



National Library
of Canada

Acquisitions and
Bibliographic Services

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque nationale
du Canada

Acquisitions et
services bibliographiques

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

Our file Notre référence

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

0-612-37452-1

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

IDENTIFICATION ET OPTIMISATION DES PARAMÈTRES
D'UTILISATION DES COMPTEURS DE PARTICULES
EN TRAITEMENT DES EAUX POTABLES

Présentée par: NOUR HOSSEINIAN Shokoufeh

En vue de l'obtention du diplôme de: Maîtrise ès sciences appliquées

A été dûment accepté par le jury d'examen constitué de:

M. DESJARDINS Raymond, M.Ing., président

Mme. PRÉVOST Michèle, Ph.D., membre et directrice de recherche

M. MILLETTE Robert, B.Ing., membre

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier les sociétés et les organismes qui ont rendu possible cette étude, en particulier la Chaire industrielle en eau potable de l'École Polytechnique de Montréal, et ses partenaires : la Ville de Montréal, la Ville de Laval, la Compagnie Générale des eaux, la firme John Meunier et les consultants Vallée Lefebvre et associés.

Je voudrais ici exprimer mes sincères remerciements à ma directrice de recherche, Madame Michèle Prévost Ph.D., professeur à l'École Polytechnique de Montréal, pour son expertise, ses conseils et sa vision professionnelle

J'aimerais exprimer toute ma gratitude à Monsieur Raymond Desjardins, professeur à l'École Polytechnique de Montréal, pour avoir accepté de juger ce travail, ses commentaires et son aide à l'élaboration du projet. Je tiens aussi à remercier Monsieur Robert Millette, ingénieur de l'usine de filtration Atwater, pour avoir accepté de juger ce mémoire et sa collaboration lors de la réalisation du projet.

À Monsieur Benoit Barbeau, associé de recherche et chargé de projet à la Chaire industrielle en eau potable de l'École Polytechnique de Montréal, j'exprime mes sincères remerciements pour son encouragement et son aide lors de la réalisation et l'interprétation des résultats de ce projet de recherche.

Je tiens à remercier Monsieur Michel Gagné, surintendant aux usines de filtration à la Ville de Montréal pour avoir accepté la réalisation de ce projet à l'usine Atwater et tout le personnel de l'usine de filtration Atwater pour leurs collaborations lors de la réalisation du projet.

J'aimerais également exprimer ma gratitude au personnel de la firme John Meunier Madame Julie Bélanger, Monsieur Éric Imbeault et Madame Josée Dandurand pour leurs aides et leurs disponibilités durant la réalisation du projet.

Un grand merci à Monsieur Denis Allard, technicien senior et Monsieur Souleymane Ndongue étudiant au doctorat pour leurs conseils, leurs aides et leurs amitiés durant les deux dernières années.

J'exprime toute mon amitié et une grande gratitude à une équipe de recherche dynamique et très enthousiaste : Josée Coallier, Patrick Laurent, Boniface Koudjonou, Patrick Niquette, Annie Rompré, Jacinthe Mailly, Julie Philibert, Sylviane Désautels, Stephane Perron, Jean-François Beaudet, Rima Raad, Nathalie Facile, Isabelle Myre et Isabelle Bénard.

Finalement, un sincère merci à mon conjoint, Hossain Zarandi, mon amie, Katy et ma famille pour leur support moral et leurs encouragements.

SOMMAIRE

La technologie du comptage de particules a récemment été introduite dans le domaine du traitement de l'eau potable. Les informations sur le compte et la répartition en taille des particules contenues dans l'eau brute et dans l'eau traitée peuvent être utilisées pour optimiser la filtration ainsi que l'enlèvement d'organismes résistant à la désinfection tels que *Giardia* et *Cryptosporidium*. Cela conduit à une amélioration de la qualité de l'eau distribuée aux consommateurs.

Les compteurs de particules utilisés dans le domaine de l'eau potable sont munis de détecteurs utilisant les principes de l'obstruction de la lumière et de la diffraction de la lumière. La gamme de mesure, la résolution et la précision du comptage sont les caractéristiques les plus importantes indiquant la qualité d'un détecteur. La résolution d'un détecteur est son habileté à distinguer avec précision les particules de différentes tailles.

L'étalonnage de ces appareils est fait communément en utilisant des sphères en polystyrène. La forme et l'indice de réfraction de particules contenues dans l'eau brute et dans l'eau traitée sont toutefois différents de ceux de sphères en polystyrène.

Dans le but d'évaluer l'utilité des compteurs de particules de type en flux continu pour l'évaluation de l'eau potable, une étude a été effectuée à l'aide des installations pilotes de

l'usine Atwater. Les résultats de cette étude montrent que le comptage de particules est une technologie innovatrice qui peut être utilisée dans les usines de traitement des eaux potables. Le comptage de particules fournit une information plus complète et détaillée sur le nombre et la taille des particules se trouvant dans l'eau que la turbidité.

Les performances de deux types de compteurs de particules : *Hach* (Loveland, CO, modèles Liquilaz-WSTM et 1900 WPCTM) et *Hiac/Royco* (IBR, Michigan, modèles VC-OL25TM et VC-OL60TM) sont présentées. Les compteurs *Hiac/Royco* offrent une technologie plus avancée aux niveaux de la résolution (spécifiée par le fabricant), de l'affichage local des informations et du calcul de concentrations de particules en fonction du débit. Le logiciel Aqua-ViewTM (utilisé pour les compteurs *Hach*) est plus flexible que AccucountTM. Il permet de sélectionner jusqu'à 15 canaux. Il offre aussi la possibilité de visualiser les résultats sous différentes formes tel que des tableaux et des graphiques. Ce logiciel est également très performant pour l'exportation des données vers d'autres logiciels.

Afin de comparer les résultats du comptage, les compteurs des deux marques ont été alimentés avec différents types d'eau (eau brute, eau coagulée et eau filtrée). Les résultats des essais effectués montrent que les deux marques produisent des résultats de comptes cumulatifs semblables, s'ils sont correctement étalonnés. Les résultats des essais effectués dans le cadre de ce projet ont montré que les compteurs des deux marques, leurs tamis et

nombre de particules permettra de comparer la performance des usines de traitement de l'eau potable ainsi que la performance de différents compteurs de particules.

ABSTRACT

The use of on-line particle counting instrumentation in drinking water has evolved in recent years. Particle count and particle size distribution characteristics of raw water as well as water quality at various stages of treatment could be used for the improvement of finished water quality, optimization of filtration and optimization of removal of pathogens such as *Giardia* and *Cryptosporidium*.

Particle count sensors that use light obscuration or light scatter to analyze individual particles are the most common types used in drinking water. The three most important parameters for consistent performance of particle counting instruments are sizing range, size resolution and counting efficiency. Resolution is a measure of the ability of an instrument to distinguish between particles of different sizes.

Polystyrene latex spheres (standard spheres) are most widely used for the calibration of optical particle counters. However, the particle shape and refractive index of most particles in raw or finished water are different than those of polystyrene latex spheres.

This study, conducted at the Atwater filtration facility of Montreal, Quebec, aimed mainly to evaluate the implementation of on-line particle counting in drinking water treatment plants. The overall assessment of particle counting during this study was convincingly

positive. In drinking water treatment, particle counting is an innovative, new technology with tremendous potential. The additional information provided by two dimensions (particle sizes and particle counts) in particle counting means that this technique can be used to identify differences undetected by turbidity measurements.

This research project was also to evaluate the technology and the performance of particle counting instruments made by two manufactures: *Hach* (Loveland, CO, Model Liquilaz-WSTM and 1900 WPCTM) and *Hiac/Royco* (IBR, Michigan, Model VC-OL25TM and VC-OL60TM). *Hiac/Royco* particle counters offer more sophisticated technology over *Hach* particle counters. They included a better resolution (which is specified by the manufacturer and not tested in this research projet), the local displaying of data and compensating flow rate variations in calculating of particle count data. The data processing software used for *Hach* particle counters, Aqua-View^{+TM}, contains more powerful features such as channel options up to 15 and multiple displaying of graphical plot and numeric data in spreadsheet format. The software also allows easy export to other data analysis applications.

Test runs were conducted by placing *Hach* and *Hiac/Royco* particle counters on the different water sources (raw water, coagulated water and filtered water). Testing found that instruments made and calibrated by different manufacturers could yield similar total cumulative particle numbers if they are correctly calibrated. The results of this study

showed that coagulated or flocculated water could immediately clog up the orifice and the strainer of the counter as well as the feeding pipes.

A size and count verification protocol for on-line applications was also developed and tested in this research project. This method, using standard suspensions, was found to be efficient and feasible at the plant site. Both instruments produced total cumulative particle numbers in the range of total particle count specified by the manufacturer of the standard suspension. However, their reported differential numbers of particles are different than those specified for the suspension. The main disadvantage of this method is that the required amount of the standard suspension is significant, which makes the procedure costly.

The procedure proposed by *Hach* for size and count verification for the 1900 WPC™, which can be applied at the site of treatment plant, was also tested. Results showed that the efficiency of the method depends strictly on the quality and homogeneity of the injected standard suspension.

The lack of an industry-wide standard for sensor calibration and resolution and simple standard methods for quality assurance in an on-line configuration are the most important barriers that currently restrain the widespread implementation of particle counting in drinking water. With standardization of quality assurance, comparison of particle

counting results between water treatment plants and between different instruments will be meaningful.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	iv
SOMMAIRE	vi
ABSTRACT	x
TABLE DES MATIÈRES.....	xiv
LISTE DES TABLEAUX	xviii
LISTE DES FIGURES	xx
LISTE DES TABLEAUX À L'ANNEXE I.....	xxvii
LISTE DES FIGURES À L'ANNEXE I.....	xxviii
LISTE DES ANNEXES	xxx
 INTRODUCTION.....	 1
 CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.....	 3
1.1 Sources et types de particules dans l'eau potable.....	3
1.2 Compteurs de particules	6
1.2.1 Détecteurs.....	8
1.2.1.1 Obstruction de la lumière	11
1.2.1.2 Diffraction de la lumière	15
1.2.1.3 Résistance électrique.....	19
1.2.2 Unité de traitement de données	20
1.2.3 Résolution d'un détecteur de particules	21
1.2.4 Étalonnage des compteurs de particules.....	23
1.2.5 Comptage de particules	28

1.3	Application des compteurs de particules dans l'eau potable	29
1.3.1	Corrélation avec les autres paramètres de qualité de l'eau	31
1.3.1.1	Corrélation entre la turbidité et les comptes de particules	31
1.3.1.2	Corrélation entre les comptes de particules et les kystes de <i>Giardia</i> et <i>Cryptosporidium</i>	32
1.3.2	Utilisation des compteurs de particules	36
1.3.3	Facteurs influençant le fonctionnement de compteurs de particules	37
1.3.3.1	Débit de l'échantillon	37
1.3.3.2	Concentration de particules	38
1.3.4	Vérification du fonctionnement de compteurs de particules	41
1.3.4.1	Vérification de l'interférence du bruit de fond	41
1.3.4.2	Vérification de la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules sur le site d'utilisation	42
1.3.4.3	Erreurs résultant de la saturation en particules	47
CHAPITRE II : OBJECTIFS DU PROJET		48
CHAPITRE III : MATÉRIEL ET MÉTHODES		50
3.1	Compteurs <i>Hiac/Royco</i>	50
3.1.1	Logiciel d'acquisition et de traitement de données	54
3.1.2	Ajustement du débit	55
3.1.3	Contrôle de l'humidité	56
3.1.4	Nettoyage	56
3.2	Compteurs Hach	57
3.2.1	Logiciel d'acquisition et de traitement de données	60
3.2.2	Ajustement du débit	61
3.2.3	Contrôle de l'humidité	61
3.2.4	Nettoyage	62

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1	Type et taille des particules dans l'eau potable	6
Tableau 1.2	Principales méthodes d'étalonnage des équipements de mesures du nombre et de la taille des particules	27
Tableau 1.3	Tailles utilisées pour démontrer l'enlèvement des kystes de <i>Giardia</i> et <i>Cryptosporidium</i> avec les données de comptes de particules	36
Tableau 1.4	Principaux éléments des méthodes de la vérification de la précision et du comptage des compteurs de particules.....	44
Tableau 3.1	Spécifications de compteurs <i>Hiac/Royco</i> (modèles VC-OL25 TM et VC-OL60 TM) de IBR.....	51
Tableau 3.2	Spécifications de compteurs <i>Hach</i>	58
Tableau 4.1	Fonctions exécutées par les logiciels Accucount TM et Aqua-View TM	67
Tableau 4.2	Écart moyen entre les lectures des deux marques (prototype I de <i>Hach</i> et <i>Hiac/Royco</i>) en fonction de la taille de canaux lors d'alimentation avec l'eau filtrée	73
Tableau 4.3	Écart moyen entre les lectures des deux marques (prototype I de <i>Hach</i> et <i>Hiac/Royco</i>) en fonction de la taille de canaux lors d'alimentation avec de l'eau brute	77
Tableau 4.4	Conditions de fonctionnement des compteurs, essai du 15/10/96	82
Tableau 4.5	Nombres moyens de particules mesurés par les quatre compteurs de <i>Hiac/Royco</i> en fonction de la taille des particules lors de l'alimentation avec de l'eau filtrée	90
Tableau 4.6	Écart moyen entre les lectures des deux compteurs de <i>Hach</i> (prototype I) en fonction de la taille des particules contenues dans l'eau brute, essai du 19/9/96	95

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1	Type et taille des matières se trouvant dans l'eau.....	5
Figure 1.2	Principe de fonctionnement des compteurs de particules utilisant le principe de la modification : A) de la lumière ; B) du courant électrique	9
Figure 1.3	Principe de fonctionnement des compteurs de particules utilisant le principe de la transformation : A) diffraction de la lumière ; B) la fluorescence	10
Figure 1.4	Schéma du détecteur de particules utilisant le principe de l'obstruction de la lumière	12
Figure 1.5	Schéma du détecteur de particules utilisant le principe de la diffraction de la lumière	16
Figure 1.6	Effet de la résolution sur la distribution de la hauteur de l'impulsion pour un échantillon contenant des particules sphériques de même taille: A) résolution de bonne qualité; B) résolution de faible qualité	22
Figure 1.7	Exemple d'une courbe d'étalonnage pour un détecteur utilisant le principe de l'obstruction de la lumière	26
Figure 1.8	Effet de la saturation en particules d'un échantillon sur la mesure et le comptage des particules : A) les trois particules sont correctement mesurées et comptées; B) seulement une grosse particule est détectée; C) une beaucoup plus grosse particule est détectée.....	41
Figure 3.1	Schéma du montage du compteur <i>Hiac/Royco</i> , modèle VC-OL25 TM (débit : 25mL/min).	52
Figure 3.2	Schéma du montage du compteur <i>Hiac/Royco</i> , modèle VC-OL60 TM (débit : 60mL/min).	53
Figure 4.1	Comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau filtrée, essais du 10/10/96, turbidité de l'eau filtrée : 0,08 UTN, température de l'eau : 15° C	70

Figure 4.2	Comptes différentiels des particules de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau filtrée, essais du 10/10/96, turbidité de l'eau filtrée : 0,08 UTN, température de l'eau: 15°C	71
Figure 4.3	Comptes différentiels des particules de $\geq 5-10 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau filtrée, essais du 10/10/96, turbidité de l'eau filtrée : 0,08 UTN, température de l'eau : 15°C	71
Figure 4.4	Comptes différentiels des particules de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau filtrée, essais du 10/10/96, turbidité de l'eau filtrée : 0,08 UTN, température de l'eau : 15°C	72
Figure 4.5	Comptes cumulatifs des particules de $\geq 15 \mu\text{m/m}$ dans l'eau filtrée, essais du 10/10/96, turbidité de l'eau filtrée : 0,08 UTN, température de l'eau : 15°C	72
Figure 4.6	Comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essais du 14/10/96, turbidité : 1,21 UTN, température de l'eau : 14°C	74
Figure 4.7	Comptes différentiels des particules de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 14/10/96, turbidité : 1,21 UTN, température de l'eau : 14°C	75
Figure 4.8	Comptes différentiels des particules de $\geq 5-10 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 14/10/96, turbidité : 1,21 UTN, température de l'eau : 14°C	75
Figure 4.9	Comptes différentiels des particules de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 14/10/96, turbidité : 1,21 UTN, température de l'eau : 14°C	76
Figure 4.10	Comptes cumulatifs des particules de $\geq 15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 14/10/96, turbidité : 1,21 UTN, température de l'eau : 14°C	76
Figure 4.11	Comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 11/10/96, turbidité : 1,13-1,20 UTN, température de l'eau : 14°C	78
Figure 4.12	Comptes différentiels des particules de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 11/10/96, turbidité : 1,13-1,20 UTN, température de l'eau : 14°C	79

Figure 4.22	Comparaison des quatre compteurs de Hiac/Royco pour des comptes différentiels de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$, essai du 26/9/96, turbidité à l'eau filtrée : 0,30 UTN, température de l'eau : 18°C	88
Figure 4.23	Comparaison des quatre compteurs de Hiac/Royco pour des comptes différentiels de $\geq 5-10 \mu\text{m/mL}$, essai du 26/9/96, turbidité à l'eau filtrée : 0,30 UTN, température de l'eau : 18°C	88
Figure 4.24	Comparaison des quatre compteurs de Hiac/Royco pour des comptes différentiels de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$, essai du 26/9/96, turbidité à l'eau filtrée : 0,30 UTN, température de l'eau : 18°C	89
Figure 4.26	Comparaison 2 des compteurs de Hach pour les comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$, essai du 19/9/96, turbidité à l'eau brute : 1,17 UTN, température de l'eau : 18°C	91
Figure 4.27	Comparaison des deux compteurs de Hach pour les comptes différentiels de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$, essai du 19/9/96, turbidité à l'eau brute : 1,17 UTN, température de l'eau : 18°C	92
Figure 4.28	Comparaison des deux compteurs de Hach pour les comptes différentiels de $\geq 5-10 \mu\text{m/mL}$, essai du 19/9/96, turbidité à l'eau brute : 1,17 UTN, température de l'eau : 18°C	92
Figure 4.29	Comparaison des deux compteurs de Hach pour les comptes différentiels de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$, essai du 19/9/96, turbidité à l'eau brute : 1,17 UTN, température de l'eau : 18°C	93
Figure 4.30	Comparaison des deux compteurs de Hach pour les comptes différentiels de $\geq 15-20 \mu\text{m/mL}$, essai du 19/9/96, turbidité à l'eau brute : 1,17 UTN, température de l'eau : 18°C	93
Figure 4.31	Comparaison des deux compteurs de Hach pour les comptes cumulatifs des particules de $\geq 20 \mu\text{m/mL}$, essai du 19/9/96, turbidité à l'eau brute : 1,17 UTN, température de l'eau : 18°C	94

Figure 4.32	Résultats des comptes de particules avec de l'eau purifiée, essai du 14/01/97, température de l'eau : 15° C	105
Figure 4.33	Résultats du comptage de particules avec le compteur <i>Hiac/Royco</i> pour la suspension standard de 5 µm, essais du 14/01/97, température de la suspension : 15° C, nombre de particules de l'eau propre : ≈ 7 particules/mL	107
Figure 4.34	Résultats du comptage de particules avec le compteur <i>Hach</i> (prototype I) pour la suspension standard de 5 µm, essais du 14/01/97, température de la suspension: 15° C, nombre de particules de l'eau propre : ≈ 65 particules/mL	108
Figure 4.35	Résultats du comptage de particules avec le compteur <i>Hach</i> (prototype I) et le compteurs <i>Hiac/Royco</i> pour la solution standard de 5 µm, essais du 14/01/97, température de la suspension : 15° C.....	109
Figure 4.36	Résultats du comptage de particules avec le compteur <i>Hach</i> (prototype I) et le compteur <i>Hiac/Royco</i> pour la suspension contenant des particules de 5 µm et de 10 µm, essais du 14/01/97, température de la suspension : 15° C	111
Figure 4.37	Comptes cumulatifs des particules de ≥ 2 µm/mL dans l'eau filtrée, essai du 24/4/97, température de l'eau : 6° C	119
Figure 4.38	Comptes différentiels des particules de ≥ 2-5 µm/mL dans l'eau filtrée, essai du 24/4/97, température de l'eau : 6° C	120
Figure 4.39	Comptes différentiels des particules de ≥ 5-10 µm/mL dans l'eau filtrée, essai du 24/4/97, température de l'eau : 6° C	120
Figure 4.40	Comptes différentiels des particules de ≥ 10-15 µm/mL dans l'eau filtrée, essai du 24/4/97, température de l'eau : 6° C	121
Figure 4.41	Comptes cumulatifs des particules de ≥ 15 µm/mL dans l'eau filtrée, essai du 24/4/97, température de l'eau : 6° C	121

- Figure 4.42 Résultats du comptage de particules avec le compteur *Hiac/Royco* pour la suspension contenant des sphères de 3 et 10 μm avec des concentrations respectives de 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$) particules/mL (Multimodal), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19° C 133
- Figure 4.43 Résultats du comptage de particules avec le compteur *Hach* (prototype II) pour la suspension contenant des sphères de 3 et 10 μm avec des concentrations respectives de 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$) particules/mL (Multimodal), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19° C 134
- Figure 4.44 Résultats des comptes cumulatifs de $\geq 2 \mu\text{m}$ pour la suspension contenant des sphères de 3 et 10 μm avec des concentrations respectives de 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$) particules/mL (Multimodal), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19° C 136
- Figure 4.45 Résultats des comptes différentiels de $\geq 2-5 \mu\text{m}$ pour la suspension contenant des sphères de 3 et 10 μm avec des concentrations respectives de 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$) particules/mL (Multimodal), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19° C 136
- Figure 4.46 Résultats des comptes différentiels de $\geq 5-10 \mu\text{m}$ pour la suspension contenant des sphères de 3 et 10 μm avec des concentrations respectives de 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$) particules/mL (Multimodal), essai du 10/9/97, température de suspension : 19° C 137
- Figure 4.47 Résultats des comptes différentiels de $\geq 10-15 \mu\text{m}$ pour la suspension contenant des sphères de 3 et 10 μm avec des concentrations respectives de 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$) particules/mL (Multimodal), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19° C 137
- Figure 4.48 Résultats des comptes cumulatifs de $\geq 15 \mu\text{m}$ pour la suspension contenant des sphères de 3 et 10 μm avec des concentrations respectives de 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$) particules/mL (Multimodal), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19° C 138

Figure 4.49	Distribution en taille des sphères contenues dans le produit "Multimodal", déterminée par les compteurs <i>Hach</i> (prototype II) et <i>Hiac/Royco</i> (4 canaux), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19° C	139
Figure 4.50	Répartition en taille des sphères contenues dans le produit "Multimodal", déterminée par le prototype II de <i>Hach</i> (15 canaux), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19° C	140

LISTE DES TABLEAUX À L'ANNEXE I

Tableau I.I	Conditions d'opération des compteurs au début et à la fin du cycle de la coagulation, essai du 10/10/96.....	157
Tableau I.II	Conditions d'opération des compteurs au début et à la fin du cycle de la coagulation, essai du 16/10/96.....	161
Tableau I.III	Conditions d'opération des compteurs au début et à la fin du cycle de la coagulation, essai du 17/10/96.....	164

Figure I.III.III Comptes différentiels des particules de $\geq 5-10 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute	
coagulée	165
Figure I.III.IV Comptes différentiels des particules de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute	
coagulée	166
Figure I.III.V Comptes cumulatifs des particules de $\geq 15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute	
coagulée	166

INTRODUCTION

Le comptage de particules est une technologie bien développée et communément utilisée dans les domaines de la médecine, de l'océanographie, des procédés de production et du génie électrique. Cette technologie a récemment été introduite dans le domaine du traitement de l'eau.

En comparaison avec les autres méthodes d'évaluation de la qualité de l'eau, le comptage de particules nous fournit une information plus complète et détaillée sur la taille et la répartition des particules se trouvant dans l'eau. Ce paramètre est destiné à jouer un rôle important dans la conception et le contrôle des procédés de traitement de l'eau potable.

Il existe trois types de compteurs de particules : compteurs "en cuvette" (batch), compteurs "en flux continu" (on-line) et compteurs "en cuvette/flux continu". Le choix du type de compteur dépend des objectifs de mesure et des contraintes d'exploitation.

En général, il existe trois méthodes pour vérifier le fonctionnement des compteurs de particules sur leur site d'utilisation. Ces méthodes permettent de vérifier l'interférence des circuits électriques, la précision de mesure avec des suspensions standard contenant des particules ainsi que les erreurs résultant de la saturation en particules de l'échantillon analysé. En ce qui concerne la deuxième méthode, c'est-à-dire la vérification de la précision de mesure, la plus importante, plusieurs méthodes normalisées ont été

développées pour les compteurs en cuvette. Toutefois, aucune méthode normalisée de vérification de la précision de mesure des compteurs en flux continu sur le site d'utilisation n'a fait l'objet d'un consensus.

Ce travail de recherche poursuit les objectifs suivants : 1) identifier les paramètres importants pour l'exploitation des compteurs de particules de type en flux continu, 2) comparer deux types de compteurs ; *Hiac/Royco* avec *Hach*, 3) établir une procédure de vérification de la précision de la mesure pour ces appareils sur le site d'utilisation.

Les compteurs utilisés et évalués dans le cadre de ce projet de recherche sont les compteurs *Hiac/Royco* de IBR appartenant à la Ville de Montréal et utilisés pour le projet filtre-pilote Atwater et ceux de *Hach* (2 appareils de prototype I et 1 appareil de prototype II) fournis et installés par la société John Meunier Inc. Ce projet a été réalisé à l'usine de filtration Atwater de la Ville de Montréal de septembre 96 à septembre 97.

CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

La technologie du comptage de particules est mise en application dans les usines de traitement de l'eau potable afin d'évaluer la performance et la stabilité des filtres, ainsi que d'observer la qualité de l'eau distribuée chez le consommateur (Goldgrabe *et al.*, 1992). Il n'existe pas de norme concernant le nombre de particules dans l'eau potable. Cependant, plusieurs villes en Amérique du Nord ont adopté des standard internes de qualité pour l'opération de leurs usines. En ce qui concerne la technologie du comptage de particules, il semble qu'elle est suffisamment développée pour être applicable dans le contexte des usines de traitement des eaux potables. Dans ce cas, le comptage de particules est de plus en plus utilisé comme indicateur de l'efficacité de traitement pour l'enlèvement d'organismes résistants à la désinfection tels que *Giardia* et *Cryptosporidium*.

1.1 Sources et types de particules dans l'eau potable

Les eaux de surface et les eaux souterraines utilisées pour la production de l'eau potable contiennent des particules variant en taille, en concentration et en forme. Les eaux de rivière semblent contenir plus de particules que les eaux de lac et les eaux souterraines. Ces dernières, étant filtrées par la nature, contiennent généralement peu de particules. Les particules dans les eaux de rivière proviennent de l'érosion des terres, de la dissolution de substances minérales et de la décomposition des matières organiques. Le déversement des

eaux d'égouts domestiques, industrielles et agricoles ainsi que les floccs développés par l'ajout de coagulants (qui ne sont pas retenus par la filtration), contribuent aussi au pool de particules. Les particules observées dans les effluents des filtres sont des solides très fins, plus grands qu'une molécule, mais en général invisible à l'œil nu. La figure 1.1 montre le type et la taille des matières se trouvant dans l'eau.

On peut classer les particules en fonction de leur origine, soit minérale (graviers, sables, glaises, argiles, etc.), soit organique (produits de décomposition des matières végétales ou animales et les micro-organismes tels que bactéries, algues, virus, etc.). On peut également classer les particules en deux groupes en fonction de leur taille. Le premier groupe comprend les matières colloïdales dont la taille varie de 5 nm à 1 μm et qui décantent très lentement. Le deuxième groupe comprend les matières en suspension dont la taille est supérieure à 0,5 μm et qui décantent facilement.

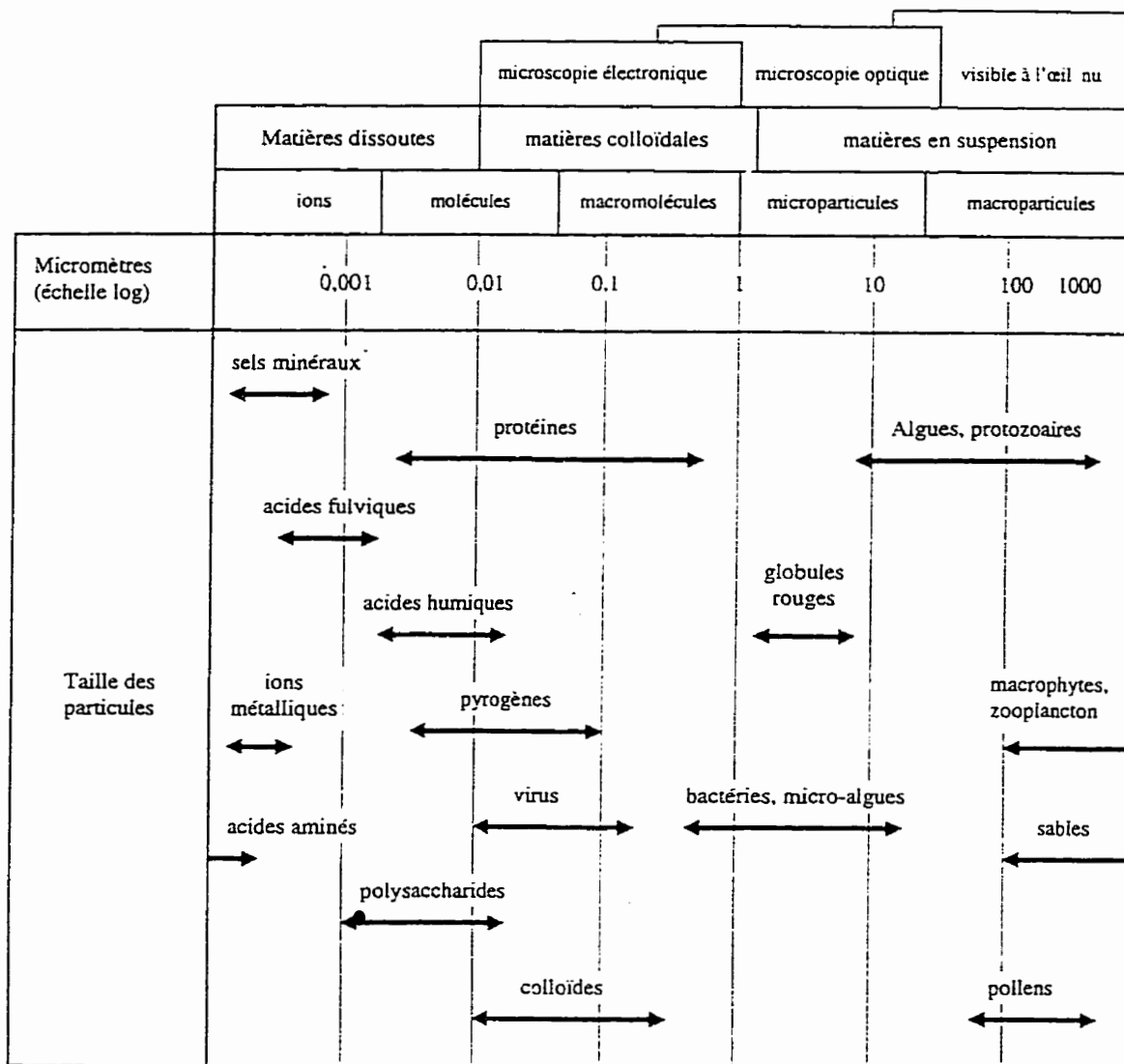


Figure 1.1 Type et taille des matières se trouvant dans l'eau (adaptée de Legube, 1992)

Le tableau 1.1 présente le type et la taille des particules se trouvant dans l'eau potable.

Les particules qui ont une taille inférieure à 5 nm sont considérées comme des matières

l'échantillon est prélevé directement d'une source et placé dans un contenant dont le volume est connu. Puisque toutes les étapes sont effectuées manuellement, la précision de l'analyste détermine en grande part la précision de la mesure. Ce type de compteurs permet de diluer les échantillons dont la concentration en particules excède la limite maximale imposée par l'optique de l'appareil de mesure. (Hargesheimer *et al.*, 1992).

Quant aux compteurs en flux continu, l'échantillon s'écoule sans interruption d'abord à travers un détecteur, puis à travers un dispositif qui contrôle le débit. La détermination du nombre et de la taille des particules est étroitement reliée au débit traversant le détecteur, à la concentration de particules dans l'échantillon et à la résolution du détecteur (Hargesheimer *et al.*, 1992). Dans le cas où le nombre de particules dans l'échantillon analysé dépasse la limite maximale de concentration en particules recommandée pour le compteur utilisé, la mesure en continu ne peut être effectuée car la dilution de l'échantillon est impossible.

Le compteur en cuvette/flux continu est une combinaison d'un compteur de table en cuvette et d'un compteur en flux continu. L'échantillon d'eau s'écoule sans interruption à travers un détecteur, puis à travers un dispositif qui contrôle le débit. Le détecteur est en fonction en tout temps. À un intervalle de temps fixé par l'analyste l'effluent du détecteur est acheminé vers un contenant gradué. Lorsque l'effluent est dirigé vers ce contenant, le comptage de particules est amorcé automatiquement. Lorsque le volume de l'échantillon atteint un niveau prédéterminé dans le contenant gradué, le comptage de particules est

arrêté. L'effluent du détecteur est alors rejeté et le contenant gradué est vidé à l'égout. L'échantillon circule en continu à travers le détecteur en tout temps, ce qui prévient toute contamination. Cependant, la dilution de l'échantillon et la répétition de la mesure sont impossibles.

Les compteurs de particules sont constitués de deux composantes : le détecteur et le compteur. Lorsqu'une particule passe à travers le détecteur, un signal électrique est transmis à l'unité de comptage (compteur).

1.2.1 Détecteurs

Le principe opérationnel de ces appareils est basé sur la modification ou sur la transformation. La modification est le mode de fonctionnement des compteurs dont la mesure est dérivée de l'obstruction de la lumière (Liberman, 1988a dans Hargesheimer *et al.*, 1992) ou de la résistance électrique (Shapiro, 1988 dans Hargesheimer *et al.*, 1992). Comme le montre la figure 1.2, le paramètre mesuré, la lumière (figure 1.2A), ou le courant électrique (figure 1.2B) est modifié par la particule traversant la zone de détection. La diminution de l'intensité de la lumière ou de l'électricité transmise est proportionnelle à la taille de la particule traversant la zone de détection.

compteurs utilisant le principe de la diffraction de la lumière, la lumière est altérée en se transformant du motif cohérent au motif diffracté (figure 1.3A). Dans le cas de la fluorescence (figure 1.3B), la lumière est transformée, lorsque sa longueur d'onde est allongée par la fluorescence.

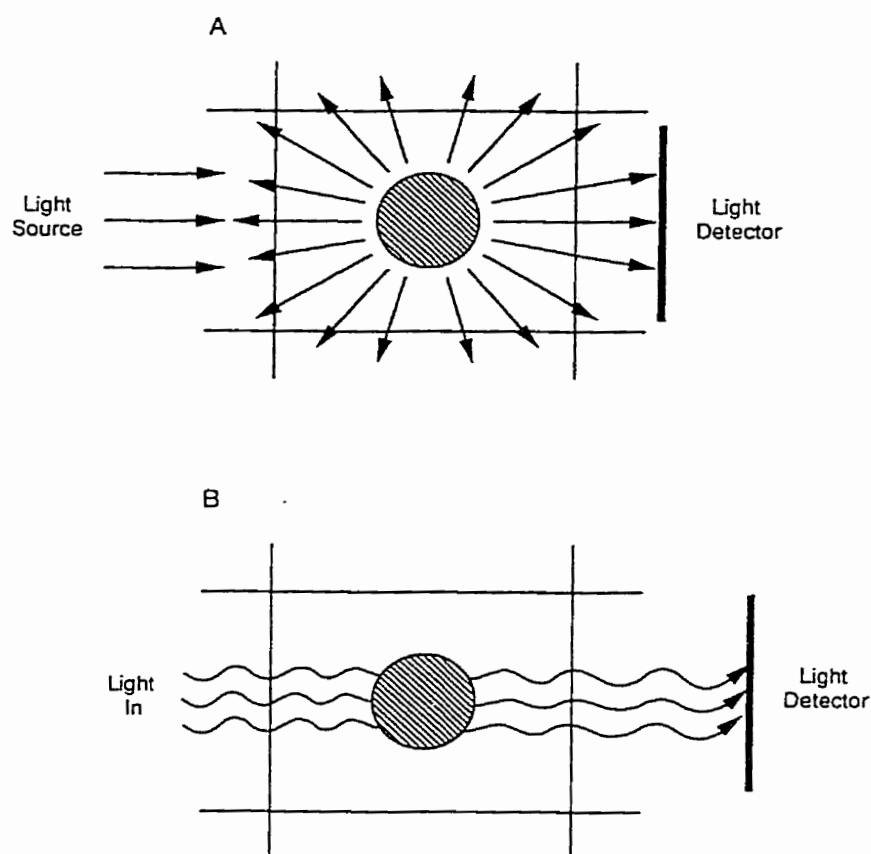


Figure 1.3 Principe de fonctionnement des compteurs de particules utilisant le principe de la transformation : A) diffraction de la lumière ; B) la fluorescence (adaptée de Hargesheimer *et al.*, 1992)

Les détecteurs utilisant les principes de l'obstruction de la lumière et de la diffraction de la lumière sont les plus utilisés dans le domaine de l'eau potable. La détermination de la concentration de particules dans l'échantillon peut être effectuée de deux façons : un calcul de la concentration en fonction d'un débit fixe (auquel le détecteur est étalonné) et un calcul ajusté au moyen d'un débitmètre qui tient compte du débit réel traversant le détecteur. Il est important de mentionner que le débit de passage doit être dans la gamme de débits spécifiée par le fabricant.

1.2.1.1 Obstruction de la lumière

Le principe opérationnel de ce type de détecteur est relativement simple. L'échantillon s'écoule à travers la zone de détection. Un rayon de lumière avec une intensité connue éclaire la zone de détection sur une photodiode. Ce rayon peut être une lumière blanche, une lumière blanche collimatée, un laser ou une diode laser. Lorsqu'une particule passe à travers la zone de détection, une partie de ce rayon est absorbée par la particule et la lumière résiduelle est diffractée diminuant l'intensité de la lumière qui atteint la photodiode. La différence entre les intensités est proportionnelle à la taille de la particule sur une échelle logarithmique. Le changement d'intensité de la lumière sur la photodiode est transmis par les circuits électroniques à l'unité de traitement des données du compteur. Cette dernière effectue le comptage et analyse le signal afin de déterminer la distribution de la taille de particules. Pour cette méthode de calcul, toutes les particules sont considérées comme des sphères parfaites et leurs diamètres sont calculés à partir de

leurs aires projetées. Le schéma du principe d'exploitation de ce type d'appareils est montré à la figure 1.3 (Hargesheimer *et al.*, 1992).

