe péristaltique. Le volume de la culture est maintenu constant par surverse. Les bactéries méthanogènes dominantes étant, d'après leurs formes en bâtonnets, des *Methanobacterium*, nous avons choisi d'imposer à la culture continue de ces bactéries un taux de dilution de 0,2 l.h⁻¹, qui assure la croissance des bactéries sans provoquer le lessivage du fermenteur. La biomasse est recueillie dans des flacons de 20 l stériles et anaérobies.

4. Techniques d'analyses. L'analyse des gaz par chromatographie en phase gazeuse à conductibilité thermique, l'analyse des AGV et des alcools par chromatographie en phase gazeuse en ionisation de flamme et l'analyse des sucres par HPLC ont été réalisées selon les méthodes décrites par CAYOL *et al.* (1994). L'analyse de la DCO a été réalisée selon la méthode par le dichromate de potassium (Norme NF T90-100 sept. 1971). L'observation des bactéries méthanogènes a été effectuée avec un microscope Zeiss Standard 20 à épifluorescence ($\lambda = 420$ nm).

Résultats et discussion

1. Faisabilité du traitement anaérobie de l'effluent vinicole au stade laboratoire

Mise en route du fermenteur. L'étude de la faisabilité du traitement anaérobie de l'effluent vinicole a été réalisée dans un fermenteur de 2 l infiniment mélangé, sans aucun support et inoculé avec des boues de digesteur de station d'épuration. L'alimentation a été effectuée avec un effluent de pH 4,5 contenant 6 g/l de DCO, 1,5 g/l d'éthanol, 1,5 g/l de glucose, 0,33 g/l d'acétate et 0,05 g/l de propionate. La flore méthanogène est inhibée par les AGV présents dans le digesteur. Pour induire son développement, nous avons augmenté progressivement la charge organique de 1 à 1,5g/l. Le rendement épuratoire est de 35 % en moyenne. Nous avons atteint un état stationnaire qui semble fragile par manque de bactéries méthanogènes hydrogénotrophes.

Effet d'une forte augmentation de la charge volumique. Afin d'étudier la stabilité du fermenteur, nous avons alors imposé une forte charge organique respectivement de 2, 6 et 9 g/l de DCO. Le pH a chuté de 7 à 5. Les bactéries fermentaires ont complètement dégradé le glucose et l'éthanol en acétate, propionate et isobutyrate. Les AGV se sont accumulés pour atteindre une concentration de 4,5 g/l. L'acidogénèse a été déviée vers des métabolites plus réduits. Il n'y a plus de production de méthane, la méthanogénèse est inhibée. Pour lever cette inhibition, nous avons mis en place une régulation du pH avec du bicarbonate de sodium à 10 %. Bien que la concentration en AGV ait diminué de moitié (2 g/l), la production de méthane est restée nulle. Cette inhibition des bactéries méthanogènes pourrait dépendre de la concentration élevée en sel. En effet, l'ajout important de bicarbonate de sodium a libéré beaucoup d'ions Na^+ qui se sont associés aux ions Cl^- présents dans le milieu. Par conséquent, nous avons dilué l'inoculum avec de l'eau distillée (en plus de la régulation du pH) pour obtenir 0,9 g/l d'acétate et 0,3 g/l de propionate.

Dès lors, la production de méthane et la dégradation des AGV ont recommencé aussitôt. La régulation du pH a été alors réalisée avec de la potasse 5N. Le rendement épuratoire obtenu est encore trop faible (seulement 40 %). Pour l'améliorer, nous avons procédé à l'enrichissement de la microflore présente dans le fermenteur.

2. Enrichissement de la microflore du fermenteur en bactéries méthanogènes

Lors des prélèvements du jus de fermentation pour l'alimentation séquentielle en effluent, une certaine quantité de bactéries se trouve éliminée. Les bactéries méthanogènes présentes dans le fermenteur sont peu nombreuses. Les temps de génération de ces bactéries sont très longs, de 14 h à 3,5 j. Par conséquent entre chaque prélèvement, toutes les 24-48 h en moyenne, les bactéries méthanogènes ont tout juste le temps de se renouveler. Ainsi pour augmenter le nombre de ces bactéries, nous avons centrifugé les prélèvements. Les bactéries ainsi récupérées ont alors été resuspendues avec l'effluent neuf et reinjectées dans le fermenteur. Nous nous sommes ainsi rapprochés le plus possible des conditions du pilote, dans lequel les bactéries sont fixées sur un support en verre poreux.

Effet de l'augmentation de la charge volumique. Nous avons progressivement augmenté la charge volumique appliquée de 0,3 à 6 $\text{kg/m}^3/\text{j}$ sans provoquer de "déraillement" du digesteur, tandis que le temps de séjour hydraulique est passé de 4 à 2 j. Le rendement en méthane est de 70 % en moyenne pour une productivité en biogaz de 0,4 l/g DCO éliminé. L'enrichissement en bactéries a permis d'atteindre 55 % d'épuration (fig. 1). Les bactéries

méthanogènes ne sont pas inhibées par des concentrations en AGV pouvant aller jusqu'à 4 g/l. La population de bactéries méthanogènes s'est donc développée.

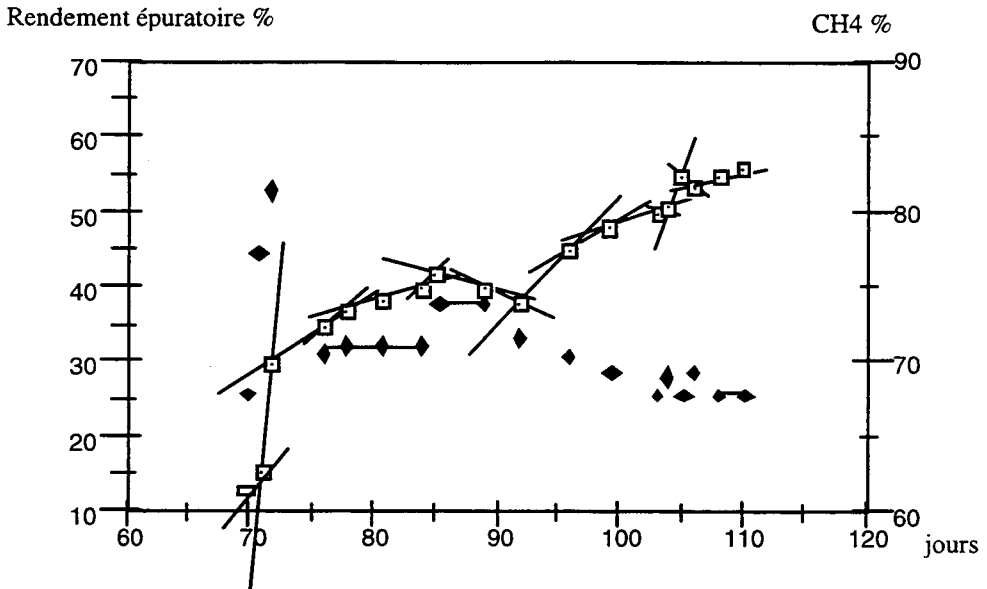


Fig.1- Rendement épuratoire (□) et rendement en méthane (◆) après inoculation du fermenteur de laboratoire

Les bactéries méthanogènes. La population du fermenteur s'est enrichie en bactéries méthanogènes qui présentent les morphologies suivantes: bâtonnets isolés ou en chaînes et coques en amas. Ces observations permettent de dire qu'il s'agit respectivement d'espèces appartenant aux genres *Methanobacterium*, hydrogénotrophe et *Methanosarcina*, acétotrophe. Ces espèces se sont adaptées à l'effluent vinicole avec une prédominance pour le genre *Methanobacterium*. Pour essayer d'accentuer le déplacement du métabolisme des bactéries fermentaires vers l'acétate et la production d'hydrogène, nous avons enrichi le fermenteur avec une culture de *Methanobacterium* préalablement isolée du fermenteur, en utilisant un milieu de culture avec H₂/CO₂ (80/20 %), sans extrait de levure et sans Biotrypcase pour éliminer les bactéries fermentaires et avec de l'acétate comme source de carbone. Après plusieurs repiquages, nous avons obtenu une coculture dans laquelle les *Methanobacterium* étaient largement majoritaires.

Effet de l'inoculation en masse des bactéries méthanogènes dans le fermenteur. Nous avons réalisé deux ensemencements à 10 % de bactéries méthanogènes hydrogénotrophes à 6 j d'intervalle. Nous n'observons pas d'effet important après chaque inoculation. Le rendement d'épuration n'augmente que de 5 % 2 j après l'inoculation (fig. 2) et la charge volumique appliquée est toujours inférieure à 10 kg/m³/j. Nous avons alors utilisé un nouvel échantillon d'effluent vinicole, dont les caractéristiques sont les suivantes: DCO, 62 g/l; pH, 6,5; éthanol, 0,092 g/l; glucose, 0 g/l; acétate, 2,64 g/l; propionate, 1,60 g/l; isobutyrate, 0,04 g/l; butyrate, 0,2 g/l. Cet échantillon a été prélevé dans la cuve de stockage en mai où la température extérieure était de 15 à 20° C. Il n'y a plus de glucose et très peu d'éthanol. Toute la fermentation (hydrolyse et acidogénèse) s'est effectuée dans la cuve de stockage de la cave, grâce aux bactéries fermentaires présentes dans l'effluent vinicole. Il y a

accumulation des AGV. Pour permettre leur dégradation, nous avons induit le développement des bactéries syntrophiques en augmentant progressivement la charge volumique qui a été triplée pour atteindre 31 kg/m³/j avec un rendement épuratoire de 91 %. Comparée avec les résultats obtenus dans la littérature (BORIES et MOULON, 1994; BORIES et RAYNAL, 1983; BORIES *et al.*, 1985), cette expérimentation a permis d'obtenir de bons résultats en ce qui concerne la capacité de traitement de ce procédé, puisqu'elle a atteint une charge volumique de 31 kg DCO/m³/j, alors que l'objectif était de 10 kg/m³/j, pour un rendement d'épuration de 90 %.

Nous ne pouvons pas affirmer cependant que le rendement d'épuration obtenu et la forte charge volumique appliquée sont seulement dus à l'ensemencement en masse de bactéries méthanogènes pour plusieurs raisons: (i) il n'y a eu que deux inoculations à 10 % de bactéries méthanogènes, en même temps que l'enrichissement en bactéries à chaque prélèvement de jus de fermenteur. Par conséquent, les bactéries méthanogènes inoculées se trouvent diluées dans le fermenteur. L'effet de l'inoculation en masse de bactéries méthanogènes est dilué par la forte population bactérienne déjà présente dans le fermenteur. (ii) Le nouvel effluent qui présente une concentration en AGV élevée (4,5 g/l), a perturbé la flore bactérienne et en particulier les méthanogènes qui ne peuvent dégrader que l'acétate. Par contre, l'inoculation des bactéries méthanogènes hydrogénéotrophes a permis le développement rapide des bactéries syntrophiques dans le digesteur grâce à la capacité des *Methanobacterium* à consommer l'hydrogène, favorisant ainsi l'oxydation des AGV par les syntrophes.

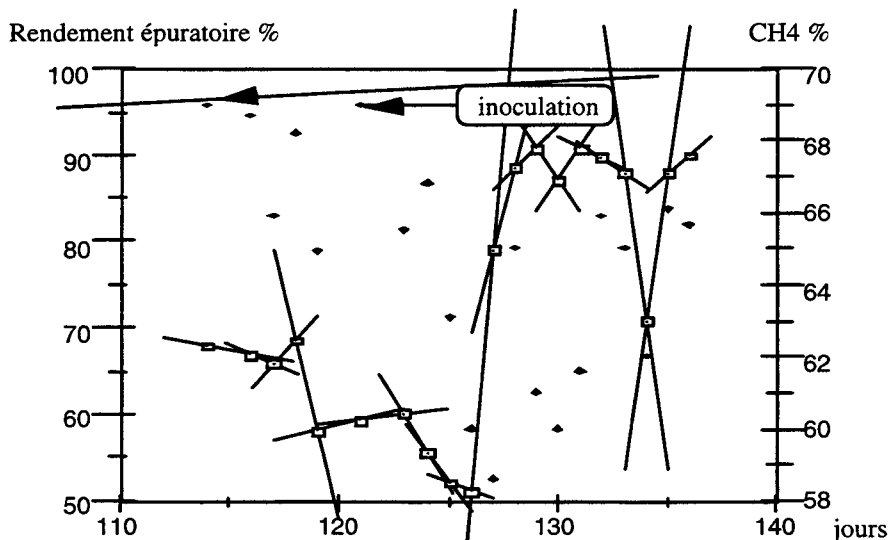


Fig.2 - Rendement épuratoire (□) et rendement en méthane (◆) après inoculation du fermenteur de laboratoire par des bactéries méthanogènes

3. Préparation d'inoculum massifs

Les bactéries méthanogènes hydrogénéotrophes sélectionnées du fermenteur infiniment mélangé, ont été cultivées dans un fermenteur de 5 l en continu afin d'obtenir 100 litres de culture. Ces bactéries ont servi à l'inoculation de la phase méthanogène du digesteur pilote de troisième génération à support en verre poreux installé dans la cave vinicole de Goult-Lumière. La culture mixte obtenue dans le fermenteur de 2 l est composée de toutes les

bactéries intervenant dans la digestion anaérobie et qui se sont adaptées à l'effluent vinicole. Aussi, afin d'améliorer les essais de biodégradabilité de l'effluent au stade pilote, nous avons également cultivé en gros volume ces bactéries en discontinu (60 l) d'une façon très simple pour que cette technique puisse être applicable à l'échelle industrielle.

4. Conduite du digesteur pilote

Le pilote comprend une cuve d'acidogénèse de 2 m³ infiniment mélangée et une cuve de méthanogénèse de 2,5 m³ contenant en partie basse 1 m³ de garnissage en vrac d'anneaux de verre poreux (brevet allemand). Il a été alimenté à raison de 20 à 100 l/h par l'effluent vinicole dégrillé puis décanté et réchauffé à 37° C. Cet effluent a un pH voisin de 4 et une DCO comprise entre 18 et 19 g O₂/l. Il a été stocké dans des cuves (200 m³) et n'a pas évolué de façon significative durant les dix semaines de suivi. Ce pilote a étéensemencé avec des boues urbaines et le "point zéro" du suivi a été réalisé après une longue période d'"acclimatation".

L'inoculation massive de la cuve de méthanogénèse avec les bactéries hydrogénotrophes (*Methanobacterium*), ainsi qu'avec l'inoculum bactérien mixte a été réalisée 5 et 7 j après le début du suivi, avec deux fois 60 l d'inoculum. Le pilote a été ensuite suivi pendant deux mois à l'aide de 8 prélèvements journaliers. Le rendement épuratoire légèrement inférieur à 70 % a évolué autour de 80 % après inoculation (fig. 2) pour un débit de 100 l/h et un temps de séjour de l'ordre de 2 j. La concentration en méthane du biogaz a atteint 80 % pour une production spécifique globale de biogaz de 0,31 l/g de DCO éliminée.

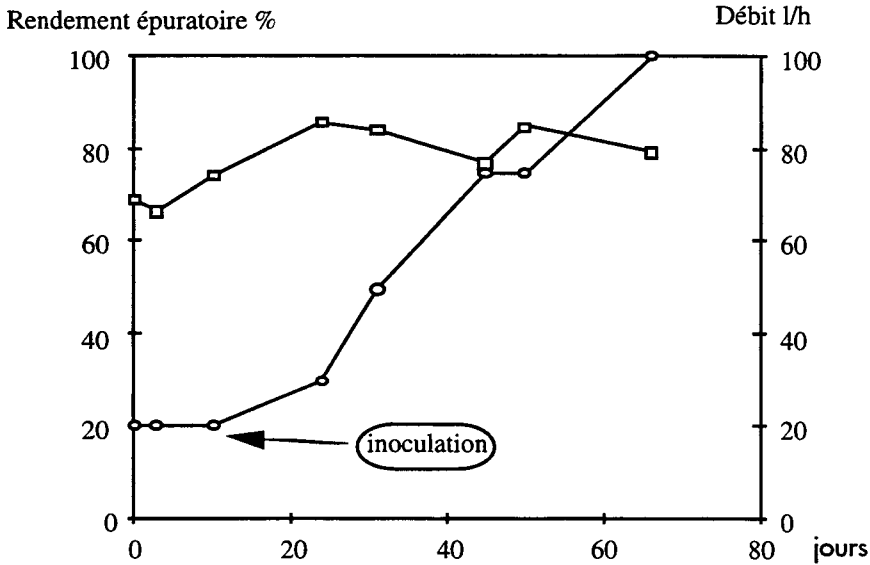


Fig.3 - Rendement épuratoire (□) et débit d'alimentation (O) du pilote

5. Conclusion

Les essais pilote ont donc montré que le rendement épuratoire avait progressé de l'ordre de 10 % en inoculant des souches bactériennes adaptées sur l'étage de méthanisation, avec une augmentation parallèle de la charge volumique du pilote de 1,9 à 9 kg DCO/m³/j et une

réduction associée du temps de séjour de 225 à 50 h. L'effet de l'inoculum s'est maintenu durant les deux mois de suivi. Les rendements bruts dans les conditions de l'essai ont été de 80 % sur la DCO. L'effluent aqueux possédait des caractéristiques très favorables à une dégradation complémentaire par voie biologique aérobie ($DBO_5/DCO = 0,56$). La production de biogaz a été de 0,3 l/g de DCO éliminée avec une teneur en méthane de 80 %.

La Société ARM Biotechnology a ensuite livré pour la campagne 1996, une station complète de dépollution biologique anaérobie des effluents de la cave vinicole de Goult-Lumière, avec un biofiltre aérobie constitué d'un lit bactérien immergé et aéré par diffuseur microbulles, et un clarificateur pour récupérer les boues. Cette installation a confirmé les résultats obtenus sur le pilote. Un rendement épuratoire de 96.8 % de la DCO a été obtenu. D'autres installations de ce type sont actuellement en cours de développement dans d'autres caves de la région.

Références

- ANDREONI V., COLOMBO G., ORIGGO M., ZANGROSSI M., DAFFONCHIO D., SORLINI C., (1994) Evolution of microbial activity during anaerobic digestion of winery wastewater under variable loading and operating conditions, In : Congrès Int. Traitement des effluents vinicoles, Narbonne-Epernay, 20-24 juin 1994, p. 209-214
- BALCH W.E., FOX G.E., MAGRUM L.J., WOESE C.R., WOLFE R.S., (1979) Methanogens: reevaluation of a unique biological group. *Microbiological Review*, Vol. 43, p. 260-296
- BORIES A., DUVIGNAU M., CATHALA N., (1985) In: 3^e Int. Conference on Energy from biomass, Venise, 25-29 mars, p. 557-560
- BORIES A., MOULON F., (1994) Traitement des effluents vinicoles en filtre anaérobie à support lignocellulosique (rafle de marc), In: Congrès Int. Traitement des effluents vinicoles, Narbonne-Epernay, 20-24 juin 1994, p. 199-208
- BORIES A., RAYNAL J., (1983) Fixed film reactor with plastic media for methane fermentation of distilleries wastewaters. In: Strub, Chartier, Schlessler, Energy from biomass, 2nd Conference, p. 567-571.
- BREITENBÜCHER K., SIEGL M., KNÜPFER A., RADKE M., (1990) Open-pore sintered glass as a high-efficiency support medium in bioreactors: new results and long-term experiences achieved in high-rate anaerobic digestion. *Water Science & Technology*, Vol. 12, p. 25-32
- BRYANT M.P., (1972) Commentary on the Hungate technique for culture of anaerobic bacteria. *American Journal of Clinical Nutrition*, p.1324-1328
- CAYOL J.L., OLLIVIER B., PATEL B.K.C., PRENSIER G., GUEZENNEC J., GARCIA J.L., (1994) Isolation and characterization of *Halothermothrix orenii* gen. nov., sp. nov., a halophilic, thermophilic, fermentative, strictly anaerobic bacterium. *International Journal of Systematic Bacteriology*, Vol. 44, p. 534-540
- HUNGATE R.E., (1969) A roll tube method for cultivation of strict anaerobes. *Methods in Microbiology*, Vol. 3b, p. 117-132
- MILLER T.L., WOLIN M.J., (1974) A serum bottle modification of the Hungate technique for cultivation of obligate anaerobes. *Applied Microbiology*, Vol. 161, p. 985-987

Treatment of winery wastewater using an UASB process : capability and efficiency

Traitement des effluents vinicoles à l'aide d'un processus UASB : capacité et rentabilité

D. Müller

Staatliche Lehr- und Forschungsanstalt
für Landwirtschaft, Weinbau und Gartenbau,
Breitenweg 71, D 67435 Neustadt Germany
tel.: (49) 0 63 21 67 13 48, fax : (49) 0 63 21 67 12 22
e-mail: sifa.dmueller@t-online.de

Résumé - Pendant la vinification de septembre à janvier, d'importantes charges organiques apparaissent dans les effluents de l'entreprise. Les stations d'épuration communales recevant un fort pourcentage d'effluents vinicoles sont souvent caractérisées par une surcharge saisonnière. Des stations d'épuration plus grandes ne représentent pas une solution satisfaisante parce qu'elles entraînent des charges financières à la longue insupportables pour les communes et les exploitations. On constate donc depuis quelques années, surtout dans les grandes entreprises de la branche, la tendance vers la mise en place d'un prétraitement des effluents au sein même de l'entreprise. Dans ce cadre, on utilise, depuis 1994 (pour la première fois), la technologie anaérobie dans la cave vinicole Trautwein de Lonsheim. L'article suivant présente les résultats principaux d'une recherche concernant les performances de ce dispositif pendant la période des vendanges 1995.

Abstract - During the period between September and January, vinification produces extreme organic charges in the wastewater. Municipal wastewater treatment plants, that have a high share of winery wastewaters in the income, are often characterized by seasonal surcharges. Bigger wastewater treatment plants are not a satisfactory solution because the costs are not supportable in the long run for municipalities and companies. In recent years particularly big companies in this branch have thus become interested in internal pre-treatment of the wastewater. In the context of this development, anaerobic technology was put into service for the first time in 1994 at the winery company Trautwein in Lonsheim. The following article presents the principal results of a study of the plant's capability during the vintage period in 1995.

Mots clés : effluents vinicoles, prétraitement interne à l'entreprise, réacteur UASB

Keywords : winery wastewater, internal pre-treatment, UASB reactor

Introduction

In the last few years, ecologically compatible and cost-reducing concepts are successfully being developed in Germany's largest viticultural Land Rhineland-Palatinate. In addition to the introduction of the 'Bringsystem' for organic residues and the approbation of the agricultural dispersal of winery wastewater, the internal pre-treatment is, especially for larger companies, an economically interesting alternative which is mostly chosen when the communities request considerable investment contributions for renovation, expansion or redesign of the respective public wastewater treatment plants. In the context of this development, the winery Trautwein Lonsheim has been using an anaerobic technology since 1994. Its performance was examined during the wine campaign 1995 in a study which was financed by the ministry of the environment and forestry of Rhineland-Palatinate.

Methods

Experimental plant

A self-rotating fine rotary sieve is used to remove the coarse pollutant particles after a centralised collection of all partial flows. First, the wastewater is intermediately stored in two mixing and compensating containers of 50 m³ each for the hydraulic buffering and equalisation of the load maxima and of extreme pH-values. Subsequently, a second step in the process for the separation of solids is mounted because of the settleable matters (e.g. kieselguhr) which are still in the wastewater. The sedimentation container used here is made of a synthetic material, is rectangular and has an effective sedimentation base of 3 m³. In the pre-acidification reactor which follows (50 m³ useable volume), the organic wastewater contents are transformed into intermediate products which can be digested by the micro-organism population in the methanisation reactor. The regulation of the pH-value to a range between 5.9 and 7.9 is carried out by a dosing station which supplies alkaline solutions or acids to optimise the aerobic degradation steps which follow. The dosing is controlled automatically by two dosing pumps which are controlled by a pH-value regulator. Additionally, it is possible to add nitrogen and phosphorus as needed. The heart of the treatment plant is actually the methanisation reactor. It is designed as an UASB-reactor (Upflow-Anaerobic-Sludge-Blanket), Biopaq system. The pre-acidified wastewater is fed into the bottom of the reactor, evenly distributed and then passed through a blanket of activated micro-organism pellets where the transformation of the organic substance to biogas takes place. Biogas, wastewater and the biomass rise in the reactor and are then separated from each other by means of a three-phases-separation system. The sludge particles which are charged with gas collide with the modules of the separation system which are mounted in the top of the reactor. The gas is discharged from the particles which then sink down. Grooves in the upper part of the reactor drain the treated water off. The methanisation reactor is a rectangular container made of ready-mixed concrete (L/W/H: 4.6 m / 2.6 m / 4.7 m) and includes an interior lining to protect against corrosion. The reactor volume runs up to 50 m³. Based on an average wastewater quantity of 50 m³/d and an average COD-load of 500 kg/d, an average volumetric load of 10 kg COD/(m³ x d) results. In a post-aeration step, oxygen is added to the pre-treated wastewater before it is discharged into the canal. The aim of the post-aeration is to stop anaerobic degradation processes by saturating the wastewater with oxygen. In addition to this, intensive smells which are also produced during the anaerobic treatment, have to be removed and treated

separately. The biogas from the methanisation reactor is used to maintain optimum temperature conditions during the anaerobic wastewater treatment. The odourous waste air, produced during the anaerobic digestion, is pumped out of the air-tight tanks of the plant and pass through a biofilter device. The biofilter is designed as a composter.

Experimental running

The wastewater pre-treatment plant of the winery Trautwein was completed in September 1994. The actual experimental run was started in September 1995 to determine the degradation performance. The experimental time frame was scheduled to correspond to the seasonal kinds of work based on the following operational phases:

25.09. - 15.10.	harvest	(39. - 41. calendar week)
16.10. - 26.11.	first racking	(42. - 47. calendar week)
27.11. - 22.12.	second racking	(48. - 51. calendar week)

The samples of the plants' inlet and outlet were drawn daily as a 24h-flow composite sample. The analyses of the physical, chemical and summary parameters were carried out according to the DEV directives. The following parameters were measured: pH-value, Kjeldahl N mg/l, phosphorus P mg/l, chemical oxygen demand mg/l, biochemical oxygen demand mg/l as well as the sludge parameters dried solid and residue on ignition. Furthermore, analyses of the gas were carried out to examine the parameters CO₂ and H₂S in order to assess the quality of the gas. The flow-rates, temperature, pH-value, quantities of gas produced and consumption of energy were recorded on site by mounted measuring and controlling devices.

Results

Composition of the wastewater

In about 90 analyses of samples taken from the inlet of the wastewater pre-treatment plant, load values were registered and varied between 941 and 13,600 mg/l COD, and 622 and 8,220 mg/l BOD₅ respectively. The wastewater load was the highest during the harvest period (experimental period 1) with average values of 7,690 mg/l COD and 4,240 mg/l BOD₅ respectively. The highest load was recorded on 15.10.1995 with 13,600 mg/l COD and 8,220 mg/l BOD₅ respectively. During the first racking period (experimental period 2), also high pollution loads were registered with average values of 7,110 mg/l COD and 3,870 mg/l BOD₅ respectively. The recorded pollution concentrations were slightly lower during the second racking period (experimental period 3) with average values of 6,190 mg/l COD 3,380 mg/l BOD₅.

The total pollution load which occurred daily averaged about 248 kg COD and 138 kg BOD₅ respectively. In this context, no major variances were noted between the different experimental phases. However, very high fluctuations of the inlet quantities occurred and varied between 13 and 600 kg COD/day and between 9 and 347 kg BOD₅/day. The COD/BOD₅-ratio varied between 1.42 and 3.73 with an average value of 1.84. No major differences were noted between the different experimental/working phases.

During the harvest period, the pH-value was consistently in an acidic range between 4.0 and 6.9. Most of the values recorded in the first racking period also had an acidic pH-value. At

the beginning of the second racking period, the pH-values became increasingly neutral. The slightly alkaline values which were very often recorded, indicate intensive washing processes in the wine cellars during this phase.

Table :1

		COD		BOD ₅		COD/ BOD ₅	pH	TKN mg/l	P _{tot.} mg/l
		mg/l	kg/d	mg/l	kg/d				
experimental period 1 harvest	min.	941	13	622	9	1,44	4,0	9,1	3,5
	max.	13.600	600	8.220	308	3,73	6,9	203,4	16,8
	\bar{X}	7.690	252	4.240	137	1,87	-	73,7	9,6
experimental period 2 first racking	min.	1.880	49	688	18	1,42	4,0	10,9	1,4
	max.	13.600	590	7.050	347	3,31	10,4	97,9	3,6
	\bar{X}	7.110	253	3.870	145	1,84	-	39,6	2,6
experimental period 3 second racking	min.	2.910	49	1.690	29	1,44	4,7	8,6	0,7
	max.	11.700	552	6.450	264	2,52	9,8	69,0	7,1
	\bar{X}	6.190	239	3.380	127	1,82	-	28,3	2,8
total	min.	941	13	622	9	1,42	4,0	8,6	0,7
	max.	13.600	600	8.220	347	3,73	10,4	203,4	16,8
	\bar{X}	6.990	248	3.820	138	1,87	-	45,7	4,3

Degradation performance

High degradation performances were mainly achieved for both BOD₅ and COD. For the total experimental time frame, the average reduction was 84.4 % for the COD-concentration and 89.3 % for the BOD₅-concentration. Days with reduced degradation performances occurred in only a few cases and were due to external malfunctions (e.g. defective chamber filter press). The COD degradation rate was mostly over 90 %, and the BOD₅ over 95 %. In addition to this, both COD and BOD₅ had relatively constant degradation performances. The inlet concentrations varied between 941 and 13,600 mg/l COD and between 622 and 8.220 mg/l BOD₅, but the outlet values were mostly in the range of discharge quality for domestic wastewater.

Examining the quality reached in the outlet is insufficient for judging the degradation performance of a pre-treatment plant; the corresponding total loads also have to be considered. In correspondence to the arrangement with the community, this winery is not to exceed a daily pollution load of 700 PE. This equates to a maximum total load of 42 kg BSB₅ for the daily outlet. The required outlet values were mostly able to be met without difficulty during the entire experimental time frame. In most cases, the recorded values remained more than 50 % below the limit values.

On average, the daily outlet load ran up to 27 kg of COD and 10 kg of BOD₅ respectively. One exception was the overload of the plant due to a defective chamber filter press which caused the outlet values to be exceeded for five days.

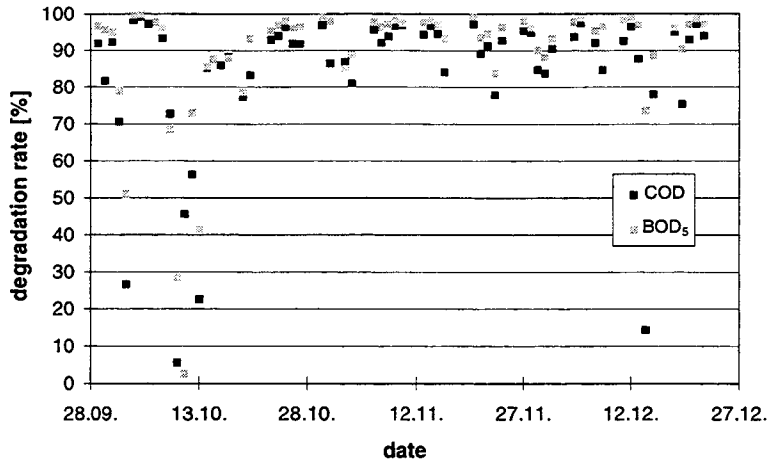


Fig. 1: Degradation performance

pH-values

The pH-values fluctuated at the inlet of the plant in a wide range between 4.0 and 10.4, but most of the outlet values were recorded in a range between pH 7.1 and 8.7. Only once during the total experimental time frame (89 days) was the discharge limit value of pH 6.5 not met, and this happened in direct correlation to the malfunction mentioned above.

In the pre-acidification reactor, pH-values between 6.0 and 7.3 were recorded. In the methanisation reactor, the values mostly varied between 6.3 and 7.2. Due to the malfunction on 8.10.1996, the pH-values in the reactor decreased to the value of 4.9 in the three days which followed, and this also reflected a considerable decrease of the degradation performance. On 20 days, the pH-value in the inlet of the reactor had to be adjusted by adding caustic soda lye. But in most cases, a adequate pH-range for the methanisation was achieved without adding caustic soda lye due to the mixing processes in the mixing and compensating tanks and to the possibility of recirculation.

Nutrient ratios

During the entire experimental time frame, the COD : N-ratio in the inlet varied between 800 : 0.3 and 16.1 with an average ratio of 800 : 4.5. The differentiated examination of the different experimental phases showed the following results: During the harvest period (experimental phase 1), the COD : N-ratios varied between 800 : 1.9 and 13.0 with an average ratio of 7.3. In only two of the 17 analyses was the nutrient ratio considerably below the desired ratio of 800 : 5, so that the nitrogen situation in this phase could be considered sufficient. During the second experimental phase, the ratio varied between 800 : 1.7 and 9.2 with an average ratio of 800 : 4.4. In about 70 % of the measurements, the desired nutrient ratio was not reached. The COD : N-ratio varied during the third experimental phase between 800 : 1.4 and 7.6. With an average value of 800 : 3.8, only 20 % of the measurements registered a sufficient nutrient ratio.

The COD : P-ratio of the inlet fluctuated during the experimental time frame between

800 : 0.1 and 1.6, with an average ratio of 800 : 0.5. The tendency here was also that the highest values occurred during the harvest.

In all, the aimed nutrient ratio of 800 : 1 was not reached in 85 % of the samples which were analysed for phosphorus.

Gas production

Due to the fluctuations of the organic loads to be degraded and of the total loads, the daily gas production varied between 24 and 170 m³ with an average value of 78 m³/d for the entire experimental period.

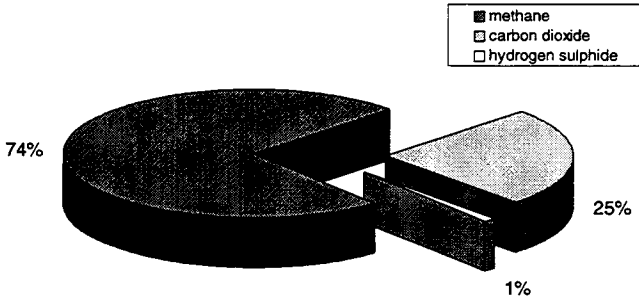


Fig 2: Average production of biogas

The produced biogas contained an average of about 25 % CO₂ with a fluctuation between 4 % (during the malfunction) and 45 %; it contained about 1 % hydrogen sulphide and 74 % methane. Major variances were not noted in the different experimental phases.

Efficiency

In the context of a supplementary efficiency analysis, the advantages of various processes (anaerobic/aerobic) were examined. Based on the calculated investment and operating costs of the Trautwein company's UASB-plant as well as for an aerobic plant (activated sludge process) at the co-operative Erzeugergemeinschaft Goldenes Rheinhessen, the annual total costs of these two types of plants were calculated as the sum of the capital costs and operating costs. These calculations were based on a hydraulic capacity of 50 m³ wastewater per day as well as a maximum pollution load of 500 kg BOD₅ per day; the calculation of the corresponding functions correlates to the quantity of pollution load to be degraded (x = kg BOD₅).

Table 2: Expense items

Investment costs	Operating costs
land acquisition	personnel costs
planning costs	energy costs
construction costs	material costs
installation costs	maintenance and repair expenses
plant engineering costs	costs for excess sludge disposal
	monitoring costs

The cost analysis demonstrated that there are different cost structures. It was shown that the aerobic plant being examined required less investment and thus less capital costs than the anaerobic plant. The operating costs of the anaerobic plant can be considered fixed costs, but the operating costs of the aerobic plant are variable, especially due to the disposal of the excess sludge.

The comparison of the annual total costs with an equalised cost basis for the two processes pointed out that, in correlation from the degraded pollution load, the aerobic process is preferable to the anaerobic process up to a critical pollution load value of about 31,700 kg BOD₅/year. Concerning the aerobic process, if there is the possibility of a cheaper dispersal of the excess sludge on agriculturally productive land, the critical value will be about 52,000 kg BOD₅/per year. Below the critical quantity, the aerobic process is preferable; only with pollution loads over 52,000 kg BOD₅/year are the costs for the anaerobic process less.

When comparing the efficiency to that of an entire public disposal, no general statement could be made. In each individual case, the following aspects play an important role: the special winery heavy-polluter-surcharges, the levying of an investment contribution, but also the disbursement of investment contributions to the plants' construction costs.

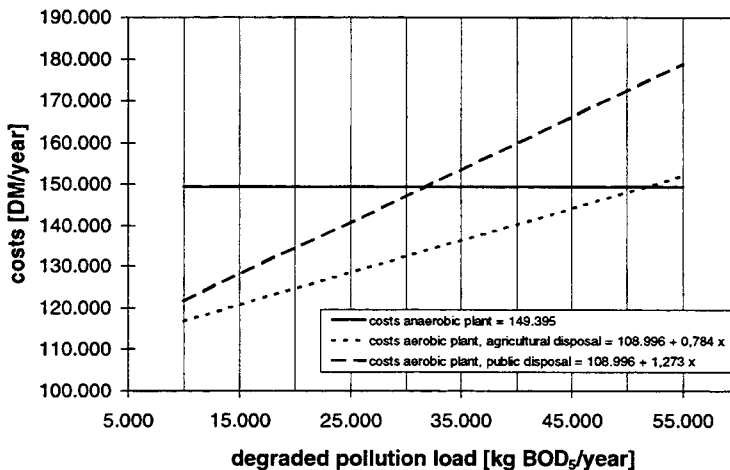


Fig. 3: Cost analysis of the process alternatives in correlation to the pollution load to be degraded

Conclusion

During the experimental time frame, the wastewater of the winery Trautwein was characterised by high organic loads, and the wastewater quantity fluctuated by about a factor of ten. The highest organic loads occurred during the harvest period. Other characteristics of the wastewater in this phase were the high content of solids which were expressed by the remains of the screening and sedimentation sludge that occurred during the wastewater treatment, as well as the typical acidic pH-values. In the following phases (first and second racking) the organic load decreased slightly, the amount of solids continually diminished and the pH-values tended to be in a neutral range. With respect to the total pollution loads which were let in the treatment plant per working day, no serious differences were noted between the various phases, and this was due to the continuous production of additionally purchased wine and musts. Concerning the gas production, it was noted that normally, during the last two experimental phases, no wastewater existed on the weekends. With generally good degradation performances, the pollution load was reduced so much that, with the exception a malfunction, the aimed discharge limit value of 42 kg BOD₅ was always attained, and these values were mostly well below the limit. The attainment of the required pH-values did not present any obstacles either. In this context, it should also be mentioned that the plant was never loaded to its calculated limits, neither hydraulically nor biologically. Due to the selected design, the winery has the possibility of future expansion without additional investment in the wastewater treatment plant. In addition to the mostly positive representation of the plant in relation to the observance of legal requirements, the results presented also give starting points for future improvements; e.g., nutrient feeding, difficulties with sulphuric compositions and crisis management.

References

- Abwassertechnische Vereinigung (1993): Technologische Beurteilungskriterien zur anaeroben Abwasserbehandlung. *Korrespondenz Abwasser*, Vol. 40, p. 217-223
- Abwassertechnische Vereinigung (1994): Gewinnung, Aufbereitung und Verwertung von Biogas. *Korrespondenz Abwasser*, Vol. 41, p. 1379-1391
- Böhnke B., Bischhofsberger W., Seyfried C.F. (1993): Anaerobtechnik - Handbuch der anaeroben Behandlung von Abwasser und Schlamm. Berlin, p. 837
- Hölscher R. (1997): Wirtschaftlichkeit der Abwasserreinigung in Großbetrieben. *Rebe und Wein*, n° 10, p. -330 - 335
- Müller D. (1995): Abwassertechnik im Weinbau. KTBL Schrift 368, Münster-Hiltrup. p. 131
- Müller D. (1997): Le traitement des effluents vinicoles en Allemagne, en citant l'exemple de la Rhénaie-Palatinate. *Revue Française D'Oenologie*, Vol.163, p. 33-36.
- Müller D. (1997): Anaerobe Abwasserreinigung am Beispiel der Weinkellerei Trautwein. *Korrespondenz Abwasser*, Vol. 44, n° 11, p. 2031-2039

Traitement des effluents vinicoles par un bassin de méthanisation à garnissage

The use of methane-producing lagoons for the depollution of winery effluents

M. Torrijos, R. Moletta

INRA, Laboratoire de Biotechnologie de l'Environnement,
Avenue des Etangs, F-11100 Narbonne
tél : 04 68 42 51 85, fax : 04 68 42 51 60
e.mail : torrijos@ensam.inra.fr

Résumé - Dans le but d'étudier les potentialités du bassin de méthanisation à garnissage pour le traitement des effluents vinicoles, un bassin expérimental de 330 m³ a été construit sur le site de la cave du Quatorze et son fonctionnement a été suivi pendant les vendanges 1996. Afin d'optimiser les performances épuratoires, le bassin de méthanisation contient un garnissage constitué par 80 filets de pêche qui assurent la fixation des micro-organismes et une couverture flottante qui permet la récupération du biogaz produit. Ce procédé qui permet l'élimination de 95 % de la matière organique appliquée constitue un procédé de prétraitement qui, couplé à une étape de finition aérobie, peut constituer un moyen fiable et économique de traiter les eaux usées des caves vinicoles.

Abstract - *The behaviour of a simple and inexpensive pre-treatment process was studied : the anaerobic lagoon with support. An 330 m³ lagoon was follow-up in 1996 at the winery of the Quatorze (Narbonne, southern France). The aim of this project was to acquire the design basis and to measure the purification efficiency of this process. The lagoon was entirely covered in order to canalize then to recover the biogaz before elimination or use. Fishing nets, evenly distributed in the liquid mass, were used as support for the micro-organisms. There was no heating device nor agitation. The results showed that two parameters were important for the design : (i) the temperature inside the lagoon which was directly depending on the outside temperature as there was no heating device. It varied from 20° C in September to 10° C in December, (ii) the loading rate which was directly linked to the temperature in the lagoon. The datas collected showed that the 330 m³ anaerobic lagoon with support allowed the pretreatment of the effluents of a winery producing 10 000 hl of wine/year with a depollution rate of 95 %. The concentration of the treated effluent was always under the maximum limits allowed for the direct reject to the sewer system. The final aerobic treatment could then be realised at the winery (on-site aerobic treatment plant) or at a municipal wastewater treatment plant. In conclusion, it was showed that the anaerobic lagoon with support was an efficient pretreatment system which, as a result of simplified operation, moderate capital cost and very low operating costs, could be well suited to depolluting wastewater from wineries.*

Mots clés : digestion anaérobie, lagune anaérobie, effluents vinicoles, dimensionnement.

Keywords : anaerobic digestion, anaerobic lagoon, winery effluents, design.

INTRODUCTION

La digestion anaérobie est un procédé très utilisé pour la dépollution d'eaux usées d'origine agro-alimentaire et son application au traitement des effluents de caves vinicoles ne doit a priori poser aucun problème compte-tenu de l'excellente biodégradabilité de ce type d'effluent (MOLETTA et RAYNAL, 1992), (ANDREONI *et al*, 1994). Aujourd'hui, les unités industrielles de méthanisation en fonctionnement sont en général complexes et s'adressent essentiellement à de grosses unités de production. La majorité des caves vinicoles de par leur taille et leurs potentiels humain et financier relativement limités ne peuvent envisager la mise en place de telles stations de dépollution et sont à la recherche de procédés simples, rustiques et peu coûteux. Le bassin de méthanisation à garnissage peut alors constituer une solution efficace au problème des effluents vinicoles.

Par rapport aux lagunes anaérobies classiques le bassin de méthanisation présente un certain nombre de modifications dans le but d'une part d'optimiser les performances épuratoires et d'autre part de maîtriser les émissions éventuelles d'odeurs (SAFLEY *et al*, 1989), (SAFLEY *et al*, 1992). Ainsi, le bassin de méthanisation est entièrement couvert, afin de canaliser puis de récupérer le biogaz avant élimination ou valorisation, et contient un garnissage constitué de filets de pêche également répartis dans toute la masse liquide afin de réaliser un contact intime entre les micro-organismes et les effluents à dépolluer.

L'application du bassin de méthanisation à garnissage à la dépollution des effluents vinicoles a été validée sur la cave coopérative du Quatourze, qui produit 4 000 hl de vin par an en moyenne, où un bassin de 330 m³ a été construit pendant l'été 1994. Dans cette publication sont décrits les résultats obtenus lors du suivi du fonctionnement du bassin pendant la période des vendanges 1996 (septembre à décembre 1996) qui a été réalisé dans le but d'acquiescer les bases de dimensionnement et de mesurer les performances épuratoires de cette technologie.

MATERIEL ET METHODES

Description du bassin de méthanisation : Le bassin de méthanisation a un volume de 330 m³. Il est constitué par une fosse tronconique creusée dans le sol dont les dimensions sont : longueur : 25 m, largeur : 8 m, profondeur hors tout : 3 m, grande base : 200 m², petite base : 38 m², angle de pente des parois : 45°. La fosse est étanchéifiée par une géomembrane en polyéthylène haute densité (PEHD) de 2 mm d'épaisseur. Une pompe immergée placée dans la fosse de relèvement des eaux usées située près de la cave permet d'alimenter le bassin soit avec les effluents rejetés par la cave du Quatourze soit avec des effluents provenant de la cave coopérative de Narbonne qui sont stockés dans une cuve de 30 m³ placée à côté de la fosse. Le volume total d'effluent envoyé dans le bassin est comptabilisé par un débitmètre intégrateur électromagnétique. Une pompe péristaltique asservie au fonctionnement de la pompe de relevage permet la neutralisation des effluents avant leur arrivée dans le bassin. L'admission des effluents se fait en tête du bassin par sept cannes plongeant à différentes profondeurs afin d'assurer une bonne répartition de l'alimentation sur toute la section. Le rejet des effluents méthanisés s'effectue à l'opposé

du point d'alimentation par trop-plein à travers un siphon, ce qui permet d'éviter les fuites de gaz.

Le bassin contient un garnissage constitué par 80 filets de pêche, régulièrement répartis transversalement sur toute la longueur du bassin. Leurs caractéristiques sont : dimension des mailles : 30 x 30 mm, longueur d'un filet : 8 m, profondeur d'un filet : 3 m, surface développée : 33,7 m²/filet, surface spécifique : 8,2 m²/m³.

Une couverture flottante en XR-5[®], placée à la surface du bassin, permet de récupérer le biogaz et d'éviter toute émission d'odeurs.

- **Echantillonnage** : Une pompe péristaltique située au niveau de la canalisation d'arrivée et asservie au fonctionnement de la pompe placée dans le regard de relèvement prélève un échantillon moyen de l'alimentation. En sortie du bassin, l'échantillonnage est réalisé soit par un préleveur automatique de type ISCO soit par prélèvement ponctuel. Les échantillons sont collectés régulièrement 3 fois par semaine et analysés.

- **Analyses** : Les échantillons sont centrifugés à 10 000 g pendant 15 mn, et les analyses suivantes sont effectuées : pH, Matières en suspension (MES), Matières Volatiles en Suspension (MVS), Demande Chimique en Oxygène (DCO) sur les échantillons bruts et sur la phase soluble, Acides Gras Volatils (AGV) par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire et détection par ionisation de flamme. Les analyses ont été réalisées selon les protocoles définis dans les normes AFNOR. Un thermomètre multisondes effectuée, toutes les heures, une mesure de la température dans le bassin et de la température de l'air ambiant.

RESULTATS

Le fonctionnement du bassin de méthanisation a été suivi du 15 septembre au 15 décembre 1996 (vendanges et premiers soutirages). Le bassin a reçu l'équivalent de la pollution d'une cave produisant 10 000 hl/an. Pour cela, les rejets de la cave du Quatorze, qui produit 4 000 hl de vin par an, ont été complétés avec des effluents provenant de la cave coopérative de Narbonne afin d'augmenter la quantité de pollution appliquée sur le bassin.

- **Températures** : Les relevés de températures effectués au cours des vendanges 1996 montrent qu'au début des vendanges, la température dans le bassin à 2 mètres de profondeur est proche de 20° C (voir la figure 1). Au cours de l'automne, cette température diminue pour se situer autour de 10° C à la mi-décembre. Comme le montre la figure 1, le bassin possède un bon pouvoir tampon par rapport aux variations journalières brutales de température. En revanche la figure 2 met en évidence un lien direct entre la température moyenne hebdomadaire dans le bassin et la température moyenne hebdomadaire de l'air à 16 heures. Ce point est très important à souligner car, comme aucun moyen de chauffage n'est prévu, la température dans le bassin sera déterminée par les conditions climatiques.

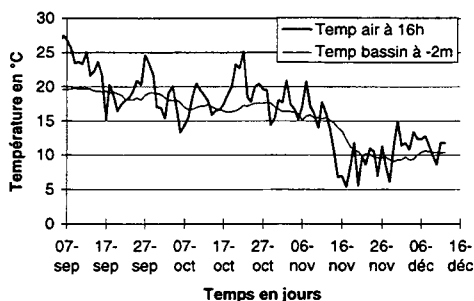


Fig. 1 : Evolution de la température de l'air et de la température à l'intérieur du bassin. Vendanges 1996

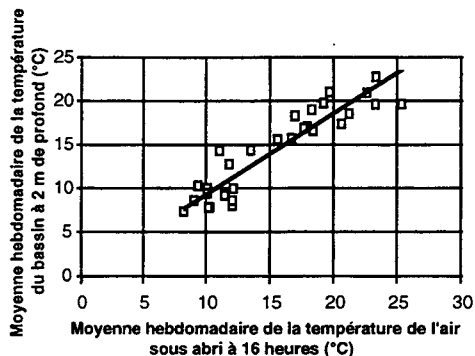


Fig. 2 : Température dans le bassin en fonction de la moyenne hebdomadaire de la température de l'air. Vendanges 1996

- **Caractérisation des effluents en entrée** : Après neutralisation le pH des effluents à traiter est voisin de 6. La concentration en MES est toujours inférieure à 2 g/l et la concentration en DCO comprise entre 5 et 30 g/l avec une valeur moyenne de 18 g/l.

- **Conditions d'alimentation** : Afin d'étudier les potentialités maximales de traitement du bassin, les effluents rejetés par la cave du Quatorze ont été complétés avec des effluents de la cave coopérative de Narbonne afin de simuler le fonctionnement d'une cave produisant 10 000 hl de vin/an. La charge appliquée a été définie à partir des données disponibles sur une cave de la région Bordelaise pour laquelle nous disposions de 2 bilans pollutions et des volumes d'eau consommés journalièrement pendant 2 ans.

La figure 3 représente la quantité de DCO appliquée par semaine au cours de la campagne 1996.

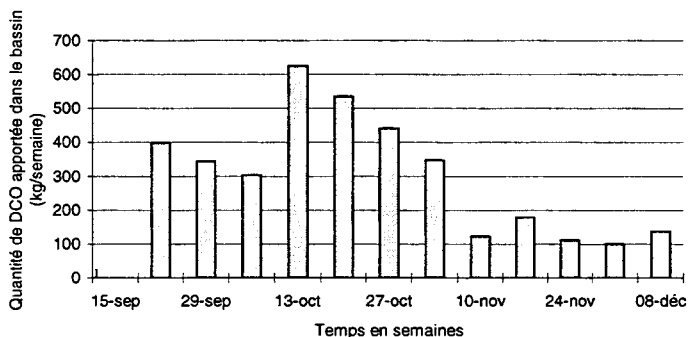


Fig. 3 : Quantité de DCO introduite dans le bassin de méthanisation par semaine. Vendanges 1996

- **Caractérisation des effluents après traitement** : En sortie du bassin, le pH est stable avec des valeurs proches de 7,3 et la concentration en MES est toujours inférieure à 0,5 g/l. Début septembre, la DCO_{soluble} résiduelle dans le bassin est faible (0,4 g/l) et correspond à la concentration en matière organique de l'effluent vinicole non biodégradable par voie anaérobie (figure 4).

L'alimentation du bassin a commencé brutalement avec le début des vendanges (figure 3). La concentration en DCO_{soluble} a alors augmenté légèrement pour se situer aux alentours de 1 g/l, ce qui montre que l'activité microbienne se met rapidement en place après une phase de plusieurs semaines sans alimentation. A la fin de la 3^{ème} semaine, la charge appliquée a doublé ce qui a entraîné une augmentation brutale de la concentration en DCO_{soluble} qui a atteint un maximum de 1,9 g/l le 15 octobre (figure 4). L'augmentation de la concentration en DCO_{soluble} est liée à l'accumulation temporaire d'AGV (figure 5).

Au-delà du 15 octobre, les concentrations en DCO_{soluble} et en AGV ont diminué bien que la charge appliquée soit relativement élevée. Ceci montre qu'après une phase intermédiaire d'une semaine, l'activité microbienne permet l'élimination de toute la charge appliquée ainsi que d'une partie de la matière organique accumulée.

La figure 4 révèle que la concentration en DCO_{totale} a été pratiquement tout le temps inférieure à 2 g/l sauf ponctuellement lors d'une variation brutale de la charge appliquée. Les effluents en sortie du bassin de méthanisation ont donc des concentrations en DCO et MES qui sont inférieures aux valeurs limites fixées par la réglementation. Une finition aérobie sur une station d'épuration est donc tout à fait possible.

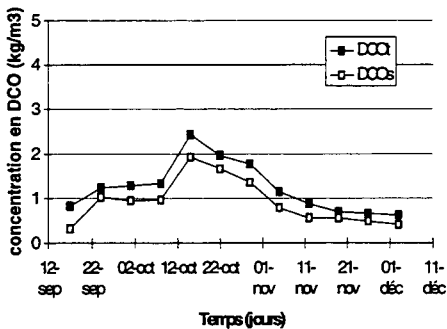


Fig. 4 : Concentration en DCO de l'effluent en sortie de bassin. Vendanges 1996

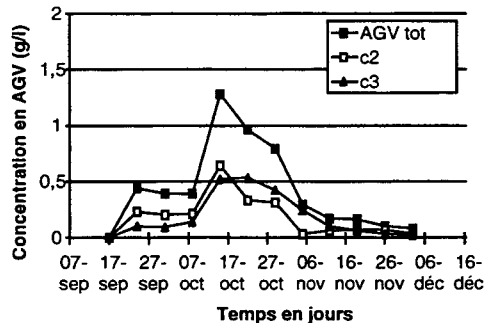


Fig. 5 : Concentration en AGV de l'effluent en sortie de bassin. Vendanges 1999.

- **Bilan DCO** : A partir des mesures et des analyses effectuées en entrée, en sortie et à l'intérieur du bassin de méthanisation, un bilan DCO peut être effectué sur la période considérée. Ainsi, 3 509 kg de DCO ont été introduits dans le bassin, 3 345 kg ont été éliminés et 248 kg ont été rejetés. Globalement, le rendement d'épuration entre le début des vendanges et la mi-décembre est donc de 95,3 % pour la DCO.

- **Charges volumiques** : Pendant les 85 jours du suivi, la charge moyenne appliquée a été de 0,131 kg DCO/m³.j et la charge moyenne éliminée de 0,125 kg DCO/m³.j, sachant que la température dans le bassin est passée de 20 °C au début à 10 °C à la mi-décembre.

La figure 6 qui représente les variations de la charge volumique appliquée (cva) et de la charge volumique éliminée (cve) en fonction du temps permet d'analyser plus en détail l'évolution de ces deux paramètres pour la période étudiée.

Cette figure montre que lors des premiers jours des vendanges, l'activité biologique se met relativement rapidement en place et la matière organique envoyée dans le bassin est pratiquement entièrement dégradée. La concentration en DCO et en AGV à l'intérieur du bassin n'évolue donc que faiblement. A partir de la mi-octobre, la charge appliquée est pratiquement doublée et il apparaît un certain temps de latence avant qu'une réponse à cette surcharge organique soit observée. En conséquence, une augmentation de la concentration en DCO_{soluble} est observée, liée à une accumulation temporaire d'AGV à l'intérieur du bassin. Par la suite, la charge éliminée a rapidement augmenté puis a été relativement stable et proche de sa valeur maximale pendant 3 semaines. Pendant cette période, la matière organique apportée a été dégradée ainsi qu'une partie des AGV accumulés, ce qui se traduit par une diminution de la concentration en DCO_{soluble} dans le bassin.

La période allant de la mi-octobre à la mi-novembre permet d'étudier les potentialités épuratoires du bassin car la matière organique a alors été en excès dans le bassin et les bactéries épuratoires ont donc pu fonctionner sans limitation par le substrat. Pendant cette période, la charge éliminée a été sensiblement constante (0,220 kg de DCO/m³.j) pour une température qui a varié entre 17,5° C et 16° C, ce qui correspond à :

- 76,2 kg de DCO introduits par jour	soit	534 kg/semaine,
- 72,6 kg de DCO éliminés par jour	soit	508 kg/semaine,
- 4,6 kg de DCO rejetés par jour	soit	32 kg/semaine,

pour un bassin de méthanisation de 330 m³ dont la température a varié entre 17,5° C et 16 C.

Remarque : les chiffres présentés ci-dessus ne permettent pas de boucler parfaitement le bilan DCO car il n'est pas tenu compte de la légère variation de la concentration en DCO à l'intérieur du bassin entre le début et la fin du suivi.

Pendant la période considérée, la quantité de DCO traitée journalièrement dans le bassin correspond à la pollution de 635 équivalents-habitants, avec un rendement épuratoire de 95 %.

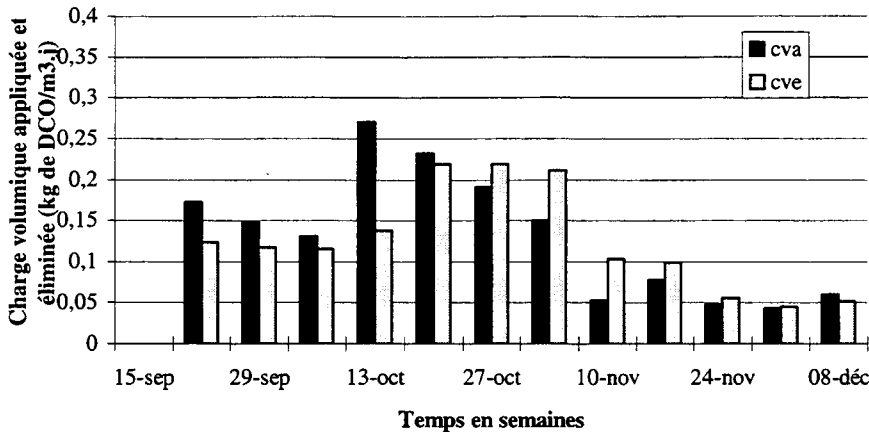


Fig. 6 : Evolution des charges appliquées et éliminées en fonction du temps.
Vendanges 1996

- **Bilan économique** : Le coût du bassin de méthanisation du Quatorze est de 436 000 F HT dont : 51 000 F HT de génie civil, 52 000 F HT pour la bêche d'étanchéité de fond, 104 000 F HT pour la couverture flottante, 67 000 F HT pour le garnissage, 22 000 F HT pour l'ensemencement et 140 000 F HT pour l'amenée et l'évacuation des effluents, le local technique, la clôture et l'électricité.

Les frais de fonctionnement sont particulièrement faibles et uniquement liés à l'électricité consommée pour le relevage des eaux usées (60 kW.h) et à la consommation de soude pour la neutralisation des effluents (420 litres environ). Dans le cas où le gaz est éliminé, le coût de ce traitement doit être intégré dans les frais d'investissement et de fonctionnement.

CONCLUSION

Le fonctionnement d'un bassin de méthanisation à garnissage a été suivi pendant les vendanges 1996.

Les résultats obtenus montrent que le bassin de 300 m³ permet un pré-traitement tout à fait efficace des effluents vinicoles d'une cave produisant 10 000 hl de vin par an. En effet, le rendement épuratoire global est de 95,3 % et les concentrations en DCO_{totalc} et en MES en sortie sont inférieures aux limites maximales permettant un rejet au réseau de collecte des eaux usées. La finition aérobie peut donc être réalisée soit dans une station autonome sur site, soit dans une station d'épuration urbaine via le réseau d'assainissement.

Au cours de cette phase expérimentale, les paramètres importants pour le dimensionnement d'un procédé du type bassin de méthanisation ont été suivis avec

attention. Il s'agit d'une part de la température à l'intérieur du bassin qui fixe la température à laquelle la réaction biologique va être réalisée et qui dépend directement des conditions extérieures, et d'autre part de la charge volumique éliminée qui est fonction de la température réactionnelle.

En conclusion, il a été montré au cours de cette étude qu'un bassin de méthanisation à garnissage, avec des coûts d'investissement relativement modestes et des coûts de fonctionnement faibles, pouvait constituer une solution bien adaptée pour la dépollution des effluents vinicoles. Cette technologie semble être plus particulièrement adaptée au cas des caves rejetant des effluents relativement concentrés en DCO (15 à 20 g/l et plus).

REMERCIEMENTS

La réalisation du bassin de méthanisation expérimental de la cave coopérative du Quatorze a fait l'objet de financements de l'ANVAR, de l'Etat et de la région Languedoc-Roussillon et d'un accompagnement du pôle Verseau.

REFERENCES

Andreoni V., Daffonchio D., Fumi M.R., Marchetti R., Rozzi A., Silva A., (1994) Anaerobic and aerobic treatment of winery wastewaters : results of an interuniversity research, In : First international specialized conference on winery wastewaters, Narbonne - Epernay, F, 20 - 24 June 1994, p. 151-156

Moletta R., Raynal J., (1992) Procédés de dépollution innovants et recherches actuelles dans le domaine vinicole. *Revue française d'oenologie*, n° 134, janvier 1992

Safley L.M., Westerman Jr and P.W., (1989) Anaerobic lagoon biogas recovery systems. *Biological Wastes*, 27, p. 43-62

Safley L.M., Westerman Jr and P.W., (1992) Performance of a Low Temperature Lagoon Digester. *Bioresource Technology*, 41, p. 167-175

Demonstration plant experience of winery wastewater anaerobic treatment in a hybrid reactor

Expérience à l'échelle pilote du traitement anaérobie d'un effluent de cave vinicole dans un réacteur hybride

G. Andreottola (*), P. Nardelli (), F. Nardin (*)**

(*) Dipartimento di ingegneria Civile e Ambientale, Università di Trento, via Mesiano 77, Trento, Italia, Tel.: 0039-461-882669; Fax: 0039-461-882672; E-mail: Gianni.Andreottola@ing.unitn.it

(**) Servizio Opere Igienico-Sanitarie, Provincia Autonoma di Trento, via Gazzoletti 33, Trento, Italia Tel.: 0039-461-497581; Fax: 0039-461-497469.

Résumé – Dans ce document on présente les résultats obtenus pendant une année de fonctionnement d'une installation pilote de traitement anaérobie. A la cave vinicole de Mezzacorona on a installé un réacteur anaérobie hybride de 2 m³ comme prétraitement d'une partie de l'effluent, avec l'objectif de vérifier la stabilité et le rendement du procédé, particulièrement en correspondance des pointes de charge organique. Le système utilisé est basé sur la combinaison de deux procédés : la partie inférieure de l'installation est constituée par un réacteur UASB responsable de la majorité de la dégradation de la charge organique ; la partie supérieure de l'installation est un filtre anaérobie. Le rendement d'épuration en DCO obtenu en moyenne est supérieur à 93 % avec des charges volumétriques jusqu'à 10 kg DCO m⁻³.j⁻¹. Le rendement de l'installation pilote a baissé en correspondance avec de brusques variations de charge. Une dernière configuration du traitement aérobie de l'effluent du système anaérobie a été un réacteur pilote SBR : les résultats ont été un rendement d'épuration de la DCO supérieur au 85 %. La mise en marche du système après 4 mois d'arrêt a requis seulement 7 jours pour obtenir un rendement stable (96 % de réduction de la DCO avec une charge de 6 kgDCO m⁻³.j⁻¹).

Abstract - In the paper the results of a one year operation of a pilot anaerobic treatment plant are presented. At Mezzacorona wine industry, a 2 cubic meter hybrid anaerobic reactor has been installed as pre-treatment of a part of the influent wastewater, in order to verify process performance and stability, especially in correspondance of organic load peaks. The applied hybrid upflow system combines two treatment processes: the lower part of the plant consists of a UASB reactor, which carries out most of the degradation of the organic load, while the upper one is an anaerobic filter. COD removal efficiency resulted averagely higher than 93%, with volumetric load up to 10 kgCOD/(m³ d). The plant showed efficiency drop in correspondance with sudden load variations. In the last configuration the aerobic treatment of the anaerobic plant effluent has been tested in a SBR pilot scale reactor with good results (85% COD removal). The starting of the reactor after a four months scheduled stop was carried out in about seven days, after which stable performances were established again (96% COD removal with a load of 6kgCOD m⁻³ d⁻¹).

Mots clés : industrie vinicole, traitement anaérobie, UASB, système hybride

Keywords : winery industry, anaerobic treatment, UASB, hybrid system

1. Introduction

Mezzacorona winery, located in Mezzacorona, a small town in the North of Trento, is one of the major wine producer in Trentino. It treats averagely 28.000 t grapes per year.

The treatment line is complete (from the grape to the bottle destined to the sale). The annual production is around 25 million bottles of wine, 53% white, 47% red.

The sequence of operation involved in wine production requires, at intervals, a considerable quantity of water for cleaning purposes. The resulting wastewater, heavily polluted by organic matter, is channeled to the winery wastewater treatment plant (average flowrate: 10 m³/h). It consists of a aerobic biological treatment with a straining pre-treatment, an equalization and homogenization phase and an aerated activated sludge plant. In Fig. 1 a schematic lay-out of the full-scale aerobic plant is shown.

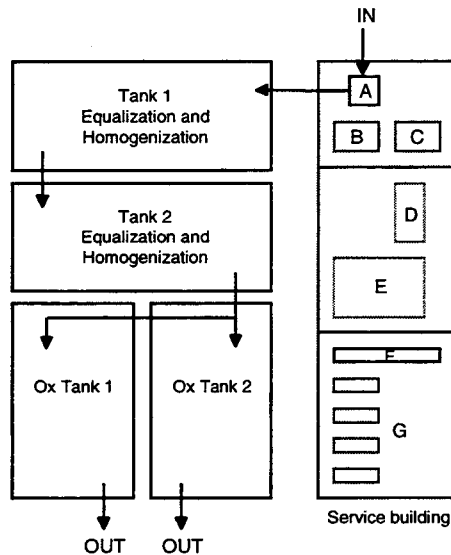


Fig. 1: Schematic lay-out of the present aerobic wastewater treatment plant at Mezzacorona winery. The first equalization and homogenization tank is used in vintage time only. Legend: A = Straining stage (rotating drum) ; B = soda storage tank; C = Nutrient storage tank; D = Sludge dewatering (belt filter); E = Sludge thickening tank; F = Control panel; G = Compressors..

The existing activated sludge treatment plant needs to be upgraded to fulfil the future wine production increase (the estimation is a 100% increase of wastewater production, because of the construction of a champagne production line).

In order to reduce plant surface and energy consumption of the upgrade solution an hybrid upflow anaerobic reactor has been proposed.