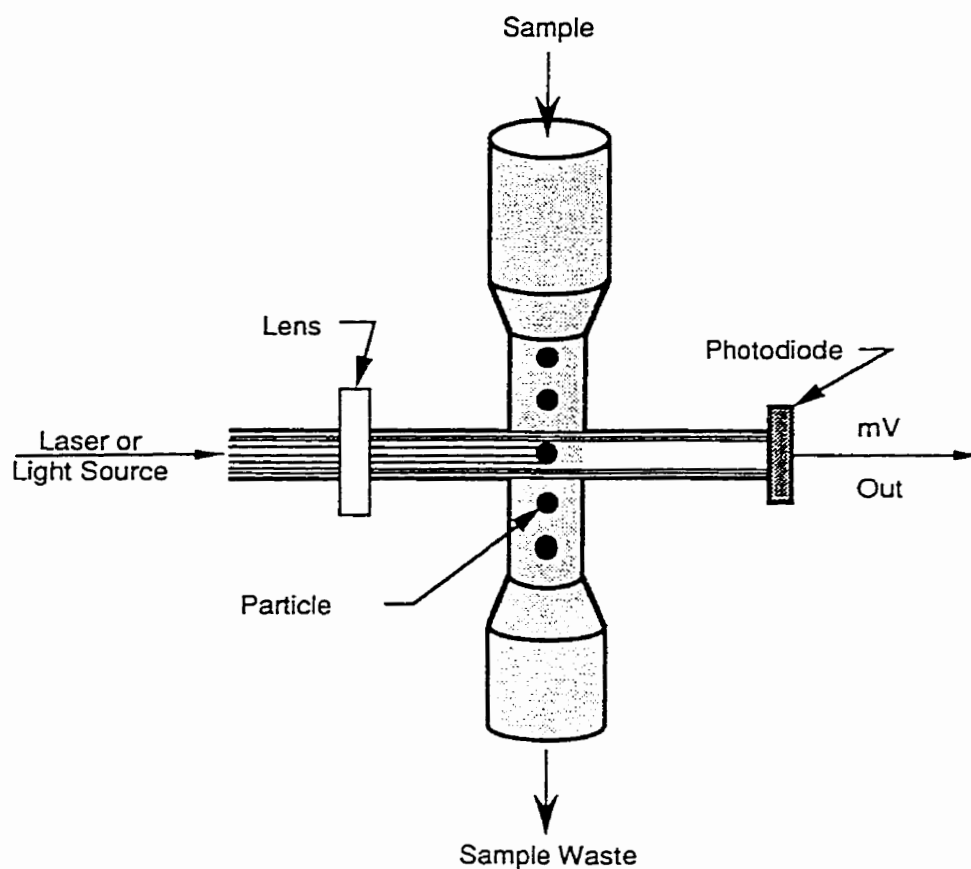


Figure1.4 Schéma du détecteur de particules utilisant le principe de l'obstruction de la lumière (adaptée de Hargesheimer *et al.*, 1992)

Ce type de détecteur est capable de mesurer des particules dont le diamètre se situe entre 1-500 μm . La limite inférieure est déterminée par le bruit de fond. Le bruit de fond est défini comme le bruit généré par les circuits électriques dans l'instrument. Lorsque la

particule est trop petite, le signal électrique qu'elle génère est du même ordre de grandeur que les signaux du bruit de fond. De telles particules sont alors indiscernables. La limite supérieure est fonction de la dimension physique de l'appareil et de la tuyauterie dans laquelle sont acheminées les particules (Hargesheimer *et al.*, 1992). La dimension des conduites d'amenée de l'échantillon ainsi que la dimension de la zone de détection varient d'un détecteur à l'autre.

Pour un comptage exact et une mesure précise de la taille des particules, une seule particule à la fois doit se trouver dans la zone de détection. Si plus d'une particule se trouve dans cette zone, une surestimation de la taille de particules et/ou une sous-estimation du nombre de particules pourraient se produire. Les probabilités de ce genre d'erreur augmentent si la concentration de particules dans l'échantillon dépasse la limite de concentration de saturation en particules de l'appareil ou si le débit de l'échantillon à travers le détecteur est au dessus de la gamme de débits spécifiée par le fabricant.

La concentration de saturation en particules de ce type de détecteurs est définie comme la concentration de particules à laquelle la probabilité de détecter des particules confondues est de 5%. Pour éviter de dépasser cette probabilité, les fabricants spécifient une gamme de débits ainsi qu'un nombre maximal de particules pour un détecteur donné. Ces deux variables fixent donc le nombre maximal des particules qui passent dans le détecteur. Ce nombre ne dépasse pas la capacité de traitement électronique de l'unité d'acquisition de données du compteur de particules.

Le débit de l'échantillon doit être suffisamment faible, pour que le signal électrique généré par la particule se développe entièrement et que l'impulsion électrique créée par la particule traversant le rayon de lumière soit transmise et traitée par l'unité de traitement de données avant le passage de la prochaine particule à travers le rayon de lumière.

Ce type de détecteur est étalonné pour une gamme de diamètres de particules à divers débits en utilisant des sphères de la même taille (single-sized) ayant un diamètre et un indice de réfraction connus. Pour ce type de particules, l'impulsion électrique causée par l'obstruction de la lumière est liée directement à l'aire de la particule. En général, la relation entre la réponse du signal électronique et le diamètre de la particule est linéaire, lorsqu'ils sont tracés sur un papier log-log. La taille déterminée de la particule est exprimée en signal équivalent à celui donné par une particule sphérique. Chaque détecteur est étalonné individuellement par le fabricant.

Les avantages des détecteurs utilisant le principe de l'obstruction de la lumière sont les suivants : la réponse linéaire au diamètre de particules de forme ronde, la possibilité de les exploiter dans une vaste gamme de diamètres, la flexibilité pour répéter des mesures et la possibilité des applications en continu.

Les principaux inconvénients de ce type de détecteurs résident dans les faibles concentrations de saturation en particules et l'influence de l'indice de réfraction des particules sur la mesure de la taille des particules.

1.2.1.2 Diffraction de la lumière

Les détecteurs basés sur la diffraction de la lumière furent d'abord utilisés dans le domaine médical et par la suite adaptés à la recherche en océanographie. Ce type de détecteur est utilisé en eau potable depuis 1989. Quoique plusieurs variantes de cette technologie existent, le principe de base consiste à analyser chaque particule individuellement dans un flux continu. Un laser ou une diode laser éclaire la zone de détection à travers laquelle l'échantillon s'écoule. La photodiode collecte et mesure la lumière diffractée à un angle solide prédéterminé (figure 1.5). Cet angle peut être sélectionné (par exemple, angle avant à $1-19^\circ$, diffraction de côté à $80-100^\circ$ ou diffraction arrière à $170-190^\circ$) afin d'obtenir des renseignements spécifiques sur les particules. La diffraction avant est la méthode la plus utilisée (Hargesheimer *et al.*, 1992).

Lorsqu'il n'y a aucune particule dans la zone de détection, la diffraction Rayleigh (Kavanaugh *et al.*, 1980 dans Hargesheimer *et al.*, 1992) des molécules du liquide (ou de l'eau) donne la mesure de la diffraction de fond. Lorsqu'une particule passe à travers le rayon de lumière, une partie de la lumière est diffractée et le reste est absorbé par la particule. La lumière diffractée est mesurée par la photodiode. L'impulsion causée par la lumière diffractée varie en fonction de la taille des particules et de leur indice de réfraction. L'amplitude de l'intensité augmentée de la lumière mesurée par la photodiode est transmise par le circuit électronique à l'unité de traitement de données. Cette dernière

calcule la distribution en particules de l'échantillon en tenant compte de la lumière diffractée de fond mesurée dans le liquide sans particules.

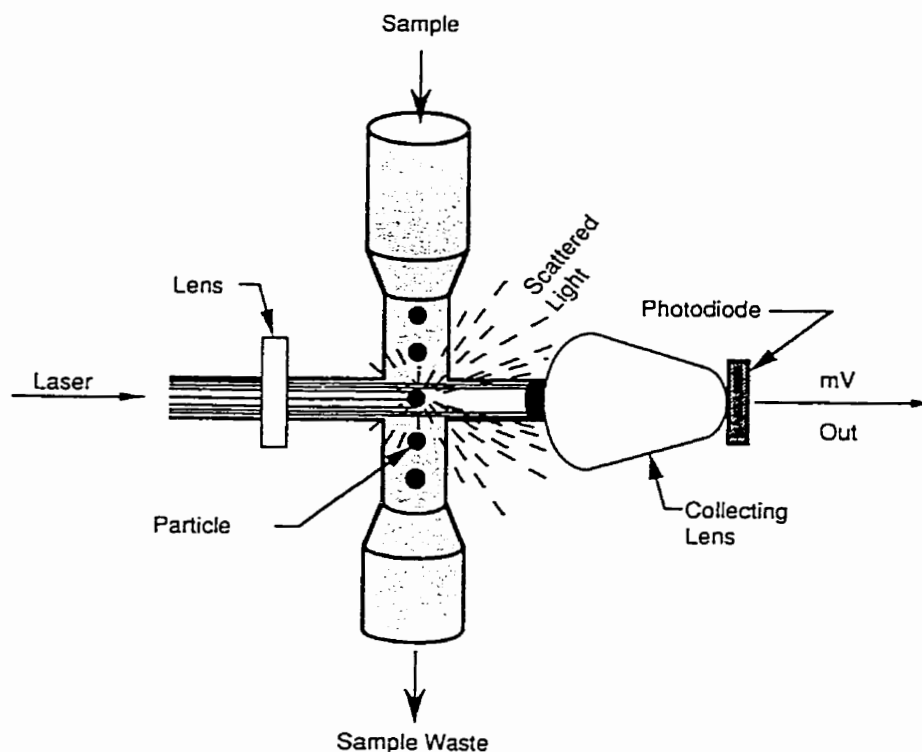


Figure 1.5 Schéma du détecteur de particules utilisant le principe de la diffraction de la lumière (adaptée de Hargesheimer *et al.*, 1992)

Ce type de détecteur est capable de mesurer des particules dont la taille varie de 0,1 à 50 μm . Comme pour les détecteurs utilisant le principe de l'obstruction de la lumière, la limite inférieure de détection est déterminée par la valeur du bruit de fond. La limite supérieure de cette gamme, la concentration de saturation en particules est liée aux dimensions du détecteur et de la tuyauterie à travers laquelle l'échantillon s'écoule. La

concentration de saturation en particules pour les détecteurs basés sur la diffraction de la lumière dépend également du type de détecteur utilisé et de la distribution en taille des particules de l'échantillon. Pour ces appareils la zone de détection est déterminée en fonction du diamètre du faisceau de la lumière projetée et de l'aire de la section du canal.

Pour un comptage exact et une mesure précise de la taille des particules, une seule particule à la fois doit se trouver dans la zone de détection. Si plus d'une particule se trouve dans cette zone, la taille des particules sera surestimée et le nombre des particules sera sous-estimé. Si la concentration en particules de l'échantillon dépasse celle de la saturation de l'appareil ou si le débit de l'échantillon à travers le détecteur est supérieur au débit maximal spécifié par le fabricant, plus d'une particule pourraient se trouver dans la zone de détection.

En général, la concentration de saturation en particules de ce type de détecteurs est définie comme la concentration en particules à laquelle la probabilité de détecter des particules confondues est de 5%. Ces détecteurs sont également étalonnés pour une gamme restreinte de débits. La limite supérieure de cette gamme dépend de la concentration de saturation en particules, de la capacité de traitement électronique de l'unité d'acquisition de données de compteur de particules, ainsi que de la dimension de l'orifice à travers laquelle l'échantillon doit s'écouler. Par ailleurs, le débit de l'échantillon doit être suffisamment faible pour que les signaux électriques générés par la particule aient le temps de se développer entièrement et que l'impulsion électronique créée par la particule

traversant le rayon de la lumière soit transmise et traitée par l'unité de traitement de données avant le passage de la prochaine particule à travers le rayon de lumière. Le débit en fonction de la configuration doit également minimiser la pression nécessaire pour pousser l'échantillon à travers le détecteur.

Ce type de détecteur est étalonné pour plusieurs tailles (diamètres) de particules dans la gamme de débits spécifique en utilisant des sphères de la même taille (single-sized) ayant un diamètre et un indice de réfraction connus. La mesure de la taille des particules est influencée par la taille, la forme et l'indice de réfraction des particules. Tracés sur un papier log-log, la réponse du signal électrique et du diamètre de particules sphériques n'est pas linéaire. Une particule non sphérique apparaît comme une particule sphérique qui génère le même signal (Hargesheimer *et. al.*, 1992).

Les avantages de ce type de compteurs sont :

- la capacité de mesurer des particules plus petites que $1,0\ \mu\text{m}$;
- l'analyse individuelle des particules;
- la possibilité de sélectionner l'angle de la diffraction de la lumière optimale pour la détection d'une type particulier de particule;
- la reproductibilité des résultats;
- la flexibilité au niveau de l'ajustement du débit traversant le détecteur;
- la possibilité d'utiliser ce type d'appareil en continu.

L'influence de l'indice de réfraction des particules sur la mesure de la taille des particules est un inconvénient majeur de cette technologie de la réfraction de la lumière. De plus, même si les résultats du comptage de particules sont très précis pour les faibles concentrations en particules, une dilution serait nécessaire pour les eaux concentrées en particules (Hargesheimer *et al.*, 1992).

1.2.1.3 Résistance électrique

Les compteurs à résistance électrique, communément appelés, Coulter Counting, sont souvent utilisés dans le domaine de la médecine. Cette technologie a été développée pour le comptage des cellules sanguines (Shapiro 1988 dans Hargesheimer *et al.*, 1992). Ce type de détecteur peut mesurer les particules de taille variant de 0,3 à 1000 μm avec une très bonne résolution. La concentration de saturation en particules est d'environ 5×10^6 particules/mL.

Les désavantages de cette technologie de détection sont :

- elle ne s'applique que sur les liquides suffisamment conducteurs;
- elle est très sensible aux parasites du bruit de fond;
- elle est difficilement adaptable pour les applications en continu.

En raison des désavantages énumérés ci-dessus, les compteurs basés sur la résistance électrique ne peuvent pas être utilisés pour les applications en eau potable. Par conséquent, le principe de fonctionnement de ce type de compteur n'est pas décrit dans ce document.

1.2.2 Unité de traitement de données

Le compteur ou l'unité de traitement de données est la composante centrale d'un système de comptage de particules. Elle contrôle les autres composantes du système de compteur des particules. Cette unité reçoit et enregistre les impulsions de tension d'un ou de plusieurs détecteurs. Ensuite, elle transforme le signal en information sur la taille des particules et finalement elle fournit ces informations à l'utilisateur.

Les compteurs peuvent être équipés des plusieurs canaux de classement de taille de particules. Les paramètres d'un canal permettent de classer les particules en fonction de leur diamètre. Le nombre de canaux, qui varie de 4 à 2500, ainsi que la gamme de tailles de chaque canal sont fixés par l'utilisateur. Le nombre de canaux pouvant être traités influence le choix de la capacité de traitement de données. La plupart des logiciels d'acquisition et de traitement de données des compteurs offrent la possibilité d'exporter les résultats de comptage dans d'autres logiciels de type tableur commercial.

des particules sphériques de même taille est illustré à la figure 1.6. Un détecteur avec une résolution de faible qualité génère une impulsion plus large (figure 1.6B) que celui avec une résolution de bonne qualité (figure 1.6A).

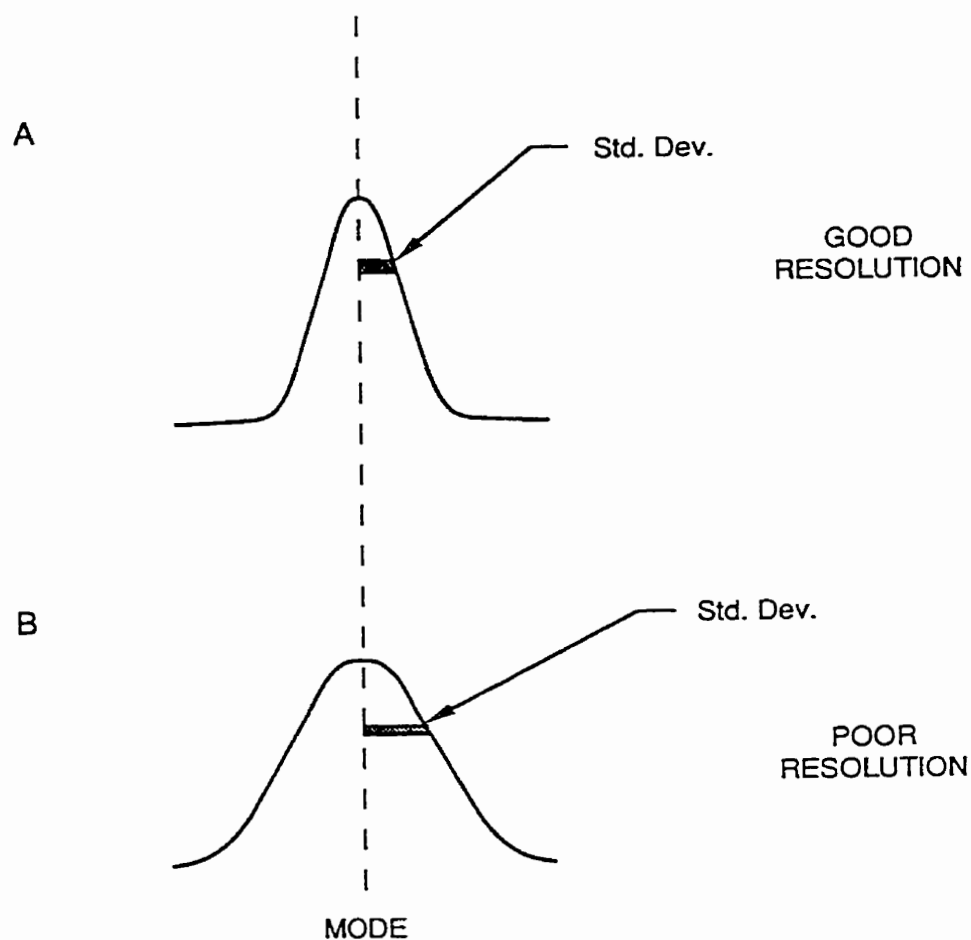


Figure 1.6 Effet de la résolution sur la distribution de la hauteur de l'impulsion pour un échantillon contenant des particules sphériques de même taille: A) résolution de bonne qualité; B) résolution de faible qualité (adaptée de Hargesheimer *et al.*, 1992)

1.2.4 Étalonnage des compteurs de particules

L'étalonnage d'un détecteur décrit la relation entre l'intensité d'impulsion transmise par le détecteur au compteur et la taille de particule qui l'a générée. Dans le cas des compteurs utilisant le principe de l'obstruction de la lumière, l'amplitude de l'intensité d'impulsion est fonction de l'aire projetée par la particule traversant la zone de détection. Pour les compteurs utilisant le principe de la diffraction de la lumière, l'amplitude de l'intensité d'impulsion est fonction de la lumière diffractée par la particule traversant la zone de détection. Quant aux compteurs utilisant le principe de la résistance électrique, l'amplitude d'impulsion est fonction du changement dû à la résistance, associée au passage de la particule à travers l'orifice du détecteur.

Plusieurs méthodes standards d'étalonnage sont disponibles. Les méthodes les plus utilisées chez les fabricants sont celle de l'ASTM (American Society for Testing and Materials, F 658-87) et celle de l'USP (U.S. PHARMACPEIA, 23 NF 18 <788>). Les deux méthodes sont similaires (Goldgrabe-Brewen, 1996). Elles requièrent l'utilisation des sphères en polystyrène d'une même taille certifiée par NIST (National Institute of Standards and Technology, DC, US). Les méthodes normalisées américaines sont précisées dans le supplément de STANDARD METHODS for The Examination of Water and Wastewater (APHA *et al.*, 1994). Cette méthode peut être utilisée pour les compteurs en cuvette sur le site d'utilisation.

Dans le cas des compteurs de type en flux continu et en cuvette/flux continu, les compteurs sont alimentés avec les suspensions préparées. Pour les compteurs de type en cuvette, les suspensions préparées sont transférées dans le contenant volumétrique du compteur.

Les impulsions électroniques générées pour chaque suspension sont enregistrées. Une courbe d'étalonnage est tracée sur un papier log-log pour chaque détecteur dans une gamme de débits spécifique. La figure 1.7 présente un exemple d'une courbe d'étalonnage. L'axe des ordonnées Y correspond à l'intensité d'impulsion en millivolts et celui des abscisses correspond au diamètre de particule qui génère l'impulsion correspondant. La taille des particules peut être exprimée en diamètre, en aire ou en volume sphérique équivalent.

On constate une particularité sur la courbe pour la gamme de tailles de 2,0-3,0 μm . Dans cette gamme de taille, les valeurs de réponse en millivolts sont très semblables, le détecteur utilisé n'est donc pas capable de distinguer les particules de 2 μm de celles de 3 μm .

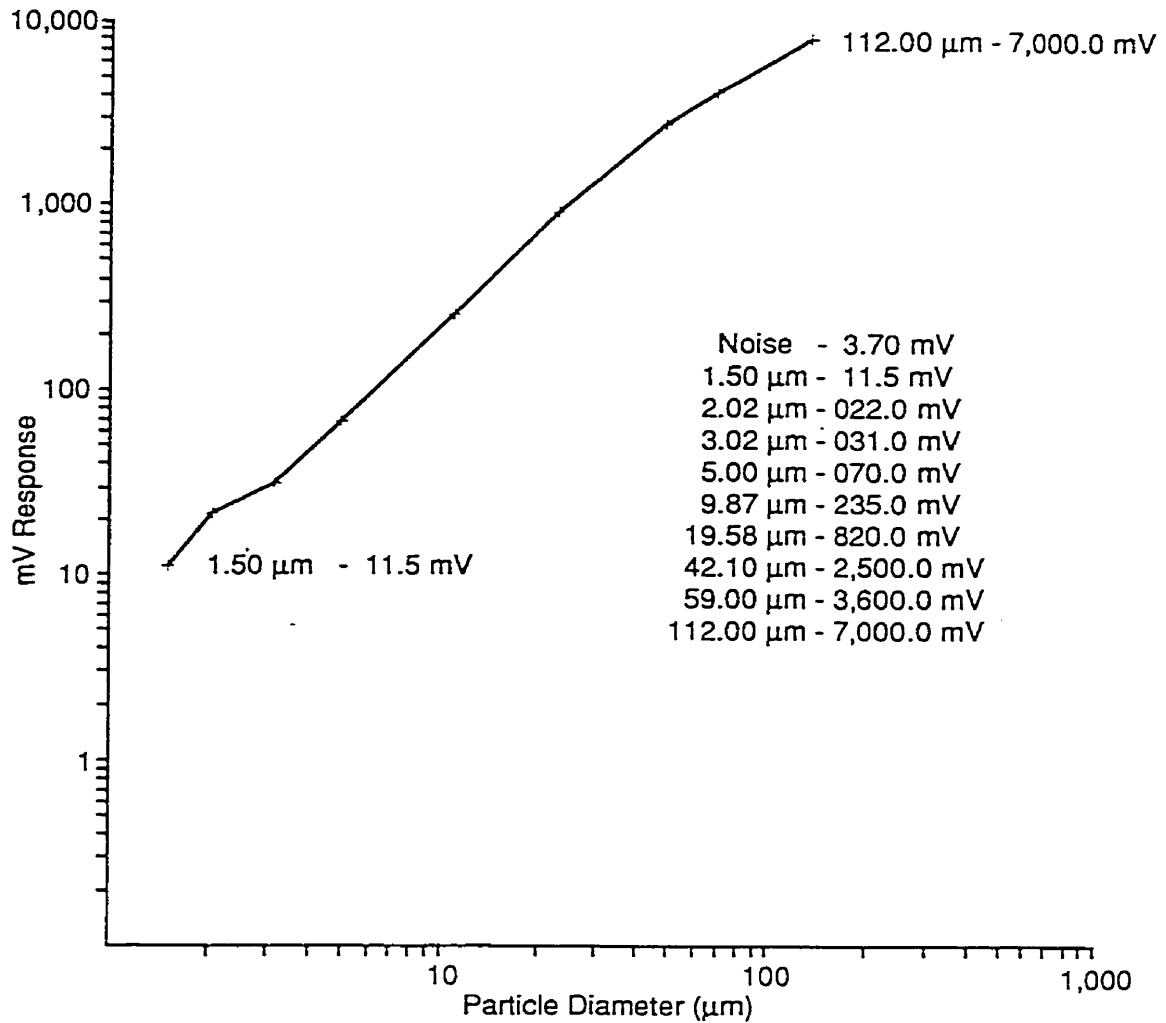


Figure 1.7 Exemple d'une courbe d'étalonnage pour un détecteur utilisant le principe de l'obstruction de la lumière (adaptée de Hargesheimer *et al.*, 1992)

Le tableau 1.2 présente un résumé des principaux éléments des méthodes d'étalonnage des compteurs de particules.

Tableau 1.2 Principales méthodes d'étalonnage des équipements de mesures du nombre et de la taille des particules

	ASTM F 658-87*	STANDARD METHODS**
Méthode normalisée	Oui	Proposée***
Étalonnage	Oui	Oui
Détermination de la résolution	Oui	Non
Vérification de la précision du comptage	Oui	Non
Principe d'opération	- Obstruction de la lumière	- Obstruction de la lumière - Diffraction de la lumière - Résistance électrique
Type de détecteur	Non spécifié	- En cuvette - En flux continu
Matériel	- Eau propre : filtrée à 0,2 μm ou 3 fois à 0,45 μm - Particules sphériques d'une même taille certifiée par NIST**** avec un coefficient de variance d'au moins 10% - Compteur de particules - Bain à ultrasons - Microscope optique - Porte-object pour le microscope - Dispersant	- Eau propre : filtre membranaire dont un pore $\leq 10\%$ de la taille des plus petites particules à étalonner, filtration à plusieurs reprises - Particules sphériques d'une même taille certifiée par NIST****, coefficient de variance non spécifié - Compteur de particules - Bain à ultrasons
Traitement aux ultrasons	5 minutes	durée non spécifiée
Méthode référence	Microscopie optique	Non
Comptes de particules à l'eau propre	2% de la concentration de la suspension préparée	Non spécifiés
Nombre de tailles étalonnées	Au moins 4	Au moins 3
Contrôle de qualité	non	- Bruit de fond - Précision de la mesure, procédure n'est pas indiquée

*ASTM Standards, Volume 15.03, 1996, Reapproved 1992

**STANDARD METHODS for The Examination of Water and Wastewater (18th Edition Supplement), 1994

***Approuvée par le comité de STANDARD METHODS

Il existe deux méthodes de référence pour vérifier la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules. La première méthode est la microscopie optique. Elle est applicable seulement pour les analyses discrètes et nécessite des analystes spécialisés dans le domaine. La deuxième méthode est la cytométrie de flux. Les cytomètres sont simultanément capables de mesurer deux à six paramètres d'une particule. Ils possèdent une excellente précision statistique, une bonne sensibilité, une bonne capacité de traitement de données. De plus, ils sont capables d'analyser des milliers de particules par seconde. Les inconvénients de ces appareils sont : un faible débit d'opération (environ 0,1 mL/min), des coûts très élevés et la nécessité de recourir à des analystes spécialisés dans le domaine. Ces appareils ne sont pas utilisables en continu, par contre ils peuvent être utilisés pour des analyses discrètes

1.2.5 Comptage de particules

Lorsqu'une particule traverse la zone de détection d'un détecteur, elle génère une impulsion électrique. Si cette dernière est supérieure au seuil de détection prédéterminé du détecteur, elle est transmise à l'unité d'acquisition de données. Chaque particule génère une seule impulsion, donc un comptage est efficace à 100%, si le nombre total d'impulsions générées par les particules correspond au nombre total de particules dans la gamme de la capacité de mesure du détecteur (exemple : $\geq 2-400 \mu\text{m}$). La limite inférieure d'une gamme de mesure, ce qu'on désigne comme seuil de détection, est fonction du niveau du bruit de fond du détecteur. Cette information se trouve sur le

graphique d'étalonnage fourni avec chaque détecteur. La vérification de l'interférence de bruit de fond est décrite au paragraphe 1.3.4.1. En ce qui concerne la limite supérieure de la gamme de mesure, elle est reliée à la dimension de la zone de détection et la taille du tamis en amont du compteur de particules. Il est important de noter que la taille d'ouverture du tamis doit être plus petite que la dimension de la zone de détection du détecteur.

Les comptes de particules sont en général exprimés par mL de l'échantillon et la taille de particules est exprimée en diamètre équivalent. Il existe deux types de présentation de données : cumulatif et différentiel. Le compte cumulatif est le nombre total de particules dans la gamme de mesure du détecteur (exemple : $\geq 2-400 \mu\text{m}$). Le compte différentiel est le nombre de particules dans la gamme de classification selon le canal choisi (exemple : $\geq 2-5 \mu\text{m}$ ou $\geq 5-10 \mu\text{m}$, etc).

1.3 Application des compteurs de particules dans l'eau potable

Le comptage de particules est une nouvelle méthode d'évaluation de la qualité de l'eau. Les particules se trouvant dans un échantillon d'eau (brute, filtrée, etc.) sont individuellement analysées et les résultats d'analyse sont exprimés en fonction du nombre et de la taille des particules. Le dénombrement des particules est utilisé pour des objectifs divers dont :

- l'analyse de l'eau brute, dans le but d'optimiser le traitement selon les changements de qualité ;
- la détermination du type des produits chimiques à utiliser pour la coagulation;
- l'optimisation de la dose des produits chimiques utilisés ;
- la détermination de l'efficacité de la coagulation, du mélange rapide et de la floculation ;
- le contrôle de la qualité de l'eau à l'effluent d'un filtre ;
- la comparaison de l'efficacité des filtres dans une usine de traitement d'eau potable ;
- la détermination de l'efficacité d'un filtre en fonction du pourcentage de l'enlèvement des particules (effluent du filtre versus affluent du filtre) ;
- la comparaison entre la qualité de l'eau de plusieurs usines de traitement de l'eau potable ;
- le contrôle de production d'une eau de très bonne qualité (dans la gamme de 0,05-0,1 UTN) ;
- la détermination de l'efficacité du traitement pour l'enlèvement d'organismes comme *Giardia* et *Cryptosporidium* ;
- les essais pilotes.

filtrant, vitesse de filtration, dose et type de coagulant utilisé, floculation, décantation, etc.).

Foster *et al.* (1994) ont utilisé la turbidité et les comptes de particules pour comparer différents milieux filtrants. Ils ont observé des comptes de particules différents pour une même turbidité de l'eau filtrée.

Hargesheimer *et al.* (1992) ont étudié la corrélation entre les comptes de particules et la turbidité. Au cours d'un long cycle de filtration (220 heures), ils ont comparé les données de la turbidité et des comptes de particules pour deux périodes de 24-125 heures et de 125-220 heures. Ils ont obtenu une corrélation linéaire de 0,952 (R^2) pour la première période et de 0,985 (R^2) pour la deuxième. Ils ont également noté que l'eau filtrée contenait plus de grosses particules à la fin du cycle qu'au début. Cette étude révèle qu'il est impossible de développer un facteur de conversion entre la turbidité et le compte de particules applicable à toutes les eaux, car la qualité de l'eau au niveau des particules varie d'une eau à l'autre.

1.3.1.2 Corrélation entre les comptes de particules et les kystes de *Giardia* et *Cryptosporidium*

Giardia et *Cryptosporidium* sont des micro-organismes responsables de maladies chez les hommes et les animaux. Ces organismes étant très résistants à la désinfection, il est possible de les retrouver dans l'eau potable.

Giardia est un protozoaire flagellé pouvant exister sous forme de trophozoïte ou de kyste. Le kyste est la forme sous laquelle le protozoaire survit aux conditions défavorables. La taille du trophozoïte déterminée au microscope est de 9 à 21 μm de longueur, 5 à 15 μm de largeur et 2 à 4 μm d'épaisseur. Le kyste est ovale et il mesure 8 à 14 μm de long et 7 à 10 μm de (Lin, 1985).

Cryptosporidium est également un protozoaire dont 4 espèces sont connues : *C. parvum*, *C. muris*, *C. baileyi* et *C. meleagridis*. *C. parvum* est l'espèce responsable des maladies chez les humains et les animaux. Le kyste de *C. parvum* est de forme sphérique ou légèrement ovoïde avec un diamètre de 4 à 5 μm (Rose, 1988).

La méthode normalisée utilisée pour la détection et la mesure de kystes de *Giardia* (APHA *et al.*, 1992) est complexe et les résultats ne sont pas fiables (Rose, 1988). Elle implique la filtration d'importants volumes d'eau. Lorsque ces eaux contiennent beaucoup de particules, les filtres peuvent se colmater à tel point que l'eau ne passe plus. Cette technique de mesure est peu pratique et est rarement utilisée comme analyse de routine en eau potable (Al-Ani *et al.*, 1986). Il faut donc trouver un indicateur permettant de démontrer l'efficacité des filtres ou du traitement pour l'enlèvement de *Giardia* et de *Cryptosporidium*.

Plusieurs chercheurs (Foster *et al.*, 1994, Goldgrabe *et al.*, 1992; Hargesheimer *et al.*, 1992) ont étudié l'utilisation des comptes de particules comme indicateur de l'efficacité

de traitement pour l'enlèvement d'organismes résistants à la désinfection tels que *Giardia* et *Cryptosporidium*. Les compteurs de particules ne tiennent pas compte de la forme, de l'indice de réfraction, etc. lors de la mesure des matières en suspension. Ces appareils qui mesurent un paramètre (l'obstruction ou la diffraction de la lumière) ne font pas la distinction entre les particules, les kystes de *Giardia*, et les kystes de *Cryptosporidium* ayant des tailles similaires (Hargesheimer *et al.*, 1992). Cependant, l'enlèvement des particules de la taille de kystes confirme l'enlèvement des kystes pathogènes.

En effet, plusieurs références bibliographiques révèlent des corrélations entre l'enlèvement des kystes pathogènes tels que *Giardia* et *Cryptosporidium* et les particules ayant la même taille que ces kystes (LeChevallier et Norton, 1992; West *et al.*, 1994; Niemenski et Ongerth, 1995). Lorsque le cycle de filtration est avancé, les coefficients de corrélation peuvent toutefois évoluer de façons différentes. La présence des particules décrochées du filtre peut entraîner la sous estimation de l'enlèvement des kystes (Bellamy *et al.*, 1993).

Choix des canaux pour suivre l'enlèvement des kystes de *Giardia* et *Cryptosporidium*

Plusieurs auteurs ont cherché les gammes de tailles qui peuvent être utilisées pour la détection de *Giardia* et *Cryptosporidium* par les compteurs de particules. Le tableau 1.3 présente les tailles utilisées par certains auteurs dans les études de démonstration de l'enlèvement des kystes. Le tableau 1.3 révèle que les auteurs n'utilisent pas les mêmes

Tableau 1.3 Tailles utilisées pour démontrer l'enlèvement des kystes de *Giardia* et *Cryptosporidium* avec les données de comptes de particules (adapté de Ndiongue, 1997)

Références	<i>Giardia</i> (μm)	<i>Cryptosporidium</i> (μm)
Logsdon et fox (1982, dans Hargeshimer <i>et al.</i> , 1992) Hilmoe et Cleasby (1986, dans Hargeshimer <i>et al.</i> , 1992) Prinie (1989, dans Hargeshimer <i>et al.</i> , 1992) Crozes <i>et al.</i> (1994) VandeVenter et McAvoy (1995)	5-15	
California Departement of Health Services (1992, dans Goldgrabe <i>et al.</i> , 1994) Goldgrabe <i>et al.</i> (1994)	4-10	
McTigue et Cornwell (1988)	7-12	3-5
Crozes <i>et al.</i> (1994)		4-7
West <i>et al.</i> (1994)		2-6
Nieminski et Ongreth (1995)	7-11	4-7
VandeVenter et McAvoy (1995)		2-8

1.3.2 Utilisation des compteurs de particules

La sélection du type de compteur de particules dépend du type d'information recherchée.

La prise d'échantillon, la fréquence d'échantillonnage, la concentration en particules et le degré de détails requis varient considérablement selon les différentes applications.

Plusieurs types de compteurs de particules sont disponibles dans le commerce. La différence entre ces appareils est au niveau du principe de fonctionnement, de la résolution, de la capacité de mesure, de la concentration maximale en particules, de la capacité de traitement de données, du débit, ainsi que du type d'installation possible sur le site d'utilisation. Il est important de noter que les coûts sont un facteur important, par exemple lorsqu'on veut installer un compteur par filtre dans une usine de traitement de l'eau potable.

1.3.3 Facteurs influençant le fonctionnement de compteurs de particules

Dans le cas des compteurs à flux continu, la détermination du nombre et de la taille des particules est étroitement reliée au débit qui traverse le détecteur, à la concentration de particules dans l'échantillon et à la résolution du détecteur (Hargesheimer et Lewis, 1996).

1.3.3.1 Débit de l'échantillon

Dans le cas des compteurs de particules en continu, la détermination du compte et de la taille des particules dépend de l'écoulement de l'échantillon à travers le détecteur. Le débit prédéterminé doit être constant, et précis (Liberman, 1988b dans Hargesheimer *et al.*, 1992). Si pour une raison quelconque, il est impossible de faire fonctionner l'appareil dans la gamme de débits spécifiée par le fabricant, le détecteur doit être étalonné de

La dimension physique de la zone de détection (la cellule) du compteur et le débit de l'échantillon sont les paramètres les plus importants. Ces paramètres déterminent également la concentration maximale de particules (nombre maximal de particules) par unité de volume dans l'échantillon au-dessous de laquelle le compteur fonctionne correctement. Lorsque la concentration dépasse cette limite, plusieurs particules peuvent se trouver dans la zone de détection. Ce qui entraîne une erreur de coïncidence.

Comme on le constate à la figure 1.9A, lorsque la concentration de particules dans un échantillon est inférieure à la concentration maximale, la taille de chaque particule est déterminée individuellement. Les figures 1.9B et 1.9C illustrent des conséquences de coïncidence due à la saturation en particules. Si les particules montrées à la figure 1.9A passent à travers la zone de détection comme illustrées sur figure 1.9B (dans le cas de saturation), le compteur de particules détectera seulement la grosse particule. Par conséquent, le nombre des particules sera sous-estimé. Si les mêmes trois particules passent à travers la zone de détection dans l'orientation montrée à la figure 1.9C, le compteur de particules détectera une très grosse particule (qui n'existe pas d'ailleurs), au lieu de deux petites et une grosse particules. On assistera alors à la sous-estimation du nombre et la surestimation de la taille de particules (Hargesheimer *et al.*, 1992).

Ces exemples démontrent clairement que les données obtenues par l'analyse des échantillons saturés sont ni correctes ni reproductibles. La dilution rend possible l'analyse d'un échantillon saturé en particules. Cependant, il est impossible de diluer les

échantillons qui sont analysés par les compteurs en flux continu et/ou en cuvette/flux continu.

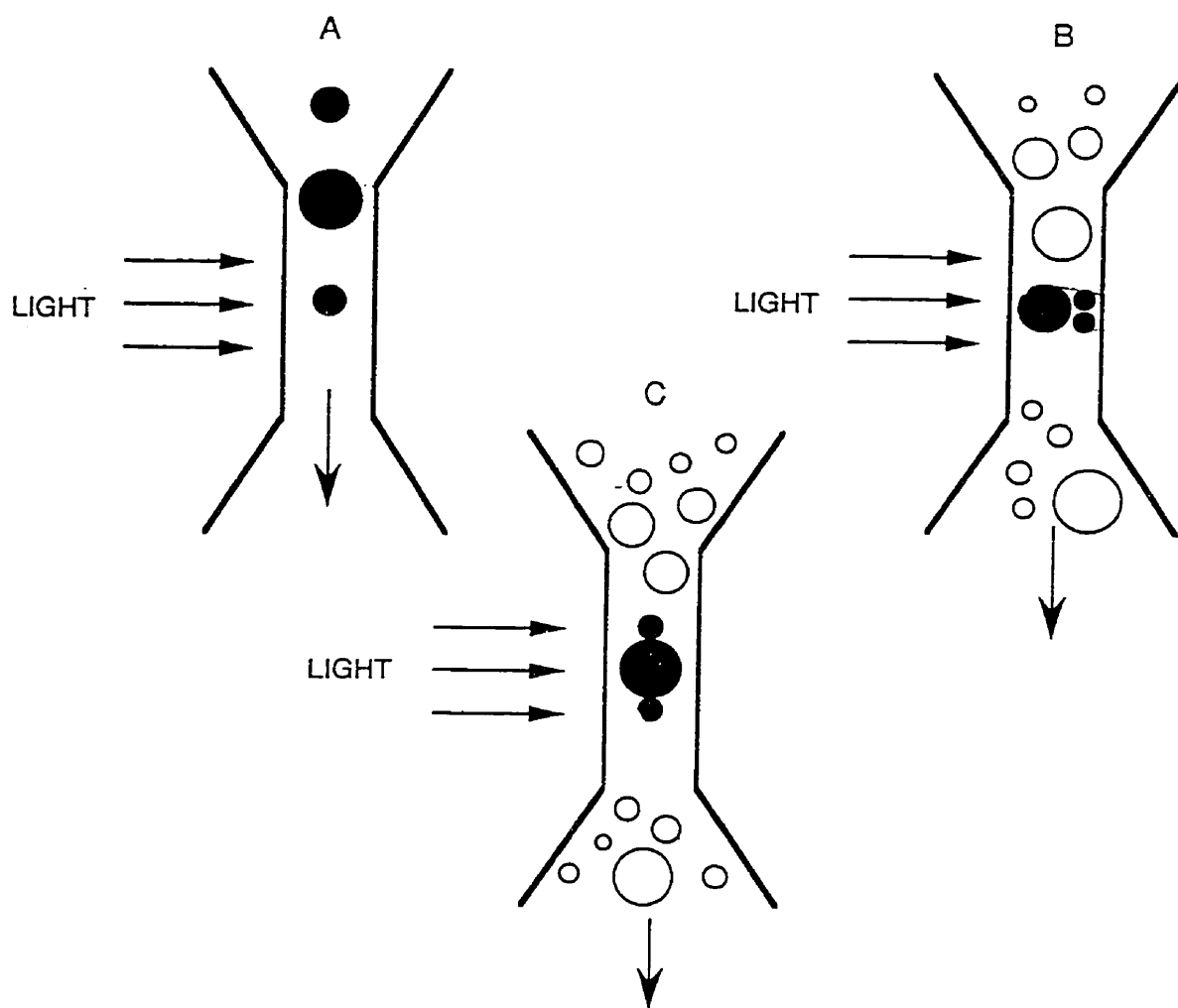


Figure 1.8 Effet de la saturation en particules d'un échantillon sur la mesure et le comptage des particules : A) les trois particules sont correctement mesurées et comptées; B) seulement une grosse particule est détectée; C) une beaucoup plus grosse particule est détectée (adaptée de Hargesheimer *et al.*, 1992)

particules inférieur à 60 particules/mL (ANSI, 1990) indique que le bruit de fond n'interfère pas avec les comptes de particules.

1.3.4.2 Vérification de la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules sur le site d'utilisation

Les compteurs de type en flux continu sont plus intéressants pour les applications en usines de traitement de l'eau potable. Il n'existe pas de méthode normalisée pour la vérification de la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules mesurée par des compteurs de type flux continu ou de type en cuvée/ flux continu sur le site d'utilisation.

Le Standard Methods (APHA *et al.*, 1994) propose une méthode qui peut être utilisée pour l'étalonnage et pour la vérification de la précision de la mesure de la taille de tout type de compteurs de particules sur le site d'utilisation. Toutefois, la précision du comptage n'est pas vérifiée avec cette méthode. Hargesheimer *et al* (1992) ont proposé un protocole expérimental pour l'évaluation et la comparaison des compteurs de particules en cuvée. Toutefois, ce protocole n'est pas applicable aux compteurs en flux continu. Il permet d'évaluer les compteurs au niveau de la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules. Plusieurs autres paramètres tels que la linéarité des comptes lors d'une dilution, la reproductibilité des résultats et les résultats de mesure de deux méthodes : le comptage de particules et la cytométrie en utilisant des organismes

résistants à la désinfection sont également évalués dans ce protocole. L'évaluation et la vérification se font à l'aide des sphères de la même taille en polystyrène certifiées par NIST (National Institute of Standards and Technology, DC, US).

La compagnie Hach a récemment développé un protocole de vérification de la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules (Particle Counter Verification , 1997) pour l'appareil *Hach* (modèle 1900 WPCTM). Le principe d'opération de cet appareil est basé sur l'obstruction de la lumière et il est conçu pour les applications en continu. Le protocole développé est applicable sur le site d'utilisation. Cette procédure a été examinée dans ce projet de recherche. Les résultats obtenus ainsi que les avantages et les inconvénients de cette procédure sont présentés au paragraphe 4.4.2.6. Le tableau 1.4 présente un résumé des principaux éléments des méthodes de la vérification de la précision et du comptage des compteurs de particules.

Tableau 1.4 Principaux éléments des méthodes de la vérification de la précision et du comptage des compteurs de particules

	ASTM F 658-87*	STANDARD METHODS**	Hargesheimer <i>et al.</i> ***	**** Hach
Méthode normalisée	Oui	Proposée†	Non	Non
Étalonnage	Oui	Oui	Non	Non
Détermination de la résolution	Oui	Non	Non	Oui
Vérification de la précision du comptage	Oui	Non	Oui	Oui
Principe d'opération du compteur	Obstruction de la lumière	- Obstruction de la lumière - Diffraction de la lumière - Résistance électrique	- Obstruction de la lumière - Diffraction de la lumière	Obstruction de la lumière, applicable seulement au modèle 1900 WPC de la compagnie Hach
Type de détecteur	Non spécifié	- En cuvette - En flux continu	- En cuvette - En flux continu	En flux continu
Matériel	- Eau propre : filtrée à 0,2 µm ou 3 fois à 0,45 µm - Particules sphériques d'une même taille certifiée par NIST†† avec un coefficient de variance d'au moins 10% - Compteur de particules - Bain à ultrasons - Microscope optique - Porte-object pour le microscope - Dispersant	- Eau propre : filtre membranaire dont un pore ≤10% de la taille des plus petites particules à étalonner, filtration à plusieurs reprises - Particules sphériques d'une même taille certifiée par NIST††, coefficient de variance non spécifié - Compteur de particules - Bain à ultrasons	- Eau propre : filtrée à 0,22 µm, 5 particules/mL - Particules sphériques d'une même taille certifiée par NIST†† avec un coefficient de variance de 0,8 –6,1% - Compteur de particules - Kystes de <i>Giardia muris</i> : 5-15 µm et Ookystes de <i>Cryptosporidium parvum</i> : 3-5 µm	- Particules sphériques : suspension contenant des sphères de deux tailles différentes (tailles et nombres connus) - Appareil d'injection de la suspension - Compteur de particule 1900 WPC de Hach

Tableau 1.4 Principaux éléments des méthodes de la vérification de la précision et du comptage des compteurs de particules (suite)

	ASTM F 658-87*	STANDARD METHODS**	Hargeseimer <i>et al.</i> , 1992***	Hach****
Matériel			- Compteur de particules - Bain à ultrasons - Cytomètre de flux	
Traitement aux ultrasons	5 min	durée non spécifiée	- Nettoyage de verreries: 5min - Préparation de l'eau propre: 2 min - Préparation de la suspension contenant des particules: 30 sec	Non spécifié dans la procédure, fabricant du produit de suspension exige un traitement aux ultrasons pendant 30 sec
Méthode référence	Microscopie optique	Non	Cytomètre de flux	Non
Comptes de particules à l'eau propre	2% de la concentration de la suspension préparée	Non spécifiés	5 particules/ml (de la taille du plus petit canal)	Non applicable
Nombre de tailles vérifiées	4	2	6	2
Contrôle de qualité	non	- Bruit de fond - Précision de la mesure, procédure n'est pas indiquée	- Bruit de fond - Précision de la mesure - Sensibilité à la couleur de particules et de l'eau - Linéarité des comptes lors d'une dilution - Comparaison des résultats des deux méthodes : le comptage de particules et la cytométrie en utilisant des micro-organismes - Reproductibilité des résultats	- Précision de la mesure - Précision du comptage

1.3.4.3 Erreurs résultant de la saturation en particules

Lorsque plus qu'une particule se trouvent dans la zone de détection, des erreurs dues à la saturation se produisent (voir paragraphe 1.3.3.2). Une lecture du nombre total de particules supérieur au nombre total maximal de particules recommandé indique une saturation. Également, un nombre de petites particules inférieur à celui pour les grosses particules dans un échantillon d'eau indique une saturation. En effet la taille des particules est inversement proportionnelle avec le compte de particules. Par conséquent, la distribution des comptes de particules en fonction de la taille de particules, (même pour les concentrations inférieures à la concentration maximale) doit être vérifiée (Hargesheimer *et al.*, 1992).

CHAPITRE II : OBJECTIFS DU PROJET

Ce travail de recherche poursuit les objectifs suivant :

1) Identifier et évaluer l'effet des paramètres importants pour l'utilisation des compteurs de particules de type en flux continu :

- la concentration en particules ;
- le débit à travers le détecteur ;
- le type d'eau d'alimentation ;
- l'utilisation : fonctionnement, alimentation, nettoyage, entretien, etc. ;
- le logiciel d'acquisition et de traitement des données ;
- le contrôle de qualité des résultats (taille et nombre de particules).

2) Comparer deux types de compteur de particules : *Hach* (Loveland, CO, modèles Liquilaz-WSTM et 1900 WPCTM) et *Hiac/Royco* (IBR, Michigan, modèles VC-OL25TM et VC-OL60TM). aux niveaux de :

- la technologie ;
- le logiciel d'acquisition et de traitement de données ;
- l'utilisation ;
- la précision des résultats.

- 3) Établir une procédure de vérification de la précision des résultats pour les compteurs en flux continu sur le site d'utilisation.

CHAPITRE III : MATÉRIEL ET MÉTHODES

Les compteurs de particules évalués dans le cadre de ce projet de recherche sont les compteurs *Hiac/Royco* de IBR (Inter Basic Resources Inc. Michigan) appartenant à la Ville de Montréal et ceux de *Hach* (2 appareils de prototype I et 1 appareil de prototype II) fournis et installés par la société John Meunier Inc. Tous les essais réalisés lors de ce projet ont été effectués à l'usine de filtration Atwater de la Ville de Montréal. Pour atteindre les objectifs de ce projet, les compteurs ont été alimentés avec de l'eau filtrée, de l'eau brute et de l'eau brute coagulée provenant d'une usine-pilote.

3.1 Compteurs *Hiac/Royco*

Les compteurs *Hiac/Royco* fonctionnent en flux continu. Leur principe de fonctionnement est basé sur l'obstruction de la lumière. Les signaux d'impulsion sont traités localement. Dans le cas où il n'y a pas d'accès à un ordinateur, l'affichage local des informations sur les comptes des particules (compte de particules/mL, débit) est possible. Les opérateurs peuvent vérifier localement les résultats du comptage des particules. Pour l'affichage local, l'utilisateur peut choisir la gamme de taille de canaux. Les spécifications de ces compteurs sont présentées au tableau 3.1.

L'alimentation en eau des compteurs a été faite à l'aide d'une pompe (1-100 RPM, modèle 7553-80, Cole Parmer Instrument Inc., Chicago, IL) muni d'une tête de taille 16

(Masterflex[®], modèle 7017-20, Chicago, IL). Pour l'alimentation en eau, le fabricant de ces compteurs recommande l'utilisation de conduites en acier inoxydable. Pour une installation temporaire (projet pilote), les conduites utilisées sont en polyéthylène (Imperial Eastman[®] 44-P-1/4, Montréal, CANADA). Les schémas du montage des compteurs sont présentés aux figures 3.1 (débit de 25mL/min) et 3.2 (débit de 60mL/min).

Tableau 3.1 Spécifications de compteurs *Hiac/Royco* (modèles VC-OL25TM et VC-OL60TM) de IBR

Taille	≥ 2-400 µm
Définition des canaux	≥ 2-15 µm (Tous les canaux sont définis dans cette plage)
Nombre de canaux	8 (seulement 4 canaux avec le logiciel Accucount TM)
Tamis	150 µm (Avec ce tamis nous obtenons un comptage de ≥ 2-150 µm)
Débit	Modèle VC-OL25 TM : 25 mL/min (pour des concentrations inférieures à 12 000 particules/mL) Modèle VC-OL60 TM : 60 mL/min (pour des concentrations inférieures à 18 000 particules/mL)
Concentration max. de particules	12 000 particules/mL (pour un débit de 25 mL/min) 18 000 particules/mL (pour un débit de 60 mL/min)
Résolution	< 10% à 5µm
Dimensions	38 cm H × 25 cm L × 21,5 cm D (approx.)
Logiciel	FIX DMACS TM et Accucount TM
Sortie	Communications RS-485 (jusqu'à 32 compteurs peuvent être reliés en chaîne avec un seul câble)
Entrée	Deux entrées analogues par compteur (4-20mA). Les entrées analogues d'autres appareils locaux (4-20mA) comme des turbidimètres peuvent être reliées à l'unité de compteur
Taille de la cellule	Modèle VC-OL25 TM (25 mL/min) : 400 x 400 µm Modèle VC-OL60 TM (60 mL/min) : 400 x 800 µm

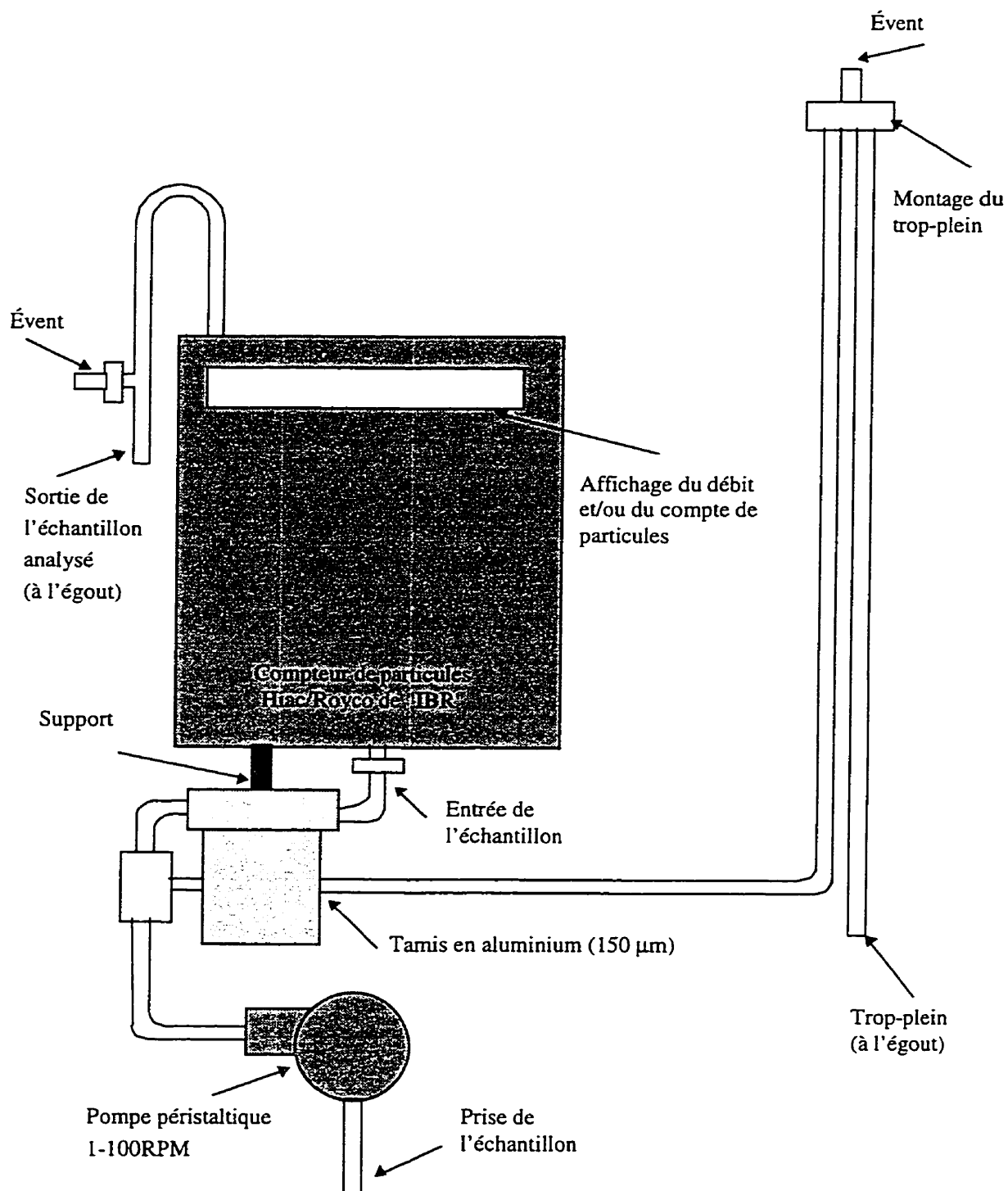


Figure 3.1 Schéma du montage du compteur *Hiac/Royco*, modèle VC-OL25TM (débit : 25mL/min).

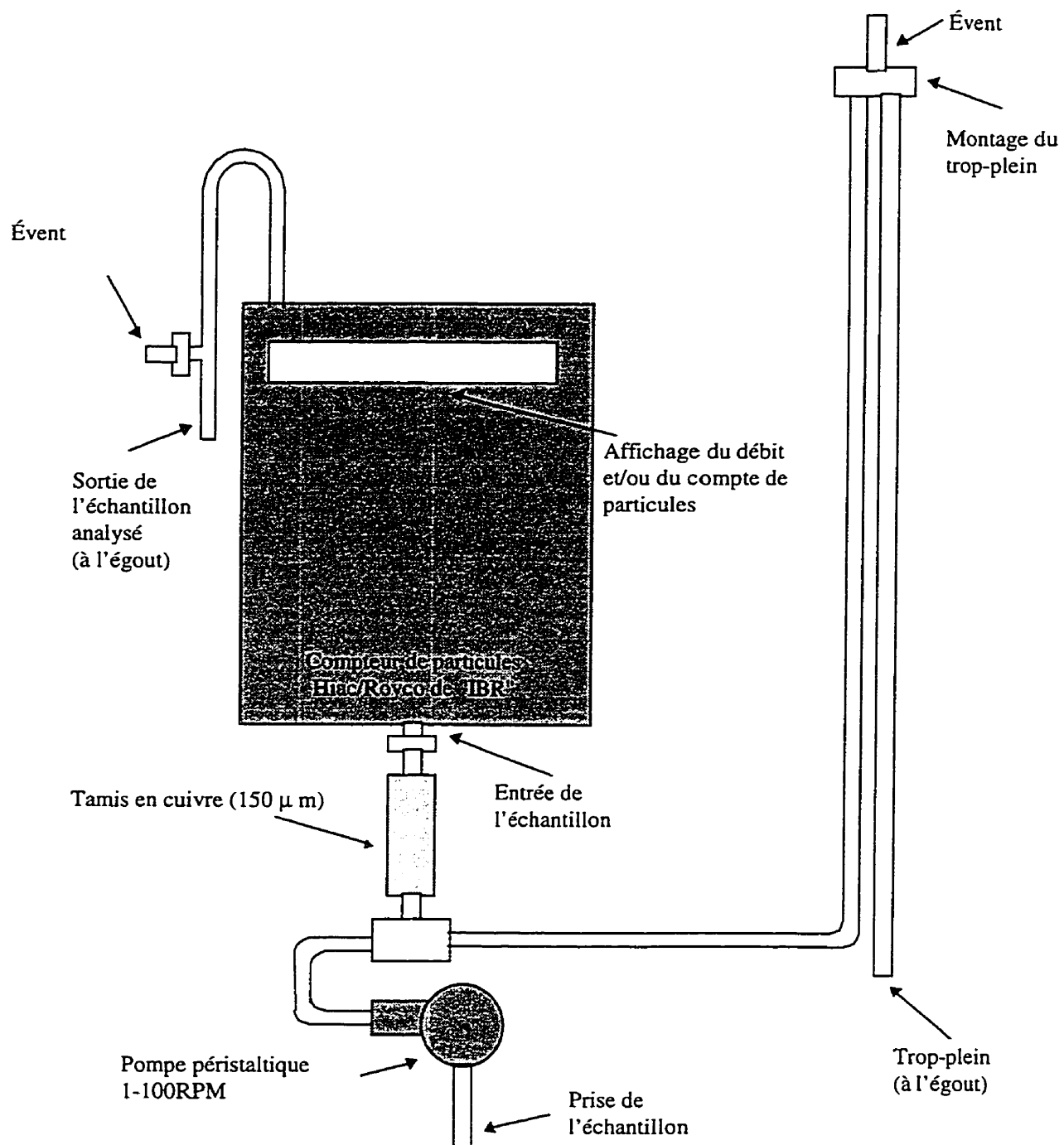


Figure 3.2 Schéma du montage du compteur *Hiac/Royco*, modèle VC-OL60™ (débit : 60mL/min).

3.1.1 Logiciel d'acquisition et de traitement de données

Les compteurs de particules *Hiac/Royco* communiquent avec un ordinateur pour l'acquisition automatique des données, grâce au logiciel FIX DMACSTM. Le logiciel AccucountTM utilisé pour les compteurs *Hiac/Royco* permet les activités suivantes:

- l'affichage du débit réel mesuré pour chaque compteur;
- le calcul de la concentration réelle (CPT/mL) en fonction de la durée, de la période d'échantillonnage et du débit mesuré pour cette période;
- l'affichage de comptes cumulatifs et différentiels des particules pour 4 différentes tailles de particules choisies par l'utilisateur;
- le calcul et l'affichage du Log d'enlèvement (Log (CPT eau brute/CPT eau filtrée)) pour les comptes différentiels et cumulatifs;
- l'affichage de l'évolution des comptes cumulatifs pour une période de 24 heures (jusqu'au temps réel);
- l'activation des alarmes de limite de compte cumulatif et du débit, définies par l'utilisateur, jusqu'à ce que l'utilisateur en prenne connaissance;
- l'enregistrement des données en format prédéfini, séparées par des virgules, ce qui permet l'importation dans les autres logiciels du type de tableur commercial, afin d'analyser les résultats.

Le logiciel AccucountTM répond adéquatement aux besoins au niveau de l'observation des résultats de compte de particules, mais au niveau d'accès aux comptes cumulatifs et différentiels sous forme de tableau pour les fins d'analyse des données, il n'est pas flexible. C'est pour cette raison, que les résultats sont transférés à un autre logiciel de traitement de données, ce qui est laborieux.

Les compteurs *Hiac/Royco* sont conçus pour mesurer et classer les particules dans 8 différentes gammes de taille. Ces gammes peuvent être modifiées par l'utilisateur. Cependant, le logiciel AccucountTM ne peut enregistrer et afficher que les 4 premiers canaux choisis. Récemment, la compagnie IBR a développé un logiciel supportant les 8 canaux. Il peut être installé sans aucune modification au niveau des compteurs. Toutefois, ce logiciel n'a pas été évalué dans le cadre de ce projet.

3.1.2 Ajustement du débit

Les compteurs peuvent être ajustés à deux différents débits en fonction de la concentration de particules dans l'eau. Le débit de 25 mL/min est utilisé pour les eaux contenant peu de particules soit moins de 12000 CPT/mL. Celui de 60 mL/min est utilisé pour les eaux plus concentrées en particules soit moins de 18000 CPT/mL. L'ajustement du débit se fait par le biais d'un trop-plein. Le débit mesuré (~ 25 ou ~60 mL/min) est enregistré au compteur en utilisant les touches sur le compteur. Les étapes à suivre pour l'ajustement du débit sont décrites dans le manuel d'utilisation des compteurs.

Le nombre et la taille des particules sont calculés toutes les minutes en fonction du débit mesuré par le débitmètre local. Toutefois, le débit mesuré ne correspond pas toujours au débit affiché. En effet le débit réel peut être modifié par une obstruction partielle de l'orifice du débitmètre du compteur. Ainsi, après une utilisation prolongée de ces compteurs ou lorsqu'on alimente les compteurs avec une eau chargée en particules, on assiste à une baisse progressive du débit réel. Ceci conduit à une surestimation du débit et par conséquent, à une sous-estimation des comptes de particules. La fiabilité du débit affiché peut être vérifiée en utilisant un cylindre gradué et un chronomètre.

3.1.3 Contrôle de l'humidité

En général, l'endroit où les compteurs de particules sont installés est humide. Comme les composantes électroniques sont sensibles à l'humidité, les compteurs *Hiac/Royco* contiennent des dessicants. Lorsque l'indicateur d'humidité sur le compteur devient rose (humidité relative supérieure à 30%), il faut les régénérer. La régénération des dessicants consiste à chauffer le dessicant dans un four ordinaire pendant une heure à 392°F.

3.1.4 Nettoyage

Puisque l'eau contient des particules, une obstruction partielle peut se produire au niveau du détecteur, des conduites et du tamis. Le taux d'accumulation des particules dépend de la qualité de l'eau ainsi que la géométrie des conduites, du tamis et de la cellule du détecteur. La cellule du détecteur est nettoyée avec une petite aiguille fournie par le

fabricant. Des solutions nettoyantes (lave-glace, Rust Remover[®], etc.) peuvent également être utilisées pour nettoyer le détecteur, les conduites et le tamis (à l'exception du tamis en cuivre). Le tamis encrassé par des particules peut être nettoyé avec une brosse et/ou un courant d'eau à fort débit. La fréquence du nettoyage est fonction de la qualité de l'eau. Le fabricant recommande de nettoyer les tamis en cuivre avec une porosité de 150 μm (pour le débit de 60 mL/min), une fois par deux semaines, et ceux qui sont en aluminium avec une porosité du tamis de 150 μm (pour le débit de 25 mL/min), deux fois par semaine.

3.2 Compteurs Hach

La compagnie Hach (Loveland, CO) a récemment acheté la licence de compteurs LiQuilaz-WSTM de la société Particle Measuring Systems, (Boulder, CO). Le nom du modèle a changé de LiQuilaz-WSTM à 1900 WPCTM. Dans ce document, ils sont respectivement appelés prototype I et prototype II. Les compteurs *Hach* ont été fournis et installés par la société John Meunier Inc. Il est important de mentionner que les prototypes I étaient utilisés en démonstration depuis 6 ans. Les essais sont effectués en deux phases. Dans la première phase, deux compteurs de prototype I ont été utilisés. Les résultats des essais de la première phase (de septembre 1996 à janvier 1997) montrent que les prototypes I n'étaient pas correctement étalonnés et/ou leur étalonnage a changé lors du transport à l'usine Atwater. Pour la deuxième phase, un compteur de prototype II a été utilisé. Ce compteur était neuf et possédait les mêmes spécifications que le prototype I.

Les spécifications de ces compteurs sont présentées au tableau 3.2. Un ordinateur de type PC IBM compatible a été utilisé pour l'opération de compteurs et l'observation des comptes de particules et d'autres informations.

L'alimentation en eau des compteurs a été faite à l'aide de pompes (1-600RPM, Maserflex et 1-100RPM modèle 7553-80, Cole Parmer Instrument Inc., Chicago, IL) avec des têtes de taille 16 (Easy-Load, Masterflex® et Masterflex®, modèle 7017-20., Chicago, IL). Les conduites utilisées sont en Polyéthylène (Imperial Eastman® 44-P-1/4, Montréal, CANADA). Le schéma du montage des compteurs est présenté sur la figure 3.3.

Tableau 3.2 Spécifications de compteurs *Hach*

Taille	$\geq 2\text{-}800\ \mu\text{m}$
Définition des canaux	$\geq 2\text{-}20\ \mu\text{m}$ (Tous les canaux sont définis dans cette plage)
Nombre de canaux	15
Tamis	800 μm
Débit	200 mL/min $\pm 10\%$
Concentration maximale de particules	18 000 particules/mL
Résolution	$<20\%$ à 10 μm
Dimensions	13 cm H $\times$ 22.5 cm L $\times$ 10 cm D (approx.)
Poids	0,9 kg
Logiciel	Aqua-View™ ou Aqua-View+™
Sortie	Connecteurs RS-485DE9. Protocoles de communications <i>PMS</i> (pour le prototype I) et/ou <i>Hach</i> (pour le prototype II). Liens directs avec un ordinateur de type PC IBM ou IBM compatible
Taille de la cellule	1,0 mm $\times$ 2,0 mm

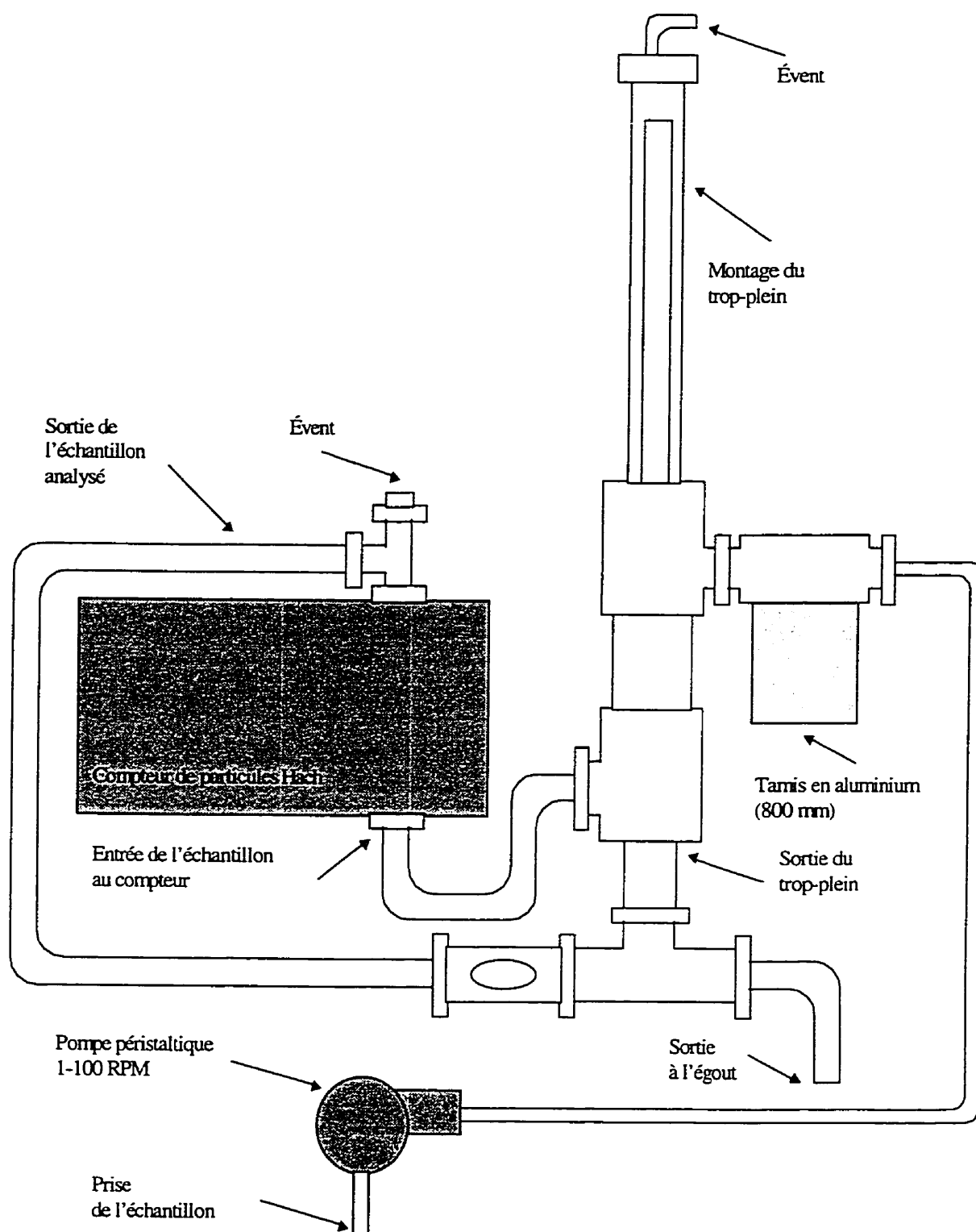


Figure 3.1 Schéma du montage du compteur *Hach*

3.2.1 Logiciel d'acquisition et de traitement de données

Le détecteur du compteur *Hach* compte et mesure la taille des particules se trouvant dans l'eau, il envoie les informations collectées à l'ordinateur pour le traitement et l'affichage à l'aide du logiciel Aqua-ViewTM. Ce logiciel est flexible et permet d'analyser les données directement sans avoir à les exporter dans un autre logiciel. Parmi les fonctions exécutées par ce logiciel:

- l'affichage de données de plusieurs compteurs sous forme graphique;
- l'accès aux comptes cumulatifs et différentiels de particules sous forme de tableau;
- l'information sur l'intensité de la lumière (DC light) et le laser sont disponibles;
- la modification de la taille des canaux (jusqu'à 15 canaux, 2,00 à 20,00 μm) par l'utilisateur;
- la mesure, l'affichage et le stockage du débit de l'échantillon traversant le compteur par un débitmètre local à l'intérieur du compteur;
- la capacité d'effectuer plusieurs transformations mathématiques sur les données sauvegardées;
- la possibilité de visualiser simultanément plusieurs types d'information sur l'écran, comme des tableaux et des graphiques, grâce à des fenêtres semblables à celles de WindowsTM (version 3.x et plus);
- l'exportation de données dans un autre logiciel du type tableur commercial.

3.2.2 Ajustement du débit

Le débit de l'échantillon traversant le compteur doit être ajusté à 200 mL/min ($\pm 10\%$), indépendamment de la concentration en particules de l'échantillon. Le débit peut facilement être ajusté à l'aide d'un trop-plein (voir la figure 3.3). Le débit peut être vérifié en utilisant un cylindre gradué et un chronomètre. Le compteur possède un débitmètre local qui mesure le débit à travers le compteur. Cependant, le calcul des densités de particules se fait en fonction d'un débit de référence (200 mL/min).

3.2.3 Contrôle de l'humidité

Les compteurs ne possèdent pas d'indicateur d'humidité, par conséquent, il n'est pas possible de connaître le moment où les petits sachets de dessicant sont saturés. Par ailleurs, à l'exception des cas particuliers comme la réparation, l'ouverture fréquente de la boîte du compteur n'est pas nécessaire, ce qui entraîne un fonctionnement plus prolongé de dessicants. Il faut mentionner que l'intensité de la lumière (DC Light) mesurée et affichée toutes les minutes à l'écran doit être supérieure à 3,85 V. En effet, une intensité de la lumière inférieure à 3,85 V indique une saturation en humidité à l'intérieur du compteur et/ou une obstruction partielle du détecteur.

3.2.4 Nettoyage

La cellule du détecteur, les conduites et le tamis doivent être nettoyés régulièrement dépendant de la qualité de l'eau. Comme le débit est élevé (200 mL/min) et la porosité de tamis est élevée (# 800 μm), la fréquence du nettoyage est moins élevée lorsque le compteur est alimenté avec l'eau filtrée plutôt que l'eau brute. Comme il est mentionné au paragraphe 3.2.3, une intensité de la lumière inférieure à 3,85 peut être une indication de l'obstruction de la cellule du détecteur. Cette dernière peut être nettoyée au besoin avec une petite brosse en métal fournie par le fabricant. Le nettoyage du détecteur, des conduites et du tamis peut être effectués avec des solutions nettoyantes (lave-glace, Rust Remover[®], etc.). Le tamis encrassé par des particules peut être nettoyé avec une brosse et/ou un jet d'eau à fort débit.

CHAPITRE IV : COMPARAISON DES COMPTEURS DE PARTICULES

Un des objectifs de ce projet était de comparer deux types de compteurs. Le premier type est fabriqué par la compagnie *Hiac/Royco* de IBR (modèles VC-OL25TM et VC-OL60TM) et le deuxième par la compagnie *Hach* (LiQuilaz-WSTM et 1900 WPCTM). Comme il est mentionné au paragraphe 3.2, les deux compteurs de *Hach* étaient des prototypes. La comparaison est faite aux niveaux de la technologie, du logiciel d'acquisition et de traitement de données, de l'opération ainsi que de la précision de la mesure et du comptage de particules.

4.1 Comparaison des technologies

Dans ce chapitre les deux marques sont comparées aux niveaux de l'alimentation en eau, de l'installation, des caractéristiques de l'optique, des indicateurs d'humidité, du calcul des comptes de particules en fonction du débit réel et de l'affichage local du débit et des comptes de particules.

4.1.1 Alimentation en eau des compteurs

Les modes d'alimentation en eaux des deux types de compteur sont semblables. Les compteurs sont directement alimentés avec l'échantillon à analyser. Étant donné que le

débit des compteurs est contrôlé à l'aide d'un trop-plein, le débit de l'eau d'alimentation doit être supérieur au débit traversant le détecteur. Le débit traversant le détecteur pour les compteurs de *Hach* est plus élevé (200 mL/min) que celui pour les compteurs *Hiac/Royco* (25 et 60 mL/min).

4.1.2 Installation des compteurs

Les fabricants des deux compteurs spécifient fortement qu'il faut minimiser la distance entre les compteurs et la prise de l'échantillon. Les compteurs *Hach* sont plus faciles à déplacer que les compteurs *Hiac/Royco* grâce à la conception du trop-plein. L'installation du compteur *Hach* nécessitent une surface de 60 cm de hauteur par 40 cm de longueur et celle de *Hiac/Royco* une surface de 60 cm de hauteur par 200 cm de longueur.

4.1.3 Caractéristiques de l'optique

Le principe de fonctionnement des compteurs produits par *Hiac/Royco* et ceux produits par *Hach* est basé sur l'obstruction de la lumière. Les caractéristiques de l'optique ne sont pas spécifiées dans les manuels d'utilisation des deux compteurs de particules. La résolution, les gammes de tailles des particules et de leurs nombres ainsi que la concentration maximale de particules sont spécifiées par les fabricants (tableaux 3.1 et 3.2). Les spécifications concernant la résolution indiquent la qualité d'un détecteur (Hargesheimer *et al.*, 1992). La comparaison des spécifications des deux compteurs

4.1.6 Affichage local du débit et du nombre de particules selon leurs tailles

Lorsqu'un ordinateur n'est pas disponible, il est possible de faire fonctionner les compteurs de particules à l'aide des contrôles et de l'affichage local. Les compteurs *Hiac/Royco* affichent alors les concentrations de particules (particules/mL) et le débit de fonctionnement (mL/min) d'un tel compteur. Les compteurs *Hach*, ne peuvent fonctionner qu'à l'aide d'un ordinateur.

4.2 Logiciel d'acquisition et de traitement de données

Le logiciel Aqua-ViewTM, utilisé pour les compteurs *Hach*, est plus flexible que le logiciel AccucountTM (*Hiac/Royco*) aux niveaux de l'option du nombre de canaux, de la possibilité d'analyser les données directement sans avoir à les exporter dans un autre logiciel et l'exportation des données vers un autre logiciel de type tableur commercial. Le tableau 3.3 présente un résumé des fonctions exécutées par ces deux logiciels.

4.3.1 Nettoyage

La procédure du nettoyage des deux types de compteurs est semblable. Le débit élevé (200 mL/min $\pm$ 10%) et la porosité de tamis plus élevée (800 μ m) des compteurs *Hach* permettent de minimiser la fréquence des nettoyages, car ils s'encrassent moins rapidement. Les fréquences du nettoyage de la cellule du détecteur, des conduites et du tamis dépendent de la qualité de l'eau. Par conséquent, une fréquence de nettoyage doit être établie pour chaque compteur de particules.