The hybrid upflow system combines two treatment processes: the lower part of the plant consists of a UASB reactor, which carries out most of the degradation of the organic load, while the upper one is an anaerobic filter. The hybrid configuration has the advantage to eliminate the hydraulic problems of wastewater distribution and clogging of fixed bed upflow reactors, maintaining at the same time the advantages of both anaerobic filters and UASB reactors.

Hybrid reactors have been applied from the beginning of the '80s, especially for the treatment of some categories of agro-industrial wastewater (swine farm - Lo et al., 1994; dairy industry - Öztürk et al., 1993 and Malaspina et al., 1995 ; olive oil industry - Borja et al., 1996, papermill - Huster and Mobius, 1990) and of landfill leachate (Keenan et al., 1991 ; Britz et al., 1990). In particular, the application to winery wastewater is still limited to lab-scale plants (Andreoni et al., 1994).

COD removal efficiencies and hydraulic retention times of hybrid reactors vary according to wastewater characteristics. It is therefore necessary in all cases to test the process at pilot scale in order to get correct and reliable design and operational data.

As a consequence, a pilot test of the hybrid process was carried out at Mezzacorona winery, in order to evaluate the possible upgrade of the present wastewater treatment plant. This paper presents the results of a one year operation of the pilot-scale anaerobic hybrid reactor, installed as pre-treatment step of a partial flow of influent wastewater.

Methods

Description of the pilot plant. The pilot plant included a 6 m³ storage tank, a 2 m³ anaerobic Upflow Hybrid Digester (UHD; D = 0,8 m; H = 4,5 m), feed and recycle pumps, flowmeters and other instrumentation. Temperature control of the pilot plant was achieved by adjusting the temperature of influent and recycled wastewater using two electrically controlled heat exchangers.

The filling material used for the anaerobic filter in the upper part of the UHD was FLOCOR R, consisting of PVC rifled cylinders (see Tab. 1 for its main characteristics).

In the last experimental phase an aerobic SBR tank (5 m³) has been installed as post-treatment stage.

The UASB in the lower part of the UHD was started with the granular sludge obtained from a full scale UASB reactor treating wastewater from a soft drink bottling factory: 50 kgVSS/m³).

The flow scheme of the pilot plant is shown in Fig. 2. The main characteristics of the UHD reactor are presented in Tab. 1.

Feed. The fed wastewater (drawn downwards the straining phase) is pumped to the storage tank, where sodium hydroxide is added for pH control. It presents the typical characteristics of winery effluent: (a) irregular flow during the year, with a major peak during September and October; (b) acid pH, with fluctuation due to concentrated discharges (lower pH) or to cleaning operations using sodium hydroxide (higher pH); (c) relatively high COD concentration (13-18.000 mg/l in vintage time; 4-5000 mg/l in the other periods). Influent flow-rate varied between 20 and 120 l/h in the different experimental runs, according to the required influent COD loading rate (1,3-14,9 kgCOD m⁻³ d⁻¹), while recycle flow-rate varied between 200 and 600 l/h.

Sampling and analysis

During the different experimental runs daily samples were taken from the storage tank, the recycled flow, the UHD (between the blanket and the filter), the effluent.

COD, VA, pH, were monitored routinely, while analysis of the different volatile acids, biogas composition, alkalinity, Ntot and Ptot was carried out less frequently. The presence of solids in the effluent was monitored routinely.

All parameters were measured according to the standard methods (APHA, 1995).

Experimental Phases. The whole experimental period included six different experimental runs (for a total of 270 operating days), characterized by different plant configuration or operating strategies. The hybrid anaerobic plant has been operated continuously from October 1995 to May 1996 (Runs 1-5). The first two runs (October 1996 - January 1997) were disturbed by various mechanical problems, which gave rise to frequent feed interruptions and have not been taken into consideration in this paper. Run 3 was carried out at lower temperature (25° C) than the optimal one (37° C) because of the low efficiency of the heat exchangers (see Fig. 2). This problem was overcome in the subsequent runs.

Tab. 1: Characteristics of the hybrid anaerobic reactor UHD (Upflow Hybrid Digester) and of the filter filling material (upper zone of the anaerobic reactor) employed in the experience of Mezzacorona.

ANAEROBIC REACTOR		FILLING MATERIAL	
Type	UASB + filter	Type	FLOCOR R
Material	Steel	Material	PVC
Form	Cylindrical	Form	rifled cylinder
Diameter	0.80 m	Diameter	35 mm
Height	4.50 m	Length	25 mm
Total volume	2.30 m ³	Specific surface	230 m ² m ⁻³
Useful volume	2.00 m ³	Void coefficient	97 %
Flow direction	Upflow	Density	50 kg m ⁻³

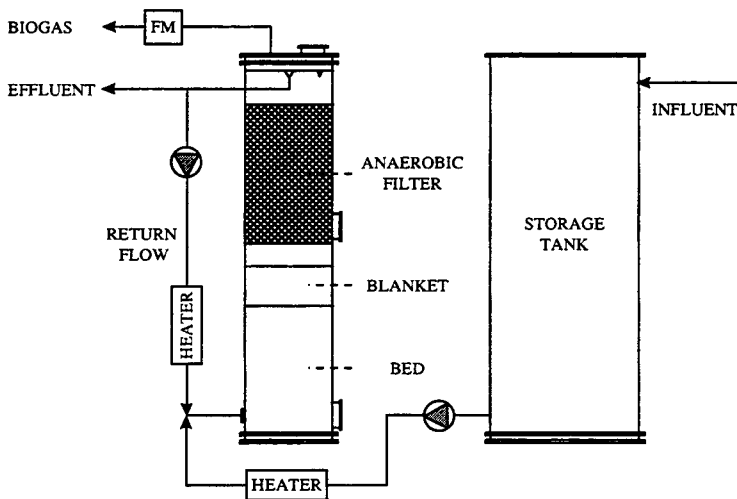


Fig. 2: Scheme of the pilot scale (2 m³) hybrid anaerobic reactor (UASB + anaerobic filter) installed at Mezzacorona winery. Filling material of the anaerobic filter: FLOCOR-R (see Tab. 1 for characteristics). Storage tank volume: 6 m³; FM : biogas flow-meter.

In run 4 and 5, in order to verify the process response to OLR increase, the influent COD was increased with the controlled addition of concentrated winery wastewater deriving from the cleaning of wine tanks. After a scheduled four months plant stop, a further experimental phase (run 6) was carried out, in October and November 1996, in order to verify the capacity of the system to start again after 4 months of interruption, due to the seasonal wastewater production.

Furthermore, in the last run, the aerobic treatment of the anaerobic plant effluent was tested in a SBR pilot plan (6 m^3).

Results and Discussion

In Tab. 2 are summarized the operating results of the main experimental runs (3-5) carried out from February 1996 to May 1996. In Fig. 3 -5 are reported time courses of influent and effluent COD (Fig. 3), T, Organic Loading Rate (OLR) and COD removal efficiency (Fig. 4), biogas production (Fig. 5). Fig. 6 shows the influence of OLR on COD removal and Fig. 7 the effluent COD from complete treatment (anaerobic + aerobic).

COD removal

The hybrid reactor gave rise to very high COD removal efficiency (average values in the range 89-96%) during all the different experimental runs. In particular, in the 3rd run, also called "cold phase", because of the lower average reactor temperature ($25,8^\circ \text{C}$) in comparison to the optimal one for the process (37°C), the process showed a very good adaptation to these operating conditions, giving rise to COD removal efficiency higher than 90% at OLR of $2,5\text{-}5 \text{ kg}_{\text{COD}} \text{ m}^{-3} \text{ d}^{-1}$. In the 4th and 5th runs, even if the COD influent concentration increased to an average value of 10.000 mg/l COD removal efficiency increased to 93-95% (avg. values of run 4 and 5) with OLR rising from avg. value of $6 \text{ kg}_{\text{COD}} \text{ m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ in run 4 to the max. value of $15 \text{ kg}_{\text{COD}} \text{ m}^{-3} \text{ d}^{-1}$, reached in run 5 during the simulation of a sudden organic peak, after which the removal efficiency showed a drop, because of pH fall in the reactor. Average effluent COD, with the exception of some transient periods of sudden load variations or mechanical troubles (heaters, recycle pump), was in the range $200\text{-}700 \text{ mg/l}$: the removed COD (kg d^{-1}) increased linearly with the applied OLR up to the limit value of 25 kgCOD d^{-1} , after which the removal efficiency dropped, because of the pH fall in the reactor. In run 5 a SBR aerobic post treatment (6 m^3 ; $F/M = 0,5 \text{ kgCOD kgMLSS}^{-1} \text{ d}^{-1}$) allowed to operate with additional COD removal higher than 85%, giving rise to an effluent COD always lower 100 mg/l (Fig. 7).

Biogas production

Biogas production increased constantly with OLR, showing a very rapid response to organic load increases (Fig. 5).

Process stability

The hybrid process showed efficiency losses in correspondence with sudden organic load peaks, while it kept high efficiency in presence of a good homogenization. The monitoring of pH, alkalinity and VA allowed to control process stability. In particular, the ratio total alkalinity/VA in the recycle flow was an efficient stability index (values under 1,5 indicated critical process conditions).

Tab. 2 - Summary of operating results of UHD process in Run 3, 4 and 5

Param.	Unit	RUN 3			RUN 4			RUN5		
		Avg.	Max.	Min.	Avg.	Max.	Min.	Avg.*	Max.	Min.
T.	°C	25,8	35,2	14,9	35,4	39,0	23,9	35,8	38,6	26,2
COD _{in}	mg/l	4734	5378	3684	10012	13300	4039	11292	25120	5276
COD _{out}	mg/l	510	1419	60	706	1349	178	435	801	236
OLR.	kgCOD m ⁻³ d ⁻¹	3,4	6,4	1,3	6,0	8,5	2,1	6,1	14,9	1,8
Biogas prod.	l h ⁻¹	123	178	65	221	310	61	182	361	84
Specific biogas prod.	l Kg _{cod} ⁻¹	442	663	379	483	904	335	509	592	400
HRT	h	41	82	17	43	83	16	48	88	30
COD removal	%	89,1	98,7	71,6	93,1	96,8	88,8	94,5	98,2	91,3
PH in		9,37	10,49	8,42	7,93	9,22	6,76	6,36	9,45	4,59
PH out		7,14	7,50	6,55	7,49	7,83	7,02	7,33	7,65	7,04
VA in	g l ⁻¹	1,06	1,43	0,56	2,31	3,62	1,15	1,76	2,69	0,44
VA out	g l ⁻¹	0,33	0,83	0,11	0,2	0,42	0,03	0,29	0,43	0,15

Specific biogas production rates varied from 0,4 m³/kgCOD_{rem} in the cold phase (run 3) to 0,5 m³/kgCOD_{rem} in normal operating conditions (average values). The average methane content in biogas in run 4 and 5 was 80,1%.

Start-up of the process after a 4 months shut-down (Run 6)

The starting of the reactor after a four months scheduled stop was carried out in vintage in about seven days, after which stable performances were established again (95,8% COD removal with an average load of 6kgCOD m⁻³ d⁻¹) and an average influent and effluent COD of respectively 16200 mg/l and 670 mg/l.

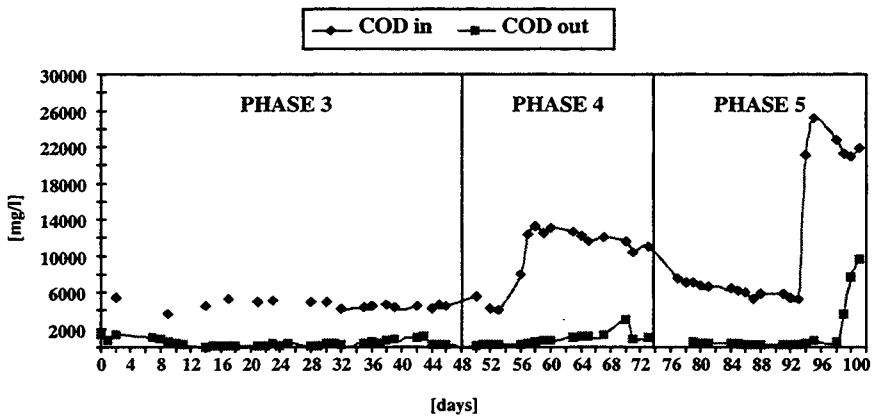


Fig. 3 - Influent and effluent COD concentration in the hybrid reactor in run 3, 4 and 5

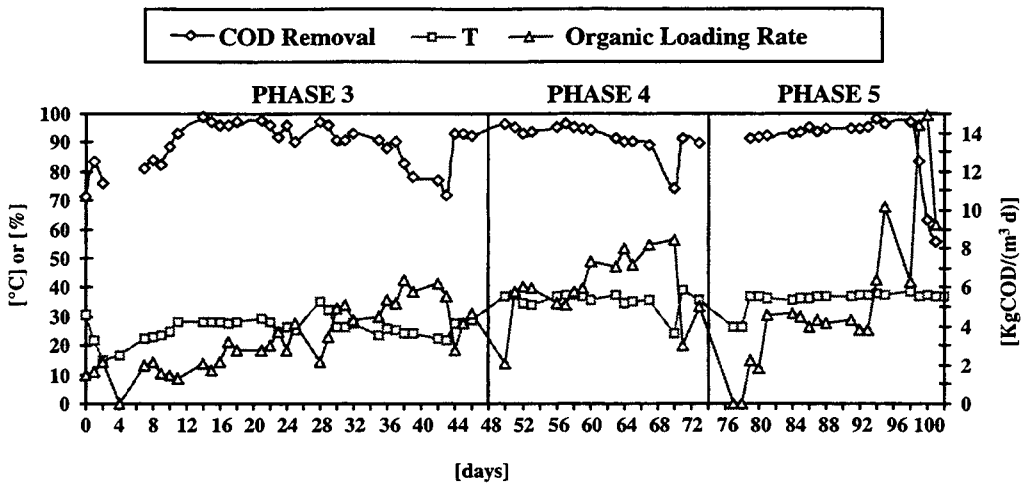


Fig. 4 - COD removal efficiency, Organic Loading Rate (OLR) and temperature of the hybrid reactor during run 3, 4 and 5

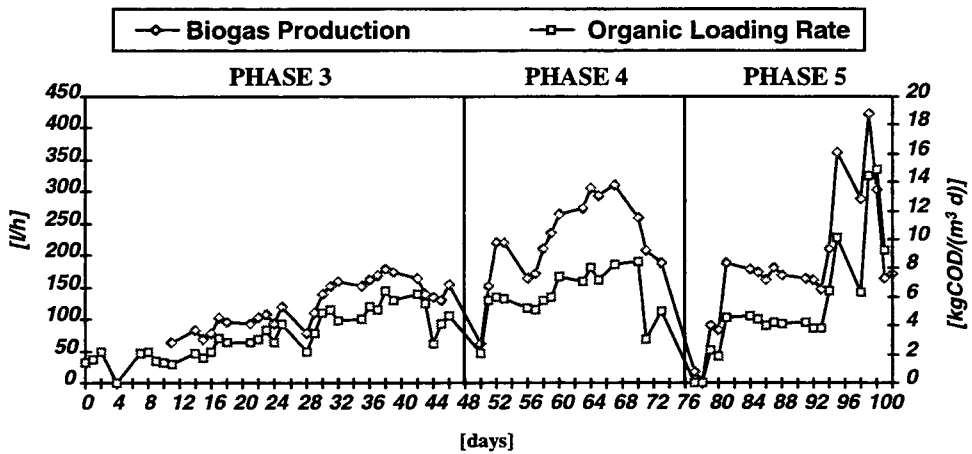


Fig. 5 - Biogas production (l/h) and Organic Loading Rate (OLR; kg COD m⁻³ d⁻¹) in the hybrid reactor during run 3, 4 and 5

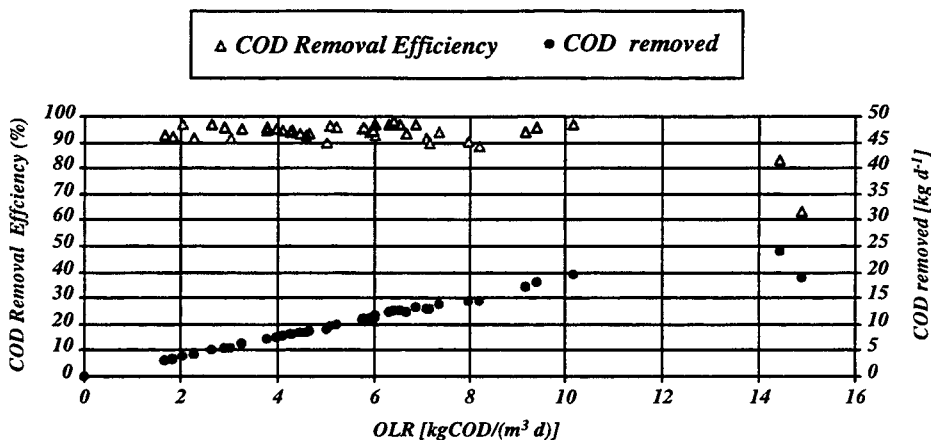


Fig. 6 - COD removal efficiency and removed COD load vs. Organic Loading Rate (OLR) in the hybrid reactor during run 3, 4 and 5

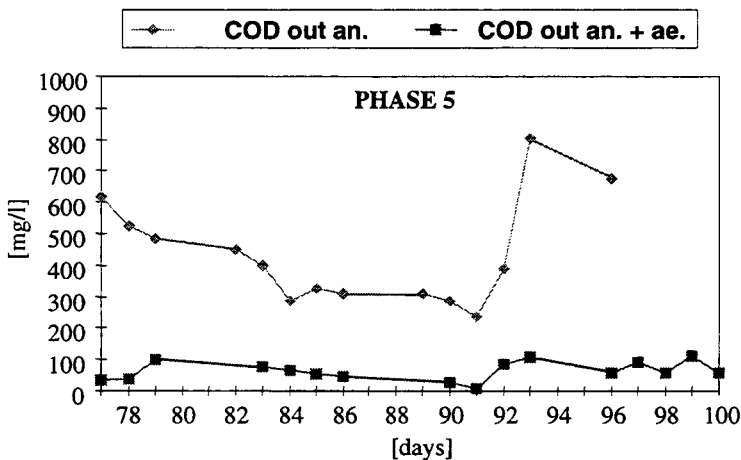


Fig. 7 - COD effluent concentration from the anaerobic hybrid process and from the combined anaerobic+ aerobic system

Conclusions

The experimental results have confirmed the applicability of anaerobic hybrid processes for the treatment of winery wastewater, both as pre-treatment, followed by discharge in sewer, and as complete treatment for direct discharge. In particular, in run 4, 5 and 6 COD removal efficiency of the hybrid process respectively equal to 93,1%, 94,5% and 95,8%, with OLR up to 10 kgCOD/(m³ d) in stable conditions. The aerobic post-treatment of the anaerobic plant effluent has been tested in a SBR pilot scale reactor with good results (more than 85% additional COD removal). The control of organic daily volumetric loads was a crucial factor for the success of the experimental work. The plant showed efficiency drop in correspondence with sudden load variations. The availability of adequate homogenization volumes appeared strictly necessary. Regular monitoring of pH, alkalinity, VA and biogas specific production provided useful information for a reliable control of process stability. The total alkalinity/ VA ratio appeared as a good indicator of incipient system instability (a

value of 3 was assumed as warning set point). Mechanical problems to recycle pumps and heating system or to the pH control system gave rise in short time to fast and often severe efficiency drops. A fast recovery of the system in the most severe cases was reached by an inoculation of granular sludge, previously removed from the UHD and stocked.

The experimental study has also confirmed the possibility of stopping the use of the Hybrid process in low load periods. In fact, the re-starting of the reactor after a four months scheduled stop was carried out in about seven days, after which stable performances were established again (95,8% COD removal with a load of 6kgCOD/m³/d).

ACKNOWLEDGEMENTS

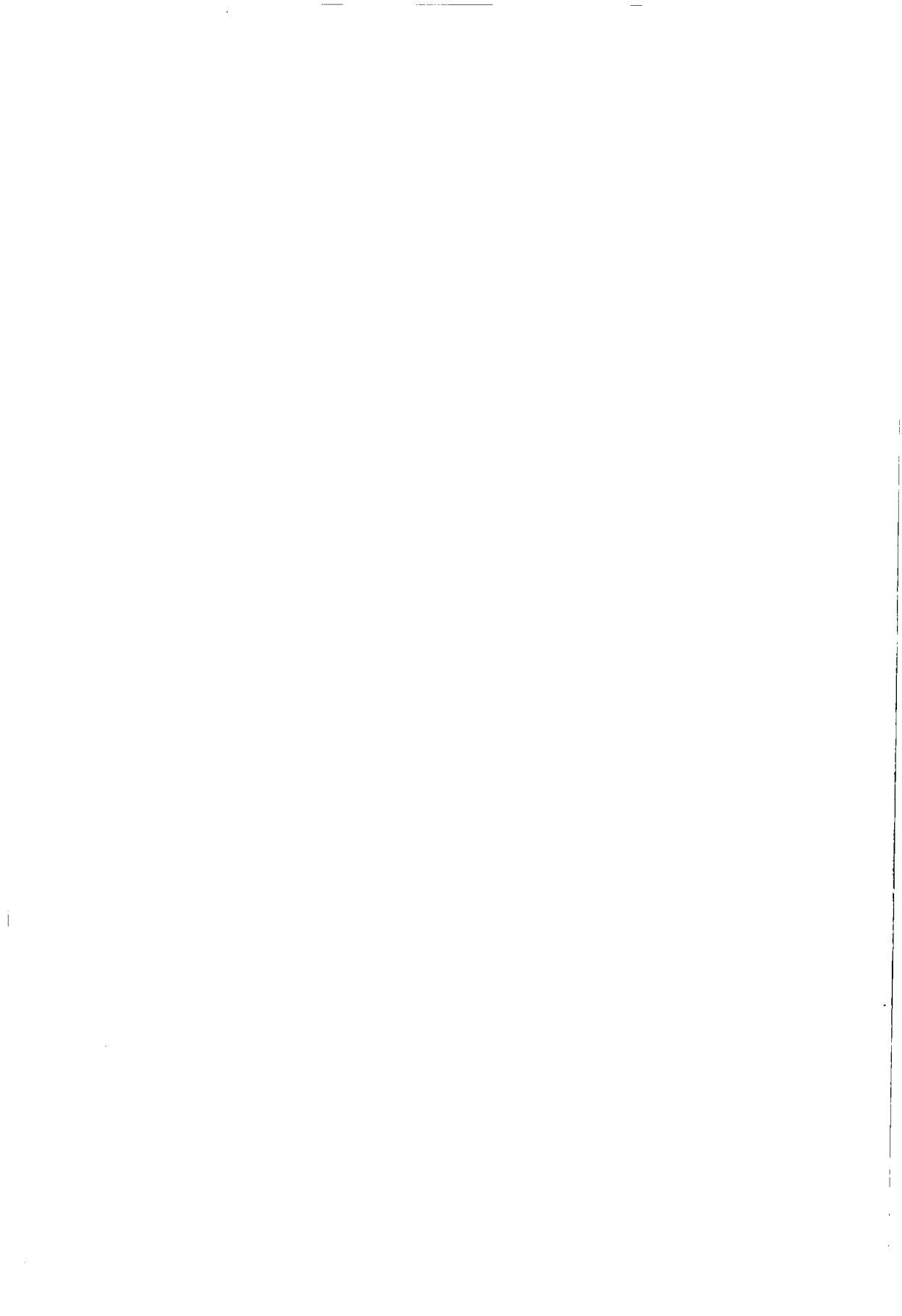
The research was carried out with the appreciated support of "Cantine Mezzacorona" (laboratory analysis), "USF Smogless" (pilot plant supply and technical support) and "Laverda Impianti" (pilot plant maintenance). In particular, the Authors wish to thank dr.. G. Favali, dr. U. Pickler for their assistance and Prof. A. Rozzi for the precious suggestions.

References

- ANDREONI V., DAFFONCHIO D., FUMI M.R., MARCHETTI R., ROZZI A., SILVA A. (1994) Anaerobic and aerobic treatment of winery wastewaters. Results of an interuniversity research, In: Proc. International specialized conference on winery wastewaters, 151-158
- APHA (1995) Standard Methods for the examination of water and wastewater. 19th Edition. American Public Health Association, Washington, USA
- BORJA R., ALBA J., BANKS C. J. (1996) Anaerobic digestion of wash waters derived from the purification of virgin olive oil using a hybrid reactor combining a filter and a sludge blanket. *Process Biochemistry*, vol. 31, n° 3, 219-224
- BRITZ T. J., VENTER C. A., TRACEY R. P. (1990) Anaerobic treatment of municipal landfill leachate using anaerobic hybrid digester. *Biological Wastes*, vol. 32, n° 3, 181-191
- HUSTER R., MOBIUS C. H. (1990) Performance increase of aerobic-biological wastewater treatment plants in papermills by anaerobic pre-treatment of high-strength partial flows. *Water Science and Technology*, vol. 22, n° 7/8, 287-288
- KEENAN P. J., IZA J., SWITZENBAUM M. S. (1991) Municipal solid waste landfill leachate treatment with a pilot-scale, hybrid upflow anaerobic sludge bed filter reactor, emphasizing in organic solids development. In: Proceedings 46th Industrial Waste Conference 773-782
- LO K. V., LIAO P. H., GAO Y. C. (1994) Anaerobic treatment of swine wastewater using hybrid UASB reactors. *Bioresource Technology*, vol. 47, n° 2, 153-157
- MALASPINA F., STANTE L., CELLAMARE C. M., TILCHE A. (1995) Cheese whey and cheese factory wastewater treatment with a biological anaerobic-aerobic process. *Water Science and Technology*, vol. 32, n° 12, 59-72
- ÖZTÜRK I., EROGLU V., UBAY G., DEMIR I. (1993) Hybrid upflow anaerobic sludge blanket reactor (HUASBR) treatment of dairy effluents. *Water Science and Technology*, vol. 28, n° 2, 77-85

SESSION 7

Conduite de procédés : aspects pratiques
Process monitoring : applications



Impact de l'hypochlorite de sodium sur le fonctionnement d'une station de traitement des effluents vinicoles par boues activées en aération prolongée

Sodium hypochlorite impact on the operation of long-term activated-sludge treatment of winery wastewater

B. Picot*, C. Guglielmini**

* Département Sciences de l'Environnement et Santé Publique, Faculté de Pharmacie, avenue Ch. Flahault, 34060 MONTPELLIER Cedex 02 - France
e.mail : dresp@univ-montp2.fr

** Eau-Mega, Conseil en Environnement, 2 rue Chateaubriand - 16100 COGNAC - France
e.mail : EAUMEGA@aol.com

Résumé - L'objectif de cette étude est de vérifier si l'emploi d'hypochlorite de sodium, utilisé très souvent pour nettoyer et désinfecter les locaux dans les caves vinicoles, n'entraîne pas de perturbation pour le traitement ultérieur des eaux résiduaires par procédé biologique.

Les essais ont eu lieu tout d'abord sur une installation pilote, en laboratoire, reproduisant une station de boues activées en aération prolongée alimentée en effluents vinicoles.

Ces essais ont ensuite été confirmés par une expérience en grandeur réelle dans une cave vinicole équipée d'une station d'épuration biologique par boues activées.

La concentration minimale inhibitrice pour l'hypochlorite de sodium dans les conditions de l'essai se situe autour de 100 g de chlore ajouté par m³ de boues activées. Les doses habituellement utilisées pour le nettoyage des locaux dans les caves vinicoles sont sans incidence sur le fonctionnement d'un procédé biologique par boues activées. Il est cependant utile de sensibiliser le personnel de la cave au risque que représente le rejet accidentel de grandes quantités de produits chlorés.

Abstract - *The aim of this study was to evaluate if the sodium hypochlorite often used to clean and to disinfect the wineries has no impact on the wastewater treatment by a biological process.*

Experiments were done on a long-term activated-sludge treatment laboratory pilot fed with winery wastewater. Furthermore, the impact of daily low doses on the operation of the pilot was also studied. During 10 consecutive days, 0,02 g/l sodium hypochlorite were add to the pilot. No trace of free or combined chlorine has been detected. The bacterial abundance and the efficiency of the wastewater treatment were not affected.

Experiments were done in a winery. Sodium hypochlorite doses equivalent to 3 winery cleaning were add to the long-term activated-sludge treatment of the winery wastewater. No free or combined chlorine has been observed. The bacterial abundance and the efficiency of the wastewater treatment were not affected. These results were in accordance with those observed in the laboratory experiments.

The minimum inhibiting concentration of sodium hypochlorite was in the present study around 100 g Cl₂/m³ of activated sludge. The usual doses for the cleaning of a winery have no impact on the long-term activated-sludge treatment of winery wastewater. However, the winery workers must be aware of the risk of accidental spill of high quantities of chlorine products on the biological process.

Mots clés : désinfectant, effluent vinicole, eau de javel, effet bactéricide

Keywords : winery wastewater treatment, sodium hypochlorite impact

INTRODUCTION

Cette étude a été réalisée dans le but de répondre à une préoccupation des responsables de caves viticoles : est-il possible d'employer sans risque des produits désinfectants en amont d'une unité de traitement par boues activées ? Les conditions d'hygiène prennent une importance de premier ordre en œnologie. Parmi les désinfectants couramment utilisés, l'eau de Javel occupe une place prédominante du fait de son efficacité et d'un faible coût de revient. Aussi, il nous a paru intéressant de focaliser nos travaux de recherche sur l'hypochlorite de sodium en étudiant les conséquences de son utilisation sur les capacités épuratoires d'un procédé d'épuration biologique des effluents vinicoles.

I. MATERIEL ET METHODE

En premier lieu, nous avons choisi de réaliser des tests de chloration sur un pilote de laboratoire conçu pour fonctionner comme une unité de traitement des effluents vinicoles par voie aérobie. Ensuite, des essais en vraie grandeur ont pu être expérimentés au sein de la cave vinicole de Vendargues, équipée d'une station d'épuration biologique DepurActive Bio-System®. Cette station est décrite par Picot *et al* (1998).

I.1 Expérience de chloration sur pilote

I.1.1. Description et performance du pilote

L'aérateur du pilote, était composé d'un cylindre en verre d'un diamètre de 8 cm pour une hauteur de 30 cm avec une capacité utile de 1,5 l. L'aération était obtenue par insufflation d'air comprimé pour atteindre une concentration en oxygène dissous voisine de 8 mg/l. Le décanteur, représenté par une ampoule de décantation d'un volume de 2 litres, était relié à l'aérateur par un tuyau de plastique souple d'un diamètre de 0,5 cm. Les boues produites circulaient de l'aérateur au décanteur par simple système de vase communiquant.

Le dispositif a étéensemencé par les boues activées du premier aérateur en provenance de la station d'épuration de la cave coopérative de Vendargues. L'apport journalier de 40 ml d'effluents provenant de l'homogénéisateur de la cave ont assuré l'alimentation de l'aérateur. La technique de recirculation des boues a été résolue par de simples prélèvements quotidiens de 15 ml de boues du décanteur et réintroduits dans l'aérateur.

Une période de suivi de 3 mois du comportement du pilote a permis de définir ses capacités épuratoires avant que ne débutent les premières chloration. De conception très simple, le fonctionnement du pilote a donné des résultats assez honorables. En terme d'abattement, les performances épuratoires du pilote pour la DCO et les MES ont dépassé 98 %. La décantation s'est faite dans de bonnes conditions, ce qui explique les bons résultats en terme de rendement. Cependant, en marge de ces résultats épuratoires, une dérive du pH vers des valeurs élevées (pH 9) nous a éloigné des conditions d'épuration de la station de Vendargues. Rappelons qu'en matière de chloration, le pH est d'une grande importance.

I.1.2 Conditions de chloration

Pour chacune des expériences menées sur le pilote, le chlore a été introduit sous forme d'eau de javel, directement dans l'aérateur du pilote. La quantité de chlore ajoutée a été calculée en concentration massique exprimée en mg de chlore libre ajouté par litre de boues activées présentes dans l'aérateur.

1.1.2.1 Chloration réalisée sur pilote fonctionnant en aération prolongée

Une première expérimentation a consisté à administrer des doses croissantes d'extrait d'hypochlorite de sodium aux boues activées. Les doses d'eau de javel ajoutées correspondent à un apport de 20 à 1000 mg de chlore libre par litre de boues présentes dans l'aérateur. Un lavage hebdomadaire de cave avec 10 litres d'eau de javel à 48° chlorométriques correspond à un apport de 1,52 kg de chlore, soit pour un bassin de boues activées de 70 m³, à une concentration de 20 mg de chlore par litre de boues activées. Le pilote fonctionnait alors en aération prolongée (Charge massique : 0,03 kg DBO₅/kg MVS.j), il était alors alimenté avec 40 ml d'effluents journaliers représentant l'équivalent de 2 m³ d'effluents à traiter par la station de Vendargues en période hivernale. La première dose introduite correspondait à un lavage de cave. Ensuite, des quantités d'extrait de Javel plus importantes ont été testées afin de connaître les doses limites à ne pas dépasser.

1.1.2.2 Chloration en situation d'anoxie

En raison de la forte demande en oxygène des effluents de cave, les boues activées dans le premier aérateur de la station d'épuration peuvent se trouver en situation d'anoxie. L'impact de la chloration a été également testé sur des boues activées ne présentant pas d'oxygène dissous en excès.

1.1.2.3 Chlorations répétées avec la même dose

Une dernière expérimentation sur pilote a permis d'évaluer l'impact de chlorations successives à faibles doses. Le but était de reproduire expérimentalement des lavages chlorés successifs tels qu'ils sont parfois réalisés dans les caves.

I.2. Etude en grandeur réelle

Afin de confirmer les résultats obtenus sur pilote, une étude menée à grande échelle a été réalisée à la station de traitement de Vendargues.

Cette étude en vraie grandeur avait pour but de simuler un nettoyage de la cave avec des produits chlorés. Pour des raisons pratiques, il n'a pas été possible de réaliser un lavage réel de la cave et d'attendre que le chlore atteigne le premier aérateur via un passage dans l'homogénéisateur. Cette méthodologie aurait nécessité plus d'un mois de suivi de la station compte tenu des temps de résidence hydraulique très élevés en cette saison. La chloration a donc été effectuée directement dans le premier aérateur de la station.

Un premier essai nous a amené à verser, directement dans l'aérateur, 30 litres d'une solution d'hypochlorite de sodium titrant 18°. La même expérimentation a été reconduite 3 et 6 jours plus tard.

Durant 12 jours consécutifs (5 jours avant chloration, 7 jours après chloration) un suivi des paramètres physico-chimiques (pH, oxygène dissous, DCO, MES, azote Kjeldahl, ammonium, chlore libre et chloramines) et bactériologiques (dénombrement des germes totaux) a été mené sur le contenu de l'homogénéisateur et celui du premier aérateur. Les techniques utilisées ont été rigoureusement identiques à celles ayant eu cours lors des tests sur pilote

I.3. Méthode d'évaluation de l'impact du chlore

I.3.1. Dosage du chlore libre et résiduel

Le dosage du chlore a été réalisé par la méthode de Palin à la D.P.D (N.N Diéthyl-phénylène 1,4 Diamine) selon le protocole AFNOR NFT 90-038 . Il s'agit d'une technique de dosage colorimétrique qui permet de doser d'une part le chlore libre d'autre part les chloramines. Sur les boues activées le dosage a été effectué après centrifugation des boues.

I.3.2 Etude des germes totaux des boues

Nous avons réalisé une numération bactérienne avant et après chloration afin de mesurer l'effet bactéricide du chlore des boues. La technique adoptée est l'incorporation d'un inoculum en gélose PCA "Plant Count Agar".

II. RESULTATS ET COMMENTAIRES

II.1. Expérience en pilote

II.1.1 Chlorations réalisées sur pilote fonctionnant en aération prolongée

La formation de chloramines est apparue à partir d'une dose correspondant à un ajout de 100 milligrammes de chlore libre par litre de boues activées(Fig. 1).

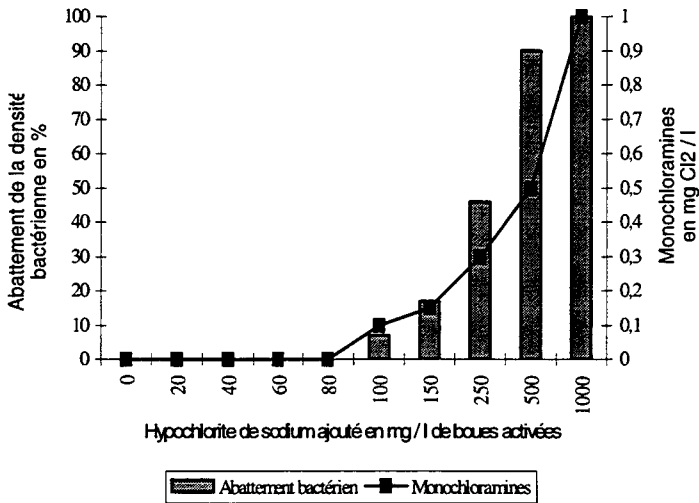


Figure 1 : Chloramine résiduelle et abattement de la densité bactérienne en fonction de la concentration en chlore ajoutée dans l'aérateur.

Les chloramines formées après 1 heure de contact se trouvent sous forme de monochloramines. Au-delà de 100 mg/l, la courbe d'apparition de ces composés prend une allure exponentielle. Cependant, au regard de la dose d'hypochlorite ajoutée, la quantité de chloramines formées est très faible et il n'a pas été décelé de chlore libre .

Les dénombrements bactériens réalisés avec des doses de chlores inférieures ou égales à 80 mg/l n'indiquent aucune différence significative de la densité bactérienne. A partir de 100 mg/l, conjointement à l'apparition de monochloramine, on commence à déceler l'action du chlore, mais l'abattement est à la limite de la significativité compte tenu de la technique de dénombrement utilisée. A 250 mg/l l'abattement de la densité bactérienne est voisin de 50 %, à 500 mg/l il est de 90 % soit une diminution d'une unité logarithmique, à 1g/l la mortalité est totale. La discussion des abattements bactériens est ici différente de celle que l'on pourrait faire pour l'abattement des germes pathogènes ; une disparition de 50 % de la biomasse bactérienne active doit avoir un effet non négligeable sur la dégradation de la matière organique L'effet bactéricide est imputable à la formation des monochloramines, moins oxydantes que la forme HOCl, mais ayant une durée d'action plus longue. Ces premiers résultats ont montré que la demande en chlore du milieu est excessivement importante. L'explication tient vraisemblablement en la teneur élevée de matière organique et au caractère réducteur des boues (JENSEN, 1985).

II.1.2 Chlorations réalisées sur pilote fonctionnant en anoxie

En condition d'anoxie, l'apparition des chloramines a également débuté à la concentration de 100 mg de chlore par litre de boues activées (Fig. 2). Comparativement à l'expérimentation menée en milieu aéré, la courbe de formation des chloramines est similaire quoiqu'un peu moins régulière. Les concentrations en monochloramine obtenues pour une même dose de chlore sont globalement inférieures à celles obtenues en milieu oxygéné et fortement brassé. L'influence du non brassage occasionné par l'absence d'injection d'air comprimé est très certainement importante. Elle pourrait expliquer les concentrations en monochloramines plus faibles que lors de l'expérimentation précédente.

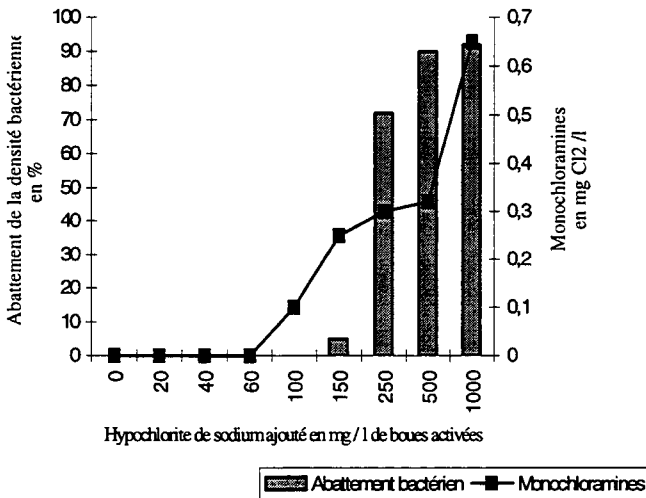


Figure 2 : Chloramine résiduelle et abattement de la densité bactérienne en fonction de la concentration en chlore ajoutée dans l'aérateur en condition d'anoxie

L'impact de la chloration a été décelé sur la population bactérienne à partir de 250 mg/l d'hypochlorite de sodium. Pour les doses inférieures, il ne semble pas y avoir d'effet bactéricide significatif.

Par rapport aux expériences précédentes, les boues n'ont pas séjourné longtemps dans l'aérateur du pilote et il n'y a pas eu augmentation du pH. La chloration a cependant semblé un peu moins efficace. Ceci traduit la résultante de facteurs complexes et parfois opposés. Ainsi, un pH proche de la neutralité favorise l'action bactéricide (VIAL, 1980). *A contrario*, l'absence d'une forte oxygénation du milieu évite l'effet de brassage et donc le contact du chlore avec les bactéries. Enfin, l'absence d'oxygène dissous augmente le caractère réducteur du milieu et donc diminue théoriquement l'impact d'un oxydant sur les bactéries.

II.1.3 Chlorations répétées avec une même dose

Pendant 10 jours, une dose d'hypochlorite de sodium, correspondant à 20 milligrammes de chlore par litre de boues activées, a été injectée chaque jour dans l'aérateur du pilote. Aucune trace de chlore libre ou de chloramines n'a pu être détectée par le dosage à la DPD. En fait sur 10 jours, 200 mg/l de chlore ont été ajoutés. L'apport journalier d'une nouvelle quantité d'effluent dans le pilote semble suffire à réduire l'effet de la chloration et à limiter la formation des chloramines à des teneurs non détectables par la méthode de dosage employée.

L'expérience menée sur les bactéries confirme les résultats précédents puisque qu'aucun impact sur la population bactérienne n'a été relevé.

Au regard des résultats obtenus après cette expérience de chlorations successives à faible dose, il semblait fort probable que des lavages successifs réalisés à la station de Vendargues devaient *a priori* n'avoir aucune conséquence sur le bon fonctionnement des boues activées et sur le rendement épuratoire. Il ne restait qu'à valider ces résultats.

II.2 Etude en grandeur réelle

Au moment même où débutaient les expériences de chloration, les cavistes ont effectué des lavages de cuves entraînant un volume d'effluent important et une DCO parfois supérieure à 20 000 mg/l. Le volume journalier traité par la station était alors de 8 m³/jour. Le premier aérateur fonctionnait à une charge massique de 0,11 kg DBO₅/kgMVS.j.

Aucune modification physico-chimique n'a été observée dans l'aérateur concerné. Il n'y a pas eu de variation significative de pH, ni de la teneur en MES ou de la DCO soluble. Si le chlore avait affecté de façon significative la flore bactérienne, la DCO soluble aurait dû augmenter assez fortement *a fortiori* du fait de la charge de l'effluent en provenance de l'homogénéisateur.

Tout au contraire, nous pouvons dire que la station a bien réagi à cette augmentation de la charge à traiter. La chloration n'a pas eu d'incidence apparente sur la flore bactérienne et donc, par voie de conséquence, sur le rendement épuratoire du premier aérateur. Le tableau 1 montre qu'en terme de rendement la DCO a peu évolué. Avant la chloration la moyenne était de 98,80 %, après chloration de 98,68 %.

Aucune trace de chlore libre ou combiné n'a été décelée dans l'aérateur. Aucun impact n'a pu être détecté sur la flore bactérienne.

Tableau 1 : Suivi des paramètres physico-chimiques du premier aérateur de la station de Vendargues avant et après les expériences de chloration
 Sur fond gris apparaissent les analyses effectuées après chloration de l'aérateur

<i>Aérateur</i>	<i>T °C</i>	<i>pH</i>	<i>O2 mg/l</i>	<i>DCO mg/l</i>	<i>MES g/l</i>	<i>MVS g/l</i>	<i>NH4+ mg/l</i>	<i>NK mg/l</i>	<i>Rendement DCO</i>
<i>07-Jun</i>	22,1	7,70	3,00	200	14,0	10,6	1,98	8,38	98,68%
<i>08-Jun</i>	22,5	7,68	0,50	135	14,4	11,2	2,35	11,87	99,30%
<i>09-Jun</i>	24,0	7,69	0,00	182	14,2	11,3	2,22	11,26	98,82%
<i>12-Jun</i>	21,3	7,60	7,40	256	12,6	10,1	2,03	10,33	98,43%
<i>13-Jun</i>	21,8	7,78	6,10	187	12,9	9,7	2,37	10,69	98,78%
<i>14-Jun</i>	21,5	7,62	3,90	246	12,7	9,8	1,75	14,05	98,37%
<i>15-Jun</i>	20,7	7,62	3,10	154	13,6	11,4	2,37	27,33	99,25%
<i>16-Jun</i>	21,5	7,22	3,70	225	13,2	10,1	2,21	24,75	98,65%
<i>17-Jun</i>	21,5	7,67	5,70	206	12,2	8,8	1,15	9,90	98,51%
<i>18-Jun</i>	22,8	7,70	0,50	176	12,8	9,3	5,05	23,36	98,65%
<i>19-Jun</i>	24,1	7,65	1,80	150	13,2	9,7	2,60	11,59	98,72%
<i>20-Jun</i>	24,6	7,67	1,80	163	14,2	10,7	1,12	10,20	98,67%

Compte tenu de la dilution dans le bassin de boues activées de 70 m³ un à deux lavages de la cave par semaine avec 10 l d'eau de javel à 48° chlorométriques sont sans conséquence sur le fonctionnement d'un procédé de traitement biologique des effluents vinicoles par boues activées. Cependant pour des doses 5 à 10 fois plus fortes ou lorsque la dilution dans le bassin de boues activées est moindre l'emploi de chlore peut avoir un impact. Ainsi, TORRIJOS et MOLETTA (1997) ont constaté, après un lavage général d'une cave avec 25 à 50 l d'eau de javel, une augmentation de la concentration de la DCO soluble à la sortie d'une station de traitement par système aérobie séquentiel.

CONCLUSION

L'hygiène dans une cave est une condition indispensable à l'obtention de vin de qualité. Des agents de nettoyage et de désinfection sont utilisés pour nettoyer les locaux et les sols, leur impact sur le traitement ultérieur des effluents par traitement biologique est peu connu. Des expériences sur pilote de boues activées en aération prolongée ont permis de déceler un effet sur la population bactérienne présente dans le réacteur à boues activées à partir d'une concentration de 100 g de chlore ajouté sous forme d'hypochlorite de sodium par m³ de boues activées. L'effet bactéricide observé est imputable à la formation de monochloramine. A partir de 1 kg/m³ la flore bactérienne est totalement décimée. Par contre aux doses habituellement utilisées pour le nettoyage des locaux (10 litres d'eau de javel à 48° chlorométriques, qui compte tenu de la dilution dans le réacteur à boues activées de 70

m³, représente une concentration en chlore de 20 g/m³ de boues activées) aucun effet n'a été observé. L'essai réalisé sur une station de traitement des effluents vinicoles par boues activées, où 3 lavages de sol à 3 jours d'intervalle ont été simulés, a confirmé les résultats obtenus en pilote. Les doses d'hypochlorite de sodium habituellement utilisées pour le nettoyage des locaux dans les caves vinicoles paraissent sans incidence sur le fonctionnement d'un procédé de traitement biologique des effluents par boues activées à faible charge. Il est cependant utile de sensibiliser le personnel de la cave au risque que représente le rejet accidentel de grandes quantités de produits chlorés. Ces travaux mériteraient d'être poursuivis, des techniques plus élaborées pourraient être mises en oeuvre pour apprécier la viabilité des boues activées (mesure ATP par exemple), des études à plus long terme pourraient renseigner sur l'impact de la chloration sur la décantabilité des boues et la consistance du floc bactérien. Il aurait été souhaitable de tester l'effet de la chloration en période de fortes charges pour connaître l'impact de lavages chlorés en période des vendanges ou des premiers soutirages...Enfin, d'autres produits de lavage pourraient faire l'objet de tests notamment des détergents, des séquestrants, des désinfectants les plus couramment utilisés en oenologie.

Bibliographie

- JENSEN.J.N., (1985). Characterization of the reaction between monochloramines and isolated aquatic fulvic acid. *Water Chlorination*, 5, p. 939-950
- PICOT B.,CABANIS J.C.,BOUET L.,FRANCIA M., (1998). Traitement des effluents vinicoles par boues activées multiétages. Bilan de fonctionnement dans deux caves du sud de la France après 2 ans de fonctionnement. In: Actes du Congrès International sur le Traitement des Effluents Vinicoles. Bordeaux 5-7 Mai
- TORRIJOS M., MOLETTA R., (1997). Winery wastewater depollution by sequencing batch reactor. *Water Science Technologie*, 35,1 p 249-257
- VIAL.J., (1980) Désinfection des eaux usées par le chlore. *La Technique de l'eau et de l'assainissement*, 399 p 11-20 et 42

Monitoring readily biodegradable COD load in winery wastewater and distillery slops by a titration biosensor

A. Rozzi (*), P. Buffière(§), J.P. Steyer (§) & A. Massone(*)

- (*) Dept. of Hydraulic, Environm. and Survey Engineering,
Politecnico di Milano, P. L. Da Vinci 32, 20133 Milano, Italy
- (§) INRA, Laboratoire de Biotechnologie de l'Environnement,
Avenue des Etangs, 11000 Narbonne, France.

Résumé - Un contrôle performant des digesteurs anaérobies, surtout ceux à forte charge, nécessite l'analyse en ligne de la concentration en DCO de l'influent, dont les variations de débit mais surtout de concentration sont souvent importantes. La dénitrification est une réaction alcalinisante qui peut être mesurée par la quantité d'acide qu'il faut ajouter à un réacteur batch pour en maintenir le pH constant. Un nouveau biocapteur à titration a été mis au point pour mesurer la concentration de DBO ou DCO rapidement biodégradable (DCOrb) à partir de la quantité de nitrate qui a été consommée pour réduire le carbone organique associé à la DCO. Dans une première phase, le biocapteur a été expérimenté dans la version laboratoire (hors ligne), en utilisant des vinasses de distillerie et des boues activées qui avaient préalablement été adaptées (en conditions de dénitrification) au susdit effluent.

La consommation d'acide a été tracée en fonction de la masse de DCO ajoutée, comme vinasses, au début de chaque test de dénitrification. La corrélation observée entre les deux paramètres est très bonne. Par la suite, la version en ligne du même instrument a été utilisée pour mesurer les variations apportées artificiellement à la DCOrb des vinasses alimentant un réacteur anaérobie à lit fluidisé. Dans ce deuxième cas, on a observé une corrélation moins satisfaisante. La raison principale est liée aux problèmes de reproductibilité de dosage relatifs à l'échantillon de vinasse qu'il fallait introduire dans le réacteur du biocapteur à chaque mesure. Ces problèmes seront toutefois facilement résolus par l'emploi d'une pompe plus précise.

Abstract - *Efficient process control of anaerobic digesters, especially the high rate ones, requires monitoring the highly variable COD of the influents. Denitrification is an alkalizing reaction and nitrate may be measured from acid which must be titrated to keep constant the pH in the batch reactor. A new titration biosensor has been developed to measure the readily biodegradable BOD or COD (rbCOD) from the consumed nitrate which is necessary to reduce the organic carbon. The titration biosensor was first tested off line on distillery slops after a short period of acclimation of the activated (denitrifying) sludge to the wastewater. Acid consumption during the denitrification tests was plotted vs the COD mass related to samples of distillery slops added to the biosensor reactor and a very satisfactory correlation was found. Later the on-line instrument was used to measure the rbCOD in the influent of a fluidized bed anaerobic reactor. The correlation was less satisfactory because of problems in the sampling device which may be solved by using a more accurate metering pump.*

Mots clés : biocapteurs à titration, digesteurs anaérobies, contrôle de procédé
Keywords : titration biosensors, anaerobic digesters, process control.

Introduction

Monitoring the influent organic load of anaerobic digesters fed with highly variable wastewater, such as winery effluents or distillery slops, is a difficult task which has not been yet solved. In fact, analytical and control instrumentation that is at the same time efficient, reliable and at affordable cost, is not yet commercially available and cannot be installed on small and medium size anaerobic treatment plants. Taking into account that the variations of the feed concentration can be very high, an effective control system of the feed strength is a necessary condition to feed a digester at constant volumetric organic load and therefore to maintain reliable steady state operation.

A new titration biosensor (DENICON), which has been developed to measure denitrification activity and nitrate concentration (Massone et al., 1996a) may be used to measure automatically the concentration of readily biodegradable COD (rbCOD) in a wastewater. This method has been successfully tested to monitor the organic load in distillery slops and in winery wastewaters.

Principle of operation of the biosensor

The DENICON biosensor is basically a laboratory scale batch reactor where a biological reaction (in this case denitrification) produces alkalinity while pH is kept constant by addition of a titrant (in this case HCl). The mass of the species consumed by the biomass is proportional to consumption of the acid used to keep a constant pH and may therefore be easily measured. This titration biosensor allows one to determine either a small quantity of nitrate added to the system when easily biodegradable organic carbon is kept in excess or a small quantity of organic carbon when the nitrate is kept in excess.

On line determinations of readily biodegradable organic carbon are normally carried out as free oxygen consumption tests, e.g.: (Spanjers H. & Klapwijk A., 1990), (Gorska-Surmacz J. et al., 1995). In this application, rbCOD is measured from denitrification tests as combined oxygen (nitrate) consumption. The following operating procedure is used: active denitrifying sludge and excess nitrate are mixed into the biosensor reaction vessel, which is stirred and kept at constant temperature (normally $T = 20-25^{\circ} \text{C}$) in anoxic conditions. As explained by Massone et al. (1996b), it is advisable to sparge into the mixed liquor a gas made of a nitrogen and carbon dioxide mixture (ratio in the range 100:1) to keep the physico-chemical conditions in the liquid constant and improve the sensitivity of the titration system. A sample of the waste to be assessed is then added to the vessel in order to increase the COD concentration by 50 - 100 mg/l. The fraction of nitrate that oxidizes the added rbCOD produces alkalinity (in a molar ratio $\text{OH}^-/\text{N-NO}_3^-$ of the order of 1:1). The titration unit of the instrument adds strong acid solution to the mixed liquor to neutralize the additional alkalinity. By plotting the *consumption rate* of acid, it is then possible to evaluate the degradation (by denitrification) rate of the rbCOD dissolved in the waste and therefore the potential of the same waste as easily available carbon source for denitrification. By measuring the *overall consumption* of acid, it is then possible to evaluate the equivalent nitrates needed to oxidize the biodegradable organic carbon and indirectly measure the rbCOD. This new parameter has been named Biological Nitrate Demand (BND) by Rozzi et al. (1997a). Figure 1 shows a denitrification test conducted to verify the BND of two different industrial wastes delivered to the WWTP. The same amount of COD (42 mg) related to waste A and B respectively was injected at times $t = 4$ and 23 min into the biosensor. In the case of waste A, an appreciable biodegradable fraction was measured while negligible denitrification was observed in case B (flat profile of titration curve and no

acid addition).

The same procedure has been used to measure the denitrification potential (by acid consumption) of a readily biodegradable substrate such as acetic acid and the biosensor has shown to be quite reliable (Rozzi et al., 1997b).

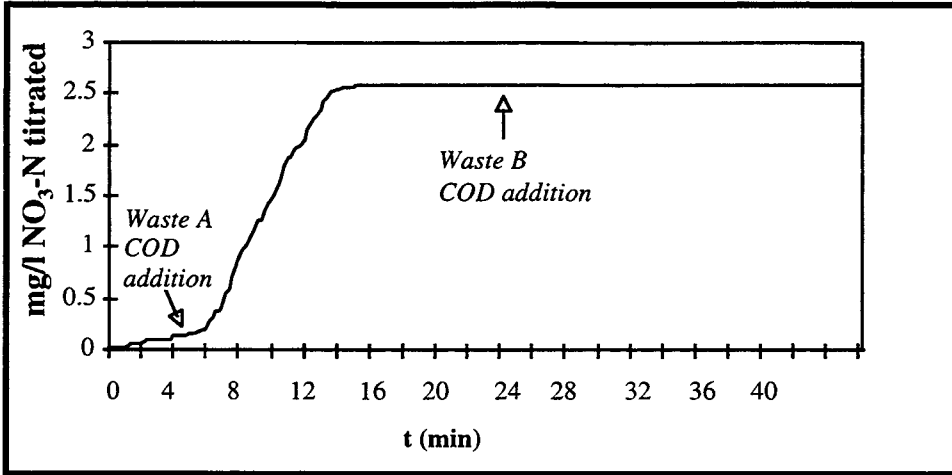


Figure 1 :- Denitrification tests with automated instrument on an industrial waste

The experimental program consisted in two different series of tests: the first test was performed at Politecnico di Milano (Italy) and at INRA Narbonne (France) using a laboratory biosensor to make off-line measurements. The second series was performed at INRA Narbonne where the biosensor was connected on-line to an anaerobic fluidized bed pilot for the treatment of the distillery slops (see Fig. 2). The biosensor, consisting of a reaction vessel, a pH titration device, is driven by a PC which controls the sequence related to each analysis. In the second series of tests, an automatic sampling device was connected to the prototype of the on-line biosensor. The data obtained by the biosensor were transferred to the control system of the anaerobic fluidize bed reactor. The supervising device is a PC collecting the data coming from the different sensors of the process (pH, temperature, biogas flow rate, etc...) and using a monitoring software named Control-BUFFER, developed at INRA Narbonne (Steyer *et al.*, 1997). This software allows among other abilities to control the feeding peristaltic pump at the desired flow rate. Thus, if a change in influent concentration is detected by the biosensor, the supervising software can react quite quickly and adapt the reactor input flow rate to the new operating conditions, in order to keep constant the volumetric organic load fed to digester.

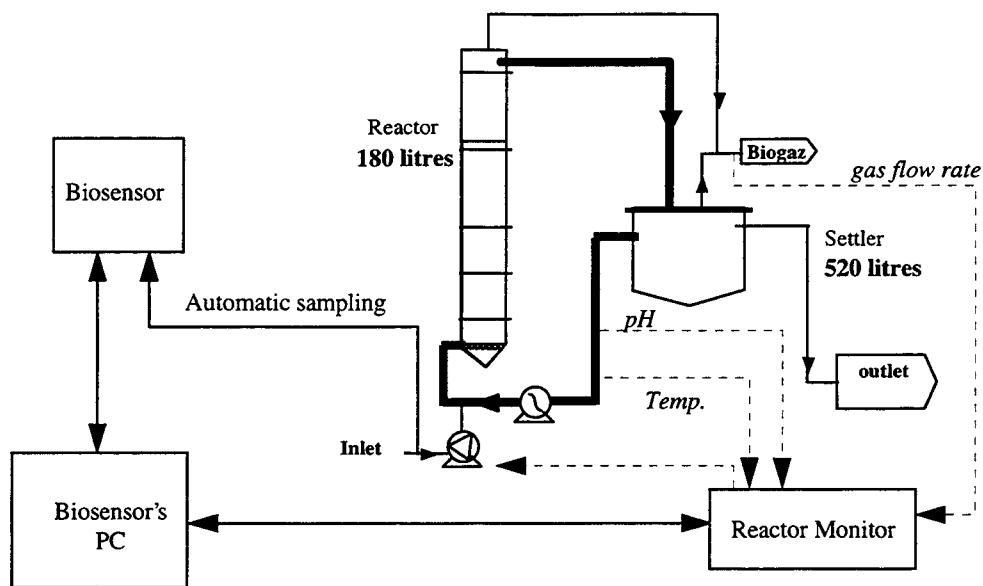


Figure 2 : On line operation of the titration biosensor coupled with an anaerobic fluidized bed reactor

Results and discussion

Off-line tests

The titration biosensor was tested on distillery slops after a short period of acclimation of the activated (denitrifying) sludge to the wastewater. Two kinds of winery wastewaters were tested on the titration biosensor. The first kind, referred as effluent n°1, came from the wine distillery of Narbonne (France) and the second one (effluent n°2) from the wine distillery of Port-la-Nouvelle (France). The main difference between both samples was their composition. Actually, the first sample was taken in May 1997 and could be considered as completely acidified after a rather long period of storage, which is not the case for effluent n°2, taken in October 97, just after distillation.

Tests on effluent n°1

In Fig. 3, the acid consumption measured during the denitrification tests is plotted vs. the COD mass related to samples of first distillery slops added to the biosensor vessel. This correlation was used as calibration line for the measurements of rbCOD related to the effluent under investigation.

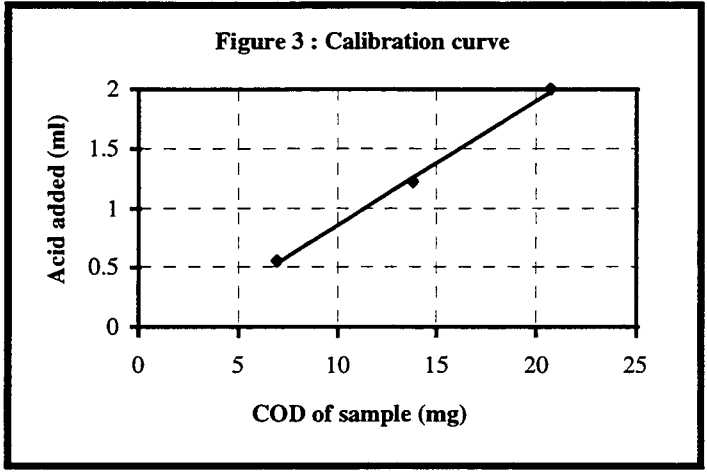


Figure 3 : Calibration curve for the the biosensor on effluent n°1

In Fig. 4, the values of COD mass determined from the calibration line are plotted vs. the mass of COD related to samples of distillery slops added during subsequent denitrification tests. From Fig. 4, it may be observed that the two sets of data compare quite favourably.

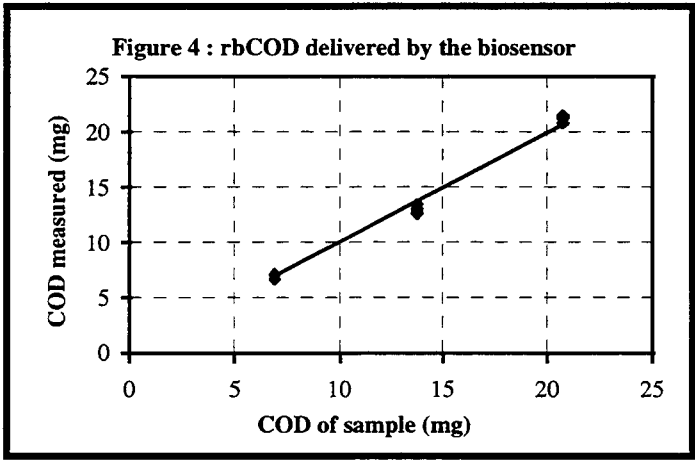


Figure 4 : Validation results for the biosensor on effluent n°1

Tests on effluent n°2

The same kind of results were obtained with the second distillery wastewaters. Further investigations were performed at different levels of dilution and the calibration curve, plotted in Fig. 5, may be considered as a straight line within the tested COD concentration range. One may notice that the amount of acid added can be related either to the soluble, either to the total COD. This finding is probably due to the constancy of the ratio between total and soluble COD of the waste.

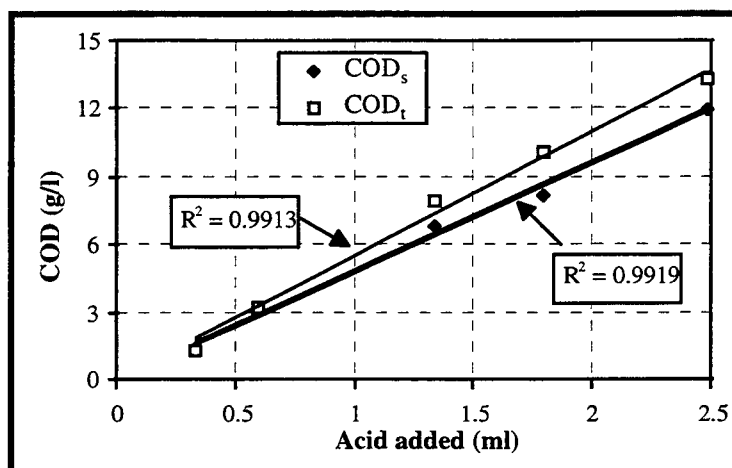


Figure 5 : Calibration curve (giving total and soluble COD) versus titrated Hcl

Figure 6 illustrates the performance of the biosensor, (calibrated with the previous curve) on several samples, different from those used for the calibration. The results are given in terms of soluble COD. Once again, a good agreement between the COD obtained from rbCOD and the actual COD may be observed in the parity diagram. However, it must be noted that the composition of the samples used for calibration and validation were very similar (as volatile fatty acids, ethanol and glycerol). Thus, if the characteristics of the effluent to be tested changes, another calibration curve should be carried out so as to keep the biosensor performances as good as possible.

On-line measurements

The on-line biosensor was fed on constant concentration distillery slops and provided a rbCOD value every 30 minutes approximately. The critical technical problem found during the series of tests related to automatic operation of the biosensor was the dosage of the sample, i.e. the transfer of a constant effluent volume into the biosensor vessel. The problem is associated to the high concentrations of the distillery slops (the volume of each sample had to be rather small between 0.5 and 2 ml) and also to the formation of gas in the feed line. The peristaltic pump used was not sufficiently accurate for this task and new solutions are being sought.

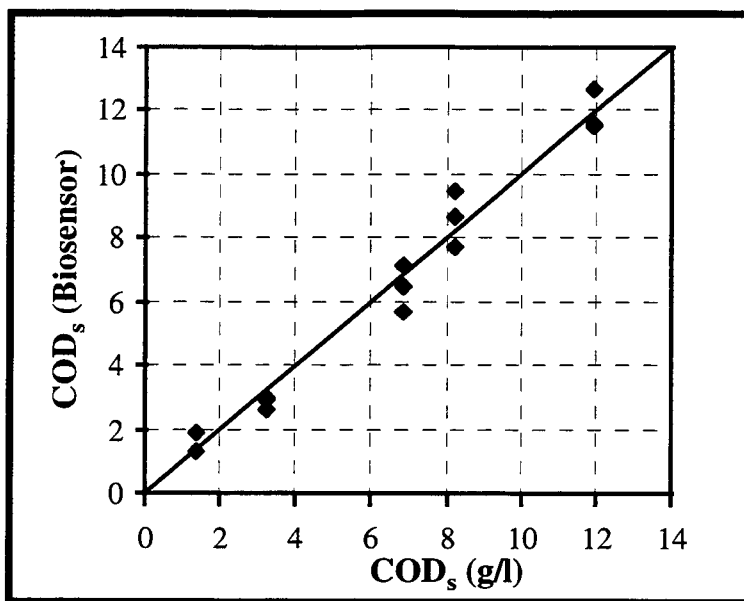


Figure 6 : Parity diagram as soluble COD vs COD measured by the biosensor

In Fig. 7, rbCOD measurements by the biosensor are plotted which illustrate the repeatability problems of on-line tests. This demonstrates the need for an improvement in the technical part of the biosensor when connected on-line.