4.3.2 Ajustement du débit

Les compteurs *Hach* sont étalonnés à un débit fixe de 200 mL/min. Le débit d'alimentation en eau des compteurs doit donc être ajusté à ce débit $\pm$ 10 %. Il faut mentionner que, les calculs des concentrations de particules ne tiennent pas compte des variations du débit. L'ajustement du débit des compteurs *Hach* est facile et l'ouverture de la boîte des compteurs n'est pas nécessaire.

Les compteurs *Hiac/Royco* peuvent être ajustés à deux différents débits en fonction de la concentration de particules dans l'eau. Le débit de 25 mL/min est utilisé pour les eaux contenant peu de particules (moins de 12000 CPT/mL), et celui de 60 mL/min pour les eaux à fortes concentrations de particules soit moins de 18000 CPT/mL. La procédure d'ajustement du débit des compteurs *Hiac/Royco* exige l'ouverture de la boîte des compteurs, ce qui entraîne une saturation en humidité plus rapide des dessicants.

4.4 Précision

La précision du résultat des comptes est un élément important de la comparaison des détecteurs. Les essais de la comparaison ont été effectués en deux phases. De septembre 1996 à janvier 1997, nous avons comparé les compteurs *Hiac/Royco* avec les prototypes I de *Hach*. Dans un deuxième temps, nous avons comparé les mêmes compteurs *Hiac/Royco* avec des prototypes de type II de *Hach* d'avril à septembre 1997.

4.4.1 Phase I

Deux types de comparaisons des résultats des compteurs de particules ont été considérées :

- la comparaison des résultats produits par plusieurs compteurs de la même marque;
- la comparaison des résultats produits par deux types différents de compteur de particules (*Hiac/Royco* et prototype I de *Hach*).

Afin de comparer les compteurs au niveau de la précision du comptage, les appareils ont d'abord été alimentés avec de l'eau filtrée, de l'eau brute et de l'eau brute coagulée du filtre-pilote de l'usine Atwater à la Ville de Montréal. Des mesures ont été prises au moins 4 fois pour chaque type d'eau. Avant d'entreprendre une série de test, les conduites d'alimentation, les détecteurs et les tamis ont été nettoyés avec une solution nettoyante contenant de Rust Remover[®]. Les canaux des compteurs des deux marques ont été fixés à : $\geq 2\text{-}5\text{ }\mu\text{m}$, $\geq 5\text{-}10\text{ }\mu\text{m}$, $\geq 10\text{-}15\text{ }\mu\text{m}$, et $\geq 15\text{ }\mu\text{m}$. Des essais avec des suspensions contenant des particules des tailles connues ont aussi été effectués.

4.4.1.1 Eau filtrée

Les compteurs des deux marques ont d'abord été alimentés avec l'effluent du filtre-pilote installé à l'usine de filtration Atwater (Ville de Montréal). Pour faciliter la présentation des résultats, les concentrations de particules en fonction de la taille de canaux sont exprimées en comptes cumulatifs et en comptes différentiels dans ce document. Les résultats des lectures des comptes cumulatifs et différentiels pour un cycle de filtration sont présentés aux figures 4.1 à 4.5. Comme on le constate, les résultats sont très différents selon la marque.

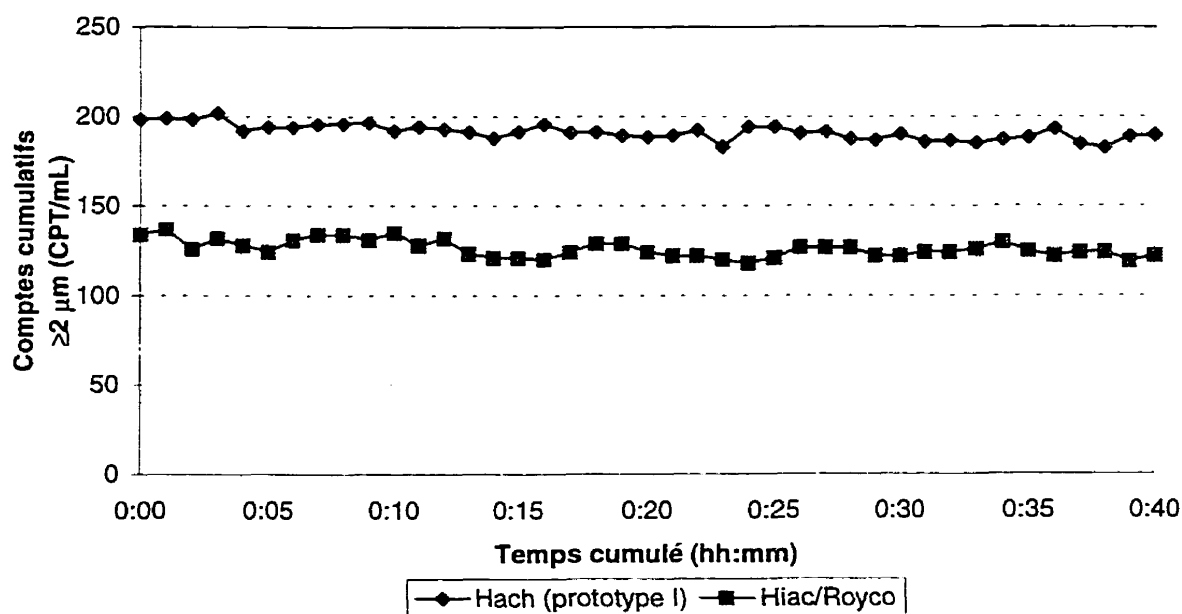


Figure 4.1 Comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau filtrée, essais du 10/10/96, turbidité de l'eau filtrée : 0,08 UTN, température de l'eau : 15°C

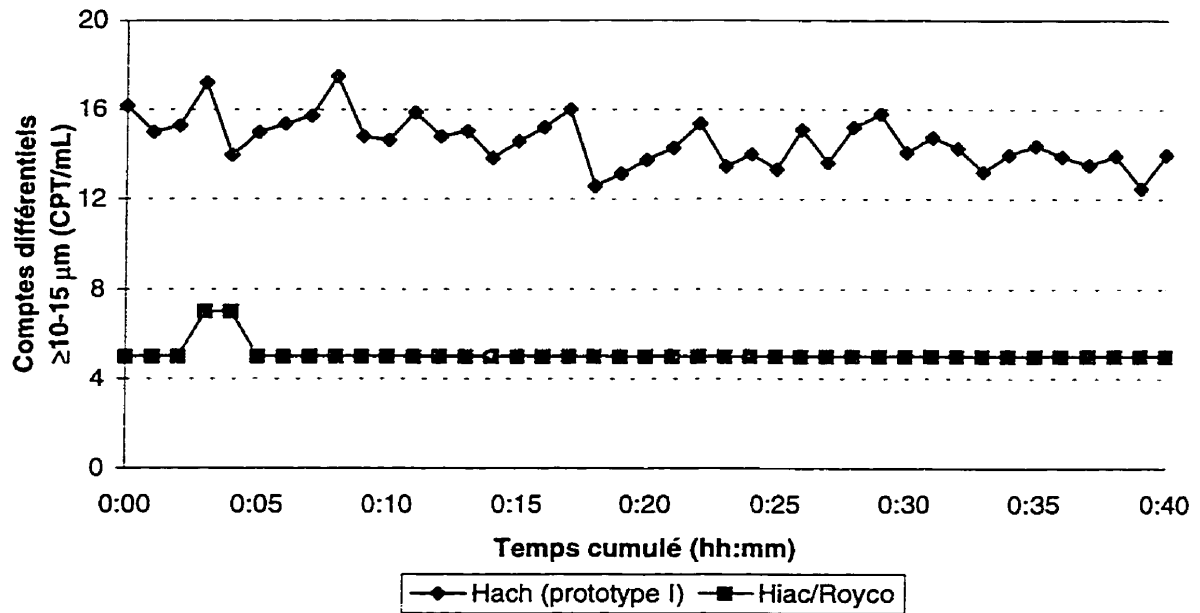


Figure 4.4 Comptes différentiels des particules de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau filtrée, essais du 10/10/96, turbidité de l'eau filtrée : 0,08 UTN, température de l'eau : 15° C

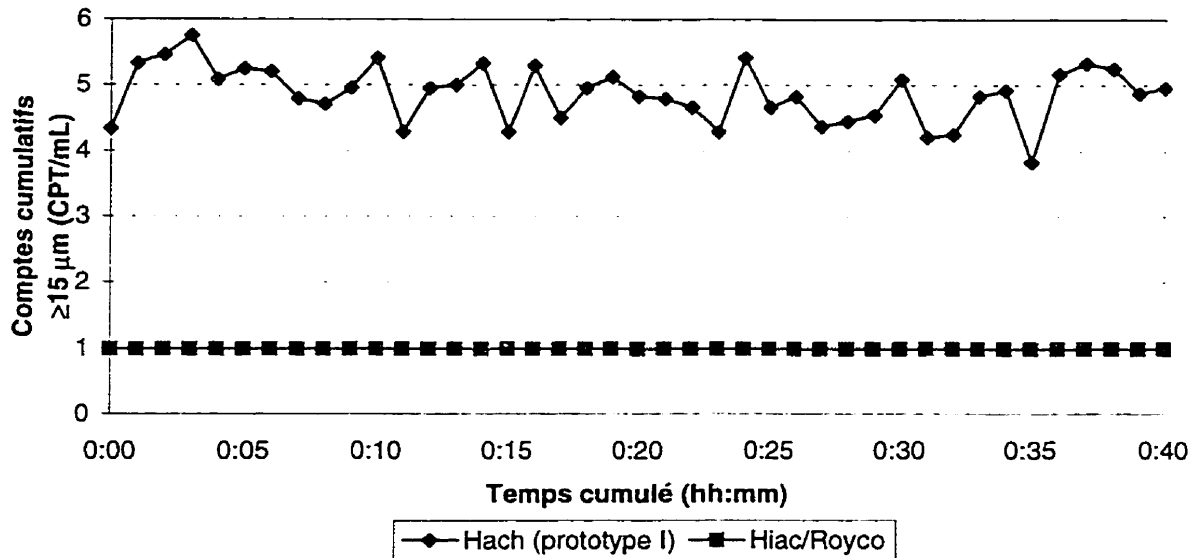


Figure 4.5 Comptes cumulatifs des particules de $\geq 15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau filtrée, essais du 10/10/96, turbidité de l'eau filtrée : 0,08 UTN, température de l'eau : 15° C

Comme, les figures 4.1 à 4.5 l'illustrent, la tendance des concentrations de particules est presque toujours la même. Par ailleurs, l'écart entre les lectures varie selon le canal. On remarque ainsi que, plus la taille des particules dans un canal augmente, plus l'écart entre les lectures des deux appareils utilisés augmente (voir tableau 4.2). Ce constat est normal, car la plupart des particules sont petites (voir le paragraphe 1.3.4.3). On observe également que les lectures de compteurs *Hiac/Royco* dans les canaux de $\geq 10-15 \mu\text{m}$ et $\geq 15 \mu\text{m}$ sont presque constantes. Le tableau 4.2 résume les écarts moyens calculés en fonction de la gamme de taille pour les comptes de particules présentés aux figures 4.1 à 4.5.

Tableau 4.2 Écart moyen entre les lectures des deux marques (prototype I de *Hach* et *Hiac/Royco*) en fonction de la taille de canaux lors d'alimentation avec l'eau filtrée

Taille de canal (μm)	Concentrations moyennes de particules (Cpt/mL)		Écart moyen*** (%)
	<i>Hach</i> (prototype I)*	<i>Hiac/Royco</i> **	
≥ 2	191	126	41
$\geq 2-5$	109	96	13
$\geq 5-10$	63	24	90
$\geq 10-15$	15	5	100
≥ 15	5	1	133

* Lecture A

** Lecture B

*** Écart moyen = (Lecture A – Lecture B) / (Moyenne de lecture A & B) x 100

4.4.1.2 Eau brute

Les compteurs ont ensuite été alimentés avec l'eau du Fleuve Saint-Laurent. Les figures 4.6 à 4.10 présentent les résultats des comptes. On remarque la même tendance de concentration pour tous les canaux.

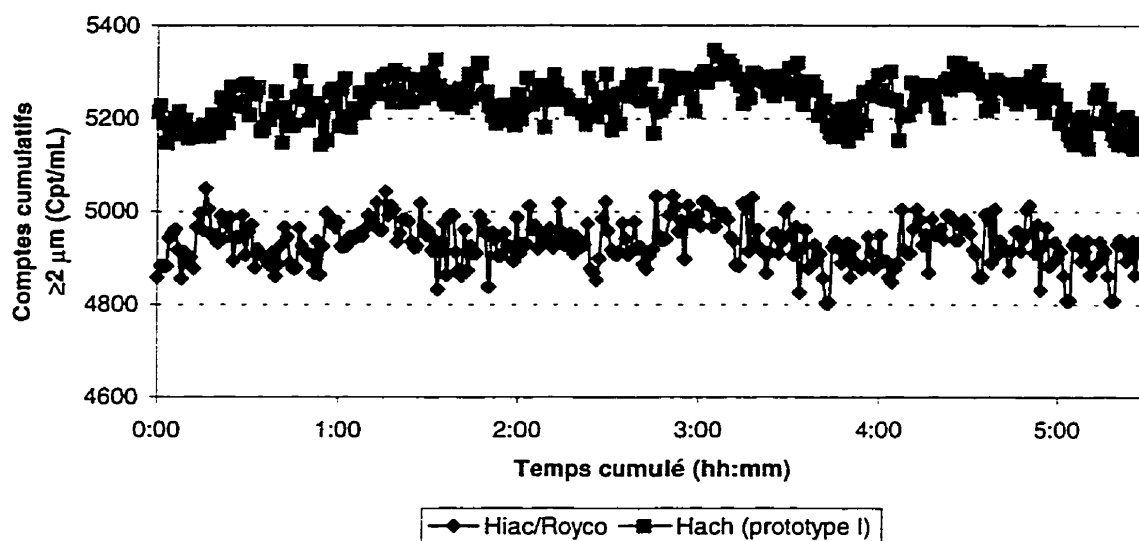


Figure 4.6 Comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essais du 14/10/96, turbidité : 1,21 UTN, température de l'eau : 14° C

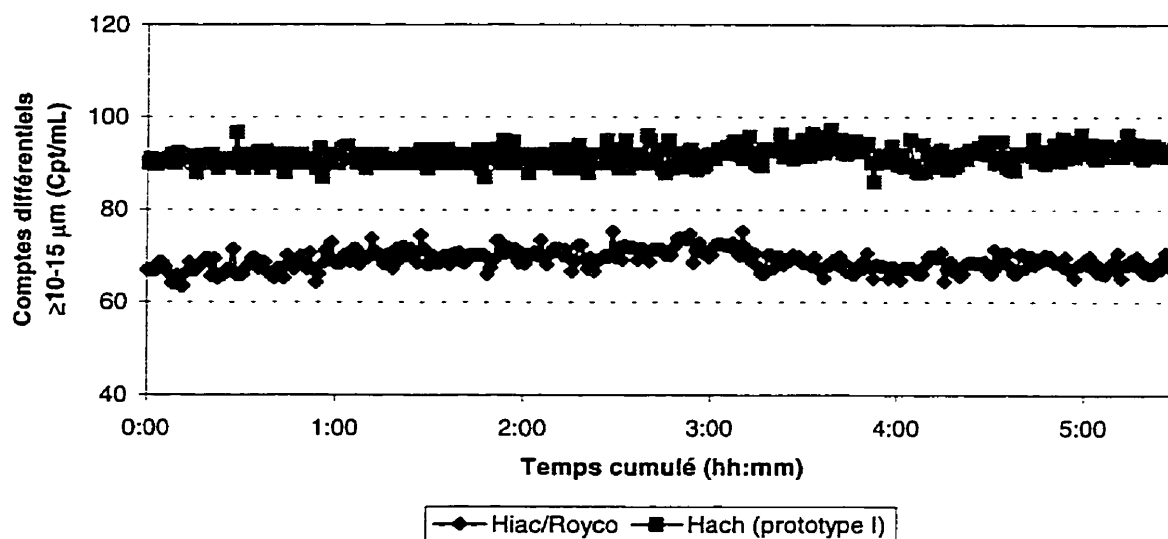


Figure 4.9 Comptes différentiels des particules de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 14/10/96, turbidité : 1,21 UTN, température de l'eau : 14°C

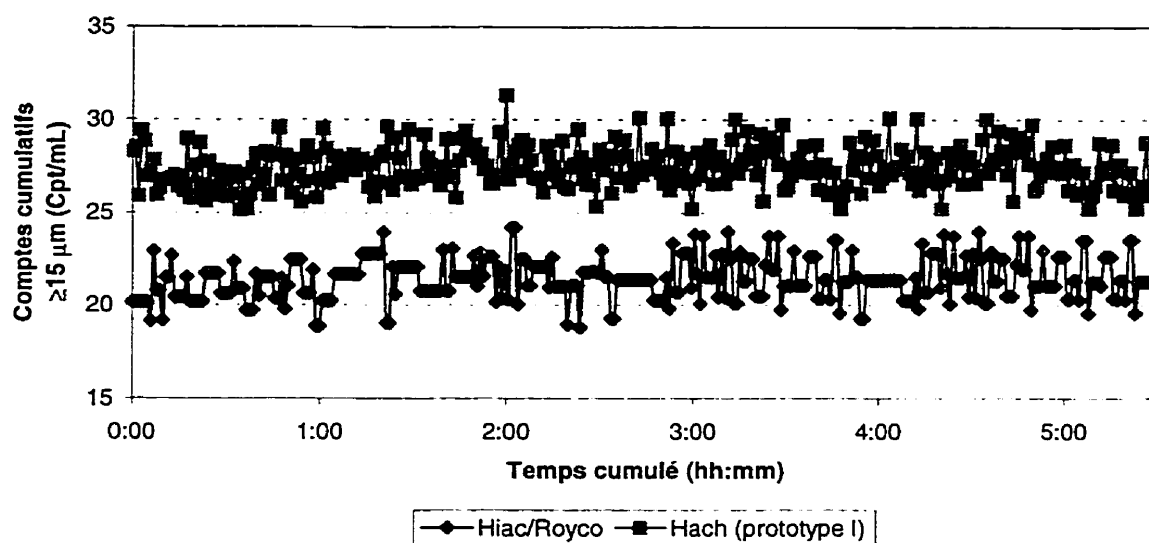


Figure 4.10 Comptes cumulatifs des particules de $\geq 15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 14/10/96, turbidité : 1,21 UTN, température de l'eau : 14°C

coagulée). On doit alors vérifier si le changement de concentration est causé par encrassement du compteur utilisé ou par une modification de la qualité de l'eau d'alimentation. Lorsqu'un turbidimètre est utilisé en parallèle, il faut d'abord vérifier si la turbidité affiche la même tendance que la concentration de particules. Si tel est les cas, les variations sont probablement causées par des variations de qualité de l'eau d'alimentation. Dans le cas contraire, la variation de concentration indique un encrassement du compteur. Le compteur de particules, les conduites, le tamis et le turbidimètre peuvent s'encrasser. Il faut donc nettoyer ces composants régulièrement. Si après un nettoyage complet, on observe les mêmes concentrations ou la même tendance de changement de concentrations de particules, on doit s'assurer que ce changement n'est dû qu'à la modification de la qualité d'eau. Les figures 4.11 à 4.15 présentent un exemple de concentrations de particules dans l'eau brute qui baisse régulièrement.

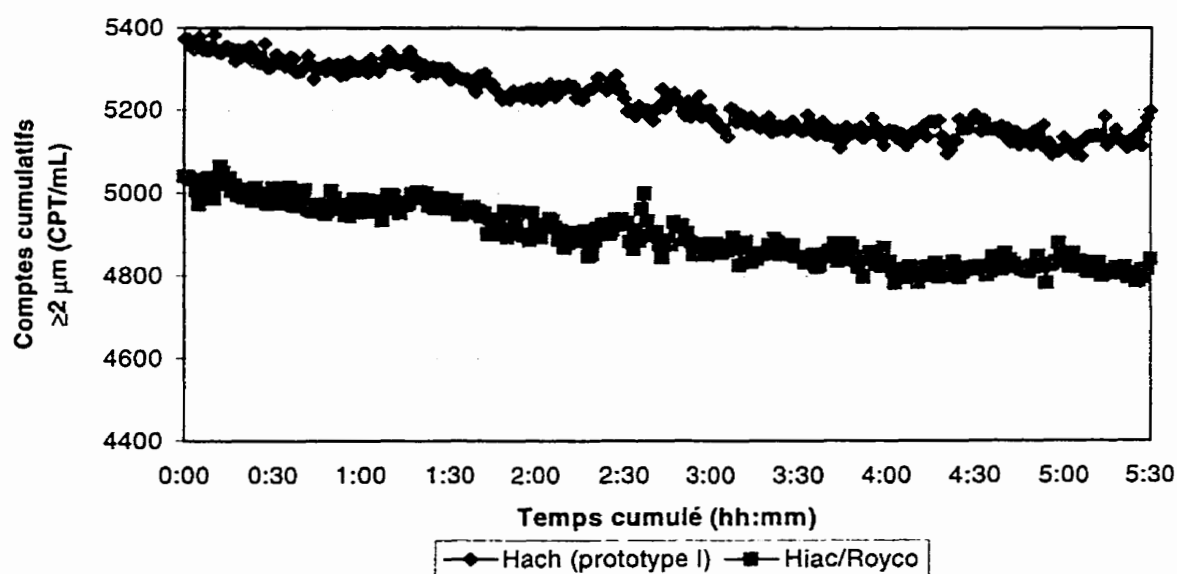


Figure 4.11 Comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 11/10/96, turbidité : 1,13-1,20 UTN, température de l'eau : 14°C

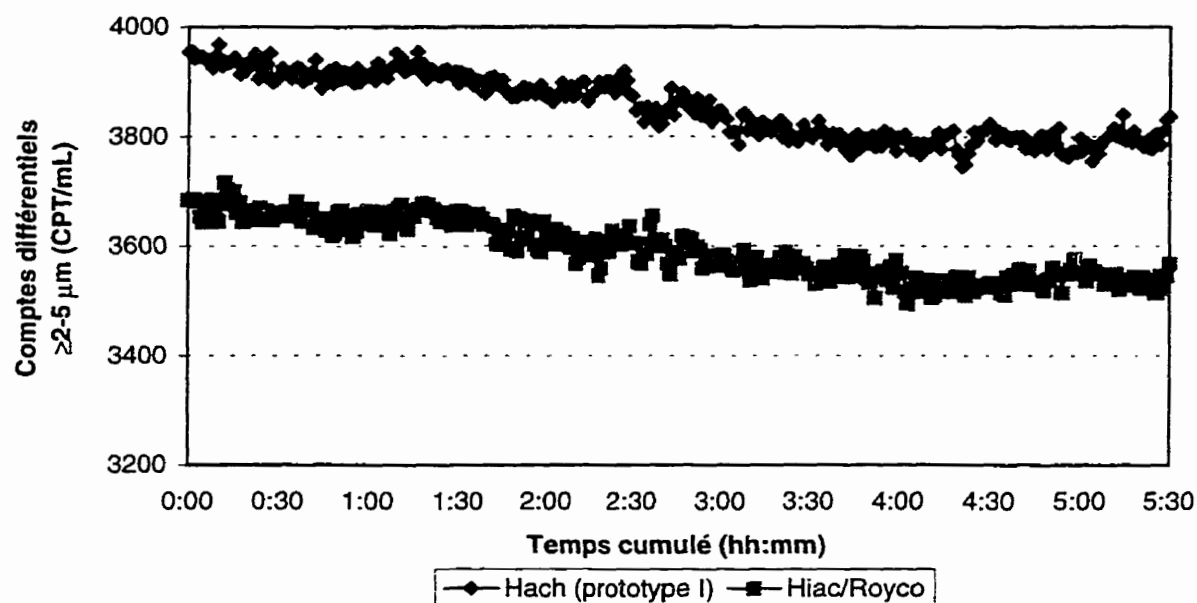


Figure 4.12 Comptes différentiels des particules de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 11/10/96, turbidité : 1,13-1,20 UTN, température de l'eau : 14°C

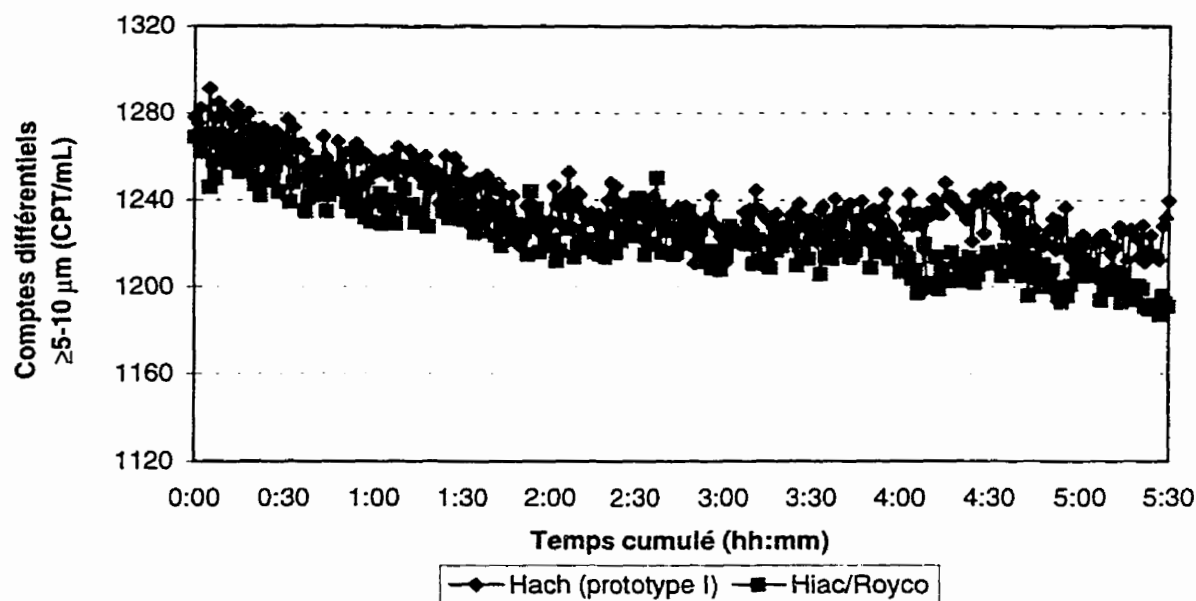


Figure 4.13 Comptes différentiels des particules de $\geq 5-10 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 11/10/96, turbidité : 1,13-1,20 UTN, température de l'eau : 14°C

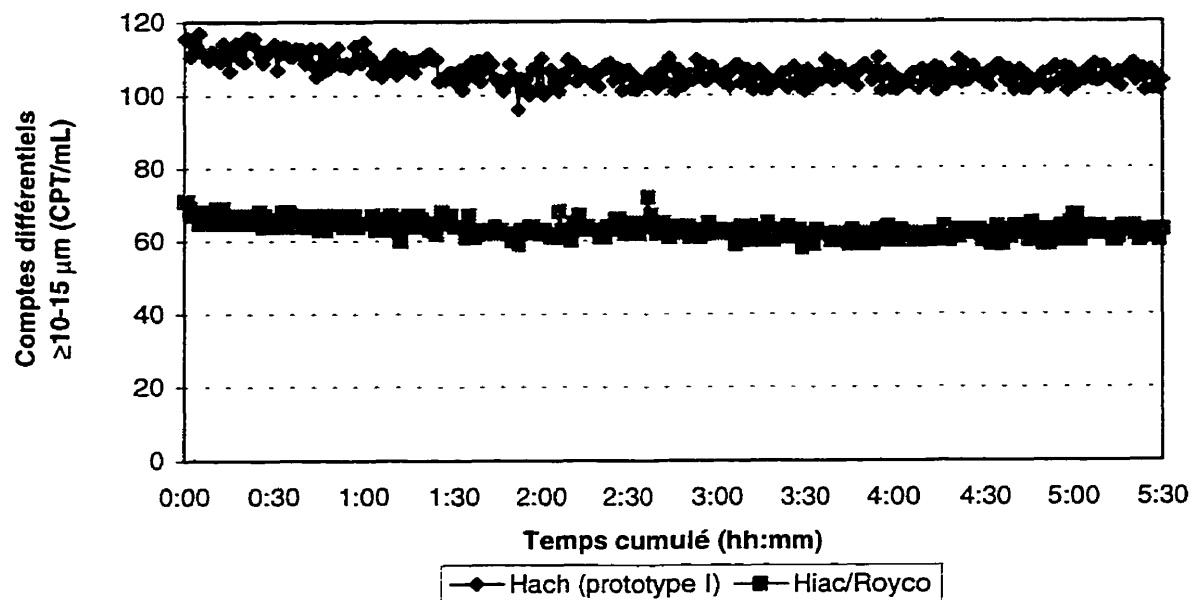


Figure 4.14 Comptes différentiels des particules de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 11/10/96, turbidité : 1,13-1,20 UTN, température de l'eau : 14°C

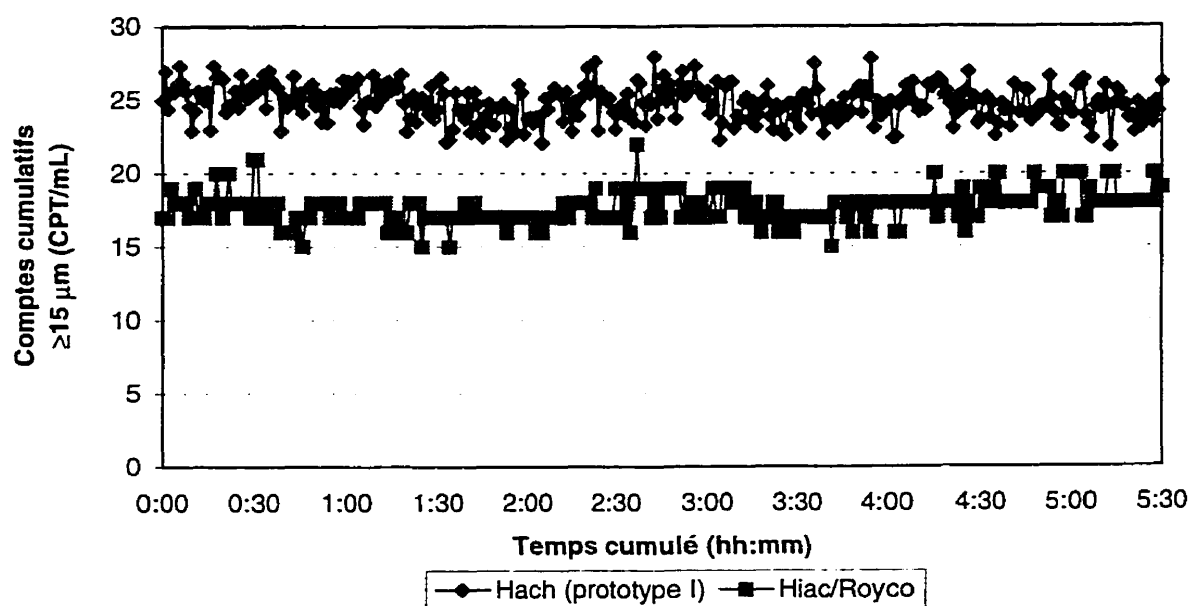


Figure 4.15 Comptes cumulatifs des particules de $\geq 15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute, essai du 11/10/96, turbidité : 1,13-1,20 UTN, température de l'eau : 14°C

À l'observation de ces figures, on remarque une baisse progressive des concentrations pour les particules de $\geq 2 \mu\text{m}$, de $\geq 2-5 \mu\text{m}$ et de $\geq 5-10 \mu\text{m}$. Une baisse progressive de la turbidité (1,22 UTN à 1,15 UTN) a été également observée durant la même période du temps. Les débits des compteurs ont d'ailleurs été vérifiés et aucune variation du débit n'a été constatée. Par ailleurs, l'encrassement des deux compteurs devrait évoluer différemment, car leurs débits, leurs dimensions de détecteurs et la porosité de leurs tamis sont différents. Par conséquent, la baisse progressive des comptes ne peut être attribuée qu'à une amélioration de la qualité d'eau.

4.4.1.3 Eau brute coagulée

Les deux types de compteurs ont aussi été alimentés avec de l'eau brute coagulée (eau du Fleuve Saint-Laurent + Ferriclear : 10,92 mg/L). Le tableau 4.4 résume les conditions de fonctionnement des compteurs au début et à la fin du cycle de la coagulation. Comme on le constate, dans le cas de compteurs *Hach*, le débit affiché (étant mesuré par le débitmètre local) ne correspond pas au débit mesuré même, lorsque les compteurs, les tamis et les conduites sont propres (début de la coagulation).

Les résultats de cet essai sont présentés aux figures 4.16 à 4.20. On note que les comptes cumulatifs de particules ($\geq 2 \mu\text{m}$) ont tendance à diminuer progressivement. Cet abaissement pourrait être attribuable à l'agglomération des particules en amont, à la rétention des floccs développés au niveau de tamis et/ou à l'encrassement des compteurs.

Tableau 4.4 Conditions de fonctionnement des compteurs, essai du 15/10/96

	<i>Hiac/Royco</i>	<i>Prototype I de Hach</i>
Porosité du tamis utilisé (μm)	150	150
Débit d'alimentation du déversoir (mL/min)	220,0	600,0
Débit à travers le détecteur spécifié par le fabricant (mL/min)	25,0	200,0 (± 10)
Début de la coagulation		
• débit affiché sur le compteur (mL/min)	25,4	175,0
• débit mesuré (mL/min)	25,5	200,0
Fin de la coagulation		
• débit affiché sur le compteur (mL/min)	26,6	197,0
• débit mesuré (mL/min)	24,0	187,0
Coagulant	Ferriclear : 10,92 mg/L	
Durée de l'injection du coagulant	4h00	
Turbidité à l'eau brute	1,23 UTN	

Agglomération des particules en amont

Comme on le constate aux figures 4.16-4.20, les concentrations des particules de toutes tailles ont baissé soudainement une heure après le début des essais. Cette baisse peut être attribuée à la rétention des floccs par le tamis. On note également que les concentration de particules de $\geq 2\text{-}10\ \mu\text{m}$ ont augmenté légèrement (voir figures 4.16 à 4.18) et ceux de $\geq 10\ \mu\text{m}$ ont subi une augmentation importante (voir figures 4.19 à 1.20) après une heure

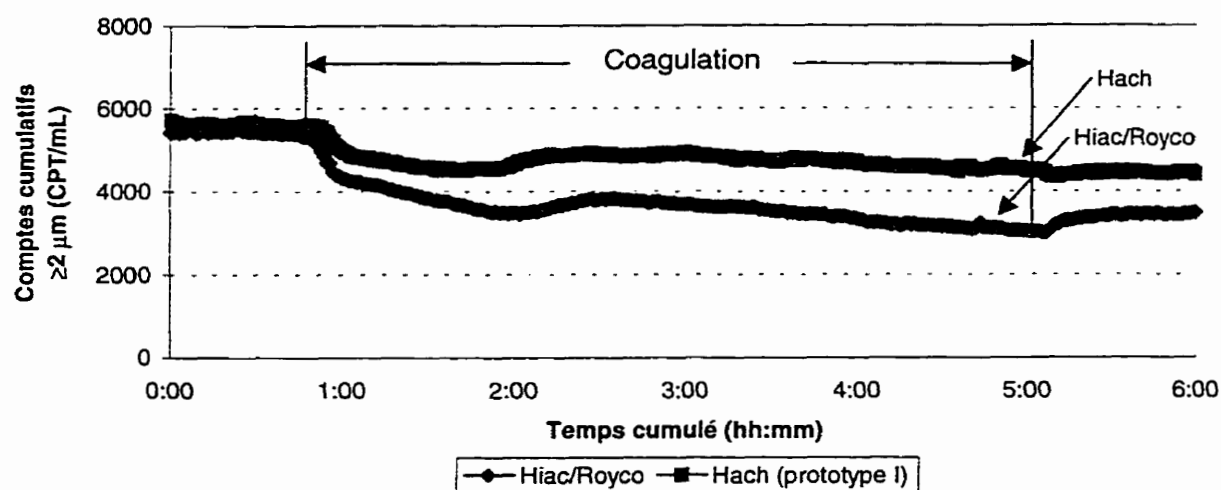


Figure 4.16 Comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée, essai du 15/10/96, turbidité à l'eau brute : 1,23 UTN, température de l'eau : 13°C

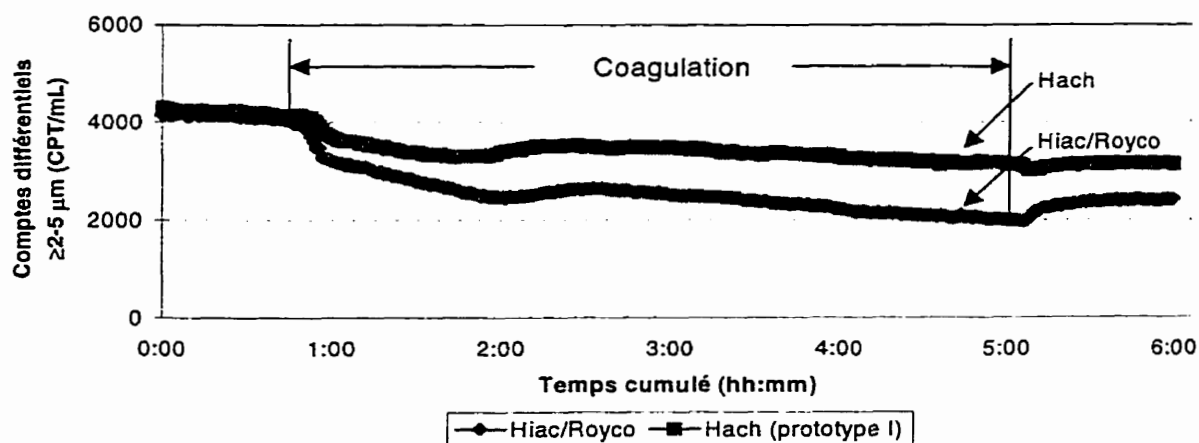


Figure 4.17 Comptes différentiels des particules de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée, essai du 15/10/96, turbidité à l'eau brute : 1,23 UTN, température de l'eau : 13°C

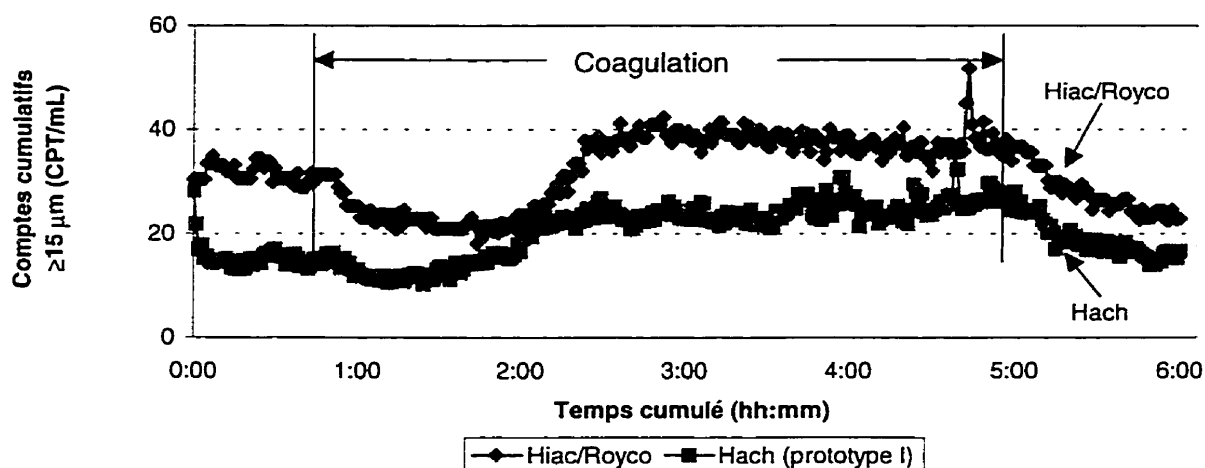


Figure 4.20 Comptes cumulatifs des particules de $\geq 15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée, essai du 15/10/96, turbidité à l'eau brute : 1,23 UTN, température de l'eau : 13°C

Une légère remontée des concentrations de particules de $\geq 2-5 \mu\text{m}$ et des débits des compteurs et une baisse des concentrations de particules de $\geq 10-15 \mu\text{m}$ et $\geq 15 \mu\text{m}$ ont été observées après l'arrêt de la coagulation.

4.4.1.4 Étude de la fiabilité des lectures de compteurs

Dans ce chapitre, la fiabilité des lectures est vérifiée en comparant les résultats obtenus avec plusieurs compteurs d'une même marque.

Compteurs Hiac/Royco

Les quatre compteurs sont alimentés avec soit de l'eau filtrée soit de l'eau brute. Les figures 4.21 à 4.25 illustrent les résultats obtenus avec de l'eau filtrée. Il est important de mentionner que cet essai a été effectué suite à l'entretien des compteurs effectués par l'ingénieur de service de la compagnie IBR. Par conséquent, les résultats devraient en principe être semblables pour les quatre compteurs.

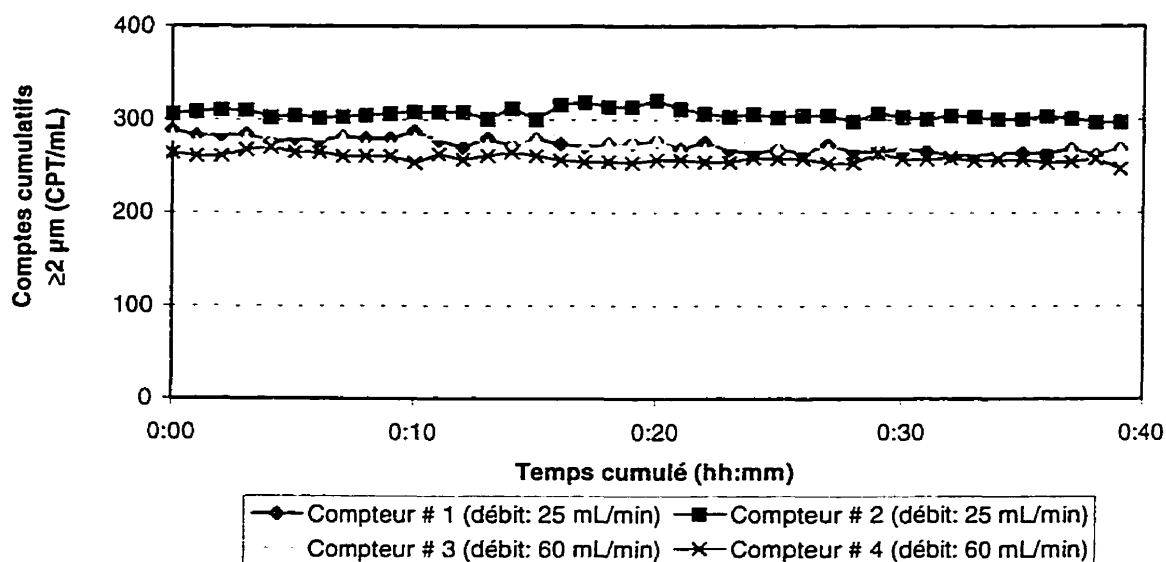


Figure 4.21 Comparaison des quatre compteurs de Hiac/Royco pour des comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$, essai du 26/9/96, turbidité à l'eau filtrée : 0,30 UTN, température de l'eau : 18° C

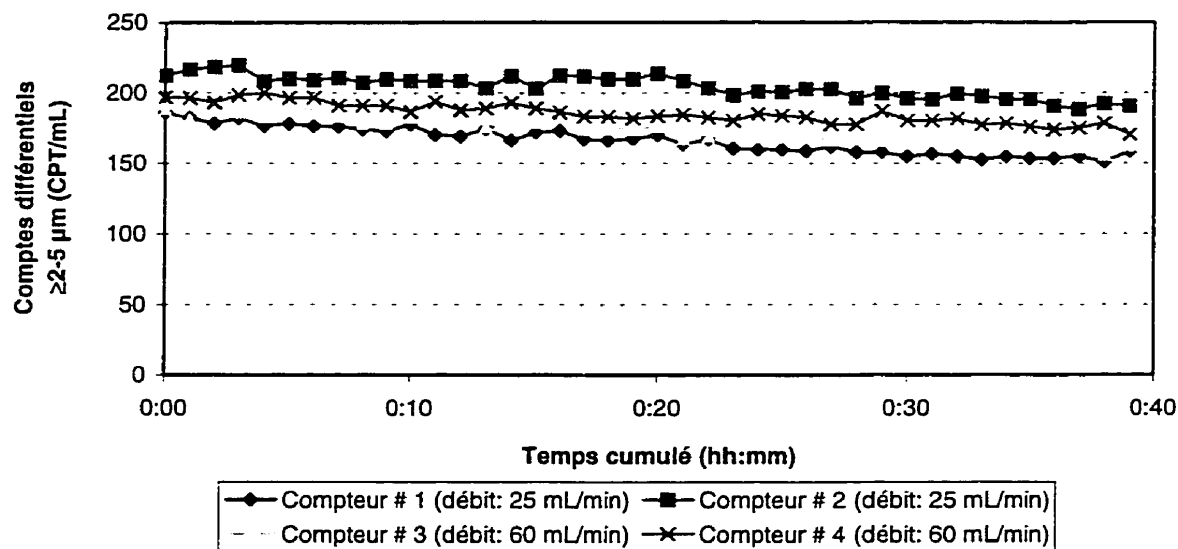


Figure 4.22 Comparaison des quatre compteurs de Hiac/Royco pour des comptes différentiels de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$, essai du 26/9/96, turbidité à l'eau filtrée : 0,30 UTN, température de l'eau : 18°C

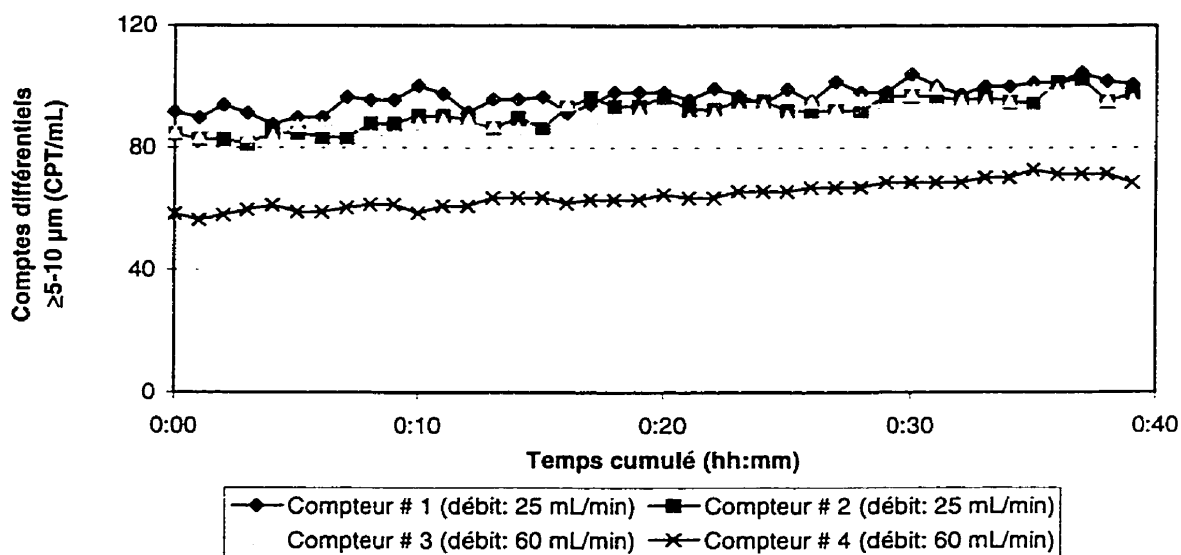


Figure 4.23 Comparaison des quatre compteurs de Hiac/Royco pour des comptes différentiels de $\geq 5-10 \mu\text{m/mL}$, essai du 26/9/96, turbidité à l'eau filtrée : 0,30 UTN, température de l'eau : 18°C

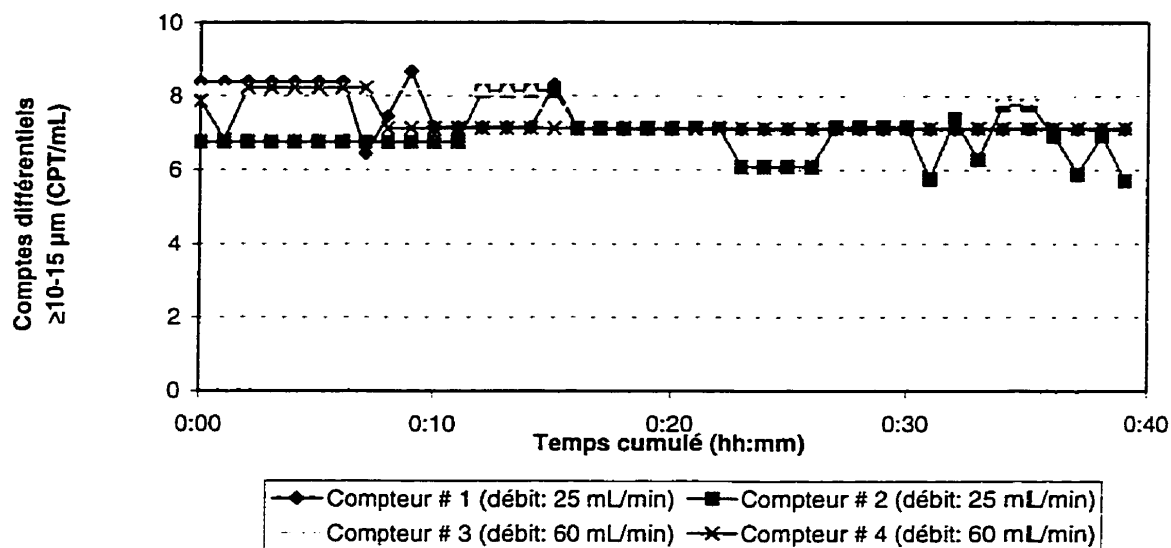


Figure 4.24 Comparaison des quatre compteurs de Hiac/Royco pour des comptes différentiels de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$, essai du 26/9/96, turbidité à l'eau filtrée : 0,30 UTN, température de l'eau : 18°C

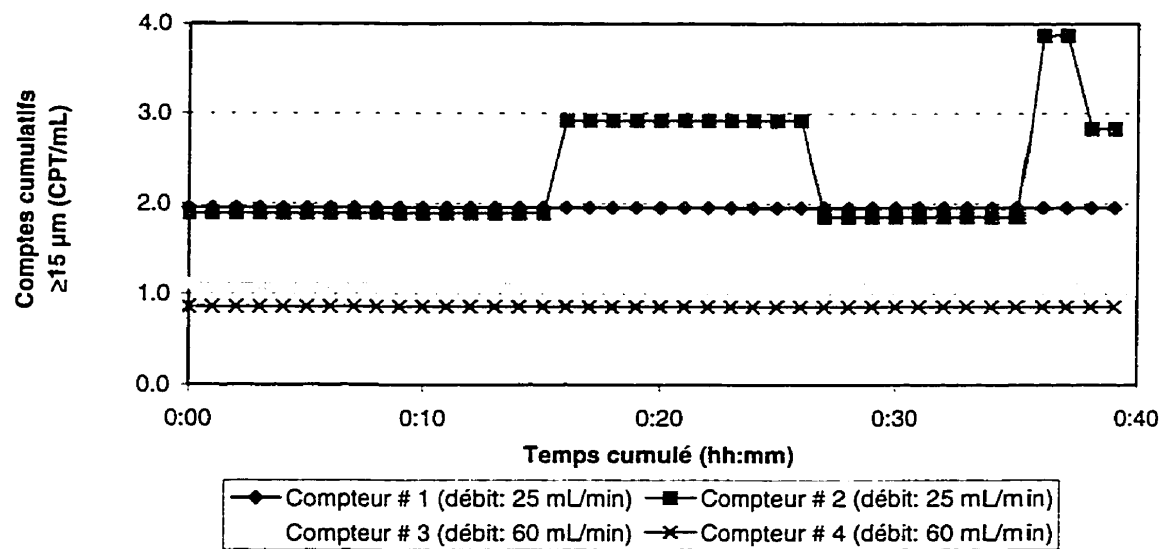


Figure 4.25 Comparaison des quatre compteurs de Hiac/Royco pour des comptes cumulatifs de $\geq 15 \mu\text{m/mL}$, essai du 26/9/96, turbidité à l'eau filtrée : 0,30 UTN, température de l'eau : 18°C

Le tableau 4.5 résume les nombres moyens de particules mesurés par les quatre compteurs de Hiac/Royco en fonction de la gamme de taille pour les résultats présentés aux figures 4.20 à 4.25.

Tableau 4.5 Nombres moyens de particules mesurés par les quatre compteurs de *Hiac/Royco* en fonction de la taille des particules lors de l'alimentation avec de l'eau filtrée

	Nombres de particules (Cpt/mL)				
	≥ 2 μm	$\geq 2-5$ μm	$\geq 5-10$ μm	$\geq 10-15$ μm	≥ 15 μm
Compteur # 1 (débit: 25 mL/min)	272	166	97	7	2
Compteur # 2 (débit: 25 mL/min)	305	204	92	7	2
Compteur # 3 (débit: 60 mL/min)	275	175	91	8	1
Compteur # 4 (débit: 60 mL/min)	258	186	64	7	1

Comme on le constate au tableau 4.5, les nombres mesurés par les compteurs # 1 et # 3 sont semblables pour tous les canaux. Le compteur # 2 semble surestimer le nombre de particules ayant une taille inférieure à 5 μm , car le nombre de particules classées dans le canal $\geq 2-5$ μm est plus élevé. En ce qui concerne le compteur # 4, il semble qu'il sous-estime le nombre de particules ayant une taille inférieure à 10 μm , car le nombre de particules classées dans le canal $\geq 5-10$ est moindre que celui des autres compteurs. L'écart moyen entre les lectures des quatre compteurs est cependant négligeable pour les particules ayant une taille supérieure à 2 μm (jusqu'à 10%).

Compteurs *Hach* (prototype I)

Étant donné que nous ne disposions que deux compteurs de *Hach* (prototype I), la détermination de la fiabilité des lectures pour ces compteurs n'est pas effectuée de la même façon que pour les compteurs *Hiac/Royco*. L'alimentation en eau des deux compteurs *Hach* (prototype I) avec une même eau permet de comparer et de déterminer l'écart moyen entre leurs lectures. Cette comparaison ne permet pourtant pas de déterminer la fiabilité des lectures d'un compteur de particules. Les figures 4.26 à 4.31 illustrent les résultats obtenus alors que de l'eau brute alimente les compteurs *Hach* (prototype I).

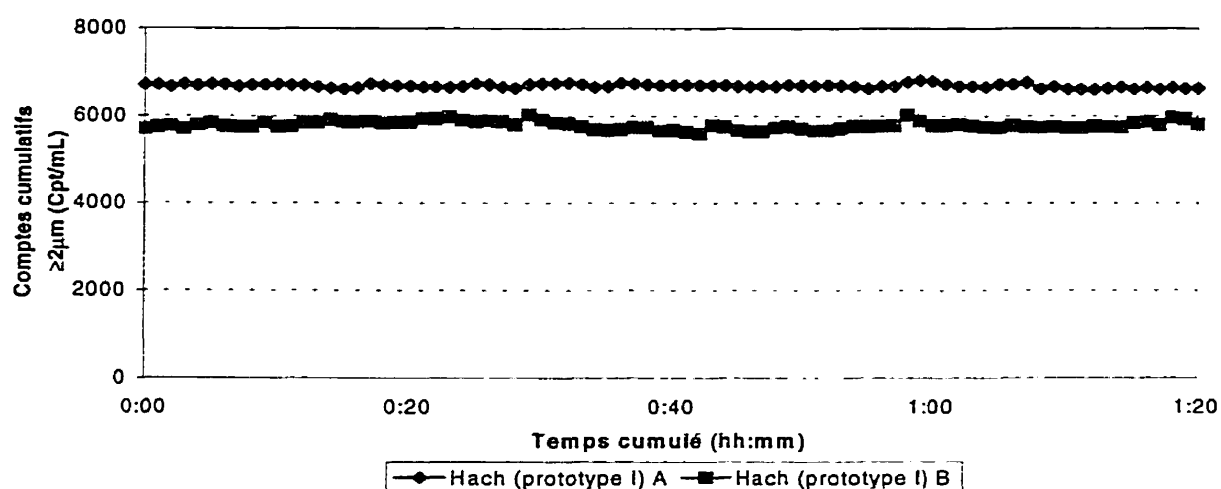


Figure 4.26 Comparaison 2 des compteurs de *Hach* pour les comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$, essai du 19/9/96, turbidité à l'eau brute : 1,17 UTN, température de l'eau : 18°C

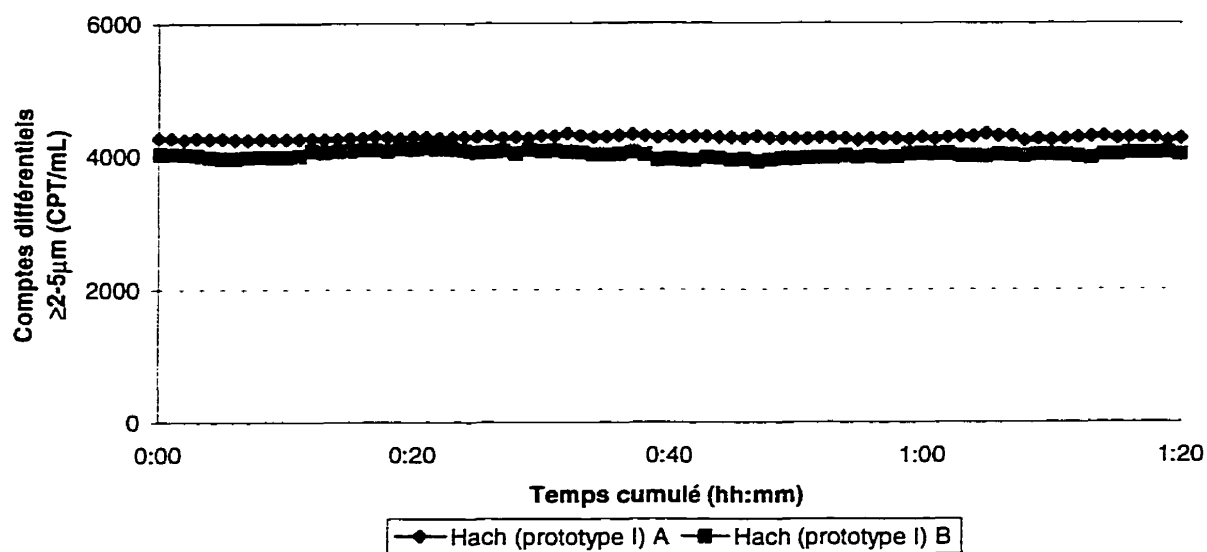


Figure 4.27 Comparaison des deux compteurs de Hach pour les comptes différentiels de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$, essai du 19/9/96, turbidité à l'eau brute : 1,17 UTN, température de l'eau : 18°C

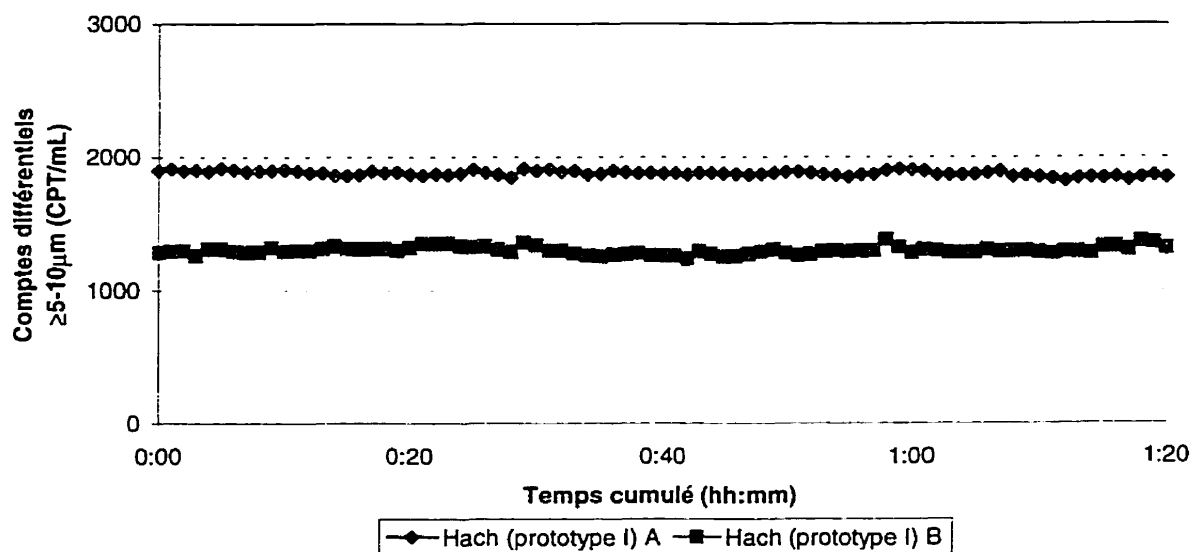


Figure 4.28 Comparaison des deux compteurs de Hach pour les comptes différentiels de $\geq 5-10 \mu\text{m/mL}$, essai du 19/9/96, turbidité à l'eau brute : 1,17 UTN, température de l'eau : 18°C

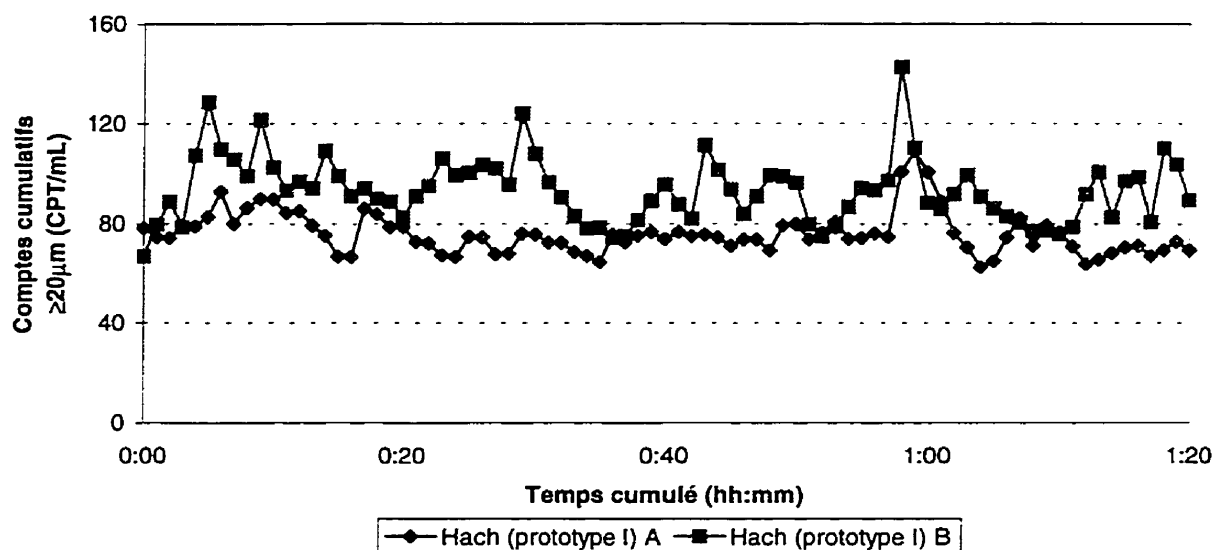


Figure 4.31 Comparaison des deux compteurs de Hach pour les comptes cumulatifs des particules de $\geq 20 \mu\text{m/mL}$, essai du 19/9/96, turbidité à l'eau brute : 1,17 UTN, température de l'eau : 18°C

Le tableau 4.6 met en évidence les écarts moyens entre les résultats des deux compteurs. Ces écarts sont calculés en fonction de la taille des particules. Comme présenté au tableau 4.6, l'écart moyen entre les lectures des 2 compteurs est d'environ 14% pour les particules supérieures à $2 \mu\text{m}$. Les lectures des deux compteurs sont semblables pour les canaux $\geq 2-5 \mu\text{m}$. et $\geq 15-20 \mu\text{m}$. En ce qui concerne les canaux $\geq 5-10 \mu\text{m}$, $\geq 10-15 \mu\text{m}$ et $\geq 20 \mu\text{m}$, les écarts moyens sont significatifs.

Tableau 4.6 Écart moyen entre les lectures des deux compteurs de *Hach* (prototypé I) en fonction de la taille des particules contenues dans l'eau brute, essai du 19/9/96

Taille de canal (µm)	Nombre moyens de particules (Cpt/mL)		Écart moyen*** (%)
	Compteur A*	Compteur B**	
≥ 2 µm	6686	5792	14
≥ 2-5 µm	4274	4024	6
≥ 5-10 µm	1877	1302	36
≥ 10-15 µm	364	284	25
≥ 15-20 µm	94	89	5
≥ 20 µm	76	93	20

* Lecture A

** Lecture B

*** Écart moyen = (Lecture A – Lecture B) / (Moyenne de lecture A & B) x 100

4.4.1.5 Vérification de la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules

Les résultats des essais avec l'eau filtrée et avec l'eau brute montrent un écart important entre les résultats obtenus par les deux types de compteur (*Hach* et *Hiac/Royxo*). Les véritables concentrations de particules de ces eaux ne sont pas connues. Par conséquent, compte tenu des résultats observés, il n'est pas possible de déterminer lequel de ces appareils est le plus précis.

être utilisées directement. Elles sont également disponibles en concentration connue en particules. Il faut noter que ces dernières sont plus coûteuses.

4.4.1.6 Protocole expérimental de la vérification de la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules

Cette section décrit le protocole utilisé pour vérifier la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules.

Matériel

Les éléments suivants sont nécessaires :

- a. compteur de particules de type en flux continu
- b. suspensions contenant des sphères en polymère de la même taille ou de plusieurs tailles. Ce type de suspension est disponible dans le commerce.
- c. système de transport (pompe, conduites, etc.)
- d. eau propre qui doit contenir très peu de particules. Le nombre de particules dans cette eau doit être plus petit que 2% du nombre des plus petites particules contenues dans la suspension utilisée pour cette procédure.
- e. agitateur magnétique
- f. barre magnétique

- g. filtre; si l'eau propre est préparée sur le site, les mailles du tamis doivent être inférieures à 10% de la taille de la plus petite sphère contenue dans la suspension standard
- h. solution nettoyante : lave glace, etc.
- i. hydroxyde de sodium (une solution de 10% est préparée)
- j. eau déminéralisée (si l'eau propre est préparée sur le site)
- k. contenant de 4L (préférentiellement en verre)
- l. pipettes et un ballon volumétrique selon le volume de la suspension préparé.

Les suspensions standard (EZY-CAL™ Particle size standards, Duke Scientific Corporation, Palo Alto, CA) ont été utilisées dans ce protocole expérimental. Ces produits sont des suspensions contenant de petites sphères en polymère avec une concentration connue de 2000 ($\pm 10\%$) particules/mL. Ils sont fournis dans des bouteilles de 100 mL. Le diamètre des sphères est certifié avec les méthodes d'étalonnage développées par NIST (National Institute of Standards and Technology). Puisque ces suspensions sont coûteuses (150\$ US/100 mL), elles ont été diluées avec des eaux sans particules (eau propre).

Les petites sphères injectées ont deux tailles différentes:

- 5 μm (diamètre moyen certifié: $5,007\mu\text{m} \pm 0,038 \mu\text{m}$); pour une concentration connue de cette taille de particules, un compteur bien calibré compte 50% des particules dans

le canal inférieur ou égal à $5,007\mu\text{m}$ et 50% des particules dans le canal supérieur ou égal à $5,007\mu\text{m}$ (Hargesheimer *et al.*, 1992).

- $10\ \mu\text{m}$ (diamètre moyen certifié: $9,975\ \mu\text{m} \pm 0,061\ \mu\text{m}$); un compteur bien calibré compte de la même façon que pour les particules de $5\ \mu\text{m}$, mais ceci pour une taille de 9,975.

La composition des suspensions est décrite au tableau 4.7.

Tableau 4.7 Composition et concentration en poids des suspensions standard utilisées
"EZY-CALTM" (Duke Scientific Corporation, Palo Alto, CA)

Composant	Concentration en poids (%)
Sphères polymères solides (polystyrène ou polystyrène DVB)	$\leq 1 \times 10^{-4}$
Eau	$\geq 99,9$
Dispersant	0,1

Pour la préparation de l'eau propre, une eau déminéralisée et filtrée ($0,22\ \mu\text{m}$, MilliQ^{UV}Plus, Millipore, ONT, CANADA) au laboratoire de chimie du Département génie CGM (section environnement) à l'École Polytechnique a été utilisée.

Protocole expérimental

Le protocole expérimental développé comprend 2 étapes : la préparation de l'eau propre (si nécessaire) et les essais avec des suspensions standard. Toutes les précautions doivent être prises afin de minimiser les risques de contamination de la suspension standard. Ce protocole est applicable à tous les compteurs de particules de type en flux continu et en cuvette/flux continu. Il permet également la vérification de plusieurs compteurs de particules de manière simultanée.

Étape I : préparation de l'eau propre

L'objectif est de préparer une eau avec un compte de particules inférieur à 2% du compte des plus petites particules contenues dans la suspension standard utilisée (ASTM, 1996). L'eau préparée servira à rincer la verrerie, les conduites et les compteurs. Les résultats obtenus à cette étape déterminent également l'interférence des circuits électriques (bruit de fond) avec la mesure du nombre de particules. Une concentration de particules inférieur à 60 particules/mL (ANSI, 1990) indique que le bruit de fond n'interfère pas avec les comptes de particules. L'eau préparée pourrait également être utilisée pour diluer des suspensions standard. L'eau de source utilisée doit être déminéralisée.

12. nettoyer les compteurs et les conduites avec une solution nettoyante (lave-glace Rust Remover[®], etc.);
13. rincer les compteurs et les conduites avec l'eau du robinet;
14. rincer les compteurs et les conduites avec l'eau filtrée de l'étape 9;
15. vérifier les débits des compteurs;
16. alimenter les compteurs avec de l'eau filtrée de l'étape 7 et continuer la filtration en circuit fermé jusqu'à ce qu'un compte de particules inférieur à 2% du compte des plus petites particules contenues dans la suspension utilisée soit atteint;
17. rincer la verrerie de l'étape 8 avec l'eau propre préparée à l'étape 16.

Étape II : essais avec des suspensions standard

Les suspensions contenant des petites sphères peuvent être utilisées directement sans dilution dépendant du volume disponible. Elles peuvent également être diluées avec une eau propre. Duke Scientific Corporation (Palo Alto, CA), un des fabricants de ces produits, recommande de les utiliser directement, mais comme ces suspensions sont coûteuses, elles ont été diluées avec de l'eau propre selon le protocole décrit précédemment.

Les étapes de la procédure suivie sont :

1. sélectionner les tailles de particules à vérifier ;
2. déterminer si une seule ou de plusieurs tailles sont vérifiées à la fois ;

4.4.1.7 Résultats d'application du protocole expérimental modifié

La figure 4.32 présente les concentrations de particules dans l'eau propre. Ces valeurs étaient stables et constantes pendant les trois dernières heures de filtration et cela pour les trois essais effectués.

On voit sur la figure 4.32 que, selon le compteur *Hiac/Royco*, l'eau préparée contient environ 7 particules/mL au total ($\geq 2 \mu\text{m}$), tandis que, pour le compteur *Hach*, elle contient environ 67 particules/mL ($\geq 2 \mu\text{m}$). La lecture élevée du compteur *Hach* pourrait être due à l'interférence du bruit de fond sur la mesure du nombre de particules, à la dérivation du seuil de détection du compteur ou au mauvais fonctionnement du compteur. Comme il est mentionné au paragraphe 1.3.4.3, le nombre de particules augmente lorsque leurs tailles diminuent. Le nombre de particules plus grandes que $15 \mu\text{m}$ mesuré par le compteur *Hach* est d'ailleurs beaucoup plus élevé que celui des particules ayant une taille se situant entre 5 et $15 \mu\text{m}$. Il est donc probable que le compteur *Hach* (prototype I) ne fonctionne pas correctement. Le bon fonctionnement d'un compteur dépend de plusieurs facteurs tels que l'optique, l'étalonnage, le seuil de détection et le logiciel d'acquisition et de traitement de données.

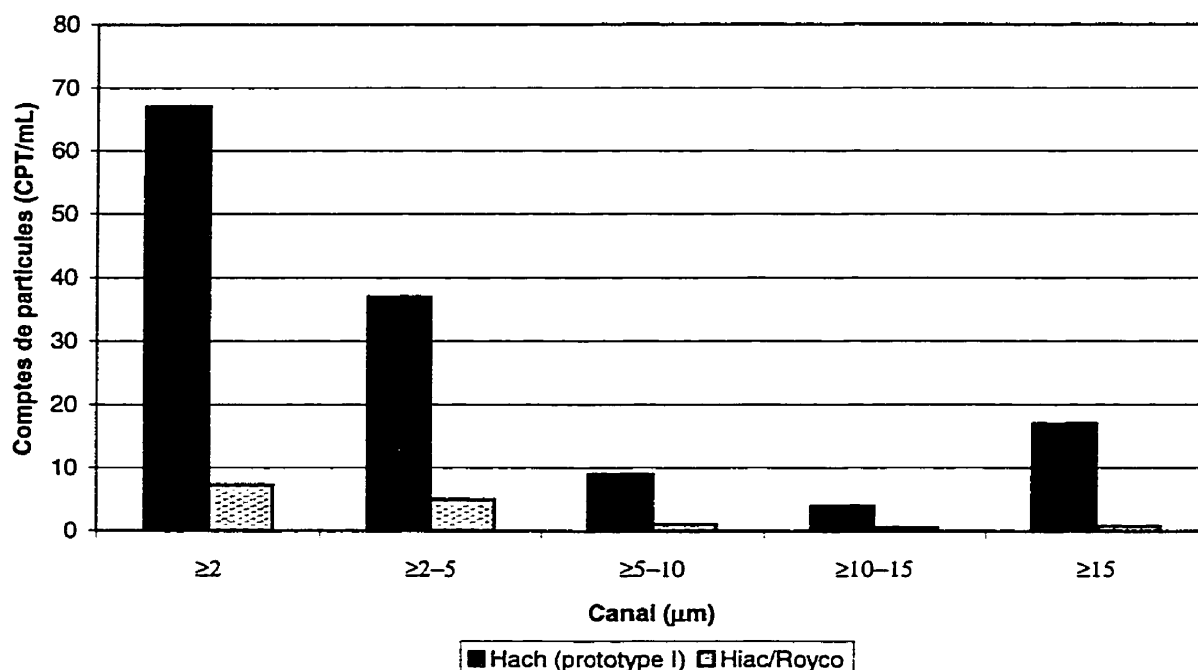


Figure 4.32 Résultats des comptes de particules avec de l'eau purifiée, essai du 4/01/97, température de l'eau : 15° C

De l'eau propre préparée a été utilisée pour diluer les suspensions standard. Les essais avec ces suspensions se sont déroulés en deux étapes. Dans la première étape, la suspension standard contenant des sphères de 5 μm est ajoutée à l'eau propre. Dans la deuxième étape, celle contenant des sphères de 10 μm est ajoutée à la suspension diluée de l'étape 1. Donc pour la deuxième étape, l'eau contient des particules standard de 5 μm et 10 μm.

Le logiciel "AccucountTM" utilisé avec les compteurs *Hiac/Royco* peut supporter seulement 4 canaux. Les gammes de taille de canaux de ces compteurs sont fixées par le

fabricant. Toutefois, le changement de ces gammes peut être effectué par un opérateur spécialisé. Pour les essais avec les suspensions standard, le nombre de canaux n'a pas été modifié. Les gammes de tailles des canaux demeurent à $\geq 2 \mu\text{m}$, $\geq 5 \mu\text{m}$, $\geq 10 \mu\text{m}$, et $\geq 15 \mu\text{m}$. Les comptes différentiels (exemple : $\geq 2-5 \mu\text{m}$) sont calculés par le logiciel. Le choix limité du nombre de canaux est un inconvénient lorsqu'on veut déterminer la précision de la mesure d'un compteur.

Dans le cas des compteurs *Hach*, la procédure du choix et du changement de la gamme de tailles des canaux sont simples. Pour les essais avec les suspensions standard, 15 canaux ont été choisis. Les gammes de tailles fixées sont : $\geq 2-3 \mu\text{m}$, $\geq 3-4 \mu\text{m}$, $\geq 4-5 \mu\text{m}$, $\geq 5-6 \mu\text{m}$, $\geq 6-7 \mu\text{m}$, $\geq 7-8 \mu\text{m}$, $\geq 8-9 \mu\text{m}$, $\geq 9-10 \mu\text{m}$, $\geq 10-11 \mu\text{m}$, $\geq 11-12 \mu\text{m}$, $\geq 12-13 \mu\text{m}$, $\geq 13-14 \mu\text{m}$, $\geq 14-15 \mu\text{m}$, $\geq 15-20 \mu\text{m}$, et $\geq 20 \mu\text{m}$. Un vaste choix au niveau du nombre de canaux rend facile la détermination de la précision avec des suspensions standard.

Injection de la suspension contenant des sphères de $5 \mu\text{m}$

La suspension contenant des particules de $5 \mu\text{m}$ de diamètre est diluée. Le taux de dilution est de 1/11,56. Selon les calculs, la suspension contient 173 CPT/mL ($\pm 10\%$) de particules de $5 \mu\text{m}$ plus les particules contenues de l'eau propre préparée. Les concentrations de particules de ces dernières sont différents pour chaque compteur (figure 4.32). Afin de vider et de rincer les compteurs contenant déjà de l'eau propre, les

effluents des compteurs ont été dirigés à l'égout pour les premières 2 minutes de l'alimentation avec la suspension standard.

Pour éviter la formation de bulles d'air, les conduites des affluents des compteurs ont été installées au fond de la bouteille contenant la suspension diluée. Les conduites des effluents ont été placées au-dessus de la surface de la suspension s'écoulant à la surface de la paroi de la bouteille. Une alimentation en circuit fermé a été appliquée pendant une période d'une heure et 10 minutes. Durant les essais, la formation d'une couche de mousse qui augmentait avec le temps, a été observée. Les figures 4.33 et 4.34 illustrent les résultats de ces essais pour les deux types de compteur.