Other problems which should be solved in order to make the on-line instrument fully reliable are related to the retention of denitrifying biomass in the reaction vessel, because of flotation problems due to nitrogen gas formation (rising sludge).

Conclusions

The off-line operation of the biosensor, when the sample is added manually, is very satisfactory. On-line operation for process control evidenced problems related to influent metering. In particular, the precise dosing of a small amount of liquid has still to be optimized, but the potential of the instrument for process control for anaerobic (and possibly aerobic) processes has been definitely proven.

Acknowledgements

This research has been partly funded by the French-Italian "Galileo" cooperation program, by the EU Contract ENV4-CT95-0064 "Integrated recycling and emission abatement" and by the Italian Ministry of University and Scientific Research (MURST Contract 40% "Trattamento, utilizzazione e monitoraggio di reflui e residui di attività agro-alimentari")

The on-line instrument used in Narbonne has been kindly provided by CIDA, Fino Mornasco, Como

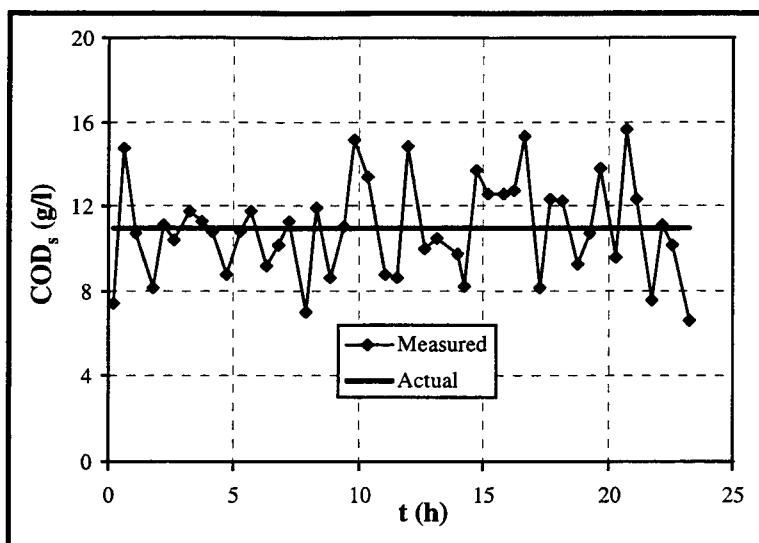


Figure 7 : COD from on line rbCOD measurements on a 24 h period

REFERENCES

- Massone A.G., Gernaey, K., Boagert, H., Vanderhasselt, A., Rozzi, A. & Verstraete, W. (1996a). Biosensors for nitrogen control - *Wat. Sci. & Tech.*, **34**, (1-2) 213-220
- Massone, A., Antonelli, M. & Rozzi, A. (1996b). The DENICON: a novel biosensor to control denitrification in biological wastewater treatment plants. *Med. Fac. Landbouww.*, Univ. Gent, 1709-1714
- Rozzi A., Massone A., Alessandrini A. (1997a). Measurement of rbCOD as biological nitrate demand using a biosensor: preliminary results. Inter. Symp. "Environmental technology", Oostende, Belgium, April 21-23
- A. Rozzi, A. Massone & M. Antonelli (1997b). A VFA measuring biosensor based on nitrate reduction *Wat. Sci. & Tech* (in press).
- J-P. Steyer, D. Gleize, C. Bronner & R. Moletta (1997). Control-Buffer, Une solution à l'automatisation des procédés de dépollution. *L'eau, l'industrie, les nuisances*, **206** (nov.), 46-49.
- Spanjers H. & Klapwijk A. (1990). On-line meter for respiration rate and short-term biochemical oxygen demand in the control of the activated sludge process. In: *Advances in Water Pollution Control*. Ed. Briggs R., Pergamon Press, London, 67-77.
- Gorska-Surmacz J., Gernaey K., Demuyne C., Vanrolleghem P. & Verstraete W. (1995). Nitrification process control in activated sludge using oxygen uptake rate measurements. *Environm. Tech.*, **16**, 569-577.

Recherches de paramètres de suivi du traitement biologique des effluents vinicoles par stockage aéré

Study of follow-up parameters of biological treatment of winery wastewater by aerated storage

**M. N. Viaud*, D. Briard*, A. Wisser *
J. Rochard**, E. Montcourant ****

* Comité Interprofessionnel du Vin de Champagne, Mission Environnement
5, rue Henri Martin B.P. 135, F-51204 Epemay Cedex
tél. : 33 (0)3 26 51 19 30, fax : 33 (0)3 26 51 19 57

** Centre Technique Interprofessionnel de la Vigne et du Vin
2, esplanade Roland Garros, B.P. 235, F-51686 Reims Cedex 2
tél. : 33 (0)3 26 77 36 36, fax : 33 (0)3 26 77 36 30

Résumé - Le développement du stockage aéré comme système de traitement des effluents vinicoles a incité le CIVC à rechercher et valider un paramètre de suivi, autre que la DCO, simple de mise en œuvre et connu des caves. L'objectif de cette étude était de déterminer si un ou des paramètres classiquement utilisés dans le suivi œnologique sont transposables au suivi de l'épuration des effluents vinicoles par stockage aéré. De tous les paramètres étudiés, un seul permet de suivre l'évolution de la DCO, il s'agit de l'acidité volatile. Indépendamment du lieu de traitement, le coefficient de corrélation entre la DCO et l'acidité volatile corrigée est de 0,82. Cette valeur intéressante retranscrit de façon générale les observations réalisées sur les différents sites à savoir que la mesure de l'acidité volatile durant le traitement permet de suivre l'évolution de la DCO dans le stockage aéré.

Abstract - *The development of aerated storage as a treatment system of winery wastewater incited the Comité Interprofessionnel du Vin de Champagne to search for and validate a parameter of follow-up of COD degradation that is simple to set-up and known by cellars.*

The first aim of the study has been to establish if one or more parameters classically used in the œnological follow-up (reducing sugar, malic and lactic acid, acetic acid, etc...) are transposable to the follow-up of the treatment of winery wastewater through aerated storage. Among all the parameters studied, only one allows the COD evolution : it is the volatile acidity. The volatile acidity of wastewater at the beginning of treatments is very variable from one site to another. Nevertheless, the more the COD of wastewater is high, the more the volatile acidity of the same wastewater will be important. No matter the place of the treatment, the correlation coefficient between the COD and the corrected volatile acidity is 0.82. This interesting value retranscribes, generally speaking, the observations realized in the different places i.e. the measure of volatile acidity during the treatment allows to follow the COD evaluation (fall or increase) in the aerated storage.

Mots clés : effluents vinicoles, stockage aéré, acidité volatile

Keywords : winery wastewater, aerated storage, volatile acidity

I - Introduction

Le suivi et l'efficacité des traitements biologiques aérobies des effluents vinicoles sont classiquement évalués à partir de paramètres issus du domaine du traitement de l'eau (DCO, DBO5, MES, ...). Ces analyses, peu connues du monde viti-vinicole, requièrent un équipement et une technicité difficiles à mettre en œuvre au niveau des chais vinicoles, particulièrement dans les petites structures (investissement conséquent, manque de personnel qualifié). Le développement du stockage aéré comme système de traitement des effluents de cave en Champagne, notamment dans les centres de pressurage, a incité le CIVC à rechercher et valider un paramètre de suivi de la dégradation de la DCO, simple d'utilisation et connu des caves.

La première partie de l'étude a consisté à déterminer si un ou des paramètres classiquement utilisés dans le suivi œnologique étaient transposables au suivi du traitement des effluents vinicoles par stockage aéré. Dans un deuxième temps, l'étude a été consacrée à la validation sur sites de l'efficacité d'un suivi par ces paramètres de suivi œnologique.

II - Méthodologie

II.1. - Suivis analytiques œnologiques

Les paramètres œnologiques étudiés sont les suivants :

- les sucres réducteurs par la méthode Fehling ;
- l'acide malique et l'acide lactique par méthode enzymatique ;
- l'acide acétique par méthode enzymatique ;
- l'acidité totale (titrage en présence de BBT) ;
- l'acidité volatile.

Les analyses œnologiques ont été réalisées sur effluents, selon les méthodes analytiques décrites dans le recueil international des méthodes d'analyses des moûts et des vins de l'Office International de la Vigne et du Vin (1990). Parallèlement, l'évolution et l'efficacité de l'épuration ont été évaluées à partir de la DCO.

Les effluents ont été prélevés dans des stockages aérés de centres de pressurage champenois. Il s'agit d'effluents provenant en majorité de l'activité de pressurage (eaux de rinçage et de nettoyage et de désinfection des récipients vinaires).

II.2. - Validation sur sites du paramètre Acidité Volatile

Aux vues des résultats prometteurs obtenus lors de la première année d'investigation, l'étude a été poursuivie lors des vendanges et des vinifications suivantes, afin de rechercher l'existence d'une corrélation effective entre la dégradation de la matière organique et la diminution de l'acidité volatile d'un effluent vinicole.

L'acidité volatile a été déterminée à partir du dosage à la soude des distillats des effluents vinicoles, obtenus par entraînement à la vapeur. Le dioxyde de carbone a été éliminé par agitation de l'échantillon sous vide. Les distillats ont été également dosés par de l'iode afin de ne pas prendre en compte l'acidité apportée par les anhydrides sulfureux et libre, bien

qu'en quantité peu importante. L'analyse a été répétée trois fois, le résultat correspond à la moyenne de ces trois mesures et est exprimé en gramme d'acide acétique par litre.

La demande chimique en oxygène a été appréciée à l'aide d'une micro-méthode utilisant des kits prêts à l'emploi.

Les échantillons ont été prélevés dans quatre sites traitant leurs effluents vinicoles par stockage aéré. Ces dispositifs de conception différente (taille, nature de la cuve, type d'aérateurs) traitent soit uniquement des effluents de pressurage, soit des effluents provenant du pressurage, des activités de vinification et de champagnisation. Dans ce dernier cas, le temps de traitement est supérieur à plusieurs mois.

III - Résultats et discussion

III.1. - Suivis analytiques œnologiques (BRIARD, 1996)

Sucres réducteurs

Les sucres réducteurs sont essentiellement des hexoses et pentoses qui subsistent en fin de fermentation alcoolique. La méthode de Fehling permet de connaître rapidement la fin de la fermentation alcoolique et nous avons voulu déterminer si cette mesure pouvait détecter la fin de la dégradation de la matière organique.

Les dosages sur effluents bruts et sur effluents concentrés d'un facteur 5 n'ont pas permis de détecter la présence de sucres réducteurs dans ces conditions.

Acide malique et acide lactique

Ces deux acides en quantité relativement faible sur effluent avant traitement disparaissent dans les premiers jours de traitement bien avant la fin de la dégradation de la matière organique, la différence de densité optique devenant trop faible pour être significative.

Acide acétique

Au cours du traitement, l'acide acétique diminue régulièrement pour tendre vers une valeur nulle en milieu de traitement. Par rapport aux paramètres précédemment étudiés, l'acide acétique permet un suivi de traitement sur une plus longue période. Ces résultats montrent que l'évolution de la DCO ne peut être appréhendée par l'analyse d'un seul constituant. Nous avons recherché des analyses caractéristiques d'un ensemble de constituants telles que l'acidité totale et l'acidité volatile.

Acidité totale

L'acidité totale, qui correspond à l'ensemble des acidités titrables lorsque le vin est ramené à pH 7, a été mesurée sur 4 cycles de traitement. Dans tous les cas, l'acidité totale diminue régulièrement jusqu'au pH 7. L'intérêt de l'utilisation de ce paramètre est peu important, car il ne permet de suivre qu'une partie du traitement. De plus, en présence d'effluents basiques (détartrage), l'utilisation de ce paramètre n'est pas envisageable.

Acidité volatile corrigée (AVC)

Les analyses ont été réalisées sur des effluents traités dès leur production (Fig. 1) et sur des effluents qui ont été stockés pendant plusieurs semaines avant leur traitement (Fig. 2).

Dans le cas d'un traitement immédiat des effluents vinicoles, la DCO chute régulièrement

pour atteindre le niveau de rejet en milieu naturel au bout d'une trentaine de jours. Les analyses de l'acidité volatile démontrent une tendance semblable à celle de la DCO, à savoir une diminution jusqu'à une valeur nulle en fin de traitement.

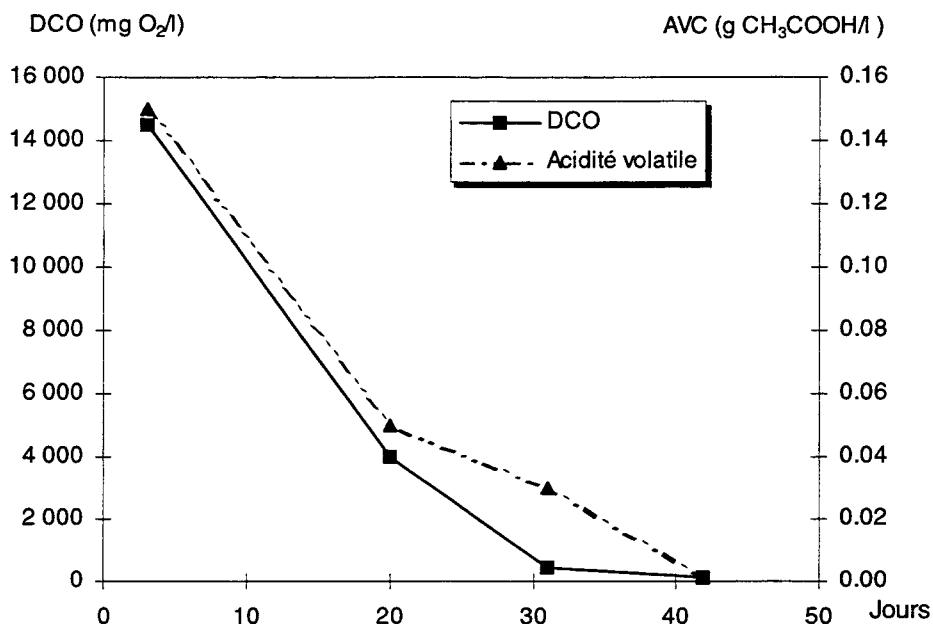


Figure 1 : Evolutions de l'acidité volatile et de la DCO lors du traitement par stockage aéré d'effluents de pressurage non stockés au préalable

Suite à ces résultats, des traitements par stockage aéré ont été réalisés avec des effluents de pressurage qui avaient été stockés et les échantillonnages ont été plus rapprochés. Ces traitements ont eu lieu dans un réacteur chauffé etensemencé avec les boues provenant du traitement précédent. Ces conditions particulières expliquent la rapidité de diminution de la DCO (Fig. 2). En effet, celle-ci est inférieure à 500 mg O₂/l après 12 jours de traitement. A l'image du traitement des effluent de vendanges, l'évolution de l'acidité volatile est proche de celle de la DCO et devient nulle en fin de traitement.

Dans les deux cas présentés, les DCO des effluents avant traitement sont du même ordre de grandeur. Par contre, l'acidité volatile est dix fois plus importante dans le cas du traitement d'effluents stockés. Une étude complémentaire (BRIARD, 1996) a démontré que pendant le stockage des effluents un début de méthanisation (phase d'acidogénèse) avait eu lieu et produit des acides gras volatils de type propionique et butyrique, responsables de la différence de valeur de l'acidité volatile entre les deux cas considérés.

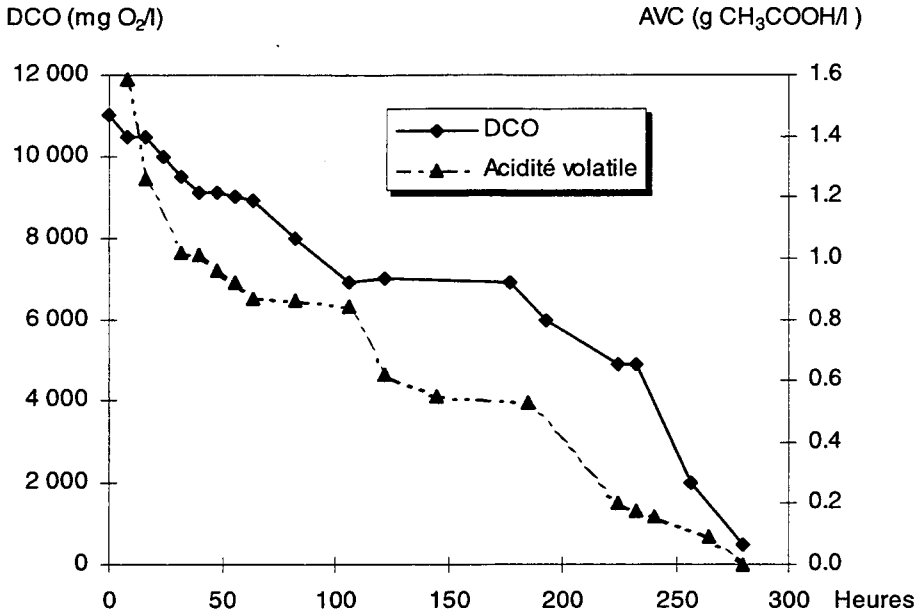


Figure 2 : Evolutions de l'acidité volatile et de la DCO lors du traitement par stockage aéré d'effluents de pressurage stockés au préalable

L'analyse de l'acidité volatile semble intéressante, car elle permet de suivre assez finement le traitement des effluents vinicoles (Fig. 1 et 2). En effet, la chute de la DCO correspond à une chute de l'acidité volatile. Ces premiers suivis ont permis de déterminer que l'acidité volatile devenait nulle en fin de traitement (DCO inférieure à 500 mg O₂/l).

III.2. - Suivis analytiques œnologiques (WISSER, 1997)

La deuxième année d'investigations a été consacrée à la validation de ce paramètre dans des stockages aérés de conception et de fonctionnement différents. En période de vendanges, la DCO et l'acidité volatile fluctuent au gré des apports successifs d'effluents.

Coopérative de Vincelles

Après les vendanges, la DCO et l'acidité volatile diminuent de façon importante et similaire jusqu'à la fin du traitement (Fig. 3). Suite à l'arrêt de l'aération, une augmentation de l'AVC a été observée. Il semblerait qu'une méthanisation des boues soit intervenue, ce qui expliquerait la remontée de l'AVC et le maintien de la DCO.

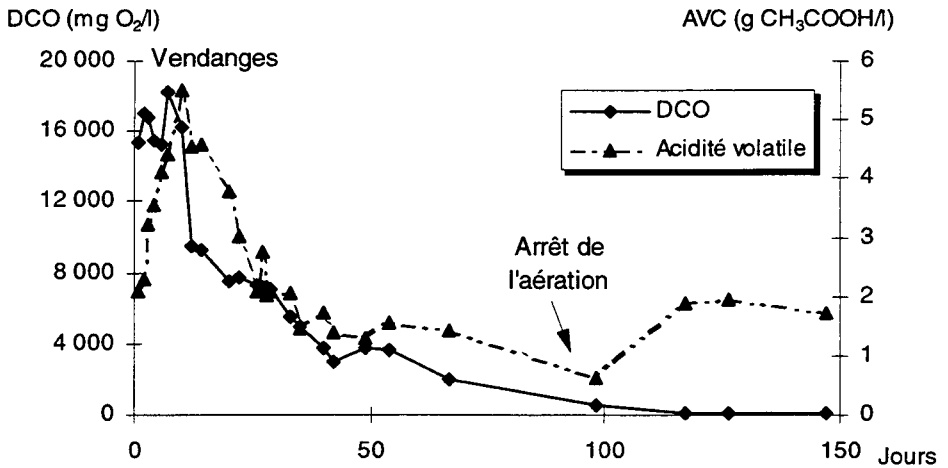


Figure 3 : Evolutions de la DCO et de l'acidité volatile sur le site de Vincelles

Coopérative de Romeny

Les concentrations en DCO sont relativement faibles par rapport aux autres sites étudiés. Après l'arrêt d'apport d'effluents, le traitement, déjà initié, se poursuit dans de bonnes conditions, la DCO baisse très rapidement. Par contre, l'AVC augmente progressivement pour atteindre un pic quelques jours après celui de la DCO, puis suit l'évolution de la DCO (Fig. 4). L'aération est stoppée lorsque la DCO est inférieure aux valeurs limites de rejets. L'AVC est alors inférieure à 0,5 g de CH₃COOH/l. Lors du prélèvement suivant, la DCO et l'AVC avaient remonté de façon significative. Après enquête auprès de la cave, l'utilisation d'eau pour les travaux et le soutirage de quelques rebêches seraient responsables de ces variations. Par la suite, des phénomènes de méthanisation ont permis la diminution de la DCO et de l'AVC.

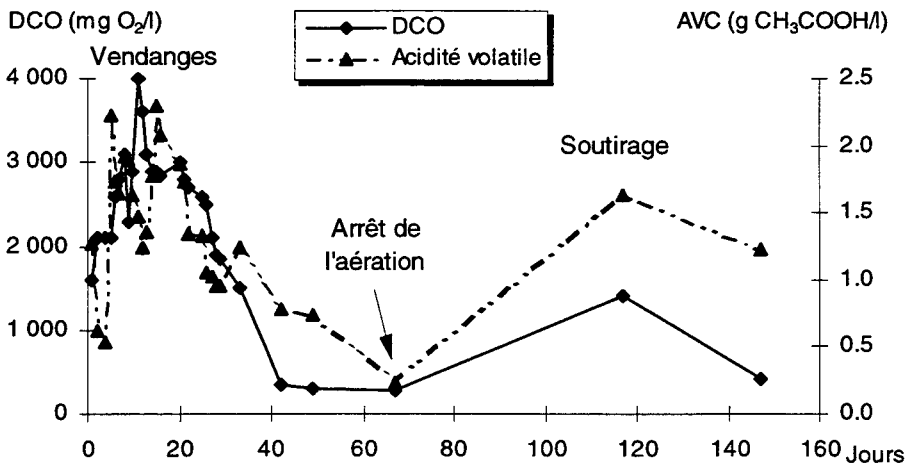


Figure 4 : Evolutions de la DCO et de l'acidité volatile sur le site de Romeny
Coopérative de Serzy

Au démarrage du traitement, la DCO chute rapidement, puis remonte consécutivement à l'apport des effluents de soutirage. Pendant ces phases, l'AVC suit la même évolution que la DCO mais avec un léger décalage dans le temps. Par la suite, DCO et AVC évoluent de façon similaire lors de la poursuite du traitement (Fig. 5).

Pendant les périodes de vinifications, le rejet d'effluents nouveaux ne provoquera pas de remontée visible de la DCO. Plusieurs hypothèses peuvent expliquer ce phénomène : soit la prise d'échantillons a eu lieu en dehors de ces périodes, soit le volume d'effluents rejetés est très faible par rapport au volume d'effluents stockés et n'a pas d'influence sur la DCO totale. Il est intéressant de noter que l'aération a été stoppée entre le 17 décembre et le 10 janvier pour cause de gel du bassin, mais cet arrêt n'a pas interféré sur l'évolution des deux courbes.

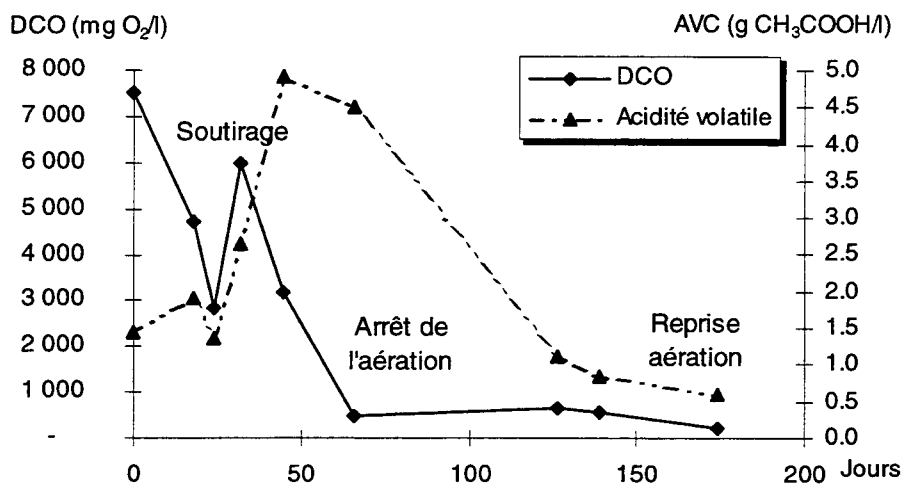


Figure 5 : Evolutions de la DCO et de l'acidité volatile sur le site de Serzy

Coopérative de Passy sur Marne

En début de traitement, la DCO des effluents de cette cave correspond à la moyenne champenoise (10 000 mg O₂/l). Dès le démarrage du traitement, la DCO et l'AVC chutent de manière régulière (Fig. 6). La cave stoppe l'aération pendant les périodes où son activité est restreinte. Ainsi, des opérations telles que le soutirage et le tirage font remonter la DCO des effluents présents dans le stockage aéré. L'acidité volatile suit la même évolution, l'absence d'aération et l'apport d'effluents nouveaux sont responsables de cette évolution. Par la suite, la reprise de l'aération permet une dégradation de la matière organique et une chute de l'acidité volatile qui devient indécélable en fin de traitement.

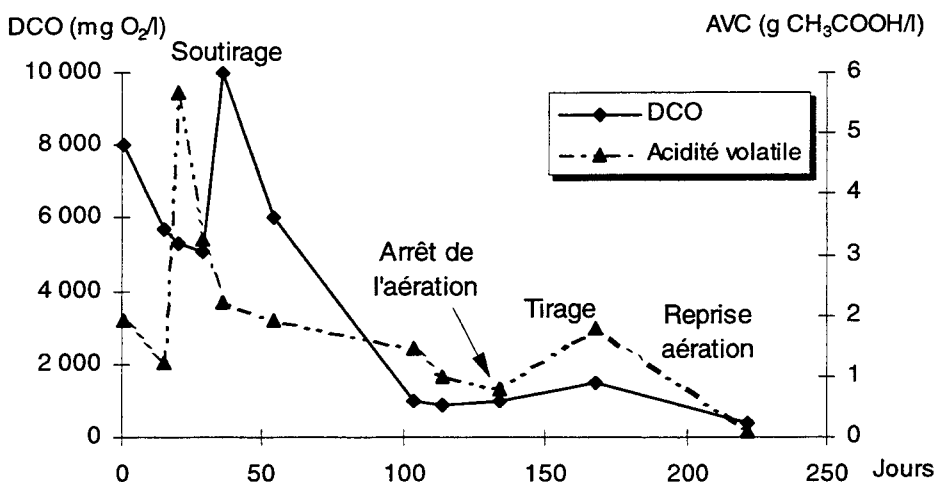


Figure 6 : Evolutions de la DCO et de l'acidité volatile sur le site de Passy sur Marne

Corrélation DCO - Acidité volatile

Compte tenu de la variabilité de l'AVC d'un site à l'autre, nous avons voulu déterminer s'il existait une corrélation entre la DCO et l'AVC indépendamment du lieu de traitement. Dans le cas considéré (ensemble des données), le coefficient de corrélation est de 0,82, ce qui représente une valeur intéressante. En effet, cette valeur retranscrit de façon générale ce que nous avons observé sur les différents sites à savoir que la mesure de l'AVC durant le traitement permet de suivre la dégradation de la DCO.

IV - Conclusions

En conclusion, l'acidité volatile semble être employée un bon paramètre de suivi global de la dégradation de la matière organique, la fin de traitement étant confirmée par une mesure de DCO. Ce suivi pourrait être comparé au suivi des sucres pendant la fermentation du moût, la quantité de sucres étant vérifiée quotidiennement grâce à la mesure de la densité et la dégradation totale des sucres est confirmée par la méthode de Fehling. Ainsi, par l'utilisation de cette méthode, le responsable de cave doit pouvoir obtenir une bonne approche de la cinétique d'épuration sans investissement spécifique et avec une formation œnologique classique.

Références

BRIARD D., (1996) Recherches de paramètres pour le suivi du traitement par stockage aéré des effluents vinicoles. Mémoire DNO Reims, 44 p.

WISSER A., (1997) L'acidité volatile, un paramètre d'avenir dans le suivi du traitement des effluents vinicoles par stockage aéré, 60 p.

Conditions de colonisation sur un support plastique lors du traitement aérobie des effluents vinicoles

Colonisation conditions in plastic support for aerobic winery wastewater treatment

E. Bartra¹, R. Fernandez¹, M. N. Viaud²

¹ Institut Català de la Vinya i el Vi (INCAVI) Vilafranca del Penedès
Amàlia Soler, 29 - 08720 Vilafranca del Penedès – Espagne
Tél. : 34 38 90 00 78, fax : 34 38 90 03 54
e-mail : incavi.vilaf@troc.es

² Comité Interprofessionnel du Vin de Champagne Mission Environnement
2, esplanade Roland Garros B.P. 237 51686 Reims cedex 2 – France
Tél. : 33 (0)3 26 77 36 36, fax : 33 (0)3 26 7736 23

Résumé - L'objectif de ces essais était d'observer et d'optimiser le développement de la biomasse sur les supports plastiques au cours du temps. Le développement de biomasse sur ces supports plastiques est envisageable pour des aérations entraînant une agitation modérée de l'effluent. Différentes charges ont été appliquées sur les deux réacteurs (2 et 8 litres). Le meilleur rendement d'épuration est obtenu pour une charge de 2 kg/m³ après stabilisation du réacteur aéré avec un débit d'air de 4 litres par minute. Au-delà d'une charge de 6 kg/m³ le rejet en station d'épuration n'est plus possible. Ces essais démontrent qu'une filière de prétraitement en continu peut être envisagée : un stockage tampon de quelques jours en amont du réacteur, un réacteur aéré de façon suffisante pour assurer une bonne dégradation de la matière organique et permettre la fixation de la biomasse tout en évitant les phénomènes de lavage des supports.

Abstract - *The aims of these trials were to observe and to optimise the conditions for development of biofilm in plastic support during cellar wastewater treatment. The development of biofilm is conceivable in the case of moderated agitations of the winery wastewater. A detailed study about the colonisation of the plastic support have been realised. Several organic loads have been applied on the two reactors (2 and 8 litres). These investigations have demonstrated that the best purification yields are obtained with an applied organic load of 2 kg/m³ with an air-rate of 4 litres per minutes. With an applied organic load over 6 kg/m³ the purification yields weren't sufficient to ensure a discharge in the community sewage plant. These trials have shown it was possible to pre-treat the winery wastewater in continue in certain conditions. A few-days storage is necessary before the introduction of the winery wastewater in the reactor. The reactor will be aerated to ensure the purification but also to allow the fixation of biofilm on the plastic supports.*

Mots clés : biofilm, aération, effluent vinicole, support bactérien

Keywords : *biofilm, aeration, winery wastewater, bacterial support*

1. - Introduction

Le fonctionnement des systèmes d'épuration d'effluents vinicoles peut être divisé en plusieurs phases : Démarrage (quelques jours), Période de forte charge (quelques semaines), Période de basse charge (quelques mois). Ces phases ont une périodicité annuelle. Pendant le démarrage, l'objectif est la croissance afin d'augmenter la biomasse pour avoir le plus grand nombre possible de bactéries hétérotrophes. Dans la seconde phase, l'objectif est la respiration : fournir l'oxygène nécessaire aux bactéries et abattre le maximum de DCO soluble. La troisième phase correspond au ralentissement et à la latence : diminution de la consommation d'oxygène et de la biomasse et réduction des demandes énergétiques.

Ces changements radicaux de charge doivent être pris en compte dans la gestion des systèmes aérobies, très répandus, d'épuration des effluents vinicoles. Dans ces réacteurs, la biomasse épuratrice peut être en suspension (groupée ou non en flocs), fixée sur un support solide ou bien en suspension et fixée en même temps. Le support utilisé pour fixer la biopellicule peut être de différentes natures : plastique, lignocellulosique, ...

L'objectif des essais relatés était l'optimisation des conditions de fonctionnement d'un réacteur aérobique contenant des supports plastiques de fixation et de conservation d'une biomasse bactérienne.

2. - Méthodologie

2.1. - Essais en réacteur de 2 litres

Cet essai a été réalisé en trois étapes (a, b et c) dans un réacteur de 2 litres alimenté en continu, à l'aide d'une pompe apportant 0,42 ml d'effluent/min (étapes a et b) et 0,6 ml d'effluent/min (étape c). L'effluent prélevé pendant la période d'embouteillage avait une DCO de 6783 mg O₂/l (étape a), de 11743 mg O₂/l (étape b), de 11552 mg O₂/l (étape c₁) et de 6418 mg O₂/l (étape c₂), soient des charges respectives de 6, 10, 15 et 8 kg/m³/j.

Le réacteur a été préparé comme suit : introduction de 1,22 litres de supports plastiques (70 % en volume) et ajout d'effluent (1,65 l) de manière à avoir un volume final de 2 litres. Pendant tout l'essai, la pompe fournit suffisamment d'air pour que la concentration en oxygène dissous à l'intérieur du réacteur soit de 2-3 mg O₂/l. L'oxygénation par diffuseur d'air provoque l'agitation d'une partie des supports plastiques, l'autre partie restant à la surface du réacteur. Tout au long de l'expérimentation la température est de 20° C environ. Pour pouvoir disposer d'une biomasse initiale, on a mis les supports plastiques pendant trois jours dans le réacteur aéré.

Pour les étapes suivantes, on a profité de la colonisation des supports plastiques produite lors de l'étape antérieure.

2.2. - Essais en réacteur de 8 litres

Un autre essai a été réalisé dans un réacteur de 8 litres alimenté en continu avec un effluent de vendanges présentant une DCO de 8000 mg O₂/l. Le réacteur a été préparé comme suit : introduction de 4 litres de supports plastiques (50 % en volume) et ajout d'effluent de manière à avoir un volume final de 8 litres (soit 6 litres d'effluent ajoutés). Tout au long de l'expérimentation, l'effluent a été aéré (débit : 4l d'air/mn) et maintenu à 21° C environ.

Chaque semaine, l'effluent a été complété en azote et en phosphore en fonction du rapport idéal de croissance théorique DBO/N/P de 100/5/1.

L'essai a été mené pour trois volumes d'effluent : 1,5 ; 3 et 4,5 l/j soit des charges respectives de 2, 4 et 6 kg/m³/j. Dès que la DCO de l'effluent recueilli était stabilisée (même valeur pendant 3 ou 4 jours), la charge supérieure était appliquée.

2.3. - Suivis analytiques

Tout au long des essais, la DCO et le pH de l'effluent recueilli en sortie de réacteur ont été mesurés. Ces analyses ont été complétées avec des observations visuelles et quantitatives (essais en réacteur de 2 litres) du développement et de la fixation de la biomasse sur les supports plastiques.

3. - Résultats - Discussion

3.1. - Essais en réacteur de 2 litres

Rendements d'épuration

Jours	Etape a		Etape b		Etape c ₁		Etape c ₂	
	DCO (mg/l)	Rendement (%)	DCO (mg/l)	Rendement (%)	DCO (mg/l)	Rendement (%)	DCO (mg/l)	Rendement (%)
1	6783		11743		11522		6395	
4	1662	75.5	3849	67.2	5100	55.7	4001	37.4
5	1079	84.1	3320	71.7	4370	62.1	3327	48.0
6	940	86.1	2589	78.0	2763	76.0	2938	54.1
7	930	86.3	2589	78.0	2002	82.6	2582	59.6
8					1981	82.8	2417	62.2

Tableau 1 : Evolutions de la DCO et des rendements d'épuration (réacteur de 2 litres)

Jours	Etape a	Etape b	Etape c ₁	Etape c ₂
1	4.6	4.7	4.4	4.4
4	6.1	5.4	5.4	5.3
5	6.4	6.1	5.9	5.6
6	7.0	6.9	6.2	6.1
7	7.2	7.3	7.0	6.5
8			7.4	6.9














Tableau 2 : Evolutions du pH (réacteur de 2 litres)











Plus la charge appliquée est importante plus le rendement d'épuration diminue (Tab. 1). Le pH de l'effluent du réacteur augmente progressivement au cours des différentes étapes pour se rapprocher de la neutralité lorsque le réacteur est stabilisé (Tab. 2).

Quantification du biofilm et de l'activité de la biomasse

Par support plastique	Biofilm (mg)	Activité (mg ATP)
	230,20	4,71
	266,10	5,04
	334,50	5,37
	253,30	4,79
	170,60	4,34
Moyennes ->	250,94	3,98

Etude de la colonisation des supports plastiques

	Agitation des supports plastiques	Biomasse		
Préparation d'une biomasse initiale	70% avec agitation	45% 	45% 	10% 
	30% sans agitation	100% 		
Etape a, 1 jour	70% avec agitation	50% 	50% 	
	30% sans agitation	95% 	5% 	
Etape a, 7 jours	65% avec agitation	60% 	35% 	5% 
	35% sans agitation	90% 	10% 	

		Biomasse		
Agitation des supports plastiques				
Étape b, 1 jour	70% avec agitation	70% 	20% 	10% 
	30% sans agitation	90% 		10% 
Étape b, 7 jours	70% avec agitation	70% 	25% 	5% 
	30% sans agitation	75% 		25% 

Lors du démarrage du réacteur, il a fallu seulement trois jours pour coloniser 90 % des supports plastiques, cette phase est donc très rapide. Après un mois, plus de 90 % des supports plastiques sont complètement colonisés (Fig. 1), ce qui entraîne l'apparition des boues au fond du réacteur. Le processus de colonisation est continu tout au long de l'essai. La colonisation se produit plus rapidement sur les supports plastiques qui ne sont pas en agitation.

A la fin de la troisième étape, on observe l'apparition de champignons sous forme de tâches blanches sur quelques supports plastiques. Quelques-uns de ces supports plastiques, complètement colonisés par la biomasse, se déposent au fond du réacteur.











	Agitation des supports plastiques	Biomasse		
Etape c, 1 jour	70% avec agitation	60% 	34% 	1% 
	30% sans agitation	70% 	25% 	5% 
Etape c, 15 jours	70% avec agitation	15% 		85% 
	30% sans agitation	5% 		95% 

Figure 1 : Caractérisation de la colonisation des supports plastiques (réacteurs de 2 litres)

Applications des résultats

Lorsque le réacteur est en marche, et le développement de la biomasse correct, la surveillance du fonctionnement du réacteur est très simple et facile à automatiser.

Un débit d'oxygène, nécessaire pour réduire la DCO, trop important n'est pas optimum pour développer et fixer une biomasse à l'intérieur des supports plastiques. On propose de disposer de deux débits d'oxygénation :

- un débit d'oxygène élevé, lorsque l'effluent présente une DCO élevée, pour réduire la charge polluante ;
- un débit d'oxygénation et une agitation limités (environ 2-3 mg/l d'oxygène), pendant les périodes où les volumes et la DCO des effluents sont réduits et la biomasse se développe. L'aération du réacteur pendant une période d'arrêt du fonctionnement permet de maintenir une biomasse en activité. Les conditions d'aération et la durée de ces arrêts de fonctionnement restent à préciser.

3.2. - Essais en réacteur de 8 litres

Faible charge (2 kg/m³)

Rapidement (3^{ème} jour), il a été possible d'observer un début de colonisation des supports plastiques dans le réacteur. Au fil des jours, la biomasse a tapissé de manière quasi uniforme les parois internes des supports plastiques.

Parallèlement, la DCO de l'effluent recueilli, qui était, au premier jour de fonctionnement, de 7100 mg/l, s'est stabilisée aux environs de 800-900 mg/l entre le 6^{ème} et le 9^{ème} jour (Fig. 2).

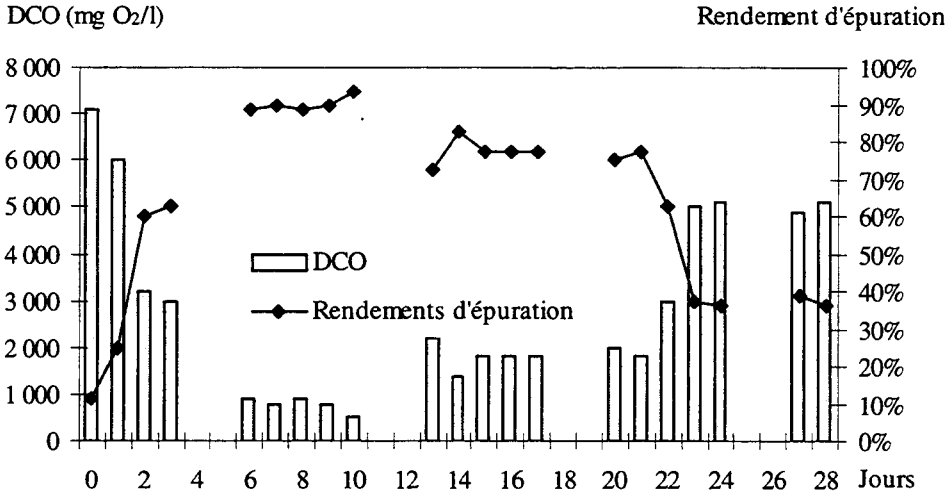


Figure 2 : Evolutions de la DCO et des rendements d'épuration (réacteur de 8 litres)

Moyenne charge (4 kg/m³)

Au 10^{ème} jour de fonctionnement du réacteur, l'alimentation du réacteur a été modifiée de manière à appliquer une charge de 4 kg/m³. L'effluent a été complétement en azote et phosphore (13^{ème} jour) pour permettre une croissance optimale des micro-organismes. Dès le lendemain, nous avons pu observer un important développement de biomasse : seule une faible surface de la pastille restait inoccupée.

Par la suite, nous avons constaté que l'effluent recueilli contenait une quantité importante de matières en suspension ; la biomasse excédentaire ne pouvant en effet plus se fixer aux supports plastiques majoritairement colonisés et restant en suspension au sein du liquide.

La DCO s'est stabilisée entre le 15^{ème} et le 21^{ème} jour de traitement vers 1800 mg/l. Malgré cet ajout journalier d'effluents, le pH des effluents rejetés reste proche de la neutralité (Fig. 3). Après stabilisation, l'apport journalier a été fixé à 4,5 litres de manière à appliquer une charge de 8 kg/m³.

Forte charge (8 kg/m³)

Au 21^{ème} jour, l'effluent a été complétement une nouvelle fois en azote et phosphore afin de relancer la croissance bactérienne. Après une semaine, la totalité de la surface des supports plastiques ainsi que les parois internes du réacteur avaient été colonisées. Nous avons par ailleurs observé une quantité importante de boues dans le fond du réacteur. A la fin de l'essai, nous avons recueilli environ 2 litres de boues.

L'essai a été arrêté au 28^{ème} jour, la DCO s'étant stabilisée à 5000 mg/l environ (Fig. 2), la charge appliquée étant trop importante par rapport aux capacités épuratoires du réacteur. De plus, le développement de la biomasse sur les supports n'évoluait plus et l'apport de 4.5 litres d'effluent par jour en continu a provoqué une acidification du pH du réacteur (Fig. 3).

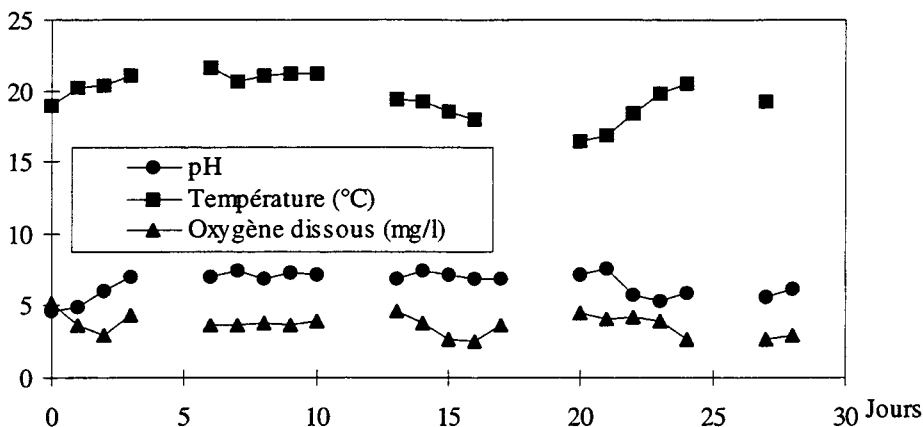


Figure 3 : Evolutions du pH, de la température et de l'oxygène dissous (réacteurs de 8 litres)

4.- Conclusions

Les essais en réacteur de 2 litres ont permis de démontrer que la fixation d'une biomasse sur ce type de supports est dépendante des conditions d'agitation de l'effluent. En effet, quand l'agitation est forte, la quantité de biomasse à l'intérieur et sur la surface externe des supports plastiques est nettement inférieure à celle obtenue avec une faible agitation. Une forte circulation des effluents et des bulles d'air du diffuseur provoque un " lavage " de l'intérieur des supports plastiques et des phénomènes de friction entre supports responsables du décrochage de la biopellicule. Une mauvaise fixation de la biopellicule entraîne une augmentation du volume des boues dans le réacteur et une manque d'effectivité du système. Les essais en réacteur de 8 litres ont démontré que le rapport colonisation/rendement d'épuration est optimum pour une charge appliquée de 2 kg/m^3 . Pour une charge de 8 kg/m^3 , la quantité de biomasse est insuffisante, malgré une colonisation totale des supports plastiques, pour assurer une épuration permettant le rejet sur une station d'épuration. Ainsi, il est possible d'envisager, pour les caves ne disposant de place pour stocker et traiter la totalité de leurs effluents, la filière de prétraitement suivante :

- un stockage tampon de quelques jours en amont du réacteur ;
- un réacteur comportant des supports plastiques alimenté en continu à partir du stockage et aéré de manière suffisante pour oxygéner le milieu et pour brasser modérément l'ensemble du milieu.





AFFICHES / POSTERS



Characterization and laboratory pre-treatment study of the effluent from a wine cooperative

Caractérisation et étude en laboratoire du prétraitement des effluents d'une cave coopérative vinicole

L. Caetano, S. Di Berardino

INETI - Departamento de Energias Renováveis
Azinha dos Lameiros, 1699 Lisboa Codex, Portugal
tél : (351) 17165141, fax : (351) 1 716 37 97
e-mail: Santino.@ite.ineti.pt

Résumé - La caractérisation des eaux résiduaires d'une coopérative vinicole moderne portugaise a été effectuée à l'aide d'un système automatique de prélèvement en deux situations différentes : la période de la récolte et le reste de l'année. Dans chaque campagne, des échantillons représentatifs de la moyenne journalière et horaire ont été envoyés au laboratoire pour caractérisation analytique. Des données en continu de la charge hydraulique, de pH et des températures de l'air et de l'eau résiduaire ont été connectées à un "data logger". Dans l'usine, la plupart des solides du pressage et les produits du débouillage statique sont vendus aux distilleries, ce qui réduit les résidus à traiter et la charge polluante des eaux résiduaires et constitue un revenu économique. Néanmoins les concentrations avaient des taux supérieurs à ceux définis pour le rejet à l'égout municipal, par l'autorité locale. Ainsi des expériences ont été menées en laboratoire, utilisant un filtre anaérobie et un réacteur UASB, de façon à comparer la viabilité de pré-traiter l'effluent par un procédé anaérobie. Les résultats principaux, obtenus pendant 7 mois, montrent une bonne réduction de la DCO (75 - 90 %) avec des temps de rétention hydraulique réduits (1 - 3 jours), ce qui rend cette solution simple et favorable pour le pré-traitement de ces eaux résiduaires.

Abstract - *Wastewater characterisation of a modern Portuguese wine producing cooperative has been carried out using an automatic sampler, obtaining daily and hourly averaged samples in two distinct representative situations: the vintage and non-vintage period of the year. Continuous data on pH, flow-rate and air and wastewater temperature were stored in a data-logger system. The winery sells most of the husk and settled sour vine to distilleries, which reduces the quantity of waste and the wastewater pollution load as well as giving an income. The concentration values were higher than the limits defined by the authority for discharge into the municipal sewage system. Laboratory experiments were carried out using an anaerobic filter and an UASB reactor, in order to get comparative data on the feasibility of using anaerobic processes as pre-treatment for this wastewater. The main results, obtained during 7 months of experiments, indicate good COD reduction (65 - 90 %) at low hydraulic retention time (2 - 3 days), which makes this solution simple and favourable for application in pre-treatment of this wastewater.*

Mots clés : digestion anaérobie, eaux résiduaires de cave de vinification

Keywords : anaerobic digestion, wine processing wastewater

Introduction

The information available from the Institute of Portuguese wine and vineyards shows that the national wine industry consists of approximately 124 wine cooperatives spread throughout the country. The total production (continental and islands) in 95/96 was 71 311 793 hl, this does not include the thousands of private producers. In that year, Portugal was the fifth largest wine producer in the European Union and was fourth in terms of consumption.

The total volume of wastewater generated in 1995 is estimated to about 1070000 m³/year, considering an typical water consumption of 1,5 litres per litre of bottled wine. Most of them still do not have adequate wastewater treatment systems, which stimulates great interest in developing a low-cost wastewater treatment system.

The present work concerns a study of pre-treatment of the wastewater from the Wine Cooperative of "Palmela", which will be discharged to the municipal sewage system. The global objective is to asses an efficient and economic system capable of reducing the pollution concentration to within the limits fixed by the municipal regulations (COD = 1000 mg/litre, BOD5 = 500 mg/litre, SST 300 mg/l). These concentrations are favour the utilisation of anaerobic methanogenic processes, which have the advantage over conventional aerobic processes of low energy consumption, low and stabilised excess sludge, low nutrient requirement and the production of biogas which can be used in the winery. This way the Cooperative can be sure that, in the short and medium term, the concentration of the effluents will be acceptable and the treatment system will save on official discharge tariffs and reduce the costs of disposal. According to the results the treatment systems studied in this work could be used in similar Portuguese wine processing cooperatives.

Effluent characterisation

The Palmela wine cooperative receives on average 7 000 000 Kg of grapes per year, which is the equivalent of 5 000 000 litres of wine production. The available processing capacity consists of 2 lines for red wine fermentation, 1 line for white wine, 4 distillery vessels and a bottling line. The effluents discharged by this industry arise essentially from washing operations, excepting water used to cool wine fermenting vats. In vintage, a small quantity of wine is distilled, which generates a small but concentrated effluent.

According to Mourgues and J. Maugenet (1972), there is a seasonal variability in the effluent's volume and composition, originated from grape material (kernel, grape skin, dust, sugar, acids, alcohol, polyphenols, yeast, bacteria), tartaric acid, cleaning products, intermediate products of wine fermentation and filtration mediums.

The fermentation period usually takes place from the middle of September until the middle of October, in this period the wastewater has the highest organic content, representing the biggest part of the annual pollution of each Cooperative.

Methodology: For the measurement of the wastewater flow a triangular PVC weir and a flow meter consisting of an ultra sonic flow sensor, converter and register (ISCO model-3210) were installed in an open square manhole. It was connected to an automatic sampler to obtain averaged daily and/or hourly proportional samples of wastewater. In the same manhole two temperatures and pH sensors were installed and all the data were acquired by a Logger apparatus. The monitoring campaign was from 9th to 18th October 1996, during the vintage activity, and the second from 12th to 27th March 1997, during the normal

yearly activities. In both campaign 7 days of averaged daily samples were obtained. In addition, in the first campaign, one hourly averaged sample was collected during one additional day and, in the second, two days hourly averaged samples were chosen, one representative of normal weekly activities and, the other, of the general equipment washing day.

Results and Discussion: Figure 1 depicts the 4 hour averaged values of sewage flow and temperature, obtained from the continuous measurements during the two campaigns in working days. The flow rate oscillates due to batch washing operations.

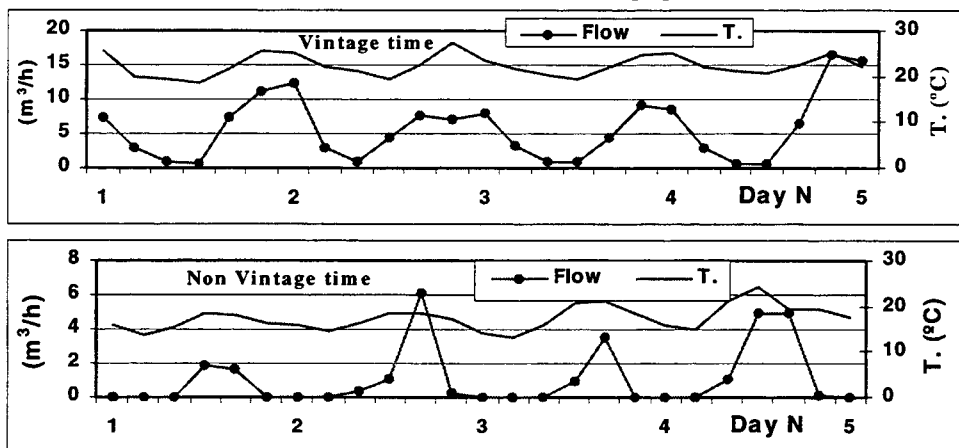


Figure 1: Flow-rate and wastewater temperature variation in the observed periods

The variation of the averaged COD during the week, is very wide (from 550 to 4400 mg COD/l), according to the specific daily washing operations. There are few differences between the concentrations observed in vintage and in March. The distillation of wine carried out in vintage does not significantly affect the composition.

Figure 2 gives the averaged hourly values of COD in vintage and in the 2 days of March. In all the cases high COD concentration is discharged between 15.00 and 19.00 p.m., being quite low in the others period. This suggests the possibility of applying pre-treatment only to the part of the total flow with the high COD concentration.

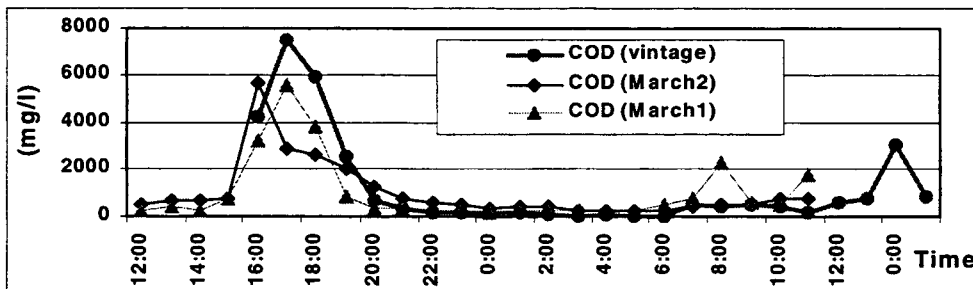


Figure 2: Hourly average values of COD

Table 1 gives the averaged values of all the analytical determinations carried out in the two campaigns. The effluent has medium organic content, slightly basic pH, low suspended solids content and nutrient concentration. The pH varies between 5.6 and 11 proportionally to the flow, due to the soda used in washing operations.

Table 1 : Physicochemical concentration in the observed periods (averaged values)

Parameters	Vintage Time (1st Campaign)	Non-Vintage Time (2 Th Campaign)
Flow (m ³ /day)	263	22
Temperature (° C)	22,4	17,7
pH	7,9	7,7
COD (mg/l)	2070	1900
BOD ₅ (mg/l)	700	700
Total Solids (mg/l)	1140	1538
Volatile Solids (mg/l)	680	727
Total Suspended Solids (mg/l)	190	367
Volatile Suspended Solids (mg/l)	130	193
P total (mg/l)	10,6	5,6
N kjeldahl total (mg/l)	12,7	18,8
N ammonia (mg/l)	0,0	0,0
Acetic Acid (mg/l)	100	190
Propionic Acid (mg/l)	30	118
Butyric Acid (mg/l)	<10	33
Other Acid (mg/l)	<10	3

Anaerobic biologic treatment studies

After the monitoring campaign, the industrial effluent from the vintage period was submitted to preliminary batch tests, in order to assess the feasibility of applying methanogenic processes. Due to leakage problems these tests were inconclusive on biogas production, however they indicated that the process can remove 90 % of COD and produce a gas with more than 65 % methane content.

We then carried out a continuous laboratory experimental programme using reactors which allowed the growth of specific aggregated methanogenic microflora to adequately treat the organic strength with a short Hydraulic Retention Time (HRT). An anaerobic hybrid filter and an UASB reactor were built to study the anaerobic digestion of the winery wastewater providing useful data for the construction of a full-scale system.

Experimental set-up: The experiments used two laboratory reactors: an anaerobic hybrid filter, of PVC transparent pipes (OD 110 mm, and 1.2 m height, having a total volume of about 10 litres, partially filled with one module, 20 cm height, of PVC pipes 0.22 mm ID, 4.5 cm long) and an UASB like reactor (OD 110 mm, and 1.2 m height, having a total volume of about 14 litres) (Fig.3). They had equally spaced lateral ports to take samples at different points of the column. The working temperature was controlled by recirculation of heated water in an external jacket. The reactors were fed by means of a peristaltic pump, regulated according to the selected hydraulic retention time (HRT). A wet gases meter measured the gas production. Its

composition was controlled by gas chromatography. The filters operated at a temperature of 25° C, similar to the measured wastewater temperature. All the analytical determination were made according to APHA Standard methods.

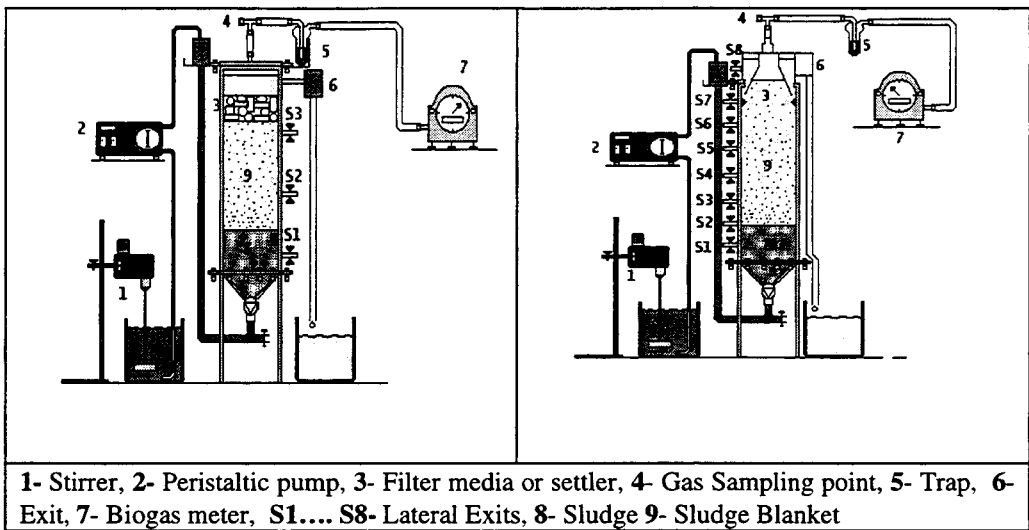


Figure 3: Experimental set-up

Feeding solution and start-up procedure: The reactors were inoculated in February 1996 with sludge (COD=82 g/l; pH=6,9; ST=101 g/l; SV=41,4g/l), from an Imhoff tank near Lisbon having a low methanogenic winter time activity (0,15 g COD/gSSV/day). More active and adapted granular or flocculent sludge is difficult to get in Portugal. Imhoff tanks however are very popular and easily accessible to any wine cooperative.

The wastewater used during the start-up was collected during the vintage period and stored at 4 °C. It was quite concentrated. Afterward, new feeding solutions were prepared by combination of bottling and tank washing effluent and sour deposit, in order to get a concentration similar to that obtained during vintage. The characteristics of this wastewater were: COD = 7,6 - 9,7 g/l; COD soluble = 4,7 - 7,9 mg/l, P = 30 - 43 mg/l; Nt (Kjelhdal) = 21 - 32 mg/l. The reactors received a quantity of sludge corresponding to 20 % of the total volume and then were filled with water and the start-up operation was carried out according to suggestions of Salkinoja-Salonen et al. (1983). The UASB started-up 30 days after the anaerobic hybrid filter due to operational problems.

Results and discussion

System operation and evolution: Figure 4 shows the biogas evolution and applied organic load, during the experience carried out at 25° C. The anaerobic filter (AF) was initially fed at an hydraulic retention time of 240 hours and an organic load of 1 kg CODlitre⁻¹day⁻¹. Then the load was progressively increased to 40 hours HRT and 5,25 kg CODlitre⁻¹day⁻¹. From the 1st to the 48th day the reactor adapted well and produced increasing quantities of biogas. From the 40th to the 50th day the AF worked efficiently, resulting in high pH values (7.6 - 8.2), low organic acid level (50 - 120 mg/l), high COD removal (72 - 76 %) and low COD effluent concentration (1800 - 2000 mg/l). The reactor was able to sustain an hydraulic retention time of 2,5 hours. The gas

production reached a very high methane concentration (about 77 - 81 %).

In the next period (Days 51-63) the reactor decreased gas production and acidified (pH = 6,2), which lead us to stop the feed (day 57) and to adjusted the pH with a sodium bicarbonate solution. There are no clear explanations for this inhibition. One reason could be the settling and accumulation of some inhibitory compound in the bottom of the storage vessel. The existence of similar inhibition in the UASB reactor supports this hypothesis. However, in the same period two other reactors inhibited in our laboratory, possibly due to some electric problem during the weekend and consequent cooling of the reactors.

After the pH adjustment, the reactor gradually improved, increasing the gas production to about 11 litres per day (1,1 litre/litre of reactor/day) and was able to sustain a 5,25 kg COD litre⁻¹ day⁻¹ organic load. New wastewater was then fed to the reactor which led to a very large production of gas which lifted the biomass to the top of the reactor. This expanded bed wash out, confirms the observations of Hulshoff Pol (1987), who attribute the occurrence to the dilution of the seed. The media existing inside the reactor did not allow the sludge at the top of the reactor to settle to the bottom and all the bacterial population was inevitably lost, requiring a new start-up. The use of oriented media could probably allow the recovery of part of the sludge and minimising the loss.

The evolution of the UASB reactor was different to the anaerobic filter reactor. As feeding commenced 30 days after the AF, the reactor did not run long enough to stabilise prior to the inhibition and stopped abruptly. Afterwards it recovered partially but from day 97 assumed a very unstable behaviour, which obliged us to reduce the organic and hydraulic load. In this period the reactor worked at an HRT ranging from 14 to 3,5 days and organic load from 0,63 to 2,52 g COD/litre/day.

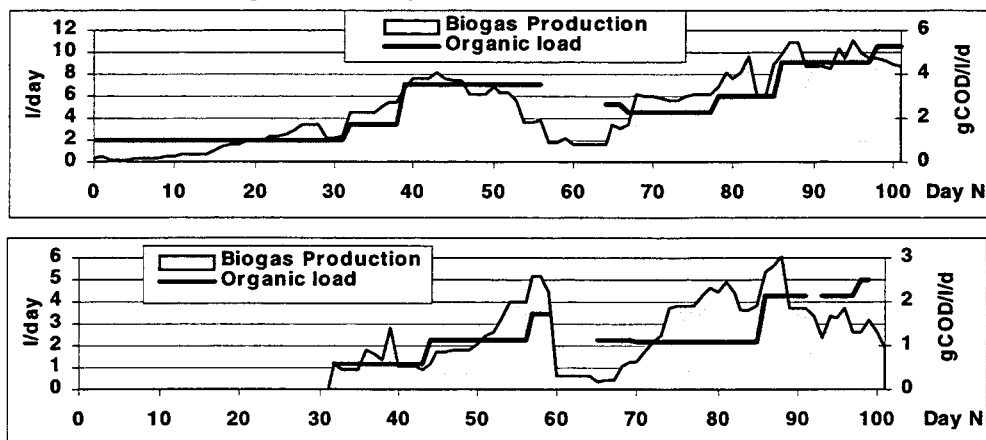


Figure 4: Biogas production and organic load (1st figure=A.F., 2th=UASB)

COD concentration: Effluent concentrations from the anaerobic filter reactor varied from about 300 mg COD/l to about 3800 mg COD/l according to the applied organic load and situation. Averaged values range between 2000 and 3000 mg COD/l. The total COD concentration was significantly influenced by suspended solid losses.

Concentrations of COD as well as of suspended solids from the UASB were significantly lower than those obtained with the AF, ranging from about 800 mg COD/l to about 2000 mg COD/l, as represented in figure 5. This can be attributed to the lower organic load applied and gas production and, also, of the different bacterial populations characteristics.

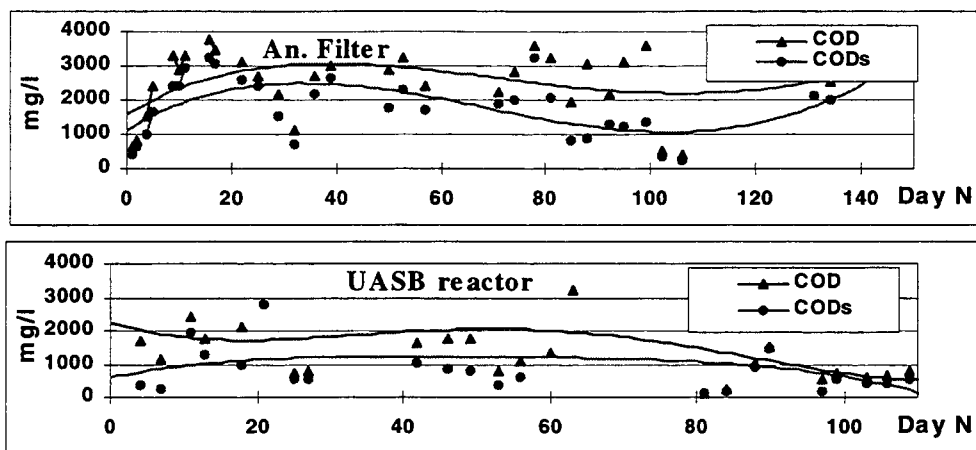


Figure 5: COD concentrations

COD Removal: Averaged values of the efficiency of total COD removal *versus* the time of operation is depicted in Figure 6. In the range of studied hydraulic retention times and organic load the performance was not significantly influenced by the HRT. The COD removal efficiency varied between 58% and 96% depending essentially on the applied load.

The efficiency of organic removal of the UASB over the whole range was higher and generally higher than 80%, excluding some lower values caused by temporary suspended solids losses.

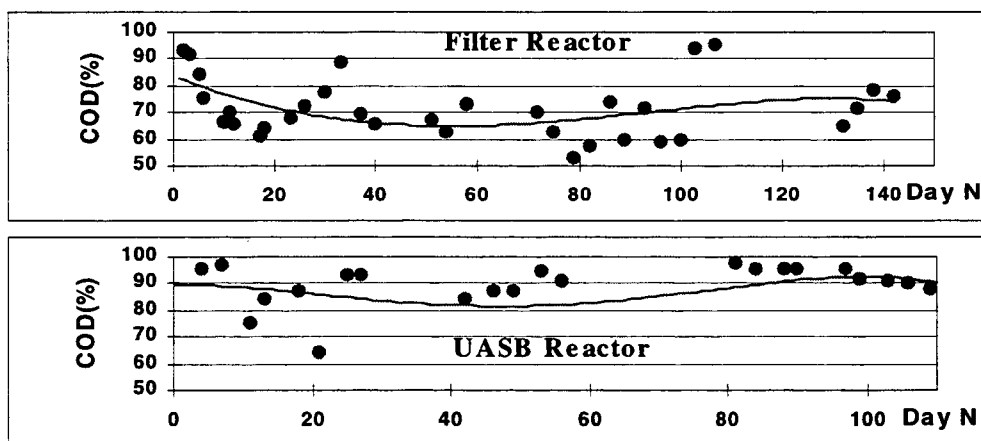


Figure 6: COD efficiency removal

Biogas productivity and Methane content: Biogas production of AF revealed a good response of the process to load variations. The gas yield varied according to the organic load, from 0,2 litres $\text{gCOD}^{-1}\text{day}^{-1}$ at of $1 \text{ kg COD}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{day}^{-1}$, to 0,45 litres $\text{gCOD}^{-1}\text{day}^{-1}$ at an organic loading of more than $3,5 \text{ kg COD}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{day}^{-1}$.