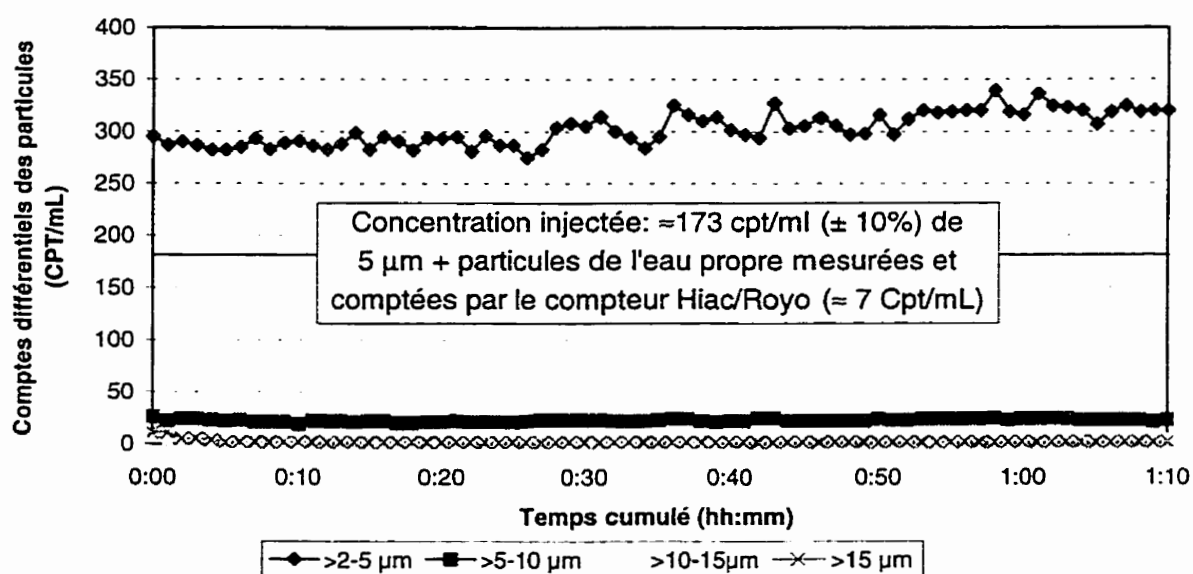


Figure 4.33 Résultats du comptage de particules avec le compteur *Hiac/Royco* pour la suspension standard de $5\ \mu\text{m}$, essais du 14/01/97, température de la suspension : 15°C , nombre de particules de l'eau propre : ≈ 7 particules/mL

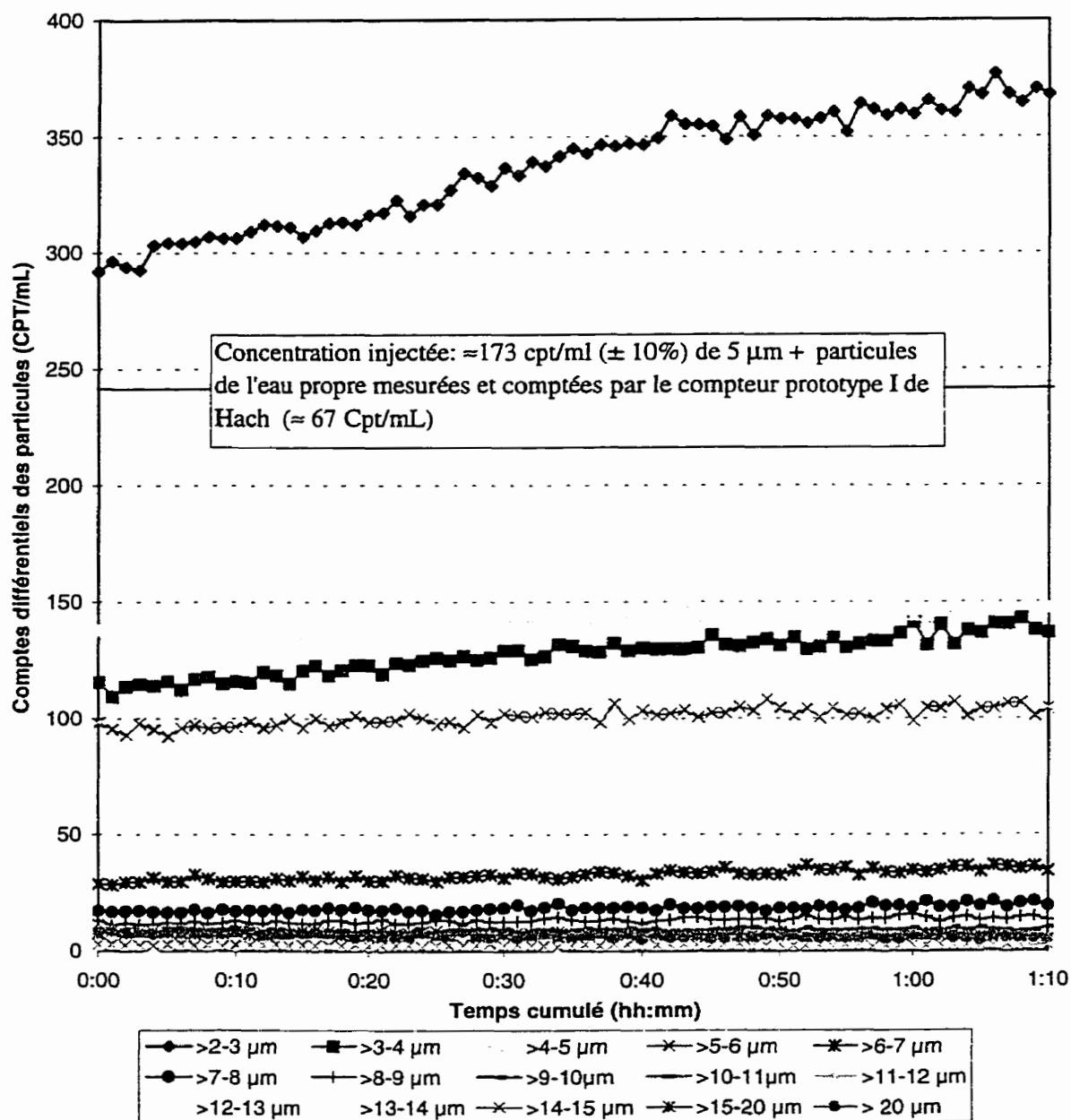


Figure 4.34 Résultats du comptage de particules avec le compteur *Hach* (prototype I) pour la suspension standard de $5\ \mu\text{m}$, essais du 14/01/97, température de la suspension: 15°C , nombre de particules de l'eau propre : ≈ 65 particules/mL

Ces figures révèlent que, les concentrations mesurées sont beaucoup plus élevées que la concentration injectée dans le cas des deux types de compteurs. De plus, la concentration des plus petites particules a tendance à augmenter avec le temps. Cette augmentation est probablement causée par la formation de bulles d'air dans la suspension de recirculation. La figure 4.35 présente les concentrations de particules obtenues 30 minutes après le démarrage du comptage d'une façon comparative. Le logiciel "Accucount™" utilisé pour les compteurs *Hiac/Royco* peut supporter seulement 4 canaux. Sur la figure 4.35 les résultats obtenus avec les compteurs *Hach* (15 canaux, voir la figure 4.34) sont exprimés selon les canaux du compteur *Hiac/Royco*.

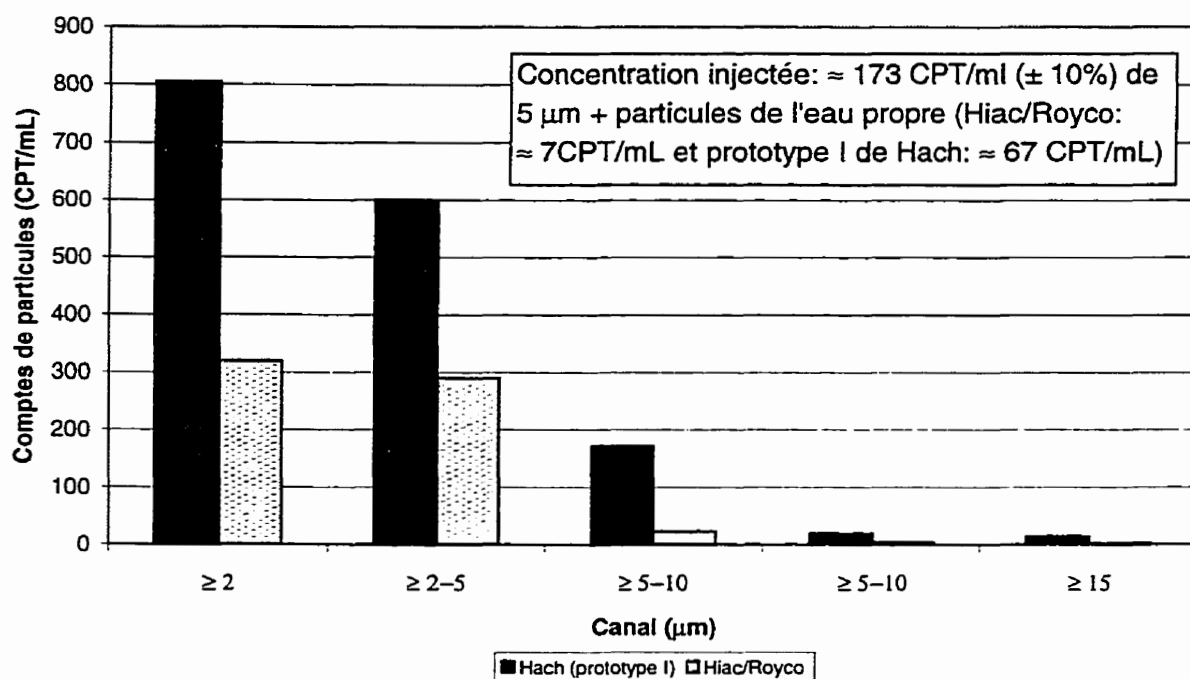


Figure 4.35 Résultats du comptage de particules avec le compteur *Hach* (prototype I) et le compteurs *Hiac/Royco* pour la solution standard de $5\ \mu\text{m}$, essais du 14/01/97, température de la suspension : 15°C

Les causes potentielles de cette surestimation importante sont multiples : la contamination, l'influence des bulles d'air, le mauvais fonctionnement des compteurs eux-mêmes. Toutes les précautions ont été prises afin de minimiser la contamination, ce n'est donc probablement pas la cause des erreurs. Par ailleurs, les suspensions standard contiennent 0,1% de dispersant, qui, en raison du mélange pour obtenir une suspension homogène pourrait favoriser la production de bulles d'air. De la mousse a été observée à la surface de la suspension. Pourtant, la nécessité d'enlever les bulles d'air n'est pas mentionné par le fabricant de la suspension standard. L'écoulement en circuit fermé pourrait aussi avoir une contribution à la production des bulles d'air et la formation des mousses, malgré toutes les précautions prises lors du montage du système. Ces phénomènes n'ont pas été observés lors de la préparation de l'eau propre en circuit fermé, en absence de dispersant.

Injection de la suspension contenant de sphères de 10 μm

La suspension utilisée a été laissée au repos pendant une période de deux heures, pour que la couche de mousse formée disparaisse. Les sphères de 10 μm ont été ajoutées dans cette suspension. La suspension finale contenait alors environ 173 ($\pm 10\%$) particules d'un diamètre de 5 $\mu\text{m/mL}$, environ 119 ($\pm 10\%$) particules de 10 $\mu\text{m/mL}$ et les particules de l'eau propre. Les compteurs ont été alimentés avec cette suspension toujours en circuit fermé. La formation d'une couche de mousse a été également observée. La figure 4.36

présente les comptes de particules obtenus 30 minutes après le démarrage du comptage comparatif.

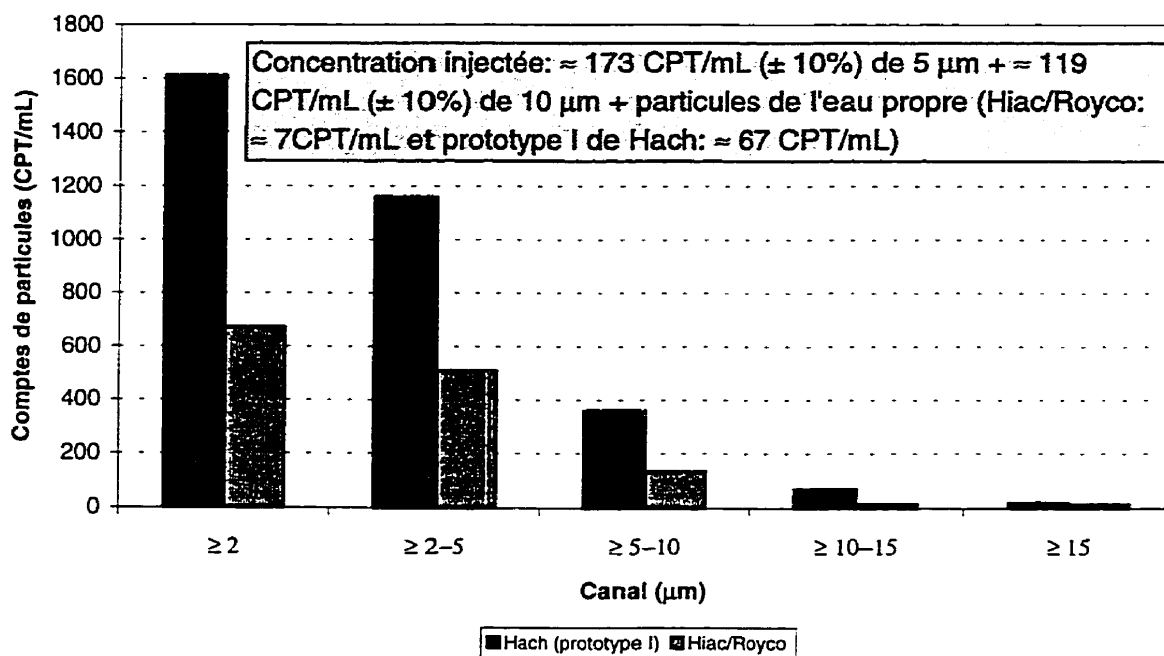


Figure 4.36 Résultats du comptage de particules avec le compteur *Hach* (prototype I) et le compteur *Hiac/Royco* pour la suspension contenant des particules de $5\ \mu\text{m}$ et de $10\ \mu\text{m}$, essais du 14/01/97, température de la suspension : 15°C

Comme on le constate à la figure 4.36, la concentration totale cumulative mesurée est plus élevée que la concentration théorique. Les causes potentielles de cette surestimation sont soit l'influence des bulles d'air ou bien le mauvais fonctionnement des compteurs eux-mêmes. Les résultats obtenus par les deux compteurs sont significativement différents. On doit donc analyser les résultats individuellement pour chaque compteur et vérifier les causes de la surestimation.

Water and Wastewater (APHA *et al.*, 1994) recommandent le traitement aux ultrasons. Ces appareils enlèvent les bulles d'air produites dans les suspensions contenant des particules. Cette méthode permet également de séparer les particules, si elles sont collées les une aux autres. Cette méthode n'augmente pas le risque de contamination. La bouteille contenant la solution est simplement placée dans le bain à ultrasons.

4.4.1.9 Conclusions et recommandations de la phase I

Comparaison de la technologie des compteurs de particules

Les compteurs *Hiac/Royco* offrent une technologie plus avancée du point de vue du système de détection que ceux de *Hach*. Le tableau 4.8 résume la comparaison de la technologie des compteurs de particules utilisés dans le cadre de ce projet.

Tableau 4.8 Comparaison de la technologie des compteurs de particules *Hach* et *Hiac/Royco*

	Compteur <i>Hach</i>	Compteur <i>Hiac/Royco</i>
Taille (μm)	$\geq 2-800$	$\geq 2-400$
Définition des canaux (μm)	$\geq 2-20$	$\geq 2-15$
Tamis (μm)	800	150
Résolution	$<20\%$ à $10 \mu\text{m}$	$< 10\%$ à $5 \mu\text{m}$
Affichage local des informations sur les comptes de particules, débit, etc.	Non	Oui
Calcul de concentration de particules en fonction du débit	Non	Oui
Indicateur d'humidité	Non	Oui
Concentration maximale en particules (CPT/mL)	18 000 particules/mL	12 000 & 18 000 particules/mL

Comparaison des logiciels d'acquisition et de traitement de données

Le logiciel Aqua-ViewTM (utilisé pour les compteurs *Hach*) est plus flexible que AccucountTM aux niveaux de l'option du nombre de canaux, de la possibilité d'analyser les données directement sans avoir à les exporter dans un autre logiciel et l'exportation des données vers un autre logiciel de type tableur commercial. Toutefois, le nombre de canaux offert par le logiciel de compteur *Hiac/Royco* (4 canaux) est suffisant pour les applications en eau potable. Le nombre de canaux est important seulement lorsqu'on veut vérifier la précision d'un compteur avec une suspension contenant de particules de plusieurs tailles.

Toutefois, un nouveau logiciel développé par la compagnie IBR peut remplacer le logiciel "AccucountTM" sans avoir à effectuer des modifications au niveau des compteurs. Il faut mentionner que ce nouveau logiciel n'a pas été évalué dans le cadre de ce travail de recherche.

Précision de la mesure et du comptage des compteurs

Les résultats des essais avec différents types d'eau montrent que les lectures sont différentes d'une marque de compteur à l'autre. L'écart entre les lectures change avec la qualité de l'eau et la taille des canaux. Lors de la comparaison des lectures de compteurs de la même marque, alimentés avec la même eau, un écart moyen atteignant jusqu'à 15% a été observé. Cet écart est élevé car, l'écart recommandé dans la littérature est de 10% (Goldgrabe-Brewen, 1996).

Influence des bulles d'air

Les résultats des essais avec des suspensions standard ont montré que les bulles d'air produites lors du mélange influencent significativement les comptes de particules. Le nombre de bulles d'air augmente également avec la circulation de la suspension en circuit fermé. Les résultats obtenus ne sont donc pas fiables. Par conséquent, les bulles d'air produites doivent être enlevées.

4.4.2 Phase II

Cette phase vise à reprendre les essais de la phase I avec le compteur prototype II de *Hach* et les compteurs *Hiac/Royco*. Le compteur prototype II de *Hach* a été fourni et installé par la société John Meunier Inc. Le prototype II est neuf et possède les mêmes spécifications que le prototype I. Les compteurs de particules *Hiac/Royco* qui ont été utilisés dans la phase I, sont également utilisés durant la deuxième phase. Étant donné que nous ne disposions que d'un seul compteur *Hach* (prototype II), une seule série de lectures pour cette marque est effectuée. Cependant, dans cette phase, les lectures entre deux marques seront comparées. Le protocole expérimental développé à la phase I pour la vérification de la précision de la mesure de la taille et du nombre des particules a été modifié et testé. Les résultats d'application du protocole modifié sont présentés à la section 4.1.2. Les avantages ainsi que les inconvénients de ce protocole y sont également discutés.

Le protocole pour vérifier la précision de la mesure de la taille et du nombre des particules proposé par la compagnie *Hach* a été mis à essai durant cette phase. La vérification a été effectuée par le personnel de la société John Meunier Inc. à l'usine de filtration Atwater. Les résultats de ces essais ainsi que les avantages et les inconvénients de ce protocole sont exposés à la section 4.1.2.6.

4.4.2.1 Reprise des essais

Les essais effectués avec de l'eau brute coagulée à la phase I ont montré que les floccs peuvent encrasser les compteurs, les conduites d'alimentation et les tamis. Par conséquent, aucun essai additionnel n'a été effectué avec de l'eau brute coagulée. Les essais ont tous été réalisés avec de l'eau filtrée.

Les figures 4.37 à 4.41 présentent les résultats obtenus pour les comptes cumulatifs ($\geq 2 \mu\text{m}$) et les comptes différentiels ($\geq 2-5 \mu\text{m}$, $\geq 5-10 \mu\text{m}$, $\geq 10-15 \mu\text{m}$ et $\geq 15 \mu\text{m}$). Les pics et les changements de concentration observés sur la courbe de concentration des particules sont dus aux lavages automatiques du filtre, au type et à la dose du coagulant et de l'aide coagulant injectés. L'injection du coagulant (Ferriclear : 3,25 mg/L) et de l'aide coagulant (Percol LT 35) à l'eau brute de l'usine Atwater a débutée une heure après la maturation du filtre-pilote. Le filtre a été lavé automatiquement après 21 heures d'injection du coagulant et de l'aide coagulant. Il faut mentionner que le filtre-pilote Atwater est lavé automatiquement lorsque la perte de charge atteint 2,30 m ou après 200 heures de filtration. Le filtre est lavé en injectant de l'eau et de l'air par le fond pendant environ 33 minutes. L'injection du coagulant et de l'aide coagulant a débuté immédiatement après le lavage automatique. Le deuxième cycle de filtration a duré 15 heures. L'injection de l'aide coagulant, Percol LT 35 a été arrêtée après 43 heures.

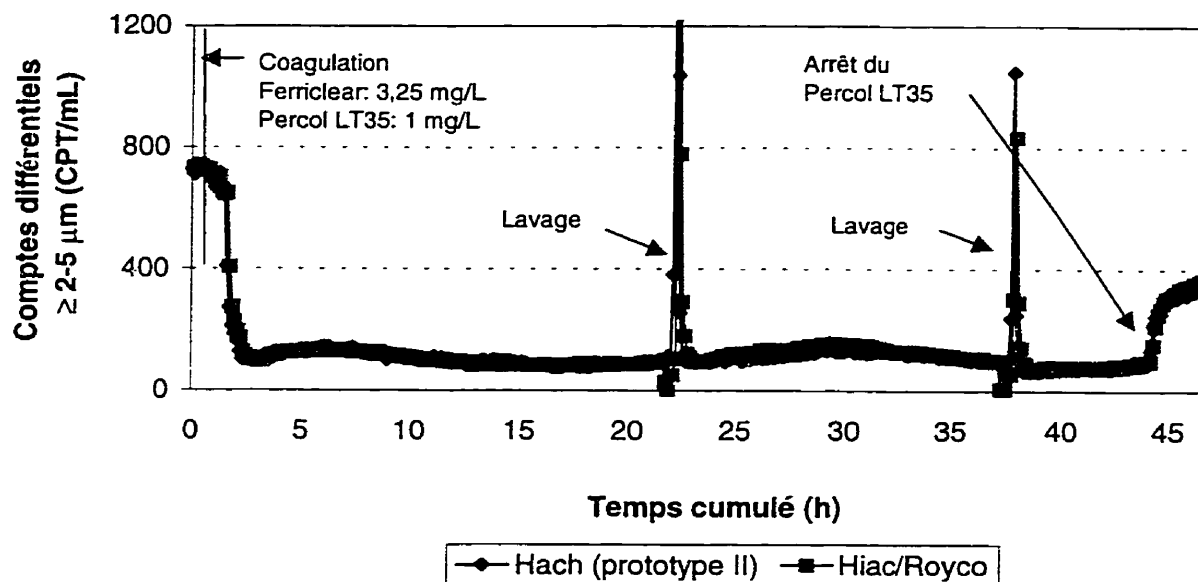


Figure 4.38 Comptes différentiels des particules de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau filtrée, essai du 24/4/97, température de l'eau : 6°C

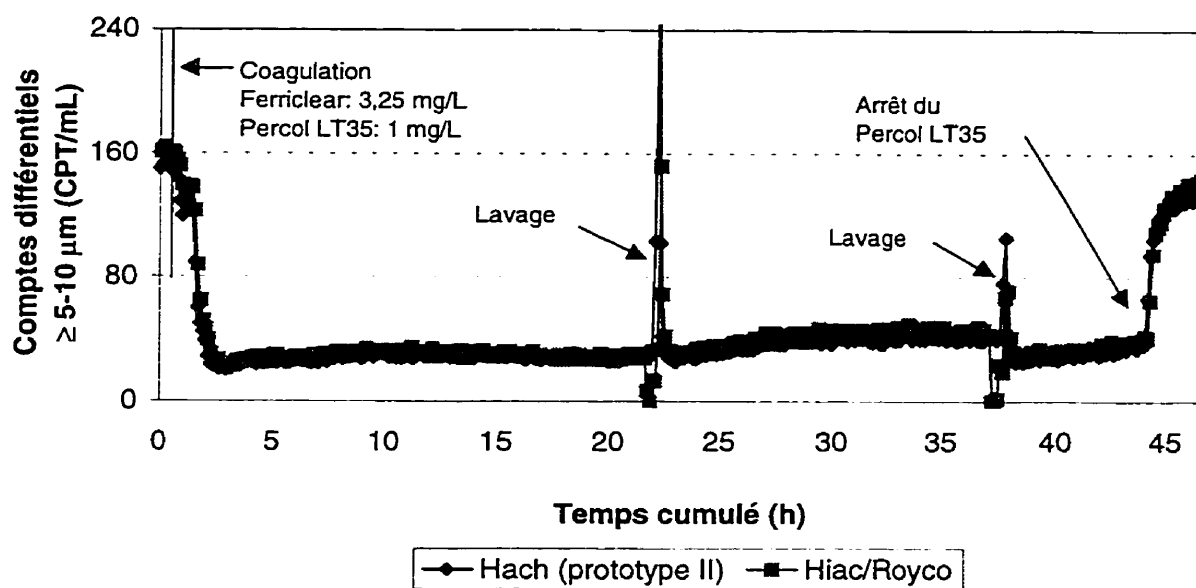


Figure 4.39 Comptes différentiels des particules de $\geq 5-10 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau filtrée, essai du 24/4/97, température de l'eau : 6°C

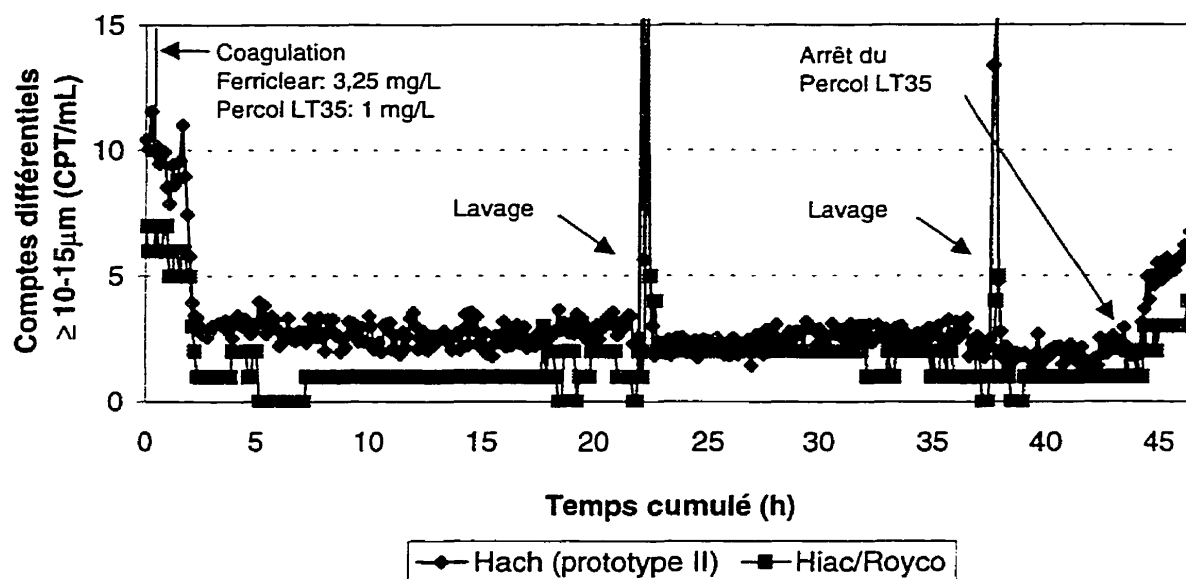


Figure 4.40 Comptes différentiels des particules de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau filtrée, essai du 24/4/97, température de l'eau : 6°C

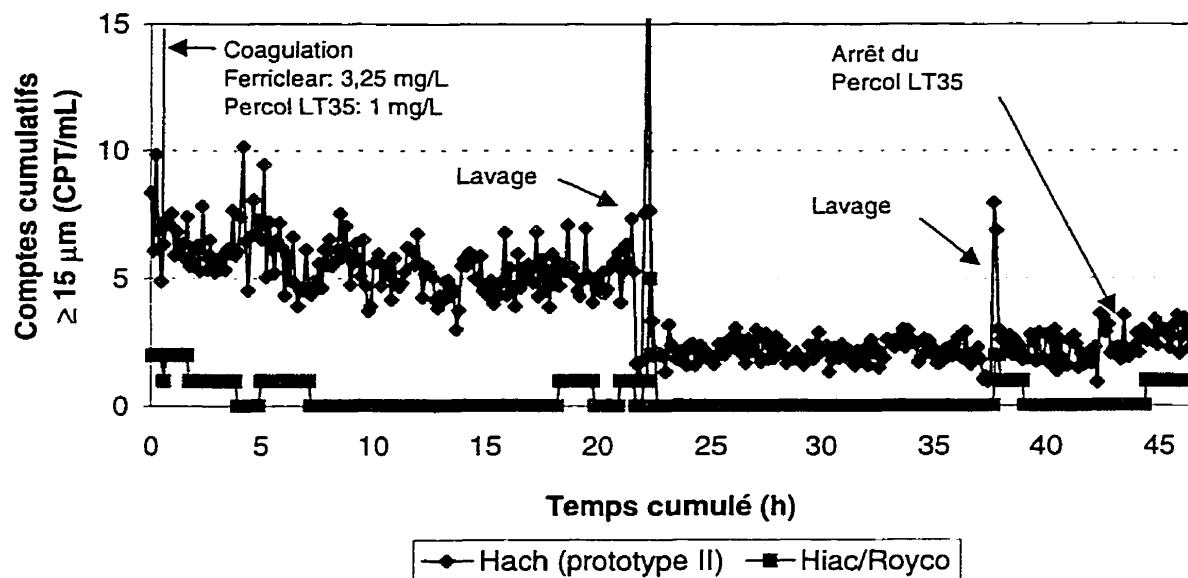


Figure 4.41 Comptes cumulatifs des particules de $\geq 15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau filtrée, essai du 24/4/97, température de l'eau : 6°C

Les résultats des essais avec de l'eau filtrée montrent que les lectures des deux compteurs pour les particules plus grandes que $\geq 2 \mu\text{m}$ sont semblables. Cependant, compte tenu des résultats observés, il n'est pas possible de prédire et de déterminer la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules et du comptage des compteurs utilisés. Par conséquent, des essais avec une eau dont la concentration en particules est connue, doivent être effectués.

4.4.2.2 Modification du protocole expérimental développé à la phase I

Durant cette phase, afin de supprimer les facteurs pouvant fausser les lectures, le protocole expérimental de vérification de la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules développé dans la phase I a subi deux modifications majeures. La première modification a pour but d'enlever les bulles d'air en utilisant un bain à ultrasons. Les ultrasons émis par l'appareil servent également à la séparation des particules, si ces dernières s'aggloméraient. La deuxième modification est au niveau de l'utilisation directe des suspensions standard. Aucune dilution n'a alors été effectuée.

4.4.2.3 Version modifiée du protocole expérimental de la vérification de la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules

Cette section décrit le protocole utilisé pour vérifier la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules.

eau pour le compteur *Hach* a été d'environ 650 mL/min et celui pour le compteur *Hiac/Royco* a été d'environ 250 mL/min.

Protocole expérimental

Il faut d'abord sélectionner les tailles de particules à vérifier. Ensuite, on doit déterminer si une ou plusieurs tailles de particules doivent être vérifiées à la fois. Le volume nécessaire de la suspension est calculé en fonction du nombre de compteurs utilisés, le volume de compteurs, les conduites à travers lesquels la suspension doit passer. Il faut également prévoir un volume pour le rinçage des compteurs. Le volume de suspension nécessaire calculé doit être commandé à un fabricant de ce type du produit

Le protocole expérimental est constitué de 2 étapes : la préparation de l'eau propre (si nécessaire) et les essais avec des suspensions standard. Toutes les précautions doivent être prises afin de minimiser les risques de contamination de la suspension. L'eau utilisée pour la préparation de l'eau propre et celle la suspension contenant des sphères doivent être à la température ambiante. Il en est de même pour la réalisation des étapes du protocole. Ce protocole est applicable à tous les compteurs de particules de type en flux continu et en cuvette/flux continu. Il permet également la vérification de plusieurs compteurs de particules de manière simultanée.

Étape I : préparation de l'eau propre et vérification de l'interférence du bruit de fond

L'objectif est de préparer une suspension contenant moins de 2% du nombre des plus petites particules contenues dans la suspension utilisée (ASTM, 1996). L'eau utilisée doit être déminéralisée. La filtration de l'eau se fait en circuit fermé. Les compteurs sont également alimentés en circuit fermé avec l'eau de la filtration, ce qui permet l'observation de son compte de particules. La préparation de l'eau propre (en circuit fermé), et l'alimentation des compteurs (en circuit fermé) avec cette eau permet un nettoyage et un rinçage automatique des conduites et des compteurs. Les résultats obtenus à cette étape déterminent également, si les circuits électriques (bruit de fond) interfèrent avec les comptes de particules. Un compte de particules inférieur à 60 particules/mL (ANSI, 1990) indique que le bruit de fond n'interfère pas avec les comptes de particules. Dans cette procédure modifiée, l'étape du nettoyage du contenant avec la solution de 10% d'hydroxyde de sodium est éliminée, car le contenant du fabricant de la suspension standard est utilisé.

Les étapes suivies pour la préparation de l'eau propre sont :

1. laver le contenant avec un savon pour la verrerie de laboratoire;
2. rincer le contenant avec l'eau déminéralisée la plus propre disponible;

2. nettoyer les compteurs et les conduites avec une solution nettoyante;
3. rincer les compteurs et les conduites avec l'eau du robinet ;;
4. alimenter les compteurs avec l'eau propre. Cette eau doit contenir une concentration totale de particules inférieure à 2% de la concentration des petites particules contenues dans la suspension utilisée. Par ailleurs, l'eau propre commerciale doit contenir moins de particules que la concentration maximale spécifiée par le fournisseur.

Si la concentration totale de particules de l'eau (pour tous les deux types d'eau) ne baisse pas sous 60 particules/mL (Hargesheimer *et al.*, 1992), le bruit de fond interfère avec les comptes de particules.

Étape II : essais avec des suspensions contenant des sphères standard

Les étapes de la procédure sont :

1. l'arrêt de l'alimentation des compteurs avec de l'eau propre ;
2. la vidange des compteurs et des conduites s'ils contiennent encore de l'eau propre ;
3. l'application des instructions du fabricant de la suspension ;
4. la séparation des particules contenues dans la suspension standard et l'enlèvement des bulles d'air à l'aide d'un bain à ultrasons pendant 30 seconds (Hargesheimer *et al.*, 1992), sauf si exécuté à l'étape selon les indications du fabricant du produit ;
5. le mélange de la suspension à l'aide d'un agitateur magnétique durant l'essai ;

6. l'alimentation des compteurs avec la suspension standard et l'envoi de l'effluent des compteurs (pour les fins de rinçage) à l'égout pendant quelques minutes ;
7. la vérification du débit des compteurs pendant le rinçage ;
8. l'évacuation de l'effluent des compteurs dans le contenant de la suspension standard (circuit fermé). Couvrir le contenant avec une pellicule de plastique propre ;
9. l'alimentation des compteurs avec la suspension standard en circuit fermé jusqu'à ce que les nombres de particules soient stables (une variation maximal environ 1% de la concentration en particules de la suspension d'alimentation est tolérée).

4.4.2.4 Résultats obtenus avec le protocole expérimental modifié

Le protocole modifié a été utilisé le 10 juillet 1997 à l'usine de filtration Atwater. Un bain à ultrasons (Branson, Shelton, Conn.) a permis d'enlever les bulles d'air et de séparer les sphères agglomérées. En ce qui concerne, les suspensions contenant les sphères standard en polymère (tailles et nombre de particules connus), la compagnie Duke Scientific Corporation (Palo Alto, CA) a récemment développé une suspension contenant des sphères de deux tailles différentes. Ce produit "Multimodal CC2200-M01" a été développé pour être utilisé dans les usines de traitement d'eau potable munies de compteurs de particules. Afin d'éviter la dilution de la suspension, le fabricant nous a fourni la suspension dans un contenant de 3 litres. La suspension contient des sphères de 3 μm et de 10 μm de diamètre avec un coefficient de variance inférieur à 2,0%. La concentration de ces sphères sont respectivement 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$)

de cette suspension est différente de celle utilisée lors de la première phase. L'utilisation d'un bain à ultrasons est exigée par le fabricant. Ce point a été tout récemment ajouté au mode d'emploi du produit. Cependant, le fabricant n'a rien spécifié quant au type du contenant de produit, mais son matériel semble être en polymère de genre polyéthylène. Le mode d'emploi de ce produit est présenté à l'annexe II.

Un volume d'environ 250 ml de cette suspension (de 3 litres) a été utilisé dans le protocole expérimental de la compagnie *Hach*. Il faut mentionner qu'avant ce prélèvement, toutes les recommandations spécifiées par le fabricant ont été scrupuleusement respectées. La composition de "Multimodal CC2200-M01" est décrite au tableau 4.9.

Tableau 4.9 Composition et concentration en poids des suspensions contenant des sphères standard utilisées "Multimodal CC2200-M01" (Duke Scientific Corporation, Palo Alto, CA)

Composant	Concentration en poids (%)
Sphères solides en polystyrène	≤ 1
Eau	99–100
Dispersant (si présent)	$<0,01$
Agent de conservation (si présent)	$<0,1$

peu de particules. L'American National Standards Institute (1990) définit l'eau propre comme suite : c'est une eau qui contient moins de 1% du nombre des plus petites particules contenues dans la suspension standard utilisée. L'ASTM (1996) recommande, pour l'eau propre, une concentration de particules inférieure à 2% de la concentration de particules contenues dans la suspension utilisée.

Le contenant utilisé pour la préparation de l'eau propre est lavé avec un savon pour la verrerie de laboratoire. Ensuite il est rincé avec de l'eau déminéralisée et filtrée (0,22 μm , MilliQ^{UV}Plus, Millipore, ONT, CANADA). La concentration totale de particules de l'eau propre est de 7 particules/mL quand mesuré par le compteur *Hiac/Royco* et de 12 particules/mL par le compteur de *Hach*. Ces comptes de particules n'ont plus baissé et étaient stables pendant 2 heures. Rappelons que l'objectif était de préparer une eau avec une concentration de particules inférieure à 2% de la concentration des plus petites particules contenues dans la suspension utilisée, soit environ 4 particules/mL. On note également une grande différence entre les comptes de particules de l'eau purifiée à l'étape I et II pour les mesures effectuées par les compteurs prototypes I et II (prototype I : 67 particules/mL).

Après l'étape de la préparation de l'eau propre et la vérification de l'interférence du bruit de fond, un essai avec la suspension contenant des sphères standards "Multimodal" a été effectué (étape II du protocole). Les figure 4.42 et 4.43 illustrent les résultats obtenus par les deux compteurs. Durant cet essai, la conduite d'alimentation des compteurs

Hiac/Royco a été coincé dans la tête de la pompe utilisée. Nous avons donc été obligés d'arrêter l'alimentation du compteur *Hiac/Royco* et de régler le problème.

À l'observation des figures 4.42 et 4.43 on constate que les nombres de particules, surtout pour les petites tailles, augmentent lentement avec le temps et qu'ils se stabilisent 1 heure et 45 minutes après le démarrage du comptage des particules. De plus, les compteurs des deux marques affichent dans le temps la même tendance pour l'augmentation et la stabilisation des comptes. Toutes les étapes du mode d'emploi spécifiées par le fabricant du produit, sauf l'étape 3, ont été suivies. Il faut aussi mentionner que le produit a été utilisé avant sa date d'expiration. Donc, théoriquement, les nombres de particules devraient être constants dès le début du comptage. L'augmentation des comptes de particules qui a été observée peut être due à la qualité de la suspension, étant donné que ce phénomène est observé pour les deux compteurs. Comme on le constate au tableau 4.9, la suspension utilisée ne contenait pas de dispersant. En absence de dispersant, il est possible que les sphères aient été adsorbées sur la paroi de la bouteille contenant la suspension ou qu'elles aient été agglomérées les unes après les autres. Il est aussi possible que la période de traitement aux ultrasons spécifiée par le fabricant (30sec) ne soit pas suffisante. Une période de traitement aux ultrasons de 5 minutes est recommandée par l'ASTM (1996) dans le cas d'étalonnage des compteurs de particules.