Bacterial population and other results: Flocs of *Methanosarcina sp* predominantly grew in the anaerobic filter, constituting a layer of not very dense flocculent sludge, which were lost as suspended solids. In the UASB reactor just small flocs containing *Methanotrix sp.* were detected. Favourable conditions to the establishment of granulation did not were achieved, due to low gas velocity, organic load, activity of seed, time of operation and other factors which are important promoters of granule growth, as shown by Hulshoff Pol (1988). The volatile fatty acids (namely HAC) detected in the AF effluent were usually well below 200 mg/l in the periods when steady-state conditions have been assessed. In the others periods a higher range of acidity levels were detected. The determinations of ethyl alcohol through the reactors profile showed that it was completely consumed (220 mg/litre) in the first three-quarters of the reactor's height.

Conclusions

The continuous monitoring campaigns revealed that the winery effluent has low concentration and similar composition all over the year differing, in vintage, only in flow volume. The effluent discharged between 15 and 19 p.m. are by far the most concentrated. Having the objective to discharge the industrial effluent into the local sewage system, it is necessary to pre-treat only this part of effluent, the remainder could be directly discharged into sewage system, greatly reducing cost of the treatment system.

The anaerobic pre-treatment studies indicate that with the currently available seed sludge the growth of bacterial populations stimulate aggregation of flocs, more than the development of active granular biomass. So the anaerobic hybrid filter reactor is more appropriate than UASB for the pre-treatment, due to the ease of start-up and operation. The sludge wash out promoted by possible gas overproduction can be overcome by the use of oriented media, which would allow the settling and recovery of loss of suspended solids.

References

- APHA-AWWA-WPCF (1992). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 18th ed. American Public Health Association, Washington, DC
- HULSHOFF POL L.W., The phenomenon of granulation of anaerobic sludge, University of Wageningen, Phd thesys, 1989
- MOURGUES, J. MAUGENET, Les eaux résiduaires des caves de vinification , *Industries Alimentaires et Agricoles*, 89 Année, Mars 1972, N° 3 p. 261 - 273
- SALKINOJA-SALONEN M.S., NYNS E.-J., SUTTON P.M., VAN DEN BERG L. AND WHEATLEY A.D. (1983). Starting-up of an anaerobic fixed-film reactor. *Wat. Sci. Tech.*, 15, 305-308, 1983.

Caractérisation des flux d'effluents vinicoles, application aux caves angevines

Identifying flows of vineyards effluents applied to Anjou wine cellars

F. Jourjon, P. Arcanger

Laboratoire du GRAPPE
Ecole Supérieure d'Agriculture d'Angers
55, Rue Rabelais, B.P. 748 - 49007 ANGERS Cedex 01
Tel : 02.41.23.55.55, fax : 02.41.23.55.65

Résumé - La caractérisation des flux d'effluents vinicoles, en terme de volume, répartition dans l'année, charge, constitue un élément indispensable à l'évolution des pratiques vinicoles pour une meilleure gestion de l'eau dans les caves.

Le travail présenté ici par le laboratoire du GRAPPE de l'Ecole Supérieure d'Agriculture d'Angers s'appuie sur un audit de caves représentatives de la région d'Anjou.

Dans chacune des caves, des enregistrements réguliers des volumes d'eau consommée, des prélèvements d'effluents, représentatifs d'opérations unitaires de vinification, des mesures physico-chimiques (DBO5, DCO, MES, pH) ont été réalisés.

Les résultats permettent de mettre en avant les caractères spécifiques de la production des rejets vinicoles en Anjou, de dégager les principaux facteurs de variation (volume de cuverie, type de pressoir, pratiques individuelles...) et d'adapter le dimensionnement du système de traitement.

De plus, l'audit s'avère être un moyen efficace de sensibilisation et d'information de la profession permettant d'engager une réflexion collective sur le problème de la pollution d'origine viticole et les moyens rapides à mettre en oeuvre.

Abstract - A better identification of the flow of vineyards effluents, in terms of volume, spreading policy, polluting effects, has become a necessity, as practice is turning to a better water management in the cellars.

An audit of representative cellars was carried out by the GRAPPE Laboratory in the Layon region. For each cellar, water consumption was regularly recorded, homogeneous effluents, representative of isolated vinification processing were sampled and physico-chemical measurements (COD, BOD₅, SS, pH...) were carried out.

The informations collected showed :

- the size of vats, the type of wine-presses used, the wine makers savoir faire, can have a determining influence.

- An appropriate treating system should be adapted to each vineyard.

In addition to the results, the audit proved to be an efficient tool to make the wine industry aware of the pollution issue, and proposed possible steps to solve it immediately.

Mots clés : caves vinicoles, région Anjou, consommation d'eau, flux pollution, charge

Keywords : wine cellars of Anjou, water consumption, flow of effluents, wastes

Introduction

"L'Anjou, un vignoble d'exception par sa diversité et par sa réglementation en matière d'effluents vinicoles" :

L'activité vinicole en Anjou est largement caractérisée par le nombre important de caves particulières (900 produisant 420 000 hl par an) et par la diversité des vins produits au sein d'une même exploitation.

A l'opposé des vigneron champenois ou de ceux plus proches du pays nantais, les vigneron d'Anjou produisent tous les types de vins : du vin blanc (sec, demi sec, effervescent, liquoreux) au vin rouge (primeur ou de garde) en passant par le vin rosé sec et demi sec. (29 A.O.C. produites sur 15 000 ha environ).

Si le consommateur en retire beaucoup de plaisir sensoriel, le vigneron doit gérer une période de vendange et vinification étalée en général de début septembre à fin novembre.

Dans un contexte législatif et réglementaire pour la protection de l'environnement, cette diversité de vins et cet étalement dans le temps ne sont pas sans conséquence sur les choix des solutions en matière de gestion des effluents vinicoles.

Soucieux d'une image de marque auprès du consommateur et afin de résorber la pollution due aux effluents vinicoles, la profession viticole du Maine et Loire s'est engagée à respecter une réglementation départementale applicable en juillet 1998 à toute la profession avec des modalités différentes selon le volume de vin produit par l'exploitation. Cette démarche volontaire et exceptionnelle constitue un engagement d'avant garde d'une profession viticole vers un respect plus fort de l'environnement qu'il est important de souligner.

C'est dans ce contexte que le laboratoire GRAPPE a mené depuis septembre 1995 et dans le cadre d'un programme de recherches sur la gestion des rejets vinicoles, co-financé par l'ADEME et le Ministère de l'Agriculture, un audit de caves visant à mieux caractériser les effluents produits par les caves vinicoles angevines.

Méthodologie suivie

La démarche retenue pour l'étude s'inspire de la méthode normalisée Audit environnemental ISO 14000. L'Audit de cave est basé sur l'analyse des flux entrant et sortant de la cave et permet d'atteindre plusieurs objectifs : étude quantitative et qualitative de l'activité vinicole, analyse et propositions de solutions d'aménagement interne dans les caves, sensibilisation des viticulteurs à la nouvelle réglementation.

Les caves suivies ont été choisies en fonction de différents critères :

- volume de production représentatif de l'activité vinicole du bassin versant étudié (Layon) : soit de 500 à 2500 hl, destination des rejets vinicoles, diversité des pratiques de vinification, matériel utilisé pour la vinification, acceptation du viticulteur.

L'audit a été mené sur 2 campagnes 1995-1996 et 1996-1997. 9 caves ont été suivies la première année et 12 la deuxième année. Des compteurs d'eau spécifiques à la cave ont été installés sur toutes les exploitations suivies.

Les principales opérations de nettoyage du matériel ont été étudiées. Pour chaque opération unitaire les eaux de lavage ont été isolées, des prélèvements homogènes d'effluents sont réalisés sur lesquels des mesures de pH, DBO₅, DCO, MES sont effectuées.

Plusieurs répétitions d'une même opération sont réalisées, dans une même cave tout d'abord et dans plusieurs caves, ceci afin d'intégrer les facteurs de variation tels que : opérateur,

matériel de nettoyage, matériel nettoyé, produits éventuellement utilisés.

Par ailleurs nos résultats sont complétés par une enquête individuelle des 50 caves vinicoles de la commune de St Lambert du Lattay réalisée en juillet-Août 1997, et visant à recenser les aménagements individuels de chacune des caves dans le cadre de la réglementation départementale.

Résultats - Discussion

1 - Analyse de la variation du flux d'effluents selon les caves.

Un diagnostic global a été réalisé dans quelques caves afin de qualifier et de quantifier les flux de matières premières, d'eau et de déchets et montre des différences très fortes entre caves tant sur le volume produit de rejets solides que liquides.

La bibliographie indique souvent un ratio d'un litre d'effluent liquide par litre de vin produit (ROCHARD J., 1992).

Des suivis pour plusieurs caves et pendant deux années (Tableau n° 1) nous donnent des renseignements complémentaires. Le ratio moyen se situe à 1,2 avec des variations allant de 0,4 à 4 litres. Il semblerait qu'un effet "échelle" permette des économies d'eau dans les caves plus importantes. Les volumes d'eau consommés dans les caves sont très difficilement modélisables, mais il est possible de cerner les principaux facteurs de variations.

Les écarts observés entre caves, dépendent surtout (figure n° 1) :

- du matériel vinicole : type de pressoir, volume moyen de la cuverie,
- du type de matériel de nettoyage utilisé : l'utilisation d'un nettoyeur haute pression, par exemple, peut diminuer de moitié la consommation d'eau pour une même opération, mais ne peut se concevoir pour tous les types de nettoyage,
- des habitudes de nettoyage : fréquence et personnes effectuant le nettoyage (la consommation peut passer du simple au double selon la personne), utilisation ou non de l'eau chaude,
- de la diversité ou du type de vins produits.

Par contre, contrairement à ce que l'on pourrait penser a priori :

- les consommations d'eau les plus importantes ne sont pas observées dans les caves de plus grosses capacités (Tableau n° 1),
- pour une production de vin voisine, les ratios peuvent être multipliés par deux voire par cinq dans certains cas (de 0,58 à 3),
- au sein d'une même cave, les ratios sont proches d'une année sur l'autre, même si les volumes de vins sont très différents (exemple : viticulteur A).

2 - Répartition du flux d'effluents au cours du cycle de production

Le suivi régulier de 5 caves sur une même commune au cours de l'année 1996 nous permet de dégager quelques valeurs, traduites sur la figure 2.

En toute logique, la période de septembre à fin novembre, voire mi décembre, correspondant aux vendanges, pressurage, fermentations et premiers soutirages produit l'équivalent de 42 % du volume total de rejets générés sur l'année. Une variation de 26 à 59 % est cependant observée pour des caves ayant a priori des productions en volume et types de vins très proches.

Cependant, il ne faut pas négliger la période de décembre à mi février, périodes des soutirages et début de filtration, qui génère 33 % du flux total ; dans certaines caves, le volume de rejets produits sur cette période est même supérieur à celui de la période

précédente 43 % contre 35 %. Ceci peut apparaître relativement différent des valeurs observées par ailleurs dans d'autres régions (RACAULT et al., 1994).

Enfin, les périodes suivantes : mi février à fin avril et mai à fin juillet engendrent en général, une part plus faible de la pollution en volume et en charge des effluents.

En conclusion, on peut retenir que dans la région du Layon, environ 40 % des rejets vinicoles sont produits avant décembre, 60 % avant le 15 janvier et 75 % à 100 % avant le mois de mai.

3 - Caractéristiques physico-chimiques des effluents en fonction des opérations

L'objectif est de repérer les opérations les plus chargées mais aussi à terme de "modéliser" la charge rejetée quotidiennement pour optimiser le traitement.

L'ensemble des résultats donné par le tableau n° 2 permet de conclure à :

- une grande hétérogénéité dans les charges mesurées en fonction des types de rejets :
 - . les rejets d'avant récolte sont peu chargés (DCO proche de 500 mg/l) mais avec un pH basique (pH : 13),
 - . les rejets de débouillage et de soutirage sont très chargés (jusqu'à des DCO supérieures à 100 000 mg/l) mais de très fortes variations sont observées,
- un pH acide des rejets vinicoles (de 2 à 5),
- un ratio DCO/DBO₅ proche de 2, permettant d'envisager des traitements par voie biologique.

Conclusion

Les résultats obtenus à partir de cette étude confirment la difficulté de prévoir précisément le volume et la charge de l'effluent qui vont être générés sur une période donnée et soulignent la diversité des facteurs de variation, déjà observée par ailleurs (RACAULT 1994, GRENIER et al., 1994, CHASTAN 1994). Ils permettent cependant de mieux caractériser les flux d'effluents vinicoles en Anjou pour une meilleure gestion du système de traitement à mettre en place. La consommation moyenne en eau d'une cave en Anjou se situe au-dessus du ratio 1l eau pour 1l de vin (1,2 l, avec des variations très fortes), ce qui peut être expliqué par les caractéristiques des caves : diversité de la production et hétérogénéité de la cuverie.

Une telle étude permet aussi de sensibiliser les viticulteurs aux questions qui touchent à la protection de l'environnement. A terme elle devrait permettre l'élaboration d'une charte "des bonnes pratiques dans les caves et de gestion collective des effluents", diffusée sous la forme d'une plaquette d'information à destination des viticulteurs, afin de les sensibiliser à la gestion de l'eau et à la mise en place d'une "oenologie durable".

Références bibliographiques

CHASTAN P., (1994). Le traitement des effluents dans les caves de la Vallée du Rhône. Congrès International Effluents Vinicoles. Narbonne. *Editions du CEMAGREF*

GRENIER P., VILETTE P., MIGNONAC JM., LECLERCQ., GAYDA A., COSSON JL., MOLETTA R., RACAULT Y. (1994). Un logiciel de simulation pour l'aide à la réduction des effluents. Congrès International Effluents Vinicoles. Narbonne. *Editions du CEMAGREF*

RACAULT Y., LENOIR A., (1994). Evolution des charges polluantes de deux caves vinicoles du Sud Ouest de la France sur un cycle annuel. Congrès International Effluents vinicoles. Narbonne. Editions du CEMAGREF

ROCHARD J., (1992) Réduction de la charge polluante et du volume des rejets dans les caves vinicoles. *Revue française d'oenologie*, 134, 11-20.

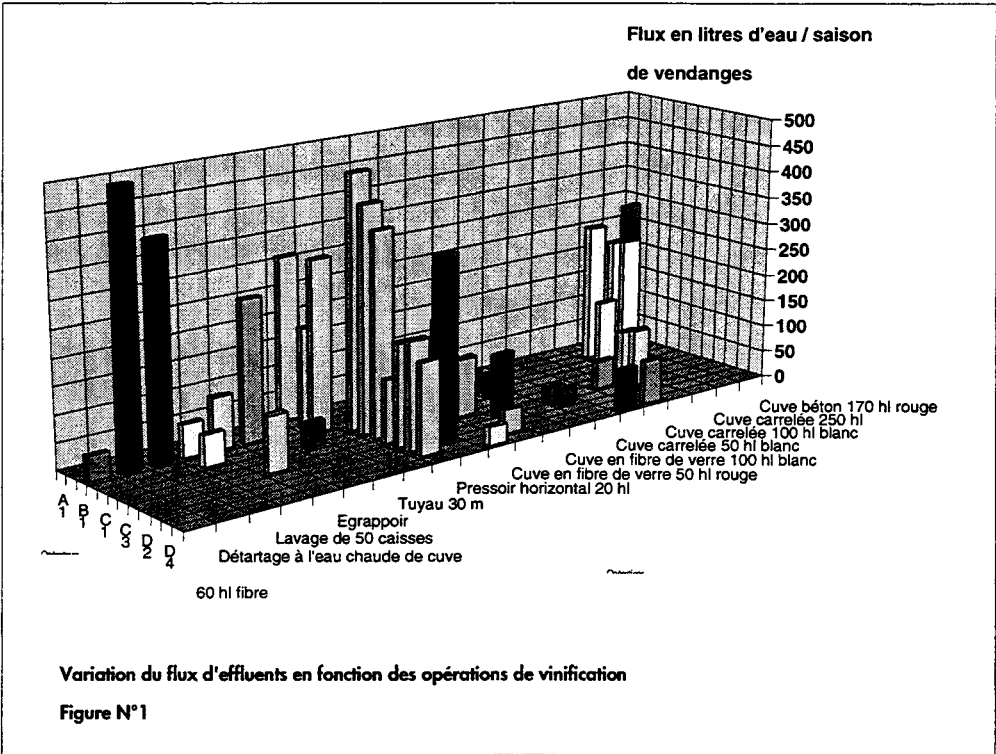


Tableau n° 1 : Variation de la consommation d'eau selon les caves

CAVE	ANNEE	VOLUME VIN HI	EAU consommée M ³	RATIO L eau/L vin
A	1995	550	100	1,80
	1996	1200	214	1,78
B	1995	2600	446,5	1,70
	1996	3740	741	1,98
C	1995	2700	568	2,1
	1996	3200	852,5	2,66
D	1995	1650	142	0,86
	1996	1850	200,7	1,08
E	1995	1600	93	0,58
	1996	1950	150,8	0,77
F	1995	586	223,8	3,80
	1996	1167	349	2,99
G	1996	1300	281	2,16
H	1996	2100	293	1,39
I	1996	1100	136	1,23
J	1996	1300	155	1,19
K	1996	1100	169	1,53

Figure 2 : Répartition des flux de rejets vinicoles selon l'année.

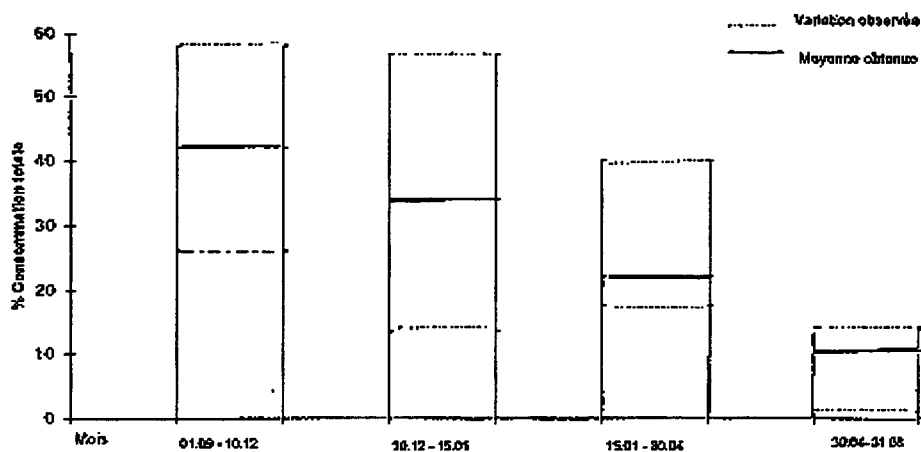


Tableau n° 2 : Caractéristiques physico-chimiques des effluents en fonction des opérations

PERIODE	Type de nettoyage	BL-R/Rouge	DCO (mg/l)	DBO5 (mg/l)	MES (mg/l)	pH
Avant récolte	Détartrage cuve		620	380		
	Détartrage cuve Lavage après détartrage		560 90			13,1 9,7
Récolte	Pressoir	Blanc	2880	1495	360	
	Pressoir		12800			6,1
			9900			6,5
			6700			6,2
			7400			4,5
			4200			7,1
	Pressoir	Blanc	9440	5060	1810	
	Pressoir	Blanc	1610	785		6,6
	Pressoir +détartrage	Blanc	4800			11,8
Décuvage	Cuve	Rouge	4200			6,9
	Cuve	Rouge	5100			7
	Cuve	Blanc	3100			6,3
	Cuve	Blanc	3300			6,7
	Cuve	Blanc	1700			6
Débourbage	Cuve	Blanc	144000		12640	3,6
	Cuve	Blanc	23000			3,6
	Cuve	Blanc	91000			4,4
	Cuve	Blanc	12350	8115		
Soutirage 1 FA	Fin de fermentation	Blanc liqueureux	25750	14500	4900	
	Fin de fermentation	Rouge	4990	2840	248	
	Fin de fermentation	Blanc	4190	2240	817	
	Fin de fermentation	Blanc	17820	7620	13680	
		Blanc	22375	11800	29500	
	première fermentation	Rouge	117600	71000		
première fermentation	Rouge	106000	67000		3,5	
Soutirage 2 FML		Rouge	43370	14000	42870	
Filtration	Filtre à terre	Blan liqueureux	170400	115400	149760	
	Filtre à terre	Blanc sec	18410	8100	8800	4

Caractéristiques des rejets vinicoles de la région de Cognac - Filières d'épuration

Characteristics of wine and spirits effluent in the Cognac region - Waste water treatment processes

B. Galy (*), M. Ménier ()**

(* Station Viticole du Bureau National Interprofessionnel du Cognac
69, rue de Bellefonds 16100 Cognac (France)

tel : 05 45 35 61 00, fax : 05 45 82 86 54, e. mail : < 100 350.224@compuserve.com

(**) REVICO, Saint Laurent de Cognac 16100 Cognac (France)

tel / fax : 05 45 82 49 99

Résumé - Pour la région de Cognac, la distillation est la principale source de rejets d'effluents d'origine vinicole auxquels peuvent s'ajouter les rejets des chais de vinification.

Le nettoyage des machines à vendanger engendre des consommations d'eau élevées de l'ordre de 3 m³ par lavage. Les effluents de vinification correspondent aux eaux de lavage, des installations de réception de vendange, de pressurage, et des cuves. Les mesures effectuées donnent des ratios de consommation d'eau qui ne dépassent pas 15 litres par hl vinifiés avec une charge moyenne inférieure à 10 g/l de DCO.

L'épandage sur terrains agricoles ou sur vignes est la filière d'épuration des rejets qui convient aux petites ou moyennes installations.

L'usine REVICO propose une autre alternative en prestation de service. Le site permet le traitement de 500 000 m³ de vinasses sur 6 mois. Il est équipé de 4 digesteurs de méthanisation de 5 000 m³ et de lagunes aérées permettant de compléter l'épuration avant rejet dans le milieu naturel.

Abstract - *In the Cognac region, the main source of effluent from the wine and spirits industry is produced by distilleries but may also include washing water from grape harvesting and wine-making.*

The waste from distilleries comprises mainly wine lees with average COD of 30 g/l.

Cleaning grape harvesting machinery consumes considerable volumes of water of around 3 m³ per washing. Wine-making effluent is water that has been used for washing grape harvesting machinery, wine presses and vats. Measurements made in this field show water consumption ratios that are less than 15 litres per 100 litres of wine with an average COD of less than 10 g/l.

For treating all this water, the industry uses two systems.

The best solution for the small and medium sized producers is to spread the waste on agricultural land or vineyards.

For large-scale producers, the Cognac Lees Recycling plant (REVICO), which is one of Europe's largest methane plants, can treat 500 000 m³ wine lees between November and April. The site has four 5000 m³ methane digesters and aerated lagoons for completing the treatment before discharging the waste into the natural environment.

Mots clés : dépollution, vinasses, effluents vinicoles

Keywords : depollution, wine lees, wine and spirits effluents

1. Introduction

La production du Cognac est génératrice de rejets chargés de matière organique. Les ateliers de distillation, qui étaient considérés depuis la moitié du XIX^e siècle comme des établissements à caractère insalubre, sont soumis depuis 1976 au régime des installations classées pour la protection de l'environnement (ICPE). La région de production du Cognac a donc été très tôt confrontée au problème de la gestion de ses rejets.

Depuis plus de trente ans, l'épandage des vinasses est autorisé sur vignes en charentes. Cette technique qui demande une gestion rigoureuse a l'avantage de concilier les obligations d'épuration avec les aspects agronomiques du vignoble.

Une autre filière d'épuration via la méthanisation a été mise en place. Le centre de retraitement des vinasses de Cognac (REVICO) fonctionne aujourd'hui comme un prestataire de service auprès des grandes distilleries et des bouilleurs de profession.

Suite à l'évolution réglementaire qui rattache les unités de vinification au régime des ICPE et à l'ajustement du calcul de la redevance des Agences de l'Eau, nous avons réalisé une approche de caractérisation des effluents des chais de vinification. Des mesures de volume et de charge polluante, des effluents de vinification des vins de distillation et des eaux de lavage des machines à vendanger, ont été effectuées au cours de trois récoltes successives.

2. Rejets des ateliers de vinification

Matériels de récolte et de transport de vendange

Le lavage quotidien des matériels de récolte et de transport de vendange représente un des postes les plus importants de la consommation d'eau. Pour ce type de nettoyage des débits élevés sont généralement conseillés et pour y parvenir, une réserve d'eau avec un surpresseur alimentant un tuyau de fort diamètre est souvent nécessaire.

Les conditions du lavage de ce type de matériel sont grandement améliorées par l'aménagement d'une aire de lavage bien dimensionnée qui doit permettre le dégrillage et la récupération des eaux usées. L'installation peut également avoir pour vocation la récupération des eaux de lavages des matériels de pulvérisation.

Les résultats de mesures et d'analyses des rejets montrent que les volumes d'eau nécessaire au lavage d'une machine à vendanger peuvent être importants, jusqu'à 3 m³ par lavage pour une automotrice. La charge polluante des eaux de lavage n'est pas négligeable, elle se situe autour de 10 g/l de DCO brute. Ces données sont en accord avec les résultats obtenus dans d'autres régions viticoles (BLOUIN, 1994).

Il semble difficile de définir un ratio de pollution généré par le lavage des machines à vendanger car pour un lavage quotidien, les quantités de vendange récoltées peuvent varier sensiblement en fonction des machines et des utilisateurs.

Vinification

Les flux de pollution concernent : les lavages quotidiens des installations de réception, de transfert de vendange, de pressurage et de la cuverie de fermentation et de stockage. Les mesures effectuées montrent pour la région de Cognac (tableau 1) un volume et une charge polluante faibles par rapport aux caractéristiques générales des effluents vinicoles (PICOT, 1992). Cela s'explique par la spécificité de la vinification charentaise pour laquelle les

interventions œnologiques sont très réduites et qui par conséquent génère des volumes de rejets faibles et peu chargés de pollution organique.

Dans le cadre de la production des vins de distillation, les interventions du vinificateur sont limitées. Il n'est fait appel à aucune préparation particulière du moût ou aucun traitement œnologique générateur de rejets supplémentaires.

Tableau 1 : Volumes et charges polluantes des rejets de vinification à Cognac résultats moyens pondérés pour un site représentatif de l'activité

	1993	1994	1995
Compteur d'eau (m ³)	60.2	83	83
Effluents (m ³)	61.5	85	81.5
Production de vin (Hl)	4500	7200	4900
Litres d'eau / hl vinifié	13	11.8	16.6
DCO mg O ₂ / l	8565	9284	7514
MES g/l	1.63	0.7	1.1

3. Rejets de distilleries

Les vinasses constituent les résidus de la distillation. Lors du procédé charentais de distillation "à repasse", on distingue les vinasses de vin et les vinasses de bonne chauffe.

Les vinasses de vin sont le résidu de la première chauffe en alambic charentais, elles représentent 2/3 du volume de vin mis en oeuvre et leur charge polluante est en moyenne de 30 g/l de DCO. Les vinasses de bonne chauffe (ou deuxième chauffe) représentent 2/3 du volume du "brouillis" mis en oeuvre, leur charge polluante est exclusivement soluble et se situe entre 2 et 4 g/l de DCO.

4. Filières d'épuration

4.1. Usine REVICO

4.1.1. Effluents à traiter

L'usine REVICO (Revalorisation des Vinasses Cognacaises) a été créé en 1970 à l'initiative de sociétés de négoce pour le traitement de dépollution des rejets de distilleries.

À l'origine l'unité était équipée d'une installation de concentration qui depuis 1984 a été remplacée par une station de méthanisation autonome sur le plan énergétique.

L'usine traite d'une part, les vinasses de vin collectées par camions citernes dans plus de 200 distilleries de la région, d'autre part les vinasses de lies produites par une distillerie d'État installée sur le site. Plus récemment, des effluents de caves viticoles sont également collectés. L'évolution des volumes d'effluents est illustrée par la figure 1.

Les débits à traiter et les charges journalières sont rassemblés dans le tableau 2, l'unité fonctionne du mois de novembre au mois d'avril en continu grâce à une capacité de stockage adaptée des bassins de décantation.

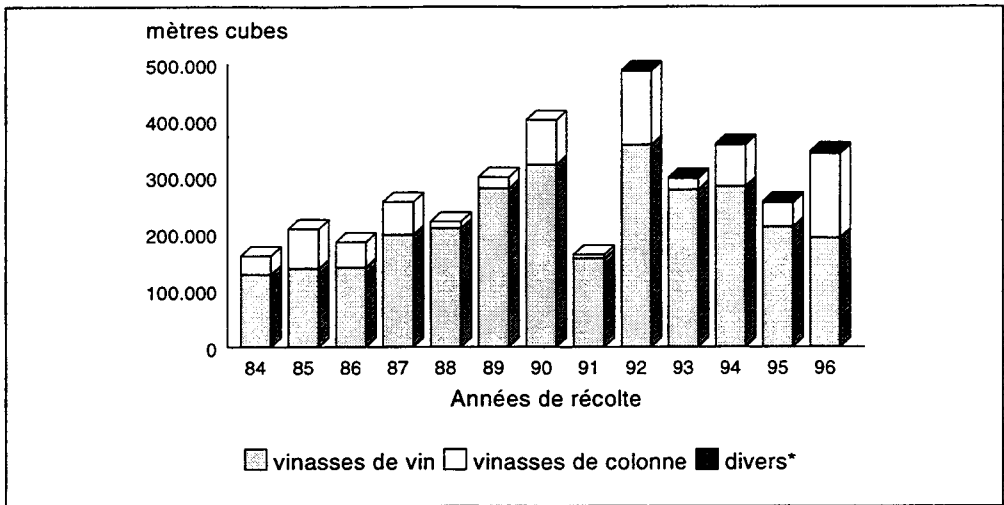


Figure 1 : Volumes et évolution des effluents traités par REVICO depuis 1984
 * vinasses de bonnes chauffées et effluents de caves vinicoles

Tableau 2 : Usine REVICO - débits et charges journalières de novembre à avril

Paramètres	Vinasses de vin	Vinasses de lies
Débit m ³ /h	95	10
DCO brute mg O ₂ /l	30 000 soit 68.4 T/j	50 000 soit 12 T/j
DCO soluble mg O ₂ /l	26 000 soit 59.3 T/j	30 000 soit 3.2 T/j
MES g/l	≈ 1	≈ 50 à 100

4.1.2. Le traitement

Le traitement des effluents est effectué par voie anaérobie à 37° C, séparément pour les vinasses de vin et les vinasses de lies. En aval de la méthanisation, un traitement aérobie par lagunage aéré complète l'épuration avant rejet dans le milieu récepteur.

a) La filière vinasse de vin

Elle traite le surnageant du décanteur primaire dont le taux de matières en suspension est inférieur à 1 g/l. Cette filière comprend un digesteur à film fixé de 6000 m³ avec un garnissage en vrac de 4300 m³ constitué de FLOCOR R qui présente une surface de 220 m² par m³. Le digesteur fonctionne à flux descendant et comporte une recirculation des effluents. La charge volumique nominale prévue est de 15 kg de DCO par jour et par mètre cube. Ce digesteur est prévu pour traiter environ 85 % de la charge polluante totale.

b) la filière vinasses de lies

Elle traite le décantât du mélange "vinasses de vin / vinasse de lies". Elle reçoit également les boues provenant de l'étage de traitement aérobie et les boues extraites du décanteur de la filière "vinasses de vin". Cette partie est constituée par un digesteur infiniment mélangé de 4000 m³ qui comprend un circuit de recirculation avec injection intermittente de biogaz et des agitateurs.

La charge volumique nominale est de 5 kg de DCO par jour et par mètre cube. Un volume de boues équivalent à l'alimentation est extrait par simple débordement et rejoint un décanteur raclé. Ces boues sont ensuite extraites par bandes pressantes.

c) Le biogaz

Une régulation de pression, complétée par un système de casse vide hydraulique maintient dans les digesteurs une pression constante de 10 millibars. Sur chaque digesteur des compteurs à biogaz permettent de contrôler le gaz produit qui est valorisé. Une torchère assure, le cas échéant, la combustion du biogaz qui ne peut être utilisé par l'usine.

Après compression du gaz à 260 millibars, celui-ci est conduit vers une chaudière pour la production de vapeur saturée à 10 bars et vers deux moteurs thermiques qui entraînent chacun un alternateur d'une puissance unitaire de 400 kW.

La vapeur produite est utilisée principalement pour le fonctionnement de la distillerie d'État ; le solde sert à la production d'eau chaude, au dégazage thermique de l'eau de chaudière et au fonctionnement d'un évaporateur pour la production de moût concentré.

Les deux groupes électrogènes fournissent une quantité d'énergie électrique supérieure aux besoins de l'usine, l'excédent est alors vendu à EDF.

Un ordinateur de procédé gère la totalité du site de dépollution : régulation de température, de débit, de pression, ainsi que l'optimisation entre la vente de courant électrique ou la production de vapeur.

d) Traitement aérobique ou finition

La première étape de traitement des vinasses conduit à un abattement de la DCO de 90 % et à une concentration en DCO des effluents de 3000 mg/l. Un traitement complémentaire est donc nécessaire.

Une lagune aérée de 10 000 m³ équipée de 11 turbines flottantes de 22 kW reçoit les effluents de l'étage anaérobie. Après passage dans un décanteur, les rejets transitent dans une série de bassins de lagunage avant de rejoindre la rivière.

Un débitmètre équipé d'un préleveur automatique nous permet de connaître exactement les différents rendements de notre unité de dépollution. Le rendement total de l'installation est de 97 % sur la DCO, 99 % sur la DBO5.

4.1.3. Production d'énergie

Pour la campagne 1992/93, l'équivalent de 4000 TEP (Tonnes Equivalent Pétrole) ont été produites sous forme de biogaz à partir de 480 000 m³ d'effluents livrées par les adhérents.

4.1.4. Coût du traitement

Les tarifs appliqués aux livreurs varient selon la nature des rejets :

vinasses de vin : 3.60 F/hl,

vinasses de bonne chauffe et effluents de cave : 1.80 F/hl

De plus, dans la mesure où l'adhérent a livré la totalité de ses rejets, REVICO accorde une ristourne de 0.50 F/hl.

À ces coûts de traitement, il convient d'ajouter le coût du transport qui varie selon la distance de 2.50 à 3 F/hl.

4.2 Epandage sur terrains agricoles ou sur vignes

La législation autorise l'épandage des vinasses sur vigne jusqu'à 60 m³ / ha (décret de 1973 et accord de la Profession Agricole).

L'Agence de l'Eau impose un suivi strict par la mise en place de plans d'épandage. Il est recommandé de faire de l'épandage en dehors des périodes humides, après l'hiver et donc de disposer d'un stockage correspondant au volume de vinasses produites lors d'une campagne.

Sur le plan viticole (LACOUTURE, 1975), l'épandage en sol calcaire permet de lutter efficacement contre la chlorose car la dissolution du sulfate de fer utilisé pour ce mode de lutte est facilitée par les vinasses. Par leur valeur fertilisante, les vinasses apportées représentent l'équivalent d'une fumure d'entretien pour la vigne (CANTAGREL, 1990).

La technique utilisée peut varier selon le site d'exploitation. Le mode le plus souvent pratiqué dans la région est l'épandage par citerne ou tonne à lisier. Une approche économique (EFFLUENTS DE DISTILLERIES, 1994) donne un coût total annuel du traitement (hors main d'oeuvre) de l'ordre de 5 F/hl.

5. Conclusion

La région de Cognac a mis en place depuis plus de trente ans des filières d'épuration des rejets de distilleries.

En amont, l'activité viticole est également génératrice de rejets d'eaux usées chargées de matière organique. Ces effluents sont des eaux de lavage des matériels de récolte et de vinification qui représentent de faibles flux de pollution.

L'évolution réglementaire ainsi que les préoccupations croissantes liées à la protection de l'environnement vont inciter les producteurs à assurer une gestion plus complète des rejets. Les professionnels ont pris conscience du besoin d'intégration des facteurs environnementaux ; cependant la mise à niveau nécessaire devra être progressive et adaptée à l'économie des exploitations viticoles.

Références bibliographiques

BLOUIN J., VENTURA M., PICARD C. (1994). Etude des effluents vinicoles dans les chais particuliers de Gironde. Rapport technique *Fédération Départementale des Centres d'Etudes et d'Informations Oenologiques - BLANQUEFORT*

CANTAGREL R., LACOUTURE J., MENIER M. (1990). L'emploi des vinasses de distillerie à Cognac : leur valeur fertilisante, leur potentiel énergétique via la méthanisation, In : 70^{ème} Assemblée Générale de l'O.I.V. YALTA, 3-13 Sept 1990

EFFLUENTS DE DISTILLERIES (1994). Guide à l'usage des bouilleurs de cru charentais. *Chambre d'Agriculture de la Charente-Maritime*

LACOUTURE J., (1975). L'emploi des vinasses de distillation : leur valeur fertilisante. *Le Paysan français* N° 690

PICOT B., (1992). Pollution engendrée par les établissements vinicoles : nature, critères d'évaluation et caractéristiques. *Revue Française d'Œnologie* N° 134, p. 5-10

Caractérisation des effluents vinicoles : évolution des charges polluantes de deux caves vinicoles du sud de la France sur deux cycles annuels

Characterization of winery wastewater : evolution in the pollution load over two annual periods in two wineries in the south of France

B. Picot*, J.C. Cabanis**

* Département Science de l'Environnement et Santé Publique, et

** Centre de Formation et de Recherche en Oenologie

Faculté de Pharmacie, 15, avenue Ch. Flahault - 34060 MONTPELLIER Cedex 2

email : dsesp@univ-montp2.fr

Résumé - Les eaux résiduaires de deux caves vinicoles du sud de la France, vinifiant essentiellement du vin rouge, l'une d'une capacité de 100 000 hl située en région Languedoc-Roussillon, l'autre de 50 000 hl située en région Provence-Alpes-Côte d'Azur, ont été mesurées lors de deux cycles annuels.

Dans ces deux caves, les volumes d'effluents, 23 et 42 litres d'eaux résiduaires par hectolitre de vin produit, sont relativement faibles comparés à ceux mesurés dans d'autres régions, 35 à 40 % du volume total est rejeté en période de vendange.

Ces rejets sont très concentrés en matières organiques essentiellement solubles et très biodégradables.

Les charges polluantes exprimées en gramme de DCO par hectolitre de vin vinifié ont été de 250 et 260 g/hl pour la période de vendange, 320 et 400 g/hl si l'on considère vendange et soutirage, 400 et 500 g/hl pour l'ensemble de l'activité annuelle.

Abstract - *The characteristics of the effluents produced by two wineries in the south of France has been measured over two annual periods. One winery situated in the Languedoc-Roussillon region has a capacity of 100 000 hl while the other, with a 50 000 hl potential, is situated in the Provence Alpes Côte d'Azur region.*

The volume of wastewater during the vintage or the racking time represented 65% to 75% of the annual volume; the volumes of 23 and 42 l of wastewater / hl of produced wine were lower than the ratio observed in other region of France. However, these ratio were in accordance with the mean data of twelve wineries in the Languedoc-Roussillon region.

These effluents were distinguished by their high concentration of organic matter, primarily soluble and biodegradable. The wastewater was acidic and slightly deficient in nutrients.

For a winery of 100 000 hl, the pollution load could reach 10 000 eq/inhab. For the two studied wineries, the pollution load was 250-260 g DCO/hl produced wine during the vintage, from 320 to 400 g/hl during the vintage and the racking time and from 400-500 g/hl for the global activity..

Mots clés : caves vinicoles, charge polluante, caractéristiques des effluents

Keywords : wineries, pollution load, wastewater characteristics

Introduction

Les activités viticoles, comme la plupart des activités de l'industrie agro-alimentaire entraînent la production d'effluents résultant des nombreux lavages effectués dans la cave. Le caractère saisonnier de ces rejets, leur grande variabilité dans le temps et d'un établissement à l'autre, a conduit pendant longtemps à sous-estimer leur importance. Deux caves importantes du Sud de la France désirant s'équiper d'une installation de traitement de leurs rejets, ont fait l'objet d'un suivi sur deux ans afin d'étudier les caractéristiques de leurs effluents.

Méthodologie des mesures

Les deux caves viticoles étudiées sont des établissements coopératifs qui vinifient essentiellement du vin rouge. La cave n° 1, d'une capacité de 100 000 hl, est située dans l'Hérault, la cave n° 2 d'une capacité de 50 000 hl, est située dans le Vaucluse.

Des mesures de la pollution globale ont été réalisées tous les jours durant les périodes de vendange et soutirage à partir d'échantillons collectés après tamisage dans une cuve réceptrice homogénéisée. Durant la période de faible activité un prélèvement bimensuel a été réalisé.

Les analyses ont été effectuées selon les protocoles préconisés par l'AFNOR.

- Volume des rejets

Le tableau n° 1 montre pour les deux caves le volume annuel d'eaux résiduaires ainsi que la répartition par période d'activité. Les périodes de vendanges et soutirages (septembre à décembre ou janvier) représentent 65 à 75 % du volume total annuel.

Tableau 1 : Volume annuel des eaux résiduaires et répartition par période d'activité.

	CAVE n° 1		CAVE n° 2	
	1994	1995	1994	1995
Production de vin en hl	98000	105000	51000	56000
Volume d'effluents en m ³ /an	2000	2700	2200	2300
Répartition :				
Vendanges	40%	39%	-	35%
Soutirages	25%	27%	-	39%
Reste de l'année	35%	34%	-	26%
Ratio :				
l d'eau / hl de vin produit	20	26	43	41

Pour un même établissement, les volumes d'eaux résiduaires et leur répartition par période d'activité sont assez constants d'une année à l'autre. Par contre, ces volumes sont très différents d'un établissement à l'autre.

Le ratio obtenu sur la cave n° 1, de 0,20 à 0,26 litre d'eau résiduaire par litre de vin vinifié, est un ratio faible comparé au ratio habituellement annoncé de 1 litre d'eau consommée par litre de vin produit (Jusiak, 1994 ; Forgeat *et al.*, 1994 ; Rochard *et al.*, 1995), ratio atteint et même parfois largement dépassé (Racault et Lenoir, 1995) dans des caves du Sud-Ouest de la France. Ce ratio se rapproche de la valeur moyenne obtenue, 0,36 l/l à partir des dossiers de demande d'autorisation de rejet, concernant douze caves du département de l'Hérault

révoyant une installation de traitement de leurs effluents.

Pour la cave n° 2, le ratio de 0,41 à 0,43 litre d'eau résiduaire par litre de vin vinifié se rapproche du ratio moyen calculé par Chastan (1994) à partir des consommations d'eau d'une centaine de caves de la Vallée du Rhône. Cet auteur obtient un ratio moyen de 0,5 litre d'eau consommée par litre de vin produit avec des consommations très variables selon les caves de 0,2 à 1,3 litre d'eau par litre de vin.

Par un même établissement, les volumes rejetés sont très variables d'un jour à l'autre selon l'activité dans la cave. Dans la cave n° 1, en 1994, en période de vendanges, les volumes journaliers d'eaux résiduaires ont varié de 10 à 50 m³ avec une moyenne de 28 m³ pendant les trois semaines d'intense activité.

Durant la période de vendanges, il est très difficile d'attribuer des volumes de rejets à des opérations unitaires en raison de la grande diversité de ces opérations. Les eaux résiduaires proviennent à la fois du nettoyage des quais de réception des vendanges, de lavage des pressoirs, de lavage de cuves. Durant les vendanges, la charge polluante ne peut se mesurer efficacement que par des mesures globales en sortie de cave (Racault et Lenoir, 1995).

Durant la période de soutirages, les eaux résiduaires proviennent essentiellement de lavage d'un nombre limité de cuve. Il est alors assez aisé de ramener les volumes d'effluents et leur charge à une opération. Ainsi, le soutirage d'une cuve de 10 000 hl a été à l'origine de 22 m³ d'effluent correspondant à une charge spécifique unitaire en DCO de 50 g/hl.

Les volumes d'eau utilisés pour le lavage des cuves et les charges polluantes sont très variables et dépendent à la fois du volume des cuves (Rambaud et Bontoux, 1974), du revêtement (Rochard, 1992) et des habitudes du personnel (Viaud *et al.*, 1996).

- Caractéristiques des rejets

Le tableau 2 donne les caractéristiques moyennes des rejets et les valeurs minimales et maximales obtenues lors des périodes de vendanges et de soutirages dans les caves pour les deux années 1994-1995.

Que ce soit en période de vendanges ou de soutirages, la DCO est forte, de l'ordre de 20 000 mg/l en moyenne avec des écarts importants selon les jours de 9 000 à 47 000 mg/l. En 1996, sur l'une de ces caves, il a été mesuré une DCO de 90 000 mg/l sur un échantillon moyen de 24 h. De telles valeurs peuvent s'expliquer par des fuites accidentelles de produits tel que moût ou lie.

D'une manière générale, ces effluents sont très concentrés en matières organiques essentiellement sous forme solubles. Comparativement à des eaux usées domestiques, la concentration en DCO et DBO₅ est de 10 à 50 fois plus élevée.

Ces effluents présentent une bonne biodégradabilité comme le montre le ratio DBO₅/DCO de l'ordre de 0,6 en période de vendanges et 0,5 en période de soutirages.

Le pH moyen de ces effluents est acide (pH 4-5) avec cependant parfois des rejets très alcalins (pH 10 à 12) lors d'ajout de solution alcaline de détartrage.

Pour un traitement biologique aérobie, ces effluents apparaissent légèrement carencés en nutriments comme le montre le rapport DBO₅/N/P voisin de 100/0,7/0,25 en période de vendanges et 100/2/0,35 en période de soutirages.

Signalons également la présence de composés soufrés, de potassium (300 à 400 mg/l) et de composés polyphénoliques qui peuvent présenter une certaine toxicité pour les traitements ultérieurs.

Tableau 2 : Caractéristiques des eaux résiduaires en période de vendanges et de soutirages (Valeurs moyennes et valeurs externes).

	VENDANGES				SOUTIRAGES			
	CAVE N°1		CAVE N°2		CAVE N°1		CAVE N°2	
	1994	1995	1994	1995	1994	1995	1994	1995
Production de vin en hl	98000	105000	51000	56000	98000	105000	51000	56000
Volume d'effluent en m ³ /j	17 0 à 50	24 12 à 50	15 1 à 40	19 2 à 38	6 7 0 à 26	6 7 0 à 28	0 à 30	0 à 44
Volume moyen en période de pointe (15 jours) m ³ /j	28	31	18	22	- -	- -	- -	- -
pH moyen	4,8 4 à 10	-	4,8 4,4 à 5,7	-	- 4,4 à 5,6	-	5,8 5,7 à 6	-
DCO en mg/l	16400 12000- 26000	24600 15000- 47000	19000 12000- 30000	22000 9000- 33000	17700 14200- 23700	18500 12000- 38000	12700 8000- 25200	14600 6800- 23000
DBO ₅ /DCO	0,63	0,65	0,63	-	0,5	-	0,5	0,5
Charge en Kg DCO/j	260 0-600	590 0-1150	285 20-840	415 230-1020	105 0-390	120 0-480	75 0-350	110 0-715
MES en mg/l	2470 300- 8500	2490 2160- 3140	1190 350- 3000	-	4640 1370- 5400	3370 2340- 4440	3490 800- 8660	4190 3520- 5400
N Kjeldahl en mg/l	81	-	52	-	185	-	129	-
P total en mg/l	31	-	17	-	31	-	26	-
DBO ₅ /N/P	100/0,8/0,3		100/0,6/0,2		100/2/0,4		100/1,7/0,3	

- Charges polluantes

Le flux journalier de pollution rejetée est une donnée importante pour dimensionner l'ouvrage de dépollution ; en particulier, il est indispensable de connaître la durée et les pointes de pollution.

Il est intéressant d'observer, dans la figure 1, la comparaison entre les charges rejetées par la cave n° 1 durant les vendanges 1994 et 1995. Comme nous pouvons le constater une variabilité importante apparaît pour une même cave et pour une même période d'activité (DCO de 260 kg/j en moyenne et un maximum de 600 kg/j en 1994, DCO de 580 kg/j en moyenne et un maximum de 1150 kg/j en 1995. Ces différences s'expliquent par une attitude différente du personnel de la cave ; en 1994, sensibilisé par la nouvelle installation, le personnel a limité les rejets inadmissibles tel que moûts, vin, lies...

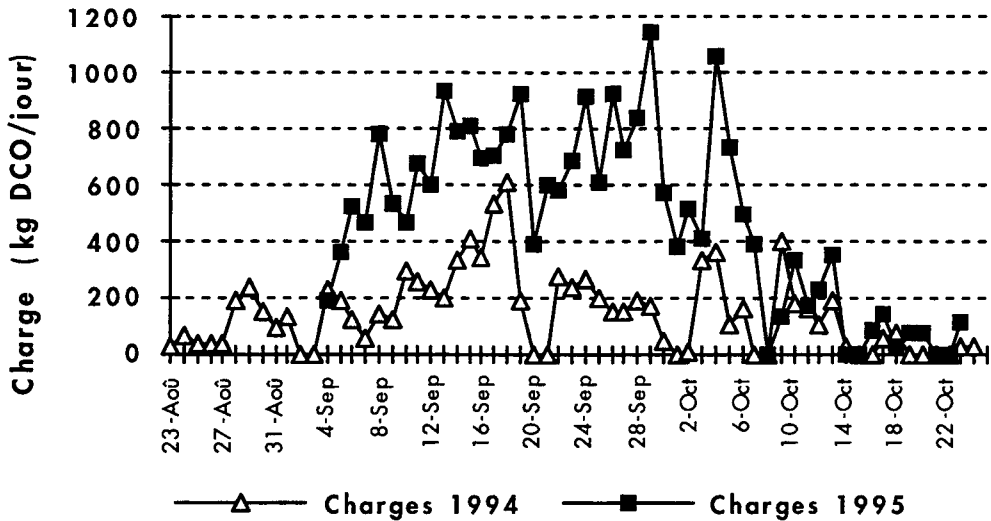


Figure 1 : Charge journalière en DCO des eaux résiduaires de la cave n° 1 pendant les vendanges 1994 et 1995.

Les deux dernières semaines de vendanges correspondent à la période la plus critique en raison du cumul des lavages correspondant aux activités de réception de la vendange et aux lavages des cuves. Pour une cave de 100 000 hl la charge polluante journalière pendant cette période peut atteindre 10 000 équivalent habitant.

Pour les deux caves étudiées, la charge polluante exprimée en gramme de DCO par hectolitre de vin vinifié a été respectivement de 250 et 260 g/hl en période de vendange, de 320 et 400 g/hl si l'on considère vendange et soutirage et de 400 et 500 g/hl pour l'ensemble de l'activité annuelle.

CONCLUSION

En raison de la grande variabilité observée tant en volume qu'en concentration dans les effluents provenant des caves vinicoles, il est absolument nécessaire avant d'envisager le dimensionnement d'une installation de traitement de ces rejets d'effectuer un bilan détaillé de pollution en période de vendange.

BIBLIOGRAPHIE

- CHASTAN P. (1994). Le traitement des effluents dans les caves de la Vallée du Rhône. Actes du Congrès International sur le traitement des effluents vinicoles, organisé par INRA, CEMAGREF, CIVC, Narbonne, Epernay, 20-24 Juin, 225-231
- FORGEAT J.C., DELORS L. (1994). Traitement des eaux résiduaires de cave vinicole en Aquitaine. Actes du Congrès International sur le traitement des effluents vinicoles, organisé par INRA, CEMAGREF, CIVC, Narbonne, Epernay, 20-24 Juin, 79-85
- JUSIAK P. (1994). Le traitement des effluents dans les caves vinicoles en Aquitaine et Midi-Pyrénées. Actes du Congrès International sur le traitement des effluents vinicoles, organisé par INRA, CEMAGREF, CIVC, Narbonne, Epernay, 20-24 Juin, 19-24
- PICOT B. (1992). Pollution engendrée par les établissements vinicoles. *Rev. Franç. Oenol.*, 134, 5-10

- RACAULT Y., LENOIR A. (1995). Evolution des charges polluantes de deux caves vinicoles du Sud-Ouest de la France sur un cycle annuel. *Rev. Franç. Oenol.*, 152, Mai-Juin, 16-18
- RAMBAUD A., BONTOUX J. (1974). Les effluents de l'industrie vinicole. *Technique de l'Eau et de l'Assainissement*. 324(3) 17-20
- RAYNAL J. (1994). Composition des effluents vinicoles. Résultats de mesures effectuées en région Languedoc-Roussillon. Actes du Congrès International sur le traitement des effluents vinicoles, organisé par INRA, CEMAGREF, CIVC, Narbonne, Epernay, 20-24 Juin, 215-218
- ROCHARD J. (1992). Réduction de la charge polluante et du volume des rejets dans les caves vinicoles. *Rev. Franç. Oenol.*, 134, 11-19
- ROCHARD J., VIAUD M.N., PLUCHARD D. et DESAUTELS F. 1995. Les effluents vinicoles. Techniques de réduction de la charge polluante. *Bull. de l'OIV*, vol. 68, 769-770
- VIAUD M.N., ROCHARD J., DESAUTELS F. 1996. Oeno. 2000. Le champagne respectueux de l'Environnement. Journées Techniques de l'Agence de l'Eau Rhône Méditerranée Corse. Les Caves Vinicoles. Avignon, 14 Novembre

De la science au client : le projet ÖKOVIN

From science to clients: the ökovin project

E. Müller

Staatliche Lehr- und Forschungsanstalt
Breitenweg 71, D-67435 Neustadt/W
tel.:(49) 06321671481, fax:(49)06321671222
e-mail: slfa.dmueller@t-online.de

Résumé - Dans de nombreux partenariats entre les instituts de recherche, les partenaires industriels et les entreprises viticoles, des technologies de traitement des effluents viticoles, qui sont spécialement adaptées aux besoins de la viticulture, sont développées, étudiées et optimisées afin de les rendre accessibles à un grand nombre d'exploitations. En ce qui concerne l'introduction des nouvelles technologies dans les exploitations en général petites et moyennes, les possibilités de qualification des employés pour cette nouvelle technologie font défaut. C'est pourquoi en réaction à cela, et dans le cadre du projet pilote ÖKOVIN encouragé par l'Union Européenne et réalisé en étroite coopération avec des partenaires de quatre pays européens viticoles (l'Allemagne, la France, l'Espagne, le Luxembourg), des critères de qualification homogènes sont élaborés pour la nouvelle technologie et un stage de formation continue est développé et testé. Le stage lui-même se compose de deux modules successifs. Le module de base 'Les effluents viticoles' fournit une vue d'ensemble de la problématique des effluents viticoles ainsi que des concepts de solution possibles. Il permet à toutes les exploitations viticoles d'aborder la thématique. S'appuyant sur ce module de base, le module de perfectionnement 'traitement des effluents' s'adresse aux employés des exploitations qui disposent déjà d'une technologie de traitement des effluents ou qui se sont intéressés à en introduire une.

Abstract - *In numerous partnerships between research institutes, industrial partners and the wine industry, wastewater treatment technology, which is especially adapted to the requirements of the wine industry, has been developed, examined and optimised and thus is accessible to a large number of companies. The introduction of new technology in generally small and medium sized enterprises has one obvious weak point: the lack of opportunities for employees to become qualified in this new emphasis. As a reaction to this, the pilot project "Ökovin", supported by the European Union and working in association with partners from four European wine-producing countries (Germany, France, Spain and Luxembourg), defines standard qualification requirements for this emphasis as well as it develops and tests a specific course unit. The course unit itself consists of two successive modules. The basic module "winery wastewater" imparts a fundamental overview of the problems of winery wastewaters and presents possible solution drafts. Following on this, the module "wastewater technique" is drafted especially for employees of such winery companies, which have already chosen a proper wastewater treatment technology or which are interested in introducing one.*

Mots clés : traitement des effluents, formation professionnelle continue, modules de formation, effluents viticoles

Keywords : *wastewater treatment, continuous vocational training, training modules, winery wastewater*

1. Introduction

La prise de conscience croissante des problèmes de l'environnement, les standards concernant l'environnement qui continuent à être renforcées ainsi que l'introduction du principe pollueur-payeur dans la répartition des coûts ont amené, il y a une dizaine d'années, la problématique des effluents viticoles provenant des caves des exploitations viticoles au centre des discussions publiques. Et depuis, les entreprises de bon nombre de pays viticoles européens s'intéressent de plus en plus aux procédés internes qui promettent, outre une protection optimale de l'environnement, un contrôle des coûts de l'environnement. Dans le cadre des partenariats nationaux et transnationaux entre les instituts de recherche, les partenaires industriels et les entreprises viticoles, des technologies de traitement des effluents, spécialement adaptées aux besoins des exploitations, ont été et sont encore développées, testées et perfectionnées afin de les rendre accessibles à un grand nombre d'exploitations.

A cause de l'intégration des secteurs de responsabilité qui n'ont rien à voir avec la production propre comme le traitement des effluents dans une exploitation viticole, les critères de qualification des employés changent également. Il faut donc définir de nouveaux éléments de qualification qui ne sont pas encore garantis par les programmes cadres de formation professionnelle. C'est exactement ici que le projet pilote ÖKOVIN, encouragé par le programme d'action européen LEONARDO DA VINCI, prend son départ.

2. Matériel et méthodes

Le projet ÖKOVIN et ses objectifs

L'objet du projet pilote ÖKOVIN, conçu pour une durée de deux ans (1996 - 1998), réside dans l'élaboration d'un concept commun de qualification pour le secteur technologique 'traitement des effluents' en réaction aux conditions technologiques et organisationnelles qui se sont transformées suite à l'intégration des secteurs de responsabilité qui ne concerne, en aucun cas, la seule production dans une exploitation viticole. L'objet du projet consiste également en la réalisation de ce concept par des mesures concrètes de formation continue pour les employés de la viticulture ainsi qu'en une évaluation pratique. En vue de cela, des objectifs éducatifs, des contenus et des remarques méthodiques sont élaborés au cours du projet pour un stage de formation ; un ensemble d'appuis documentaires pour illustrer ce stage est également établi.

Grâce à la diversité des organismes de formation, le projet cible surtout une transformation rapide, flexible et orientée vers la pratique du besoin de qualification résultant des développements technologiques en mesures concrètes de formation continue. A l'aide de l'offre de qualification qui est adaptée aux besoins, on veut encourager surtout des petites et moyennes exploitations viticoles à accepter plus facilement des innovations technologiques. La composition du partenariat transnational promet une mise en œuvre rapide des connaissances scientifiques au niveau de la formation continue ainsi qu'une prise en considération suffisante des besoins des exploitations. Des organismes de recherche et de formation et des entreprises et associations viticoles de l'Allemagne, de la France, de

l'Espagne et du Luxembourg participent à ce partenariat .

L'Institut public de formation et de recherche pour l'agriculture, la viticulture et l'horticulture (Staatliche Lehr- und Forschungsanstalt für Landwirtschaft, Weinbau und Gartenbau à Neustadt) est chargé de la coordination du projet.

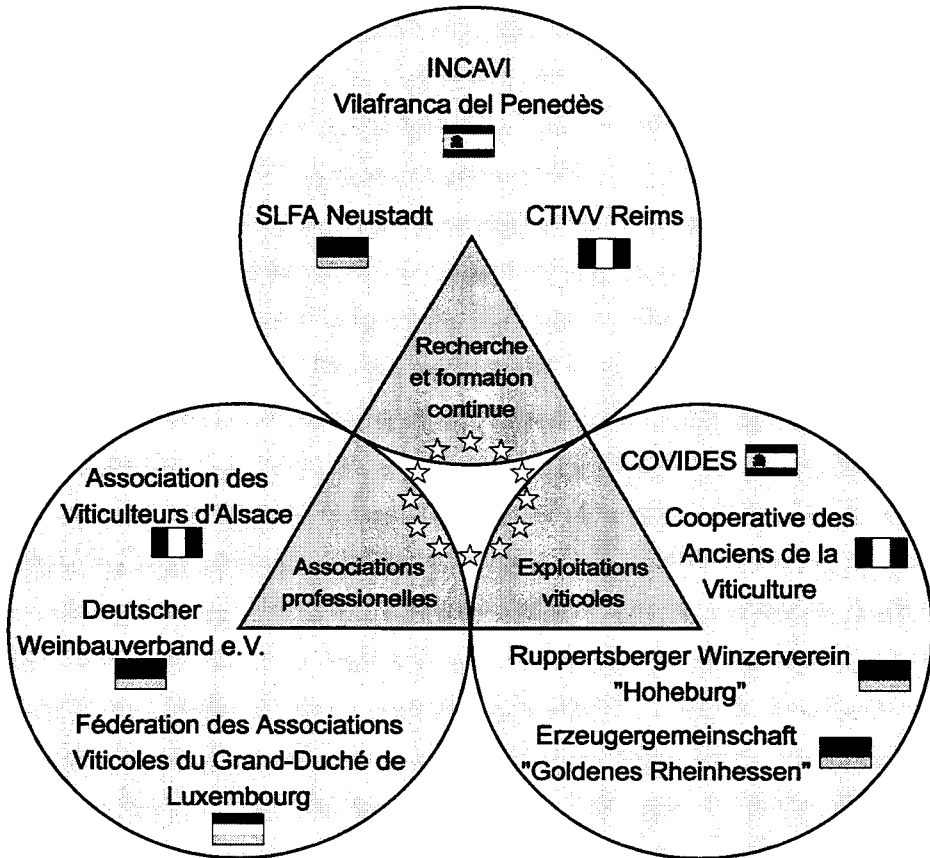


Figure 1: Le partenariat du projet

3. Résultats du projet

Sur la base des premières expériences pratiques des exploitations viticoles participant au projet, un concept de stage, conçu de façon modulaire, a été d'abord élaboré lors de la première année du projet. Ce concept se compose d'une unité de base et d'une unité de perfectionnement. Outre les aspects qui ne concernent que les contenus, le concept comporte un certain nombre de propositions méthodiques privilégiant une méthode active de travail qui permet à chacun d'apprendre par soi-même.

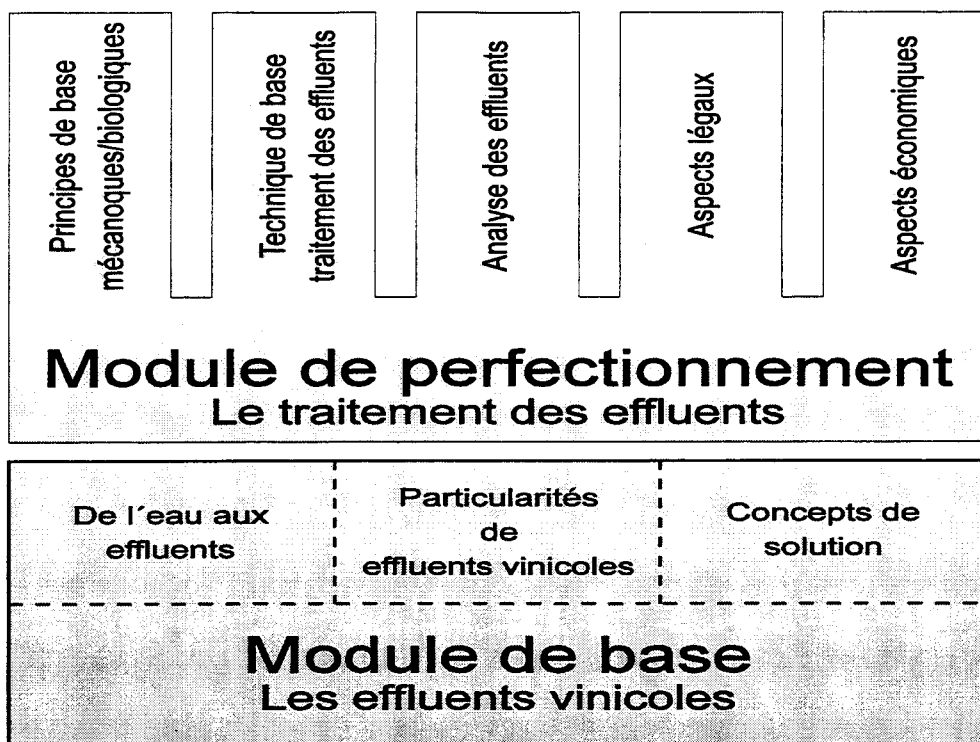


Figure 2 : Le concept modulaire de formation continue 'Gestion des effluents dans la viticulture'

Pour illustrer le stage, on élabore actuellement un ensemble d'appuis documentaires qui contient des transparents, des informations pour le formateur ainsi que des informations et des documents de travail et d'évaluation pour le participant.

Le stage se déroulera la première fois en juin 1998 sous le titre 'Gestion des effluents dans la viticulture' en Allemagne, France et Espagne.

3.1 Le module de base 'Les effluents vinicoles'

Le module de base cible une première approche de la situation des exploitations vinicoles concernant les effluents. L'objectif est de faire connaître les particularités des effluents vinicoles, de considérer l'aspect environnement et de reconnaître et d'utiliser des potentiels de préservation dans l'exploitation.

Le cours de base est divisé en trois sujets. Le sujet 1 'De l'eau à l'effluent' qui présente le cycle naturel de l'eau et les conséquences des interventions humaines au niveau des ressources d'eau, offre l'initiation nécessaire pour comprendre les mesures de la politique environnementale et pour sensibiliser le participant au niveau des réflexions de son propre comportement envers la nature dans la vie professionnelle et privée.

Les particularités des effluents vinicoles font l'objet du sujet 2. Des paramètres importants d'évaluation des effluents comme par exemple DBO₅, DCO, pH et MES sont cités et expliqués. A l'aide de tests rapides simples, les participants ont la possibilité d'examiner eux-mêmes les effluents en fonction de ces paramètres, de les caractériser et de tirer des conclusions en ce qui concerne les causes des charges typiques à la viticulture et des éventuelles conséquences écologiques et économiques.

Afin de limiter les coûts environnementaux des exploitations et les conséquences sur l'environnement, le sujet 3 expose des concepts de solution possibles pour un traitement des effluents vinicoles qui permettent de contenir les coûts et de protéger l'environnement. Les mesures au sein de l'exploitation jouent dans ce contexte un rôle très important, elles permettent déjà une réduction considérable des effluents sans être liées à aucun investissement ou à un investissement négligeable. De plus, et selon les réglementations nationales ou régionales, certains modèles pour une utilisation ultérieure des effluents vinicoles sont présentés comme par exemple le système d'apport, l'épandage agricole ou le prétraitement interne comme ils sont pratiqués en Rhénanie-Palatinat. Des visites sur place concernant les différents modèles complètent la présentation théorique et forment le lien avec les sujets du module de perfectionnement.

Grâce au choix des sujets, le module de base vise un grand nombre d'exploitations. Par exemple, des mesures internes simples peuvent être déjà appliquées au sein de la petite exploitation familiale afin de réduire les coûts. Pour les grandes entreprises, participer à ce module de base pourrait aussi être un moyen de connaître d'autres alternatives d'utilisation en vue d'une mise en œuvre d'une technologie de traitement des effluents.

3.2 Le module de perfectionnement 'traitement des effluents'

Le cours suivant, qui se fonde sur les connaissances du module de base, s'adresse spécialement aux entreprises qui disposent déjà d'une technologie de traitement des effluents ou qui se sont intéressées à en introduire une.

Dans les cinq sujets sont traités, outre les bases biologiques et techniques des procédés de traitement les plus répandus, les aspects légaux et économiques.

Le sujet 1 est consacré aux principes de base mécaniques et biologiques du traitement des effluents.

A l'aide des expérimentations suggestives, on crée les bases nécessaires pour comprendre les modes de fonctionnement des systèmes aérobies et anaérobies.

A partir de là, le sujet 2 fournit une vue d'ensemble des technologies éprouvées de traitement des effluents en se concentrant sur les systèmes aérobies élémentaires. Mais des développements plus aboutis comme par exemple des procédés de recyclage des effluents sont également traités.

Le sujet 3 'Analyse des effluents' traite uniquement les aspects pratiques de la prise en charge de la station. Dans les exploitations modèles, les participants auront la possibilité par

petits groupes de s'exercer sur place à juger, contrôler et superviser les performances de la station. Le contenu du sujet s'étend de la capacité à effectuer les prélèvements et à les conserver d'une façon appropriée aux aspects de la sécurité du travail en passant par des analyses et essais faciles à réaliser.

Le sujet 4 présente les aspects légaux concernant l'exploitation de la station, comme par exemple les mesures de contrôle nécessaires, les réglementations sur l'utilisation des boues d'épuration ou les règlements sur les autorisations concernant le droit des eaux et le permis de construire.

Des aspects économiques de l'installation d'une station font l'objet du sujet 5. A l'aide d'exercices modèles, les participants doivent apprendre, en petits groupes, à appliquer leurs connaissances dans leur propre exploitation et à avoir plus confiance en eux pour l'évaluation et l'estimation des offres potentielles.

Grâce au grand choix des sujets, le module de perfectionnement rend possible pour l'exploitation une initiation plus aisée au traitement des effluents en fournissant au moins les bases du savoir-faire nécessaire pour contrôler une station.

C'est également grâce à cette diversité de sujets que ce module peut proposer à la gestion des aides, à la prise de décision au niveau des procédés et coûts possibles et des conséquences juridiques.

4. Résumé - conclusion

En réaction aux conditions technologiques et organisationnelles qui se sont transformées suite à l'installation d'un système de traitement des effluents, le projet ÖKOVIN, encouragé par la Commission Européenne, a élaboré un nouveau concept de qualification dans la formation viticole continue.

Ce concept prévoit deux modules successifs qui transmettent d'une part des connaissances essentielles sur les effluents vinicoles et d'autre part des connaissances et aptitudes particulières dans le cadre d'une exploitation d'une station de traitement. Un ensemble d'appuis documentaires est élaboré afin d'illustrer le stage.

Au total, dix organismes-partenaires de quatre pays viticoles européens participent au projet ÖKOVIN.

Conception et aménagement des caves

Design and water management in wineries

F. Desautels*, J. Rochard*, M.N. Viaud**

* CTIVV 2, esplanade Roland Garros BP 235
51686 Reims cedex 2 Tél 03 26 77 36 36 Fax 03 26 77 36 30
Email 106654.1077@compuserve.com

** CIVC mission environnement 2, esplanade Roland Garros BP 237
51686 Reims cedex 2 Tél 03 26 77 36 36 Fax 03 26 77 36 23

Résumé - Après avoir repris les différents éléments indispensables pour mettre en place une réelle prise en compte de la gestion de l'eau dans les caves, quelques exemples de cas concrets sont donnés à titre indicatif. Enfin les éléments liés aux aménagements internes sont énumérés et permettent d'initier la réflexion chez le lecteur quant à leur application dans les caves.

Abstract - After showing the different essential elements in order to give a rise to a real water management into the wineries, a couple of real cases are given for information. At last, the different actions called "wineries internal development" are listed and becomes the base of the discussion and reflection for the reader.

Mots clés : cave, revêtement de sols, eau, effluents, aménagement

Keywords : winery, coating floor, water, effluents, development

INTRODUCTION

Les maîtres de chais, œnologues ou chefs de cave impliqués dans la restructuration ou la construction de nouvelles cuveries se posent de nombreuses questions, dont certaines peuvent être liées à la gestion des effluents de caves. Cet article n'a pas pour but d'apporter des solutions individualisées, mais de brosser les divers points sur lesquels il est important de prendre des précautions lors de l'aménagement d'une cuverie pour limiter les effluents.

INSTALLATION DE COMPTEURS

Comptabiliser l'eau qui est utilisée dans les cuveries est devenu indispensable pour affiner les chiffres nécessaires au dimensionnement des ouvrages de traitement des effluents. En effet, malgré les différentes études qui donnent des ratios de consommation par hectolitre de vin produit, il est intéressant de mesurer sa propre consommation compte tenu des énormes variations rencontrées. En effet si l'on tient compte des différentes études, la variation de consommation peut aller de 0,2 à 4 litres par litre de vin élaboré.

D'après la réglementation sur les installations classées soumises à autorisation, les grosses unités doivent tenir ces valeurs (relevées de façon régulière) à la disposition de l'inspecteur des Installations classées.

La mise en place de compteurs ne demande pas de gros aménagements, le bon sens permettra d'installer des compteurs ciblés sur les activités de la cuverie par grande catégorie (ex : embouteillage, cuverie de fermentation... etc).

L'élément important pour les petites caves est de pouvoir séparer les volumes destinés à la consommation privée, l'eau utilisée pour la pulvérisation et la consommation pour la partie œnologique.

MISE EN PLACE DE RESEAUX SEPARATIFS

De tous les aménagements ayant trait au problème des effluents vinicoles, la mise en place de réseaux séparatifs reste l'un des plus importants pour une maîtrise minimale des flux d'eaux dans la cave. En effet, il est impératif avant la mise en place d'un traitement individuel ou collectif (connexion au réseau d'égouts), de pouvoir mettre en place des mesures pour séparer avec efficacité :

- les eaux usées de la cave ;
- les eaux de pluies ;
- les eaux vannes (eaux usées des sanitaires) éventuellement lorsque cela est possible.

La séparation des eaux vannes par rapport aux effluents vinicoles permet de s'affranchir des risques de contamination de pathogènes (simplification de la gestion des effluents par épandage).

Dans le même cadre, si des travaux de réhabilitation sont en cours, pour les très grosses caves, la nécessité de mesurer ses rejets d'effluents peut être demandée par l'administration en charge des installations classées pour la protection de l'environnement. A ce titre, il est important de prévoir d'aménager un endroit permettant de coupler la mesure de débit à la prise d'échantillon, cela s'inscrit complètement dans les procédures d'auto contrôle demandées sur les très grandes installations.

DISPOSITION DES POINTS D'ARRIVEE D'EAU

L'utilisation de l'eau dans les caves est essentielle pour l'hygiène et par conséquent, son influence sur la qualité du vin n'est pas à démontrer. La disposition stratégique des points d'eau est d'une importance non négligeable. Dans de nombreux cas, les caves vinicoles semblent disposer d'assez peu de points d'eau, du moins leur disposition hormis les caves nouvellement construites est très souvent liée aux aménagements successifs d'anciennes constructions. Ainsi, la complexité du réseau peut être une difficulté supplémentaire à sa réhabilitation.

Bien qu'il n'existe évidemment pas de règle précise en la matière, il est préférable, dans la mesure du possible, de pouvoir en tout point de la cuverie accéder rapidement et d'une façon rationnelle aux divers points d'eau. C'est en fait le plus souvent un appel au bon sens, qui déterminera leur positionnement.

Parallèlement à la disposition de ces points d'eau dans la cave, il peut être intéressant de disposer, sur un même emplacement, des éléments suivants :

- eau chaude et eau froide à pression dite " normale " (quelques bars) avec éventuellement des dévidoirs pour la tuyauterie ;

- des prises de branchement électriques : 24V, 220V et éventuellement 380V ;
- des prises d'air comprimé (si nécessaire) ;
- eau froide et/ou chaude sous moyenne (15 à 20 bars) ou haute pression (> à 150 bars) dans certains cas d'équipements centralisés.

A savoir qu'il existe des cuveries ayant opté pour des dispositions en alternance toutes les deux ou trois cuves. A ce niveau l'accès aux " bornes " n'excède pas les 5 à 10 mètres, ainsi la dimension des tuyaux peut être réduite en conséquence.

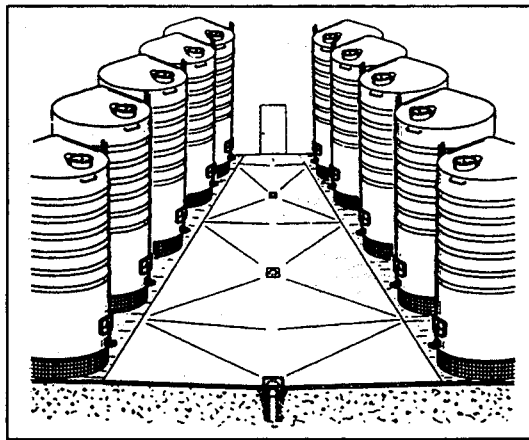
Dans le même temps, l'équipement d'embout à arrêt automatique fiable (vis-à-vis de la solidité notamment) sera un atout supplémentaire dans la course à la réduction de la consommation de l'eau dans les caves, sans pour autant nuire au niveau d'hygiène vinaire.

ECOULEMENT DES EAUX

Le simple écoulement direct vers l'extérieur est à exclure. Pour les aires de déchargement des camions, il peut être prévu soit de couvrir l'aire de travail, soit éventuellement dans la mesure où l'enlèvement est ciblé sur une période précise, la mise en place de vanne trois voies est envisageable afin de limiter au minimum les volumes d'eau de pluie à traiter.

En ce qui concerne la cuverie, il est souhaitable que la distance entre les points d'écoulement soit assez faible afin de faciliter le nettoyage et réduire ainsi les volumes d'eau. Voici une présentation de différentes installations avec leurs avantages et inconvénients majeurs.

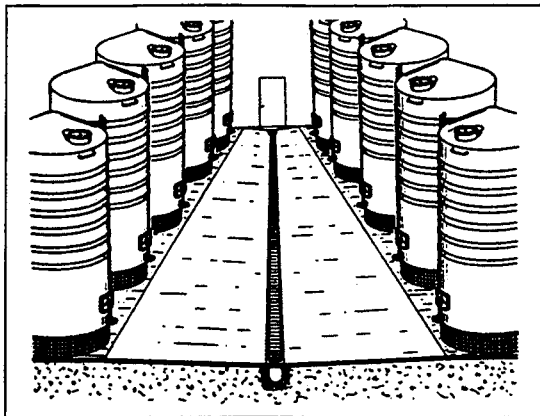
1 - Les Siphons



Écoulement par siphon

L'avantage est la facilité de nettoyage ; cependant les principaux inconvénients sont le risque de formation de plaques (fausse pente à la conception) et la réalisation relativement délicate de ce type d'écoulement.

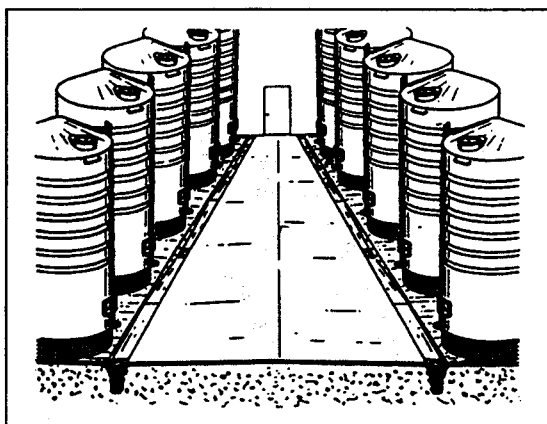
2 - Les Grilles



Ecoulement par grilles

Les avantages ici sont liés à une facilité de mise en œuvre et un très faible risque de fausse pente. Cependant, la difficulté peut venir de l'accumulation de salissures au niveau de la grille ce qui réduit la facilité d'écoulement des effluents et peut être à la source de problème d'hygiène.

3 - Les rigoles



Ecoulement par rigoles ouvertes

Ce type de configuration évite l'inconvénient des grilles et des siphons. La profondeur doit être la plus faible possible afin d'éviter les risques d'accidents pour le personnel. La solution la plus fiable consiste à créer un caniveau aux bords inclinés muni d'un réseau de siphons.

LES REVETEMENTS DE SOLS

Le choix d'un revêtement de sol dans la cuverie est une chose qui est tout à fait particulière, en ce sens qu'il existe un grand nombre de possibilités et de choix. L'un des points de décision le plus délicat est le choix optimal de la résistance et de la nettoyabilité.

Cependant, au sein de la cuverie, le maître de chai doit faire face à deux impératifs qui se contredisent :

- avoir un état de surface le plus lisse possible afin de limiter " l'accroche " des salissures et ainsi contribuer à faciliter le nettoyage des sols ;
- disposer d'un revêtement qui met à l'abri le personnel, des chutes éventuelles par glissade.

Lors de la mise en place d'une cuverie, la glisse des revêtements n'est pas spécifiquement étudiée, hormis sur des passages particulièrement pentus et par conséquent très glissants lorsqu'ils sont humides. Dans ce cas de figure, la difficulté est de pouvoir apprécier cette aptitude à s'opposer à la glisse. En France, l'Institut National de Recherche en Sécurité (l'INRS) basé à Nancy est l'un des organismes à fournir des valeurs quantifiées de mesures sur la glisse. Ainsi, par le biais de mesures de glisse dynamiques, les valeurs obtenues sont très représentatives et permettent de comparer des matériaux qui peuvent être choisis pour leur facilité de nettoyage et leur résistance à la glisse.

On peut alors parler dans ce cas de revêtement de sol antiglissant (et non pas antidérapant) qui permet d'offrir un très bon compromis dans les endroits de passage, devant néanmoins garder une certaine facilité de lavage.

A noter toutefois que les revêtements de sols doivent être adaptés en fonction de la disposition de la cuverie. Ainsi, il pourra être possible de disposer de revêtements très facilement nettoyables dans les endroits où le passage du personnel n'est pas prévu : sous les cuves par exemple, et réserver les antiglissant à des sols en pente.

Dans les cuveries anciennes, les sols en ciment brut sont bien évidemment les plus difficiles à entretenir ; il est reconnu que l'application d'un revêtement minimum de type peinture ou résines synthétiques permettrait d'améliorer grandement l'efficacité du lavage. Attention cependant à l'utilisation de silice dans les peintures car leur dosage est parfois délicat et les revêtements de ce type deviennent, dans les cas extrêmes, très difficiles à entretenir.

L'appréciation de la nettoyabilité du revêtement est une chose qui fait le plus souvent appel au bon sens. Un choix judicieux au départ (résistance aux chocs, antiglisse, porosité du matériau....) et un bon entretien sont des atouts pour assurer une facilité de mise en œuvre des lavages des sols de cuveries.

AMENAGEMENTS INTERNES

On entend par aménagements internes les dispositions matérielles prises pour limiter les volumes d'eau utilisés, à savoir :

- entretien des réseaux d'adduction d'eau (fuite etc.) ;
- mise en place d'arrêt automatique de type pistolet sur tous les points d'eau munis de tuyau souple ;
- limiter l'usage du ruissellement en eau perdue pour la maîtrise des températures, au profit de techniques plus fiables et plus sobres en consommation d'eau ;

- le choix de matériau de cuve offrant une “ accroche ” la plus faible possible (inox avec traitement de surface spécifique).

L'utilisation de l'effet mécanique de l'eau en augmentant la pression et le facteur température reste aussi un facteur de réduction de consommation d'eau au sein de la cave, la liste ci-dessus ne se veut pas limitative.

CONCLUSION

Cet article ne se veut pas exhaustif mais il fait néanmoins le point sur les éléments importants à prendre en compte pour réduire les effluents vinicoles lors de la mise en place d'une cuverie ou durant sa réhabilitation. Il appartient à chacun, en fonction de son cas particulier, de s'inspirer de cette réflexion pour améliorer la gestion de l'eau au sein des caves et ainsi contribuer, en amont, à la diminution de l'impact vis-à-vis du milieu extérieur. Se donner les moyens matériels sont les atouts pour réussir ce pari ambitieux de réduire les volumes d'eau utilisés sans nuire à la qualité de l'hygiène dans les caves.

Néanmoins, au-delà des matériels et des diverses techniques mises en œuvre, la sensibilisation des hommes dans la prise en compte de la gestion de la ressource en eau sera, pour l'avenir, un facteur essentiel et déterminant.

BIBLIOGRAPHIE

DESAUTELS F. Jeunes agriculteurs, Hors série Guide de l'environnement - Mieux vaut relever le compteur, p. 66 - 67

ROCHARD J., PERIN J. , (1990) Feuillet œnologiques. *Le Vigneron Champenois*, Mai, Juin, Septembre

ROCHARD J., DESAUTELS F (1995) Des économies d'eau dans les caves. *Viti*, Janvier, p. 46 - 47

VIAUD MN, ROCHARD J., DESAUTELS F., PLUCHART D., BADIE F. (1998) Eno 2000, Caractérisation des effluents vinicoles champenois, Actes du 2^{ème} Congrès international sur le traitement des effluents vinicoles, Bordeaux 5-7 mai 1998

WiWa: a software for winery waste management

WiWa : un programme pour la gestion des eaux résiduaires des caves

P. Balsari, G. Airoidi

Dipartimento di Economia e Ingegneria Agraria, Forestale e Ambientale
Sezione di Meccanica
via Leonardo da Vinci, 44 - 10095 Grugliasco (Torino) Italy
tel. +39-11-6708587 fax: +39-11-6708591
E-mail: pbalsari@mbox.sicap.it

Résumé - Le traitement des raisins et la maturation du vin donnent des sous-produits qui peuvent être divisés, sur la base de leur teneur de substance sèche, en déchets solides et en eaux résiduaires. Afin d'améliorer la réutilisation et le traitement de ces eaux, le programme WiWa a été mis au point. Ce programme est écrit en Delphi et exige l'utilisation de Windows 3.1 (ou versions suivantes) et une mémoire vive d'au moins 16MO. Ce programme a été développé sur la base de données expérimentales collectées dans un certain nombre de caves du Piémont, concernant des processus de vinification et des techniques de vieillissement typiques de cette zone. WiWa s'articule en quatre parties différentes: caractéristiques de la cave; processus de vinification; détermination des sous-produits et des eaux résiduaires produites; visualisation des résultats. En tenant compte des différentes opérations liées à chaque processus de vinification et de la période où elles sont effectuées, WiWa est à la même de déterminer la production d'eaux résiduaires, de DCO et d'azote total sur base hebdomadaire et mensuelle. Ces déterminations sont effectuées sur la base des coefficients de corrélation déterminés au cours de l'expérimentation dans les caves et qui sont stockés dans un fichier extérieur qui peut être modifié par l'utilisateur. De cette manière, il est possible d'adapter le programme aux conditions de travail des différentes caves.

Abstract - Wine making and maturing process produce by-products that can be divided, in relation to their DM content, in solid wastes and waste waters. With the aim to improve the correct use and treatment of these products, a software (WiWa) has been developed. The software is write in Delphi and require Windows 3.1 and at least a 16MB RAM. WiWa is structured in four different part: vineyard characteristics, wine making process; determination of waste and waste-waters production; results. The program was developed on the basis of experimental data collected in several Piedmont Winery as regards wine making process and maturing technology typical of this area. In its actual version WiWa consider the main type of wines produced - red, white and sparkling - and for each of them the user can make choices as regards the type of process and the type of implement used in his winery for any operation on wine. Thank to WiWa it is also possible to identify those process and implement that produce the main amount of wastes and subsequently chose the solutions able to reduce the production of wastes without affect production quality. First applications of WiWa in some wineries showed a good quality of output data of the programme.

Mots clés : Sous-produits, eaux résiduaires, vinification

Keywords : Waste, wastewaters, winery.

Introduction.

Processing of grapes and wine produces a number of by-products that can be divided, according to their content of dry matter, into solid waste and waste waters (Fumi et al. 1993), (Picot, 1992). The former can be divided into process by-products (stalks, vinasse, dregs and filtration residues) and effective solid waste (broken glass, empty packaging, unusable pallets, etc.) (Balsari e Airoidi, 1995). The waste water consists mainly of the water used to wash the wine-making machines, the containers and floors of the production sector (processing of the grape and storage) and of the sector where the wine is prepared for sale (bottling and packaging) (Caro Pina et al. 1986) (Rochard, 1993).

Despite the considerable reduction in the surface under vines in the last few years, the problem of handling these winery by-products became ever more important. The transition from a production system distributed throughout the territory and characterized by small-medium wine-makers to one characterized by large-medium wineries centered mainly in areas with a high concentration of vines - together with new processing technologies - has increased environmental type risks tied to disposal of these by-products. Various strategies can be used to reduce the negative effects on the environment caused by improper use of these; for example, more or less high level purification of waste waters, separation of the solid fractions, reduction of water consumption, recycling of part of these in agriculture (Granier, 1992). In order to determine the most effective solution for handling these products, the amounts produced in the different months of the year and their main chemical-physical characteristics must be known. For this purpose a calculation program has been developed that is able to determine the amount and chemical characteristics of the waste products in the various phases of wine making.

Structure of the program

The software, known as WiWa (Winery Wastes), has been written in Delphi 1.0 and can be run on a computer with Windows 3.1 or higher operating system and at least 16 MB RAM. When developing the program, due consideration was given to the fact that different technologies and processing methods can be used in wine-making according to the type of wine produced but also the specific decisions of the operator. All this has a decisive effect on organization of the work inside the winery both as regards the type of wine-making machines and recipients used and the number and intensity of the washing operations performed on the equipment. Therefore, the quantity and content of the polluting elements of the waste produced by the winery depend on these plant engineering and operating decisions as well as the construction and functional characteristics of the equipment used (Fig. 1).

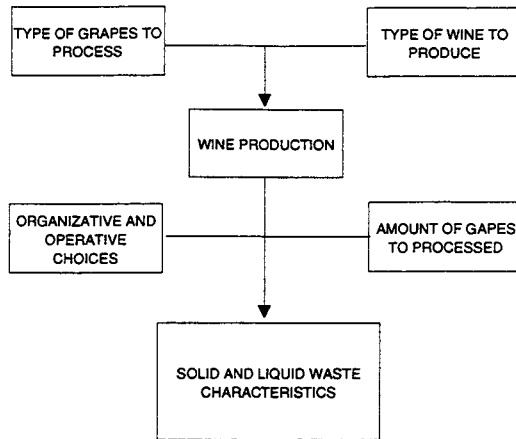


Figure 1 - Calculation scheme of the quantity and quality of winery waste

WiWa is currently structured in such a way as to handle wine-making in red for prestige wines, wine making in red for table wine, wine making in white for moscato, wine making in white for table wine. For each of these production lines, the program is able to determine the processing cycles and all the wine-making machines and recipients used during these. Subsequently WiWa, through guided selection, identifies all the washing operations performed and, for the most important, calculates the amount of washing water used and the chemical characteristics of the waste obtained. These are determined by the program according to experimental data collected at various wineries in the Cuneo area in 1995-1996, and correlations that were identified between the technical characteristics of the equipment used, the amount of washing water used, the COD and nitrogen content of the waste. An example is given of the correlation existing between the amount of water used for washing the leavens (Fig. 2) and the COD content of the waste (Fig. 3) and the dimension of these.

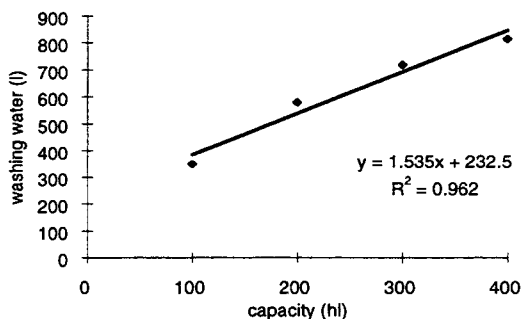


Figure 2. Fermenters: use of the washing waters according to their capacity.

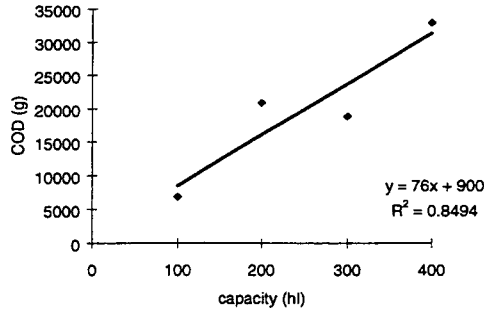


Figure 3 - Fermenters: Production of COD in according to their capacity.

According to the amount of grapes processed and the processing cycles applied at the winery, WiWa is able to determine the polluting load of the waste water produced by the winery on an annual basis and, taking into account the operations performed in the various periods of the year, also on a monthly basis.

The basic structure of WiWa, shown in figure 4, consists of 4 main parts: a) general information about the company; b) wine-making method; c) calculation of the quantity and quality of waste; d) graphic presentation of the results obtained.

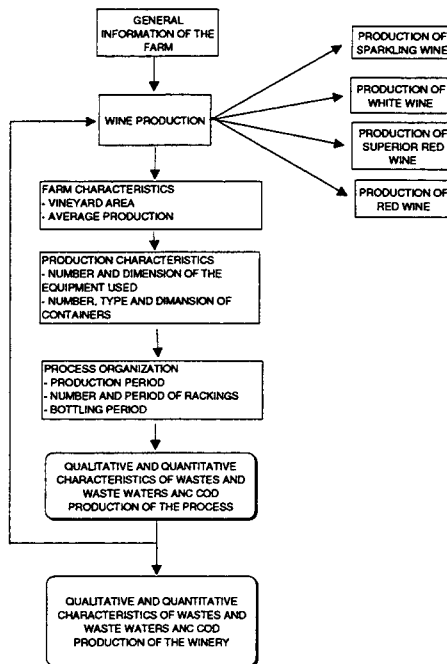


Figure 4 - Structure of the WiWa program.

General information about the company

In this first part of the program, the user is asked to provide, with guided replies, various information required to locate the company, to identify its size (surface under vines, amount of wine currently sold), and which is also useful for defining current waste management methods.

Method of wine-making

The second part of the program is designed so that the program can acquire all the information required to determine the quality-quantity characteristics of the waste products for each of the wine-making cycles carried out. In particular, the user is asked to provide the following information, once again with guided replies, for each of these: quantity of grapes effectively processed at the winery; wine-making period; wine-making management method; construction characteristics of the equipment and recipients used; number of transfers and period in which these are carried out; bottling method and period.

Calculation of the quantity and quality of waste products

At this point, the program calculates: a) the amount of wine to be processed in subsequent phases and the number of recipients required for these operations as well as the quantity of processing by-products; b) the quality-quantity characteristics of the waste produced by each single washing operation and during the various processes.

As mentioned above, this is performed using experimental information in the form of first degree equations whose coefficients are held in a user-modifiable file. In this way, the program calculation parameters can be updated and adjusted according to the results obtained from further experimental checks and acquisitions.

Graph and table type display of results

Use of this menu permits table type and graphic display of the by-products of the individual processes (stalks, grape seeds, fermented vinasse, dregs), the amount of wine produced, the amount of waste water also expressed in quantity per hectoliter of wine produced. Graphic presentation is in absolute and relative terms and divided into the various processing phases (wine-making, decanting, bottling) (Fig. 5).

Also, according to the period in which the various washing operations are performed, the monthly production of waste waters is indicated (Fig. 6).

All these graphic displays - calculation of annual production and distribution of this in the various processing phases and different months of the year - are provided both as regards production of COD and also of nitrogen.

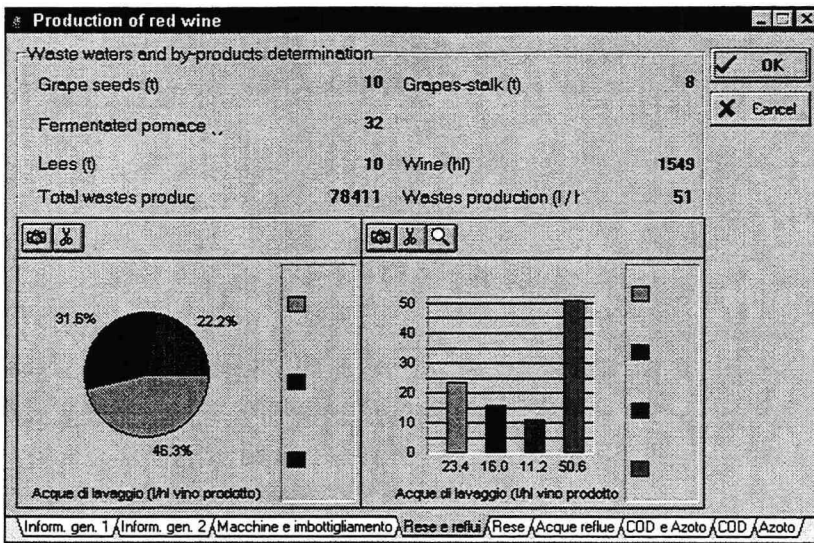


Figure 5. Example of WiWa output: winery yield and production of waste waters during the entire production cycle of red table wine

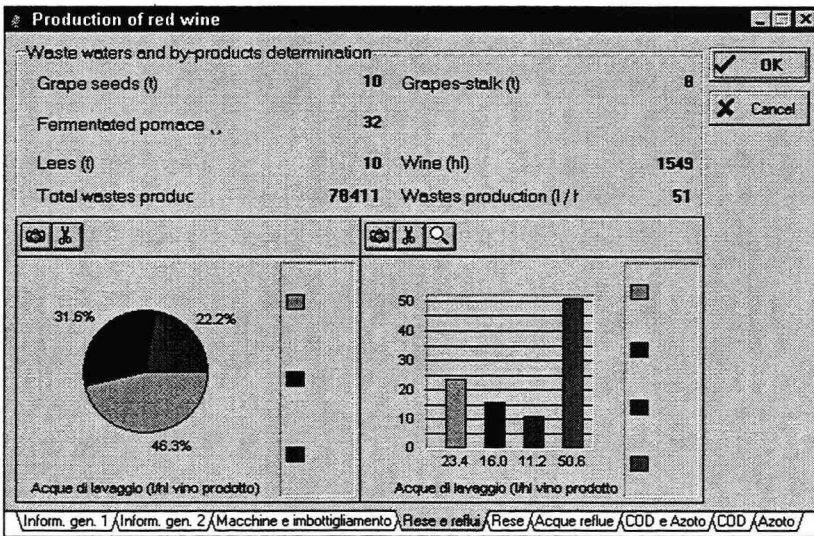


Figure 6. Example of WiWa output: production of waste waters during the year in the production cycles of a red table wine

Initial checks on the accuracy of the program output data

Initial checks were made on the program in particular as regards the production of waste waters and COD. To do this, various methods of wine-making were inserted in the program, each characterized by different methods of processing the grapes and use of different types

of wine-making equipment. The output data of the program were compared with experimental data available in literature and referring to similar wine-making cycles (Picot, 1992; Rochard, 1993; Darnis, 1993; Balsari and Airolidi, 1995). As can be seen in Table 1 which gives the results of this comparison, the data referring to production of waste waters and COD taken from the WiWa program and expressed respectively in liters and in grams per hectoliter of wine produced, are characterized by values within the range of variation indicated in literature.

Wine type	waste waters production (l/hl)	COD production (g/hl)
sparkling	73 (30-82)	588 (450-600)
superior red	46 (20-50)	641 (450-600)
red	59 (35-75)	504 (450-600)

Table 1 - Comparison between production of waste water and COD obtained from the WiWa program and those taken from literature (indicated between brackets)

Conclusions

In its current version, WiWa is able to determine the amount and the main chemical characteristics of waste products of grape processing for each single winery and wine-making cycle.

The data referring to each wine-making cycle can be easily accessed and if necessary modified; apart from permitting correction of any errors during data entry, this makes it possible to use the program also as decisional model. "Running" the program several times and entering different input parameters, it is possible to identify operating solutions able to reduce production of waste waters.

The calculation program will be further implemented in order to permit automatic identification of technical-operating solutions that make it possible to reduce the waste waters and those most suitable for subsequent management of these (use in agriculture, complete purification, etc.).

This decision will be made considering both technical-plant engineering aspects (type, number, size and operating capacity of the machines) and economic and environmental factors. To optimize selection of technical-operating solutions able to restrict environmental damage tied to management of these waste waters, theme-based maps will be drawn up, also through satellite observations, so as to provide information regarding the location of the wineries in the analyzed area and the possible negative effects caused by disposal of the waste products produced by these.

References

- BALSARI P., AIROLIDI G. (1995). Caratteristiche quali-quantitative e modalità di smaltimento delle acque reflue derivanti dalla lavorazione dell'uva: primi risultati di una indagine conoscitiva svolta in Piemonte. Rivista di Ingegneria Agraria Quaderno n. 17.
 CARO PINA I., SALES MARQUEZ D., VARCARCEL MUNOZ M.J., PEREZ

- RODRIGUEZ L. (1986) - Determination de la charge polluante et nature des dechets dans les chais d'elaboration des vins - Connaissance Vigne Vin 20 n. 2 (107-118)
- DARNIS R. (1993). Impact sur l'environnement des effluents des caves vinicoles - AFGR - La gestion des effluents vinicoles. Montpellier
- FUMI M.D., MACCARINI L., MARCHETTI R. SILVA A. (1995). Aspetti qualitativi dei reflui liquidi e solidi prodotti dalle cantine dell' Oltrepo Pavese - Atti del Convegno "Trattamenti reflui da cantina" Aspetti impiantistici e ambientali. Casteggio (Pavia) (21-34)
- GRANIER P. (1993). Un logiciel de simulation pour l'aide a la reduction des effluents - AFGR - La gestion des effluents vinicoles. Montpellier
- PICOT B. (1992). Pollution engendree par les etablissements vinicoles: nature, criteres d'evaluation et caracteristiques Revue francaise d'oenologie n. 134 (5-10)
- ROCHARD J. 1993. Prise en compte des aspects lies a l'environnement au cours de l'elaboration des vins - AFGR - La gestion des effluents vinicoles. Montpellier

Life cycle analysis for evaluating the impact of winery activities

L'analyse du cycle de vie pour évaluer l'impact des activités d'une cave vinicole

J. Mata-Alvarez^(a) and J. Palau^(b)

(a) Dept. Chemical Engineering. University of Barcelona Martí i Franquès 1, Pta. 6.
E-08028 Barcelona Tel +(343) 402 1305; Fax +(343) 402 1291; E-mail:
jmata@medicina.ub.es

(b) Freixenet. Joan Sala, 2. 08770S.Sadurn d'Anoia. Tel.+(343) 891 7000 Fax. +(343)
8917057

Résumé - L'analyse du cycle de vie (ACV) est un puissant outil qui peut être utilisé pour étudier l'impact environnemental d'une industrie dans une approche holistique. L'analyse ACV constitue une méthode d'évaluation de la consommation de la ressource et des impacts sur l'environnement. Pour une évaluation correcte de l'impact d'une cave, il est nécessaire de considérer :

- a) l'impact des matières premières brutes et les consommations d'énergie
- b) la principale matière est le vin et l'impact de la production viticole devrait être aussi considérée (herbicides,...consommations diverses)
- c) le verre est une autre importante matière première et l'impact de sa fabrication sur l'environnement doit aussi être considéré
- d) il est aussi important de prendre en compte l'impact des auxiliaires de la fabrication du vin (terres de filtre, etc...)
- e) l'impact de la consommation d'eau

Une analyse complète devrait aussi considérer les impacts des produits, sous-produits et déchets du verre, les eaux résiduaires. Ce dernier élément implique une consommation d'énergie qu'il faut aussi inclure. Finalement ce type d'analyse doit considérer tous les impacts associés avec toutes les opérations de transport incluses.

Abstract - *Life Cycle Analysis (LCA) is a powerful tool that can be used to analyse the environmental impact of an industry in a holistic approach. LCA is a systematic way of evaluation applied to the resource consumption and to the environmental emissions.*

For a correct evaluation of the impact of a winery, it would be necessary to consider:

- a) *The impact of the raw materials and energy inputs*
- b) *Main raw material is wine and the impact of their production should also be considered (herbicides, etc. consumption).*
- c) *Glass material, as another important raw material, and the impact of their manufacture should also be considered.*
- d) *It is also important to consider the impact of the auxiliaries manufacture (filtration earth, etc.).*
- e) *The impact of water consumption*

A complete LCA should also consider the impacts of the products, by-products and wastes. residual glass, wastewaters. This latter implies the power consumption, which is another item to be included. Finally LCA has to consider all the impacts associated with all the transportation operations included.

Mots clés : Analyse du cycle de vie, sous-produits, eaux résiduaires, vinification

Keywords : Life cycle analysis, waste, wastewaters, winery.

INTRODUCTION

It is clear that a clean technology can definitively help the problem of waste management in a winery (Palau and Mata-Alvarez, 1998). However, there are other factors than contribute to the environmental impact of the wine industry and that should not be neglected.

The United Nations have defined clean production as an approach in which production is carried out in order to prevent or minimise the risks for human health and the environment at a short and long term. This implies that, to measure this «cleanness», it is necessary the consideration of the actions taken by the suppliers, the users and the waste managers in relation with the raw materials, products and by-products related with the process. How can we measure all these contributions? One of the best procedures is to set up what has been called a Life Cycle Analysis (LCA). LCA is a systematic approach that analyses the consumption of resources and the emission of wastes, as schematically is shown in Figure 1 (Azapagic and Clift, 1994). It is very important to set the limits of the system, which normally will be where the raw materials are extracted and where the wastes are finally destined.

LCA allows to compare different products with the same function, which can be useful to improve the environmental impact of several products. In addition LCA can identify the step of the life cycle with a larger impact. Then, it would be possible to act on this step to improve the overall impact of the product.

Steps in a LCA

A conventional LCA should be carried out in accordance with a number of steps:

1. A definition of the objectives, limits of the system and the operational unit of the analysis (in the case of a winery, this operational unit could be the production of 1000 bottles of wine).
2. Inventory: This step implies to quantify all the flows of the system

ENVIRONMENTAL LOADS

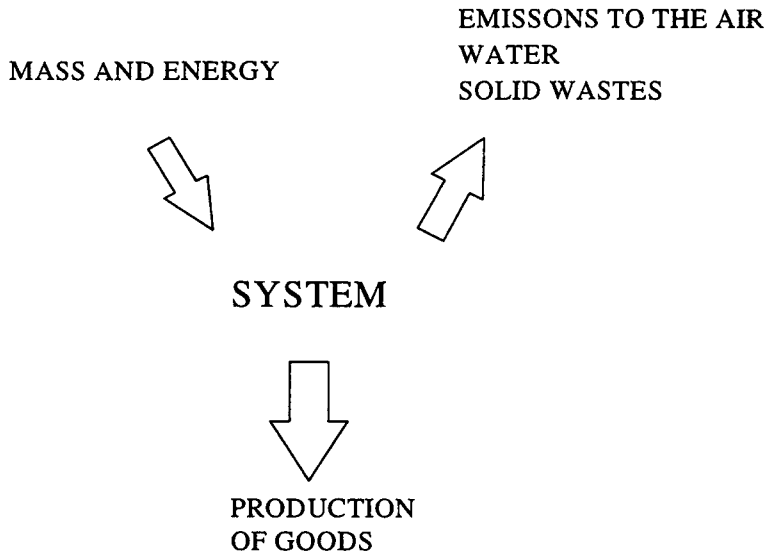


Figure 1. Environmental Analysis in a System

3. Impact assessment: It is an evaluation of the resource depletion and the impacts accompanying all the flows
4. Application of the LCA for:
 - 4-a To describe the interactions of a product to the environment
 - 4-b To achieve a better comprehension of the interdependent nature of the environmental impacts of a human activity**
 - 4-c To allow to take decisions with reliable information on the environmental impact of the activities and the possibilities of improvement.

INVENTORY

The inventory is the nucleus of a LCA and will consume the largest part of the time in performing a LCA.

The inventory can be divided into four steps

- 1 The flow-diagram construction
2. Recollection of data
3. System limits setting
4. Data processing

Of all these steps, the flow diagram represents the starting point for a LCA. In LCA, the flow diagram is a graphical representation of all the representative process involved in the life cycle of the system studied. It is formed by a sequence of processes, represented by squares, linked by the mass flows. The centre of the diagram will normally be the process under consideration. Upstream, will be the extraction of raw materials and associated energy flows, downstream will appear the consumption of the produced goods and the final destination of wastes.

FLOW DIAGRAM FOR WINE PRODUCTION

As an example, the flow diagram for wine production will be set up as a starting point for a LCA set up. As stated above, the flow-diagram begins with the production process, in the present case would be the manufacture and expedition of wine. Mass balances should be carried out to quantify all the inlet and outlet flows of the process (see Figure 2).

In a second step all the upstream flows will be considered:

- a) Grape crops: This is the main and raw material for wine production. The grape flow to the production centre, is now known and what should be stated in this step is the consumption of fertilisers, herbicides, fungicides, etc. together with the hours of tractor

used (which represents a consumption of fuel)

- b) Bottle manufacture: The impacts of bottle manufacture represent also an important contribution. Raw materials for glass production, energy requirement, and other factors have to be considered in the analysis. Waste products of this process should be also taken into account.
- c) Other raw materials (plastic, earths, surfactants, miscellaneous materials, etc.). A preliminary assessment is recommended to decide if this step is relevant or not. It is always advisable to reduce the complexity of a LCA.
- d) Packing manufacturing (cardboard and other materials). The same considerations as in the case of bottle manufacturing can be made on this step.
- e) Water consumption. After quantifying the water flow, it is necessary to consider the amount of energy required for water treatment, consumption of activities (if any, etc.)

In all the upstream processes an other important factor should be considered: The transportation factor (pointed out as a «T» in Figure 2). Transport of raw materials impact to the environment mainly due to the fuel (energy) consumption.

To complete the LCA, similar considerations should be carried out for the downstream processes:

- f) Alcohol factory. Many wastes are transported to the distillery (Palau and Mata-Alvarez, 1998) during the manufacture of wine. Energy consumption and other raw materials used, together with the wastes generated in this step must be quantified.
- g) Wastewater treatment has also its own impact, due to the energy and materials consumption.
- h) The final consumer will produce as a waste the bottle of wine, which ideally will enter in the recycling process. This recycling consumes also transportation, energy and other raw materials, which have to be quantified.

Transportation has also to be considered in all the downstream processes identified (see Figure 2).

Collection of data on all these steps is the most difficult part of the LCA. However, the final results will be very indicative to identify where the process can be improved and where the efforts should be concentrated to reduce the environmental impacts of the wine industry.

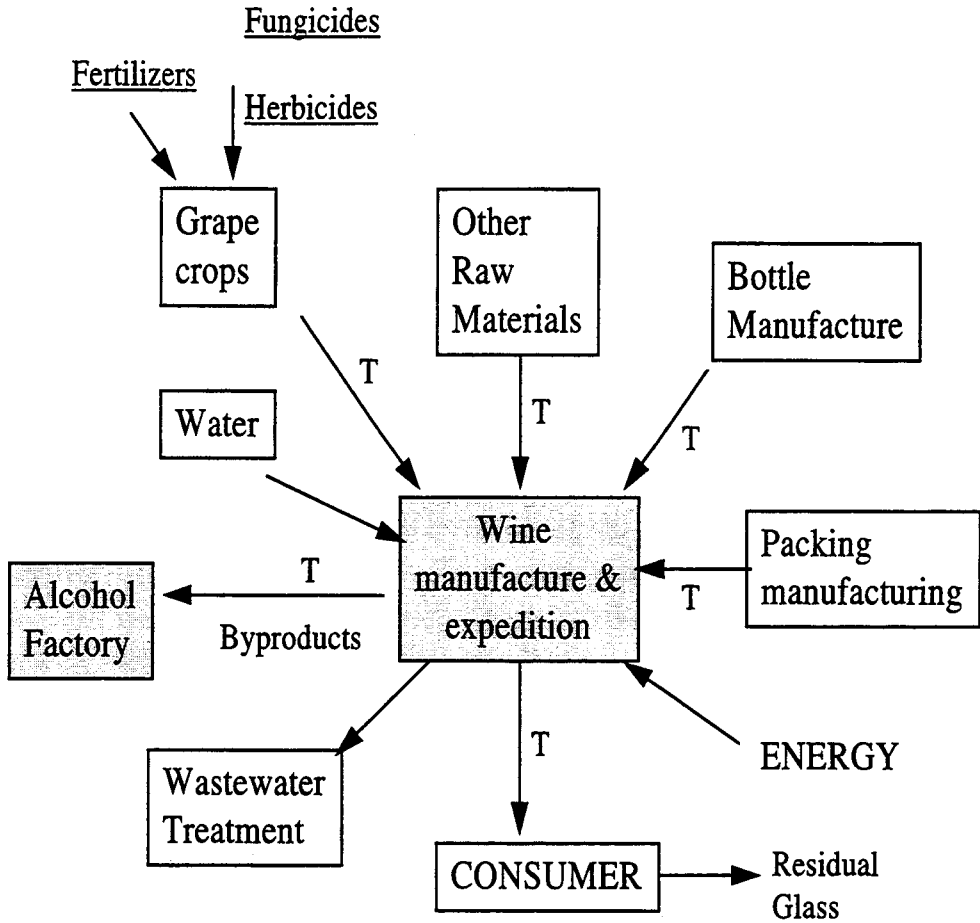


Figure 2. Basic flow diagram for an Life Cycle Analysis on the wine production.

T: Transport

REFERENCES

- Azapagic, A. and Clift, R. (1994) Allocation of Environmental Burdens by Whole System Modelling - the use of linear programming. In *Proceedings of the European Workshop on Allocation in LCA*. eds. G. Huppes and F. Schneider. Centre of Environmental Science. Leiden. pp. 54-60.
- Clift, R., Burningham, K. and Löfstedt, R.E. (1994) Environmental values and environmental assessment. In *Values and the Environment*, eds. Y. Guerrier and M. O'Brien. John Wiley and Sons. Chichester.
- Clift, R. and Longley, A.J. (1994) Introduction to Clean Technology. In *Clean Technology and the Environment*, eds. R. C. Kirkwood and A.J. Longley. Blackie, Glasgow. pp. 174-198.
- Giarini, O. and Stahel, W.H. (1989) *The Limits to Certainty*. Kluwer Academic Publishers. Dordrecht.
- Guinée, J.B. (1993) Data for the Normalization Step within Life Cycle Assessment of Products. Leiden, The Netherlands, CML paper no. 14.
- Guinée, J.B., Udo de Haes, H.A. and Huppes, G. (1993) Quantitative life cycle assessment of products: I - Goal definition and inventory. *J. Cleaner Production*, **1**, 3-13.
- Guinée, J.B., Udo de Haes, H.A. and Huppes, G. (1993) Quantitative life cycle assessment of products: II - Classification Valuation and Improvement Analysis. *J. Cleaner Production*, **1**, 81-91.
- Heijungs, R. (ed.) (1992) *Environmental Life Cycle Assessment of Products - Background and Guide*. Centre of Environmental Science. Leiden.
- Johansson, A. (1992) *Clean Technology*. Lewis Publishers. Boca Raton. Florida.
- Palau, J. and Mata-Alvarez, J. (1998). Examples of wastewater minimisation in a Catalonian winery. This Congress.
- SETAC (Society of Environmental Toxicology and Chemistry) (1993) *Guidelines for Life-Cycle Assessment: a Code of Practice*. SETAC, Brussels and Pensacola..



Examples of wastewater minimisation in a catalonian winery

Exemples de réduction des rejets dans une cave catalane

J. Palau^(a) J. Mata-Alvarez^(b)

(a) Freixenet. Joan Sala, 2. E-08770 S.Sadurní d'Anoia. Tel.+(343) 891 7000
Fax. +(343) 8917057

(b) Dept. Chemical Engineering. University of Barcelona Martí i Franquès 1, Pta. 6.
E-08028 Barcelona Tel +(343) 402 1305; Fax +(343) 402 1291;
E-mail: jmata@medicina.ub.es

Résumé - Freixenet est un des plus importants producteurs de "cava" (vin pétillant produit en utilisant la méthode Champenoise). Il produit environ 80 000 000 de bouteilles de "cava" par an dans une cave située dans le Penedès (Catalogne - Espagne).

En 1979, dans le but de réduire au maximum les effluents de la cave, la Société a mis en oeuvre un plan de réduction des rejets, qui concernait plusieurs secteurs de l'établissement et qui ont été mis en oeuvre jusqu'à ce jour. Ces domaines sont les suivants :

- a) système pour remplir et nettoyer les caisses durant la période de récolte du raisin,
- b) système pour collecter et stocker les produits humides provenant du pressurage,
- c) filtre rotatif sous vide pour le jus de raisin, afin de réduire le volume des rejets et la consommation d'eau de lavage,
- d) modification de l'unité de filtration et du système de lavage du filtre, en utilisant un nouveau filtre presse,
- e) réseau de tuyauterie inox pour relier 18 cuves de 6 000 hectolitres afin de réduire les pertes de vin,
- f) système pour collecter les muselets, les capsules plastique et le vin,
- g) système pour récupérer les pertes de vin durant les opérations de mise en bouteilles,
- h) presse hydraulique pour réduire le volume des déchets et pour éviter des transports inutiles.

Ces mesures et d'autres ont réduit de plus de 65 % la charge totale en DCO des effluents rejetés dans le réseau d'assainissement.

Abstract - Freixenet is one of the most important producers of «cava»(sparkling wine produced using the method «champenoise»). He produces around 80,000,000 of «cava» bottles per year in the winery situated in the Penedès (Catalonia, Spain).

In 1979, with the aim to reduce as much as possible all the effluents of the winery, the company undertook a minimisation plan, which comprised several areas of the plant and that has been carried out up to now. These areas are the following:

- a) System to empty and to clean the boxes during the grape-gathering period
- b) System to collect and to stock the wet solids coming from the grape-pressing
- c) Vacuum rotatory filter for grape juice, to reduce the waste volume and cleaning water.
- d) Modification of the filtration unit and the system of filter cleaning, by means of a new press-filter.
- e) Network of inox pipes to interconnect 18 vessels of 6000 HI, to reduce wine losses
- f) System to collect the metallic crown-stopper, the plastic stopper and the wine

- g) System to recover wine losses during bottling operations (in conveyors, belts, etc.)
h) Hydraulic presses to reduce the waste packaging volume, to avoid unnecessary trips.

These measures and others have reduced by more than a 65% the total COD load of the effluents discharged to the sewer

Mots clés - cave vinicole, réduction de la charge polluante, mesures internes

Keywords - winery, removal of pollution load, minimisation plan

INTRODUCTION

Technology and innovation have obviously played a vital role in improving the quality of life but the increasing creation of wastes has been the price of this improvement. However, attitudes have begun to change in the minds of citizens, as people realize that this wasteful society has to come up with solutions to manage its resources and its residues. Thus, more stringent environmental regulations favouring the design and management wastes have been implemented in most of the developed countries. Concepts such as integrated waste management, which means the combination of the best available technologies to achieve the proper management of the wastes, have been introduced. As a consequence of these issues, many programs aiming at the collection, processing and sale of recyclable materials have started.

Minimising residues through reduction at source and recycling are topics of importance for environmental technologies. There is a wide scope for applying such principles. In the specific case of winery, the reduction at source must be based, on one hand, on lower consumption, and on the other, on modifying the life cycle of products. Recycling of waste products not only implies that of the components, but also that of the goods themselves.

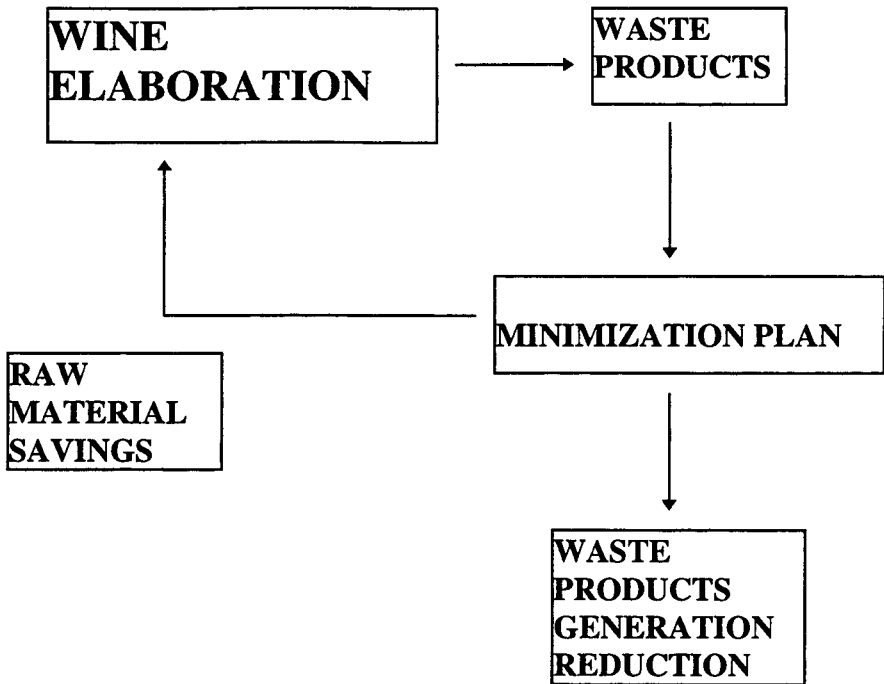


Figure 1. Benefits of a minimisation plan

As can be seen in Figure 1, minimisation of wastes has several advantages over the traditional waste treatment. Among them, the savings of raw material, wine in this case, are the most significant. Aware of all these conditionings, Freixenet undertook a minimisation plan which started in 1979. Different measures were taken gradually, controlling the savings achieved. This is a very important point to have success in a minimization procedure: To measure the achievements. Measuring in general is very useful as it indicates where reduction can be possible. In the following sections the most important actions are described.

MEASURES UNDERTAKEN

Area I: Grape reception and pressing

During transportation grape can be deteriorated, and this can affect the quality of the pressing juice. Grapes are discharged in a hopper and then a screw transports the grapes to the press. Cleaning waters are quite charged, as they achieve values such as:

pH: 3,7 - 4,2

Total Suspended Solids (TSS): 1.600 - 4.000 mg/l

COD: 9.000 - 20.000 mg/l

The action was to install a new system of discharge: Transportation of grapes in boxes, and automatic dumping of its contents directly over the press. At the same time a new system of

cleaning with a reduced consumption of water was installed. As a result, the quality of the juice improved, the water consumption decreased, mainly because of the suppression of the hoppers, and also the values of TSS, COD and pH.

At the same area, the filtration cake is produced at a rate of 7500 kg per batch. This cake was initially discharged on the floor and later on charged to the truck that transported it to the distillery. This type of procedures produced leachates that polluted the cleaning water. This problem was completely solved installing a hopper to charge all the cakes of the filters. Figure 2 presents a scheme of all the measures taken in the reception area.

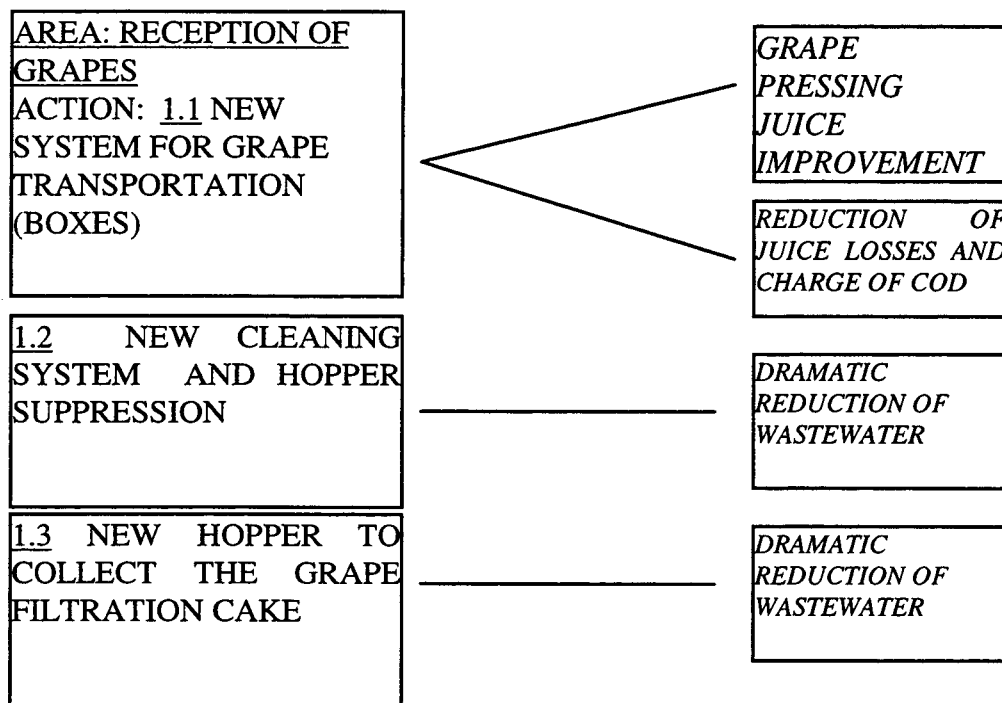


Figure 2. Scheme of the measures taken in the reception area.

Area II: Winery operations.

Grape pressing juice must be cleaned before sending it to fermentation. This was achieved by a settling system. The settled solids are recovered and sent to the distillery. However this recovery is not quite effective and some part goes to the cleaning waters, giving them values such as pH: 4,1; TSS: 940 mg/l; COD: 9.900 mg/l. To solve this problem, a new vacuum filter was installed. Thus, the wastewaters are suppressed, as the sludges are recovered through the diathomeous earths in a completely dry way.

Fermentation of grape pressing juice is carried out in large vessels of 6000 Hl. At the end some 5000-10000 liters of sludges are produced. These are drawn off by a pump, and sent

to the distillery. However, there is a compacted fraction which can not be pumped and must be cleaned with water. As the consumption of water was very important, a new hydrocleaning system at a high pressure was installed. This measure has reduced the wastewater generated and the values of the TSS and COD (around 0,5 m³ of sludges are recovered per tank and fermentation) as can be seen in Table 1.

During the tartaric stabilisation of wine, tartrates are deposited over the walls and bottom of the tank. Most of the solid fraction is recovered and the rest was dissolved by the heated cleaning water. This procedure produces a COD load in the wastewater and a loss of tartrate. To solve this problem a new Cleaning-In-Place system was installed, which recirculates the caustic water used to clean the vessels (by means of a system of pump and an intermediate tank) until saturation. Then the solution is sent to the tartrate supplier. This action suppressed the wastewaters produced in this process step.

Wine is filtered after the blending («coupages») are completed and also after the tartaric stabilisation. Filtration is carried out by means of special filter that uses diathomeous earths. These produce a large amount of TSS and COD (due to the absorbed wine) in the cleaning water. To solve this problem, a new filter-press was installed. In this way, the earths are recovered dry and are sent to the distillery, wine is recovered and no wastewater is generated.

The movements of wine in the cellar were carried out by means of hosepipes and mobile pumps. This system always originated problems due to considerable accidental losses of wine (defects on connections, escapes, etc.) To suppress all this losses that overcharge the wastewater, a complete network of pipes, with a manifold to interconnect all the tanks has been installed. Figure 3 shows a scheme of the measures undertaken in the cellar area.

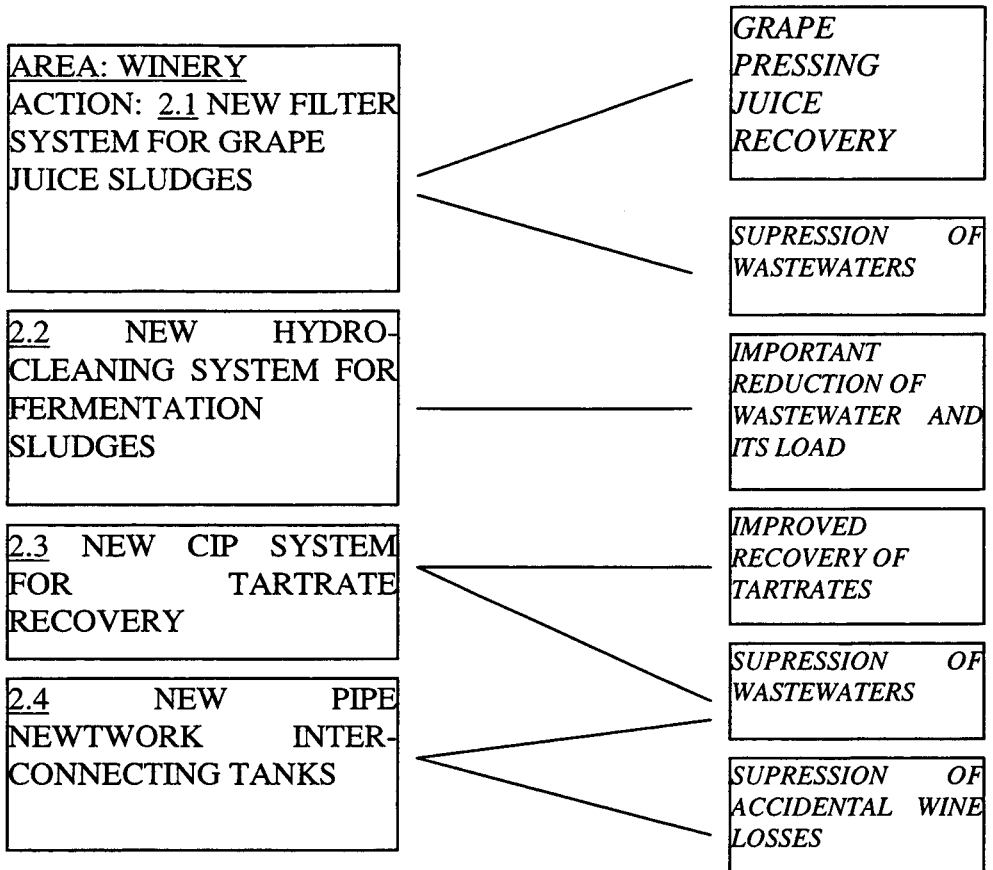


Figure 3. Scheme of the measures taken in the cellar.

Area III: Bottling and expedition

Other actions have been undertaken to minimize the wine losses in the bottling and expedition section:

- a) A system to separate the metallic crown-stopper, the plastic stopper and the wine, after the opening of the bottles.
- b) A system to recover wine losses during bottling operations in conveyors, belts, etc.

Table 1. Results of tank cleaning with a new hydrocleaning system at a high pressure was installed.

	First procedure	Modified Procedure
1ST POURING		
Water volume (l)	2.000	1.100
COD (mgO ₂ /l)	10.200	900
TSS (mg/l)	2.500	60
pH	5,50	7,90
2ND POURING		
Water volume (l)	1.500	1.200
COD (mgO ₂ /l)	6.300	800
TSS (mg/l)	1.300	54
pH	4,80	7,65

As a result, more than 95% of losses are avoided, which represent a reduction of organic load in wastewater and a recovery of wine. In addition some plastic and metallic materials are recovered and recycled.

Some containers and also hydraulic presses have also been installed to reduce the volume of cardboard, plastic, paper, etc. and to facilitate its recycling.

CONCLUSION

The policy undertaken by Freixenet has allowed the company to reduce the wastewater and its load during the last 20 years. Some of the effluents have been suppressed by means of the installation of specific devices and others have been substantially reduced. This policy has pay itself and will continue in the future years, maximising the recovery and minimising the effluents.

REFERENCES

- Anderson, D.D. and Burnham, L. (1992). Towards sustainable waste management. *Issues in Science and Technology*, 9. 65-72.
- Gilreiner G. (1994). Waste minimization and recycling strategies and their chances of success. *Waste Management and Research*, 12, 271-283.
- Stahel, W.R. (1992). Re-use and re-cycling. Waste prevention and resource savings in utilization. *Waste Management International*, Vol. 1. pp. 196-204. Ed.: K.J. Thomé-Kozmiensky. EF-Verlag für Energie und Umwelttechnik GmbH. Berlin.
- Yumoto, N. (1992). The new recycling law of Japan and its implementation. *Waste Management International*, Vol. 1. pp.9-16. Ed.: K.J. Thomé-Kozmiensky. EF-Verlag für Energie und Umwelttechnik GmbH. Berlin.



Etude préalable à l'épandage - Cas de la Champagne-

A study prior to land disposal -The example of Champagne-

N. Drevon

Chambre d'Agriculture de la Marne
Centre de Recherches Agronomiques
2, esp. Roland Garros, BP235 F-51686 REIMS Cedex 2
tél : 03 26 77 36 36, fax : 03 26 77 36 20

Résumé - Pratiqué par plus de 150 établissements, l'épandage sur terres agricoles reste le moyen de traitement des effluents vinicoles le plus fréquemment utilisé en Champagne. Le développement de cette technique d'épuration s'appuie certes sur une facilité de mise en œuvre et des investissements relativement faibles mais surtout sur la proximité d'importantes surfaces agricoles susceptibles de recevoir des effluents. Afin de rationaliser les pratiques, une étude préalable précède, depuis quelques années déjà, la mise en œuvre de chaque projet d'épandage d'effluents vinicoles. Visant essentiellement à s'assurer de la présence de conditions favorables au fonctionnement épurateur du sol, ce type d'étude comporte non seulement une analyse de l'aptitude des terrains à recevoir des effluents vinicoles mais aussi des conseils de mise en œuvre (dose, matériel...) ajustés en fonction de la composition des effluents, des surfaces agricoles disponibles et des cultures pratiquées.

Abstract - *Used by more than 150 wine cellars, land disposal is the most common way of treating winery wastewater in Champagne. The development of this purification method is probably based on an easy setting up, fairly reduced investments and a large availability of suitable cultivated land.*

In order to get under control these practices, a study is carried out before land disposal. This study aims at making sure that the soil will correctly purify the effluents. It requires checking whether the soil suits agronomic and environmental pressures. To avoid any risk of stagnation, runoff or seepage, the soil must present some physical and chemical features (permeability, moisture, structure...). Moreover the fields must be located far enough from water resources (rivers, wells,...) and houses. Last but not the least, land disposal practices must fit local conditions like effluents composition, land availability and farming methods.

A prior study advises wine cellars how to manage land disposal. More precisely, it recommends where, when and how to spray winery wastewater while preserving soil, crops and environment. Setting the rules for land disposal, a prior study works towards perpetuating a way of treating winery wastewater that satisfy both wine cellar and farmers, improving so the brand image of Champagne.

Mots clés : épandage, étude, aptitude agro pédologique, pratiques raisonnées

Keywords : *land disposal, study, agronomic suitability, farmings methods*

Introduction

Pratiqué par plus de 150 établissements, l'épandage sur terres agricoles reste le moyen de traitement des effluents vinicoles le plus fréquemment utilisé en Champagne. Le développement de cette technique d'épuration s'appuie certes sur une facilité de mise en œuvre et des investissements relativement faibles mais surtout sur la proximité d'importantes surfaces agricoles susceptibles de recevoir des effluents.