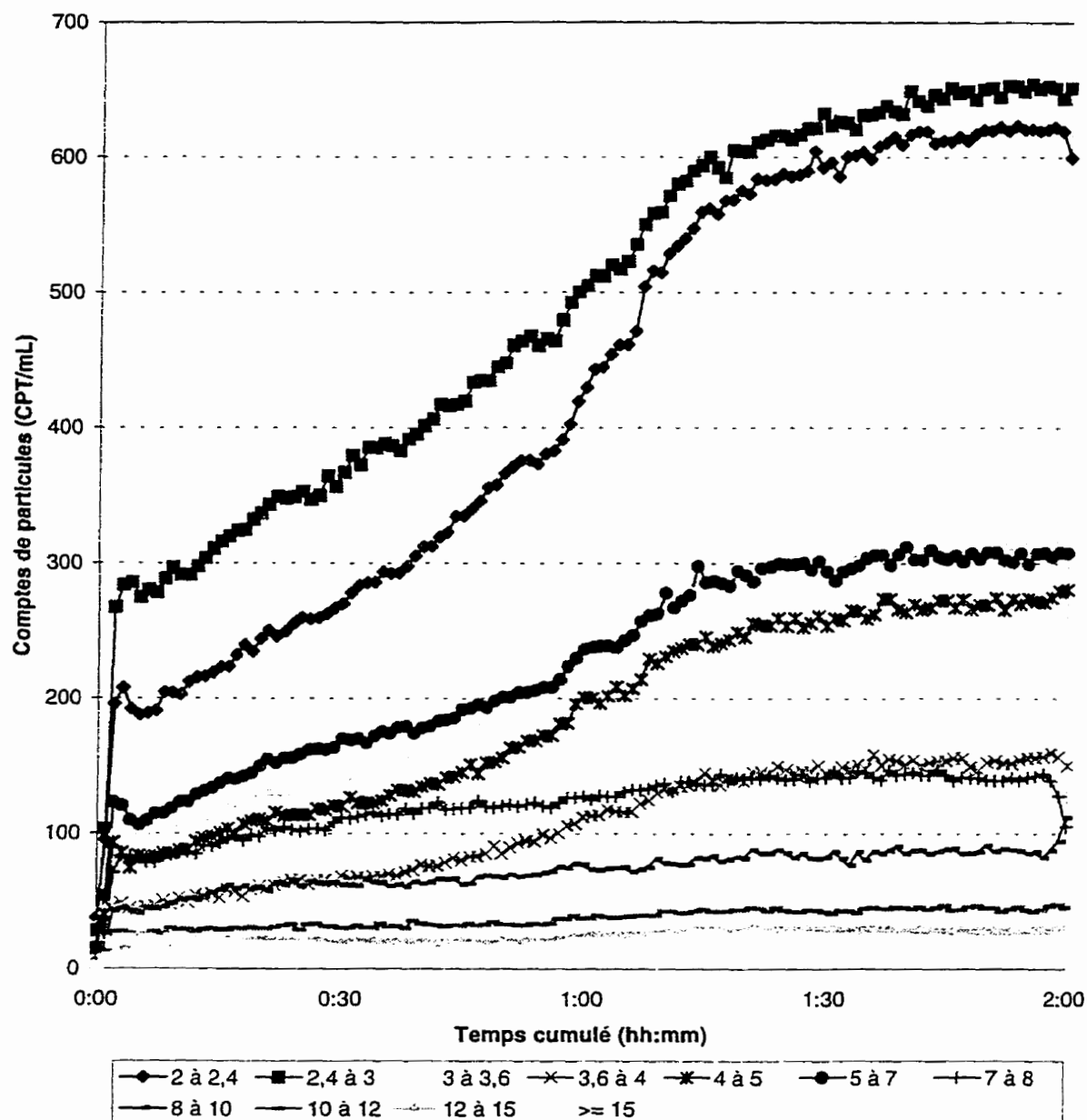


Figure 4.43 Résultats du comptage de particules avec le compteur *Hach* (prototype II) pour la suspension contenant des sphères de 3 et 10 μm avec des concentrations respectives de 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$) particules/mL (Multimodal), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19° C

Compte tenu de la limitation des compteurs *Hiac/Royco* au niveau du choix de canaux (4 canaux avec le logiciel "AccucountTM"), la vérification de la précision de la mesure avec la suspension standard utilisée (contenant des sphères de deux tailles) n'a pas été possible (voir figure 4.42). Par ailleurs, le choix de 15 canaux pour les compteurs *Hach* permet de vérifier la précision de la mesure. Étant donné que la résolution des compteurs *Hach* est de 20% pour des sphères ayant un diamètre de 10 μm (spécifiée par le fabricant), les canaux de $\geq 8\text{-}10\text{ }\mu\text{m}$ et de $\geq 10\text{-}12\text{ }\mu\text{m}$ ont été choisis. La même résolution est considérée pour les sphères de 3 μm . Deux canaux de $\geq 2,4\text{-}3\text{ }\mu\text{m}$ et de $\geq 3\text{-}3,6\text{ }\mu\text{m}$ ont été choisis les particules ayant un diamètre de 3 μm . Les autres canaux restant (11 canaux) ont été ajustés entre ≥ 2 et $\geq 15\text{ }\mu\text{m}$.

En ce qui concerne la précision du comptage, un pourcentage d'incertitude élevé de $\pm 20\%$ au niveau du compte de particules du produit "Multimodal" ne permet pas de vérifier la précision du comptage des compteurs de particules. Les figures 4.44 à 4.48 illustrent également les changements des lectures des deux marques pour les canaux de $\geq 2\text{ }\mu\text{m}$, $\geq 2\text{-}5\text{ }\mu\text{m}$, $\geq 5\text{-}10\text{ }\mu\text{m}$, $\geq 10\text{-}15\text{ }\mu\text{m}$ et $\geq 15\text{ }\mu\text{m}$ en fonction du temps. La figure 4.44 démontre que, les lectures des deux compteur (après 1 heure et 45 minutes) correspondent au nombre total de 2200 ($\pm 20\%$) particules/mL, spécifié par le fabricant de la suspension standard.

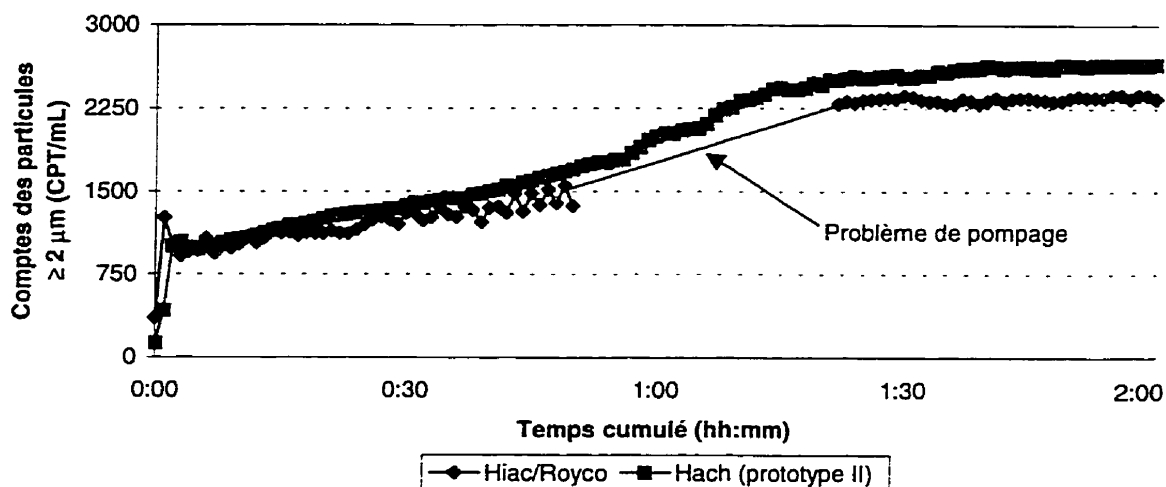


Figure 4.44 Résultats des comptes cumulatifs de $\geq 2 \mu\text{m}$ pour la suspension contenant des sphères de 3 et $10 \mu\text{m}$ avec des concentrations respectives de 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$) particules/mL (Multimodal), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19°C

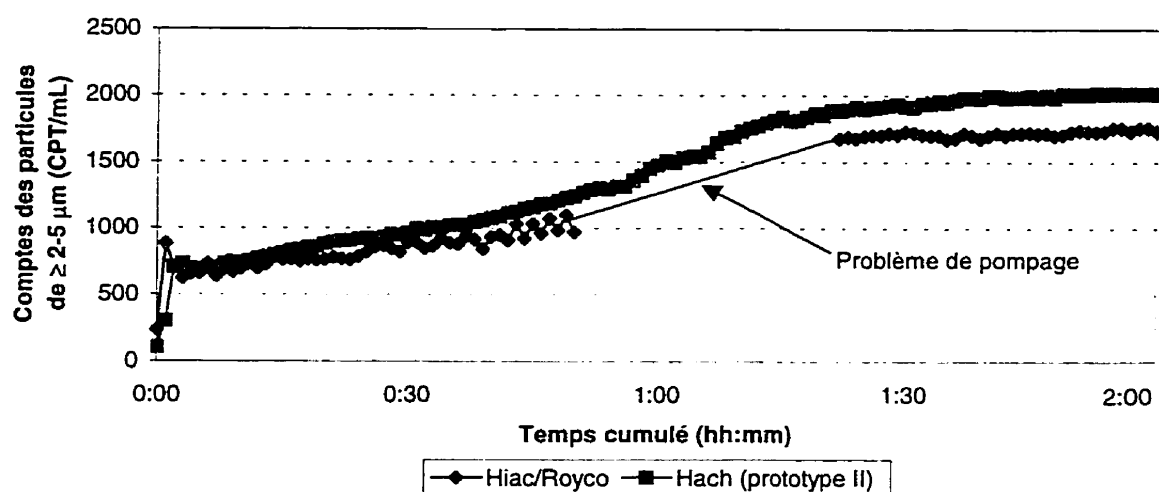


Figure 4.45 Résultats des comptes différentiels de $\geq 2-5 \mu\text{m}$ pour la suspension contenant des sphères de 3 et $10 \mu\text{m}$ avec des concentrations respectives de 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$) particules/mL (Multimodal), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19°C

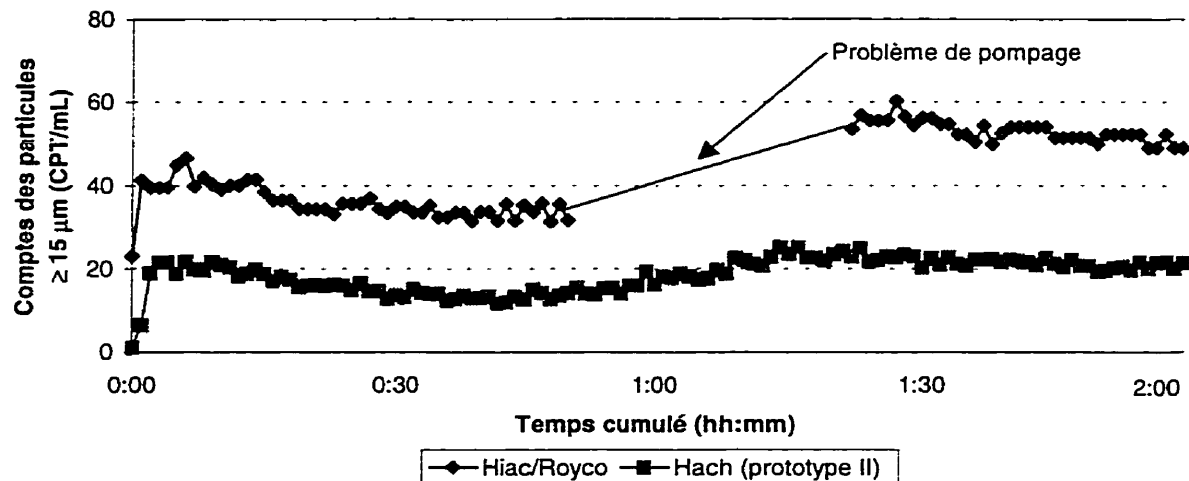


Figure 4.48 Résultats des comptes cumulatifs de $\geq 15 \mu\text{m}$ pour la suspension contenant des sphères de 3 et $10 \mu\text{m}$ avec des concentrations respectives de 2000 ($\pm 20\%$) et 200 ($\pm 20\%$) particules/mL (Multimodal), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19°C

L'observation de ces résultats permet d'affirmer que les mesures effectuées par ces compteurs ne correspondent pas aux tailles des sphères contenues dans la suspension d'alimentation. De plus, théoriquement, il ne devrait pas y avoir de particules détectées dans le canal $\geq 15 \mu\text{m}$. Comme on le constate sur la figure 4.48, le compteur *Hach* y classe environ 20 particules/mL alors que le compteur *Hiac/Royco* y classe 50 particules/mL. Ces effets peuvent être les conséquences de l'agglomération de particules dans la suspension utilisée ou de l'impression des compteurs eux-mêmes. La figure 4.49 présente la répartition des sphères en terme de taille, mesurée par les deux compteurs (comptes stabilisés) d'une manière globale et comparative.

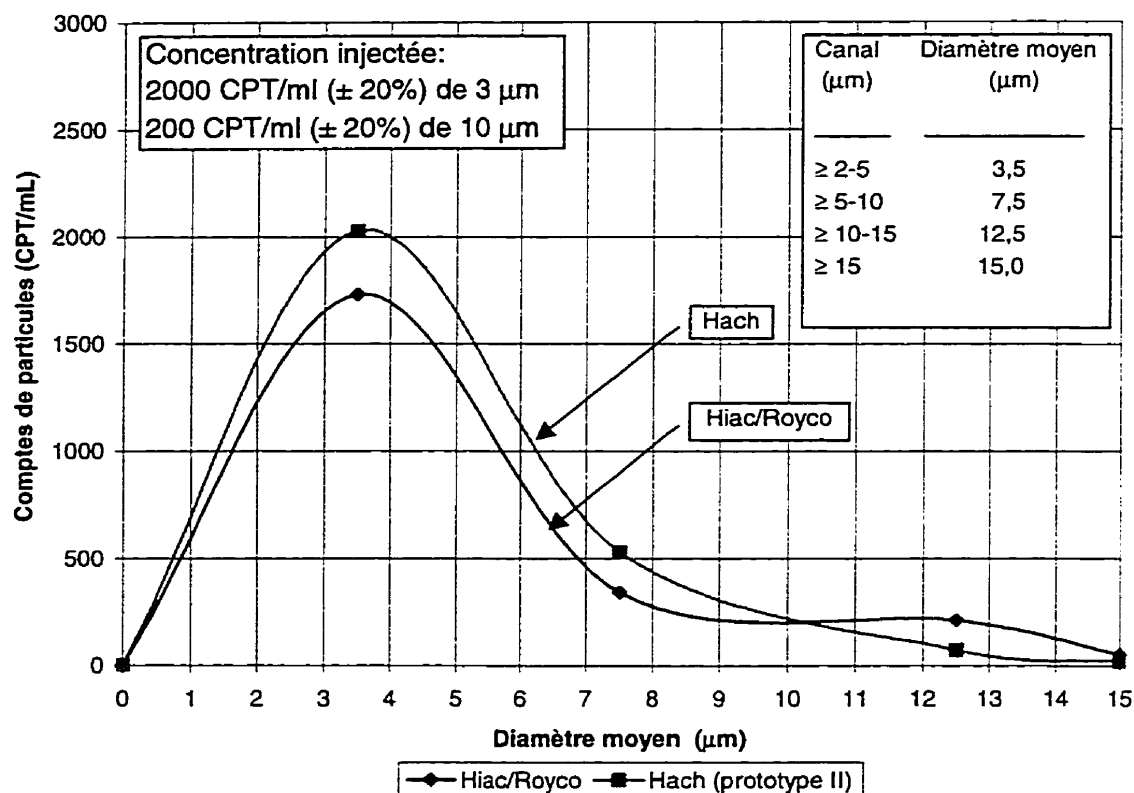


Figure 4.49 Distribution en taille des sphères contenues dans le produit "Multimodal", déterminée par les compteurs *Hach* (prototype II) et *Hiac/Royco* (4 canaux), essai du 10/9/97, température de la suspension : 19° C

La figure 4.49 démontre clairement que, la limitation du choix au niveau du nombre de canaux (4 canaux) réduit la qualité de l'information fournie. La figure 4.50 illustre une répartition plus fine des comptes de particules déterminés par le compteur *Hach* (supportant 15 canaux). La comparaison entre ces données met en évidence le rôle joué par le nombre de canaux. En effet, plus ce nombre est grand et plus l'information est détaillée. Toutefois, il faut garder à l'esprit que ce facteur n'affecte en rien la précision des mesures réalisées.

Tableau 4.10 Avantages et inconvénients du protocole développé

Avantages	Inconvénients
• Application à tous les types de compteurs de particules utilisés en eau potable • Vérification simultanée de la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules de plusieurs compteurs de particules • Vérification de l'interférence causée par le bruit de fond en utilisant de l'eau propre • Alimentation en circuit fermé permet l'homogénéisation de la suspension	• Volume requis de suspension standard important • Montage spécifique pour l'écoulement en circuit fermé • Nettoyage et rinçage des compteurs avec de l'eau propre

4.1.2.6 Protocole de la vérification de la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules proposé par la compagnie *Hach* pour le modèle 1900 WPCTM

Ce protocole n'est applicable qu'au compteur 1900 WPC de la compagnie *Hach*. Les étapes à suivre sont présentées à l'annexe III. En résumé ce protocole consiste en injection rapide et directe d'une suspension du type "Multi-Modal" (contenant des sphères de deux tailles différentes avec des concentrations connues) dans un détecteur alimenté avec de l'eau filtrée (≤ 500 particules/mL). Le volume de suspension requis à

utiliser pour la suspension est très faible (environ 25 mL), ce qui constitue l'avantage majeur de ce protocole. Le nettoyage et le rinçage des compteurs et des conduites ne sont d'ailleurs pas nécessaires. Les mesures et les injections nécessitent une vigilance accrue de la part de l'analyste. Les tailles des sphères contenues dans la suspension injectée ne sont pas mentionnées dans le protocole. Cependant, l'ajustement des canaux à 2,0 ; 5,0 ; 7,0 ; 8,5 ; 11,5 ; 13 ; 15 et 20 μm est spécifié.

Ce protocole a été mis en application deux fois le 9 septembre 1997 à l'usine de filtration Atwater. La vérification a été effectuée par le personnel de la société John Meunier. La suspension "Multimodal" (Duke Scientific Corporation, Palo Alto, CA) contenant des sphères de deux tailles de 3 et 10 μm ($\leq 2,0\%$) a été injectée. La concentration de ces sphères était respectivement de 2000 ($\pm 20\%$) et de 200 ($\pm 20\%$) particules/mL. La composition et le mode d'emploi spécifiés par le fabricant sont présentés au paragraphe 4.1.2.4 et à l'annexe II. Toutes les étapes du mode d'emploi du produit ainsi que celles du protocole développé par la compagnie "Hach" ont scrupuleusement été suivies. Afin d'obtenir les résultats, les données du comptage doivent être transférées et traitées avec le logiciel Excel 5,0 (étape 7 ou 8 du protocole). Les résultats obtenus sont présentés au tableau 4.11.

Tableau 4.12 Avantages et inconvénients du protocole de la vérification de la mesure et du comptage de *Hach*.

Avantages	Inconvénients
• Volume nécessaire pour les suspensions standard très faible (25 mL) • Rapidité • Ne nécessite pas d'eau propre	• Applicable seulement au compteur 1900 WPC™ • Vérification d'un seul compteur à la fois • Nécessité d'une vigilance accrue de la part de l'analyste • Montage spécifique pour l'injection de la suspension • Nécessité d'une suspension homogène

4.4.2.7 Conclusions et recommandations de la phase II

Les résultats des essais effectués à la phase II montre que les lectures des deux compteurs sont très semblables. Les écarts observés entre les lectures varient de 5 à 12% dépendant de la qualité de l'eau d'alimentation. La comparaison des résultats de la phase I et ceux de la phase II permet de conclure que la qualité de l'étalonnage ainsi que l'usure avec le temps a un effet important sur la précision de la mesure de la taille et du nombre de particules. Par conséquent les utilisateurs doivent vérifier périodiquement la qualité de la mesure et du comptage. Étant donné l'absence d'une méthode normalisée de vérification de la qualité, les utilisateurs et les fabricants des compteurs de particules devraient développer leur propre méthode. La compagnie *Hach* propose un protocole pour le

modèle "1900 WPCTM". L'efficacité de ce protocole dépend de la qualité de la suspension standard injectée et de l'habileté de l'analyste. La méthode développée dans le cadre de ce projet est très efficace. Cette méthode permet de vérifier la précision de plusieurs compteurs de particules simultanément, car les appareils sont alimentés avec une même suspension. L'inconvénient majeur de ce protocole demeure l'important volume de suspension à utiliser et par ce fait même son coût très élevé.

Les résultats de l'application de la méthode élaborée dans ce projet suggèrent que les mesures effectuées par les compteurs ne sont pas précises. Si les nombres totaux de particules ($\geq 2 \mu\text{m}$) mesurés par les deux compteurs restent dans l'intervalle de confiance des mesures spécifiées par le fabricant de la suspension, il n'en est pas de même pour la taille des sphères détectées. Il en résulte que, malgré la meilleure résolution du compteur *Hiac/Royco*, les deux marques affichent des précisions semblables. On peut conclure que, la technologie plus avancée de compteurs *Hiac/Royco* aux niveaux de la résolution, de l'affichage local des informations et du calcul de comptes de particules en fonction du débit ne joue pas un rôle important sur la précision des résultats.

Il serait également souhaitable que le fabricant du produit Duke Scientific Corporation (Palo Alto, CA) améliore la précision du nombre de particules de ses suspensions. En effet, l'intervalle de confiance de 20% n'apparaît pas suffisante. De plus, il devrait améliorer la qualité de la suspension pour éviter l'agglomération des particules et limiter le potentiel d'adsorption des particules sur la paroi du contenant.

Utilisation des compteurs de particules

Les compteurs de particules sont beaucoup plus sensibles que les turbidimètres. Par conséquent, ils requièrent plus d'effort pour leur entretien et leur fonctionnement. Les résultats des essais réalisés dans le cadre de ce projet ont montré que l'eau coagulée encrasse les conduites et la zone de détection de compteurs et rend les lectures non fiables. Lors de l'utilisation des compteurs de particules, les paramètres suivants doivent être étroitement surveillés : le débit et la concentration de particules dans l'eau d'alimentation. La qualité de la mesure de la taille et du nombre doit être vérifiée périodiquement. Étant donné qu'aucune méthode normalisée n'est encore mise au point, les utilisateurs et les fabricants des compteurs de particules devraient élaborer leur propre méthode.

Méthodes de vérification de la qualité de la mesure de la taille et du nombre de particules

Les résultats obtenus en utilisant la méthode développée dans ce projet attestent de son efficacité. L'utilisation d'un circuit fermé permet de vérifier la qualité de la mesure de la taille et du nombre de particules de plusieurs compteurs de particules de manière simultanée. Dans les cas où : a) la suspension utilisée n'est pas homogène; b) les sphères sont agglomérées ensembles; c) les sphères sont adsorbées sur la paroi, ce type d'alimentation permet la désagrégation des sphères contenues dans la suspension et

l'homogénéisation de la suspension. L'inconvénient majeur de ce protocole est le volume de la suspension standard utilisée, car cette dernière est coûteuse. Les résultats obtenus avec cette méthode montrent que les mesures de la taille des particules ne sont pas précises. Cependant, les lectures de nombres cumulatifs sont assez précises.

L'efficacité du protocole élaboré par la compagnie *Hach* pour son modèle 1900 WPCTM dépend de la qualité de la suspension injectée et de la vigilance de l'analyste. Si à l'avenir on établit une norme du comptage de particules, l'élaboration d'une méthode standard de la vérification de la qualité de la mesure serait indispensable.

Comparaison des deux compteurs de particules

Comparaison de la technologie des compteurs de particules

Les compteurs *Hiac/Royco* ont un niveau technologique plus avancé pour l'affichage local des informations et pour le calcul de comptes de particules en fonction du débit.

Comparaison des logiciels d'acquisition et de traitement de données

Le logiciel Aqua-ViewTM (utilisé pour les compteurs *Hach*) est plus flexible que AccucountTM aux niveaux de : a) la possibilité de sélectionner un nombre plus grand de canaux ; b) la possibilité d'analyser les données directement sans avoir à les exporter dans

un autre logiciel. Il faut cependant souligner que, le nombre de canaux offert par le logiciel du compteur *Hiac/Royco* (4 canaux) est suffisant pour les applications en eau potable. Le nombre de canaux est important seulement lorsqu'on veut vérifier la précision de compteurs avec une suspension contenant de particules de plusieurs tailles.

Précision de la mesure de la taille et du nombre de particules des deux compteurs

Les résultats des essais effectués dans le cadre de ce projet montrent que, lorsque les deux compteurs sont bien étalonnés, ils affichent des résultats semblables pour les nombres cumulatifs. En ce qui concerne les comptes différentiels, classés en fonction de la gamme de tailles de canaux, leurs lectures sont légèrement différentes. Quant à la précision de la mesure avec les suspensions contenant des sphères standard, les deux marques s'équivalent et souffrent des mêmes lacunes. Il en résulte que malgré la meilleure résolution de compteurs *Hiac/Royco*, les deux marques affichent des précisions semblables.

Impact de la présence de floes

Lors de la mesure du nombre de particules dans l'eau brute coagulée, les deux compteurs des deux marques s'encrassent, ce qui entraîne un dérivé des résultats. Le tamis plus fin et le débit plus faible des appareils *Hiac/Royco* favorisent davantage l'encrassement.

Recommandations

Les résultats obtenus et les problèmes rencontrés dans ce projet confirment que les méthodes d'étalonnage de ces appareils devraient être améliorées

CALIFORNIA DEPARTMENT OF HEALTH SERVICES (1991). Surface Water Treatment Staff Guidance Manual. Office of Drinking Water.

CROZES, G. F., KREFT, P. et PATANIA, N. (1994). Treatment of cold, low turbidity, low alkalinity waters to meet the SWTR Pacific Northwest experiences. AWWA Water Quality Technology Conference, November 6-10, San Francisco, CA, 793-815.

DESJARDINS, R. (1990). Le traitement des eaux. École Polytechnique de Montréal, Montréal.

FOSTER, J., HELFRICH, G. G. et HAAS, D. L. (1994). Particle count as an effective tool for filter evaluations. AWWA WQTC, San Francisco, 1009-1026.

GOLDGRABE, J. C., SUMMERS, R. S., MILTNER, J. C. et FOX, K. R. (1992). Particle counting as a method of evaluating conventional and biological filter performance. AWWA Water Quality Technology Conference, Denver, CO, 1527-1557.

GOLDGRABE, J. C., WILKINS, K. A., LAI, H. et MARLER, B. (1994). Increasing *Giardia* removal credits through particle removal demonstration studies. AWWA Annual Conference, June 19-23, New York, New York.

GOLDGRABE-BREWEN, J. C. (1996). Count-matched particle counters: experience with quality assurance specifications. WQTC, Boston, MA.

HARGESHEIMER, E. E. et LEWIS, C. M. (1996). A Practical Guide to On-Line Particle Counting. AWWARF and AWWA, Denver, Colo. 129 p.

HARGESHEIMER, E. E., LEWIS, C. M. et YENTSCH, C. M. (1992). Evaluation of Particle Counting as a Measure of Treatment Plant Performance. AWWARF and AWWA, Denver, Colo. 319 p.

HIBLER, C. P. (1988a). An Overview of the Techniques Used for Detection of *Giardia* Cysts in Surface Water. University of Calgary Press, Calgary. 197-204 p.

HILMOE, D. J. et CLEASBY, J. L. (1986). Comparing constant-rate and declining-rate direct filtration of a surface water. JAWWA, 78, 26-34.

LECHEVALLIER, M. W. et NORTON, W. D. (1992). Examining relationships between particle counts and *Giardia*, *Cryptosporidium* and turbidity. AWWA, 84(12), 54-60.

LEGUBE, B. (1992). La matière organique naturelle. Université de Poitiers, Poitiers.

LIBERMAN, A. (1988b). Calibration requirements and methods for liquid borne particle counters. J. Environ. Sci., (May/June), 34-36.

POWELL, S. T. (1954). Water Conditioning for Industry. McGraw-Hill, Toronto. 548 p.

PRINIE. (1989). Guidance Manual for Compliance with the Filtration and Disinfection Requirements for Public Water Systems Using Surface Water Sources. October 1989 Edition. National Technical Information Service PB90-148016.

ROSE, J. B. (1988). Occurrence and significance of *Cryptosporidium* in water. AWWA, 80(2), 53-77.

SHAPIRO, H. M. (1988). Practical Flow Cytometry. Alan R. Liss, Inc., New York.

VANDE VENTER, L. W. et MCAVOY, M. K. (1985). The benefit of on line particle counting: Optimization of pilot and full scale clarification and filtration processes for removal of *Giardia* and *Cryptosporidium*-sized particles. AWWA National Conference, June 1995,, Anaheim, California.

WEST, T., DANIEL, P., MEYERHOFER, P., DEGRACA, A. et GERBA, C. (1994). Evaluation of *Cryptosporidium* removal through high-rate filtration. AWWA Annual Conference, Denver, CO., 493-504.

L'effet de la coagulation sur les concentrations de particules pour 3 différents cycles de filtration avec différentes conditions de fonctionnement sera présenté dans cette annexe. Les tamis utilisés, les débits d'alimentation, ainsi que les débits affichés et mesurés au début et à la fin de chaque cycle de filtration avec coagulation sont décrits. Puisque les concentrations de particules mesurés par les compteurs *Hach* ne sont pas corrigés en fonction du débit affiché (étant mesuré par le débitmètre local) et comme les débits affichés de ce compteur-ci ne semblent pas être fiables, ces débits ne sont pas présentés

CYCLE I

Tableau I.I Conditions d'opération des compteurs de particules, essai du 10/10/96

	<i>Hiac/Royco</i>	Prototype I de <i>Hach</i>
Porosité du tamis utilisé (µm)	150	800
Débit d'alimentation (mL/min)	220,0	640,0
Débit à travers le détecteur spécifié par le fabricant (mL/min)	25,0	200,0 (±10)
Début de la coagulation		
• débit affiché sur le compteur (mL/min)	25,1	-
• débit mesuré (mL/min)	25,2	200,0
Fin de la coagulation		
• débit affiché sur le compteur (mL/min)	25,6	-
• débit mesuré (mL/min)	21,5	180,0
Coagulant	Ferriclear : 10,5 mg/L	
Durée de l'injection du coagulant	5h40	
Turbidité à l'eau brute	1.20 UTN	
Température de l'eau	14° C	

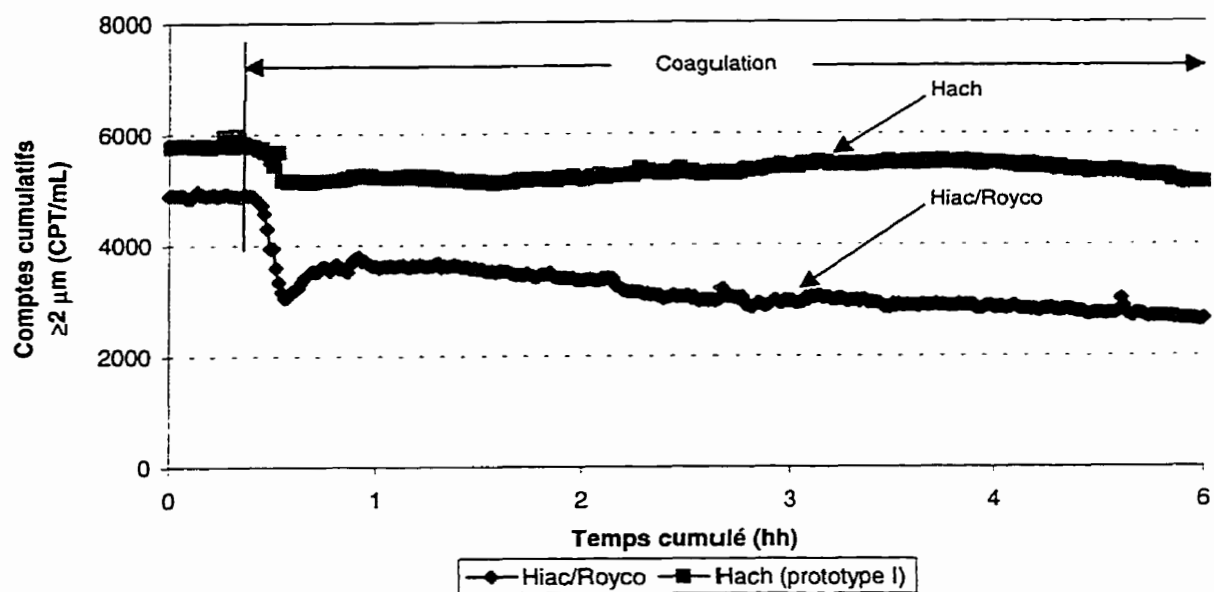


Figure I.I.I Comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée

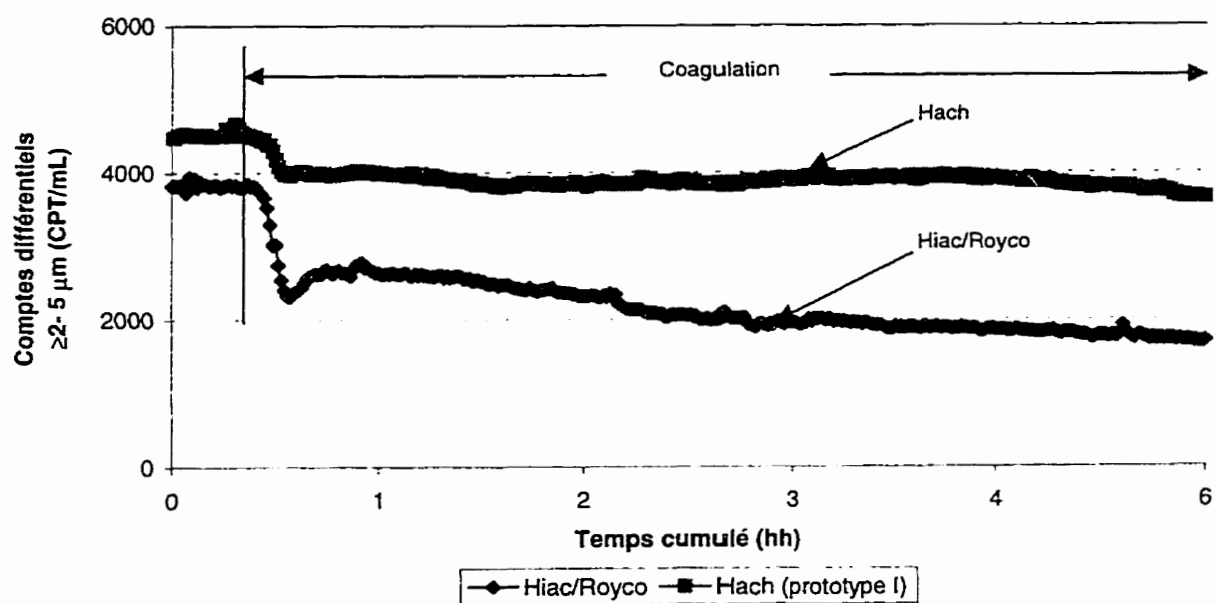


Figure I.I.II Comptes différentiels des particules de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée

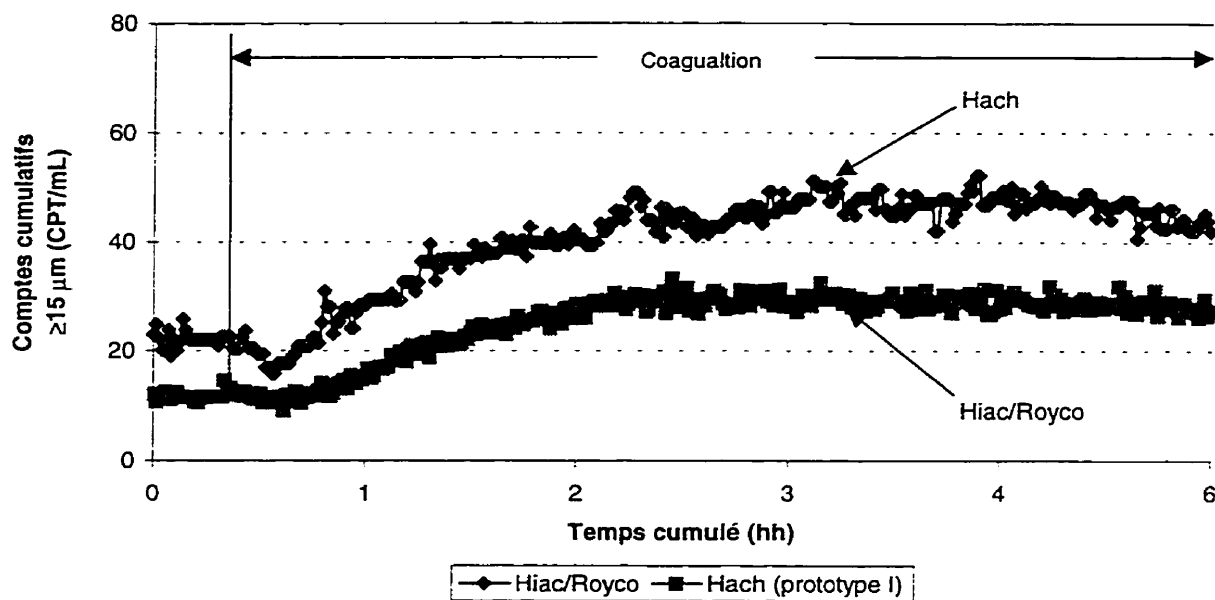
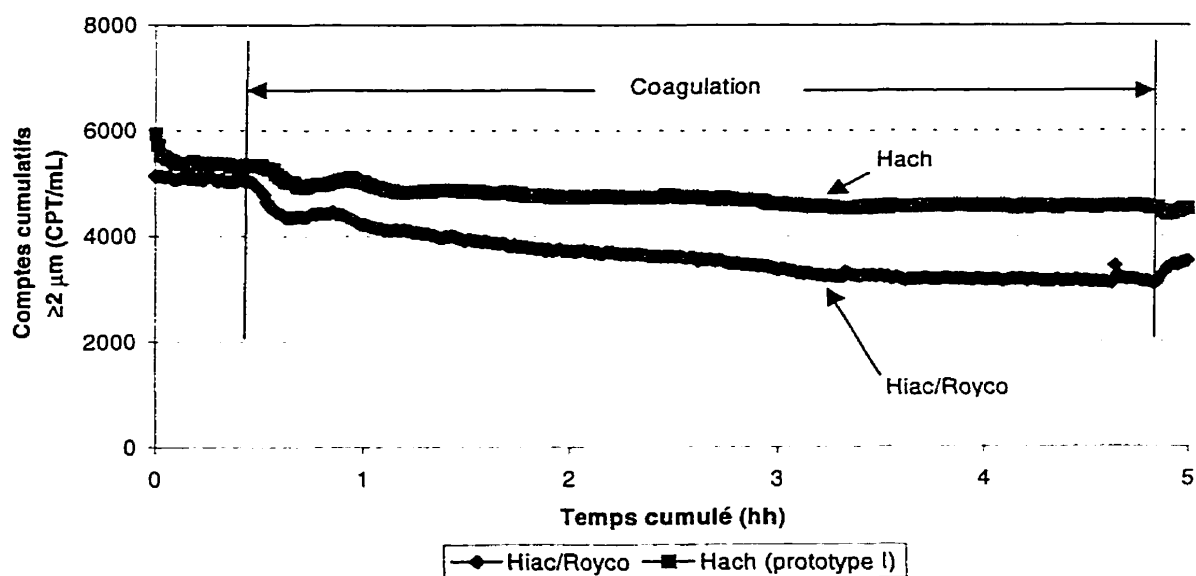