Afin de rationaliser les pratiques, une étude préalable précède, depuis quelques années déjà, la mise en œuvre de chaque projet d'épandage d'effluents vinicoles.

1°) Objectifs d'une étude préalable

La technique de l'épandage fait principalement appel aux capacités épuratrices du système sol plante. Le sol filtre les éléments en suspension, les micro-organismes dégradent la matière organique et les cultures recyclent les éléments fertilisants.

Afin de s'assurer de la présence de conditions favorables au fonctionnement épurateur du sol, une étude préalable doit définir l'aptitude des terrains à recevoir des effluents vinicoles puis élaborer des conseils de mise en œuvre (dose, matériel...) en fonction de la composition des effluents, des surfaces agricoles disponibles et des cultures pratiquées.

2°) Services proposés

Une étude préalable vise à :

1. Caractériser les effluents,
2. Déterminer l'aptitude, l'épandage du périmètre,
3. Etablir des conseils de mise en œuvre.

2.1 - Caractérisation de l'effluent

⇒ Volume

La taille des ouvrages de stockage et la superficie agricole nécessaire à l'épandage sont définis à partir du volume d'effluents produits. Ainsi, convient-il **d'évaluer** assez précisément le **volume d'eaux usées** produit pour chaque période d'activité (pressurage, vinification). Quand l'établissement dispose d'un compteur d'eau spécifique à ses activités vinicoles, un simple **relevé du compteur** en fin et début d'activité fournit une estimation précise du volume d'effluents produits. En l'absence de telles mesures, on évalue le volume d'effluents à partir du niveau d'activité (hl de moût produits en moyenne chaque année) et du ratio champenois moyen de 100 l d'eaux usées par hl de moût.

⇒ Composition

Avant épandage d'un effluent sur terre agricole, il faut s'assurer qu'il ne contienne pas de toxique. Les quelques produits de nettoyage (type chlore) susceptibles d'être retrouvés dans les eaux de lavage sont souvent très dilués induisant ainsi un très faible risque de toxicité.

Connaître la **valeur fertilisante** des effluents permet de mieux définir la dose d'épandage.

Cependant, les effluents vinicoles se caractérisent par une composition extrêmement variable, ce qui rend difficile la prise en compte de leur valeur fertilisante. Ainsi, en période de vendanges, les conditions météo, le type de matériel (pressoir, laveuse de caisses, revêtement des cuves et sols...) le degré de récupération des bourbes et la qualité du nettoyage déterminent la charge des eaux en sucres, matière organique et terre. De même, en phase de vinification, la composition des eaux de lavage est susceptible de varier selon le niveau de récupération des sous-produits (jus de détartrage, résidus de filtration, lies) et le degré de dilution.

Malgré tout, les séries de 91 mesures effectuées en Champagne par l'ORCATE permettent de donner **une valeur fertilisante indicative** pour chaque catégorie d'effluent de pressurage (eaux de lavage seules, mélangées avec des bourbes ou bourbes seules). Le tableau suivant indique la valeur fertilisante moyenne (en gras) et la gamme de variation (italique) mesurées en Champagne de 1985 à 1995. Les eaux de lavage amènent essentiellement de la potasse, très peu d'azote et d'acide phosphorique.

Valeur fertilisante indicative des effluents de pressoir en Champagne
(91 mesures ORCATE de 1985 à 1995)

	Equivalent engrais en kg pour 100 m ³		
	N	P2 O5	K2 O
Eaux de lavage de pressurage	3,5 <i>(0,4 à 8,5)</i>	3,4 <i>(0,5 à 14,5)</i>	33 <i>(5,5 à 94)</i>
Eaux de lavage + bourbes	6 <i>(1 à 21)</i>	6 <i>(0,3 à 32)</i>	43 <i>(2,3 à 132)</i>
Bourbes	100	65	400

(Moyenne en gras ; valeurs extrêmes en italique)

Une première étude menée en 1997 auprès de 7 sites par la Chambre d'Agriculture de la Marne semble montrer que les eaux de lavage produites en cours de vinification sont 2 à 3 fois plus chargées en fertilisants - voir tableau suivant.

Valeur fertilisante des effluents de vinification en Champagne
(série de 10 mesures en 1997/Chambre d'Agriculture de la Marne)

	Equivalent engrais en kg pour 100 m ³		
	N	P2 O5	K2 O
Eaux de lavage de vinification	13	7	106

2.2 - Caractérisation de l'aptitude du périmètre d'épandage proposé

L'étude préalable examine les contraintes environnementales et pédologiques de l'ensemble des parcelles proposées par le producteur d'effluents.

⇨ *Contraintes environnementales*

Les parcelles doivent principalement respecter les distances minimum vis-à-vis des points d'eau et des zones habitées ainsi que le niveau maximum de pente imposés soit par le Règlement Sanitaire Départemental (applicable à tout épandage), soit par le régime des Installations Classées (applicable à tout épandage concernant un établissement produisant plus de 500 hl de moût/an).

⇨ *Contraintes pédologiques*

Pour un établissement champenois produisant moins de 5 000 hl de moût/an, les contraintes pédologiques sont évaluées sur avis d'experts à partir des prospections déjà effectuées dans le secteur. En revanche, pour un établissement produisant plus de 5 000 hl/an, le périmètre est systématiquement cartographié (échelle 1/25 000^e ou 1/5 000^e selon la superficie concernée) et une analyse physico-chimique est réalisée pour chaque type de sol observé. La capacité de rétention en eau des sols, leur niveau de perméabilité (sol filtrant ou imperméable), leur degré d'hydromorphie, leur sensibilité à la battance et leur tendance au compactage permettront de définir l'aptitude de ces sols à recevoir des effluents viticoles, et de déterminer une dose maximale.

⇨ *Carte d'aptitude et périmètre retenue*

A l'issue de l'examen des contraintes environnementales et pédologiques, une carte d'aptitude est établie.

Les terrains proposés sont alors classés en trois catégories :

- les terrains aptes à l'épandage d'effluents viticoles,
- les terrains aptes à l'épandage moyennant quelques précautions,
- les terrains inaptes à l'épandage.

Seules les parcelles (ou parties de parcelles) aptes et aptes avec réserve figureront dans le périmètre d'épandage retenu.

Compte tenu des volumes annuels d'effluents, de la superficie du périmètre retenu, des doses que pourraient supporter les sols et des cultures généralement pratiquées, le périmètre retenu est alors jugé suffisant (ou non) pour épurer correctement les effluents de l'établissement concerné.

Vérifier l'aptitude du périmètre à recevoir des effluents viticoles ne suffit pas pour assurer a priori l'innocuité de l'épandage sur l'environnement. La qualité des pratiques constitue l'autre facteur déterminant. Aussi une étude préalable s'attache-t-elle à élaborer des conseils de mise en œuvre.

2.3 - Etablissement de conseils de mise en œuvre

Les conseils établis au cours d'une étude préalable portent sur les pratiques d'épandage et l'organisation des travaux.

⇒ *Les pratiques d'épandage*

- *Place des épandages dans l'assolement*

Selon les pratiques agricoles locales, l'étude préalable définit sur ou entre **quelles cultures** l'épandage peut avoir lieu, sachant que l'épandage est très fortement déconseillé sur une culture en place, exception faite de la luzerne.

Ainsi, en Champagne, les eaux de lavage produites après pressurage et fermentation alcoolique seront épandues à l'automne (septembre à novembre) soit sur luzerne, soit sur chaumes précédant l'implantation d'un blé ou d'une culture de printemps (betteraves, orge de printemps, maïs...).

Les effluents produits lors des soutirages et filtrations (février à avril) ne peuvent être épandus qu'avant cultures de printemps ou sur luzerne.

Notons qu'en Champagne, les périodes d'interdiction d'épandage imposées par les Programmes d'Action pris en application de la Directive Nitrates ne viennent pas perturber l'épandage des effluents vinicoles. En effet, compte tenu de leur composition (fertilisants organiques à $C/N > 8$), l'épandage des effluents est uniquement interdit en juillet-août si il est pratiqué sur ou avant culture de printemps. Or, très peu d'effluents vinicoles sont épandus à cette période et de toutes façons ils pourront, dans ce cas, être épandus avant culture d'automne.

- *Dose et fréquence*

Calculée uniquement à partir de la capacité d'absorption des sols, la dose d'épandage serait, dans bien des cas en Champagne, élevée (600 à 800 m³/ha).

Cependant, la variabilité de la composition des effluents entraîne des apports de fertilisants hétérogènes ce qui risque de perturber le raisonnement global de la fertilisation en cas d'épandage à forte dose. C'est pourquoi, les doses d'apport conseillées restent faibles (rarement au-dessus de 300 m³/ha).

La fréquence inter annuelle des épandages sera déterminée en fonction des doses pratiquées, de la surface disponible et de l'occupation du sol.

- *Matériel d'épandage*

Le matériel contribuant aussi fortement à la qualité de l'épandage, les études préalables incitent à l'usage de procédés limitant les tassements (pneus basse pression...)

⇒ *L'organisation de l'épandage*

- *Le stockage*

Afin de pallier tout aléa climatique (pluie abondante) ou mécanique (panne), un stockage temporaire est à prévoir. Dans une étude préalable, on vérifie que la capacité de stockage

envisagée soit suffisante. En Champagne, un ouvrage de stockage devait au minimum pouvoir contenir les effluents produits pendant trois jours d'activité. Actuellement, compte tenu des futures prescriptions applicables aux Installations Classées soumises à déclaration (Etablissements produisant de 500 à 20 000 hl de moût/an), les conseils de dimensionnement s'orientent plutôt vers une capacité de cinq jours. Sachant que les établissements produisant plus de 20 000 hl de moût/an doivent disposer d'un stockage d'une capacité de 15 jours.

- *Concertation et information des différents acteurs*

Enfin, l'étude préalable insiste tout particulièrement sur la nécessité d'une étroite **concertation** et d'un **échange d'informations** régulier entre les différents acteurs (producteurs d'effluents, prestataires, agriculteurs). Afin de faciliter cette communication, des modèles de documents peuvent être fournis par l'étude préalable (cahier épandage, convention cave-agriculteur, fiche parcellaire d'information...).

2.4 - Modalités de réalisation d'une étude

A la demande d'un producteur d'effluents, d'un groupe de pressoirs ou encore de la commune, voire d'un prestataire, une étude préalable peut être réalisée par une structure spécialisée (bureau d'étude privé, Chambres d'Agriculture, Institut...). En champagne, selon la taille de l'établissement et la surface à étudier, le coût d'une étude varie de 2 000 à 20 000 F HT. Notons à ce propos que l'Agence de l'Eau Seine Normandie est susceptible d'apporter une aide financière couvrant jusqu'à 60 % de ce montant.

2.5 - Suivi de l'épandage

Enfin, toujours dans un souci de promouvoir des pratiques d'épandage de qualité, un suivi des pratiques peut être réalisé ultérieurement, incluant analyses des effluents et des sols, dépouillement du cahier d'épandage

Conclusion :

En préconisant des pratiques respectueuses de l'environnement et en fixant un cadre aux épandages d'effluents vinicoles, l'étude préalable contribue à la pérennité d'une filière d'épuration satisfaisant à la fois les producteurs d'effluents, les agriculteurs et les tiers, et renforce l'image de marque du vignoble.

“Ecotartres : collecte et valorisation des solutions alcalines de détartrage des cuves à vin”

“Ecotartres : collecting and valorisation of alkaline solutions of chemical discaling from vats”

J.P. Faure, M. Roux

FAURE S.A.
Tartres et Produits tartriques
B.P. 5
84830 SERIGNAN DU COMTAT

Tél : 04.90.70.06.64 - Fax : 04.90.70.09.48

Résumé - Au sein des effluents vinicoles, les solutions alcalines issues du détartrage chimique des cuves à vin sont très polluantes et toxiques. Cependant, elles contiennent une molécule valorisable, le Sel de Seignette. A partir de celui-ci, on peut fabriquer deux des sels de l'Acide Tartrique, le Bitartrate de Potassium et le Tartrate de Calcium, matières premières pour les produits tartriques finis.

La collecte **ECOTARTRES** des solutions a été mise en place dans toute la France par la Société FAURE, moyennant une qualité minimale à respecter. Les solutions, stockées en containers de 10 hl, doivent être saturées en sel tartrique, c'est à dire avoir une densité > 20° Baumé. Le traitement est ensuite réalisé à Sérignan après contrôle et tri des lots. **ECOTARTRES** est un service simple, économique et protecteur de l'Environnement. De plus, il est gratuit pour les caves actuellement.

Abstract - Among the winery wastewaters, alkaline solutions produced by chemical discaling from vats are very polluting and toxic. However, they contain an useful molecule, the Seignette Salt which can be recovered. From this product, it can be made two salts of the Tartaric Acid, the Potassium Bitartrate and the Calcium Tartrate, raw materials for the finished tartaric products.

The collecting **ECOTARTRES** of solutions has been set in all France by company FAURE. However, a minimum quality must be respected. The solutions, stored in containers of 10 hl, must be saturated with tartaric salt. It means they have a density > 20° Baumé. Then, the treatment is realised in Sérignan, after control and sorting out of lots. **ECOTARTRES** is a simple, economical and environmental protective service. Moreover, actually, it's free for wine-cellars.

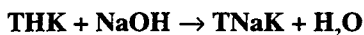
Mots clés : détartrage, solutions alcalines, saturation, ECOTARTRES, sels tartriques

Keywords : chemical discaling, alkaline solutions, saturation, ECOTARTRES, tartaric salts

Introduction

A la suite du dépôt du tartre (ou Bitartrate de Potassium) sur les parois des cuves à vin, le détartrage a toujours été nécessaire. De tradition mécanique sur les supports bois ou ciment, il est maintenant pratiqué de plus en plus chimiquement, notamment sur les cuves inox. Ce choix est d'autant plus privilégié que les normes d'hygiène à respecter sont de plus en plus strictes en Oenologie.

Le principe du détartrage chimique est basé sur l'attaque en circuit fermé du dépôt de tartre (THK) par une solution alcaline et détergente à base de Soude. La réaction qui se passe est la suivante :



On forme du Sel de Seignette soluble (TNaK, un des sels de l'Acide Tartrique) mais en même temps, on produit une solution alcaline très polluante et toxique (DCO > 100 000 mg.l⁻¹ d'O₂, DBO₅ > 50 000 mg.l⁻¹ d'O₂, pH proche de 13). Ces solutions rejetées telles quelles à l'égout peuvent perturber gravement les différents systèmes d'épuration des effluents vinicoles mis en place, voire le milieu naturel lorsqu'il n'y a pas de traitement.

Or, le Sel de Seignette est responsable majoritairement de la forte charge organique des solutions. De plus, cette molécule est valorisable.

En collaboration avec l'INRA (Pr MOURGUES), les conditions opératoires de cette valorisation ont été étudiées et mises au point. On peut ainsi fabriquer à partir des solutions, soit du Bitartrate de Potassium, soit du Tartrate de Calcium, matières premières pour la fabrication des produits tartriques finis.

Ainsi, depuis quelques années, la société FAURE a lancé ECOTARTRES pour collecter les solutions alcalines dans toute la France et les traite à Sérignan du Comtat. Cette nouvelle activité est venue compléter les nombreux services proposés par l'entreprise, spécialisée dans les tartres et dérivés depuis 1904.

I ORGANISATION ET CONDITIONS DE LA COLLECTE DES SOLUTIONS

1 - Saturation des solutions

Pour que les solutions puissent être collectées et traitées par l'entreprise, elles doivent avoir une qualité minimale. Cette qualité se traduit par le degré de saturation en sel tartrique de la solution, c'est-à-dire parallèlement son épuisement en produit de détartrage.

Concrètement, avant de commencer le détartrage chimique, il est conseillé de préparer une solution de soude concentrée à 10 % minimum (à partir d'un produit solide). Pour enrichir au maximum cette solution en sel tartrique, il faut faire réagir toute la soude qui est en solution jusqu'à son épuisement.

Il est important de noter que la solution de détartrage peut être utilisée dans plusieurs cuves consécutives jusqu'à ce qu'elle ne détartre plus (sauf si la première cuve est déjà très entartrée).

Il existe un moyen simple de contrôler la saturation d'une solution : un densimètre gradué en degrés Baumé puisque la densité de la solution dépend en partie de la concentration en sel tartrique. Plus la densité sera élevée, plus la solution sera saturée.

La densité minimale requise est donc fixée à 20 ° Baumé (soit $d = 1,16$ suivant les tables de correspondance) pour que la solution soit valorisable.

2 - Logistique

L'entreprise met à disposition des caves des containers plastiques palettisables de 10 hl ainsi qu'un densimètre. La retraitaison des containers pleins se fait sur simple appel à condition que la densité soit > 20 ° Baumé. Avant toute prise en charge, le chauffeur fait un contrôle et procède à l'étiquetage de chaque container. Un Bordereau de Suivi de Déchets Industriels est remis à chaque enlèvement. De plus, une convention environnementale ECOTARTRES peut être signée entre la cave et l'entreprise.

Le service ECOTARTRES est actuellement gratuit pour les caves, c'est pourquoi la qualité des solutions collectées est importante. Une simple consigne des containers est demandée, pour leur maintenance en bon état, seul le densimètre est facturé. La récupération des solutions est réalisée aujourd'hui dans toute la France avec la mise en place de points de collecte régionaux : Alsace, Champagne, Bordelais, Beaujolais, Charentes.

II PRINCIPE DU TRAITEMENT

Il est donc possible de fabriquer deux des sels de l'Acide Tartrique à partir des solutions : le Bitartrate de Potassium et le Tartrate de Calcium, bruts. Ces produits servent de matières premières à la fabrication des produits tartriques finis bien connus en Oenologie : l'Acide Tartrique et la Crème de Tartre.

A leur arrivée à Sérignan, les solutions sont contrôlées systématiquement et triées en fonction de leur concentration en Acide Tartrique potentiel. En effet, ce travail est nécessaire car la qualité des solutions varie, de 80 à 250 g.l⁻¹, malgré les conseils prodigués.

Ensuite, à partir d'une solution homogène, la première étape du traitement commune aux deux sels tartriques est une acidification jusqu'au pH optimum (différents suivant le produit recherché). Le Bitartrate de Potassium précipite immédiatement. Moyennant un temps d'agitation minimum, il est ensuite séparé du milieu réactionnel par essorage. Les cristaux sont ensuite séchés et conditionnés. Le Bitartrate de Potassium obtenu contient en moyenne 70 % d'Acide Tartrique (théorie : 79,8 %), le rendement de précipitation étant de 80 % environ.

En ce qui concerne le Tartrate de Calcium, pour le faire précipiter après l'acidification du milieu, il faut ajouter un sel de calcium. Après agitation, l'essorage permet de séparer les cristaux. Un lavage est nécessaire pour améliorer la qualité du produit qui sera également séché et conditionné. On obtient un Tartrate de Calcium contenant en moyenne 53 % d'Acide Tartrique (théorie : 57,7 %).

Le rendement moyen de ce procédé est > 95 %. il présente surtout l'avantage de pouvoir recycler une partie des jus d'essorage en tête de procédé, ce qui diminue de 40 % le volume d'effluents produits. Ces effluents sont ensuite acheminés vers des bassins d'évaporation.

CONCLUSION

ECOTARTRES se développe positivement un peu plus chaque année (voir tableau 1).

Cette démarche apporte une véritable aide aux caves. Non seulement elle leur permet de valoriser un rejet très polluant mais en plus, elle ne leur demande que très peu de travail supplémentaire. Si les solutions sont bien saturées, elles feront une économie de produit de détartrage, puisqu'il sera utilisé de manière optimale. En outre, l'investissement matériel est nul.

Une partie du volume et de la charge polluante des effluents vinicoles est réduite. Ainsi, la collecte des solutions évite une surcharge de pollution aux systèmes d'épuration traditionnels existants ou à venir (station d'épuration, épandage ...). Les caves qui utilisent ce service ont amélioré leur image environnementale auprès de leurs clients et des administrations.

ECOTARTRES est donc simple, économique et protecteur de l'Environnement. Son impact est cependant variable d'une région vinicole à l'autre (voir tableau 2). Les différentes réactivités et sensibilités de tous les acteurs aux problèmes environnementaux conditionnent son plein ou demi-succès.

Tableau 1 : Volumes de solutions collectés depuis 4 ans et production obtenue

ANNEE	VOLUMES (en m ³)	PRODUITS FABRIQUES	
		Tartrate de Ca (en t)	Bitartrate de K (en t)
1994	371	-	50
1995	375	-	60
1996	480	86	17
1997	552	100,4	37,8

Tableau 2 : Impact d'ECOTARTRES en France

REGION VISITEE	% de Caves adhérentes à ECOTARTRES
Champagne	26,8
Vaucluse	20,4
Rhône (Beaujolais)	8,3
Drôme	5,6
Bouches du Rhône	5,6
Ardèche	5,6
Autres	26,8



Clariflocculation d'effluents vinicoles

Clariflocculation of winery effluents

J. Coma, S. Elmaleh, P. Butel et I. Robic

JE499-Génie des procédés et Traitement des Eaux
Université Montpellier 2-Case courrier 024-34095 MONTPELLIER Cedex 5

Résumé - Les effluents vinicoles présentent une pollution particulaire variable en concentration et en taille ainsi qu'une pollution dissoute variable mais caractérisée par une très grande biodégradabilité ce qui justifie un prétraitement physico-chimique. Des essais de clariflocculation ont permis de tester l'efficacité d'un flocculant dit de contact alimentaire, le chitosane. Les résultats assurent une efficacité d'élimination des solides en suspension de 98 % et de 40 % de la DCO totale obtenue sans ajustement de pH la zone de pH caractéristique de la plupart des effluents vinicoles se situant entre 4 et 5. Les boues obtenues présentent une bonne aptitude à l'épaississement et à la déshydratation. Le coût du traitement serait de l'ordre de 4 F/m³.

Abstract - Winery effluents are loaded with a variable suspended solids concentration of distributed size while the soluble fraction, also variable, is highly biodegradable which renders a flocculation/sedimentation pretreatment attractive. Runs were carried out with a flocculant used in the food industry, i. e. chitosane. Suspended solids abatement was 98 % whereas the total DCO was eliminated with an efficiency of 40 %. pH regulation was not required since the optimal pH was between 4 and 5 which is the pH range of most winery effluents. The sludge was easily settled and should be easily dehydrated. The flocculation step cost should be about 4 F/m³.

Mots clés : chitosane, coagulation, effluents vinicoles, flocculation

Keywords : chitosan, coagulation, flocculation, winery effluents

INTRODUCTION

Les effluents vinicoles présentent un aspect remarquable qui est leur variabilité journalière puis saisonnière en qualité et en quantité. De plus, les fractions particulaires et organiques de ces rejets conditionnent l'adaptabilité du traitement. Ainsi un traitement physico-chimique associé à un nouveau floculant ont été testés afin d'éliminer la pollution particulaire et colloïdale de ces effluents.

METHODOLOGIE

L'unité expérimentale est essentiellement un jar test Hydrocure de 6 béciers de 1 litre agités par des pales hélicoïdales. Chaque essai comprend une phase de coagulation (150 tours/min pendant 90 s) suivie d'une floculation (40 tours/min pendant 900 s) puis d'une décantation statique de 900 s. Un témoin subit les mêmes traitements mais sans ajout de réactif. Ce dernier, le chitosane, est un polymère d'origine naturelle issu de la chitine (carapace de crustacé) proposé sous forme de poudre. Une suspension est obtenue par solubilisation dans une solution d'éthanoïque à 1 % afin d'obtenir une solution à 0,5 % en masse de pH 3,5 environ.

Au cours des essais, le pH est contrôlé par un pH-mètre à correction de température. La turbidité est obtenue avec un spectrophotomètre Hach DR 2000. La concentration en solides en suspension (MES) est déterminée selon la norme française. La demande chimique en oxygène est obtenue par la micro-méthode spectrophotométrique.

RESULTATS ET DISCUSSION

1 *Caractérisation des effluents*

Les effluents de plusieurs caves vinicoles du Languedoc-Roussillon ont été prélevés et caractérisés (Tableau 1). Ces données illustrent la variabilité des paramètres suivant le type de vinification.

Tableau 1 : Paramètres de pollution

Paramètre	Calvisson (vin rouge)	St Clément- Gaillard (vin rouge)	Maury 1 (vin cuit)	Maury 2 (vin cuit)
pH	6,26	4,42	6,22	5,42
MES (mg/l)	9260	11620	240	660
Turbidité (NTU)	20600	15700	700	1300
DCO (mg/l)	21800	35000	14700	16200

Afin d'évaluer les performances d'épuration sur les différentes espèces, on mesure les fractions de matière organique particulaire, colloïdale et soluble. Les DCO des filtrats obtenus après passage à travers des membranes de diamètre de pore de 1,2 et 0,01 mm permettent d'établir la répartition stérique de la pollution (Tableau 2).

Tableau 2 : Paramètres de pollution

Paramètre	Calvisson (vin rouge)	St Clément- Gaillard (vin rouge)	Maury 1 (vin cuit)	Maury 2 (vin cuit)
pH	6,26	4,42	6,22	5,42
MES (mg/l)	9260	11620	240	660
Turbidité (NTU)	20600	15700	700	1300
DCO (mg/l)	21800	35000	14700	16200

2. Traitement des effluents

Les essais de clarifloculation sans ajustement de pH à différentes concentrations de chitosane conduisent à des conclusions différentes selon la provenance de l'effluent. Dans le cas de Calvisson, la pollution particulaire, évaluée par la turbidité, est éliminée à plus de 90 % dès 30 mg/l de chitosane alors que pour la DCO l'efficacité atteint seulement 46 % pour 60 mg/l (Fig. 1). Pour St Clément-Gaillard, les résultats sont comparables pour les MES à 20 mg/l de réactif mais un optimum de 75 % sur la DCO est obtenu avec 40 mg/l (Fig. 2). Les courbes ont des allures comparables dans le cas de Maury ; cependant, le rendement atteint 30 % sur la DCO avec 20 mg/l de chitosane alors que seulement 40 % des MES sont éliminées (Fig. 3).

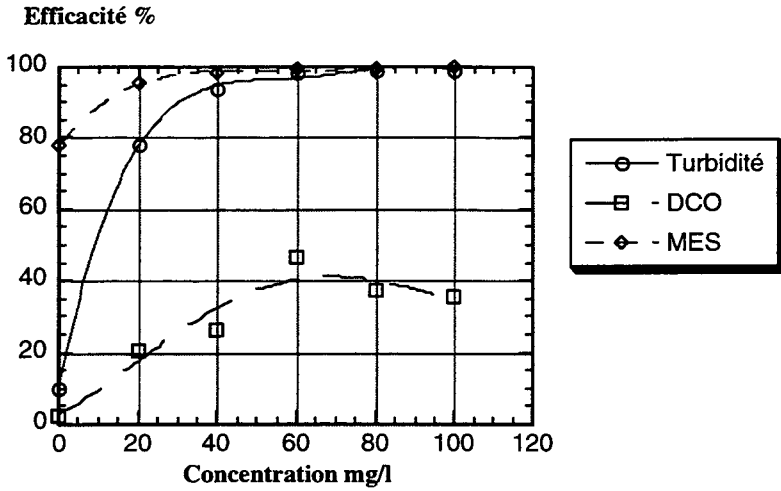


Figure 1 : Epuration des effluents de Calvisson

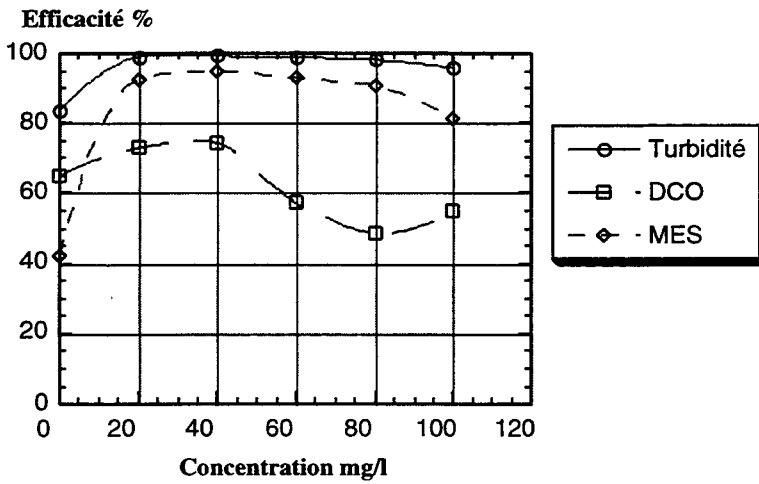


Figure 2 : Epuration de effluents de S' Clément-Gaillard

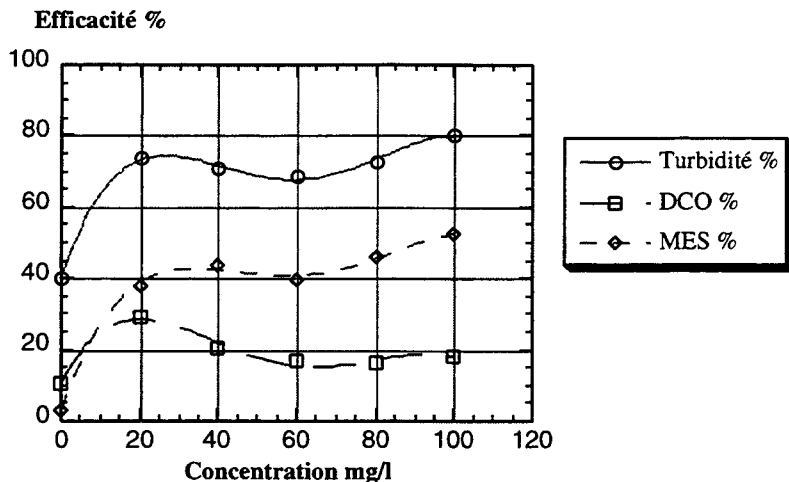


Figure 3 : Epuration des effluents de Maury

Ces essais mettent donc en évidence que les performances du traitement dépendent du type de vinification et correspondent très fidèlement aux fractions de pollution dissoute et particulaire. Par ailleurs, un surdosage du réactif peut diminuer l'efficacité globale du traitement.

3. Boues produites

Les boues obtenues après décantation sont caractérisées des concentrations élevées en matière sèche et par une bonne aptitude à l'épaississement (Tableau 4).

Tableau 3 : Caractérisation des boues.

Paramètres	Calvisson	St Clément-Gaillard	Maury 1
Matière sèche g/l	10,35	28,32	21,24
Indice des boues cm ³ /g	44	18	12

Les boues de Calvisson sont pratiquement épaissies après la première décantation et le facteur de concentration est juste supérieur à 1. Pour les autres, le facteur de concentration varie entre 2 et 90.

4. Coût du traitement

Si l'on choisit une concentration de réactif de 30 mg/l et en incluant le prix de l'acide acétique technique, le coût du traitement est de l'ordre de 4 F/m³HT.

CONCLUSION

Un traitement de clarifloculation par le chitosane ne réduit que les pollutions particulaire et colloïdale mais il constitue un excellent prétraitement qui pourrait être suivi d'une unité biologique voire membranaire. L'élimination quasi totale des matières en suspension et une mise en oeuvre rapide et ajustable est particulièrement bien adaptée à la variabilité des effluents vinicoles.

BIBLIOGRAPHIE

BUTEL P., (1996) Essais de traitements physico-chimiques sur des effluents vinicoles. Projet Industriel de Fin d'Etude ISIM-STE

MOLETTA R., RAYNAL J., (1992) Procédés de dépollution innovants et recherches actuelles dans le domaine vinicole. *Revue Française d'Oenologie*, n° 134 p. 37-43

ROBIC I., (1997) Essais de traitements physico-chimiques d'effluents vinicoles. Etude d'un flocculant : le chitosane. Projet Industriel de Fin d'Etude ISIM-STE

Traitement des effluents vinicoles par techniques membranaires

Treatment of winery wastewaters using membranes processes

P. Noilet¹, M. Serrano² et M. Mietton-Peuchot²

¹ INDAGRO S.A.R.L, 2 rue Edmond BESSE, F-33 083 Bordeaux cedex

tel : 05 56 50 15 50, fax : 05 56 43 20 58

² Faculté d'Oenologie de Bordeaux, Laboratoire de Génie des Procédés Université de Bordeaux II, cours de la Libération, F - 33 405 Talence cedex

tel : 05 56 84 64 93, fax : 05 56 84 64 68

Résumé - Des effluents de décuvage d'un vin rouge sont utilisés pour tester l'efficacité de différents procédés membranaires (de la microfiltration à l'osmose inverse) couplés ou non avec une coagulation. La coagulation utilisée seule montre une efficacité intéressante lorsque l'effluent a une turbidité peu importante. La séparation membranaire permet une réduction importante de la D.C.O et de la turbidité en nanofiltration et osmose inverse tout en conservant des débits satisfaisants pour ces procédés. Les perméats obtenus sont parfaitement limpides et présentent des caractéristiques qui permettent leur rejet éventuel dans le réseau communal.

Abstract - *The wastewater coming from racking off the red wine is used to analyze the efficiency of pressure membrane processes (from microfiltration to reverse osmosis) coupled or not with coagulation. The coagulation itself gives the interesting results when the trouble of the wastewater is low. The membrane separation enables an important reduction in COD and - with nanofiltration and reverse osmoses - in trouble, too, while conserving satisfactory flow rates. The permeates so obtained are perfectly clear and show the properties that allow their discharge in an urban network.*

Mots clés : membrane, effluent vinicole, épuration, ultrafiltration, coagulation

Keywords : membrane, winery wastewater, ultrafiltration, coagulation

I. Introduction

L'industrie vinicole est caractérisée par des rejets plus ou moins saisonniers. Le type d'effluent produit peut être divisé en deux parties ; une pollution solide (rafles, pellicules) et une pollution soluble regroupant des alcools, des esters, des acides et des sucres. Ces constituants peuvent présenter par ailleurs une ressource de composés à valeur ajoutée intéressante (Chaussier *et al.*, 1997).

Les voies de traitement actuellement explorées sont essentiellement les procédés biologiques ainsi que des procédés physiques dont le plus étudié est l'évaporation. Peu de travaux ont été réalisés sur le traitement de ces effluents par des techniques séparatives liquide/solide (Vigneriers *et al.*, 1987 ; Grasmick *et al.*, 1994). Pourtant ces procédés trouvent de nombreuses applications dans d'autres secteurs de l'agro-alimentaire en raison de leurs avantages techniques et économiques. En effet, ce type d'installation est compact, d'entretien facile et permet un traitement qui supprime les risques d'odeurs nauséabondes. Il peut être facilement modulable et évolutif. De plus, cette technique permet de coupler dépollution et valorisation du rétentat.

Dans un premier temps nos essais ont porté sur l'application des techniques à membranes avec ou sans traitements physico-chimiques utilisés dans le traitement des eaux.

II. Objectif des essais

L'objectif est d'apprécier la faisabilité de l'application des techniques membranaires au traitement des effluents vinicoles.

Suite aux différents travaux portant sur l'application de cette technique dans d'autres secteurs d'activité, nous avons orienté nos essais afin d'atteindre en sortie de traitement une charge polluante résiduelle conforme au rejet direct dans une station d'épuration communale.

Tenant compte de ces critères, nous avons travaillé suivant trois orientations :

- l'utilisation de différentes filtrations membranaires en réduction de la charge polluante ;
- l'étude de différents coagulants pour la clarification et la réduction de la charge polluante ;
- l'utilisation des techniques membranaires pour la réduction de la charge polluante d'un effluent préalablement coagulé.

Matériels et méthodes

Les essais d'ultrafiltration ont été réalisés sur un pilote de la Société INDAGRO composé d'une membrane de 0.24 m², de la Société SCT de 100 nm (UF 1) ou 50 nm (UF 2) sous des conditions hydrodynamiques de 2 bars de pression transmembranaire et 3 m/s de vitesse tangentielle.

L'étude de la nanofiltration et de l'osmose inverse a été conduite sur un pilote OSMONICS SEPA ST (surface de filtration 16.9 m²) avec une membrane en composite (Polyamide/Polysulfone) de 400 à 200 Daltons (NF 3) et une membrane en polyamide de 200 Daltons (RO 4).

Les durées des cycles de filtrations sont de 4 heures.

L'efficacité des coagulants est déterminée en laboratoire sur un Jar-test.

L'ensemble de ces essais a été réalisé sur un effluent de décuvage de vin rouge. Une comparaison a été réalisée avec un effluent de réception de vendange pour les essais de coagulation.

Des échantillons moyens sont prélevés et caractérisés par les mesures de D.C.O et de turbidité.

III. Résultats

3.1. Etude de différentes filtrations membranaires sur la réduction de la charge polluante.

Tableau I : Efficacité de différentes filtrations membranaires sur la réduction de la D.C.O

	Brut	UF 1	UF 2	NF 3	RO 4
Seuil de coupure (Dalton)		500 000	100 000	400-200	200
Pression transmembranaire (bar)		2	2	15	25
Facteur de concentration		5	5	1	1
Débit (l/h/m ²)		158	71	31	21
D.C.O (mg/l)	6500	5850	5430	2100	980
Taux de rétention (%)		10	16.5	68	85

L'ultrafiltration montre une efficacité sur la séparation des composés responsables de la pollution vinicole. Les résultats obtenus sur les membranes de nanofiltration et d'osmose inverse sont satisfaisants et comparables à ceux obtenus par Grasmick (1994).

Les débits constatés en laboratoire montrent la possibilité d'un développement industriel de ce procédé.

La réduction de la D.C.O en nanofiltration et osmose inverse correspond à des abattements de 68 et 85 %, les perméats sont exempts de matières en suspensions, limpides et peuvent aussi être rejetés en réseau urbain.

3.2. Etude de différents coagulants pour la réduction de la charge polluante.

Les différents coagulants testés ne présentent pas d'efficacité suffisante pour les deux critères recherchés (*Fig. 1*).

Cependant les essais menés sur des effluents moins turbides ont donné de bons résultats de clarification avec le sulfate d'aluminium (*Fig. 2*).

Figure 1 : Incidence des coagulants sur la turbidité d'un effluent de décuvage de vin rouge

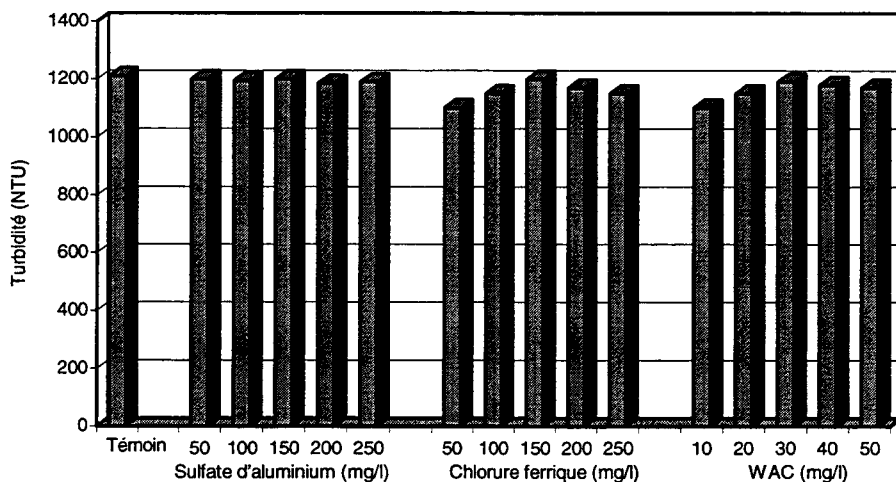
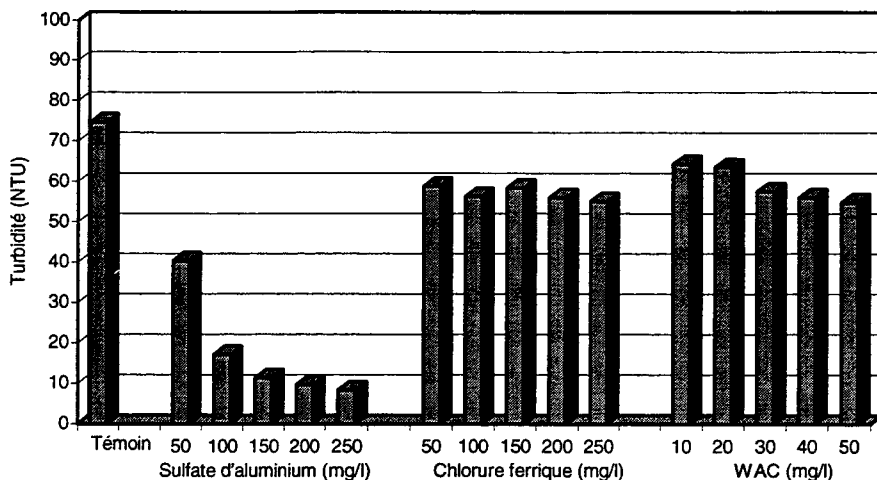


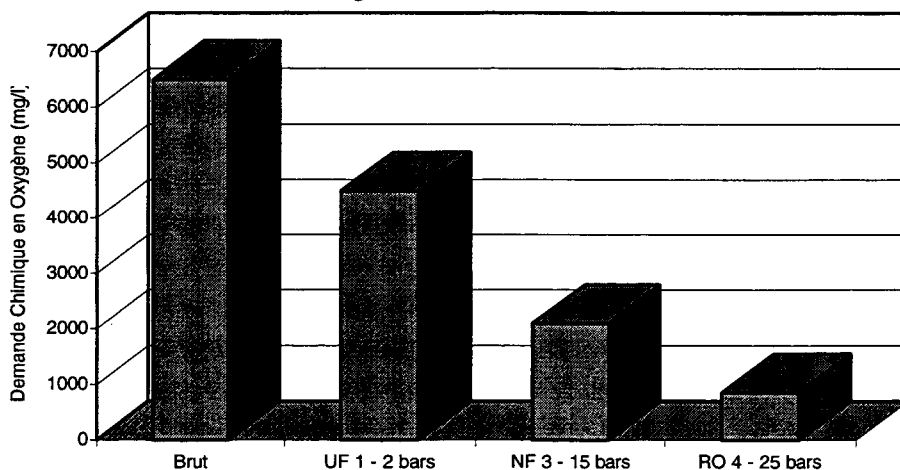
Figure 2 : Incidence des coagulants sur la turbidité d'un effluent de réception de vendange rouge



3.3. Etude des techniques membranaires pour la réduction de la charge polluante d'un effluent préalablement coagulé.

Le couplage de la coagulation avec l'ultrafiltration améliore le taux de rétention de 20 % (Fig. 3).

Figure 3 : Incidence de différentes filtrations membranaires sur la réduction de la D.C.O d'un effluent de décuvage de vin rouge coagulé à 200 mg/l de sulfate d'aluminium



Les résultats de nanofiltration et d'osmose inverse avec coagulation sont comparables à ceux obtenus précédemment. Cependant l'intérêt du coagulant dans ce procédé est de flocculer les particules en suspension pour permettre un bon fonctionnement de l'installation

membranaire et faciliter les opérations de nettoyage.

IV. Conclusion

Les résultats obtenus font apparaître qu'un traitement par osmose inverse ou nanofiltration permet une réduction satisfaisante de la pollution pour le rejet en réseau communal.

Cependant l'utilisation industrielle d'un tel procédé nécessite un effluent pauvre en matières en suspension. La clarification par coagulation semble être une solution même si l'efficacité du procédé membranaire n'est pas améliorée dans le cas des effluents chargés.

En conclusion les résultats obtenus en laboratoire ont montré la faisabilité technique et économique d'une application industrielle. Cependant un certain nombre de points reste à étudier:

- l'optimisation de la clarification de l'effluent,
- la valorisation des concentrats de filtration.

Les procédés membranaires offrent une alternative fiable pour le traitement des effluents vinicoles aux traitements biologiques couramment préconisés.

Remerciements

Ce travail a été réalisé dans le cadre d'une aide à l'innovation attribuée par l'ANVAR avec la participation industrielle de la Société INDAGRO. Nous tenons à remercier Thierry COURTOIS, GEPS pour l'aide qu'il nous a fournie.

Bibliographie

Chaussier J.L., Jean P., Boisserie H., Milisic V., (1997) Traitement et valorisation des effluents agro-alimentaires : exemples d'une cave vinicole et d'une conserverie : Pollutec 97, Procédés à membranes : maîtrise du cycle de l'eau dans l'industrie, Paris, FRA, 2 Octobre 1997

Grasmick A., Diaz J.F., Lasserre J.C., Bouisson X., Lamaze B., Amblard P., (1994) Essais de nanofiltration dans le traitement des effluents vinicoles : Congrès international sur le traitement des effluents vinicoles, Narbonne, FRA, 20-22 Juin 1994, p. 193-198

Moletta R., Lebrun R., (1992) Procédés de dépollution innovants et de recherches actuelles dans le domaine vinicole. Revue Française d'Oenologie n°134, p. 37-43

Traitement des rejets vinicoles par évaporation naturelle accélérée : le procédé NUCLEOS, le module DH, équipé d'un ventilateur

NUCLEOS wastewaters concentration system :the closed version equipped with a ventilator

Ph. Stock, B. Capelle

Nucleos France, 10 rue des Ecouffes - 75004 Paris. Tel : 01 40 27 06 75
Irrigaronne, Z.I. Agen Boé, BP 100 47553 Boé Cedex. Tel : 05 53 77 41 00

Résumé - Le procédé NUCLEOS de traitement des rejets vinicoles est basé sur l'évaporation naturelle. Il en accélère le processus. Environ 95 % du volume initial est évaporé. Il n'y a plus de rejets en rivière et le concentrât final peut être utilisé à l'épandage. Le module fermé DH est équipé d'un ventilateur. Il a été développé pour satisfaire les besoins des caves situées en agglomération ou dans des régions peu favorables à l'évaporation. La surface d'échange est une "maille" en Polyéthylène Haute Densité. L'effluent est projeté sur la maille, où il s'évapore en partie. L'excédent retourne au bassin de stockage, puis est à nouveau projeté sur la maille, produisant des cycles réguliers d'évaporation.

Le système NUCLEOS de traitement par évapo-concentration, est un moyen simple et économique de traiter les effluents vinicoles. En France plus d'une vingtaine d'installations fonctionnent avec satisfaction dans ce domaine. Elles ont toutes reçu des aides de l'Agence de l'Eau.

Abstract - The NUCLEOS system is based on the phenomenon of natural evaporation and accelerates the process. About 95% of the initial volume is evaporated, there is no further wastage in rivers, and the final concentrate can be used as fertilizer. The energy cost is reduced. The DH system was developed to fulfill customers needs located in areas such as villages or where there is strong humidity. The laminar packing is in the form of honeycomb and is made of High Density Polyethylene. The effluent is sprayed onto it. A part of the liquid is then evaporated, and the rest of it goes back into the pond. It is sprayed again into the wire mesh by regular spraying, producing regular cycles of evaporation and concentration.

The NUCLEOS wastewaters concentration system based on evaporation is a simple efficient and economical way to treat effluents from wineries. There are more than twenty NUCLEOS installations now working successfully in France. All NUCLEOS installations are financially aided by the Water Agency.

Mots clés : évaporation accélérée, concentration, simple, efficace, économique

Keywords : accelerated evaporation, concentration, simple, efficient, economical

INTRODUCTION

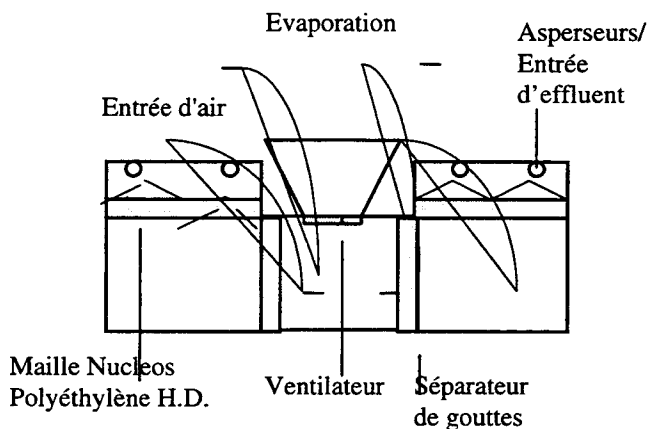
Traditionnellement les systèmes de concentration d'effluents aqueux par évaporation naturelle sont basés sur l'utilisation de bassins peu profonds et étendus.

La dimension de ces bassins est peu compatible avec la croissance des besoins et surtout la rareté des surfaces disponibles.

Pour remédier à ce problème, NUCLEOS a conçu un système basé sur l'évaporation naturelle, qui accélère le processus et réduit l'espace occupé pour un prix de revient très étudié.

METHODOLOGIE

A) Principe de fonctionnement



L'effluent est projeté sur la surface d'échange. La ventilation mécanique accélère le processus d'évaporation. L'effluent excédentaire retourne au bassin de stockage.

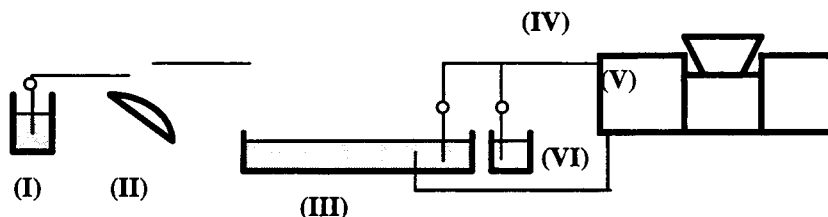
Avec le procédé NUCLEOS, c'est le rejet zéro en rivière. Environ 95 % de l'effluent est évaporé; Il ne reste qu'à gérer les 5 % de concentrât, boues liquides qui peuvent être déshydratées ou valorisées en agriculture.

En cas de dysfonctionnement (arrêt intempestif, pompe défectueuse par exemple) il n'y a aucun rejet dans le milieu. L'effluent reste dans le bassin de stockage : un avantage certain du procédé Nucleos et une sécurité pour l'environnement.

B) Schéma de fonctionnement

La pollution contenue dans les effluents vinicoles a deux origines :

- Les composants du raisin, du moût ou du vin (rafle, sucre, acide, bourbes, polyphénols, levures, bactéries, etc...)
- Les produits de détartrage et de nettoyage ainsi que les produits de la vinification (média filtrant, colle, etc...).



Les effluents bruts sont récupérés dans un **réservoir (I)**, équipé de deux pompes (dont une de secours).

La pompe envoie l'effluent sur un **dégrilleur (II)** qui permet l'élimination des éléments grossiers (supérieurs à 1 mm).

Les effluents filtrés sont alors envoyés dans un **bassin de stockage étanche (III)** dont la capacité varie de 30 % à 50 % du volume d'effluents produits annuellement.

L'effluent arrive dans la partie supérieure du **module d'évaporation DH (IV)**. Il est alors projeté sur la **maille (V)** où il s'évapore en partie. L'excédent non évaporé, retourne au bassin de stockage (III).

Un réservoir de 2 m³ (VI), contenant un bactéricide, et muni d'une pompe, est utilisé pour le nettoyage automatisé de la maille du module.

C) Caractéristiques techniques du module DH

Taille du module	h = 2,6 x l = 2,1 x L = 7,2 m
Poids à vide	1 300 kg
Poids en service	3 500 kg
Puissance pompe arrosage	1,5 à 2,5 kW/h
Diamètre ventilateur	1,6 m
Puissance ventilateur	1,1 kW
Niveau sonore à 10 m	51 dbA
Structure externe	Polyester isophthalique

D) Dimensionnement

Trois facteurs interviennent dans le dimensionnement d'une installation :

- Le type d'effluent,
- Le volume d'effluent à évaporer,
- La météorologie locale.

Station météo : Bordeaux

La vitesse du vent est produite par le ventilateur. Elle est constante et s'élève à **4 m/s**

mois	humidité relative (%)	température moyenne (°c)	nombre de jours	évaporation moyenne (m ³)
janvier	88	5.0	31	9.1
février	83	6.7	28	12.3
mars	78	9.3	31	20.2
avril	76	11.3	30	21.5
mai	76	15.5	31	26.7
juin	76	16.1	30	25.4
juillet	75	20.9	31	31.7
août	76	21.0	31	30.3
septembre	80	18.0	30	20.9
octobre	86	14.0	31	14.1
novembre	88	9.2	30	9.2
décembre	89	6.7	31	8.5
TOTAL				229.9

L'évaporation annuelle moyenne pour un module DH, sur la région de Bordeaux, est de l'ordre de 220 m³.

Exemple : une cave produisant 13 000 hectolitres de vin, et **rejetant 650 m³ par an**. Bien qu'un litre d'eau soit nécessaire à la fabrication d'un litre de vin, il est à noter que seulement 50 % environ de ce volume est rejeté. Une partie de l'eau utilisée pour le refroidissement par exemple n'est pas rejetée. **3 modules DH seraient donc nécessaires.**

RESULTATS et DISCUSSIONS

Le château Queyret Pouillac, à Saint Antoine du Queyret (33), au coeur de l'Entre deux-Mers, produit **3 200 hectolitres de vin** par an. La consommation d'eau a été gérée au mieux, des économies ont été faites, et aujourd'hui, ce sont environ **200 m³ par an de rejets** que le procédé NUCLEOS doit traiter.

Une étude a donc été réalisée sur cette base, et a montré qu'**un seul module d'évaporation**, ventilé mécaniquement, était nécessaire.

- a) Coût d'exploitation

I) Consommations électriques moyennes

Le coût de fonctionnement est principalement dû au coût de l'électricité, comme sur toutes les installations NUCLEOS.

Au château Queyret Pouillac, la consommation électrique totale s'est élevée à 9600 kW sur une année, à raison d'un fonctionnement 2/3 le jour et 1/3 la nuit.

Coût moyen annuel : 5 000 F

II) Nettoyage de la maille

NUCLEOS préconise le nettoyage hebdomadaire de la maille à l'aide d'un bactéricide.

Le coût annuel en produit est de l'ordre de 2 000 F.

Les produits préconisés sont biodégradables et homologués par le Ministère de l'Agriculture.

III) Total

Le coût total annuel d'exploitation s'élève à environ (5000 F + 2000 F) 7 000 F :

Production de vin (hectolitres)	Coût énergie (F)	Nettoyage bactéricide (F)	TOTAL (F)	Coût par hectolitre (F)
3 200	5 000	2 000	7 000	2,18

Le coût d'exploitation moyen pour 1 module DH installé en région Aquitaine est d'environ 2,20 F par hectolitre de vin produit. Ce chiffre est donné à titre indicatif, et peut varier d'une installation à l'autre. Il diminue particulièrement lorsque la taille de la cave augmente. Chaque installation doit faire l'objet d'une étude précise, tenant compte de l'existant, et des particularités de chaque cave.

- b) Coût d'investissement

Le module d'évaporation est installé à proximité du chais. Le stockage de l'effluent se fait également à proximité. Le devis total s'élève à **232.100,00 F**.

Le VII^{ème} plan de l'Agence de l'Eau prévoit des aides au financement des caves qui acquittent la redevance. Ces aides varient avec les régions. Sur la région Aquitaine le **montant des aides se répartit de la manière suivante :**

Agence de l'eau Adour Garonne :

70 % du coût de l'opération sous forme de prêt à taux 0 %, remboursable sur 10 ans, soit l'équivalent de 18 % du coût de l'opération sous forme de subvention :

18 % de 232 100 F = **41 778 F**

et 10 % de subvention soit : 10 % de 232 100 F = **23 200 F**

Conseil Régional : 10 % de 232 100 F = **23 200 F**

Conseil Général : 10 % de 232 100 F = **23 200 F***

TOTAL des aides subventionnées 111 378 F

* Les aides du Conseil Général sont soumises à condition : 10 % du coût de l'opération

plafonnés à 250 000 F pour les caves coopératives et à 50 000 F pour les caves particulières. La cave peut également, dans certains cas, bénéficier d'aides Européennes (FEOGA).
Le coût de l'opération s'élève ainsi à 232 100 F - 111 378 F = 120 722 F.

Ce type d'investissement s'amortit sur 10 ans

La cave aura donc produit 32 000 hectolitres de vin. Le coût d'investissement s'élève donc à $120\ 800 / 32\ 000 = 3,77$ F

Production sur 10 ans (hectolitres)	Coût investissement (F)	Aides subventionnées (F)	Coût réel (F)	Coût par hectolitre (F)
32 000	232 100	111 300	120 800	3,77

Le coût d'investissement pour un module fermé DH installé en région Aquitaine, s'élève à environ 3,77 F par hectolitre de vin produit.

CONCLUSION

Le système NUCLEOS d'évapo-concentration des effluents aqueux, de type traitement individuel et modulable, est une solution **simple, efficace et économique, voire rustique**, qui utilise l'énergie créée par le ventilateur, et qui permet de traiter des effluents d'origines diverses.

En cas d'arrêt intempestif du système, il n'y a pas de risque de pollution : l'effluent reste dans le bassin de stockage.

En France le système NUCLEOS est reconnu par l'Agence de l'Eau, qui finance les installations pour les caves qui acquittent leur redevance. Une fois l'installation réalisée, les caves n'ont plus à payer cette redevance de pollution, car il n'y a plus de rejet en rivière.

Les modules d'évaporation DH ne nécessitent que **peu de maintenance** et leur **coût de fonctionnement est très bas**.

REFERENCES

NUCLEOS possède **plus de vingt références** en France dans le domaine vinicole, parmi lesquelles :

Cave coopérative de Montaren (30), Distillerie Rieux Minervois (11), Château Queyret Pouillac (33), Cave de Costebelle de Tulette (26), Cave Jeanjean (34), Cave coopérative de Mèze (34), Cave de Lunel (34) etc...

Traitement des effluents de vendanges et de vinification par stockage aéré en bassin ouvert

Wineries wastewater treatment by aerated storage in open basin

D. Pluchart

ORCATE Champagne-Ardenne
(Organisme Régional de Conseil et d'Assistance Technique pour l'Eau)
1, rue Eustache de Conflans
51035 CHALONS EN CHAMPAGNE CEDEX
tel : 03 26 66 25 75, fax : 03 26 65 59 79

Résumé - La coopérative de SERZY ET PRIN s'est dotée en 1992 d'un bassin de stockage de 1300 m³ pour ses effluents vinicoles. Ce bassin à ciel ouvert étanché par géomembrane a fonctionné trois années en stockage simple (autoépuration). La nécessité d'obtenir des résultats compatibles avec un rejet en rivière sensible et les nuisances olfactives, ont contraint le maître d'ouvrage à mettre en place une turbine flottante de 22 kW en 1995. Ce stockage aéré a été suivi par l'ORCATE pendant deux ans. La première année, 650 m³ sont traités avec une aération élevée, maintenant souvent le bassin à la saturation en oxygène. Les résultats exprimés en DCO passent de 8000 mg/l en octobre à 200 mg/l en avril après réception des effluents de vinification jusqu'en février. Cette nouvelle technique de stockage aéré, beaucoup moins coûteuse que les cuves fermées, donne des résultats comparables voire meilleurs.

Abstract - *The cooperative of Serzy et Prin which produced 1.150.000 liters of must and making 450.000 liters of wine had been equipped with a waste water storage basin of a total volume of 1.300 m³. This open basin watertight by geomembrane have been working three years only as a simple storage (in self purification). The out of necessity to obtain a level of purification which allowed direct discharge in sensible rivers, and the odor problems, have been constraint the winery manager to equip the basin with a floating aerator for the 1995's harvest. This new type of aerated storage have been followed up during two years. In 1995-1996, ORCATE put some measurement equipment (pH, temperature, dissolved oxygen, redox potentiel and made regularly analysis and microscopic observations. In 1996-1997, a more punctual follow-up have been done with the cooperation of the CIVC. The first year, 650 m³ of effluents was purified with a high level of aeration, the most often over the oxygen saturation level. The results, had past from 8.000 mg O₂/l in October to 200 mg O₂/l in COD in April including the vinification wastewater from February. This new aerated storage technique, less expensive than insolation storage give comparable results and is still rustic, thus it is easy to manage for the wineries workmen.*

Mots clés : effluents vinicoles, stockage, géomembrane, stockage aéré

Keywords : winery effluents, storage, geomembrane, aerated storage

Introduction

La coopérative vinicole "LA VIGNERONNE" de SERZY et PRIN a fait construire, en 1992, un bassin de stockage pour ses effluents vinicoles. Ce bassin étanche et à ciel ouvert, a fonctionné trois années en stockage simple (autoépuration). Les études réalisées par l'ORCATE ont alors montré l'intérêt et les limites de cette technique (PLUCHART, 1994 : actes du 1^{er} Congrès International). La nécessité d'obtenir des résultats compatibles avec un rejet en rivière sensible et les problèmes de voisinage liés aux nuisances olfactives ont contraint le maître d'ouvrage à installer un dispositif d'aération dans ce bassin pour les vendanges 1995. La possibilité de stocker la totalité des effluents de vendanges et de vinification et de ne rejeter les effluents qu'après vinification de leur complet traitement en ont fait le premier stockage aéré en bassin ouvert réalisé en Champagne. Ce dispositif méritait donc un suivi précis. Celui-ci a été assuré en 1995-1996 par l'ORCATE et en 1996-1997 en partenariat avec le C.I.V.C.*

Caractéristiques et coûts de l'installation

Le bassin de stockage : Il a un volume de 1 300 m³, une surface 850 m² et une profondeur moyenne de 1,50 m. Il est étanché par une géomembranne et dispose d'une vanne et d'une canalisation pour sa vidange. Il est clôturé et planté d'une haie à son pourtour. Son coût additionné à celui des différentes modifications de canalisations pour la collecte des effluents s'élève, en 1992, à 290 000 F.

Le dispositif d'aération : Il s'agit d'une turbine flottante à vitesse rapide (975 tr/mm) dont la puissance installée est égale à 22 kW (17 W/m³ bassin plein, 34 W/m³ condition 1995-1996) ; elle a rendement d'oxygénation de 1,3 à 1,5 kg O₂/kWh. Son coût, qui comprend la fourniture, la pose et l'amenée d'électricité, est voisin de 126 000 F en 1995.

Le point de rejet : Le rejet, dont le débit peut être limité grâce à la vanne de fermeture, s'effectue dans un fossé d'eaux pluviales long d'environ 1 km. Celui-ci rejoint la rivière ARDRE (1^{ère} catégorie).

Méthodologie des suivis en 1995-1996

Du matériel de mesure avec acquisition de données est installé en poste fixe durant près d'un mois dans une zone correctement brassée. Les paramètres enregistrés sont : la température, le pH, l'oxygène dissous et le potentiel redox. Une échelle limnimétrique installée dans le bassin permet de noter le volume contenu à chaque visite. Des mesures ponctuelles de pH, redox et accessoirement oxygène dissous sont effectuées à 2 profondeurs (- 20 cm et - 100 cm) et à 2 endroits opposés du bassin (zones de moindre aération). Des prélèvements ponctuels sont réalisés dans le bassin homogénéisé, une fois par semaine. Ils donnent lieu aux analyses suivantes : pH, MES, DBO₅ sd, DBO₅ ad₂, DCO sd, DCO ad₂, NTK, P total et aux tests NO₂ et NO₃ par bandelettes.

Conditions de fonctionnement en 1995-1996

- **production** : 11 500 hl de moût à la vendange dont 4 500 hl vinifiés sur place
- **volume final dans le bassin** : 650 m³
- **cycles d'aération** : * du 09/10/95 au 26/10/95 : 16 h/j soit 2h d'aération et 1h d'arrêt

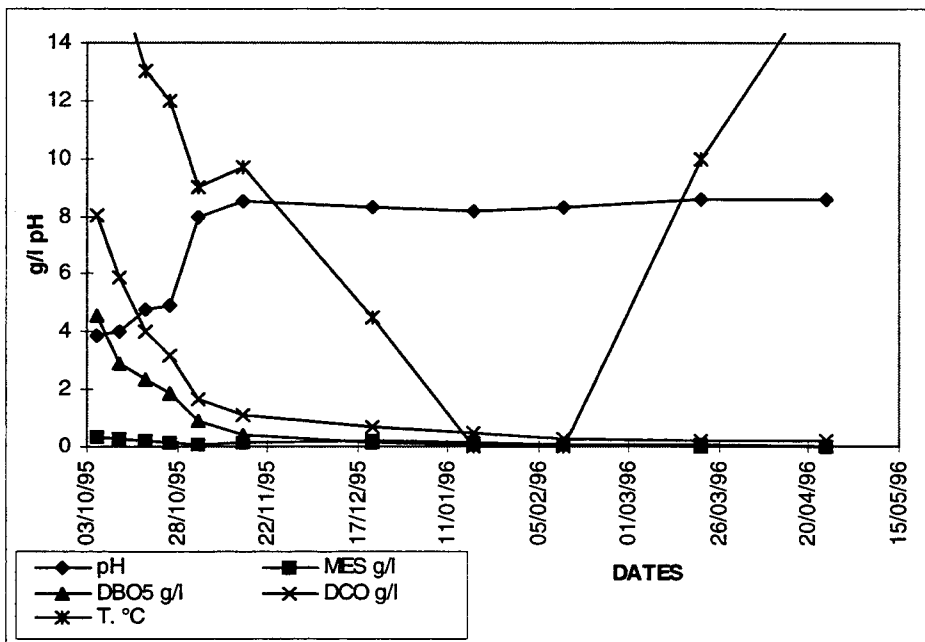
* Comité Interprofessionnel du Vin de Champagne

- * du 26/10/95 au 15/11/95 : 12 h/j soit 1h d'aération et 1h d'arrêt
- * du 15/11/95 au 12/02/96 : 6 h/j soit 45 mn d'aération et 2h15 d'arrêt
- * du 12/02/96 au 15/04/96 : 3 h/j soit 30 mn d'aération et 3h30 d'arrêt

Principaux résultats obtenus en 1995-1996

- Evolution des principaux paramètres d'analyses

DATES	pH	MES g/l	DBO5 g/l	DCO g/l	T. °C
06/10/95	3.9	0.314	4.56	8.06	17.5
12/10/95	4	0.244	2.9	5.92	16
19/10/95	4.8	0.19	2.38	4.01	13
26/10/95	4.9	0.166	1.89	3.21	12
03/11/95	8	0.051	0.93	1.69	9
15/11/95	8.5	0.125	0.43	1.13	9.7
21/12/95	8.3	0.176	0.135	0.693	4.5
18/01/96	8.2	0.105	0.095	0.46	0
12/02/96	8.3	0.045	0.045	0.255	0
21/03/96	8.6	0.069	0.025	0.197	10
25/04/96	8.6	0.033	0.017	0.2	16.5



- **Rendements d'épuration** : MO : 98 % ; MES : 89,5 % ; DCO : 97,5 %

- **Autres résultats d'analyses** : NTK : 28,9 mg/litre le 6 /10/95 et 8,8 mg/l le 25/04/96 ; P total : 6,7 mg/l le 6/10/95 et 1,5 mg/l le 25/04/95 ; DCO des eaux usées de soutirage : 5,6 g/l du 19 au 23/10/95 ; 15,2 g/l du 23 au 26/10/95 et 11,5 g/l du 26/10 au 3/11/95.

- **Volumes** :

Compteur d'eau : 752 m³ du 3 au 11/10/95 et 249 m³ du 11/10/95 au 12/02/96.

Dans le bassin : 500 m³ le 12/10/95 ; 650 le 21/03/99 et 600 m³ le 25/04/96.

- **Enregistrements en continu et mesures ponctuelles** : pH et température : voir graphique. Le potentiel redox varie de + 100 à + 200 mv et l'oxygène dissous de 4 à 13 mg/l à l'exception de la première semaine.

- **Observations au microscope**

Jour 1 à 10 : croissance des levures et des bactéries libres

Jour 10 à 17 : croissance des zooflagellés (milieu identique)

Jour 17 à 37 : apparition des premiers floccs et des petits ciliés ; régression des bactéries libres

Après le jour 37 : disparition des bactéries libres, augmentation puis régression des floccs ; apparition des paramécies en janvier ; disparition des levures en février
disparition des paramécies et apparitions des microphytes en avril

- **Observations in situ** : Compte-tenu de sa forte puissance, la turbine flottante est relativement bruyante et génère des aérosols. La couleur du bassin passe du beige au gris puis au rouge vif lors de l'arrivée des effluents alcalins des détartrages. Aucune nuisance olfactive n'est constatée durant cette campagne.

- **Production de boues** : Environ 40 m³ à l'état liquide et 1,2 tonnes après séchage au fond du bassin.

Energie, coût de fonctionnement et ratios 1995-1996

- **Coût d'énergie pour 1 262 h d'aération soit 27 764 kWh** : environ 10 000 F.

- **Coût de main d'oeuvre** : voisin de 1 500 F (compris enlèvement des boues sèches).

- **Coût général de fonctionnement** : environ 18 F/m³ traité.

- **Ratios pour 5 394 kg de DCO éliminées** : 5 kW/kg DCO et 7 kg O₂/kg DCO.

- **Ratios de consommation d'eau (compteur)** : 65 l/hl (pour les vendanges et 55 l/hl pour la vinification).

Conditions de fonctionnement en 1996-1997

- **Production** : 11 200 hl de moût (vendange) et 4 700 hl vinifiés.

- **Volume final dans le bassin** : 800 m³.

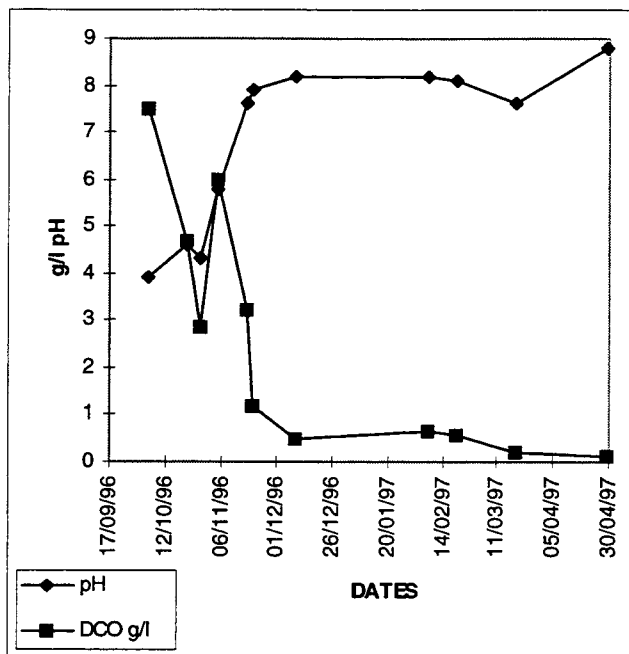
- **Cycles d'aération** :

* Du 4/10/96 au 6/10/96 : 8h/j soit 1 heure d'aération et 2 heures d'arrêt.

* Du 6/10/96 au 5/05/97 : 4h/j soit ½ heure d'aération et 2 heures ½ d'arrêt.

Principaux résultats obtenus en 1996-1997

- Evolution des principaux paramètres d'analyses



DATES	pH	DCO g/l
04/10/96	3.9	7.5
22/10/96	4.6	4.7
28/10/96	4.3	2.85
05/11/96	5.8	6
18/11/96	7.6	3.2
20/11/96	7.9	1.17
09/12/96	8.2	0.5
07/02/97	8.2	0.65
20/02/97	8.1	0.57
19/03/97	7.6	0.19
29/04/97	8.8	0.12

- Rendements d'épuration : MO = 99 % ; MES = 29 % ; DCO = 98,5 %.

- Différentes observations : Comparables à celles de la campagne 1995-1996.

- Production de boues : 8 m³ à l'état liquide (après évaporation partielle).

Energie, coût de fonctionnement et ratios

- *Coût d'énergie pour 860 h d'aération soit 18 920 kWh* : environ 7 500 F.
- *Coût de main d'oeuvre* : voisin de 500 F.
- *Coût pour l'enlèvement des boues et le nettoyage du bassin par une société spécialisée* : environ 4 500 F.
- *Coût général de fonctionnement* : voisin de 15,50 F/m³ traité.
- *Ratios pour 5 904 kg de DCO éliminée* : 3,2 kW/kg DCO et 4,8 kg O₂/kg DCO.
- *Ratios de consommation d'eau (arrivée dans le bassin)* : 53 l/hl (vendange) et 43 l/hl (vinification).

Interprétation des résultats et conclusions

Bien que la forme et la profondeur du bassin ne soient pas optimales, l'installation d'un aérateur de surface de forte puissance, permet d'atteindre facilement la saturation en oxygène et d'obtenir des résultats comparables sinon supérieurs à ceux des stockages aérés en cuves fermées avec une évolution microbiologique très ressemblante. Dans le cas précis de la coopérative de SERZY et PRIN qui traite les effluents de vendanges et de vinification, les objectifs fixés ont été atteints puisque la qualité de l'eau traitée est compatible avec un rejet au milieu naturel et que les nuisances olfactives ont disparu.

Les inconvénients de ce type de traitement sont :

- son emprise au sol importante,
- le bruit et les aérosols provoqués par la turbine,
- une durée de traitement longue du fait de l'étalement des arrivées d'effluents de vinification et de l'absence d'effet "température" (propres aux cuves enterrées).

Ses avantages sont liés à :

- sa rusticité et son coût d'investissement beaucoup moins élevé que celui des stockages aérés en cuves fermées,
- sa facilité d'exploitation (par le personnel de la cave) et son coût de fonctionnement en diminution : recherche du rapport optimum entre l'apport d'oxygène minimum et une qualité d'eau conforme au rejet en rivière ainsi qu'une absence de nuisances olfactives,
- la possibilité de stocker et de traiter des volumes importants,
- un effet de dilution élevé pour les toxiques (alcalins chlorés) qui les rend inopérants,
- la possibilité d'atteindre des niveaux de rejet élevés avec une grande sécurité de fonctionnement : pas de rejet tant que le niveau souhaité n'est pas atteint.

Les améliorations à apporter à ce type de dispositif d'épuration pourraient consister à :

- réaliser des bassins plus profonds et pentus afin d'obtenir un meilleur transfert d'oxygène et de favoriser l'épaississement des boues,
- installer des dispositifs d'aération plus performants et sans nuisances (fines bulles et agitateurs à vitesse lente),
- réguler l'aération avec des sondes redox ou à oxygène dissous.

Etude d'un procédé autonome de traitement des effluents vinicoles

Study of an on-site process for winery wastewaters treatment

S. Maunoir ⁽¹⁾, H. Philip ⁽¹⁾, A. Rambaud ⁽²⁾, D. Eumont ⁽³⁾, J. Carballar ⁽³⁾, J. Gonzalvez ⁽³⁾

(1) Eparco, Centre Technique de Recherches, B.P. 62, 34140 MEZE

(2) Faculté de Pharmacie, Laboratoire Hydrologie - Hygiène 2, 34060 MONTPELLIER

(3) Lycée Viticole d'Orange, Château Mongin, 2260, Route du Grès, 84100 ORANGE

Résumé - L'objectif de ce travail est de tester à l'échelle du pilote industriel l'adaptation au traitement des effluents vinicoles de procédés d'épuration déjà utilisés et validés pour l'épuration des eaux usées domestiques. Le pilote de traitement comporte une étape de décantation - digestion anaérobie des effluents bruts, une étape de filtration biologique anaérobie et une étape de filtration biologique aérobie sur milieu granulaire poreux. L'installation reçoit les effluents vinicoles de la cave du lycée professionnel vitivinicole d'Orange (Vaucluse, France, production d'environ 800 hl/an de vin rouge essentiellement). Les résultats présentés ici concernent les périodes de vendanges 95 et 97. On a réalisé des suivis de fonctionnement au moyen d'analyses physico-chimiques sur les effluents et les boues. L'ensemble des résultats conduira à définir les bases de dimensionnement pour la conception de stations d'épuration autonomes destinées au traitement des effluents vinicoles.

Abstract - The purpose of this study is to test a physical - biological treatment for winery wastewaters. The process used is already applied for domestic wastewaters treatment. A pilot plant is tested on-site. The experiment started in april 1995. The pilot treats raw winery wastewaters from a wine cellar (production = 800 hl / year). The process is composed of a patented settlement-digestion tank, an anaerobic biological filter operating upflow and a patented aerobic biological filter (downflow). To follow the operation of the pilot, different physico-chemical parameters are monitored during the activity periods of the wine cellars (vintage of '95 and '97). The data obtained show the characteristics of the raw wastewaters and the performances of the system. The first campaign shows that the organic and hydraulic loads are 4,5 times greater than the specified load but the efficiency is 85% for TSS and 60 % for COD. During the third campaign the pilot shows an efficiency of 90 and 80 % for TSS and COD.

All the results obtained permit us to size a new on-site winery wastewater treatment plant .

Mots clés : traitement des eaux usées, effluents vinicoles, procédés de traitement, décantation-digestion, filtre biologique

Keywords : wastewater treatment, winery wastewaters, treatment process, sedimentation-digestion, biological filter

1. INTRODUCTION

Les caves vinicoles produisant entre 500 hl et 20000 hl par an sont soumises à déclaration au titre des installations classées et un arrêté est en cours d'élaboration qui définira les seuils de rejet des effluents épurés.

Or aujourd'hui, il n'existe pas ou peu de procédés adaptés aux petites exploitations de moins de 2000 hl/an.

Comme l'indiquent MOLETTA et RAYNAL (1992), les procédés biologiques classiques d'épuration des eaux usées apparaissent comme les plus favorables au traitement des effluents vinicoles.

L'objet du travail présenté ici est de tester, à l'échelle du pilote industriel, l'adaptation de procédés d'épuration déjà utilisés et validés pour le traitement des effluents domestiques. Le but est de définir les bases de dimensionnement d'une filière autonome d'épuration.

2. MATERIELS ET METHODES

Site, périodes d'étude et caractéristiques du pilote

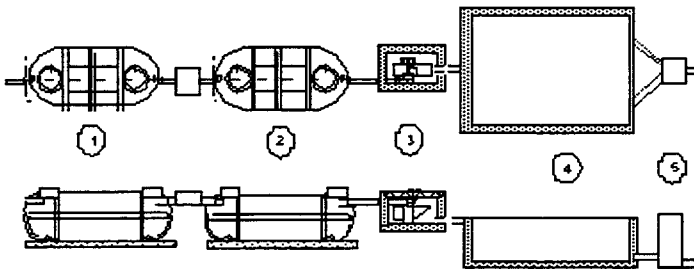


Figure 1 : Plan et coupe du pilote: 1- Fosse de décantation digestion de 5 m³ (brevet Eparco N° 2596437). 2- Filtre biologique anaérobie de 5 m³, garni de pouzzolane. 3 - Auget basculeur de 50 litres. 4 - Filtre biologique aérobie de 14 m², garni de zéolithes (brevet Eparco N° 2717101). 5 - Regard de sortie.

Le pilote est installé sur le site du Lycée d'Enseignement Professionnel Viti-Vinicole d'Orange qui comprend un domaine dont la cave produit essentiellement du vin rouge. La capacité de production est de 1200 hl/an. Les effluents reçus par le pilote sont en totalité et exclusivement ceux issus de la cave. L'installation est fonctionnelle depuis le mois d'avril 1995. Le fonctionnement est gravitaire sans apport d'énergie électrique. Le pilote est composé de différents éléments placés en série (cf. figure 1).

Le pilote a été dimensionné en considérant que la cave du lycée d'Orange produit en moyenne 800 l d'eaux usées par jour, en se basant sur un ratio communément admis en fonction du volume de vin traité (JUSIAK, 1994). Afin de connaître précisément le volume d'eau utilisée et rejetée, la cave, alimentée par un forage, a été équipée de compteurs volumétriques et le pilote d'un compteur de basculements de l'auget.

Protocole expérimental

Méthodes d'analyses des effluents et des boues

Les résultats présentés ici concernent la matière organique - exprimée par la DCO et les matières volatiles (MV) - et la matière solide - mesurée par les MES et les matières sèches (MS). Ces analyses, ainsi que le pH, ont été réalisées selon les normes AFNOR. La hauteur des boues est mesurée grâce à un détecteur optique de niveau de boues (brevet Eparco N° 2731272).

Caractéristiques des suivis expérimentaux

Le fonctionnement du pilote a d'abord été suivi pendant la campagne 95, du 15 Septembre au 10 Novembre, soit pendant 56 jours, période qui englobe les vendanges et des soutirages. Durant cette période, un prélèvement ponctuel a été fait chaque jour.

Le deuxième suivi a été réalisé en 1997 pendant les vendanges, du 15 septembre au 8 octobre (24 jours). Afin d'estimer les flux transitant par le pilote, les prélèvements ont été faits en fonction du débit entrant dans le pilote. Au total, 141 analyses de DCO et de MES ont été réalisées.

3. RESULTATS

Vendanges 1995

Volume d'effluents traités par le pilote

Les valeurs caractéristiques sont les suivantes : volume total d'effluents : 203,2 m³ (relevé effectué sur les 56 jours de suivi), débit moyen : 3,6 m³ / j, débit minimum : 0 m³ / j, débit maximum : 15,8 m³ / j. Une quantité importante d'eau a donc été utilisée. Le volume moyen rejeté est 4,5 fois plus élevé que ce qui avait été envisagé. Le pilote a reçu des pointes journalières importantes : 11 journées ont des volumes compris entre 5 et 10 m³, pour un temps d'exploitation d'environ 10 heures par jour.

Bilan "matières" et rendements sur la DCO et les MES

Caractéristiques des matières solides retenues par la fosse de décantation - digestion et charge retenue par le décanteur

Le volume des matières solides décantées et flottantes a été mesuré après 53 jours de suivi de l'installation, ainsi que les concentrations en MS et MV. La quantité globale de matière accumulée dans le décanteur a donc pu être calculée, et on trouve 153,4 kg de MS et 53,6 kg de MV. Pour un volume total d'effluent sur la période considérée de 183,6 m³, le décanteur a retenu en moyenne 835 mg/l de MS et 292 mg/l de MV.

Charges en sortie de la fosse de décantation - digestion et à la sortie du pilote

Les résultats correspondant aux analyses faites sur les effluents de sortie de la fosse et de sortie du pilote sont reportés dans le tableau 1.

	DCO (mgO ₂ /l) (moy. ± écart type)	MES (mg/l) (moy. ± écart type)
Effluent de sortie du décanteur	2426 ± 1327	89 ± 81
Effluent de sortie du pilote	1198 ± 791	30 ± 17

Tableau 1 : DCO et MES de l'effluent de sortie du décanteur et de sortie du pilote
(Vendanges 95, 35 mesures)

En sortie de pilote, la DCO moyenne observée est de 1,2 g/l soit environ 50 % de la charge sortant de la fosse. Les MES sont en moyenne à 30 mg/l, soit 30 % de la charge sortant de la fosse.

Calculs des rendements globaux

Le rendement d'épuration est obtenu en effectuant le calcul suivant :

$$\text{Rendement (R)} = [(charge entrante - charge sortante) / charge entrante]$$

La DCO entrante est calculée en considérant que 1g de MV égale 1g de DCO et les MES entrantes sont calculées en considérant que 1g de MS égale 1g de MES. La DCO et les MES entrantes sur la station sont donc évaluées par défaut en considérant que la charge entrante est égale à la charge accumulée dans le décanteur plus la charge sortante du décanteur. On trouve :

$$RDCO = [(2718 \text{ mg/l} - 1198 \text{ mg/l}) / 2718 \text{ mg/l}] = 56 \%$$

$$RMES = [(924 \text{ mg/l} - 30 \text{ mg/l}) / 924 \text{ mg/l}] = 97 \%$$

Par ailleurs, les mesures de pH (36 au total) donnent une valeur moyenne de 6,08 ± 0,9 pour l'effluent brut et de 6,4 ± 0,4 en sortie de pilote. Le pilote était régulé par ajout manuel de CaCO₃ au niveau de la fosse.

Vendanges 1997

Volume d'effluents traités par le pilote

Le suivi effectué en 97 sur 24 jours a été ciblé sur la durée de forte activité de la cave (réception des vendanges). Pendant cette période le volume total d'effluents traités a été de 122,5 m³, soit 5,1 m³/j en moyenne. Les volumes journaliers maximum et minimum ont été respectivement 9,5 et 1,3 m³. Les relevés de débit ont été couplés aux analyses de DCO et de MES afin de pouvoir exprimer les résultats en terme de flux et de calculer les bilans de masses.

Evolution de la charge organique et rendement sur la DCO (cf. figure 2)

Le pilote a reçu une charge importante puisqu'en 24 jours, il est passé 437 kg de DCO, soit 18 kg/j en moyenne.

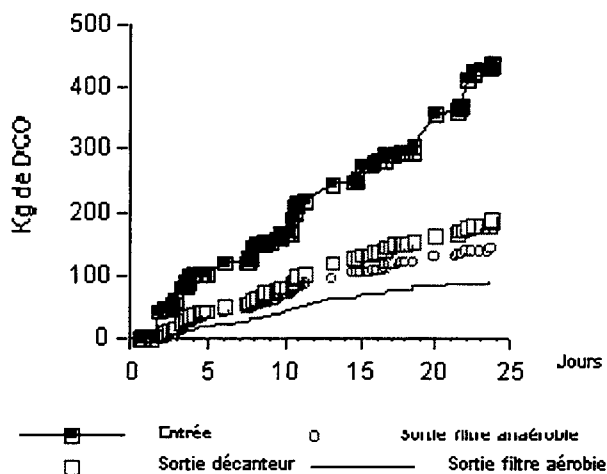


Figure 2. Masse cumulée en DCO reçue par le pilote (vendanges 97)

Le rendement total obtenu cette année est de 79 %, avec une prépondérance du rôle de la fosse (57 % de rendement). La concentration moyenne dans l'effluent brut est de 3600 mg/l et de 700 mg/l dans l'effluent de sortie du pilote.

Evolution de la charge solide et rendement sur les MES (cf. figure 3)

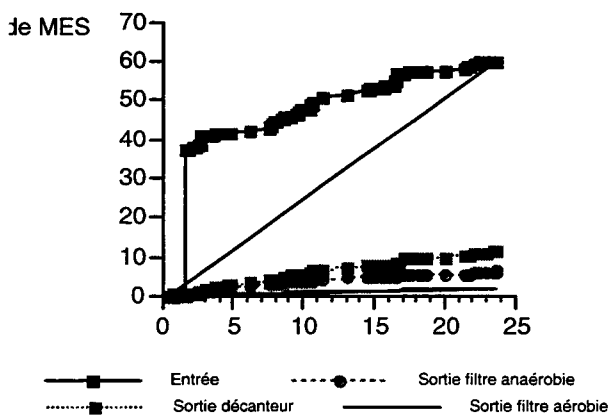


Figure 3. Masse cumulée en MES reçue par le pilote (vendanges 97)

La charge totale reçue par le pilote est de 60 kg de MES, la concentration moyenne de l'effluent brut est de 0,49 g/l. Un prélèvement a révélé un pic de MES (deuxième jour) avec une concentration de 53 g/l. Le rendement total du pilote est de 93 % et la concentration moyenne en sortie est de 31 mg/l.

4. ANALYSE ET CONCLUSION

Les débits traités ont été plus importants (4,5 fois en 95 et 6,3 fois en 97) que ce qui avait été prévu initialement et font donc chuter dans les mêmes proportions les temps de séjour. Les charges hydrauliques en effluents prétraités appliquées sur les filtres biologiques aérobies ont été conséquentes: 26 cm /j et 36 cm /j respectivement en 95 et en 97.

Outre les forts débits reçus en période d'activité, il ressort que les concentrations en matière organique à traiter ont été également très élevées (DCO parfois supérieures à 50 g/l). Les valeurs de DCO totale en entrée du pilote sont conformes à celles trouvées dans d'autres études (RACAULT et LENOIR, 1994). Sur les périodes de vendanges considérées, la DCO moyenne d'entrée représente une charge polluante de 100 EH en 95 et de 200 EH en 97 à traiter en permanence (calcul fait avec 90 g DCO / EH).

Ces charges importantes des effluents bruts ont permis de voir la réaction des pilotes en conditions limites. Ainsi, il ressort que les rendements d'élimination des MES sont de l'ordre de 95 % et les valeurs moyennes en sortie de filière sont de 30 mg/l. La fosse de décantation est donc, en particulier, très efficace. De plus, malgré les fortes concentrations, les rendements globaux d'élimination de la charge organique ont été importants, 79 % en 97, permettant d'obtenir un effluent de sortie de pilote avec des concentrations en DCO inférieures en moyenne à 750 mg/l. Le meilleur rendement mesuré en 97 peut s'expliquer par une sous estimation des flux entrants en 95 où le calcul a été réalisé par défaut. De plus, en 97, les ouvrages composant le pilote étaient ensemencés.

L'ensemble des données acquises permettent d'ores et déjà de définir les bases de dimensionnement pour la conception de stations d'épuration Eparco destinées au traitement des effluents vinicoles en recherchant moins de 300 mg/l de DCO dans les rejets.

5. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- JUSIAK, P. (1994) Le traitement des effluents des caves vinicoles en Aquitaine et Midi-Pyrénées. Actes du congrès international sur le traitement des effluents vinicoles. France, Narbonne et Epernay, 20-24 juin 1994, CEMAGREF ed. - ISBN 2-85362-366-1, p. 19-24
- MOLETTA, R. et RAYNAL, J. (1992) Procédés de dépollution innovants et recherches actuelles dans le domaine vinicole. Revue Française d'Oenologie, n° 134, janvier 1992, p. 34-43
- RACAULT, Y. et LENOIR, A. (1994) Evolution des charges polluantes de deux caves vinicoles du Sud-Ouest de la France sur un cycle annuel. Actes du congrès international sur le traitement des effluents vinicoles. France, Narbonne et Epernay, 20-24 juin 1994, CEMAGREF ed. - ISBN 2-85362-366-1, p. 37-43

Traitement des effluents vinicoles par boues activées multiétages. Bilan de fonctionnement dans deux caves du sud de la France après 2 ans de fonctionnement

Multistaged activated -sludge treatment of winery wastewater. Two years of full-scale operation in two wineries of the south of France

B. Picot*, J.C. Cabanis, L. Bouet***, M. Francia******

* Département Science de l'Environnement et Santé Publique et

** Centre de Formation et de Recherche en Oenologie

Faculté de Pharmacie, avenue Charles Flahault, F-34060 MONTPELLIER Cédex 02 - France

*** Oenologue - Cave Coopérative Les Grés, F-34740 - VENDARGUES - France

****GIMAR Tecno SpA, S.S. 31 KM, I-15040 OCCIMIANO (AL) Italie

Résumé - Deux caves vinicoles du Sud de la France, l'une d'une capacité de 100 000 hl, l'autre de 50 000 hl se sont dotées en 1994 d'une station de traitement biologique aérobie par boues activées multiétages (procédé Depur-Active Biosystem¹). Un programme de suivi a été conduit durant 2 ans sur les effluents de ces 2 caves avant et après traitement pour vérifier l'efficacité du procédé et optimiser son fonctionnement.

Les rendements d'élimination sont pour la DCO et la DBO₅ supérieurs à 98 %. La production de boues est faible, 0,3 kg de matière sèche par kg de DBO₅ éliminée, ce qui représente 2 à 3 soutirages par an. Pour une cave de 100 000 hl qui présente des pointes de pollution de 10 000 eq/hab., la pollution résiduelle ne dépasse pas 100 eq/hab. pendant la semaine d'activité maximale.

Abstract - *Two wineries in the South of France (50 000 and 100 000 hl wine) were equipped in 1994 with a plant for aerobic biological treatment, using multistaged activated-sludge. A follow-up programme was carried out over two years concerning the waste waters of the two wineries before and after treatment, in order to investigate the efficiency of the process and to maximize its operation.*

The efficiency of removal of COD and BOD₅ was higher than 98%, when SS was higher than 90% and with phosphorus and nitrogen loads of about 70%. For a winery of 100 000hl output, the peak pollution loads are 10 000 eq/hab and therefore the residual pollution does not exceed 100 eq/hab during the week of highest activity.

The study into different aeration tanks shows that at low loads, the pollution reduction occurs almost completely in the first aeration tank; for sludge loading rates higher than 0.3 kg BOD₅/kg VSS.day (vintage period), the four aeration tanks contribute significantly to the removal of organic matter. This demonstrates the advantages of multistaged treatment in order to effectively purify wine-making effluent.

The production of sludge, during the three years experimentation was estimated to be 0,3 kg TSS/kg BOD, a quantity much lower than that produced by the traditional type of activated-sludge plant.

Mots clés : caves vinicoles, effluents vinicoles, traitement, boues activées multi-étages

Keyword : winery wastewater, multistaged-activated, sludge treatment

¹ Depur-Active Biosystem : procédé breveté GIMAR Tecno SpA

Introduction

Actuellement, avec la sensibilité croissante de l'opinion au respect de l'environnement et à la mise en place de nouvelles réglementations, les dirigeants de caves sont fortement incités à mettre en place des dispositifs d'épuration pour réduire l'impact de leur rejet sur le milieu naturel. En effet, d'une part les caves vinicoles françaises sont depuis peu soumises à la législation des "Installations Classées" et d'autre part, la forte augmentation des redevances "pollution" les incite à prévoir un traitement spécifique de leurs effluents.

La cave coopérative Les Grés à Vendargues (Hérault) d'une capacité de 100 000 hl (cave n° 1) et la cave St Marc à Caromb (Vaucluse) d'une capacité de 50 000 hl (cave n° 2) se sont dotées, en 1994, d'une station de traitement biologique aérobie par boues activées multi-étages. Un programme de suivi a été conduit durant 2 ans sur les effluents de ces 2 caves avant et après traitement pour vérifier l'efficacité du procédé à échelle industrielle et optimiser son fonctionnement.

Matériel et méthode

- Description de la filière de traitement

Il s'agit d'un procédé de traitement biologique par boues activées à plusieurs étages.

Dans chacune des caves le dispositif de traitement comprend une série de cuves en polyester renforcé avec fibre de verre (PRFV) de forme cylindrique, érigées à la verticale et montées en série comprenant (Fig. 1) :

- une ou plusieurs cuves d'homogénéisation (2 x 70 m³ cave n° 1 ; 1 x 60 m³ cave n° 2) ;
- trois cuves d'aération (3 x 70 m³ cave n° 1 ; 3 x 60 m³ cave n° 2). La troisième cuve est à double enveloppe et calorifugée ;
- un décanteur à flux ascensionnel avec système de recyclage des boues.

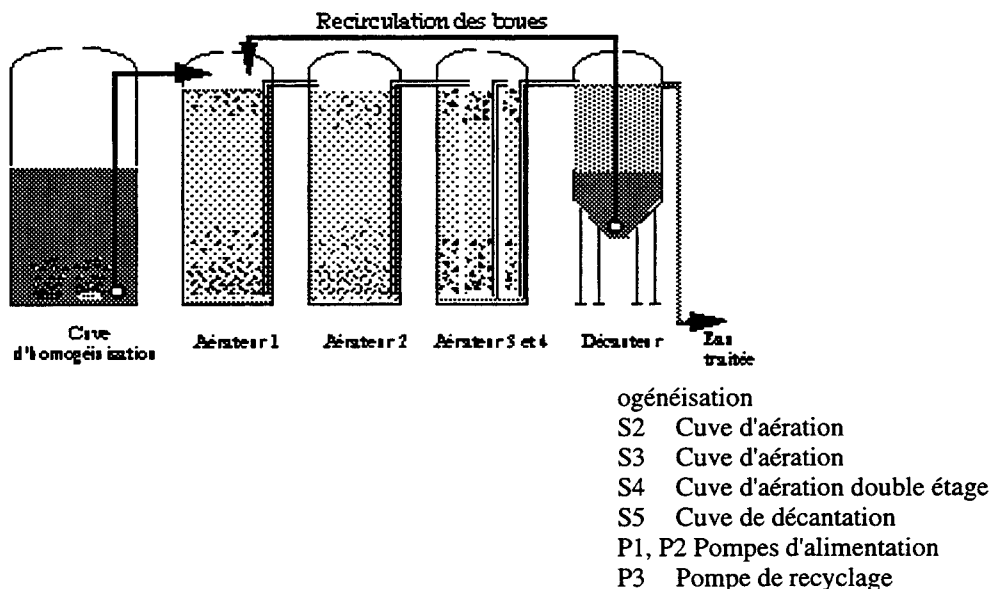


Figure 1 : Schéma de fonctionnement de l'installation

Ces installations de boues activées multi-étages n'ont pas besoin de décanteur primaire, les eaux résiduaires sortant des caves passent à travers un tamis de maille 1,5 mm qui retient les

particules les plus grossières.

L'homogénéisateur ou bassin tampon est conçu pour régulariser l'alimentation des cuves d'aération et optimiser ainsi le fonctionnement du traitement biologique. Il est équipé de diffuseurs d'air, fines bulles, alimentés par un compresseur. Cette oxygénation permet d'assurer le brassage du mélange tout en évitant le démarrage de processus de dégradation anaérobie et le développement de mauvaises odeurs. Un programme informatique géré par ordinateur permet d'envoyer les effluents de l'homogénéisateur vers la première cuve d'aération.

Les bassins d'aération sont constitués de plusieurs cuves en série. Ces cuves sont modulaires. Il est possible d'exclure un ou plusieurs éléments en fonction des fluctuations saisonnières ou pour faire face aux changements de capacité de travail de la cave.

L'installation dans les deux caves suivies comprend trois cuves montées en série. La troisième cuve dite "cuve d'oxygénation à double étage est constituée de deux cuves concentriques de même hauteur. La portion centrale reçoit les effluents provenant de la deuxième cuve d'aération qui passent ensuite dans le compartiment extérieur dont la paroi est calorifugée. Cette cuve a été conçue pour pouvoir utiliser seul, cet aérateur double étage, en période de faible activité de la cave. L'oxygénation de ces cuves d'aération est assurée par un ou deux compresseurs par cuve, selon la charge polluante à traiter, au moyen de diffuseurs d'air fines bulles placés sur le fond des cuves. Le rendement d'oxygénation est favorisé par le faible diamètre des bulles et par la hauteur des cuves. Le passage des effluents d'une cuve à l'autre se fait selon le principe des vases communicants du bas de la cuve précédente vers le haut de la cuve suivante.

Après décantation le surnageant est rejeté dans le milieu récepteur. Les boues décantées sont recyclées en tête de l'aérateur 1 et les boues en excès peuvent être dirigées vers un silo à boue avant d'être épandues.

- Conditions de fonctionnement et méthodologie de suivi

Les deux stations de traitement ont été mises en route au début des vendanges 1994, et ont reçu l'ensemble des eaux résiduaires des caves. La première cuve d'aération a étéensemencée par des boues de station d'épuration et par une flore microbienne spécifique adaptée au traitement des effluents vinicoles. Aucun ajout de réactif, ni de nutriment, n'a été réalisé, hormis l'ajout d'antimousse.

La capacité de stockage des homogénéisateurs (140 m³ cave n° 1, 60 m³ cave n° 2) s'est révélée trop faible, en raison d'une sous estimation des volumes et charges à traiter. Au cours de l'année 1995 ont été ajoutées pour la cave n° 1, une cuve de stockage de 70 m³ et une cuve d'aération de 70 m³ et pour la cave n° 2 une cuve de 30 m³ pouvant servir soit de silo à boue, soit de stockage des effluents.

Un suivi journalier des 2 installations a été réalisé du début septembre jusqu'à la fin décembre, c'est-à-dire durant les périodes de vendanges et de soutirages, puis à une fréquence hebdomadaire jusqu'en juin durant deux ans.

Des prélèvements ont été réalisés sur l'homogénéisateur, sur les différentes cuves d'aération et sur l'eau de sortie de la station. Sur ces échantillons ont été mesurés : pH, oxygène dissous, température, DCO, DBO₅, MES, MVS, NK, PT selon les protocoles normalisés AFNOR.

Les caractéristiques des eaux résiduaires rejetées par les deux caves en 1994 et 1995 sont décrites par PICOT et CABANIS (1998). La DCO moyenne est de l'ordre de 20 000 mg/l et la charge moyenne en DCO durant les vendanges de 590 kg/j et 415 kg/j respectivement pour les caves 1 et 2.

Résultat et discussion

- Performances épuratoires

Il faut souligner tout d'abord l'importance des homogénéisateurs dans ce procédé qui jouent un rôle de stockage et de régularisation de la charge polluante à traiter et cela en raison de la grande hétérogénéité des rejets de caves vinicoles (PICOT, 1992).

Compte tenu de l'importance des temps de séjour de l'ordre de 10 jours pendant la période de vendanges, 30 jours en période de soutirages et 50 jours en période de faible activité, les rendements épuratoires ne peuvent pas être calculés à partir de bilans effectués en entrée et sortie de station pendant 24 heures mais doivent être calculés en tenant compte de la totalité des charges entrées et sorties durant la période d'activité considérée (tableau 1).

Tableau 1 : Rendements épuratoires exprimés en %.

	VENDANGES				SOUTIRAGES			
	Cave n° 1		Cave n° 2		Cave n° 1		Cave n° 2	
	1994	1995	1994	1995	1994	1995	1994	1995
DCO	98	98,5	99	98	99,5	99	99	98
DBO ₅	99	-	98	-	99,5	-	99,8	-
MES	90	89	96,5	92	98	95	98	-
NK	78	-	71,5	-	95	-	85	-
PT	72	-	92,5	-	75	-	60	-

Ce procédé de traitement est particulièrement efficace pour l'élimination de la matière organique. Les rendements d'élimination de la DCO et de la DBO ont été supérieurs à 98 % durant les 2 années. Les rendements d'élimination des MES ont été voisins de 90 % durant la période des vendanges et supérieurs à 98 % au cours de la période des soutirages. La réduction de l'azote et du phosphore ont présenté des rendements moins importants mais néanmoins de l'ordre de 70 % pour ces périodes d'activité.

A la sortie de la station, les effluents présentent un pH compris entre 7,5 et 8, une DCO le plus souvent inférieure à 500 mg/l en période de vendanges et inférieure à 150 mg le reste de l'année, des MES proches de 150 mg/l en période de vendanges et inférieure à 50 mg le reste de l'année.

Ainsi, une cave produisant 100 000 hl de vin qui, sans dispositif de traitement, rejetait des eaux résiduaires présentant une pollution de l'ordre de 10 000 Equivalent-Habitant en période de vendanges, présente, après traitement par boues activées multi-étages, une pollution résiduelle de l'ordre de 50 Equivalent-Habitant en période de vendanges avec une pointe maximale d'une semaine à 100 Equivalent-Habitant. Pendant la période de soutirages, la pollution résiduelle est de l'ordre de 20 Equivalent-Habitant. Durant la période de faible activité de janvier à août, elle est de l'ordre de 10 Equivalent-habitant.

Dans ce procédé multi-étages, la première cuve d'aération fonctionne à forte charge en période de vendanges et soutirages et à faible charge en période de faible activité. Les bassins d'aération suivants fonctionnent à faible charge et même très faible charge en période de faible activité.

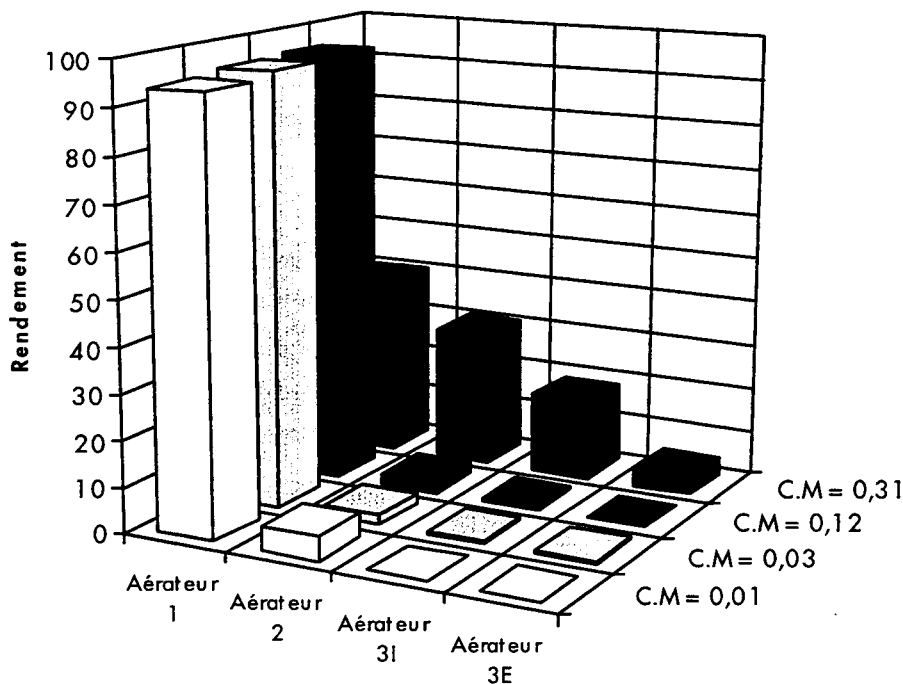


Figure 2 : Rendement d'élimination de la DCO pour chaque cuve d'aération en fonction de la charge massique appliquée.

CM : charge massique en kg DBO₅/kg MVS.jour

Il apparaît qu'à faible charge l'abattement de la pollution se fait en quasi totalité dans la première cuve d'aération. A forte charge par contre, pour des charges massiques supérieures à 0,3 kg DBO₅/kg MVS.jour (période de vendanges) les 4 aérateurs contribuent de façon significative à l'élimination de la matière organique (Fig. 2). Ceci démontre l'intérêt d'un traitement multi-étages pour épurer convenablement des effluents vinicoles.

- Production de boues

Comme tout procédé de traitement par boues activées, ce procédé produit des boues. Le premier aérateur fonctionne à forte charge mais les autres aérateurs fonctionnent en aération prolongée. De ce fait, la production de boues est réduite. Elle est de 100 à 150 m³ de boues par an avec une teneur en matière sèche d'environ 30 g/l, ce qui nécessite au maximum deux ou trois soutirages par an. En moyenne, sur les deux années de suivi, pour la cave n° 1, la production de boue a été de 0,3 kg de matière sèche par kg de DBO₅ traitée ou encore de 1,5 kg de matière sèche par m³ d'eau traitée. Ces boues sont récupérées pour être utilisées en épandage agricole.

Conclusion

Le suivi sur une période de deux ans des installations de traitement à échelle industrielle sur deux caves vinicoles importantes ayant essentiellement une activité de vinification a permis

de préciser les caractéristiques des rejets vinicoles et de démontrer l'efficacité d'épuration de ces installations.

Le procédé par boues activées multi-étages est un procédé adapté au traitement des effluents vinicoles.

La spécificité de ces effluents, très chargés en période de vendanges, justifie le traitement dans trois ou quatre cuves d'aération en série, la première fonctionne à forte charge, les dernières en aération prolongée ; pour les périodes de faible activité, il est possible de supprimer 1 ou 2 étages de traitement. Durant les vendanges chaque étage de traitement contribue de façon significative à la réduction de la matière organique.

Cette filière de traitement a permis une réduction de la DCO et de la DBO₅ de 98 % et des MES de 90 %. Des résultats similaires ont été obtenus sur une installation en Italie (FUMI *et al.*, 1995) qui traitait des effluents vinicoles moins concentrés provenant d'une cave ayant des activités de vinification et d'embouteillage.

Ce traitement ne nécessite pas de correction de pH, ni d'ajout de nutriments pour la croissance bactérienne.

En raison des possibilités de stockage et d'étalement des charges reçues ce système peut répondre à des variations de charge hydraulique et organique. La capacité de la station doit être calculée en tenant compte des charges reçues en période de vendanges.

Ce procédé a une production de boues réduite en raison du fonctionnement en aération prolongée. Les boues produites peuvent n'être soutirées que deux voire trois fois par an.

La maintenance de la part du personnel de la cave est réduite en raison de la possibilité de gestion informatique à distance. L'emprise au sol est réduite et la station s'intègre bien dans l'environnement d'une cave. Ce procédé aérobique ne génère pas de nuisance olfactive. D'autre part, le système modulaire de cuve peut s'adapter à la dimension exacte de la cave et à son évolution.

Ce procédé constitue une solution technique fiable pour le traitement des effluents de caves vinicoles de capacité de production supérieure à 20 000 hl de vin.

BIBLIOGRAPHIE

- FUMI M.D., PARODI G., PARODI E., SILVA A., MARCHETTI R. (1995). Optimisation of Long-term activated sludge Treatment of winery waste water. *Bioresource Technology*, 52, 45-51
- PICOT B. (1992). Pollution engendrée par les établissements vinicoles. *Rev. Franç. Oenol.*, 134, 5-10
- PICOT B., CABANIS J.C. (1998). Caractérisation des effluents vinicoles : Evolution des charges polluantes de deux caves vinicoles du sud de la France sur deux cycles annuels. In : Actes du Congrès International sur le Traitement des Effluents Vinicoles. Bordeaux, 5-7 Mai

The treatment of winery wastes by Degremont : example of two activated sludge plants

*Le traitement des effluents vinicoles par Degremont :
exemple de deux traitements biologiques par boues activées*

J.C. Forgeat, F. Ehlinger

DEGREMONT, 289 - 293, avenue de la République - 33200 BORDEAUX - France
Tel : 05 57 22 23 00, Fax : 05 56 02 69 90

Résumé : La technique de traitement par boues activées mise en oeuvre par DEGREMONT, sous différentes formes depuis de nombreuses années, est parfaitement adaptée aux contraintes du milieu viti-vinicole, de par sa simplicité de conception et d'exploitation et avec ses originalités propres.

Les deux Caves, prises parmi beaucoup d'autres, présentées ci-après (PUGNAC, 25 000 hl et MONSEGUR, 60 000 hl), en sont le plus sûr témoignage.

Nous les avons présentées de façon différente :

PUGNAC. Suivi d'une campagne (vendanges, écoupages, soutirages).

MONSEGUR. Evolution sur plusieurs campagnes (3).
Double bassin d'aération en série.

Les performances attendues sont toujours respectées.

Abstract : *Activated sludge processes performed by DEGREMONT are very well adapted to treatment of winery wastes. These treatments are characterized by simple flow sheet which are easily used.*

Two treatments plants (PUGNAC 25 000 hectolitres and MONSEGUR 60 000 hectolitres) are presented.

PUGNAC treatment plant is characterized by the recovery of an old wine tank for the treatment of the effluents by aeration. Results of a campaign are presented.

Two aeration tanks in series were used for the treatment plant of MONSEGUR. Results of 3 compains are presented here with hight efficiencis.

Mots clés : effluents vinicoles, traitement biologique, boues activées un ou deux étages

Key words : winery effluent, Biological treatment, activated sludge one or two levels

INTRODUCTION

Les effluents viti-vinicoles sont maintenant bien connus.

Ils sont caractérisés par de fortes concentrations de pollution facilement assimilables par des biomasses épuratrices.

Cependant, ces pollutions sont regroupées sur une période assez courte de l'année, ce qui nécessite des techniques d'épuration fiables rapidement et dont les performances doivent être très élevées.

En effet, les contraintes de d'environnement sont omniprésentes et la station d'épuration doit s'intégrer dans des sites très sensibles de monoculture et souvent en milieu semi-urbain.

A ces problèmes, DEGREMONT répond depuis de nombreuses années par la technique d'épuration par boues activées suivant différents procédés. Deux de ces procédés simples vont être présentés dans l'exposé suivant :

- boues activées simple étage (Cave de PUGNAC),
- boues activées double bassin d'aération en série (Cave de MONSEGUR).

I - CAVE COOPERATIVE DE PUGNAC

1.1 - Historique

La Cave Coopérative de PUGNAC, d'une production de 25 000 hl rouge, située en milieu semi-urbain, exutoire unique, décide en 1996 de réaliser son unité de dépollution.

Les données de base telles que définies et prises en compte étaient les suivantes :

		Effluents bruts	Effluents traités
Débit journalier	m ³ /j	23	23
DCO	mg/l	21 000	< 950
	kg/j	485	≅ 20
MES	mg/l	1 910	< 200
	kg/j	44	≅ 4,5

Remarque : L'autorisation de raccordement au réseau collectif est accordée avec ces valeurs de traitement en période de pointe et des valeurs plus contraignantes durant les autres périodes.

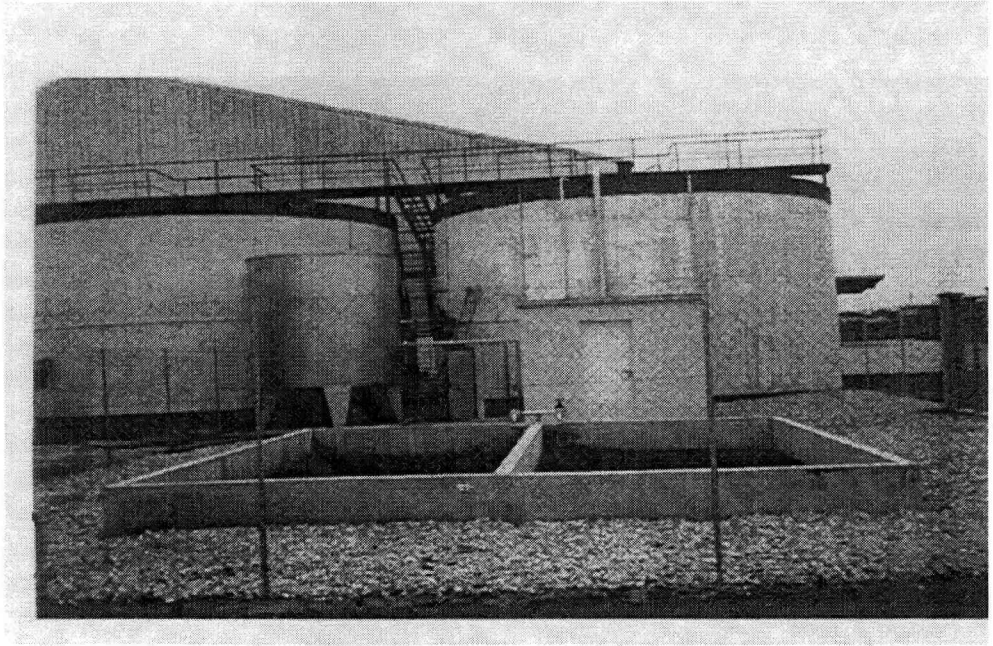


Figure 1 : Installation de boues activées de la cave de Pugnac

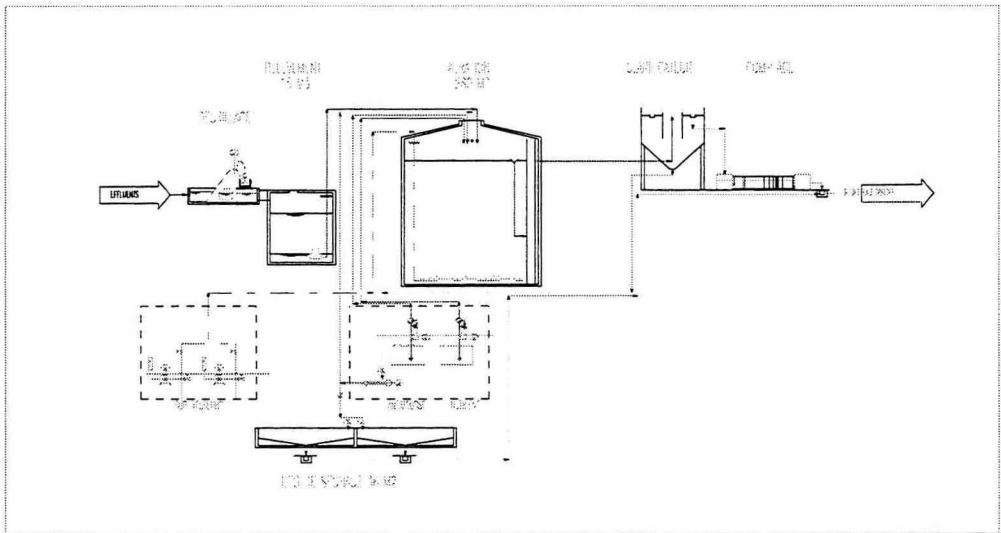


Figure 2 : Schéma de principe de l'installation de traitement de Pugnac

Les points forts de cette installation sont les suivants :

1. Pour une intégration dans son environnement, la récupération d'une cuve existante permet une meilleure intégration sur le site de la Cave et est économiquement très intéressant.
2. La très grande simplicité d'exploitation (boues activées simple étage par insufflation d'air et déshydratation sur lit de séchage).
3. La solution aérobie avec traitement sans stockage de la production d'eaux brutes offre toutes les garanties vis à vis des risques d'odeur (H₂S notamment).
4. La production des boues faibles sur ce type d'effluents (0,4 kg MS/kg DBO₅) est traitée sur lits de séchage (volume annuel : quelques mètres cubes).
5. Injection des différents réactifs (antimousse, nutriments, etc...) en automatique.
6. La bonne conformité du rejet de l'effluent traité vers la station communale.

1.2 - Résultats

Tous les résultats sont consignés dans les tableaux de synthèse et les courbes ci-après :

Périodes	03/09 au 17/10/97		17/10 au 14/11/97		14/11 au 16/12/97	
Effluents	Bruts	Traités	Bruts	Traités	Bruts	Traités
Débit mg/l	25	25	10	10	14	12
DCO mg/l	8 000	100	5 000	200	15 000	450
kg/j	200	2,5	50	2	240	54
MES mg/l	500	30	1 000	30	1 500	350
kg/j	12,5	0,75	10	0,3	21	4,2

On peut constater que les garanties de traitement sont toujours respectées malgré le caractère très fluctuant de l'effluent brut (débit, concentration en DCO, MeS, etc...).

Remarques : La concentration en DCO et MeS de l'effluent traité durant la période du 14/11/97 au 16/12/97 est due à la trop forte concentration en MeS de la boue activée (MeS \geq 15 g/l), voir courbes, avec un retour à la normale dès l'extraction des boues effectuée.

1.3 - Conclusion

Ce type de station d'une très grande simplicité de conception (récupération de cuve pour l'aération, déshydratation des boues sur lit de séchage), permet soit un raccordement sur le réseau collectif, soit un rejet dans un lac de finition ou exutoire direct en milieu naturel.

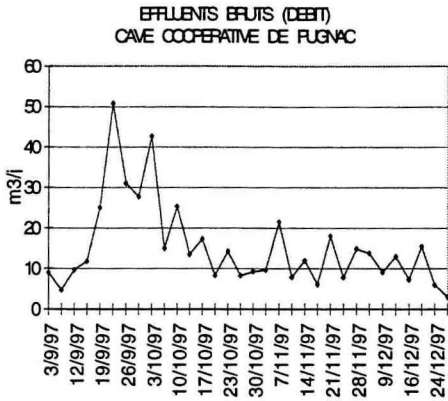


Figure 3 : Evolution du débit des effluents bruts à traiter

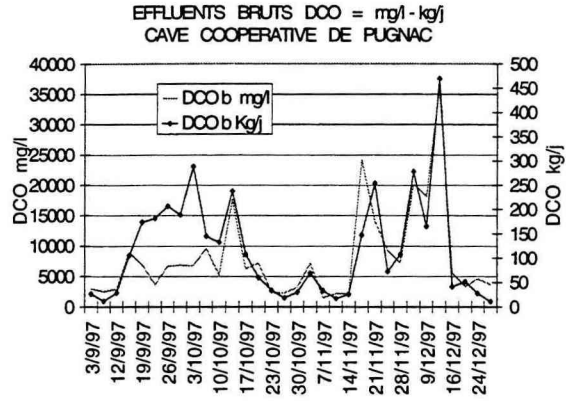


Figure 4 : Evolution de la concentration des effluents bruts et de la charge en DCO

EFFLUENT BRUT	SEPTEMBRE à DECEMBRE								1997	
	DCO b mg/l	DCOs mg/l	MES mg/l	N(NH4) mg/l	P(PO4) mg/l	V m3/j	DCO b Kg/j	DCOs Kg/j	MeS Kg/j	
3/9/97	2967		344			9	27		3	
9/9/97	2480		358			4.7	12		2	
12/9/97	2940		328			9.7	29		3	
16/9/97	8910		438	1.28	10	11.8	105		5	
19/9/97	6950		842	0	29.6	25	174		21	
23/9/97	3580		240			50.8	182		12	
26/9/97	6670		1778	0.07	45.2	31	207		55	
29/9/97	6820		270			27.7	189		7	
3/10/97	6750	5820	492			42.7	288	249	21	
7/10/97	9680		4955			15	145		74	
10/10/97	5240	4150	1110	0.27	15.8	25.3	133	105	28	
14/10/97	17620		864			13.5	238		12	
17/10/97	6230	5150	590	0.31	10.2	17.3	108	89	10	
20/10/97	7230		449			8.3	60		4	
23/10/97	2360	2180				14.3	34	31	0	
27/10/97	2280	1650	358			8.25	19	14	3	
30/10/97	3250	1990	430	0.18	12.4	9.27	30	18	4	
4/11/97	7150	3260	3563			9.6	69	31	34	
7/11/97	1560	740	2292	0.9	9.4	21.5	34	16	49	
12/11/97	2170	1100	600			7.9	17	9	5	
14/11/97	2150	1950	630			12	26	23	8	
19/11/97	24150	21200	2900	1	6.2	6.1	147	129	18	
21/11/97	14100	10460	2130			18	254	188	38	
26/11/97	9280	7830	1078	1.42	7.48	7.8	72	61	8	
28/11/97	7240	6770	1175			14.9	108	101	18	
5/12/97	20130	18650	1530	2.36	11.8	13.8	278	257	21	
9/12/97	18140	14630	2700			9.12	165		25	
12/12/97	36120	27230	1470	1.4	7.9	13	470	354	19	
16/12/97	5620	2720	920			7.3	41		7	
18/12/97	3340	2300	840	0.7	8.2	15.5	52	36	13	
24/12/97	4630		790			6	28		5	
29/12/97	3680		1290	1.1	9.4	3	11		4	

EFFLUENTS TRAITES (DCO et MES)

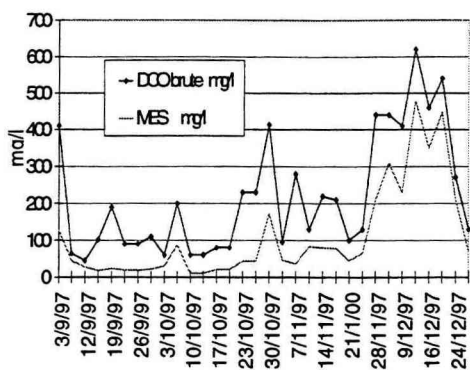


Figure 5 : Evolution de la qualité des effluents traités

MES SORTIE - MS BASSIN D'AERATION

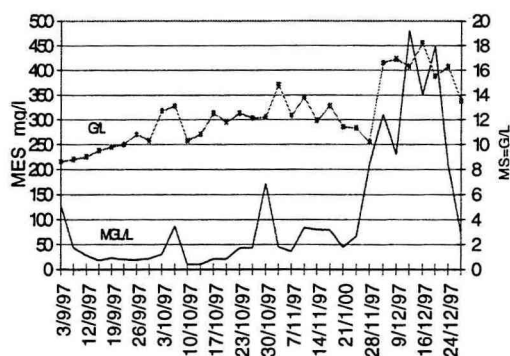


Figure 6 : Evolution des MES en sortie et du taux de MS dans le bassin d'aération

EFFLUENT TRAITE	SEPTEMBRE à DECEMBRE 1997									
	DCO brute mg	DCOs mg/l	MES mg/l	N(NH4) mg/l	P(PO4) mg/l	V m3/j	DCO Kg/j	DCOs Kg/j	MeS Kg/j	
3/9/97	410		128			9	3.69	80	1.15	
9/9/97	65		44			4.7	0.31	69	0.21	
12/9/97	45		28			9.7	0.44	85	0.27	
16/9/97	102		18			11.8	1.20	419	0.21	
19/9/97	190		23	0.7	4.1	25	4.75	521	0.58	
23/1/00	90		20			50.8	4.57	723	1.02	
26/9/97	90		19	0.03	0.6	31	2.79	620	0.59	
29/9/97	110		22			27.7	3.05	566	0.61	
3/10/97	60	21	30			42.7	2.56	0.90	1.28	
7/10/97	200	64	87			15	3.00	0.96	1.31	
10/10/97	60	42	10	2.16	0.3	25.3	1.52	1.06	0.25	
14/10/97	60	42	10	2.16	0.3	13.5	0.81	0.57	0.14	
17/10/97	80	28	21	0.08	0.2	17.3	1.38	0.48	0.36	
20/10/97	80	28	21	0.08	0.2	8.3	0.66	0.23	0.17	
23/10/97	230	57	43	0.05	0.1	14.3	3.29	0.82	0.61	
27/10/97	230	57	43	0.05	0.1	8.25	1.90	0.47	0.35	
30/10/97	413	160	172	0.45	8.1	9.7	4.01	1.55	1.67	
4/11/97	95	71	46	0.34	1.3	9.6	0.91	0.68	0.44	
7/11/97	280	48	36	0.1	2.1	21.5	6.02	1.03	0.77	
12/11/97	130	36	84			7.9	1.03	0.28	0.66	
14/11/97	220	46	80			12	2.64	0.55	0.96	
19/11/97	210	24	79	0.98	4	6.1	1.28	0.15	0.48	
21/1/00	100	53	45			18	1.80	0.95	0.81	
26/11/97	130	70	66	0.7	1.12	7.8	1.01	0.55	0.51	
28/11/97	440	165	210			14.9	6.56	2.46	3.13	
5/12/97	440	165	310	0.42	4.7	13.8	6.07	2.28	4.28	
9/12/97	410	165	230			9.12	3.74	1.50	2.10	
12/12/97	620	118	480	0.33	0.3	13	8.06	1.53	6.24	
16/12/97	460	120	350			7.3	3.36	0.88	2.56	
18/12/97	540	97	447	0.6	2.4	15.5	8.37	1.50	6.93	
24/12/97	270	65	210			6	1.62	0.39	1.26	
29/12/97	130	65	70	0.4	1.2	3	0.39	0.20	0.21	

II - CAVE COOPERATIVE DE MONSEGUR

2.1 - Historique

Après avoir eu de nombreux déboires avec son épandage d'effluents bruts, la Cave Coopérative de MONSEGUR, d'une production 60 000 hl (rouge et blanc), décide en 1994, de réaliser son unité de dépollution.

Seul un terrain de 1 500 m² face à la Cave et à son Hall de Commercialisation étant disponible.

Les données de base telles que définies et prises en compte étaient les suivantes :

	Effluents bruts			Effluents sortie station			Effluents sortie lagune
	vendanges	soutirages	reste année	vendanges	soutirages	reste année	toutes périodes
Débit/jour m ³ /j	30	14	10	30	14	10	
DCO mg/l	27 000	10 000	8 000	< 800	< 300	< 250	< 300
kg/j	810	140	80				
DBO ₅ mg/l	15 000	6 000	5 000	< 450	< 180	< 150	< 100
kg/j	450	84	50				
MES mg/l	200	5 000	4 000	< 150	< 150	< 150	< 100
kg/j	36	70	40				

Remarque : Les valeurs de rejets sont conformes à la législation sortie lac de finition, toute l'année.

Face à de telles contraintes, DEGREMONT a proposé le schéma suivant :

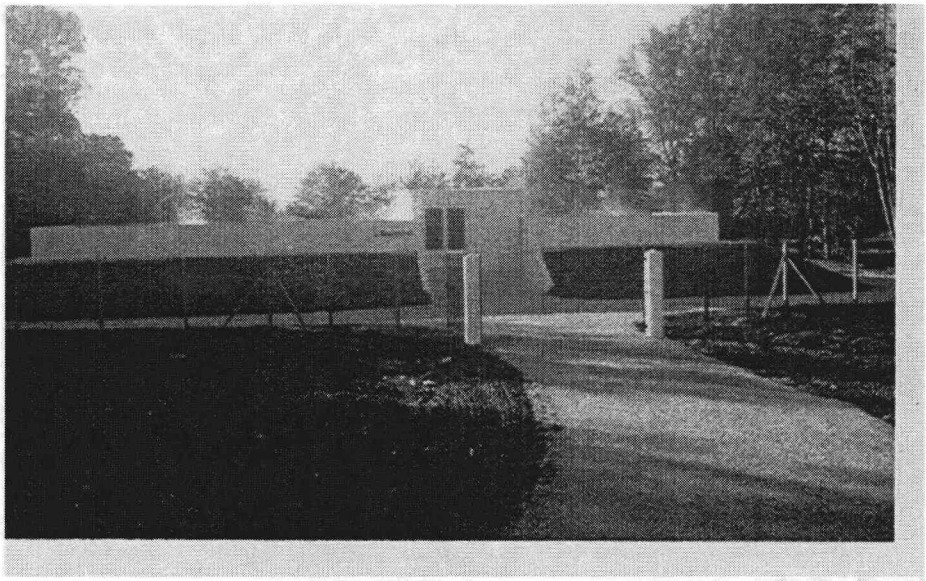


Figure 7 : Station d'épuration de la cave de Monségur

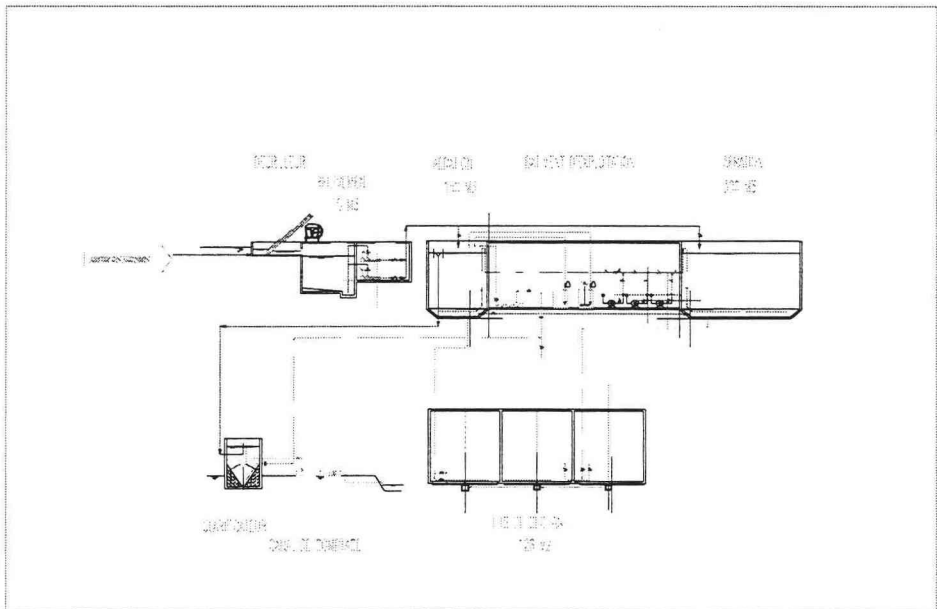


Figure 8 : schéma de principe des boues activées double étage de Monségur

1.2 - Résultats

La pérennité des installations dans le temps étant un facteur primordial, il nous a paru intéressant de donner les résultats d'exploitation de plusieurs années de fonctionnement.

Tous les résultats synthétisés des différentes années sont consignés dans les tableaux ci-après.

Année 1995 (résultats sortie station biologique)

Périodes	Vendanges		Soutirages		Reste de l'année	
	E.B.*	E.T.*	E.B.	E.T.	E.B.	E.T.
Débit/jour m ³ /j	28	28	10	10	5	5
DCO mg/l	30 000	280	18 000	150	20 000	150
kg/j	840		180		100	
MES mg/l	1 000	100	5 000	50	4 000	60
kg/j	28		50		20	

* E.B. = eaux brutes

* E.T. = eaux traitées

Année 1996 (résultats sortie station biologique)

Périodes	Vendanges		Soutirages		Reste de l'année	
	E.B.	E.T.	E.B.	E.T.	E.B.	E.T.
Débit/jour m ³ /j	25	25	18	18	10	10
DCO mg/l	25 000	300	18 000	300	15 000	80
kg/j	625		324		150	
MES mg/l	800	60	1 000	80	500	60
kg/j	20		18		5 000	

Année 1997 (résultats sortie station biologique)

Périodes	Vendanges		Soutirages		Reste de l'année	
	E.B.	E.T.	E.B.	E.T.	E.B.	E.T.
Débit/jour m ³ /j	40	40	20	20	6	6
DCO mg/l	20 000	400	15 000	250	12 000	80
kg/j	800		300		72	
MES mg/l	4 000	150	3 000	150	1 200	60
kg/j	160		60		72	

On peut constater que :

- Chaque année est un cas particulier (concentrations, débits, etc ...), ceci est tout à fait naturel, le produit de base, les durées de vinification etc. sont différents.
- Les résultats sont tous conformes aux garanties.
- Les différentes analyses sur sortie lac de finition sont toujours inférieures aux valeurs suivantes :

Années 95/96		Année 97
DCO ≤ 50 mg/l MeS ≤ 30 mg/l		DCO ≤ 40 mg/l Mes ≤ 100 mg/l

(la concentration en MeS en 1997 peut paraître importante mais elle est due à la présence des poissons et autres vies aquatiques).

- La production réelle de boues déshydratées stabilisées est d'environ 20 m³/an, soit une production moyenne de 0,28 kg/MS/kgDBO₅ dégradée. Les boues sont réutilisées en agriculture.

2.3 - Conclusion

Cette station se caractérise par :

- La très grande simplicité de conception et d'exploitation.
- Traitement au fil de l'eau.
- Boues activées par insufflation d'air.
- Régulation d'oxygène sur un des bassins.
- Injection des réactifs en automatique si nécessaire.
- La réalisation de deux bassins d'aération en série permet une économie substantielle d'énergie. En effet, un des deux bassins est by-passé pendant 8 mois par an.
- La présence d'un lac de finition avec une vie piscicole offre une très grande sécurité pour le rejet dans le milieu extérieur.
- La simplicité de la déshydratation des boues stabilisées grâce au temps de séjour important dans les réacteurs (déshydratation par lits de séchage)
(production déshydratées ≅ 20 m³/an)

III-CONCLUSION GENERALE

Nous possédons d'autres techniques adaptées à d'autres cas particuliers de boues activées double étage (type RAUZAN) ou VINIPUR (boues activées, type SAINT EMILION) présenté par ailleurs.

Les deux exemples précédents détaillés ont démontré la parfaite adaptation du procédé d'épuration aux problèmes particuliers de chacune des deux Caves.

Il s'agit de stations compactes et très simples d'exploitation.

D'autres techniques basées sur de la biologie épuratrice aérobie existent également : le double étage, type RAUZAN, avec forte charge, et l'épuration par levures VINIPUR, type SAINT-EMILION.

Elles donnent des résultats similaires mais correspondent à une mise en oeuvre différente liée, soit à la charge polluante très importante, soit aux contraintes d'environnement particulièrement pénalisante, etc...