Figure I.I.V Comptes cumulatifs des particules de $\geq 15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée

CYCLE II

Tableau I.II Conditions d'opération des compteurs de particules, essai du 16/10/96

	<i>Hiac/Royco</i>	Prototype I de <i>Hach</i>
Porosité du tamis utilisé (μm)	800	800
Débit d'alimentation (mL/min)	220,0	640,0
Débit à travers le détecteur spécifié par le fabricant (mL/min)	25,0	200,0 (± 10)
Début de la coagulation - débit affiché sur le compteur (mL/min) - débit mesuré (mL/min)	25,3 25,5	- 200,0
Fin de la coagulation - débit affiché sur le compteur (mL/min) - débit mesuré (mL/min)	26,2 24,0	- 183,0
Coagulant	Ferriclear : 10,92 mg/L	
Durée de l'injection du coagulant	5h00	
Turbidité à l'eau brute	1.19 UTN	
Température de l'eau	13° C	

Figure I.II.I Comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée

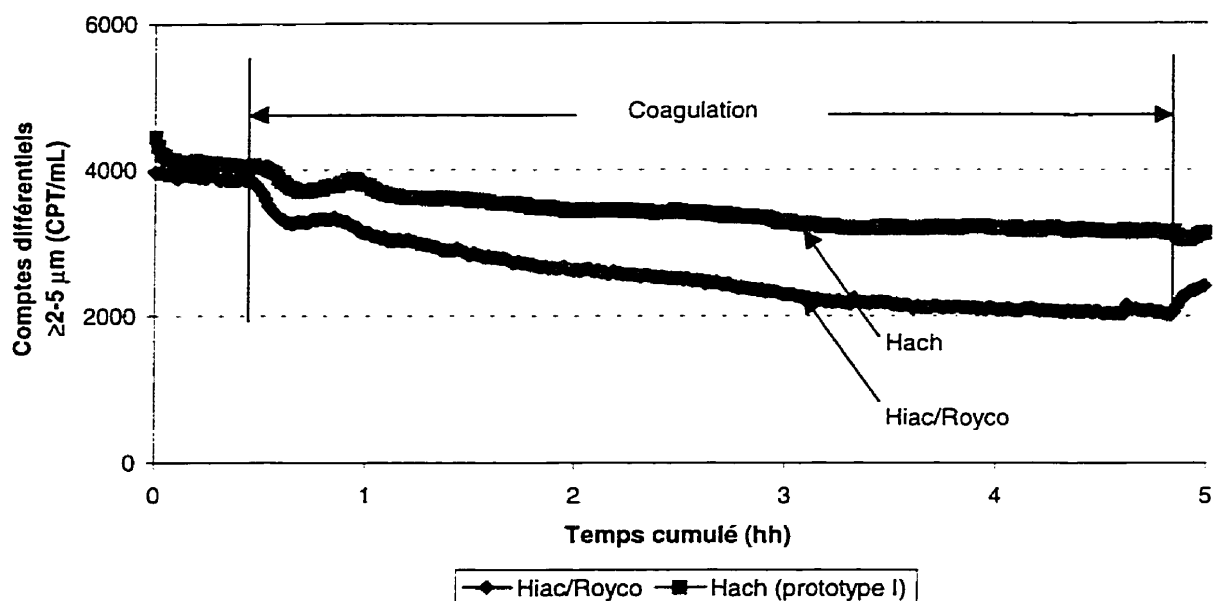


Figure I.II.II Comptes différentiels des particules de $\geq 2-5 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée

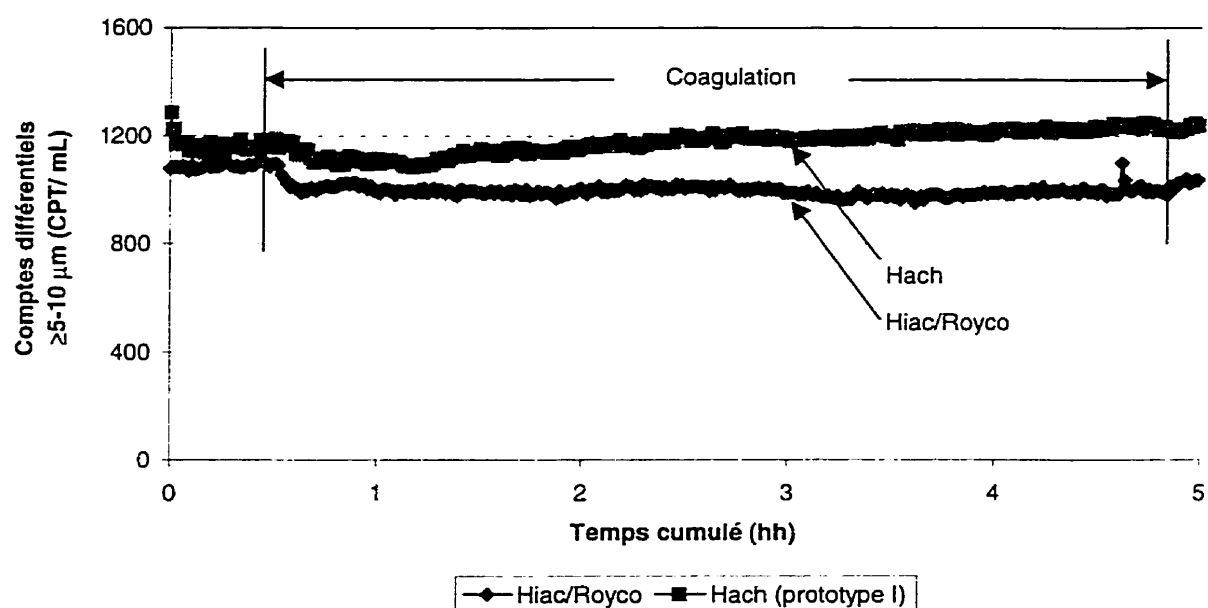


Figure I.II.III Comptes différentiels des particules de $\geq 5-10 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée

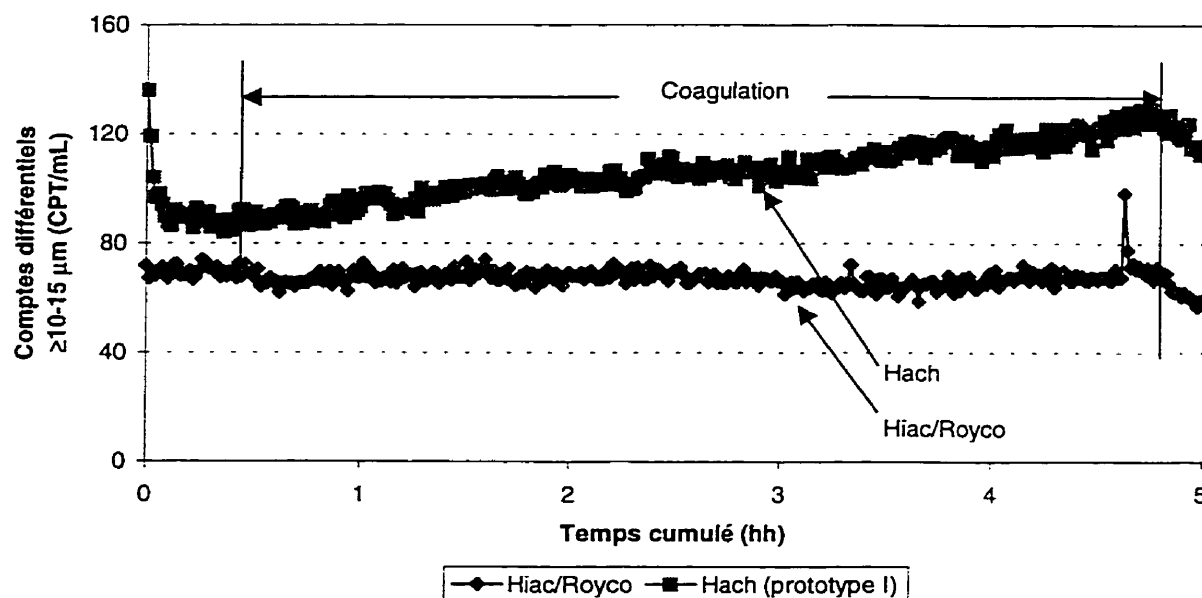


Figure I.II.IV Comptes différentiels des particules de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée

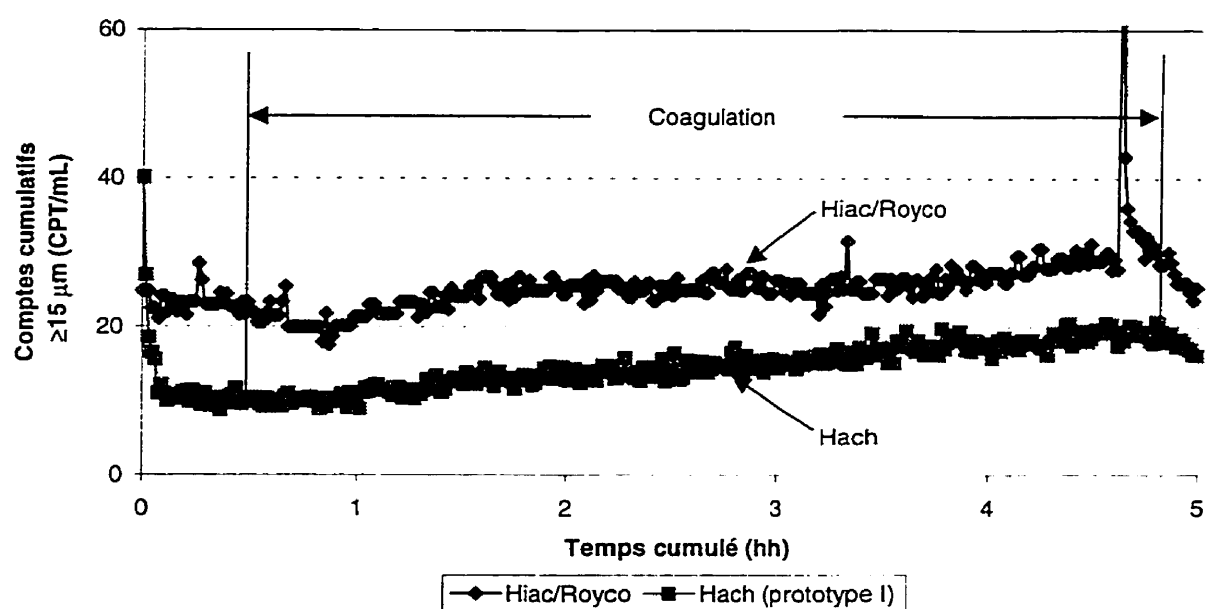


Figure I.II.V Comptes cumulatifs des particules de $\geq 15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée

CYCLE III

Tableau I.III Conditions d'opération des compteurs de particules, essai du 17/10/96

	<i>Hiac/Royco</i>	Prototype I de <i>Hach</i>
Porosité du tamis utilisé (μm)	Non utilisé	Non utilisé
Débit d'alimentation (mL/min)	220,0	640,0
Débit à travers le détecteur spécifié par le fabricant (mL/min)	25,0	200,0 (± 10)
Début de la coagulation - débit affiché sur le compteur (mL/min) - débit mesuré (mL/min)	25,1 25,3	- 200,0
Fin de la coagulation - débit affiché sur le compteur (mL/min) - débit mesuré (mL/min)	26,6 23,9	- 188,0
Coagulant	Ferriclear : 10,92 mg/L	
Durée de l'injection du coagulant	3h52	
Turbidité à l'eau brute	1.20 UTN	
Température de l'eau	13° C	

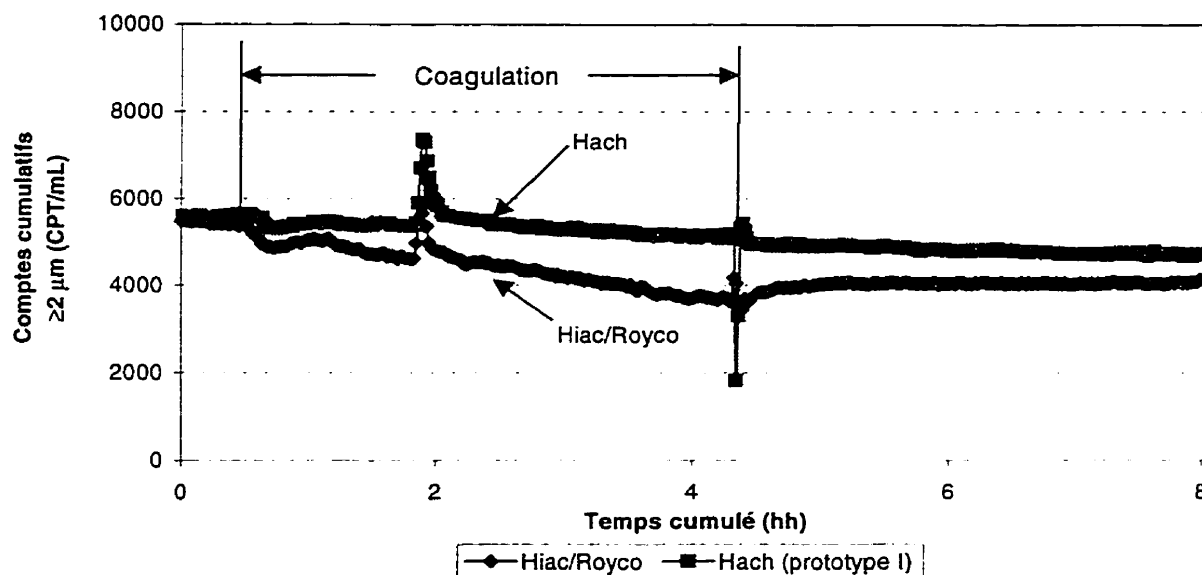


Figure I.III.I Comptes cumulatifs des particules de $\geq 2 \mu\text{m}/\text{mL}$ dans l'eau brute coagulée

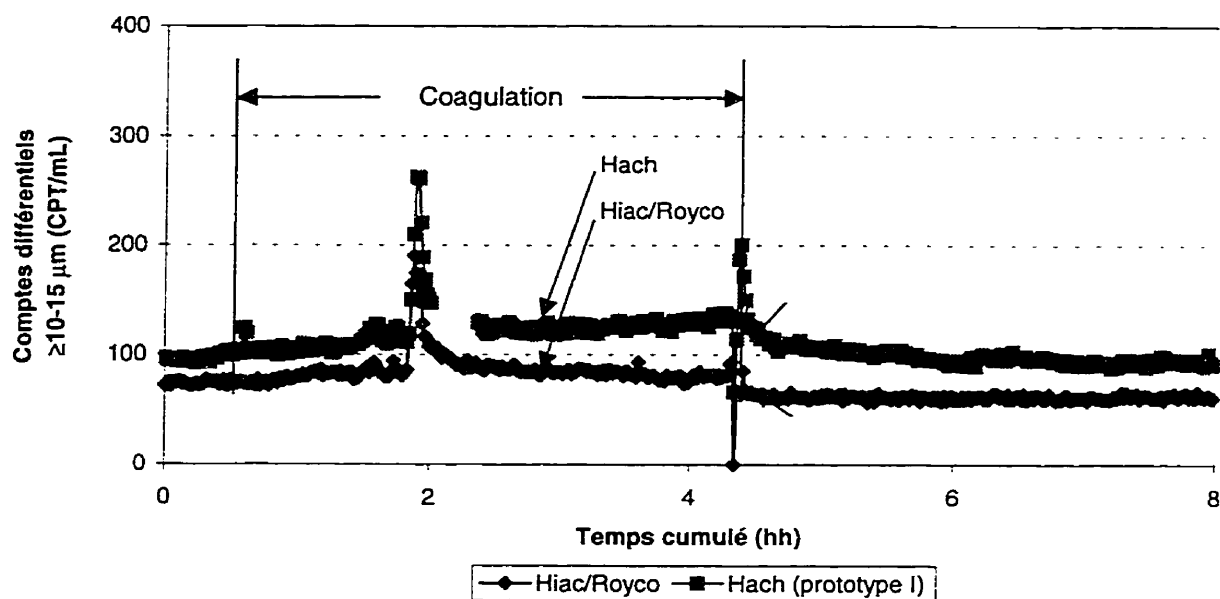


Figure I.III.IV Comptes différentiels des particules de $\geq 10-15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée

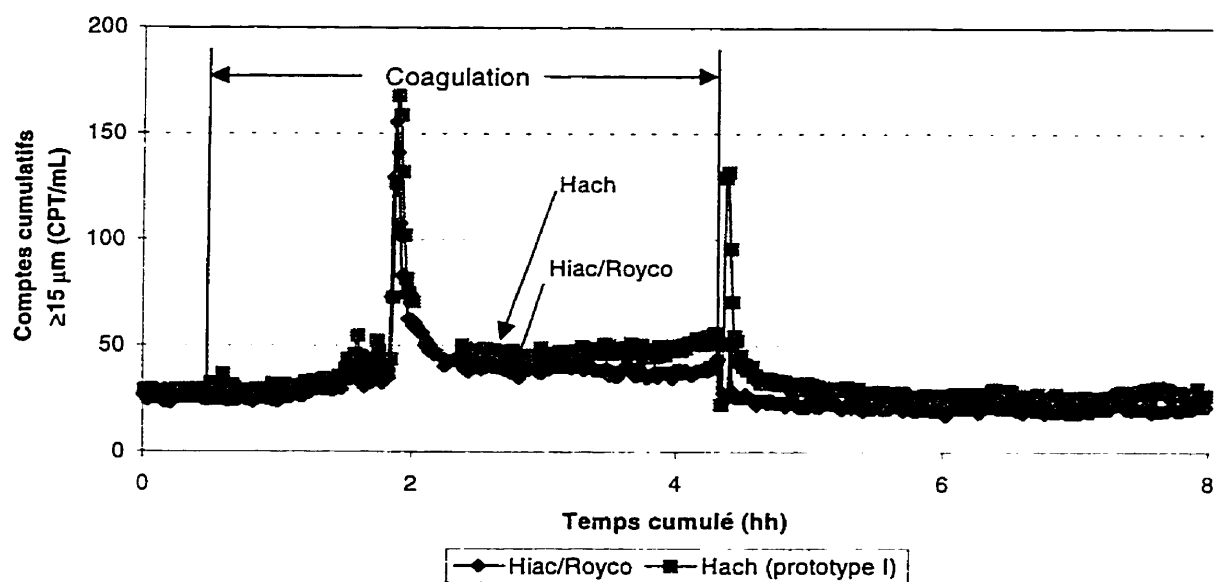


Figure I.III.V Comptes cumulatifs des particules de $\geq 15 \mu\text{m/mL}$ dans l'eau brute coagulée

ANNEXE II



**Duke Scientific
Corporation**

Protocol for CC2200-M01
Package Insert Sheet-012A
May 15, 1997

2463 Faber Place, P.O. Box 50005, Palo Alto, California 94303
Toll Free (800) 334-3883 or (415) 424-1177, Fax (415) 424-1158

PROTOCOL FOR USE OF CC2200-M01

Particle Count Control - Multimodal

1. Product Description

This product contains NIST traceable polymer microspheres packaged in a particle-free diluent at concentrations ideal for use in validation of liquid particle counters. The composition of the suspension has been optimized to promote dispersion of the particles.

2. Materials Needed

- a. CC2200-M01
- b. liquid particle counter
- c. delivery system
- d. magnetic stir plate
- e. magnetic stir bar (optional)
- f. sonic bath
- g. particle-free water

3. Instructions

- a. Bring the particle count control suspension to room temperature before use.
- b. Determine and set the instrument's channels by following the instrument manual instructions.
- c. Run particle-free water through the instrument until a zero count is obtained.
- d. Resuspend the particle suspension by inverting the bottle gently five times, sonicating for 30 seconds, and placing it on a magnetic stir plate at medium speed.
- e. Proceed to particle counting using the instrument manufacturer's guidelines.

4. Shelf Life

The shelf life of the unopened bottle is 6 months from the date of packaging. Do not freeze the particle suspension, as freezing will irreversibly flocculate the particles. Once the bottle has been opened, the suspension should be used within two days to avoid contamination.

5. Additional Information

If you have any further questions regarding the use of this product, please contact the technical service staff at Duke Scientific.

ANNEXE III

PARTICLE COUNTER VERIFICATION

Size and Count Verification for the 1900 WPC

Proposed Procedure

Rev 0.6 June 18, 1997

This verification requires an initial instrument modification and setup that has been broken down into eight parts. Once the setup has been completed, several of these steps are eliminated. For the initial setup, all steps are detailed in this procedure.

This verification is designed for use with the Multi-Modal Particle Count Control which is included with this procedure. This standard contains two sizes of particles along with the count concentration of each of these particles.

1. Particle counter - Instrument Setup

Step	Procedure: Instrument Setup
A	If the instrument is running on filtered (effluent) water, no pre-filtering of the sample is required for verification. However, if influent water is used and the counts are excessively high (>500 cts/mL), then the counter must either be switched to a sample stream with low particle count (<500 cts/mL) or a filter must be installed on the influent sample line. If filter installation is necessary, a 0.7 μ m filter or smaller is recommended. The filter should be installed before the constant head device. Allow this filtered water to run through the counter until the sample count runs become low and consistent (less than 500 cts/mL).
B	If not already present on the particle counter inlet line, install the Injection Port Apparatus (Cat. No. xxxcc-00). To do this, replace the sample line elbow at the bottom of the 1900WPC sensor with an elbow that contains the injection port. This elbow is available with the calibration verification kit. In order to prevent leaks, be sure all connections are properly positioned.
C	Turn on the sample line and allow the system to flush out before beginning the injection procedure of this verification. If any leaks occur, take the necessary measures to fix them. A stable count reading should be attained before proceeding.

2. AquaView+ Software Setup - Using Raw Count Data

Step	Procedure: AquaView Software Setup - Using Raw Counts
A	Configure the 1900WPC For Verification: Select Configure, Instruments. Then, select the correct communication address for the counter that is to be verified. Then, select Modify.
B	Verify the Sample Interval is 60 Seconds. If not, change the instrument to meet this parameter.
C	Using a graduated cylinder to measure the effluent sample flow from the sensor, verify the Flow Rate is 200 mL/min ($\pm$ 10 mL). If not, adjust the Constant Head Device to achieve this flow specification. Please refer to the 1900WPC Instrument Manual for instructions on adjusting the sample flow rate.
D	Select Sizes. Set the following bin sizes: 2.0, 5.0, 7.0, 8.5, 11.5, 13, 15 and 20 into the first 8 size bins in this order. Clear out all other bins. When finished, select OK to accept these new size bins and exit the Channel Sizes dialog box. Select OK to exit the Sensor Settings dialog box. Last, select OK to exit the Instrument Configuration dialog box.
E	Configure Data: This may be done several ways. The following procedure sets up the histogram so the particle injections may be viewed in process: - Select View from the AquaView+ Sensor Status Menu. Next, select Histogram. - Select the counter sample point for the counter that is to undergo verification by clicking on the appropriate named selection. - Select Raw counts from the Display dialog box.

	- Select Real-Time, last 7 Samples. - In the Display dialog box, confirm the Cumulative Counts box is <u>not</u> checked. Enter 700 for the Maximum value and 0 for the Minimum value. - In the Maximum value box, enter 700 for raw counts. The Minimum value is to be 0. - Select OK when these parameters have been set. A histogram will now be displayed.
F	Viewing and Using the Histogram during Verification: Viewing Histogram Setup - With the histogram window on, and with the sample running, the AquaView+ program will log data from the counter. Note the time to the second when each new sample run is logged. This is displayed on the histogram to the right of each plotted run. See the note below.
G	Determine the time each new count cycle begins: Note this time to the second. This is when new sampling takes place and is to be used for standard injections. Also, note the real-time clock on the bottom right-hand corner of the AquaView+ display. This is the clock that is used by the software to begin each new sampling cycle.

Note: The histogram allows one to view the counter response to all injections that are made to the sensor being tested. It also tells the user the quantity of the background noise prior to and after the injections have been made. Last, the histogram can allow one to visually determine the reproducibility of multiple injections and note if there are any substantial changes in background counts throughout the duration of this test.

3. Assembly of the Injection Apparatus

This apparatus consists of a 20 cc disposable syringe with a male Luerlock tip and a 5 inch piece of 1/8 inch ID Tygon 2275 tubing, fitted with one male Luerlock barbed fitting (1/8 inch barb), and one female Luerlock barbed fitting (1/8 inch barb). In order to minimize contamination of this apparatus, the syringe should remain in its sterile packaging until immediately prior to use.

Step	Procedure: Assembly of the Injection Apparatus
A	Attach the 3-way valve to the injection port on the inlet sample line. Attach a plug to the valve port T (located 90 degrees from the injection port attachment).
B	Attach the female Luer-Lock end of the tubing to the male Luer-Lock tip of the syringe. Once the syringe has been rinsed and then filled with standard, the other tip of the tubing attaches to the valve on the injection port of the particle counter.
C	After the injection apparatus has been assembled, immediately proceed toward completion of this verification procedure to minimize contamination.

4. Preparation Of the Particle Count/Particle Size Standard

Step	Procedure: Preparation Of the Particle Count/Particle Size Standard
A	Invert the bottle gently 10 times in 10 seconds.
B	Place this bottle in a ultra-sonic bath for 30 seconds.
C	Place this bottle on a magnetic stirrer and allow to mix slowly.

The cap on the standard container should only be removed long enough to remove sample from the bottle. If the cap is left off this bottle, contamination will result.

5. Recording Background Counts

Step	Procedure: Recording Background Counts
A	Allow the counter to run five one-minute count cycles on the stream that is to be injected. Record the time of each background run.
B	Verify that the cumulative counts for this run are consistent (change by less than 20 percent over the five runs).
C	Verify that the cumulative counts are below 500 cts/mL.
D	If the conditions in steps 2 and 3 are met, skip step E.

J	Repeat Steps H and I until five injection have been completed. Record the time of each injection from the AquaView Clock (located at the bottom right-hand corner of the display).
K	Collect the final set of injection background counts. To do this allow the counter to run for five more cycles. Record the time stamps of these cycles.

Notes:

a. Keep the tip of the syringe tubing completely submerged in the standard while filling the syringe. In addition, it is important to slowly draw the standard into the syringe. This is required in order to minimize the draw of air into the standard. If air is drawn into the syringe during filling, allow the syringe to stand in a vertical position, tip facing up for at least five minutes. Tap the syringe apparatus several times to detach any bubbles that may adhere to inside of this injection apparatus. These techniques will help to reduce air bubbles that may be entrained in the syringe apparatus.

b. Small bubbles may remain attached to the inside of the syringe. These bubbles will not affect the test as long as they remain attached to the inner walls of the syringe. Care must be taken from this point not to dislodge these air bubbles. Further, care must be taken not to bump the 1900WPC or any sample lines. This can cause bubbles on the inner walls of the sample lines to become dislodged.

c. Do not let go of the syringe piston when the injection port valve is open. Back pressure from the incoming sample stream is sufficient to force sample against the syringe piston, which could back-fill the syringe with this fluid. When standard is not being injected into the particle counter, this valve must remain closed.

d. The counter will respond to the injection of particles within the same 1-minute cycle as the injection when the injection is performed within the first 30 seconds of the cycle.

e. Do not remove the syringe from the injection port until all injections and backgrounds have been completed.

7. Data Retrieval and Calculations:

After the injections have been completed, background corrections and dilution factors must be applied to the raw verification data. Steps A through F below give the instructions for manually performing these calculations. A total of 15 runs are performed during this procedure. These are the five background count runs before the injections, the five standard injections, and the five background runs after the injections. A Microsoft Excel 5.0 macro can also be used to perform these tasks. To use this macro, skip this section and perform all steps in section 8 "Data Transfer/Calculation Procedure" below.

Step	Procedure: Data Retrieval and Calculations
A	Retrieve the verification data as follows: Select view, historical tabular. Select the correct sample point that contains the injection data. Select Raw counts. Select the time block that contains the all verification runs. These runs include background counts before and after the standard injections and the injections themselves.
B	Print this data or save it to a disk as a CSV file. CSV files can be opened in Microsoft Excel 5.0 that is installed on a separate computer.
C	Identify the data from the specific background and injection runs.
D	Average all the runs of background counts together for each respective size bin. There should be a total of 10 runs averaged together.
E	Average the five standard injections together for each respective size bin.
F	For each respective size bin, subtract the averaged background counts from the averaged standard injection counts. These are now the blank corrected sample counts. After the subtraction of the background counts, any negative results are treated as zero counts.
G	Multiply the count value in each bin by 2.778. For an explanation on the calculation of this value, see Note a below.

Notes:

a. The dilution factor is used to compensate for the monitoring of the entire sample stream. In in-situ particle counters, only a certain percentage of the sample stream is actually analyzed. However, the

particles are injected into 100 percent of the sample stream. Thus, we need to adjust back to 100 percent to obtain the correct amount of particles.

This correction factor is calculated by first determining the amount of the sample stream that is analyzed by the instrument. This sample analysis volume is typically 12 percent but could vary between 11 and 13 percent on the 1900WPC. (The actual value for the instrument is printed on the calibration certificate, located on the inside of the front instrument cover.) The analysis volume is divided into the total sample volume, which is 100 percent. This result is then divided by the amount (mL) of the count/size standard injected during each verification run. This injection volume is 3.0 mL. The dilution factor is then calculated as $((100/12)/3)$ which is 2.778

b. The results calculated from step G should correspond to within 15 percent of those values on the particle count/size standard label. See the Discussion Section below.

8. Using the Data Handling/Calculation Macro

This procedure is designed for use in conjunction with the 1900WPC performance verification procedure. In order for this procedure to be used, the CSV files that were generated during the verification procedure must be downloaded to a separate computer with Microsoft Excel 5.0, and the data handling macro. This macro will then perform the size and count efficiency calculations. It will then determine if the particle counter passes or fails the performance verification.

A knowledge of the basic functions of both Microsoft Excel 5.0 and AquaView+ software packages is recommended before using this data handling macro.

Due to the large memory requirements of Microsoft Excel and AquaView+, it is not recommended that this data handling macro be run simultaneously with the AquaView+ software. This procedure has been written for use on a computer other than the one that is used to run the 1900WPC. However, the same computer that contains the particle counter can be used as long as it has Microsoft Excel 5 and the AquaView+ software is not running.

Step	Procedure: Data Transfer/Calculation
A	Determine the times when verification runs were performed.
B	Insert a disk into the particle counter computer with AquaView+ software. Verify that the disk has directory A:\AVPLUS\VERIFY. This directory can be easily created through the use of File Manager.
C	Select Configure menu. Then, select Data: Retrieval CSV files.
D	Designate a file name for those CSV files that are about to be retrieved. Also designate the path for the file (A:\AVPLUS\VERIFY***).
E	Select appropriate start and finish dates and times.
F	In the Sample Points menu, verify that the correct instrument is selected. In the Sample Fields menu, confirm that all fields are selected.
G	Select OK. Wait for the file to be saved on the disk.
H	After the file has been saved, select OK.
I	Remove the disk from the computer that contains the downloaded CSV file (the particle counter computer).
J	Insert this disk into a computer that has Excel 5.0 software and the Particle Counter Verification Macro installed.
K	Open File Manager. Open both C:\ and A:\ drives. If necessary, create the directory C:\AVPLUS\VERIFY.
L	Move the saved CSV file (named in step D) from A:\AVPLUS\VERIFY to C:\AVPLUS\VERIFY.
M	Minimize File Manager.
N	Open Excel 5.0.
O	Open the file C:\AVPLUS\VERIFY\V8-START.XLS
P	Select the Start Here sheet. Fill in the blanks. This includes mL injected, percent sample analyzed, and the counter serial number. Press enter to toggle to the next field. When finished, toggle out of the fields and then Select the OK-Begin Data Reduction button.

Q	Select No when asked, "Re-establish links?"
R	Enter CSV file name, including the path and extension (.csv). This is the file that was saved from the AquaView+ software.
S	When the Manual Data Cleanup screen appears, select Seed8 file from the Window menu. Select the Reduced Data Sheet.
T	On the Reduced Data Sheet, delete all ROWS except 1) the five background runs taken before the particle injections must be in rows 2 through 6, 2) the five runs where the particles were injected must be in rows 7 through 11, and 3) the five background runs that were made after the injections are located in rows 12 through 16. There are a total of 15 runs. Verify that they appear in the preceding order. Do not eliminate any columns. Do not erase or change row 1, which contains labels.
U	From the Window menu, select V8-Start, then the Finish Here sheet. Select the OK Finish Data Calculations button.
V	Name final display sheet. This will be saved as a *.xls file.
W	Review the final display sheet. Edit bin sizes and add comments to complete the report.
X	Save the file: Save the final display sheet.
Y	Close the V8-Start file. Do Not save this file.

Discussion - Explanation of Bin Setup and Specification Derivations:

Count Accuracy Verification:

This particle counter is specified with a resolution of 15 percent. Bin sizes are defined according to this specification in order to statistically verify the size and count accuracy of the test instrument.

This verification has been designed to set the bin sizes at one and two standard deviations from the mean. For each standard, three bins are defined. The central bin encompasses plus and minus one standard deviation on each side of the defined mean size of the standard. The bins on each side this central bin encompass two standard deviations on each size of this same standard.

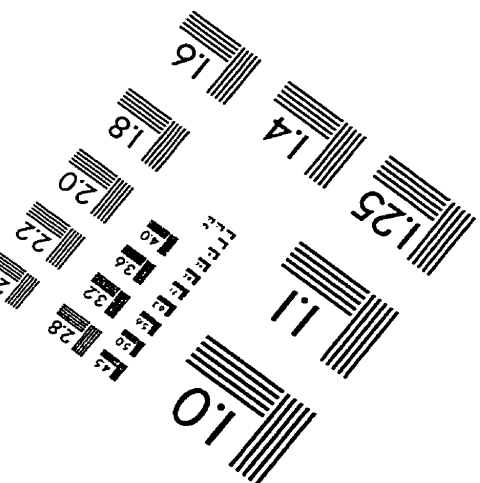
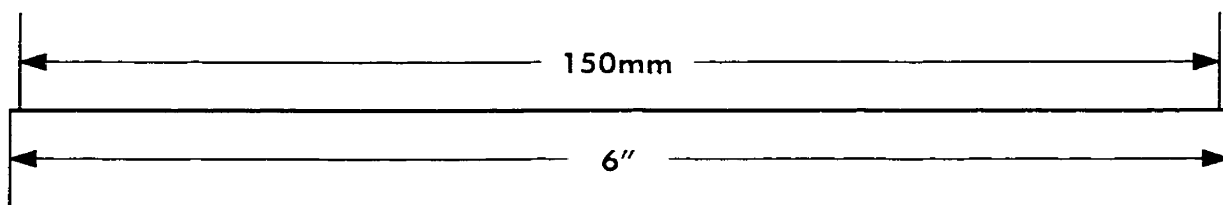
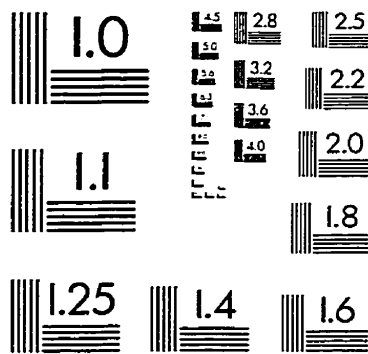
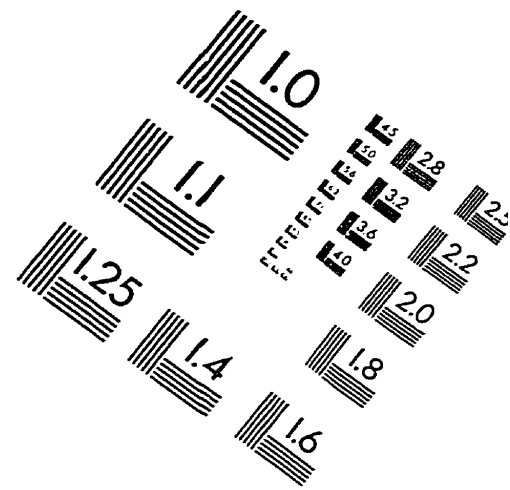
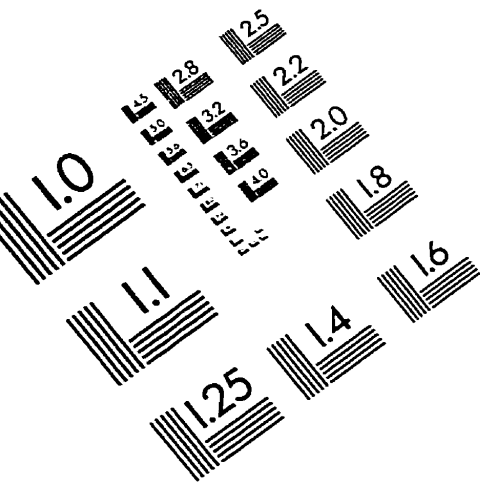
An example of defining bin locations is as follows: If a particle standard to be used for testing has a mean size of 10.0 microns and the instrument resolution is 15 percent, the central size bin, set at ± 1 standard deviation would have boundaries set at 8.5 and 10.5 μm . The lower bin, set from 1 to 2 standard deviations from the mean would have boundaries set at 7.0 and 8.5 μm . The upper bin, set between 1 and 2 standard deviations above the mean would have the boundaries 11.5 and 13 μm .

Statistically, 95 percent of all particles that are injected should fall within 2 standard deviations about the mean. Thus, if 2000 counts are injected, at least 1900 counts should be detected within the three set size bins. Thus, with a 10 percent count accuracy specification, the counts must fall within minus 10 percent of 1900 counts to plus 10 percent of 2000 counts. Thus, the count efficiency specification is 1710 to 2200 counts.

Size Accuracy Verification:

Size accuracy verification has the same instrument bin set-up that was performed for count accuracy verification. Bins are set up according to resolution with three bins representing two standard deviations about the mean. For size accuracy verification at least 67 percent of the total number of particles injected must fall into within the first standard deviation (the central bin). If more particles fall within this first standard deviation, the resolution is better than 15 percent. If fewer particles fall within this first standard deviation bin, then the resolution is poorer. To calculate whether the instrument passes the size accuracy (resolution) specification, divide the number of counts in the central (first standard deviation bin) by the total number of counts that fall within two standard deviations from the mean. A number of 0.67 or greater indicates a resolution equal to or better than 15 percent.

IMAGE EVALUATION TEST TARGET (QA-3)



APPLIED IMAGE, Inc
1653 East Main Street
Rochester, NY 14609 USA
Phone: 716/482-0300
Fax: 716/288-5989

© 1993, Applied Image, Inc., All Rights Reserved