Les levures, un vecteur potentiel de fiabilisation et d'intensification du traitement des effluents de vendange par une boue activée

The yeasts, a potential vector of reliability and intensification of activated sludge process treating winery wastewater

X. Lefebvre, B. Benoît, E. Paul

INSA TRANSFERT / Laboratoire d'Ingénierie des Procédés de l'Environnement (LIPE),
Département Génie des Procédés Industriels (GPI) Institut National des Sciences
Appliquées (INSA) Complexe scientifique de Rangueil 31077 TOULOUSE CEDEX

Résumé - Les effluents vinicoles sont des eaux très concentrées contenant principalement des sucres et des alcools. La variabilité des charges produites est susceptible d'engendrer des surcharges massives ponctuelles au niveau de la boue activée et conduire à des problèmes de floculation et décantation de la biomasse. Une réflexion a été menée sur les potentialités d'intégration d'une zone de stabilisation levurienne dont le rôle serait d'absorber ces surcharges chroniques. Cette zone de stabilisation a été simulée à l'échelle du laboratoire par un réacteur Fed-batch. Les levures s'adaptent aux conditions de charges fortes et très variables inhérentes au fonctionnement de la zone de stabilisation. La séparation des levures produites pourraient se faire par décantation en amont ou au sein même de la boue activée suite à une cofloculation levure/floc bactérien.

Abstract - The winery wastewaters are mainly made of sugars and alcohols. The reliability of their treatment by a activated sludge depends on the inlet load variability, especially in the range of high applied loadings. Indeed, sludge overloadings can lead to sludge floculation and settling problems. A yeast buffer tank could be inserted into the treatment plant in order to treat a part of the influent and the load peaks. The yeast buffer tank was simulated by a fedbatch reactor. The yeasts adapt themselves to the high and rapid variation of the sludge loadings. The removal of the yeasts from the effluent could be performed by a cofloculation with the bacterial flocs and settling.

Mots clés : effluent vinicole, levure, boue activée, floculation, décantation

Keywords : winery effluent, yeast, activated sludge, floculation, settling

Nomenclature :

- X, la concentration en levures dans la zone de stabilisation
- X_0 , la concentration en levures indigènes
- S, la concentration en DCO soluble résiduelle
- S_0 , la concentration entrante en DCO
- μ , le taux spécifique de croissance
- $Y_{X/S}$, le rendement de production de levure
- D, le taux de dilution
- Q, le débit total d'effluents vinicoles
- Q_b , le débit d'alimentation de la boue activée
- Q_s , le débit d'alimentation de la zone de stabilisation
- Q_p , le débit de purge de la zone de stabilisation
- V, le volume utile de la zone de stabilisation
- C_m , la charge massique appliquée à la zone de stabilisation

INTRODUCTION

Les effluents générés par l'activité vinicole se concentrent sur les périodes de vendange et de soutirage. Ces eaux usées très chargées sont composées principalement d'une fraction dite facilement biodégradable (alcools, sucres, acides organiques) (Chapman et Sefton, 1994). La composition de cette fraction est également évolutive en fonction des opérations de lavage en cours (pressoir, cuve de vinification, ...). Leur traitement extensif par un stockage aéré, bien que simple et efficace, n'est pas toujours possible, en particulier pour les caves situées en zone urbaine ou proches de celle-ci.

L'obligation de minimiser l'emprise au sol des installations conduit en général à la mise en place de système type boues activées afin de traiter en ligne les effluents produits. Cependant, les risques de dysfonctionnement lié à la détérioration des capacités de décantation de la biomasse produite sont réels. En effet, les hydrates de carbonnes sont favorables à l'apparition de bactéries filamenteuses (*Sphaerotilus natans*, type 1701, ...) (Pujol et al., 1990). Ce phénomène est connu sous le terme de bulking. Chudoba (1985) montre que pour un effluent composé de glucose et d'acide organique une charge massique de $0,65 \text{ kg DBO}_5 \text{ kg}^{-1} \text{ j}^{-1}$ conduit à une augmentation de l'indice de boue ($IB > 700 \text{ ml/g}$). Cette augmentation est liée à la prolifération de bactéries filamenteuses. Les solutions préconisées sont un traitement biétagé composé successivement d'un bassin forte charge et d'un bassin faible charge ou de la mise en place d'une zone de contact (Pujol et al., 1990). La charge optimale globale est d'environ $0,3 \text{ kg kg}^{-1} \text{ j}^{-1}$ (Chudoba, 1985). Cependant, des charges massiques élevées ou de brusques variations de charges massiques peuvent perturber le processus de floculation et conduire à l'apparition de floccs dont les aptitudes à la décantation sont médiocres.

Dans le cas des effluents industriels agro-alimentaires, les levures présentent des potentialités épuratoires et de valorisation intéressantes (Huyard et al., 1987 ; Defrance, 1993). Ors et al. (1984) proposent un procédé de traitement continu de jus de presse de drèches provenant de l'industrie de la bière, fonctionnant à $65 \text{ kg DBO}_5 \text{ m}^{-3} \text{ j}^{-1}$ et éliminant 92 % de la DBO_5 entrante. Les procédés levuriens sont en général des procédés continus très forte charge qui peuvent être considérés comme un prétraitement en amont d'un procédé boues activées. Le mode de séparation des levures de l'effluent traité dépend alors de l'état floculé ou unicellulaire de ces levures. L'absence de floculation oblige la mise en place d'un

poste de centrifugation (Ors et *al.*, 1984). Ehlinger (1994) a démontré la faisabilité d'un traitement continu intensif d'effluents vinicoles par des levures floculées et décantables. Defrance (1993) montre que des levures de type *Candida utilis* issues d'un traitement continu d'un mélange d'acides gras volatiles peuvent floculer et décanter (IB = 60 ml/g) suite à l'élévation du pH de l'effluent en sortie du réacteur (pH > 7,5).

Les levures, par une métabolisation partielle des hydrates de carbones et des alcools, peuvent constituer une opportunité de stabiliser le fonctionnement d'une boue activée et d'intensifier le traitement. L'objet de cet article est d'évaluer les potentialités d'une zone de stabilisation levurienne placée en amont d'une boue activée dont le rôle serait d'absorber les à-coups de charges hydraulique et organique, essentiellement pendant les périodes de vendange et de soutirage. Ainsi une partie des sucres et des alcools est transformée en une fraction particulaire (levure). La séparation des levures produites est soumise à leurs capacités à floculer et décanter et fixe le niveau d'interaction entre la zone de stabilisation et le bassin de boues activées, à savoir une rétention des levures dans la zone de stabilisation ou une introduction de ces levures dans la boue activée. Dans ce dernier cas de figure, le comportement potentiel des levures au sein d'une boue activée est discuté.

MATERIELS ET METHODES

Pilote

Le pilote est constitué d'un réacteur en verre de 2 litres. La température du milieu de culture est maintenue à 30° C, et le pH, à 3.5 ± 0.5 par l'ajout de soude (5N) ou d'acide chlorhydrique (5N). La température et l'oxygène sont suivies par une sonde SCHOTT (OX1100) et par un oxymètre CONSORT (R321). Le pH est mesuré par une sonde et un pH mètre CONSORT (R301).

Effluent vinicole

L'effluent a été reconstitué à partir d'un effluent provenant des opérations de lavage de pressoirs, de sols et de cuve de débouillage. La fraction particulaire composée de rafles, pépins et peaux a été éliminée. La concentration initiale faible en sucres (< 300 mg/l) a été réajustée à 5 g/l par un ajout équimassique de glucose et de fructose. De plus, afin de permettre la croissance des levures, l'effluent a été amendé en azote et phosphore. La composition finale est présentée dans le tableau 1.

MES (g/l)	0,5
Fraction soluble (gDCO/l)	8-10
Sucres (gDCO/l)	5,3
Ethanol (gDCO/l)	1,5
Acides organiques (gDCO/l)	1
Azote (mg/l)	220
Phosphore (mg/l)	41

Tableau 1 composition de l'effluent vinicole reconstitué

Matériel biologique

L'inoculum initial se compose de souches floculantes utilisées dans la vinification et de

souche non floculante (*Candida utilis*) ainsi que les levures indigènes contenues dans l'effluent vinicole.

Procédures analytiques

- La Demande Chimique en Oxygène : cette mesure est effectuée selon la norme AFNOR NFT 90-101. L'incertitude est de 5 %.

- La concentration en levure : un échantillon est filtré sur une membrane GELMAN de porosité 0,2 μm . Le filtre est séché à l'étuve à 103° C pendant 24 heures. La masse de biomasse est déterminée par pesée différentielle. L'incertitude est de 2 %.

- La concentration en calcium : Le calcium est détecté et dosé par absorbance. La technique repose sur l'utilisation d'une lampe calcium/magnésium. La mesure est précise à 0.01 mg/l près. Les résultats sont exprimés en g/g de biomasse.

- La floculation des levures : au cours des expériences de floculation, le pH est ajusté à l'aide de soude. L'agent floculant, le calcium, est ensuite additionné sous forme de CaCl_2 . La formation des floccs se réalise au sein d'un jart test.

RESULTATS ET DISCUSSION

Equipé d'un dispositif d'aération et de régulation pH ($3 < \text{pH} < 6$), la zone de stabilisation constitue un bassin tampon biologiquement actif (figure 1). Son régime hydraulique est instable et caractérisé par des phases d'expansion et de diminution de volume brutales ou progressives fonction de la production d'effluents vinicoles (Q) et de l'alimentation de la boue activée (Q_p). Selon le type de procédé, l'alimentation de la boue activée peut en effet être continue ou discontinue.

En fonction de leur décantabilité, les levures produites sont ou ne sont pas séparées de l'effluent de sortie qui est envoyé directement dans la boue activée. La faisabilité d'une telle zone de stabilisation dépend de la capacité des levures à s'adapter à des fortes variations de charges organique et hydraulique.

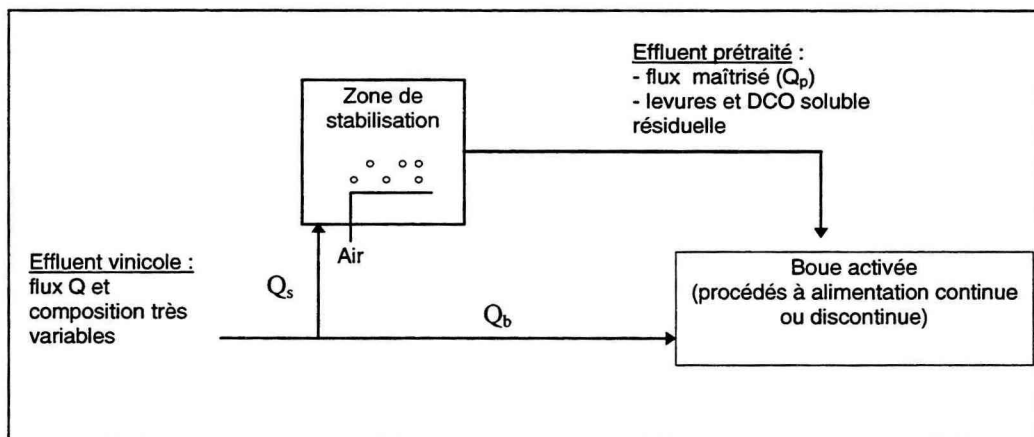


Fig 1 description de la zone de stabilisation

Les évolutions des concentrations en levure (X) et en DCO (S), du volume réactionnel (V) et de la charge massique (Cm) dans la zone de stabilisation sont décrites par le jeu d'équations suivant :

$$\frac{dX}{dt} = \mu \times X - \frac{Q_s}{V} \times (X - X_0) = \mu \times X - D \times (X - X_0) \quad 1$$

$$Y_{X/S} \times \frac{dS}{dt} = \frac{dX}{dt} \quad 2$$

$$V = V_0 + \int_{t_0}^t (Q_s(t) - Q_p(t)) \times dt \quad 3$$

$$C_m = \frac{D \times S_0}{X} \quad 4$$

Les variations de charges hydraulique et organique sont simulées par un réacteur à alimentation semi-continue répétée. A des fins de simplification, le débit d'alimentation (Q_s) est constant et la purge (Q_p) séquentielle. Son fonctionnement se caractérise donc par une succession de phase de remplissage et de purge (figure 2). Le réacteur a fonctionné pendant 2 mois pendant lesquelles différents taux de purge et débits d'alimentation ont été appliqués. Enfin, l'observation microscopique de l'effluent vinicole a montré la présence de levures indigènes (X_0).

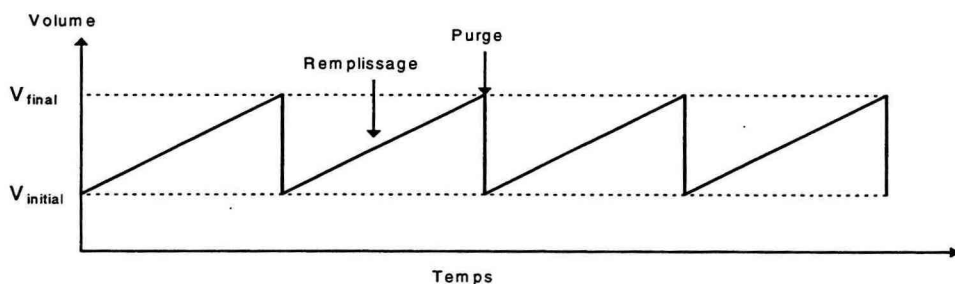


Fig 2 évolution du volume réactionnel dans le cas d'un réacteur à alimentation semi-continue répétée

Les charges volumiques moyennes appliquées ont été comprises entre 12 et 36 kgDCO m⁻³ j⁻¹. Une faible diminution du rendement d'épuration est observée avec l'augmentation de la charge. Le rendement d'épuration de la DCO soluble reste supérieur à 84 %. Ces capacités d'épuration permettent d'envisager une élimination de la fraction facilement biodégradable avec des temps de contact réduits.

La figure 3a montre qu'au cours d'une période de remplissage, alors que le taux de dilution varie entre 0,1 h⁻¹ et 0,05 h⁻¹, les concentrations en DCO soluble et en levure sont constantes. D'après l'équation 1 et en supposant que la concentration en levure indigène active soit faible ($X_0 \cong 0$), le taux de croissance des levures μ est égal au taux de dilution D. Ce régime biologique est dit quasi-stationnaire (Pirt, 1975). Celui-ci a été systématiquement obtenus pour des taux de dilution compris entre 0,05 h⁻¹ et 0,2 h⁻¹. L'absence de diminution de la concentration en levure au cours du remplissage ou de la succession des cycles de remplissage souligne que le taux maximal de dilution appliquée (0,2 h⁻¹) est inférieur au taux

maximal de croissance des levures. De plus, les levures contenues dans les effluents vinicoles (eaux de lavage de cuve de vinification, ...) constituent un ensemencement continu de la zone de stabilisation et contribuent à réduire les risques éventuelles de lessivage de la zone de stabilisation. En effet, d'après l'équation 1, le taux de dilution peut alors être supérieur au taux de croissance des levures

$$(\mu = \frac{(X - X_0)}{X} \times D)$$

Les brusques variations du taux de dilution liées aux purges séquentielles n'affectent pas la croissance des levures. Cette faculté à s'adapter à des changements brusques de taux de dilution a été soulignée par Mateles (1965) et Keller (1978).

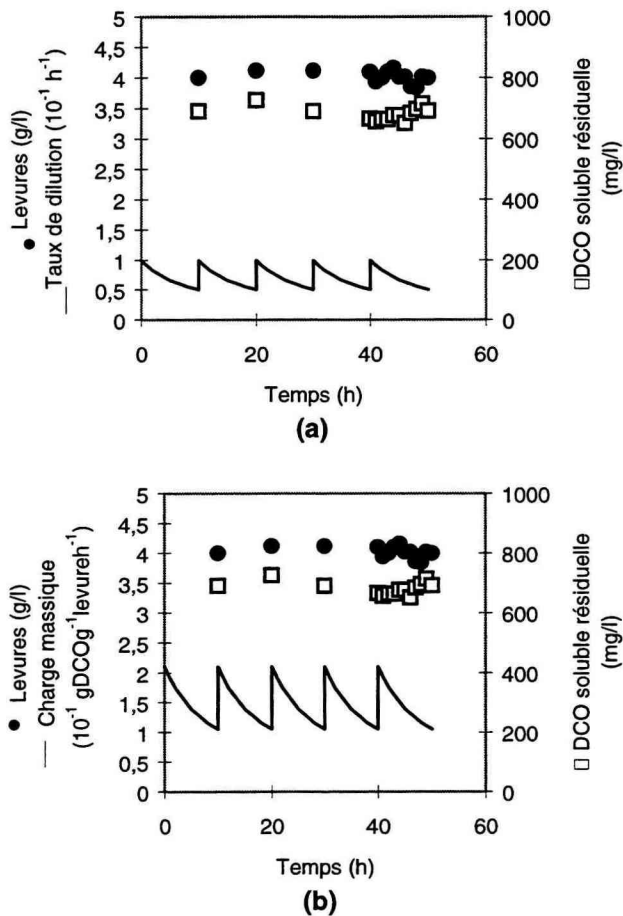


Fig 3 impact des variations du taux de dilution et de la charge massique sur les concentrations en biomasse et en DCO soluble résiduelle

De même, d'après la figure 3b, la concentration en DCO soluble dans le réacteur au cours des phases de remplissage ou en sortie (purge) est constante et indépendante des variations progressives ou brusques de la charge massique (0,1 à 0,2 gDCOg⁻¹levure h⁻¹). Ces résultats

soulignent que, dans ces conditions variables de forte charge, les cinétiques de dégradation de la fraction facilement biodégradable sont toujours limités par l'alimentation du réacteur. Les levures s'adaptent donc à de fortes variations de charges organique ou hydraulique tout en éliminant l'essentiel de la fraction facilement biodégradable.

La zone de stabilisation peut ne pas être alimentée. Des phases de jeûne sont alors imposées aux levures. Des phases de jeûne sur des durées réduites (≤ 5 heures) ont été testées : aucune détérioration significative des capacités épuratoires n'est observée. Dans l'hypothèse d'une perte significative d'activité suite à un jeûne prolongé (plusieurs jours), un ensemencement complémentaire de la zone de stabilisation est toujours possible. De plus, les levures indigènes constituent également un ensemencement continu de la zone de stabilisation.

A l'échelle industrielle, les principaux facteurs de limitation de l'efficacité de cette zone de stabilisation pourraient être la température et le transfert d'oxygène. La température optimale de croissance des levures se situe autour de 30° C. La température de la zone de stabilisation est la résultante de la production de chaleur biologique proportionnelle à la consommation d'oxygène (460 KJ /mole d'oxygène) et des échanges thermiques avec l'extérieur (température ambiante, conductivité thermique de la cuve, ...). Le fonctionnement à des charges volumiques élevées implique une intensification du transfert d'oxygène : des charges de 10 à 40 kgDCO $m^{-3} j^{-1}$ nécessitent des coefficients de transfert de 25 à 100 h^{-1} . En conséquence, le fonctionnement et le dimensionnement de la zone de stabilisation dépendront des capacités d'oxygénation installées.

L'effluent, une fois traité, est composé d'une fraction soluble résiduelle (composés non biodégradables par les levures, produits microbiens solubles) et d'une fraction particulaire initiale et produite (levure). Ces levures peuvent se présenter sous une forme libre ou floculées. Dans nos conditions de cultures, les levures se sont principalement développées de façon dispersée. Dans ce cas de figure, les levures seraient introduites dans le bassin boue activée. Au sein de la boue activée, des interactions levure-levure et levure-floc bactérien sont envisageables. Deux mécanismes de floculation de levures sont proposés : des pontages non spécifiques entre cellules par un agent bivalent (calcium, magnésium) (Mill, 1964) ou des liaisons spécifiques induites par le calcium entre une protéine (lectine) et un sucre récepteur (mannose) (Kihn *et al.*, 1988 ; Miki *et al.*, 1982 ; Stratford et Assinder, 1991).

La figure 4 décrit l'effet du pH et de la concentration en calcium sur la floculation de *Candida utilis*. Une forte floculation apparaît dès que le pH dépasse 6 unités pH. L'augmentation de la teneur en calcium dans le milieu augmente le rendement de floculation dans une gamme de pH comprise entre 6 et 8. D'après la figure 5, dans une gamme entre 0 et 0,3 gCa^{2+}/g levures, l'isotherme d'adsorption du calcium est linéaire. 85 % du calcium ajouté s'adsorbe aux cellules. Le nombre de fixation de calcium à la surface de la cellule croît avec la concentration en calcium dans le milieu. Entre 7 et 8 unités pH, la floculation semble dépendre du nombre de liaisons dicalciques mises en jeu. Par conséquent, dans les gammes de pH d'une boue activée (7 - 8), les membranes extracellulaires des levures présentent un degré d'ionisation autorisant la formation de liaisons ioniques intercellules. La formation de floccs levuriens sera aussi favorisée par la présence dans l'effluent d'espèces ioniques telles que le calcium ou le magnésium ou, le cas échéant, par l'apport d'agents pontants *via* la régulation du pH de la boue activée (chaux).

Des phénomènes de cofloculation sont également prévisibles. Momose *et al.* (1968) propose un mécanisme d'agrégation par des forces électrostatiques entre levures et lactobacillis. Des interactions spécifiques entre les membranes des levures et des bactéries sont possibles. Ainsi Firon *et al.* (1982) identifie des sites de fixation de type lectine-mannose sur une souche de *Escherichia coli*. Le mélange d'une boue activée, de levures *Candida utilis* et de chaux, (selon des rapports massiques de 1 à 5 g levure/g boue activée et supérieurs à $0.04\text{gCa}^{2+} / \text{g}$ biomasse) conduit à la formation de floccs composites (levure et floccs bactériens) (photo 1). 95 % des levures sont ainsi complexées. 85 % du calcium ajouté s'adsorbe aux cellules (figure 5). Cette cofloculation est principalement d'origine physicochimique (liaisons par pontage dicalcique), puisque l'adsorption du calcium et le rendement de cofloculation sont indépendants de la composition de la boue. Il serait intéressant de caractériser l'arrangement des levures et des floccs bactériens au sein de cette structure. Boris *et al.* (1978) décrit un phénomène similaire suite au mélange de boue activée et de lies de levure provenant de distilleries vinicoles pour un rapport massique de 17 g levure/g boue activée. Il attribue quant à lui cette biofloculation à des mécanismes spécifiques mettant en jeu des sites de fixation d'exopolymères de bactérie à la surface des levures. Le pouvoir flocculant de la boue activée serait donc soumis à la synthèse de ces exopolymères.

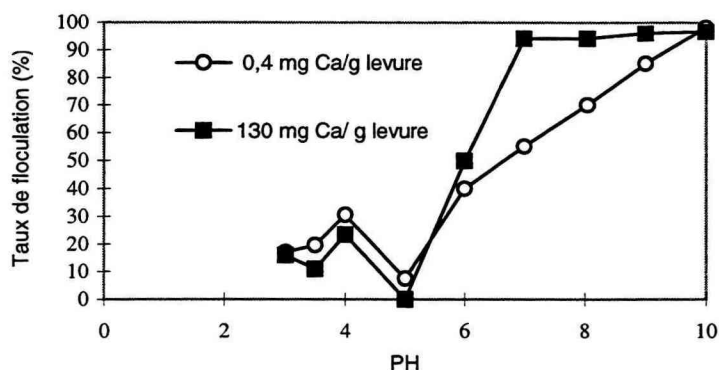


Fig 4 effet du pH et de la teneur en calcium sur la floculation de *Candida utilis*

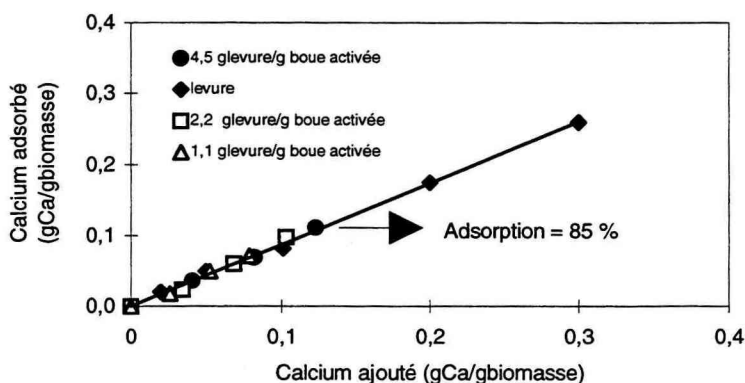


Fig 5 Adsorption du calcium aux cellules (levures seules ou mélange levures et boue activée)

Des levures sous forme unicellulaire introduites dans le bassin boue activée même dans des proportions élevées sont donc susceptibles de cofloculées avec les floccs bactériens et donc d'être séparées au niveau du clarificateur. Au cours des expérimentations, le rendement de production de levure ($Y_{X/S}$) sur l'effluent vinicole reconstitué a varié entre 0,35 et 0,5 g/g DCO éliminée. Le rendement de croissance de la boue activée sur effluent vinicole est supposé à 0,4 g/g DCO éliminée. La part d'effluent traité par la zone de stabilisation dépend du rapport Q_s/Q . En considérant une plage de fonctionnement compris entre 50 et 90 % de la charge entrante, les rapports massiques au sein du bassin de boue activée seraient approximativement compris entre 1 et 10 g levure/g boue activée. Dans ces cas de figure, la proportion de levures serait donc très importante.

Compte tenu des mécanismes de cofloculation observés, la boue produite issue du bassin boue activée pourrait être également utilisée comme agent flocculant des levures : les floccs composites ainsi formés seraient alors séparés par décantation et l'effluent clarifié introduit dans le bassin boue activée.

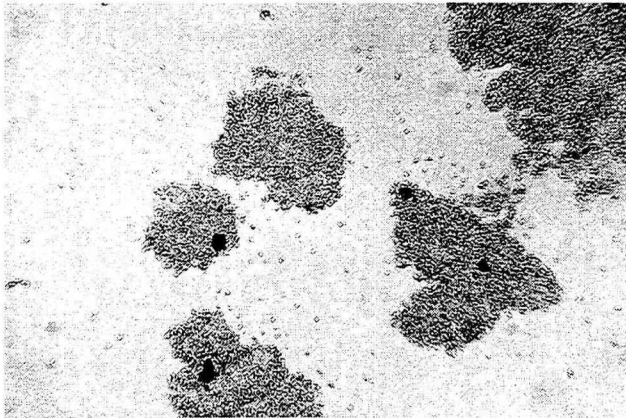


Photo 1 cofloculation d'une boue activée et de levure *Candida utilis*

CONCLUSION

Dans le cadre du traitement des effluents vinicoles, la stabilité du fonctionnement d'une boue activée est rendue difficile par la présence majoritaire d'hydrates de carbone et

d'alcool ainsi que par les variations potentielles de charges liées à l'activité vinicole. La mise en œuvre de levure dans une zone de stabilisation en amont d'une boue activée permettrait d'absorber les surcharges et de réduire la proportion de cette fraction facilement biodégradable. Cette zone de stabilisation constitue un bassin tampon biologiquement actif, régulant la charge appliquée à la boue activée. Les levures sont capables de s'adapter aux brusques et importantes variations de charges massique et hydraulique imposées à la zone de stabilisation. Ces levures peuvent se présenter sous une forme à la fois dispersée et flocculée. La séparation des levures produites pourraient se faire par décantation en amont ou au sein même de la boue activée suite à une cofloculation levure/floc bactérien.

Dans le cas de l'introduction de la totalité de l'effluent, il semble indispensable d'évaluer l'impact (i) de cet ensemencement en levure sur l'équilibre entre les populations microbiennes présentes et (ii) de la formation de structures cofloculées sur l'activité biologique.

REMERCIEMENT

Cette étude s'inscrit dans le cadre d'un programme européen FAIR CRAFT intitulé Clean Oenology.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- BORIS A., RAYNAL J., MAUGENET (1978) Propriétés floculantes des micro-organismes. Industries Alimentaires et Agricoles, p. 1103-1107
- CHAPMAN J.P., SEFTON M.A. (1994) Characteristics of winery and distillery wastewaters and implications for treatment of carbon in the wastewaters by application to soil, In : international specialized conference on winery wastewaters, Narbonne, France, 20-22 june 1994, p.239-244
- CHUDOBA J. (1985) Control of activated sludge filamentous bulking-VI. Formulation of basic principles. Water Research, Vol. 19, n° 8, p.1017-1022
- DEFRANCE. M (1993) Etude d'un réacteur levurien pour le traitement des effluents d'industries alimentaires. Thèse Université de Montpellier II
- EHLINGER F., DUROC L., MOSSINO J., HOLST T. (1994) Vinipur : un nouveau procédé d'épuration des effluents vinicoles, In : international specialized conference on winery wastewaters, Narbonne, France, 20-22 june 1994, p.111-118
- FIRON N., OFEK I., SHARON N. (1982) Interaction of mannose containing oligosaccharides with the fimbrial lectin of *Eschericia Coli*. Biochemical and Biophysical Research Communications, Vol. 105, n° 4, p. 1426-1432
- HUYARD. A, MALNOU. D (1987) High load process using yeasts for vinasses of beet molasses treatment. Water Science and Technology, Vol. 19, p. 11-21
- KELLER. R, DUNN. I (1978) Fed-Batch Microbial Culture : Models, Errors and Application
Journal of Applied Chemical Biotechnology, Vol. 28, p. 508-514
- KIHN J.C., MASY C.L., MESTDGAH M.M. (1988) Yeast flocculation: competition between non-specific repulsion and specific bonding in cell adhesion. Canadian Journal of Microbiology, Vol 34, p. 773-778
- MATELES. R (1965) Nature, Vol. 208, p. 263
- MIKI A., HUNG POON N., SELIGY L. (1982) Repression and induction of flocculation interaction in *Saccharomyces Cerevisiae*. Journal of Bacteriology, Vol. 150, p. 890-899
- MILL P.J. (1964) The nature of the interactions between flocculent cells in the flocculation of *Saccharomyces Cerevisiae*. Journal of Genetic Microbiology, Vol. 15, p. 61-68.
- MOMOSE H., IWANO K., TONOIKE R. (1969) Studies on the aggregation of yeast caused by lactobacilli. Journal of Genetic Applied Microbiology, Vol. 15, p. 19-26
- ORS P. , NOËL C., BERTRAND J., METCHE M. (1984) Epuration aérobie et valorisation des jus de drêches de brasserie à l'aide d'une levure (*Candida* sp.) isolée du milieu naturel. Sciences des aliments, Vol. 4, n° 1, p. 121-139
- PIRT. J (1975) Principles of Microbe and Cell Cultivation. Blackwell Scientific Publications, London, p. 211-222
- PUJOL R., VACHON A., MARTIN G. (1990) Guide technique sur le foisonnement des boues activées. Cemagref-Dicova, Antony, France
- STRATFORD M., ASSINDER S. (1991) Yeast flocculation : Flo 1 and new Flo phenotypes and receptor structure. Yeast, Vol. 7, p. 559-574

Caractérisation des Consortia Anaérobies développées dans un filtre anaérobie employé dans le traitement d'effluents des caves vinicoles

Characterization of the Anaerobic Consortia developed in an anaerobic filter applied to the treatment of winery effluents

P.M. Gonçalves, M.M. Alves, M. Mota, M.O. Maia

IBQF/DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA BIOLÓGICA DA UNIVERSIDADE DO MINHO, LARGO DO PAÇO, 4709 BRAGA CODEX, PORTUGAL

Résumé - On a évalué l'application d'un filtre anaérobie au traitement des effluents des caves vinicoles, en utilisant des effluents synthétiques et réels produits pendant les périodes de la vinification et des soutirages. Le réacteur a été sans alimentation pendant un an avant le démarrage de ce travail. La composition et la qualité du consortium, aussi bien que son évolution au long du temps ont été déterminées par des tests d'activité des groupes trophiques : syntrophiques, acétoclastiques et hydrogénéophiles. L'activité méthanigène spécifique de quelques groupes trophiques étudiés a subi une augmentation significative après trois mois d'opération. Cependant, au long de toute la période de l'expérience, on a constaté l'évidence d'une inhibition, soit dans les bactéries méthanigènes acétoclastiques soit dans les syntrophiques. L'activité méthanigène spécifique avec l'éthanol a augmenté et l'activité hydrogénéophile s'est maintenue élevée pendant toute l'expérience. En même temps, on a fait des tests batch de biodégradabilité de l'effluent réel avec différentes concentrations, en employant l'effluent filtré et non-filtré. L'objectif de ces tests a été l'évaluation de la dégradabilité anaérobie soluble et totale. La présence des solides dans l'effluent du collage n'a pas eu d'influence évidente sur les résultats. Par contre, on a remarqué que la présence des solides dans l'effluent de la défécation statique du mout a diminué la limite de concentration à partir de laquelle l'inhibition était évidente.

Abstract - In the present work, the application of an anaerobic filter for winery effluent's treatment was evaluated, using synthetic and real effluent from the vintage and wine-racking periods and after one year without feeding. The composition of the anaerobic consortium and its evolution with operating conditions were determined with the use of methanogenic activity tests of the syntrophic, acetoclastic and hydrogenophilic trophic groups. The methanogenic activity of some trophic groups suffered a significant increase after three months of operation. However, during the total trial period, there was evidence of inhibition in the acetoclastic and syntrophic bacteria. The methanogenic activity against ethanol was strongly enhanced and the hydrogenophilic remained high. Batch biodegradability tests of filtered and total effluent were carried out in order to evaluate the soluble and total anaerobic degradability. The presence of solids had no significant influence in the racking effluent and decreased the threshold concentration after which inhibition was evident in the static sedimentation effluent.

Mots clés : filtre anaérobie, activité méthanigène, caves, inhibition

Keywords : anaerobic filter, methanogenic activity, winery, inhibition

INTRODUCTION

Pollution in the winery industry is mainly originated in the washing operations of the process equipment during the vintage period. Its most important characteristics are: seasonal and daily fluctuations, acid nature, high concentration of organic matter (1000-10000 mg COD/l) and suspended solids (1000-16000 mg/l), nutrient deficiency, presence of possibly-inhibitory sulphur compounds. When rejected to the aquatic media it causes perturbations in its biological balance. A technique based in the **anaerobic digestion** using the **Anaerobic Filter**, is very well placed in terms of available treatment options as it complies with the criteria of efficiency, reliability, economical costs and simplicity of operation and maintenance and has a proven efficiency in the winery effluent's treatment.

Anaerobic digestion is a complex process that involves the co-ordinated and differentiated activity of a big number of bacterial trophic groups. It can be divided in several phases and occurs in the absence of oxygen. The end-products are CO_2 , CH_4 , H_2O and NH_3 . The phases can be divided in four: *hydrolysis* (breakdown of complex organic matter in simpler components), *acid fermentation* (production of acetate, butyrate, propionate and lactate), *acetogenesis* (conversion of VFA in acetate, CO_2 and H_2 through the acetogenic bacteria) and *methanogenesis* (production of methane through the acetoclastic (from acetate, 70 %) and hydrogenophilic (from H_2 , 30 %) bacteria).

The use of methodologies for anaerobic sludge characterisation is one of the major requisites for the operational control of anaerobic digesters. Of the great variety of procedures presented in literature, with the objective of determination of the specific methanogenic activity (SMA) of anaerobic sludges, the procedure put forward by Colleran and Pistilli (1994) was used in the present study.

MATERIALS AND METHODS

Reactor configuration: The anaerobic filter used in this study consisted in a conical cylinder with upflow flux, built in PVC. It had a operational total volume of 24.1 litres, (cylindrical part: 23.5 litres (internal diameter = 24 cm) and the conical 0.6 litres with a height of 4 cm). It was heated at a constant temperature of 35° C. The conical section had no support matrix while the cylindrical section was (randomly) filled with grape-stalk. It was connected to a gas counter and operated without recycle.

Inoculum & Feedstock: The inoculum was obtained from a municipal sewage sludge digester and 8 litres were added to the filter which operated for 6 months with a synthetic winery effluent. After one year without feeding it re-started with the present study. The feedstock was kept at 4° C and was divided in "Synthetic effluent" and "Real effluent". The synthetic effluent was used to acclimatise the biomass while the real effluent was not available from the winery. It consisted in an equal mixture of white and red wines, sucrose (simulating the sugars present in non-fermented wine) and a macronutrients solution (NH_4Cl :1.74 g/l, KH_2PO_4 :28.3 g/l, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$:28.3 g/l). Sucrose was added as 1 g/0.22 ml produced wine (Moreira, 1995) and the macronutrients solution was added as 0.6 ml/g COD fed. The real effluent consisted in a mixture of actual winery effluent (two origins: wash-water of static sedimentation of the must and racking operation) and the macronutrients solution. In both synthetic and real effluents, 6.0 g/l NaHCO_3 were added to supplement suitable buffer capacity. No micronutrients were added.

Experimental design: Two experimental trials were monitored: synthetic effluent and real effluent operation. Each of the trials were divided into 3 phases, as follows:

Table 1 - Operational conditions applied to the filter

Trial/phase		Days	Average COD (mg/l)	Average BV (g COD/l*day)	Average TS (g/day)
Trial I (synthetic)	Phase I ⁽¹⁾	0-36	1240	0.35	---
	Phase II ⁽¹⁾	36-125	5071	1.41	---
	Phase III ⁽¹⁾	125-159	2264	0.57	33.3
Trial II (real)	Phase I ⁽²⁾	159-280	2133	0.43	29.7
	Phase II ⁽²⁾	280-311	4292	1.30	56.4
	Phase III ⁽³⁾	311- 342	5573	1.78	34.3

(1) synthetic effluent, (2) real effluent - wash-water of static sedimentation, (3) real effluent - wash-water of racking operation
Bv-applied organic loading rate

The hydraulic retention time was kept at 4.2 days. In Trial I, Phase I was used to acclimatise the sludge to a winery-type effluent. In Phase II, COD was increased to 5000 mg/l, the expected value for the real effluent. However, it was not and the COD load was decreased to the actual concentration (Phase III). In Trial II, Phase I consisted in the application of the static must sedimentation effluent, in Phase II the COD load was increased in order to evaluate the filter's performance and in Phase III the effluent was shifted to the racking effluent.

Analytical determinations: Analyses were made according to Standard Methods. Biogas composition was measured by GC. SMA determinations on the trophic groups were carried out using propionate, butyrate and ethanol (syntrophic), acetate (acetoclastic) and H₂/CO₂ (hydrogenophilic) as substrates and according to Colleran and Pistilli (1994). The same procedure was used to assess the biodegradability of the static must sedimentation and racking wash-water with concentrations ranging from 0.2 to 10 g COD/l.

RESULTS AND DISCUSSION

A summary of the filter's performance is given in table 2:

Table 2 - Filter's performance data

Trial/Phase		total COD removal (%)	Methane (%)	L CH ₄ /gCOD removed	Solids removal (%)	
					TS	TVS
Trial I (synthetic)	Phase I	90.4	64.9	---	---	---
	Phase II	62.9	47.3	0.29	---	---
	Phase III	88.4	63.2	0.20	30.8	89.7
Trial II (real)	Phase I	92.3	72.3	0.23	32.3	82.8
	Phase II	91.5	63.8	0.15	44.6	84.4
	Phase III	89.0	74.1	0.07	32.9	77.3

TS - Total solids; TVS - Total volatile solids

Although it was not an important goal the analysis of the performance of the filter in terms of organic matter removal, the COD removal efficiency had a minimum of 63 % but the overall efficiency was 90 %. The lower values obtained in phase II of the 1st trial was

attributed to the high COD input and the absence of micronutrients (necessary for several methanogenic bacteria, Archer (1984)) in the feedstock. The reason for the absence of micronutrients was that this experiment tried to simulate real field conditions, where their addition is not done due to high exploration costs. Bories and Moulon (1994) used an anaerobic filter which had 11 m³ and grape-stalk as support matrix. Reported values of efficiency were higher than 90 % for loads of 0.7-1.7 kg COD/m³*day, with effluent recycle and no nutrients added. The results obtained in this study are similar to the reported by these authors. After 342 days of continuous operation, there was no evidence of clogging problems despite the somewhat high solids input to the filter (Table 1). The following table summarises the results of the SMA tests:

Table 3 - Specific methanogenic activity results

Day	Effluent applied	Substrate/Activity (ml CH ₄ /g VSS*day)				
		Acet.	Prop.	But.	Eth.	H ₂ /CO
0	none	5.8	0.7	0	8.3	284.5
89	synthetic	0	0	0	70	569.7
159	synthetic	<i>1.4</i>	6.9	<i>0.4</i>	140	357.7
199	real (static sedim.)	<i>0.9</i>	11.0	<i>1.2</i>	124	352

Note: in *italic*, long Lag-phase before initial methane production

Prior to the start-up of the filter (day 0), a determination of the activity of the sludge inside the filter was carried out. Not surprisingly, the results of this first determination showed a very low methanogenic activity for all the substrates tested, specially for acetate, propionate and butyrate. The increase in the substrate concentration (2nd sample) induced an increase in the hydrogenophilic and the ethanol-syntrophic activity. The ethanol result was expected as the filter was in continuous operation with an ethanol-content effluent (both in the synthetic and real trials). Throughout the experimental period the acetoclastic activity was absent. In the 3rd and 4th samples a long Lag-phase was observed before the initial methane production from acetate, which put in evidence some sort of inhibition to this trophic group of bacteria. Simultaneously the syntrophic activity on propionate and butyrate were also affected presenting a similar pattern of methane production (although for propionate was less evident). Figure 1 presents an example of this situation, using the direct readings of the pressure transducer for the sample taken on the day 159.

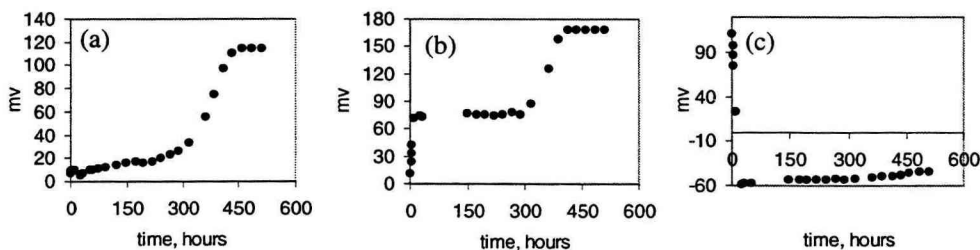


Figure 1 - Pressure curves for acetate (a), ethanol (b) and H₂/CO₂ (c)

A Lag-phase occurred for approximately 300 hours in the acetate test, as well as for butyrate (not shown). No Lag-phase was observed for H_2/CO_2 . The degradation of ethanol to methane is a two-step process, involving a syntrophic association between ethanol degraders hydrogen (and acetate) producing bacteria and methanogenic hydrogenotrophic bacteria. By comparing figure 1 (b) and (c) it is suggested that the first increase in the ethanol curve consists in the degradation of the H_2 (syntrophic activity present, acetoclastic inhibited - Figure 1 (a)) until the extinction of H_2 and then the acetoclastic activity begins (after the referred Lag-phase of 300 hours). Considering that biomass samples were representative, it can be concluded that hydrogenotrophic bacteria were the major responsible for the methane production. The activity tests in the 4th sample were very similar to the 3rd sample, with the difference that the inhibition period lasted 150 hours (half than previously). Two explanations are possible: the presence of the inhibition factor was less important in the real effluent applied or, the acclimatisation of the biomass with continuous operation of the filter.

Batch effluent biodegradability tests were conducted using filtered and total effluent with concentrations of 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0 and 10.0 g COD/l (both static sedimentation and racking - Figures 2 & 3).

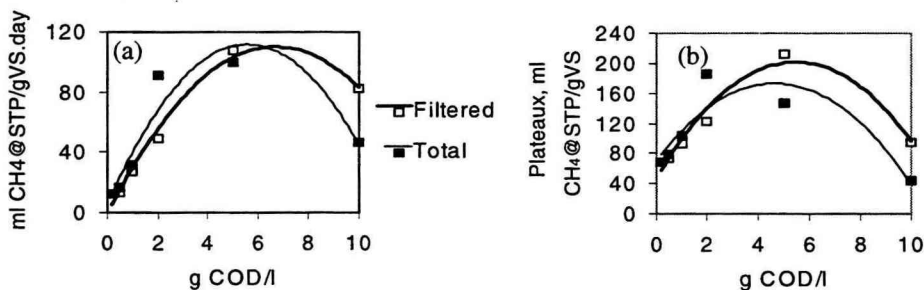


Figure 2a,b -Rate and maximum CH_4 production - static must sedimentation effluent biodegradability test

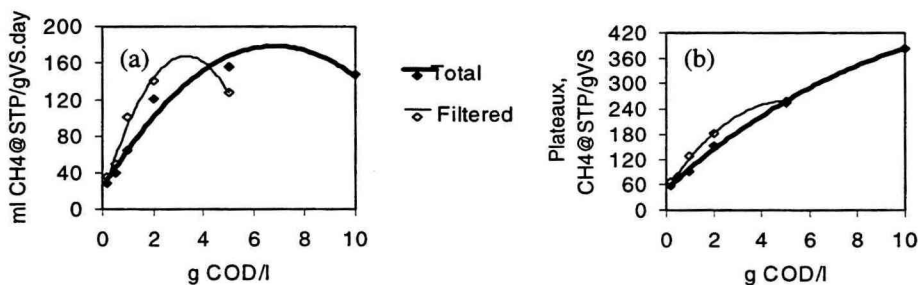


Figure 3a,b -Rate and maximum CH_4 production - racking effluent biodegradability test

No major differences were found for filtered and total static must sedimentation effluent (figure 2). There was an evident decrease in both the rate and the maximum methane production, indicating that this effluent was only partially degraded (at a lower rate) above 5.0 g COD/l. As referred earlier, this could be explained by the increased presence of an inhibitor or the lack of micronutrients possibly essential for concentrations above 5.0 g/l.

Considering the results for the racking effluent (figure 3), the maximum methane production occurred for total effluent at the highest COD concentration. However for the filtered effluent the maximum was reached at a lower COD, suggesting a possible inhibitory factor dissolved in the liquid, which is diluted when solids are present for the same COD levels. The linear increase of the maximum methane production with the initial COD present in the test vial, revealed that this effluent was biodegraded in the same extent for all the concentrations, suggesting a easier biodegradation.

CONCLUSIONS

The separate treatment of two types of winery effluents with a biomass let un-fed for 1 year and no micronutrient's addition presented interesting and unexpected results. If the application of loads of 0.43-1.30 gCOD/l*day presented no major problems in the filter performance, the characterisation tests of the consortia revealed the complete absence of acetoclastic activity. This activity was shown to suffer an inhibitory effect that lasted for 300 hours in batch acetoclastic activity tests. Several elements are known to cause methanogenic bacteria's inhibition: detergents, polyphenols, sulphur compounds, tannins (Boulinger *et al.*, 1994; Driessen *et al.*, 1994). The lack of micronutrients causes also lower methanogenic performance. The possible inhibitors referred were probably present in the effluents used (the tannins are constituents of grape-stalk) but in a very diminutive concentration due to the use of diluted effluents (simulation of a end-of-process effluent). The cause(s) for the inhibition phenomena observed are as yet not understood. The presence of solids in the racking effluent treatment (batch tests) were not detrimental to the methanogenic activity and were in fact beneficial in the static sedimentation effluent tests. Overall, racking effluent was found to be easier degradable. The results of this experiment poses several questions to be answered and directions for new studies.

REFERENCES

- ARCHER D. B., (1983) The microbiological basis of process control in methanogenic fermentation of soluble wastes. *Enzyme Microb. Technol.*, Vol. 5, May
- BORIES A., MOULON F., (1994) Traitement des effluents vinicoles en filtre anaérobie à support lignocellulosique (rafles de marc). In: Congrès international sur le traitement des effluents vinicoles, Narbonne et Epernay, France, 20-24 Juin 1994, p. 143
- BOULENGER P., GALDEANO P., DRIESSEN W., (1994) Epuración des effluents des caves vinicoles en réacteurs préfabriqués du type UASB à boues granuleuses. In: Congrès international sur le traitement des effluents vinicoles, Narbonne et Epernay, France, 20-24 Juin 1994, p. 145-150
- COLLERAN E., PISTILLI A., (1994) Activity test system for determining the toxicity of xenobiotic chemicals to the methanogenic process. *Ann. Microbiol. Enzimol.*, Vol 44, n° 1
- DRIESSEN W.J.B.M., TIELBAARD M.H., VEREIJKEN T.L.F.M., (1994) Experience on anaerobic treatment of distillery effluent with the UASB process. *Wat. Sci. Tech.*, Vol. 30, n° 12, p. 193-201
- MOREIRA M., (1995) Tratamento de efluentes vinícolas. M.Sc. Thesis. Universidade do Minho, Departamento de Engenharia Biológica, Braga, Portugal

Elimination de l'azote compris dans les effluents domestiques à l'aide des bourbes provenant des effluents vinicoles

Elimination of nitrogen from domestic wastewater using bottoms from winery wastewater

K. Malthaner

Staatliche Lehr- und Forschungsanstalt für Landwirtschaft, Weinbau, Gartenbau
Fachbereich Ökologie, Breitenweg 71, D - 67431 Neustadt/Wstr., Allemagne
Tel.: 0049-6321-671307, Fax: 0049-6321-671222

Résumé - Comme produit de dégradation des protéines, l'azote est présent dans les effluents domestiques par des excréments sous forme de différentes combinaisons. Si ces composés arrivent dans les eaux, ils peuvent provoquer des troubles multiples.

En 1991, le Conseil de l'Union Européenne a établi une directive sur le traitement des effluents domestiques, où l'on a prescrit la valeur limite à 15 mg/l pour l'azote total. Dans l'avenir, il faudra améliorer les capacités de traitement de beaucoup de stations d'épuration de l'Union Européenne, en ajoutant une troisième phase de dénitrification pour laquelle des sources extérieures de carbone pourront être nécessaires pour atteindre les valeurs d'azote exigées en sortie.

Pour cette phase complémentaire du traitement, la dénitrification peut être nécessaire; dans cette phase d'épuration biologique, la dénitrification, on ajoute des sources de carbone externes pour soutenir la dégradation. Ces sources sont très chères, c'est la raison pour laquelle on a examiné en Rhénanie-Palatinat dans le cadre d'un projet pilote, dans quelle mesure, il serait possible de les remplacer par des effluents vinicoles concentrés ainsi que par des bourbes comme sources de carbone.

Abstract - As a product in the degradation of protein, nitrogen gets to wastewater in the form of different compounds. Once arrived in rivers and lakes, these compounds can cause many disturbances. In 1991, the Council of Ministers passed a guideline which regulates the treatment of domestic wastewater. According to this, a threshold value of a total of 15 mg/l nitrogen is to be achieved. In the future, in order to achieve these values many sewage plants have to be extended by a third stage in which, for denitrification generally external sources of carbon are required in to support the degradation of the organic substances. In the first step, the bio-stage, the oxidation of the ammonium compounds (nitrification), takes place with activated sludge. The subsequent denitrification occurs without any free oxygen. Here the involved micro-organisms use up the organic substances by means of the oxygen which is fixed in the nitrate. After leaving the stage with activated sludge, since there is nearly no organic load left, it has to be added. But these sources are expensive. Hence, in Rhine-Palatinate, within the scope of a pilot project, it was examined to what extent winery wastewater which is highly concentrated in organic load as well as the bottoms could be used as sources of carbon.

Mots clés : dénitrification - bourbes - système d'apport

Keywords : denitrification - bottoms - bring-system

Introduction

L'azote est contenu sous forme organique dans la substance cellulaire végétale et animale. Il est nécessaire pour la construction de ces cellules et est libéré après leur dégradation. C'est notamment en tant que produit de la dégradation de protéines, et sous forme de différentes combinaisons, que l'azote arrive dans les effluents domestiques, et ceci par l'intermédiaire des excréments et des ordures ménagères.

Si ces composés arrivent dans les eaux, ils peuvent provoquer des troubles multiples, tels que :

- des intoxications imminentes causées par l'ammoniaque (hécatombe des poissons),
- une consommation d'oxygène plus élevée suite à l'oxydation des combinaisons réduites (par ex. Nitrite),
- l'eutrophisation causée par les nitrates.

C'est pourquoi le législateur exige d'éliminer l'azote des effluents. D'après la directive sur le traitement des effluents domestiques (91/271/EEG - Nr. L 135/40) adoptée par le Conseil Européen en 1991, la valeur limite pour l'azote totale est de 15 mg/l (voir tableau 1).

tab.1 : Valeur limite concernant des régions sensibles (d'après la directive communautaire)

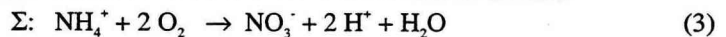
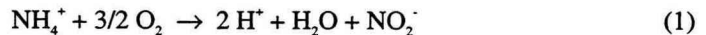
Paramètre	Concentration [mg/l]	Diminution au pourcentage
Azote total	15	70-80 %
Phosphore total	2	80 %

Dans l'avenir, de nombreuses stations d'épuration dans toute l'U.E. devront être équipées d'une troisième phase d'épuration biologique pour atteindre ces valeurs d'azote à la sortie.

Méthodes

Concernant la technique du traitement des effluents, des méthodes biologiques étant en mesure de transformer l'ammonium compris dans les effluents en azote gazeux ont été développées. Cette dégradation se fait en plusieurs pas.

En premier lieu, l'oxydation des composés d'ammonium, à savoir la nitrification, a besoin d'oxygène et c'est pourquoi elle a lieu dans le bassin à boues activées déjà existant :



La dénitrification suivante par contre se produit sans oxygène libre. A ce sujet, les micro-organismes inclinés usent l'oxygène compris dans le nitrate et le nitrite comme accepteur d'électrons au lieu d'oxygène dissous.

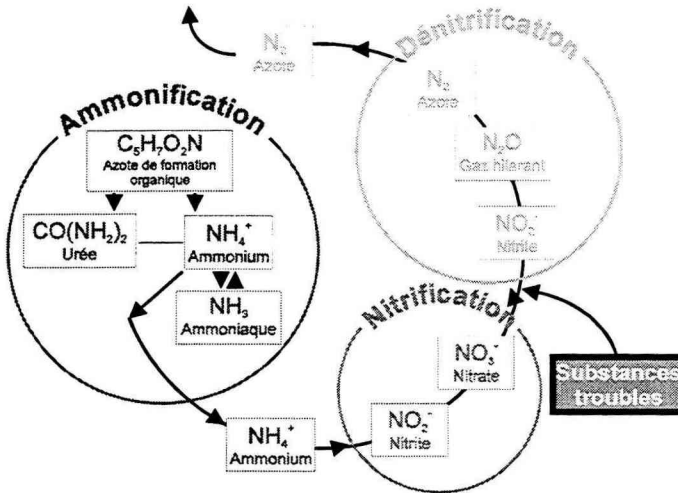
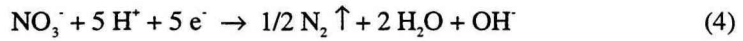


Fig. 1: circuit de l'azote

Pour le déroulement de la respiration de nitrate présentée en équation 4, des donneurs d'électrons sous forme des combinaisons de carbone organique sont nécessaires. Dans le cadre de la procédure ici présentée (dénitrification suivante), ces sources de carbone organiques ne sont presque plus disponibles après le passage dans le bassin à boues activées. C'est pourquoi il est nécessaire d'ajouter de la charge organique externe qu'il faut acheter. C'est la raison pour laquelle on a examiné, dans un projet pilote réalisé dans le land allemand "Rhénanie-Palatinat", dans quelle mesure ces achats coûteux pourraient être remplacés par les substances troubles (surtout les bourbes) restant de la vinification. Pendant ce projet, environ 486.000 l de bourbes avec une charge de DCO de 36.000 kg ont été utilisés (voir tableau 2).

tab. 2 : Vue d'ensemble des substrats appliqués (Verbandsgemeindeverwaltung Bodenheim, 1995)

Substrat	Valeurs de DCO de ... à [mg/l]
bourbes des lies	54.800 - 294.250
boues des lies	122.600 - 237.600
vinasse	12.400 - 47.100
bourbes de moût	37.400 - 182.250
vins et liqueurs non commerciabes	145.500 - 173.400
bourbes de vin	140.600 - 199.250
bourbes de mousseux	71.000 - 235.250
bourbes de collage	105.750 - 264.250
eau de rinçage et de nettoyage	12.700 - 137.200
eau d'ail	158.750 - 168.500

L'utilisation des bourbes venant de la vinification comme source de carbone a permis de maintenir durablement la valeur de l'azote sous la limite exigée. On avait besoin de 0,66 kg de DCO compris dans les bourbes pour éliminer un kilo d'azote. En outre, les expériences ont démontré que l'utilisation des eaux de rinçage et de nettoyage n'était pas très judicieuse étant donné que pour une élimination de l'azote efficace, il faut une concentration minimum de 100.000 mg/l DCO.

Grâce aux bourbes, il n'était plus nécessaire d'acheter de l'acide acétique et de l'Acetol 20 comme sources de carbone externes et les frais d'exploitation de la station d'épuration ont pu être baissés.

L'utilisation de ce système ne peut pourtant pas se faire sans la mise en place d'installations de dosage et de dépôt pour les bourbes liquides découlant de la vinification.

En figure 2, la technique appliquée au cours de la phase biologique dans une station d'épuration à deux voies, avec dénitrification suivante et utilisation de bourbes, est représentée.

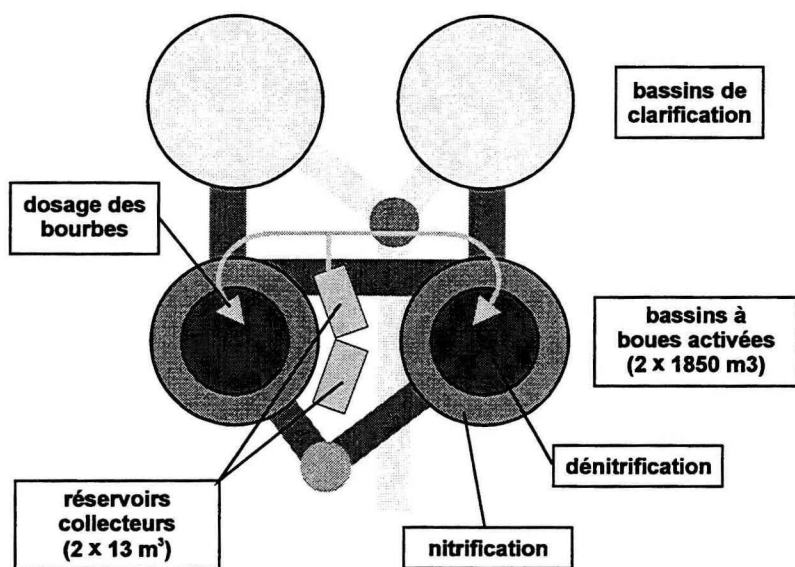


Fig. 2 : dosage des boues dans une station d'épuration à deux voies

Les boues nécessaires pour le dosage sont collectées dans le cadre de ce qu'on appelle le système d'apport. Ce concept innovateur réunit différents avantages. D'un côté, on peut satisfaire le besoin en substances organiques nécessaires pour une élimination effective, de l'autre on peut réduire la charge polluante à l'entrée (jusqu'à 60 % en moyenne) pour éviter des déversements indésirables ce qui décharge les stations d'épuration (voir Fig. 3).

Au centre du modèle : l'exploitation collecte l'ensemble des matières troubles liquides et elle le livre, après l'en avoir avertie, à la station d'épuration compétente. Les eaux usées restantes continuent d'être évacuées directement dans les canalisations publiques. L'exploitation justifie le volume de retenues troubles en indiquant la quantité et la concentration des matières livrées en fonction de la quantité de vin produite. Ce ne sont pas seulement les communes qui profitent de cette procédure, mais également les exploitations vinicoles : les frais de traitement des effluents diminuent, un paiement des boues livrées selon leur valeur de DCO est possible.

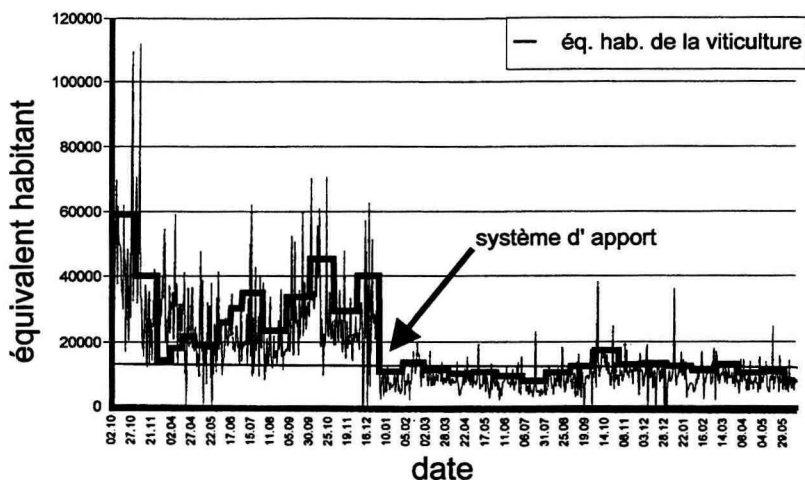


Fig.3 : courbe de déchargement avant et après l'installation du système d'apport

Conclusions

Des bourbes très concentrées venant de la vinification conviennent comme source de carbone à appliquer dans une dénitrification suivante. Grâce à cela, le traitement des effluents peut être optimisé tout en réduisant les frais d'exploitation et d'investissement de la station d'épuration.

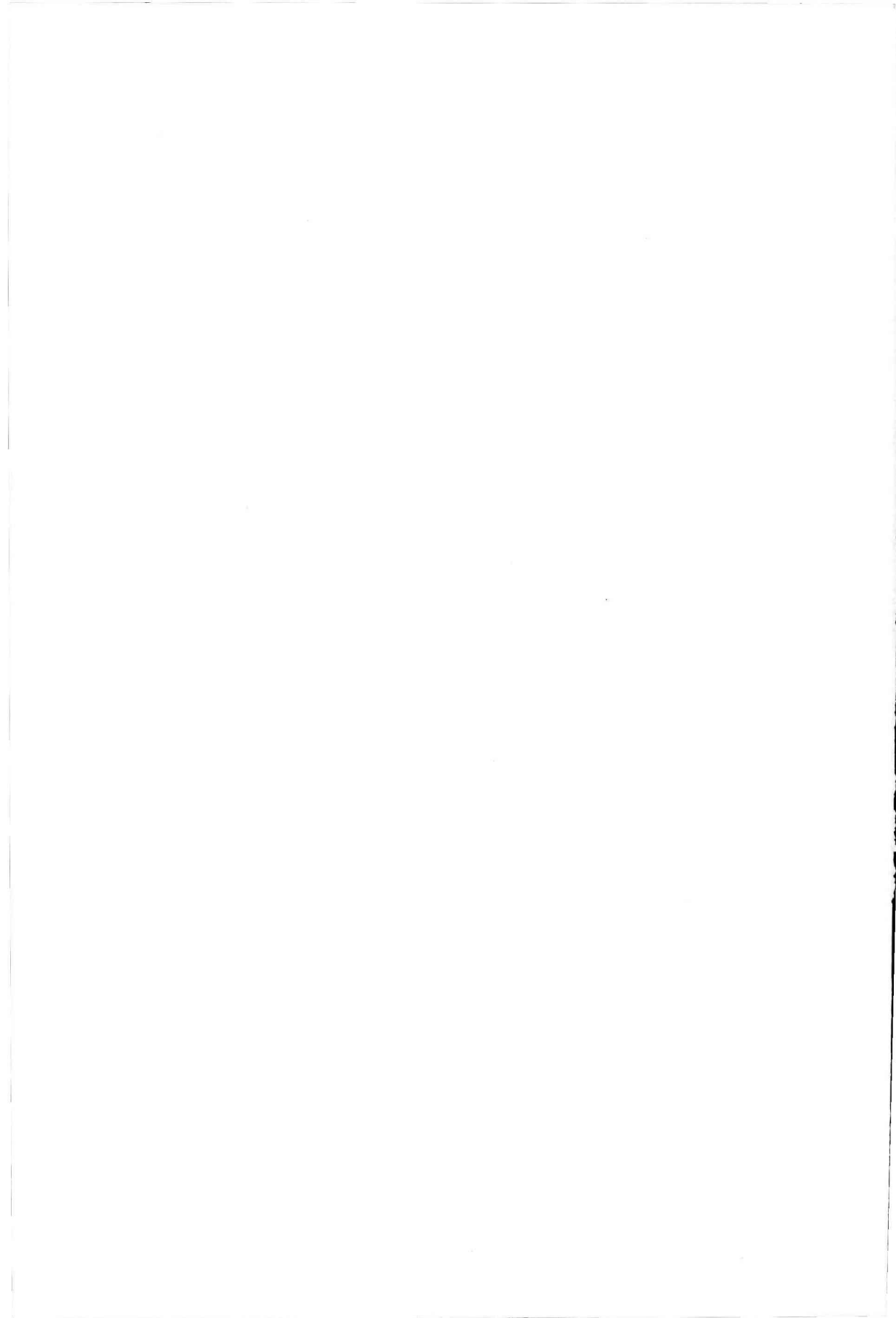
Le concept innovateur du système d'apport permet non seulement la satisfaction du besoin en sources de carbone correspondantes, mais il est également possible de diminuer la charge polluante des établissements vinicoles en ajoutant les substances troubles sous contrôle. Ainsi, des charges de pointe des stations d'épuration sont évitées. A la suite de ces résultats positifs, on aspire à répandre le système d'apport dans toute la R.F.A..

Références

référence à papier :

- MALTHANER K., (1997) Belohnen statt Bestrafen. *Das Deutsche Weinmagazin*, Vol. 18, p. 70-74
- MÜLLER D.H., (1997) Le traitement des effluents vinicoles en Allemagne, en citant l'exemple de la Rhénanie-Palatinat. *Revue Française d'Oenologie*, N° 163, p. 33-36
- MÜLLER D.H., (1995) Was bringt das Bringsystem? *Der Deutsche Weinbau*, Vol. 19, p. 24-26
- TRAUTE O., (1994) Höhere Kapazität durch flüssige Weinbauabfälle. *Das Deutsche Weinmagazin*, Vol. 19, p. 12-16
- VERBANDSGEMEINDEVERWALTUNG BODENHEIM, (1995) 1 Jahr Nutzung von Weinbauabfällen zur Optimierung der Abwasserreinigung und Pilotprojekt „Bringsystem“, 13 p.







Organisé par



Sous le patronage
du CFRP et de l'OIV

Aujourd'hui, un nombre croissant d'installations en vraie grandeur utilisant des procédés variés sont en fonctionnement en France et une part importante se trouve dans la région de Bordeaux. La plupart des technologies disponibles ont été expertisées durant les vendanges et les premiers soutirages ces dernières années. Le programme de ce 2^e congrès consacre une place significative à l'évaluation des performances et aux contraintes d'exploitation relatives aux différents procédés de traitement mis en œuvre sur sites industriels. Ce document intéresse tous les acteurs du secteur vinicole.



AGENCE DE L'EAU
SEINE-NORMANDIE



Agence de l'Eau
Adour Garonne



Agence de l'eau
Rhin-Meuse



Gironde
CONSEIL GENERAL

CONSEIL REGIONAL



AQUITAINE



CHAMBRE
D'AGRICULTURE
GIRONDE



EDF AGRICULTURE

ISBN 2-85362-496-X

Prix : 370 F TTC



9 782853 624961